

**SINTESIS SENYAWA (4-AMINOPHENYL)-3-(FURAN-2-YL)PROP-2-EN-1-ONE MENGGUNAKAN SENYAWA PEMULA FURFURAL DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT ETANOL DENGAN KATALIS BASA**



Oleh :

Suyadi

15092782 A

FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS SETIA BUDI  
SURAKARTA  
2013

**SINTESIS SENYAWA (4-AMINOPHENYL)-3-(FURAN-2-YL)PROP-2-EN-1-ONE MENGGUNAKAN SENYAWA PEMULA FURFURAL DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT ETANOL DENGAN KATALIS BASA**



*SKRIPSI*

*Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai  
Derajat Sarjana Farmasi (S.Farm)  
Program Studi Ilmu Farmasi pada Fakultas Farmasi  
Universitas Setia Budi*

**Oleh :**

**Suyadi**

**15092782 A**

**FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS SETIA BUDI  
SURAKARTA  
2013**

**PENGESAHAN SKRIPSI**

Berjudul

**SINTESIS SENYAWA (4-AMINOPHENYL)-3-(FURAN-2-YL)PROP-2-EN-1-ONE MENGGUNAKAN SENYAWA PEMULA FURFURAL DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT ETANOL DENGAN KATALIS BASA**

Oleh :  
Suyadi  
15092782 A g

Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi  
Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi  
Pada tanggal : 16 Agustus 2013

Mengetahui ,  
Fakultas Farmasi  
Universitas Setia Budi  
Dekan



Dr. R. Ostari, SU.,MM., Apt.

Pembimbing

Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si.

Pembimbing pendamping,

Reslely Harjanti, M. Sc., Apt.

Penguji :

1. Dr. Rina Herowati, M.Si., Apt.

2. Drs. Supriyadi, M.Si.

3. Reslely Harjanti, M.Sc., Apt.

4. Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si.

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*“orang yang hebat bukanlah orang yang punya jabatan tinggi, tetapi orang yang hebat adalah orang yang taat dengan peraturan dan hukum yang ada”*

( *suyadi* )

Skripsi ini penulis persembahkan untuk :

- Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang.
- Bapak, ibuk, dan adik yang slalu mendukung dan mendoakan kesuksesan skripsi ini.
- Terima kasih pada bapak dan ibu Dosen selama mencari ilmu di universitas tercinta ini.
- Teman-teman teori 3 terima kasih untuk 4 tahun yang menyenangkan ini.
- Terima kasih temen-temen (Yogi, Very, Yuan, Tome dan Zigot).
- The sintestor (Yoyon, Adit, Bima, Agung, Alip, Chandra, dan Ade) atas kekompakanya.
- Thom kos n minami kos yang selalu menghibur dalam kesusahan.

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Saya siap menerima sanksi secara akademis dan hukum apabila skripsi ini merupakan jiplakan dari penelitian atau karya ilmiah atau skripsi orang lain.

Surakarta, 16 Agustus 2013

Suyadi

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan hidayah-Nya serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul “Sintesis Senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one Menggunakan Senyawa Pemula Furfural dan *p*-aminoasetofenon dengan Katalis Basa dalam Pelarut Etanol” dengan baik. Skripsi ini merupakan salah satu syarat guna memperoleh gelar Sarjana Farmasi (S. Farm.) pada Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.

Pada kesempatan ini perkenan kanlah penulis menyampaikan rasa terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini antara lain kepada :

1. Winarso Suryolegowo, SH, M.Pd. selaku Rektor Universitas Setia Budi Surakarta.
2. Prof. Dr. R.A. Oetari, SU.,MM., Apt., selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.
3. Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
4. Reslely Harjanti, M.Sc., Apt., selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

5. Drs. Mardiyono, M.si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan arahan serta nasehat selama menempuh pendidikan S1 farmasi di Universitas Setia Budi.
6. Dr. Rina Herowati, M.Si., Apt. atas bantuan yang diberikan secara tidak langsung kepada penulis.
7. Bapak dan Ibu dosen Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi yang telah memberikan bekal ilmu kepada penulis.
8. Bapak dan Ibu Assisten Laboratorium Kimia Organik Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi yang membantu penulis dalam melaksanakan praktikum.
9. Kepala Perpustakaan Universitas Setia Budi dan Universitas Gajah Mada yang telah memberikan izin kepada penulis untuk melaksanakan studi pustaka.
10. Segenap Staf dan Karyawan Universitas Setia Budi yang telah memberikan banyak bantuan selama penelitian.
11. Semua pihak yang telah memberikan bantuan baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa di dalam penulisan naskah Skripsi ini masih banyak kekurangan, namun penulis berharap semoga dengan adanya Skripsi ini dapat menambah pengetahuan dibidang Farmasi.

