



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA ASAM 3-(2-KLOROBENZAMIDO)-4-METIL BENZOAT**

SKRIPSI

Oleh

IKADEK ARYA PRADNYANA

NIM 122210101090

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2018



SINTESIS DAN KARAKTERISASI

SENYAWA ASAM 3-(2-KLOROBENZAMIDO)-4-METIL BENZOAT

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana Farmasi (S1) dan mencapai gelar Sarjana Farmasi (S.Farm)

Oleh

IKADEK ARYA PRADNYANA

NIM 122210101090

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS JEMBER

2018

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ida Sang Hyang Widhi Wasa (Tuhan Yang Maha Esa) atas segala Asung Kerta Wara Nugraha-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
2. Kedua orang tua saya, I Wayan Oka dan Ni Wayan Sri Rumiathi yang telah memberikan kasih sayang yang luar biasa, semangat, motivasi, dukungan tiada henti dan doa mereka hingga skripsi ini dapat diselesaikan;
3. Kakak dan adek tersayang yang selalu mendoakan, memberikan keceriaan, semangat dan senantiasa memberi doa;
4. Bapak Dian Agung Pangaribowo, S.Farm., M.Farm., Apt., Bapak Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt. dan Ibu Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm., Apt., selaku pembimbing yang telah dengan sabar membimbing, dan memberi semangat selama mengerjakan skripsi sampai terselesaikannya skripsi ini;
5. Ibu Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm., Apt. dan Bapak Ari Satia Nugraha S.F.,GDipSc,M.Sc-Res,Ph.D., Apt., selaku dosen penguji yang sabar menguji dan memberikan masukan serta bimbingan;
6. Bu Wayan dan Mbak Hani yang selalu setia menemani dan memberi semangat dilaboratorium;
7. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.

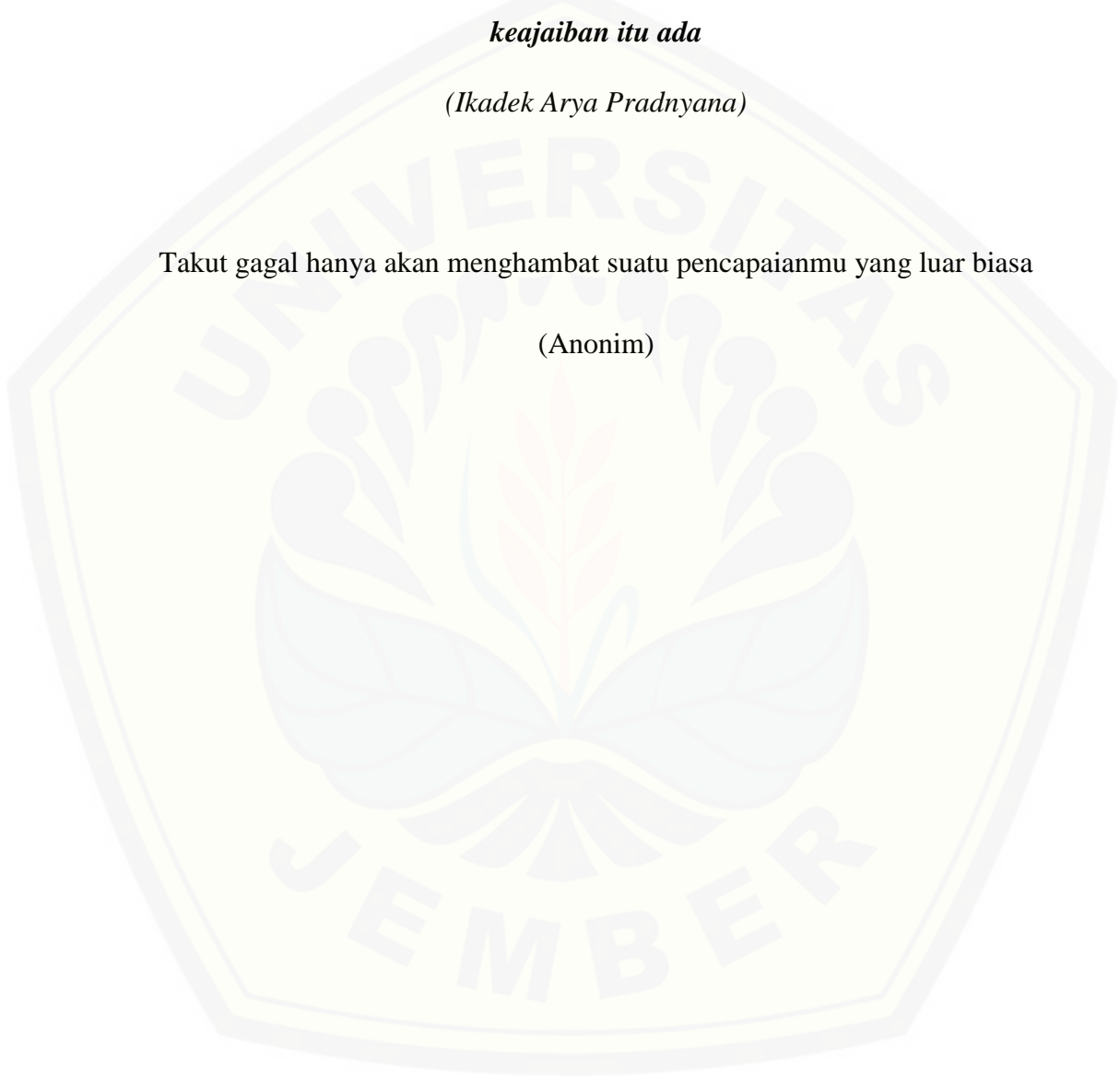
MOTTO

Apabila tidak bisa mengerjakan sesuatu yang besar, kerjakanlah sesuatu hal yang kecil dengan cinta yang besar dan diimbangi dengan doa karena keajaiban itu ada

(Ikadek Arya Pradnyana)

Takut gagal hanya akan menghambat suatu pencapaianmu yang luar biasa

(Anonim)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ikadek Arya Pradnyana

NIM : 122210101090

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: *Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metil benzoat* adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 18 Juli 2018

Yang Menyatakan,

Ikadek Arya Pradnyana

NIM 122210101090

SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI

SENYAWA ASAM 3-(2-KLOROBENZAMIDO)-4-METIL BENZOAT

Oleh

Ikadek Arya Pradnyana

NIM 122210101090

Pembimbing:

Dosen Pembimbing Utama : Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt.

Dosen Pembimbing Anggota : Ibu Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm., Apt.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Asam 3-(2-klorobenzamido)-4-Metil Benzoat**” telah diuji dan disahkan oleh fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

Hari, Tanggal : Rabu, 18 Juli 2018

Tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Ketua,

Anggota I,

Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt.
NIP 198504282009121004

Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm., Apt.
NIP 197604142002122001

Anggota II,

Anggota III,

Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm.,
Apt. NIP 198304282008122004

Ari Satia Nugraha, S.F., GDipSc, M.Sc-
Res, Ph.D., Apt. NIP 197807212003121001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember

Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm., Apt.
NIP 197604142002122001

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Asam 3-(2-Klorobenzamido)-4-Metil

Benzoat; Ikadek Arya Pradnyana, 122210101090, 2018, 66 Halaman.

Pengembangan bahan obat diawali dengan sintesis atau isolasi dari berbagai sumber yaitu dari tanaman, jaringan hewan, kultur mikroba, urin manusia dan bioteknologi. Dengan mempelajari hubungan struktur obat dan aktivitasnya maka pencarian zat baru lebih terarah dan memunculkan ilmu baru yaitu kimia medisinal dan farmakologi molekuler (Sukandar, 2004). Penemuan dan pengembangan obat baru bertujuan untuk mendapatkan suatu obat yang mempunyai efek biologis terhadap suatu penyakit serta memberikan efek yang lebih baik dibandingkan dengan obat yang sudah ada. Salah satu senyawa yang banyak dikembangkan yaitu asam benzoat dan turunannya (Siswandono dan Soekardjo, 2000).

Kelebihan obat yang diperoleh dari jalur sintesis bahan kimia adalah senyawa obat tersebut merupakan bahan kimia murni. Obat hasil sintesis biasanya lebih ekonomis dan lebih stabil jika dibandingkan dengan obat berbahan alami (Aschenbrenner and Venable, 2009). Berdasarkan beberapa penelitian di atas, asam benzoat memiliki aktivitas yang bermacam-macam dan memiliki potensi untuk dikembangkan.

Pada penelitian ini akan dilakukan penelitian tentang sintesis senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat atau disingkat sebagai 2-KB yang merupakan turunan senyawa baru asam benzoat dengan metode Schotten-Baumann. Reaksi yang terjadi antara asam 3-amino-4-metil benzoat dan 2-klorobenzoilklorida dengan substitusi nukleofilik gugus amin NH₂ pada atom C pada rantai karbon yang mengikat gugus pergi (-Cl). Langkah selanjutnya dilakukan pemisahan dan pemurnian dengan KLT-Densitometri serta karakterisasi pada akhir penelitian setelah dilakukan sintesis.

Karakterisasi meliputi organoleptis dan uji titik lebur. Kemurnian senyawa dengan metode KLT (Kromatografi Lapis Tipis) menggunakan tiga jenis eluen

dengan polaritas yang berbeda serta penentuan titik lebur (melting point) senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat. Kemudian dilakukan konfirmasi struktur senyawa dari hasil sintesis dengan Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FTIR) dan Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy ($^1\text{H-NMR}$) 400 MHz.



PRAKATA

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas segala rahmat, karunia, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “*Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metil benzoat*”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penyusunan dan terselesaikannya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak sehingga penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ida Sang Hyang Widhi Wasa atas Asung Kerta Wara Nugraha-Nya.
2. Ibu Lestyo Wulandari S.Si., Apt., M.Farm selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
3. Bapak Dian Agung Pangaribowo, S.Farm., M.Farm., Apt., Bapak Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt. dan Ibu Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm., Apt. selaku pembimbing yang telah dengan sabar membimbing, dan memberi semangat selama mengerjakan skripsi sampai terselesaikannya skripsi ini;
4. Ibu Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm., Apt. dan Ari Satia Nugraha S.F.,GDipSc,M.Sc-Res,Ph.D., Apt. selaku dosen penguji yang sabar menguji dan memberikan masukan serta bimbingan ;
5. Bu Wayan dan Mbak Hani yang selalu setia menemani dan memberi semangat dilaboratorium;
6. Teman seperjuangan skripsi “clan” agus, adelia, alya, mufit yang telah memberikan banyak warna dan cerita dari awal hingga terselesaikannya skripsi;
7. Teman-teman Petruk Rolas angkatan 2012 yang tidak bisa disebutkan satu persatu;

8. Teman-teman Omong Gobes yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang selalu memberi semangat dan doa;
9. Adik-adik angkatan Fakultas Farmasi yang selalu memberi semangat dan memberi doa;
10. Kedua orang tua saya, I Wayan Oka dan Ni Wayan Sri Rumiathi yang telah memberikan kasih sayang yang luar biasa, semangat, motivasi, dukungan tiada henti dan doa mereka hingga skripsi ini dapat diselesaikan;
11. Kakak dan adek tersayang yang selalu mendoakan, memberikan keceriaan, semangat dan senantiasa memberi doa;
12. Semua keluargaku yang tidak bisa disebutkan satu per satu, terima kasih atas doa dan perhatian selama ini;
13. Mbah dan kakek “Kost Koeng” yang selalu mendoakan, memberi semangat dan motivasi sehingga skripsi ini terselesaikan;
14. Adik-adik “Kost Koeng” yang selalu memberi semangat dan mendoakan saya sehingga tugas akhir ini terselesaikan;
15. Adik sepupu saya Wahyu Yogatama dan Wayan Seniatra yang selalu memberi motivasi dan semangat dalam saya menyelesaikan tugas akhir ini;
16. Made Widari yang selalu memberi semangat, motivasi dan suka duka kala saya mengerjakan skripsi ini;
17. Sahabat SMP dan SMA yang tidak bisa saya sebutkan namanya satu persatu karena semangat dan doa mereka skripsi ini bisa terselesaikan;
18. Seluruh pihak yang turut membantu saya selama menempuh kuliah di Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat diterima dan bermanfaat.

