

**SINTESIS SENYAWA 3-(4-KLOROFENIL)-1-(4-PIRIDINIL)
PROP-2-EN-1-ON MENGGUNAKAN MATERIAL AWAL
p-KLOROBENZALDEHID DAN p-ASETILPIRIDIN DALAM KATALIS BASA
DENGAN PELARUT ETANOL**



Oleh :

Ade Indra Apriyanto

15092627 A

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA**

2013

**SINTESIS SENYAWA 3-(4-KLOROFENIL)-1-(4-PIRIDINIL)
PROP-2-EN-1-ON MENGGUNAKAN MATERIAL AWAL
p-KLOROBENZALDEHID DAN p-ASETILPIRIDIN DALAM KATALIS BASA
DENGAN PELARUT ETANOL**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Mencapai



Derajat Sarjana Farmasi (S.Farm)

Program Studi S1-Farmasi pada Fakultas Farmasi

Univeritas Setia Budi

OLEH :

Ade Indra Apriyanto

15092627 A

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA**

2013

PENGESAHAN SKRIPSI
Berjudul

SINTESIS SENYAWA 3-(4-KLOROFENIL)-1-(4-PIRIDINIL)
PROP-2-EN-1-ON MENGGUNAKAN MATERIAL AWAL
***p*-KLOROBENZALDEHID DAN *p*-ASETILPIRIDIN DALAM KATALIS BASA**
DENGAN PELARUT ETANOL

Oleh :

Ade Indra Apriyanto

15092627 A

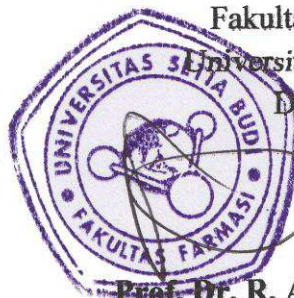
Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi
Pada Tanggal : 22 Juni 2013

Mengetahui,

Fakultas Farmasi

Universitas Setia Budi

Dekan



Prof. Dr. R. A. Octari, SU., Apt.

Pembimbing Utama

Prof. Dr. Muchalal

Pembimbing Pendamping

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

Penguji :

1. Dr. Rina Herowati, M.Si., Apt.
2. Reslely Harjanti, M.Sc., Apt.
3. Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si.
4. Prof. Dr. Muchalal

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bersukacitalah atas keberhasilanmu sendiri, tetapi bersyukurlah kepada Allah
S.W.T. bila seseorang yang lain lebih berhasil dari engkau.
(Ade Indra A.)

Laa yukallifullahi nafsan illa wus'aha, Allah tidak membebani seseorang diluar
dari kesanggupannya
(Kutipan dari Al-Qu'ran)

Orang yang hidup dengan berprinsip yang teguh tidak akan hilang (dilupakan),
tidak akan kehilangan dan tidak akan mati
(Arif bijak)

Skripsi ini penulis persembahkan untuk :

- ✓ **Bapak, ibu dan keluarga yang sudah mendukung serta mendo'akan.**
- ✓ **Untuk seseorang yang spesial Yuni Kristiani atas dukungan dan do'anya juga..... terima kasih.**
- ✓ **Teman – teman Universitas Setia Budi khususnya teman – teman dari Teori 1.**
- ✓ **Tim Sintesis yaitu Adit, Alip, Agung, Bima, Chandra, Suyadi dan Yoyon**
- ✓ **Untuk semuanya yang telah mendukung hingga terselesaikannya skripsi ini, terima kasih.**

PERNYATAAN

Saya menyatakan skripsi ini adalah hasil dari pekerjaan saya sendiri sehingga belum ada karya yang pernah diajukan agar mendapatkan gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan menurut sepengetahuan saya belum ada karya atau pendapat yang telah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali tertulis dalam naskah ini yang merujuk pada daftar pustaka.

Bila skripsi yang saya ajukan ini sudah terdapat atau merupakan karya dari orang lain yang saya ambil, saya siap menerima sanksi secara akademis maupun hukum.

Surakarta, 22 Juni 2013

Ade Indra Apriyanto

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan hidayah serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Sintesis Senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on dari material awal p-klorobenzaldehida dan p-asetilpiridin”, ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai derajat Sarjana Farmasi (S. Farm.) dalam ilmu Farmasi pada Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.