Surakarta, 16 Agustus

2013

Suyadi

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
INTISARI .....	xii
ABSTRACT.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang Masalah .....	1
B. Perumusan Masalah .....	3
C. Tujuan Penelitian .....	3
D. Kegunaan Penelitian .....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	4
A. Sifat dan Struktur Senyawa Kalkon .....	4
B. Sintesis Organik .....	5
C. Retrosintesis .....	6
D. Furfural .....	7
E. Rekristalisasi .....	7
F. Metode Uji Kemurnian .....	9
1.1 Jarak Lebur.....	9
1.2 Kromatografi Lapis Tipis.....	9
1.3 Kromatografi Gas.....	11
G. Metode elusidasi struktur .....	11
1.1 Spektrofotometri ultraviolet.....	11
1.2 Spektrometri massa.....	12
1.3 Spektrofotometer inframerah .....	12
H. <i>p</i> -Aminasetofenon .....	12



I. Reaksi Kondensasi .....	13
J. Natrium Hidroksida .....	14
K. Landasan Teori .....	14
a. Analisis diskoneksi (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one .....	14
b. Sintesis (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one.....	15
c. Mekanisme reaksi (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one.	16
L. Hipotesis .....	19
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>20</b>
A. Bahan Penelitian .....	20
B. Alat Penelitian .....	20
C. Metode Penelitian .....	21
1. Metode umum sintesis .....	21
2. Pemeriksaan senyawa hasil sintesis .....	21
2.1. Pengujian kemurnian senyawa hasil sintesis .....	21
2.1.1. Pengujian titik lebur .....	21
2.1.2. Pengujian kromatografi lapis tipis (KLT) .....	21
2.1.3. Pengujian kromatografi gas(KG) .....	22
2.2. Elusidasi struktur senyawa hasil sintesis .....	22
2.2.1. Pengujian spektrofotometer ultraviolet (UV).....	22
2.2.2. Pengujian spektrofotometer inframerah (IR) .....	22
2.2.3. Pengujian spektrometer massa (MS) .....	22
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>24</b>
1. Hasil pengujian kemurnian senyawa hasil sintesis.....	25
2. Hasil elusidasi struktur senyawa hasil sintetis.....	27
2.1 Spektrofotometri UV-Vis .....	27
2.2 Spektrum massa(MS) .....	29
2.3 Spektrum Inframerah (IR) .....	30
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>33</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>34</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>36</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Bagan farmakofor kalkon.....	1
2. Struktur kimia 1,5-difuril-1,4-pentadien .....	2
3. Struktur kimia (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one .....	3
4. Bagan farmakofor kalkon.....	5
5. Struktur kimia furfural .....	7
6. Struktur kimia <i>p</i> -aminoasetofenon .....	13
7. Diskoneksi dari (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one .....	15
8. Reaksi sintesis (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one .....	16
9. Reaksi pembentukan karbanion dalam basa .....	17
10. Reaksi pembentukan ion enolat .....	17
11. Reaksi kondensasi aldol .....	17
12. Pembentukan $\beta$ -hidroksiketon.....	18
13. Reaksi dehidrasi .....	18
14. Profil kromatografi gas senyawa hasil sintesis .....	26
15. Profil spektrum UV-Vis .....	27
16. Spektrum massa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one.....	29
17. Pola fragmentasi senyawa hasil sintesis.....	29
18. Spektrum IR senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one.....	30

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Perhitungan % <i>yield</i> berdasarkan berat teoritis dan % <i>recovery</i> ..... ..	36
2. Profil KLT senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one .....	39
3. Gambar alat dan hasil sintesis senyawa .....	40

## DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Data hasil sintesis senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one ...	24
2. Hasil analisis spektrum IR (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one.....	31

## INTISARI

**SUYADI., 2013, SINTESIS SENYAWA (4-AMINOPHENYL)-3-(FURAN-2-YL) PROP-2-EN-1-ONE MENGGUNAKAN SENYAWA PEMULA FURFURAL DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT ETANOL DENGAN KATALIS BASA, SKRIPSI, FAKULTAS FARMASI, UNIVERSITAS SETIA BUDI, SURAKARTA.**