Jember, 18 Juli 2018

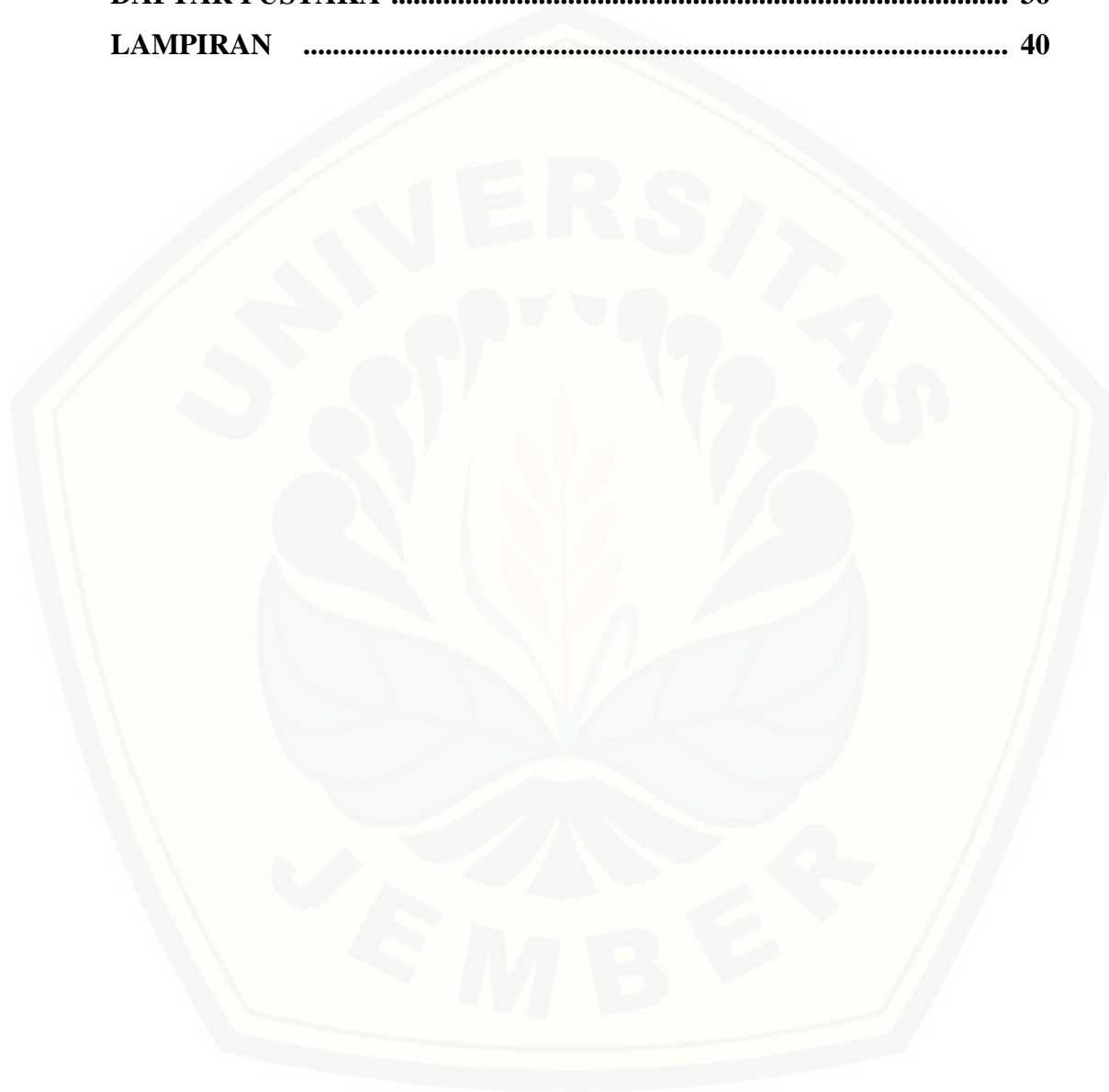
Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Pendahuluan	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Batasan Masalah	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Asam Benzoat dan Turunannya	5
2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (S_N2)	7
2.3 Reaksi Benzoilasi <i>Schotten-Baumann</i>	8
2.4 Spektroskopi	9
2.4.1 Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	9
2.4.2 Spektroskopi <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> (NMR)	10
2.5 Bahan Awal	11
2.5.1 2-klorobenzoil klorida	11

2.5.2	Asam 3-amino-4-metil benzoat	11
2.5.3	Trietilamin (TEA)	12
2.5.4	Tetrahidrofuran (THF)	12
BAB 3. METODE PENELITIAN		14
3.1	Jenis Penelitian	14
3.2	Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2.1	Tempat Penelitian	14
3.2.2	Waktu Penelitian	14
3.3	Variabel Penelitian	14
3.3.1	Variabel Bebas	14
3.3.2	Variabel Terikat	14
3.4	Definisi Operasional	15
3.5	Alur Penelitian	15
3.6	Alat dan Bahan Penelitian	16
3.6.1	Alat	16
3.6.2	Bahan	16
3.7	Prosedur Penelitian	16
3.7.1	Sintetis Senyawa 2-KB	16
3.7.2	Konfirmasi Kemurnian dengan KLT-Densitometri	18
3.7.3	Karakterisasi Senyawa	19
3.7.4	Konfirmasi Struktur 2-KB	19
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN		20
4.1	Sintesis Senyawa 2-KB	20
4.1.1	Optimasi Waktu dan Suhu Reaksi	22
4.1.2	Sintesis 2-KB dengan Kondisi Optimum	24
4.2	Identifikasi Kemurnian Hasil Sintesis	25
4.2.1	Profil KLT dengan 3 Eluen Berbeda Kelarutan	25
4.2.2	Evaluasi kemurnian dengan metode KLT-Densitometri	26
4.3	Konfirmasi Senyawa Hasil Sintesis	28
4.3.1	Uji Organoleptis	28
4.3.2	Uji Titik Lebur	29
4.4	Konfirmasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	30

4.4.1 Konfirmasi FTIR-KBr	30
4.4.2 Konfirmasi dengan $^1\text{H-NMR}$	31
BAB 5. PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	40



DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Perbandingan nilai Rf dari beberapa komposisi eluen	26
4.2 Hasil Pengukuran Titik Lebur	29
4.3 Interpretasi spektra IR hasil produk sintesis.....	30
4.4 Perbandingan karakteristik spektra ¹ HNMR antara hasil percobaan, prediksi software ChemDraw Ultra 7.0 versi <i>trial</i> dan literatur.....	34

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1.1 Struktur senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat	3
2.1 Struktur senyawa asam 5-hidroksi-3,4-dimetoksi benzoat	5
2.2 Struktur kimia monohidroksi benzoat	6
2.3 Modifikasi asam benzoat dan asam 3,5 diklorobenzoat	6
2.4 Mekanisme reaksi S_N2 secara umum	7
2.5 Mekanisme reaksi <i>Schotten-Baumann</i>	8
2.6 Mekanisme reaksi asam 3-amino-4-metil benzoat dengan 2-klorobenzoil klorida	9
2.7 Struktur kimia 2-klorobenzoil klorida	11
2.8 Struktur senyawa asam 3-amino-4-metil benzoat	12
2.9 Struktur senyawa trietilamin	12
2.10 Struktur senyawa tetrahidrofuram	13
3.1 Alur penelitian	15
3.2 Tahapan metode sintesis	17
4.1 Profil KLT produk sintesis dengan kondisi pemanasan	22
4.2 Profil KLT produk sintesis dengan kondisi suhu rendah (<i>ice-bat</i>)...	23
4.3 Profil KLT produk sintesis dengan kondisi suhu ruang	23
4.4 Profil pemisahan noda pada lempeng KLT dengan 3 jenis eluen ...	25
4.5 Profil KLT hasil sintesis	27
4.6 Hasil spektra <i>purity test</i>	27
4.7 Kromatogram 3D KLT-Densitometri	28
4.8 Organoleptis produk sintesis 2-KB	28
4.9 Spektrum IR senyawa target.....	30
4.10 Spektrum Spektra 1H -NMR senyawa asam 3-(2- klorobenzamido)-4-metil benzoat.....	32

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A <i>Safety Data</i>	40
Lampiran B Perhitungan Bobot Penimbangan Bahan	42
Lampiran C Foto Organoleptis Bahan	43
Lampiran D Hasil <i>Chemoffice</i>	44
Lampiran E Hasil Spektra SDBS	46
Lampiran F. <i>Spectrum Purity Test</i> Senyawa 2-KB.....	47

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Di era modernisasi ini, kemajuan teknologi dan ilmu pengetahuan yang sangat pesat dapat mempermudah penemuan dan pengembangan obat baru. Pengembangan bahan obat baru dapat diawali dengan sintesis atau isolasi dari berbagai sumber yaitu dapat dari tanaman, jaringan hewan, kultur mikroba, urin manusia dan bioteknologi (Sukandar, 2004).

Penemuan dan pengembangan obat baru dapat dilakukan dengan modifikasi molekul untuk meningkatkan potensi obat. Dasar modifikasi molekul adalah mengembangkan senyawa induk yang sudah diketahui struktur molekul dan aktivitas biologisnya, kemudian disintesis dan diuji aktivitasnya. Modifikasi molekul bertujuan untuk mendapatkan senyawa baru yang mempunyai aktivitas lebih baik, lebih stabil, masa kerja panjang, aman, efek samping minimal, kenyamanan pemakaian obat, dan lebih ekonomis (Siswandono & Soekardjo, 2000). Salah satu senyawa yang banyak disintesis dan dikembangkan sebagai obat baru yaitu asam benzoat dan turunannya.