Penulis menyampaikan terima kasih banyak kepada semua pihak yang sudah membantu penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini, ucapan terima kasih penulis tujukan kepada :

1. Bapak Winarso Suryolegowo, SH., M.Pd., selaku Rektor Universitas Setia Budi.
2. Ibu Prof. Dr. R.A., Oetari, SU.,MM.,Apt., selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.
3. Bapak Prof. Dr Muchalal selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah memberikan bimbingan dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
4. Ibu Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Pendamping yang telah memberikan bimbingan dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
5. Ibu Rina Herowati, M.Si., Apt., selaku ketua penguji yang telah banyak membantu dalam memberi banyak saran.

6. Ibu Reslely Harjanti, M.Sc., Apt., selaku penguji dua yang juga telah banyak membantu dalam memberi saran.
7. Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi yang sudah membantu dalam memberikan ilmu kepada penulis.
8. Bapak dan Ibu Asisten Laboratorium Kimia Organik Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi yang sudah membantu penulis pada pelaksanaan praktikum.
9. Kepala Perpustakaan Universitas Setia Budi, yang sudah memberi izin hingga terlaksananya studi pustaka.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan dalam penulisan skripsi ini, tetapi penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat serta menambah pengetahuan di bidang Farmasi.

Surakarta, 22 Juni 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR SINGKATAN	xiv
INTISARI	xv
ABSTRACT	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Perumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	3
D. Kegunaan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
A. Kalkon	4
B. P-Klorobenzaldehid	6
C. p-Asetilpiridin.....	6
D. Reaksi Kondensasi Aldol	7
E. Pendekatan Diskoneksi Senyawa α,β -Tak Jenuh Karbonil...	8
F. Landasan Teori	9
1. Analisis diskoneksi 3-(4-klrofenil)-1-(4-piridinil)prop -2-en-1-on	10
2. Mekanisme reaksi sintesis 3-(4-klrofenil)-1-(4-piridinil) prop-2-en-1-on.....	11

G. Hipotesis	14
BAB III METODE PENELITIAN	15
A. Bahan Penelitian	15
B. Alat Penelitian	15
C. Jalannya Penelitian	15
1. Metode umum sintesis senyawa	
3-(4-klrofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on.....	15
2. Pemeriksaan senyawa hasil sintesis	16
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	19
A. Hasil Penelitian Sintesis Senyawa 3-(4-klrofenil)-1-	
(4-piridinil)prop-2-en-1-on.....	19
B. Pembahasan.....	20
1. Analisis spektra ultra violet	22
2. Analisis spektra infra merah	23
3. Analisis spektra massa	24
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	26
A. Kesimpulan	26
B. Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN	29

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur kimia senyawa kalkon.....	1
Gambar 2. Struktur kimia kimia senyawa p-klorokalkon.....	2
Gambar 3. Struktur 3-fenil)l-1-(2-piridinil)prop-2-en-1-on.....	2
Gambar 4. Struktur 3-(4klorofenil)l-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on	3
Gambar 5. Kerangka dasar flavonoid	4
Gambar 6. Struktur senyawa kurkumin	5
Gambar 7. Bagian farmakofor kalkon.....	5
Gambar 8. Struktur p-klorobenzaldehid.....	7
Gambar 9. Pendekatan Diskoneksi Senyawa α,β -tak jenuh karbonil.....	7
Gambar 10. Diskoneksi 3-(4klorofenil)l-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on.....	11
Gambar 11. Reaksi pembentukan karbanion dalam basa.....	12
Gambar 12. Resonansi ion enolat.....	12
Gambar 13. Reaksi kondensasi aldol	13
Gambar 14. Reaksi pembentukan β -hidroksiketon.....	13
Gambar 15. Reaksi dehidrasi dari senyawa β -hidroksiketon.....	13

Gambar 16. Reaksi kondensasi aldol senyawa 3-(4klorofenil)l-1-(4-piridinil)

prop-2-en-1-on..... .. 22

Gambar 17. Fragmentasi senyawa 3-(4klorofenil)l-1-(4-piridinil)

prop-2-en-1-on..... .. 23

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1.	Perhitungan yields berdasarkan berat teoritis dan recovery	
	Kalkon.....	26
Lampiran 2.	Profil kromatografi lapis tipis senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on hasil sintesis.....	27
Lampiran 3.	Spektra GC Senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on.....	29
Lampiran 4.	Spektra Massa (MS) 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on.....	30
Lampiran 5.	Spektra IR senyawa pemula dan senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on	31
Lampiran 6.	Spektra UV Senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on	32

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Data Hasil Sintesis 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on	19

DAFTAR SINGKATAN

GC	= Gas Chromatography
KLT	= Kromatografi Lapis Tipis
m	= Multiplet
MS	= Mass Spectroscopy
R _f	= Retardation factor
UV-Vis	= Ultra Violet-Visible
EE ⁺	= Even Electron (positive)
EE ₀	= Even Electron (neutral)
OE ⁺	= Odd Electron
M ⁺	= Molecular ion
R.	= Radikal bebas

INTISARI

APRIYANTO, A.I., 2013, SINTESIS SENYAWA 3-(4-KLOROFENIL)-1-(4-PIRIDINIL)PROP-2-EN-1-ON DARI p-KLOROBENZALDEHID DAN p-ASETILPIRIDIN. SKRIPSI. FAKULTAS FARMASI. UNIVERSITAS SETIA BUDI. SURAKARTA.