Kalkon merupakan senyawa antara dalam pembuatan senyawa-senyawa turunan flavonoid melalui jalur mekanisme tertentu. Kalkon mempunyai berbagai aktivitas biologis seperti antioksidan, antitumor, antibakteri, antivirus, antiinflamasi, antijamur, dan antimikroba. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis analog kalkon senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one berdasarkan mekanisme reaksi kondensasi Claisen-Schmidt, menggunakan senyawa pemula furfural yang dikondensasikan dengan *p*-aminoasetofenon menggunakan pelarut etanol dengan katalis basa pada temperatur kamar.

Sintesis dilakukan dengan mencampurkan *p*-aminoasetofenon dan furfural dalam pelarut etanol dalam katalis basa yang diaduk selama 3 jam, pada temperatur kamar (27 °C) kemudian ditambah dengan air suling dingin sampai dengan 50 mL lalu didiamkan selama 30 menit. Kemudian endapan yang terjadi disaring dengan penyaring btchner, kemudian dicuci sampai netral (pH 7) dengan air suling dingin endapan dikering anginkan dilanjutkan dengan rekristalisasi dengan pelarut etanol. Analisis kemurnian senyawa hasil sintesis dilakukan dengan uji titik lebur, uji KLT, dan kromatografi gas. Elusidasi struktur menggunakan analisis spektrofotometer infra merah, spektrofotometer massa dan spektrofotometri UV.

Analisis dengan uji titik lebur senyawa melebur pada suhu 104°C-115°C, uji KLT dengan sistim pelarut pengembang : kloroform (3:1) Rf =0,78. n-heksan : etil asetat (1:3), Rf = 0,84. n-heksan : etil asetat (3:1), Rf = 0,4 menunjukkan hasil satu bercak, dan dengan kromatografi menunjukkan kemurnian 93,42%. Analisis spektrofotometer infra merah menunjukkan pergeseran gugus C=O karbonil ke frekwensi yang lebih rendah pada 1635,64 cm<sup>-1</sup> dari frekwensi 1640-1840 cm<sup>-1</sup>. Analisis spektrofotometer massa menunjukkan kesesuaian berat molekul dengan senyawa target yaitu 213. Spektrofotometri UV senyawa hasil sintesis muncul pada panjang gelombang 245 nm dan 355 nm.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa analog kalkon (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one berhasil disintesis, dengan % yield sebesar 87,23%. Recovery 48,48 % dan dielusidasi memiliki struktur kimia sesuai yang diperkirakan dengan kemurnian 93,42 %.

**Kata kunci : sintesis, rekristalisasi, (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one, katalis basa, dan kondensasi**

## ABSTRACT

**SUYADI., 2013, SYNTHESIS OF COMPOUNDS (4-AMINOPHENYL) -3 - (FURAN-2-YL) PROP-2-1-ONE COMPOUNDS USING FURFURAL BEGINNERS AND P-AMINOASETOFENON BASES IN SOLVENT CATALYST WITH ETHANOL, THESIS, FACULTY OF PHARMACY, UNIVERSITY SETIA BUDI, SURAKARTA.**

Chalcone is the intermediate compound of the synthesis in of flavonoid derivative through a certain mechanism path. Chalcon has various biological activities such as antioxidant, antitumor, antibacterial, antiviral, anti-inflammatory, antifungal, and antimicrobial. This study aims to synthesize the compounds curcumin analogues (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one based on mechanism Claisen-Schmidt condensation reaction, using a furfural compounds is starting material with p-aminoacetophenone using ethanol as the solvents with alkaline catalyst at room temperature.

Synthesis of (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one was based on mechanism Claisen-Schmidt condensation reaction. Furfural and p-aminoacetophenone in ethanol solvent with alkaline catalyst were stirred for 3 hours, at room temperature (27°C) then add 50 mL of distilled water, was added and then the mixture was cooled to stand for 30 minutes. Then the precipitate was filtered with a filter buchner happen, then washed until neutral (pH 7) with wind dried sediment cold distilled water followed by recrystallization with ethanol. Analysis of the purity of the synthesized compounds was conducted by melting point, TLC test, and gas chromatography. Analysis of structure elucidation was done by infrared spectrophotometer, mass spectrophotometers as need as UV spectrophotometry.