Asam benzoat dan turunannya merupakan senyawa yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai kandidat obat baru karena memiliki berbagai aktivitas farmakologi. Banyak penelitian yang membahas tentang aktivitas asam benzoat dan turunannya karena memiliki berbagai peran penting diantaranya dapat berperan sebagai senyawa antiviral, antibakterial, antifungal, antimutagenik, insektisidal (Castellano *et al.*, 2012), analgesik (Pratiwi, 2009; Soekardjo *et al.*, 2009; Tamayanti *et al.*, 2016), antioksidan (Velika dan Kron, 2012; Natella *et al.*, 1999), dan sebagai antiinflamasi (Susilowati dan Handayani, 2006).

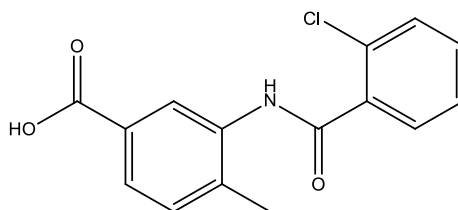
Tamayanti *et al.*, melakukan sintesis dua senyawa yaitu 2-(3-(klorometil)benzoioksi) benzoat dan 2-(4-(klorometil)benzoioksi) benzoat melalui metode benzoiaksi (*Schotten-Baumann*) dilanjutkan dengan uji analgesik. Hasilnya kedua senyawa tersebut memiliki aktivitas analgesik lebih tinggi dibanding asam salisilat (Tamayanti *et al.*, 2016).

Natella *et al.*, (1999) telah membandingkan aktivitas antioksidan turunan asam benzoat dan turunan asam sinamat. Aktivitas antioksidan dari turunan asam benzoat seperti asam 4-hidroksi-3,5-dimetoksibenzoat lebih baik dibandingkan dengan turunan asam sinamat. Velika dan Kron (2012) melakukan uji 14 turunan asam benzoat yang berbeda terhadap superoksida radikal. Menghasilkan turunan monohidroksibenzoat yang memiliki sifat antioksidan paling baik.

Susilowati dan Handayani juga melakukan penelitian sintesis dan uji aktivitas analgesik-antiinflamasi turunan p-aminofenol (parasetamol) melalui reaksi benzoilasi dengan mereaksikan p-aminofenol dan 4*t*-butilbenzoilklorida. Hasil sintesis turunan parasetamol menunjukkan aktivitas antiinflamasi yang lebih besar dibandingkan dengan parasetamol, namun memiliki aktivitas analgesik lebih rendah di banding parasetamol (Susilowati dan Handayani, 2006).

Benzoilasi merupakan salah satu reaksi yang penting dalam sintesis senyawa organik. Beberapa pereaksi yang dapat digunakan antara lain benzoil klorida, anhidrida benzoat, benzoil tetrazol dan benzoil sianida. Benzoil klorida merupakan pereaksi yang banyak digunakan karena banyak tersedia dan relatif murah. Namun demikian pereaksi ini dapat mengganggu kesehatan karena bersifat toksik sehingga harus hati-hati dalam penggunaannya. Reaksi samping benzoilasi biasanya dinetralkan dengan basa seperti piridin, kalium karbonat, natrium bikarbonat, trietilamin, natrium hidroksida, dll. (Kraus dan Douglass, 2007).

Berdasarkan beberapa penelitian di atas, maka muncul suatu pemikiran untuk melakukan sintesis turunan asam benzoat melalui reaksi benzoilasi (*Schotten-Baumann*). Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat (2-KB) yang merupakan turunan senyawa baru asam benzoat. Pembentukan senyawa target dilakukan dengan mereaksikan asam 3-amino-4-metil benzoat dan 2-klorobenzoilklorida. Reaksi yang dilakukan termasuk reaksi substitusi nukleofilik bimolekular (S_N2) yang laju reaksinya tergantung pada konsentrasi reaktan. Sintesis senyawa target ini, dilakukan dalam kondisi analisis yang optimum meliputi optimasi lama reaksi dan optimasi suhu reaksi. Struktur senyawa target dapat dilihat pada gambar 1.1.



Gambar 1.1 Struktur kimia senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat

Pada akhir penelitian hasil sintesis akan dilakukan pemisahan dengan kromatografi Lapis Tipis (KLT). Selanjutnya dilakukan uji karakterisasi senyawa meliputi organoleptis, titik lebur, dan kelarutan senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat. Hasil sintesis akan Konfirmasi struktur senyawanya dengan spektroskopi *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) dan spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* ($^1\text{H-NMR}$).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimanakah kondisi reaksi yang optimum (meliputi suhu reaksi dan lama reaksi) dalam sintesis senyawa 2-KB?
2. Berapa persen rendemen senyawa 2-KB yang dihasilkan dari kondisi reaksi yang optimum?
3. Bagaimana karakteristik (organoleptis dan titik lebur), kromatogram secara KLT-Densitometri serta konfirmasi struktur (spektra FTIR dan spektra $^1\text{H-NMR}$) senyawa 2-KB?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan kondisi reaksi yang optimum dalam sintesis senyawa 2-KB yang meliputi suhu reaksi dan lama reaksi.
2. Menghitung jumlah rendemen senyawa 2-KB yang dihasilkan dari kondisi reaksi yang optimum.
3. Menentukan sifat fisika kimia dan konfirmasi struktur serta kemurnian senyawa 2-KB.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah :

1. Mengasah kemampuan, keahlian dan kreativitas di bidang sintesis bahan obat.
2. Memberikan informasi tentang metode sintesis dari turunan asam benzoat yaitu senyawa 2-KB melalui reaksi benzoilasi (*Schotten-Baumann*).
3. Memberikan sumbangan yang bermakna tentang penemuan obat baru dan melandasi untuk penelitian lebih lanjut tentang aktivitas turunan asam benzoat lainnya.

1.5 Batasan Masalah

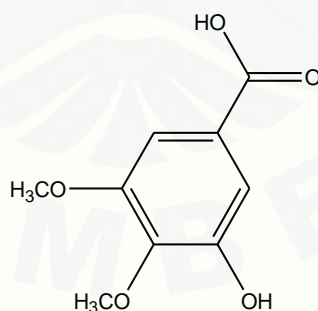
Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Penelitian ini terfokus pada sintesis senyawa 2-KB melalui reaksi benzoilasi.
2. Karakterisasi sifat fisika kimia (bentuk, warna, dan titik lebur), Konfirmasi struktur (pengujian dengan spektrometer FTIR dan $^1\text{H-NMR}$.) dan kemurnian (pengujian dengan KLT) senyawa 2-KB.
3. Jumlah senyawa 2-KB yang dihasilkan dinyatakan sebagai persen hasil.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Asam Benzoat dan Turunannya

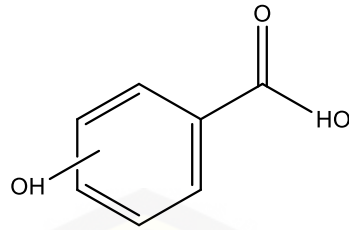
Penelitian tentang aktivitas turunan asam benzoat banyak diteliti, diantaranya sebagai analgesik (Pratiwi, 2009; Soekardjo *et al.*, 2009; Tamayanti *et al.*, 2016), antioksidan (Velika dan Kron, 2012; Natella *et al.*, 1999), hepatoprotektif (Anand *et al.*, 1997), antijamur (Amborabe *et al.*, 2002), antikanker (Maurya *et al.*, 2011). Natella *et al.* (1999), telah membandingkan aktivitas antioksidasi turunan asam benzoat dan turunan asam sinamat. Aktivitas antioksidan dari turunan asam benzoat seperti asam 5-hidroksi-3,4-dimetoksi benzoat lebih baik dibandingkan dengan turunan asam sinamat. Aktivitas antioksidannya diukur dengan *competition kinetic test* dan uji *in vitro oxidative modification of human low-density lipoprotein*. Sesuai hasil *competition kinetic test*, senyawa asam 4-hidroksi-3,5-dimetoksibenzoat disimpulkan mempunyai aktivitas antioksidan yang lebih baik dibanding dengan turunan asam sinamat. Gugus hidroksi dan metoksi pada senyawa asam benzoat dapat meningkatkan aktivitas antioksidannya. Struktur senyawa asam 5-hidroksi-3,4-dimetoksibenzoat dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kimia senyawa asam 5-hidroksi-3,4-dimetoksi benzoate

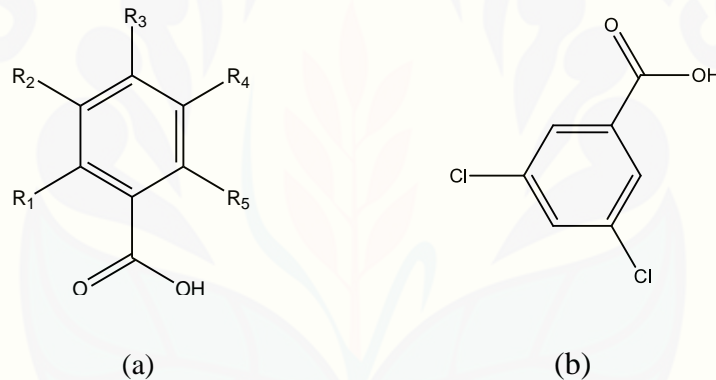
Velika dan Kron (2012) menguji 14 turunan asam benzoat yang berbeda terhadap superoksida radikal. Hasilnya yaitu turunan monohidroksibenzoat yang memiliki sifat antioksidan paling baik. Senyawa dengan gugus hidroksil di posisi orto dan kelompok karboksilat menunjukkan sifat antioksidan terbaik. Struktur

dan posisi gugus hidroksil sangat penting bagi aktivitas antioksidan. Gambar dari monohidroksi benzoat dapat dilihat pada gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur kimia monohidroksi benzoat

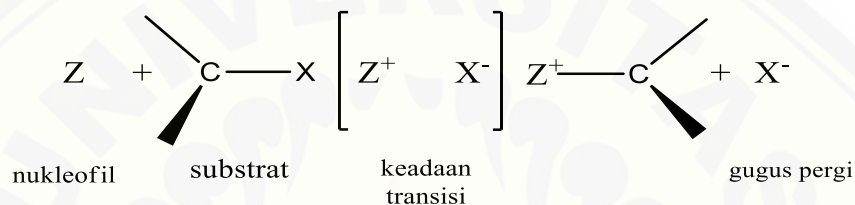
Amborabe *et al*, (2002) telah melakukan penelitian aktivitas anti jamur terhadap turunan asam benzoat. Asam benzoat dimodifikasi dengan penambahan gugus hidroksil, metoksi, dan halogen pada cincin benzena R_1, R_2, R_3, R_4 , dan R_5 serta senyawa asam 3,5-diklorobenzoat memiliki aktivitas menghambat pertumbuhan mikroba hingga 90%. Seperti terlihat pada gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur kimia (a) Modifikasi asam benzoat (b) Asam 3,5 diklorobenzoat

2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (S_N2)

Reaksi substitusi nukleofilik merupakan terjadinya penyerangan dalam suatu reaksi secara selektif oleh nukleofil yang kaya akan elektron ke muatan positif dari sebuah atom C pada rantai karbon yang mengikat gugus pergi (*leaving group*) sehingga nukleofil akan menggantikan posisi gugus pergi tersebut (McMurry, 2008). Reaksi substitusi dapat dibedakan menjadi 2 jenis yaitu reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (S_N2) dan reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler (S_N1). Reaksi S_N2 adalah reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (orde 2) yang berlangsung satu tahap melalui tahap transisi (Bruice, 2003). Mekanisme reaksi S_N2 dapat dilihat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi S_N2 secara umum

Pada reaksi S_N2 yang mempengaruhi laju reaksi adalah konsentrasi substrat dan reaktan sehingga reaksi berlangsung mengikuti orde dua dan terjadi pembalikan konfigurasi (*inversi*). Nukleofil menyerang dari belakang ikatan C-X. Pada keadaan transisi, nukleofil dan gugus pergi berasosiasi dengan karbon di mana substitusi akan terjadi. Pada saat gugus pergi terlepas dengan membawa pasangan elektron, nukleofil memberikan pasangannya untuk dijadikan pasangan elektron dengan karbon. Reaksi S_N2 menghasilkan konfigurasi *inversi* tahap transisi (*transition state*) yaitu dua peristiwa sekaligus terjadi dalam satu tahap, yang mana pada tahap ini: (1) suatu ikatan baru mulai terbentuk (2) ikatan C-X mulai patah (McMurry, 2008).