Kalkon adalah prekursor flavonoid dalam sistem α,β -tak jenuh karbonil dimana ketiga karbon bergabung dengan dua cincin. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on menggunakan metode Claisen-Schmidt antara p-klorobenzaldehid dengan p-asetilpiridin menggunakan katalis NaOH dengan pelarut etanol.

Senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on dengan material awal p-klorobenzaldehid dengan p-asetilpiridin menggunakan katalis basa NaOH dalam pelarut etanol pada suhu kamar. Pengujian kemurnian senyawa menggunakan kromatografi lapis tipis, uji titik lebur, kromatografi gas, spektrometer massa, spektrometer UV, dan spektrometer IR.

Hasil menunjukan bahwa senyawa 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on berhasil disintesis dengan material awal p-klorobenzaldehid dan p-asetilpiridin menggunakan katalis NaOH dalam pelarut etanol. Uji kemurnian menunjukkan senyawa tidak murni dan elusidasi struktur menunjukkan struktur kimia sesuai dengan perkiraan dengan yield sebesar 89,05%.

Kata kunci : sintesis 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on, NaOH
p-klorobenzaldehid, p-asetilpiridin

ABSTRACT

APRIYANTO, A.I., 2013, SYNTHESIS OF 3-(4-CHLOROPHENYL)-1-(4-PHYRIDINYL)PROP-2-EN-1-ONE FROM p-CHLOROBENZALDEHYDE AND p-ASETHYLPYRIDIN, SKRIPSI, FACULTY OF PHARMACY, SETIA BUDI UNIVERSITY, SURAKARTA

Chalcone is a precursor of flavonoid's in the system α,β -unsaturated carbonyl carbon where the third joining the two aromatic rings have several biological activities as antibacterial, as antimicrobial, anticancer, antioxidant, anti-inflammatory and antimalarial. This study aims to synthesize the compound 3-(4-chlorophenyl)-1-(4-pyridinyl)prop-2-en-1-on Chlaisen-Schmidt method between p-acetylpyridyn and p-chlorobenzaldehyde used NaOH as catalyst in ethanol solution.

The compound 3-(4-chlorophenyl)-1-(4-pyridinyl)prop-2-en-1-on with the initial material with p-acetylpyridyn and p-chlorobenzaldehyde, NaOH was used as catalyst in ethanol at room temperature. Thin layer chromatography, melting point test, gas chromatography, mass spectrometry, UV spectrometer, and IR spectrometer was used as Purity Test of compounds metode

The results showed that the compound 3-(4-chlorophenyl)-1- (4-pyridinyl) prop-2-en-1-on has been successfully synthesized by the chemical structures that have been estimated. Purity Test of compounds methode showed that the compound hasn't pure, and than with structure elusidation the compound have yield 89,05%.

Keywords : Synthesis of 3 - (4-chlorophenyl) -1 - (4-pyridinyl) prop-2-en-1-one, NaOH, p-chlorobenzaldehyd, p-asetylpyridine

BAB I

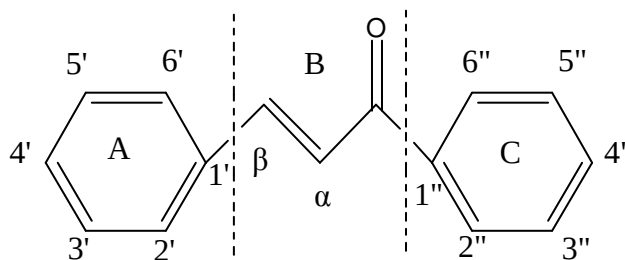
PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kalkon adalah prekursor flavonoid yang terdapat pada tanaman (Rahman 2011). Struktur kalkon merupakan sistem α,β -tak jenuh karbonil dimana ketiga karbon bergabung dengan dua cincin aromatik (Syam *et al.* 2012).