Melting point analysis with test compounds melt at a temperature of 104 ° C-115 ° C, test developers TLC with solvent system: chloroform (3:1) Rf = 0.78. n-hexane: ethyl acetate (1:3), Rf = 0.84. n-hexane: ethyl acetate (3:1), Rf = 0.4 shows the results of the spot, and with a purity of 93.42% indicates chromatography. Infrared spectrophotometer analysis showed a shift in the carbonyl group C = O to lower frequency at 1635.64 cm<sup>-1</sup> from 1640 to 1840 cm<sup>-1</sup> frequency. Specific mass spectrophotometer analysis showed the molecular weight of the target compound 213. UV spectrophotometry compounds synthesized appeared at a wavelength of 245 nm and 355 nm.

The result showed that the compounds chalcone analog (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one successfully synthesized with % yield of 87.23%, Recovery 48.48% and have elucidated the chemical structure in line with estimates by 93.42% purity.

**Keywords: synthesis, recrystallization, (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one, base catalyst, and condensation.**

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Kalkon merupakan senyawa enon yaitu senyawa  $\alpha$ ,  $\beta$ -tidak jenuh karbonil keton. Senyawa  $\alpha$ ,  $\beta$ -tidak jenuh karbonil merupakan senyawa yang mengandung gugus karbonil yang terkonjugasi ikatan rangkap dua. Kalkon merupakan analog kurkumin yang mengandung enon aromatis tunggal (Robinson *et al.* 2003).

Kalkon dan turunannya telah terbukti mempunyai bermacam-macam aktivitas biologi, diantaranya : antioksidan (Sogawa *et al* 1993), antimikroba (Prasad *et al* 2007), antitumor (Robinson *et al* 2003), antiinflamasi (Batt *et al* 1993; Ko *et al* 2002), antibakteri (Devia *et al* 1998). Aktivitas utama dari kalkon karena keberadaan gugus enon yang bersifat elektrofilik dan dapat mengalkilasi suatu nukleofilik biologi secara adisi konjugat Batt *et al* (1993).

Menurut Robinson *et al* (2003) bahwa adanya modifikasi pada kedua cincin aromatis, farmakofor A dan C pada struktur kalkon, gambar 1, akan mempengaruhi sifat gugus enon (farmakofor B) pada kalkon dalam peranannya pada ikatan obat reseptor.

Sintesis senyawa kalkon atau benzilidinasetofenon, gambar 2, secara sederhana telah dilakukan oleh Vogel (1959) berdasarkan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan senyawa pemula aldehyd aromatis benzaldehid yang tidak mempunyai  $H\alpha$  dikondensasikan dengan keton asetofenon dalam katalis basa NaOH yang dilakukan pada temperatur  $15^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C}$ .

Rahmawati (2009) telah mensintesis analog kurkumin, (gambar 3) salah satunya adalah senyawa 1,5-difuril-1,4-pentadien-3-on. Berdasarkan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan senyawa pemula aldehyd aromatis furfural.

Perlu dilakukan sintesis analog kalkon yang menggunakan senyawa pemula aldehyd aromatis furfural yang dikondensasikan dengan turunan asetofenon, *p*-aminoasetofenon yang direaksikan pada temperatur kamar ( $28-29^{\circ}\text{C}$ ) dengan katalis basa dalam pelarut etanol. Berdasarkan diskoneksi Stuart Warren dapat digunakan senyawa pemula furfural dan *p*-aminoasetofenon yang tersedia di laborotarium kimia organik.

Struktur senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one disajikan pada gambar 4 berikut ini.



### **B. Perumusan Masalah**

Apakah senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one dapat disintesis menggunakan senyawa pemula furfural dan *p*-aminoasetofenon melalui kondensasi Claisen-Schmidt dalam pelarut etanol dengan katalis basa.

### **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui bahwa senyawa (4-aminophenyl)-3-(furan-2-yl)prop-2-en-1-one dapat disintesis menggunakan senyawa pemula furfural dan *p*-aminoasetofenon melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dalam pelarut etanol dengan katalis basa.

### **D. Kegunaan Penelitian**

Penelitian ini diharapkan berguna dalam menambah pengetahuan mengenai cara mensintesis  $\alpha,\beta$ -tidak jenuh karbonil dan reaksi kimia organik yang terjadi dan serta bermanfaat dalam usaha menemukan senyawa turunan kalkon.