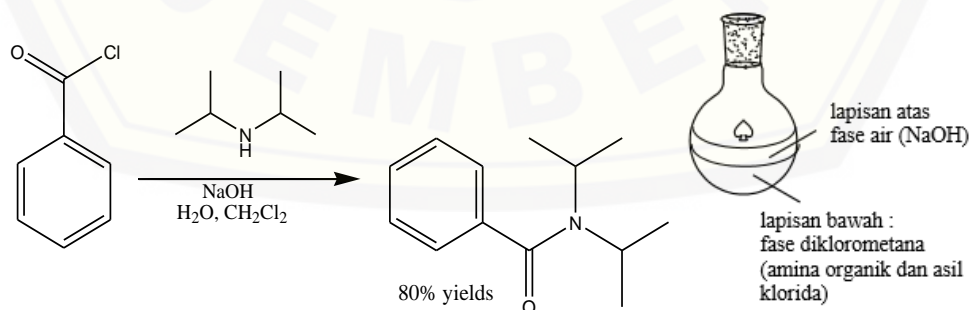
Pengaruh suhu dan pelarut juga dapat mempengaruhi laju reaksi S_N2. Reaksi S_N2 cenderung terjadi pada suhu sedang, karena apabila reaksi terjadi pada suhu tinggi akan menyebabkan terjadinya reaksi eliminasi. Pengaruh reaksi S_N2 selanjutnya yaitu pada pelarut. Terdapat dua jenis pelarut yaitu protik dan polar aprotik. Pelarut protik (berproton) misalnya, etanol dan metanol biasanya mengandung gugus -OH atau -NH₂. Pelarut ini merupakan jenis pelarut yang buruk untuk digunakan pada reaksi S_N2, karena pelarut protik akan menurunkan

kecepatan reaksi S_N2 dengan cara mengelilingi reaktan nuklofilik dan menurunkan energinya (McMurry, 2008). Laju reaksi akan meningkat jika menggunakan pelarut aprotik seperti tetrahidrofur (THF), dimetilformamida (DMF), dan dimetilsulfoksida (DMSO) (Clayden *et al.*, 2001; McMurry, 2008; dan Solomons dan Fryhle, 2011).

2.3 Reaksi Benzoilasi *Schotten-Baumann*

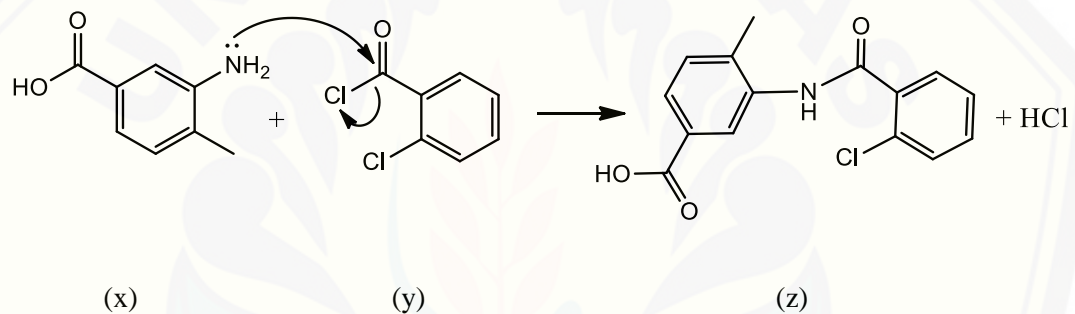
Dalam prosedur aslinya reaksi benzoilasi *Schotten-Baumann*, suatu reaksi khas dari benzoil klorida yang terjadi dalam suasana basa berasal dari penambahan natrium hidroksida. Natrium hidroksida membuat suasana menjadi basa dan dapat menetralkan asam dari hasil samping (Li, 2002). Mekanisme reaksi *Schotten-Baumann* dapat dilihat pada gambar 2.5.

Mekanisme tersebut menunjukkan pembentukan amida dari asam klorida dan amina dengan memproduksi satu ekuivalen HCl. HCl tersebut perlu dinetralkan oleh senyawa yang ekuivalen dengan amina. Alternatifnya yaitu menambahkan basa yang dapat menetralkan HCl seperti dengan penambahan NaOH. Dengan penambahan NaOH mengakibatkan terjadinya beberapa masalah, karena -OH dapat menyerang asil klorida sehingga membentuk asam karboksilat. Untuk mengatasi hal tersebut dilakukan reaksi dalam dua fase yaitu air dan diklorometana. Amina organik dan asil klorida berada pada lapisan diklorometana (lapisan bawah), sementara basa (NaOH) tetap berada pada lapisan air (lapisan atas). Diklorometana dan kloroform merupakan dua pelarut organik yang umum digunakan karena lebih berat dari pada air (Clayden, 2001).



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi benzoilasi *Schotten-Baumann* (sumber: Clayden *et al.*, 2001)

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis turunan asam benzoat dengan metode benzoilasi (*Schotten-Baumann*) yaitu memodifikasi reaksi tanpa menggunakan NaOH sebagai pembasa, melainkan menggunakan trietilamin (TEA). NaOH dalam reaksi dapat membentuk natrium benzoat dan berpengaruh pada hasil rendemen, sehingga tidak menggunakan NaOH sebagai pembasa (Pudjono *et al.*, 2002). Substitusi benzoil klorida pada gugus amin akan menghasilkan senyawa baru dengan melepaskan asam klorida yang akan ditangkap oleh basa NaOH. Dalam reaksi yang melibatkan benzoil klorida suasana basa akan terbentuk senyawa intermediet tetrahedral, hal ini mengakibatkan atom karbon trigonal sp^2 dari gugus karbonil berubah menjadi tetrahedral sp^3 (Clayden *et al.*, 2001). Mekanisme reaksi dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Mekanisme reaksi benzoilasi senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metilbenzoat

Keterangan :

(x) Asam 3-amino-4-metil benzoat

(y) 2-klorobenzoil klorida

(z) Asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metil benzoat.

2.4 Spektroskopi

2.4.1 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak gugus fungsi. Spektrum inframerah diperoleh dengan

melawatkan radiasi inframerah melalui sampel dan menentukan setiap fraksi kejadian radiasi yang diserap pada energi tertentu (Pavia *et al.*, 2009).

Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Griffiths and Haseth, 2007). Spektrum inframerah terletak pada daerah dengan panjang gelombang berkisar dari 0,75 sampai 100 μm atau bilangan gelombang dari 13000 sampai 10 cm^{-1} . Spektrum inframerah dibagi ke dalam tiga jenis radiasi yaitu inframerah dekat (13000–4000 cm^{-1}), inframerah sedang (4000–200 cm^{-1}), dan inframerah jauh (200–10 cm^{-1}) (Chatwal, 1985; Stuart, 2004).

Hasil akhir dari spektrum inframerah sangat penting untuk proses interpretasi. Spektroskopi FTIR digunakan untuk menganalisis gugus fungsi pada suatu senyawa, yaitu membandingkan rentang nilai absorpsi yang ada pada spektrum dengan tabel korelasi juga membandingkan spektrum dari senyawa pembanding (Anam *et al.*, 2007). Prediksi hasil spektroskopi FTIR pada senyawa 2-KB yang akan disintesis terdapat gugus-gugus fungsional utama pada senyawa 2-KB, gugus fungsional tersebut diantaranya adalah amida sekunder (NH) pada 3300 cm^{-1} , C=O amida pada 1680-1630 cm^{-1} , C=C aromatis pada 1600 dan 1475 cm^{-1} , C-H aromatis pada 3150-3050 cm^{-1} dan C-Cl pada 1000-1400 cm^{-1} serta O-H asam karboksilat pada 3400-2400 cm^{-1} (Pavia *et al.*, 2009).

2.4.2 Spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR)

Spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) merupakan salah satu metode analisis yang paling sering digunakan untuk identifikasi struktur suatu senyawa. Spektroskopi NMR yang paling sering digunakan adalah ^{13}C -*Nuclear Magnetic Resonance* (^{13}C -NMR) dan ^1H -*Nuclear Magnetic Resonance* (^1H -NMR). ^1H -NMR menghasilkan informasi tentang jumlah dan letak proton (atom hidrogen) pada senyawa organik. ^{13}C -NMR menghasilkan informasi struktur dari atom karbon dalam senyawa organik (Das, 2007).

Untuk mendapatkan spektra NMR yang baik yaitu dengan melarutkan sampel dalam pelarut yang tepat. Pelarut yang memiliki konsentrasi lebih tinggi dari sampel dapat mempengaruhi spektra. Proton dalam pelarut akan mengganggu resonansi puncak dari sampel. Spektroskopi NMR sendiri menggunakan pelarut

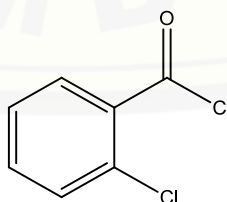
deuterasi seperti CD_3Cl , CCl_4 , CD_3COCD_3 , D_2O dan sebagainya. Standar yang digunakan dalam $^1\text{H-NMR}$ adalah *tetramethylsilane* (TMS). Fungsi dari standar tersebut yaitu untuk membandingkan antara frekuensi proton dari senyawa yang diidentifikasi dengan proton dari senyawa standar (Anderson, 2004; Clayden, 2001).

Prediksi hasil spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ untuk senyawa 2-KB berdasarkan struktur dari senyawa tersebut menghasilkan 7 puncak diantaranya terdapat pergeseran proton yang khas yaitu pada 5,0-9,0 ppm yang menunjukkan adanya amida sekunder dan pada 11,0-12,0 ppm menunjukkan adanya proton pada asam karboksilat serta proton benzena pada 4,0-7,0 ppm (Pavia *et al.*, 2009).