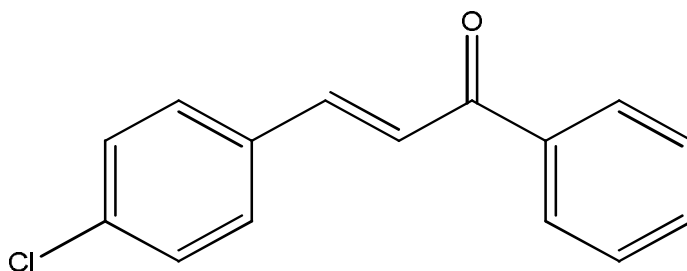
Beberapa turunan kalkon mempunyai beberapa aktivitas biologi sebagai antibakteri (Tran *et al.* 2012), antimikroba (Eryanti *et al.* 2010), antikanker (Syam *et al.* 2012), antioksidan (Shendarkar *et al.* 2012), antiinflamasi dan antimalaria (Rahman 2011),

Menurut Robinson (2003) bentuk struktur kalkon dibagi tiga bagian farmakofor (Gambar 1), yaitu : yang berhadapan pada posisi β merupakan bagian A yang berupa cincin aromatis , pada ikatan α,β – karbonil tidak jenuh adalah bagian B, dan yang langsung terikat pada karbonil keton bagian C berupa cincin aromatis. Cincin A dan cincin C sangat berpengaruh yang berperan sebagai potensi ikatan antara obat dengan reseptor, untuk mengetahui aktivitasnya secara maksimal, modifikasi terhadap kedua cincin aromatis tersebut harus dilakukan.



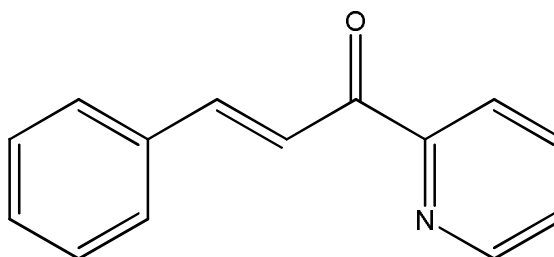
Gambar 1 : Bagian Farmakofor Kalkon

Harmastuti (2005) telah mensintesis turunan kalkon *p*-klorokalkon dengan material awal *p*-klorobenzaldehid dan asetofenon dengan katalis NaOH dengan pelarut etanol pada suhu air es (15° C) (Gambar 2).



Gambar 2. Struktur 4-Klorokalkon

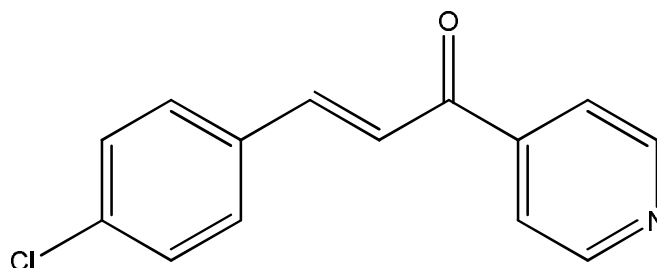
Pugh (2011) telah mensintesis analog kalkon 3-fenil-1-(2-piridinil)prop-2-en-1-on (Gambar 3) dengan menggunakan material awal 2-asetilpiridin dan benzaldehid menggunakan katalis NaOH dan pelarut etanol pada suhu kamar.



Gambar 3. Struktur 3-fenil-1-(2-piridinil)prop-2-en-1-on

Perlu dilakukan sintesis untuk mendapatkan senyawa analog kalkon baru, 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on pada Gambar 4 dengan menggunakan katalis NaOH dalam pelarut etanol, menggunakan metode diskoneksi Stuart Waren yang dapat disintesis menggunakan senyawa pemula *p*-

klorobenzaldehid dan *p*-asetilpiridin yang telah tersedia di Laboratorium Sintesa Organik Universitas Setia Budi.



Gambar 4. Struktur 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on

B. Perumusan Masalah

Apakah senyawa analog kalkon 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on dapat disintesis melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan menggunakan katalis NaOH dengan pelarut etanol pada suhu kamar (27 – 33 °C)?

C. Tujuan Penelitian

Mensintesis senyawa analog kalkon 3-(4-klorofenil)-1-(4-piridinil)prop-2-en-1-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan menggunakan katalis NaOH dengan pelarut etanol pada suhu kamar (27 – 33 °C).

D. Kegunaan Penelitian

Dengan melakukan penelitian ini, diharapkan akan menjadi dasar dalam pengembangan senyawa turunan kalkon yang baru dengan sifat farmakologi yang beragam tanpa harus mensintesis dari tumbuhan secara langsung.