2.5 Bahan Awal

2.5.1 2-klorobenzoil klorida

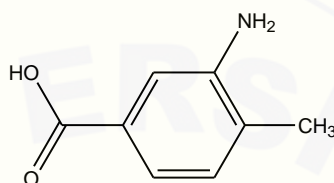
2-klorobenzoilklorida memiliki nama rumus molekul $\text{C}_7\text{H}_4\text{Cl}_2\text{O}$ dengan massa molar 175,01 g/mol (WolframAlpha, 2011), rentang titik didih sebesar 238°C pada tekanan 1 atm dan titik leleh -3.5°C atau -4 sampai -3°C . Senyawa ini memiliki densitas atau kerapatan sebesar $1,382 \text{ g/cm}^3$ dan merupakan senyawa yang larut dalam air (Sigma-Aldrich, 2006; WolframAlpha, 2011). 2-klorobenzoilklorida merupakan suatu senyawa yang terdiri dari cincin benzen tersubstitusi dengan gugus keton yang mengikat atom $-\text{Cl}$ dan pada posisi *-orto* mengikat 1 atom $-\text{Cl}$. Rumus struktur dari 2-klorobenzoilklorida dapat dilihat pada gambar 2.7. Senyawa 2-klorobenzoilklorida merupakan golongan asil klorida. Senyawa ini bila direaksikan dengan litium aluminium hidrida (LiAlH_4) dalam dietil eter pada temperatur kamar memerlukan waktu 390 menit (Khalilzadeha, 2008).



Gambar 2.7 Struktur kimia senyawa 2-klorobenzoil klorida

2.5.2 Asam 3-amino-4-metil benzoat

Asam 3-amino-4-metil benzoat memiliki rumus molekul $C_8H_9NO_2$ dengan berat molekul 151,16 g/mol. Senyawa ini berbentuk serbuk putih hablur dengan penyimpanan dibawah suhu $30^{\circ}C$ (Sigma-Aldrich, 2016). Asam 3-amino-4-metil benzoat merupakan suatu asam benzoat dan analog dari sintesis turunan asam benzoat lainnya. Senyawa ini sering kali digunakan sebagai bahan awal untuk sintesis senyawa-senyawa baru. Struktur asam 3-amino-4-metil benzoat dapat dilihat pada gambar 2.8.

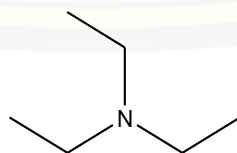


Gambar 2.8 Struktur kimia senyawa asam 3-amino-4-metil benzoate

2.5.3 Trietilamin (TEA)

Trietilamin (TEA) memiliki rumus molekul $C_6H_{15}N$ dengan berat molekul 101,19 g/mol. Senyawa ini berbentuk cairan berwarna kuning pucat dan berbau khas kuat amoniak. TEA memiliki berat jenis 0,728 g/ml dan titik didih $90^{\circ}C$ (Sigma-Aldrich, 2016).

Pada penelitian ini TEA digunakan sebagai katalis nukleofilik dan digunakan untuk menghilangkan asam klorida. Dalam berbagai penelitian TEA digunakan sebagai alkali, pelarut, katalis dan bahan baku sintesis organik. Penggunaan TEA juga diperlukan untuk reaksi eliminasi *Swern-oxidation*, sedangkan untuk reaksi pembentukan ester dan pembentukan amida dari klorida asam sebagai katalis. Penggunaan lain dari TEA juga dapat memproduksi amonium kuartener (Chemicalbook, 2016). Struktur senyawa TEA dapat dilihat pada gambar 2.9.

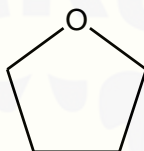


Gambar 2.9 Struktur kimia senyawa trietilamin

2.5.4 Tetrahidrofuran (THF)

Tetrahidrofuran (THF) juga dikenal sebagai butilen oksid yaitu suatu senyawa organik heterosiklik dengan rumus molekul C_4H_8O yang terhidrogenasi dari senyawa aromatik furan. Senyawa ini berbentuk cair dan berviskositas rendah juga memiliki aroma seperti dietil eter. Sifat kepolaran THF masuk kategori sedang sehingga dapat melarutkan berbagai macam senyawa polar atau nonpolar.

Pada penelitian ini tetrahidrofuran (THF) digunakan sebagai pelarut untuk mempercepat laju reaksi. Tetrahidrofuran (THF) merupakan golongan pelarut aprotik yang sering digunakan sebagai pelarut sintesis (Kirk dan Othmer, 1991; Smallwood, 1996). Struktur senyawa THF dapat dilihat pada gambar 2.10.



Gambar 2.10 Struktur kimia senyawa tetrahidrofuran

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Sintesis dan karakterisasi senyawa 2-KB merupakan jenis penelitian eksperimental laboratorik yang dilakukan melalui suatu tahap reaksi benzoilasi asam 3-amino-4-metil-benzoat dengan 2-klorobenzoil klorida.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

3.2.1 Tempat Penelitian

Adapun laboratorium yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a. Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Jember untuk mensintesis senyawa 2-KB, kemurnian menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dan uji karakterisasi senyawa yang meliputi uji organoleptis, dan penentuan titik lebur dengan melting point apparatus.
- b. Laboratorium Biologi Fakultas Farmasi Universitas Jember untuk pengujian KLT-Densitometri..
- c. Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Airlangga untuk identifikasi struktur menggunakan spektrometer FTIR.
- d. Pusat penelitian kimia Laboratorium *Institute of Tropical Disease (ITD)* Universitas Airlangga untuk identifikasi senyawa target menggunakan spektrometer $^1\text{H-NMR}$ 400 MHz *Jeol Resonance*.

3.2.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – selesai.

3.3 Variabel Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah senyawa target.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah jumlah rendemen senyawa target.

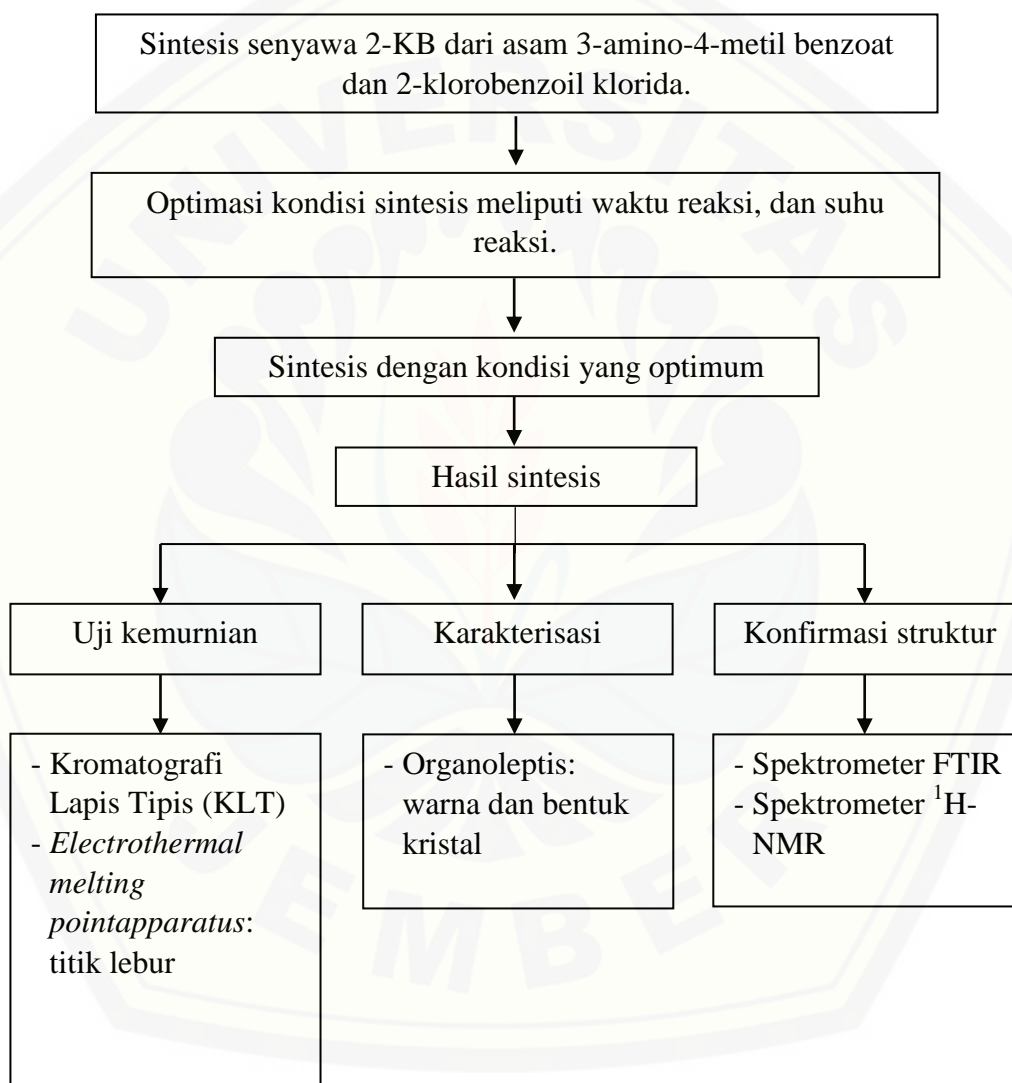
3.4 Definisi Operasional

% rendemen adalah hasil dari sintesis senyawa target yang didapatkan dari pengelompokan suatu fraksi yang memiliki karakteristik yang sama.

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{bobot hasil sintesis}}{\text{bobot teoritis}} \times 100\%$$

3.5 Alur penelitian

Alur penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Alur penelitian

3.6 Alat dan Bahan Penelitian

3.6.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas kaca, corong gelas, labu alas bulat berleher 2 (Schott Duran) 250mL, corong pisah 50ml dan 250 mL, pipet volume 0,5 mL, 1 mL dan 5 mL, pipet tetes, batang pengaduk, termometer, pinset, vial kaca, chamber, penggaris, statif, kondensor, lampu Ultraviolet (UV), neraca analitik digital (Sartorius), *hot plate and stirer*, pengering/hair dryer, *Electrothermal melting point apparatus*, spektrofotometer $^1\text{H-NMR}$ 400 MHz *Jeol Resonance*, spektrofotometer FTIR-KBr *Perkin Elmer-Spectrum One*, KLT-Densitometri (Camag).

3.6.2 Bahan

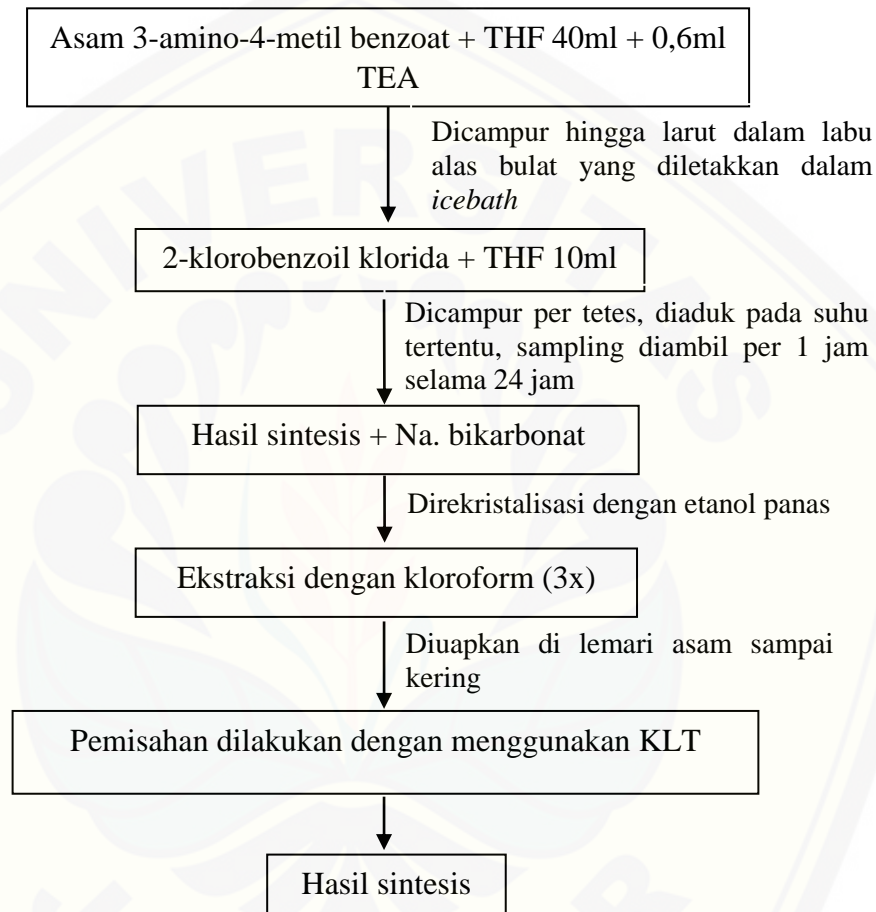
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini bila tidak dinyatakan lain mempunyai derajat kemurnian pro analisis. Bahan baku sintesis : asam 3-amino-4-metilbenzoat (Sigma-Aldrich), 2-klorobenzoil klorida (Sigma-Aldrich), tetrahidrofuran (Merck), trietilamin (Merck), akuades, natrium bikarbonat, natrium sulfat anhidrat. Bahan uji kemurnian dengan KLT diantaranya kloroform (Merck), etanol (Merck), metanol (Merck), etil asetat (Merck), toluen (Merck). Bahan untuk identifikasi struktur meliputi KBr (Merck), diamethyl sulfoxide (DMSO) pro NMR, tetrametilsalisilan (TMS) pro NMR.

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Sintesis Senyawa 2-KB

Tahap reaksi pertama dilakukan dengan perbandingan 1 : 2 mereaksikan asam 3-amino-4-metil benzoat (0,280 gram, 1,852 mmol) dan 2-klorobenzoil klorida (0,691 gram, 4mmol). Kemudian dilarutkan dengan 40 ml tetrahidrofuran (THF) dan ditambah 0,6 trietilamin (TEA) dalam labu alas bulat yang telah berisi magnetik stirer dan dalam bak es (*ice bath*) yang telah diletakkan di atas stirer, selanjutnya ditambah tetes demi tetes 2-klorobenzoil klorida yang dilarutkan dalam 10 ml tetrahidrofuran (THF) pada corong pisah. Setiap 1 jam dilakukan sampling untuk mengetahui kesempurnaan reaksi dengan KLT. Setelah campuran selesai diaduk, tambahkan Na bikarbonat dan aquadest untuk mengikat asam.

Campuran tadi selanjutnya diekstraksi menggunakan kloroform sebanyak 3x kemudian dicuci menggunakan aquades berulang-ulang sampai bahan awal hilang sempurna. Langkah selanjutnya ditambahkan natrium sulfat anhidrat untuk mengikat air. Saring senyawa hasil pencucian menggunakan corong buchner. Hasil rendemen kemudian di uapkan pada suhu ruang sampai rendemen benar-benar kering dan tidak mengandung air.



Gambar 3.2 Tahapan metode sintesis

a. Optimasi Suhu

Dilakukan optimasi suhu reaksi untuk mendapatkan kondisi sintesis yang optimum. Terdapat tiga suhu reaksi yang dioptimasi pada penelitian ini yaitu, pada suhu ruang (25-27°C), suhu tinggi (60°C) pemanasan, dan pada suhu rendah *ice bath* (2-5°C).

b. Optimasi Waktu Reaksi

Optimasi waktu reaksi dilakukan untuk mengetahui berapa lama waktu optimum yang dibutuhkan untuk membentuk senyawa produk yang paling baik. Uji ini dilakukan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Sampling diambil pada jam 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12, 24 selama proses sintesis. Kemudian ditotolkan pada lempeng KLT berukuran 2 x 5 cm dengan pembanding bahan awal yaitu asam 3-amino-4-metil benzoat dan 2-klorobenzoil klorida. Kemudian hasil penotolan tersebut dieluasi menggunakan eluen yang telah dioptimasi dan diamati bercak noda yang dihasilkan di bawah sinar UV serta dilihat nilai Rf masing-masing noda. Nilai Rf sampling yang berbeda dengan bahan awal menunjukkan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Selain itu sintesis dikatakan sempurna apabila noda bahan awal lebih tipis atau hilang yang menandakan bahan awal telah habis bereaksi.

3.7.2 Evaluasi Kemurnian dengan KLT-Densitometri

Rendemen hasil sintesis yang telah diekstraksi dan dicuci berulang-ulang selanjutnya dilakukan pengecekan noda dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan 3 eluen yang berbeda kepolaran. Pemilihan eluen berdasarkan pada kemampuan eluen untuk memisahkan analit dan noda yang terlihat jelas tanpa ada *tailing*. Rf (*Retardation factor*) memenuhi rentang antara 0,2 sampai 0,8. Eluen dikatakan dapat memisahkan senyawa dengan baik jika nilai $R_s > 1,5$ (Sherma dan Fried, 2003). Eluen yang berbeda kepolaran digunakan untuk menghasilkan Rf yang berbeda.

KLT dapat memberikan informasi mengenai berapa banyak komponen yang terdapat dalam suatu campuran dan juga dapat digunakan untuk tujuan identifikasi dengan cara membandingkan nilai Rf komponen yang terpisah dengan Rf standar. Fase gerak atau eluen yang dibuat dimasukkan ke dalam bejana kromatografi (*chamber*) yang di dalamnya diletakkan kertas saring, ditutup dan dibiarkan hingga *chamber* jenuh kira-kira ± 30 menit. Setelah jenuh, lempeng KLT dieluasi hingga mencapai batas akhir. Setelah eluasi selesai, lempeng diambil dan dikeringkan kemudian noda yang tampak diamati dengan lampu UV 254 nm. Lempeng tersebut kemudian dianalisis menggunakan KLT-Densitometri dan diuji spektranya dengan *purity test*. Noda yang tampak pada hasil eluasi produk dilihat

dan ditandai. Noda tunggal menunjukkan hasil senyawa murni dan spektranya menunjukkan hasil yang bagus.

3.7.3 Karakterisasi Senyawa

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan untuk mengetahui penampakan fisik dari senyawa yang meliputi warna, bau, dan bentuk hasil sintesis.

b. Penentuan Titik Lebur

Penentuan titik lebur dan jarak lebur dilakukan untuk mengetahui rentang titik lebur senyawa dengan menggunakan alat *Electrothermal Melting Point Apparatus* Stuart SMP 11. Dilakukan dengan memasukkan sejumlah kecil sampel ke dalam sebuah pipa kapiler yang salah satu ujungnya tertutup, pipa kapiler dimasukkan dalam alat. Alat diatur agar temperatur naik secara perlahan. Temperatur di catat pada saat sampel mengalami perubahan wujud dari bentuk serbuk menjadi bentuk cair hingga meleleh seluruhnya. Jarak lebur suatu senyawa yang sempit menunjukkan senyawa tersebut murni.

3.7.4 Konfirmasi Struktur 2-KB.

Konfirmasi Struktur 2-KB dilakukan menggunakan spektrometer $^1\text{H-NMR}$ 400 MHz dan FTIR-KBr.

a. FTIR-KBr

Sejumlah sampel dicampur homogen dengan KBr dan dibuat bentuk pellet dengan menekan hidrolis lalu spektrumnya diamati pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} dengan spektrometer FTIR. Hasil interpretasi IR dibandingkan dengan literatur (Pavia, *et al.*, 2001).

b. $^1\text{H-NMR}$ 400 MHz

Sejumlah sampel dipreparasi dan dilarutkan dengan pelarut, standart yang digunakan yaitu internal tetrametilsilan (TMS) kemudian diletakkan di tempat sampel di antara dua kutub dan disinari dengan gelombang radio. Spektrum NMR ialah grafik dari banyaknya energi yang diserap terhadap kuat medan magnet.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Senyawa target yaitu 2-KB dapat disintesis melalui reaksi benzoilasi antara asam 3-amino-4-metil benzoat dengan 2-klorobenzoil klorida, dengan kondisi optimum pada suhu ruang $25^{\circ} - 27^{\circ}\text{C}$ dengan waktu reaksi selama 24 jam.
2. Rendemen yang didapatkan dari hasil sintesis yang belum tunggal adalah 90,16%. Sedangkan untuk rendemen yang sudah murni yaitu 48,43%.
3. Karakteristik senyawa target 2-KB meliputi :
 - a. Organoleptis didapatkan secara visual yaitu senyawa hasil sintesis berupa serbuk berwarna putih dan tidak berbau. Senyawa produk sintesis diketahui memiliki jarak lebur antara $196-198^{\circ}\text{C}$.
 - b. Uji kemurnian dengan KLT-Densitometri dapat dikatakan noda murni karena tidak adanya pengotor atau senyawa bahan awal.
 - c. Konfirmasi spektra FTIR senyawa hasil sintesis terdeteksi pada $3270,57\text{cm}^{-1}$ (O-H karboksilat), $3467,49\text{cm}^{-1}$ (NH sekunder), $2986,52\text{cm}^{-1}$ (C-H sp^3), $1714,45\text{cm}^{-1}$ (C=O karboksilat), 1674 cm^{-1} (C=O amida), $1470,64\text{ cm}^{-1}$ (C=C aromatis), $1068,63\text{cm}^{-1}$ (C-Cl). Konfirmasi spektra $^1\text{H-NMR}$ pada pergeseran 7,43-8,05 ppm (H-aromatik); 8,50 ppm (N-H amida); 10,09 ppm (COOH); 2,46 ppm (Ar-CH₃).

5.2 Saran

Untuk peneliti lebih lanjut, peneliti menyarankan untuk :

1. Perlunya dilakukan sintesis senyawa 2-KB dengan perbandingan konsentrasi dari bahan awal untuk mendapatkan rendemen yang lebih banyak.
2. Perlunya dilakukan pengujian aktivitas pada senyawa 2-KB.
3. Perlunya dilakukan konfirmasi bobot molekul dengan LC-MS untuk melengkapi hasil konfirmasi struktur.

DAFTAR PUSTAKA

- Anam, C., Sirojudin., dan Firdausi, K.S. 2007. Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*. Vol. 10: 79-85.
- Anand, K. K., *et al.* 1997. 3,4,5-Trihydroxy Benzoic Acid (gallic acid), The Hepatoprotective Principle in The Fruits of Terminalia belerica-bioassay Guided Activity. *Pharmacological Research*, Vol.36(4).
- Anderson, R. J., Bendell, D. J. dan Groundwater, P. W. 2004. *Organic Spectroscopic Analysis*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.
- Amborabe, B. E., Lessart, P. F., Chollet, J. F., dan Roblin, G. 2002. Antifungal Effects of Salicylic Acid and Other Benzoic Acid Derivatives Towards Eutypa Lata: Structure–Activity Relationship. *Plant Physiol. Biochem.* Vol. 40: 1051–1060.
- Bruice, P. Y. 2003. *Organic Chemistry*. Edisi Keempat. Prentice Hall : America.
- Castellano, G., Tena, J. dan Torrens, F. 2012. *Classification of Phenolic Compounds by Chemical Structural Indicators and Its Relation to Antioxidant Properties of Posidonia Oceanica (L.) Delile*. *Match Commun. Math. Comput. Chem.* 67, 231-250.
- Chatwall, G., 1985, *Spectroscopy Atomic and Molecule*, Himalaya Publishing House, Bombay.
- Chemicalbook.2016. *Triethylamine*. http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_cb5355941.htm [Diakses 18 September 2016].
- Clayden, J., Greeves, N., Warren, S., dan Wothers, P. 2001. *Organic Chemistry*. New York: Oxford University Press.
- Das, S. 2007. Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. General Article. <http://www.ias.ac.in/resonance/Jan2004/pdf/Jan2004p34-49.pdf>. [5 Juli 2012]
- Fasya, A. G. 2011. “Sintesis Metil 10,12,14-Oktadekatrienoat Dari Asam 9,12,15-Oktadekatrienoat (Asam A-Linolenat) Biji Selasih (Ocimum Basilicum) Dan Uji Bioaktivitasnya.” Tidak Diterbitkan. Tesis.

Malang: Program Studi Ilmu Kimia Minat Kimia Organik Program Pascasarjana Universitas Brawijawa.

- Griffiths, P. R. dan Haseth, J. A. 2007. *Fourier Transform Infrared Spectrometry: Second Edition*. A John Wiley & Sons, Inc., Publication. <https://www.researchgate.net/publication/222715043>[Diakses 29 juli 2016].
- Khalilzadeha, M.A., Hosseini, A., Tajbakhsh, M. & Mohannazadeh, F. 2008. LiAlH₄/Silica Chloride as a New Chemoselective System for Reduction of Carbonyl Compounds and Phosphine Oxides. *Journal of Iranian Chemical Society*, Vol. 5, No.4, December 2008, p 330-338.
- Kirk, R.E., dan Othmer, D.F. 1991. *Encyclopaedia of Chemical Technology, 3rd ed., Vol.2*. New York: John Wiley and Sons.
- Li, J. Jack. 2002. *Name Reaction: A Collection of Detailed Reactions Mechanisms*. United State: Springer, p (329).
- Maurya, K. D., Nandakumar, N., dan Devasagayam, T. P. A. 2011. Anticancer Property of Gallic Acid In A54, A Human Lung Adenocarcinoma Cell Line and Possible Mechanisms. *J. Clin. Biochem. Nurt.* Vol. 48 (1): 85-90.
- McMurry, John. 2008. *Organic Chemistry, Seventh Edition*. United State of America: Brooks/Cole, a Devision of Thomson Learning.
- Natella, F., Nardini, M., Felice., M.D., dan Scaccini, C. 1999. Benzoic and Cinnamic Acid Derivatives as Antioxidants: Structure-Activity Relation. *J. Agric. Food Chem.* Vol. 47: 1453-1459 Potential Relationship Stud. *Chemico-Biological Interactions*. Vol. 206 :194–203.
- Pavia, L. D., Lampman, G.M., dan Kriz, G.S. 2009. *Introduction to Spectroscopy, Third Edition*. USA: Thomson Learning, inc.
- Pratiwi, D.V., 2009. Sintesis Asam 3-klorometilbenzoil Salisilat dan Uji Aktivitas Analgesik pada Mencit (*Mus musculus*) *Skripsi*. Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
- Pudjono., Joyce., dan Jung, C. 2002. Sintesis Dibenzoil Resorsinol dari Benzoil Klorida dan Resorsinol Melalui Modifikasi Metode Schotten-Baumann. *Sigma*. Vol. 5: 61-68.
- Ritmaleni dan Nurcahyani, W. 2006. Sintesis. 4-fenil-3,4-tetrahidro-indeno.[2,1]-pirimidin-2-on (LR-1). *Majalah Farmasi Indonesia*. Vol. 17: 149–55.
- Sherma, J. dan Fried, B. 2003. *Handbook of Thin Layer Chromatography*. (Edisi Ketiga). New York: Marcel Dekker, Inc.

- Sigma-Aldrich. 2006. *2-chlorobenzoyl chloride*. [Serial on line]. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/fluka/23730?lang=en®ion=ID>. [30 Maret 2012].
- Sigma-Aldrich. 2016. Safety Data Sheet 3-Amino-4-methylbenzoic Acid. http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/a62809?lang=en®ion=US&cm_sp=Insite--recent-fixed--recent5-1 (Diakses 23 Juni 2016).
- Sigma-Aldrich. 2016. Safety data Sheet Triethylamine. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/t0886?lang=en®ion=US> (Diakses 19 September 2016).
- Siswandono dan Soekardjo. 2000. *Kimia Medisinal edisi 2*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Smallwood, I. M., 1996. *Handbook of Organic Solvent Properties*. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Soekardjo B., I. Setyabudi dan Caroline. 2009. Sintesis dan Hubungan Kuantitatif Struktur dengan Aktivitas Analgesik terhadap Mencit (*Mus musculus*) dari Turunan Asam Benzoil Salisilat. *Hibah PHK-A2 Research Project*. Unika Widya Mandala.
- Solomons, T. W. Graham dan Fryhle, C. B. 2011. *Organic Chemistry Tenth Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Srour R (1989) Benzoic acid. In: Srour R, ed. *Aromatic intermediates and derivatives*. Paris, pp. A.IV.1–A.IV.14 (unpublished report) [cited in BUA, 1995].
- Stahl, E. 1985. *Analisis Obat Secara Kromatografi dan Mikroskopi*. Bandung : Penerbit ITB.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons, Ltd ISBNs: 0-470-85427-8 (HB); 0-470-85428-6 (PB).
- Sukandar, E. Y., 2004, *Tren dan Paradigma Dunia Farmasi: Industri-Klinik-Teknologi Kesehatan*, Orasi Ilmiah Dies Natalis ITB ke 45, ITB, Bandung.
- Susilowati, S. S. dan Handayani, S. N. 2006. Sintesis dan Uji Aktivitas Analgetika Antiflamasi Senyawa N-(4t-butylbenzoil)-p-aminofenol. *Jurnal Molekul*. Vol. 1: 36-40.
- Tamayanti, W. D., Widharna, R. M., Caroline., dan Soekardjo, B. 2016. Uji Aktivitas Analgesik Asam 2-(3 (Klorometil)Benzoiloksi)Benzoat Dan Asam 2-(4-(Klorometil)Benzoiloksi)Benzoat pada Tikus Wistar Jantan

dengan Metode Plantar Test. *Jurnal Farmasi Sains Dan Komunitas*. Vol. 13 (1): 15-22.

Velika, B. dan Kron, I. 2012. Antioxidant properties of benzoic acid derivatives against superoxide radical. *Free Radicals and Antioxidants*. Vol.2 (4).

WolframAlpha. 2011. *2-chlorobenzoyl chloride*. [serial on line] <http://www.Wolframalpha.com/input/?i=2-chlorobenzoyl+%20chloride>. [30 Maret 2012].



LAMPIRAN A. Safety Data

SIGMA-ALDRICH

sigma-aldrich.com

SAFETY DATA SHEET

according to Regulation (EC) No. 1907/2006

Version 6.0 Revision Date 31.03.2016

Print Date 30.05.2018

GENERIC EU MSDS - NO COUNTRY SPECIFIC DATA - NO OEL DATA

SECTION 1: Identification of the substance/mixture and of the company/undertaking

1.1 Product identifiers

Product name : 3-Amino-4-methylbenzoic acid

Product Number : A62809

Brand : Aldrich

REACH No. : A registration number is not available for this substance as the substance or its uses are exempted from registration, the annual tonnage does not require a registration or the registration is envisaged for a later registration deadline.

CAS-No. : 2458-12-0

1.2 Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Identified uses : Laboratory chemicals, Manufacture of substances

1.3 Details of the supplier of the safety data sheet

Company : Sigma-Aldrich Pte Ltd
(Co. Registration No. 199403788W)
1 Science Park Road
#02-14 The Capricorn, S'pore Sci. PkII
SINGAPORE 117528
SINGAPORE

Telephone : +65 6779-1200

Fax : +65 6779-1822

1.4 Emergency telephone number

Emergency Phone # : 1-800-262-8200

SECTION 2: Hazards identification

SIGMA-ALDRICHsigma-aldrich.com**SAFETY DATA SHEET**

according to Regulation (EC) No. 1907/2006

Version 6.0 Revision Date 30.03.2016

Print Date 15.01.2018

GENERIC EU MSDS - NO COUNTRY SPECIFIC DATA - NO OEL DATA

SECTION 1: Identification of the substance/mixture and of the company/undertaking**1.1 Product identifiers**

Product name : 2-Chlorobenzoyl chloride

Product Number : 103918

Brand : Aldrich

REACH No. : A registration number is not available for this substance as the substance or its uses are exempted from registration, the annual tonnage does not require a registration or the registration is envisaged for a later registration deadline.

CAS-No. : 609-65-4

1.2 Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Identified uses : Laboratory chemicals, Manufacture of substances

1.3 Details of the supplier of the safety data sheet

Company : Sigma-Aldrich Pte Ltd
(Co. Registration No. 199403788W)
1 Science Park Road
#02-14 The Capricorn, S'pore Sci. PkII
SINGAPORE 117528
SINGAPORE

Telephone : +65 6779-1200

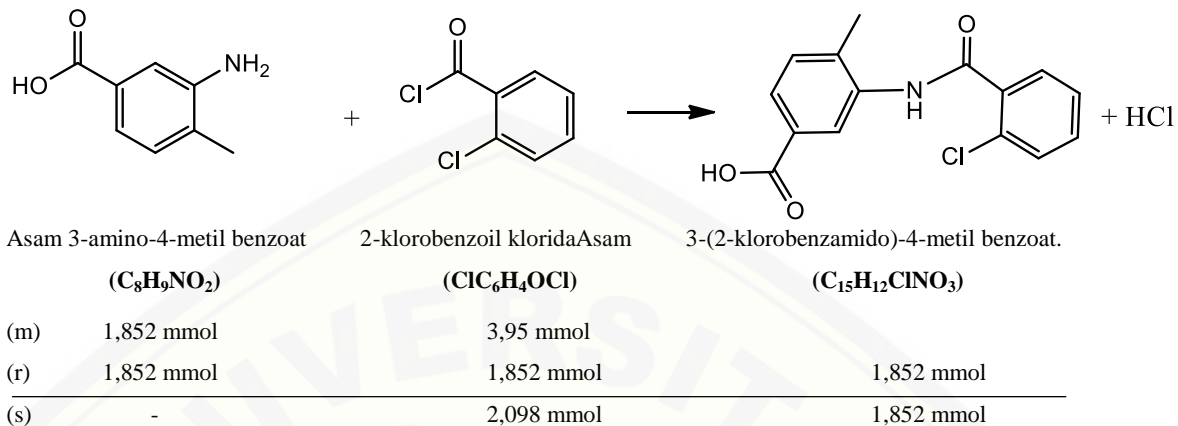
Fax : +65 6779-1822

1.4 Emergency telephone number

Emergency Phone # : 1-800-262-8200

SECTION 2: Hazards identification

LAMPIRAN B. Perhitungan Bobot Penimbangan Bahan



Berat penimbangan :

1. Asam 3-amino-4-metil benzoat

$$\begin{aligned} \text{mol} &= \frac{\text{Massa (g)}}{\text{BM}} \\ 0,001852 \text{ mol} &= \frac{X}{151,16 \text{ g/mol}} \\ X &= 0,2799 \text{ g} = 279,9 \text{ mg} \end{aligned}$$

2. 2-klorobenzoil klorida

$$\begin{aligned} \text{BJ} &= 1,382 \text{ g/mL} \\ \text{BM} &= 175,01 \text{ g/mol} \\ \text{V} &= \frac{\text{mmol} \times \text{BM}}{\text{BJ} \times 1000} = \frac{3,948 \text{ mmol} \times 175,01 \text{ mg/mmol}}{1,382 \text{ g/ml} \times 1000} \\ &= 0,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

3. TEA

$$\begin{aligned} \text{BJ} &= 0,726 \text{ g/mL} \\ \text{BM} &= 101,19 \text{ g/mol} \\ \text{V} &= \frac{\text{mmol} \times \text{BM}}{\text{BJ} \times 1000} = \frac{4 \text{ mmol} \times 101,19 \text{ mg/mmol}}{0,726 \text{ g/ml} \times 1000} \\ &= 0,557 \text{ mL} \sim 0,6 \text{ mL} \end{aligned}$$

B2. Perhitungan Rendemen Senyawa Produk**1. Berat teoritis senyawa produk asam-3-(2-klorobenzamido)-4-metil benzoat**

$$\text{BM} = 289,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{\text{Massa (g)}}{\text{BM}}$$

$$0,001852 \text{ mol} = \frac{x}{289,5 \text{ g/mol}}$$

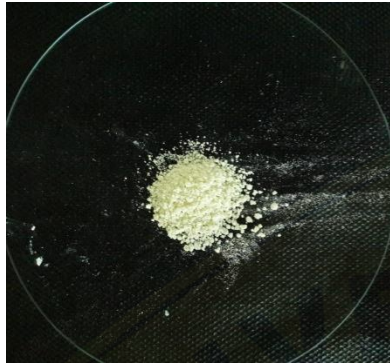
$$\begin{aligned} X &= 289,5 \text{ g/mol} \times 0,001852 \text{ mol} \\ &= 0,536 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{2. Rendemen} &= \frac{\text{berat percobaan}}{\text{berat teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{483,3 \text{ mg}}{536 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 90,16\% \end{aligned}$$

Rendemen setelah dilakukan pencucian

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{berat percobaan}}{\text{berat teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{259,6 \text{ mg}}{536 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 48,43\% \end{aligned}$$

LAMPIRAN C. Foto Organoleptis Bahan



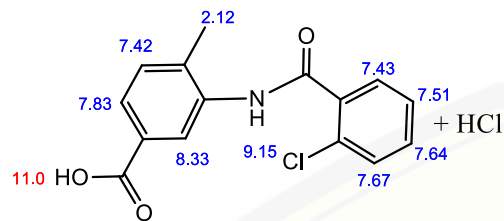
Rendemen kondisi dengan suhu pemanasan (60°C)



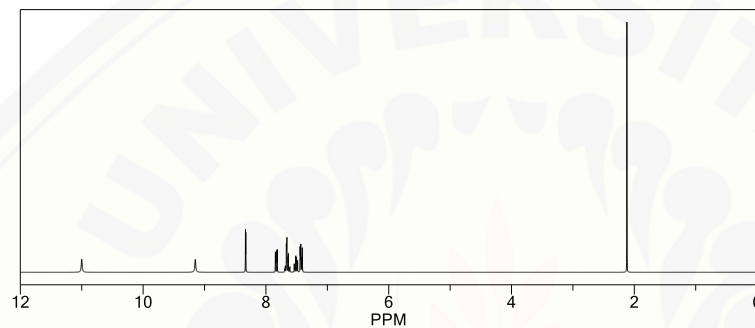
Rendemen dengan *ice bath* (2-5°C)



Rendemen kondisi dengan Suhu (60)

LAMPIRAN D. Hasil Chemoffice**A. ChemNMR H-1 Estimation**

Estimation quality : blue = good, magenta = medium, red = rough



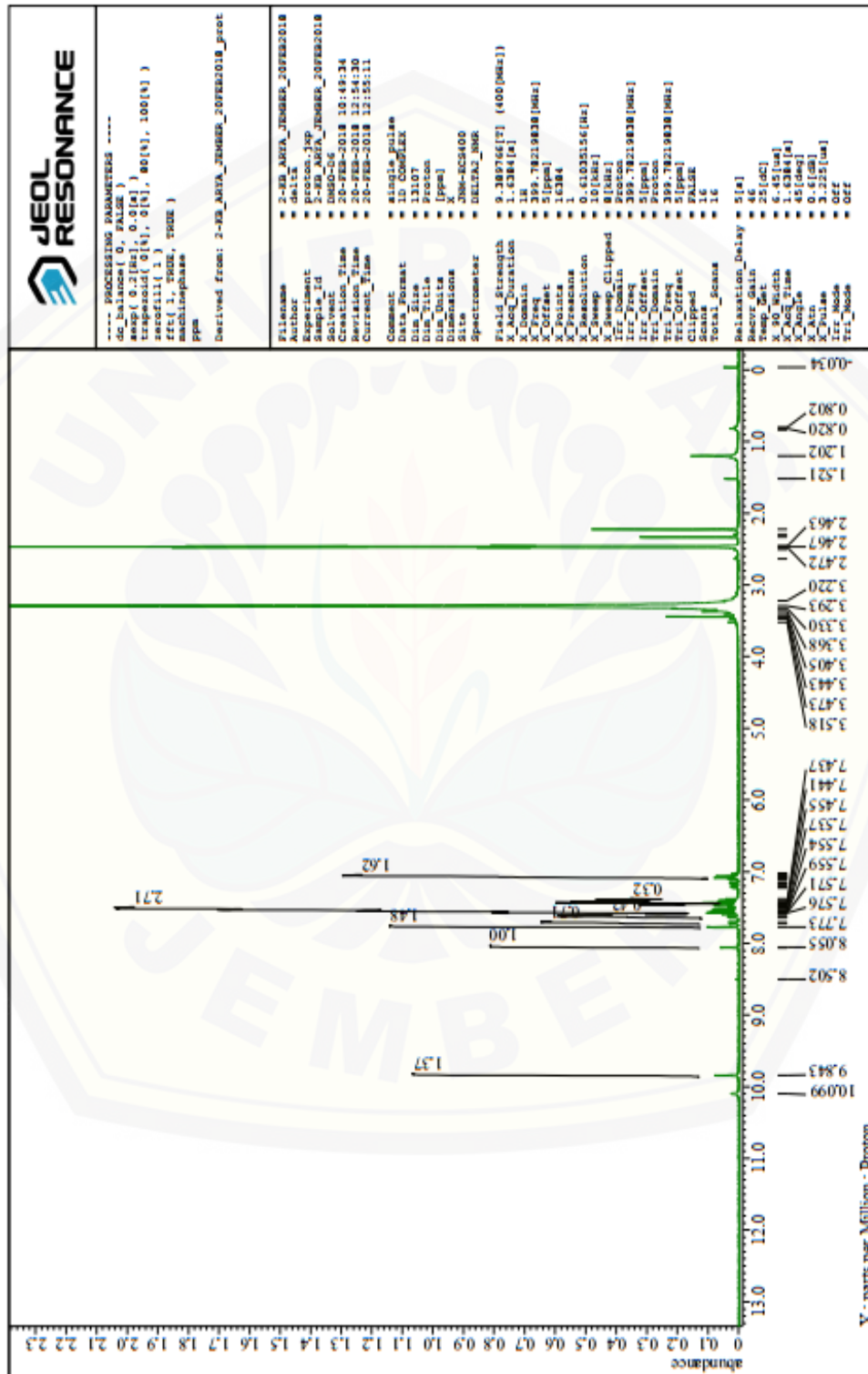
Protocol of the H-1 NMR Prediction:

Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
OH	11,0	11,00	carboxylic acid
NH	9,15	8,00	sec. amide
		1,15	general corrections
CH	7,67	7,26	1-benzene
		0,01	1 -Cl
		0,18	1 -C(=O)N
		0,22	general corrections
CH	8,33	7,26	1-benzene
		0,38	1 -NC(=O)
		-0,12	1 -C
		0,87	1 -C(=O)O
		-0,06	general corrections
CH	7,43	7,26	1-benzene
		-0,06	1 -Cl
		0,69	1 -C(=O)N
		-0,46	general corrections
CH	7,42	7,26	1-benzene
		-0,02	1 -NC(=O)
		-0,20	1 -C
		0,21	1 -C(=O)O
		0,17	general corrections
CH	7,83	7,26	1-benzene
		-0,26	1 -NC(=O)
		-0,12	1 -C
		0,87	1 -C(=O)O
		0,08	general corrections
CH	7,64	7,26	1-benzene
		-0,06	1 -Cl
		0,25	1 -C(=O)N
		0,19	general corrections
CH	7,51	7,26	1-benzene
		-0,12	1 -Cl
		0,18	1 -C(=O)N
		0,19	general corrections
CH3	2,12	0,86	methyl
		1,49	1 alpha -1:C*C*C*C*C*C*1
		-0,23	general corrections

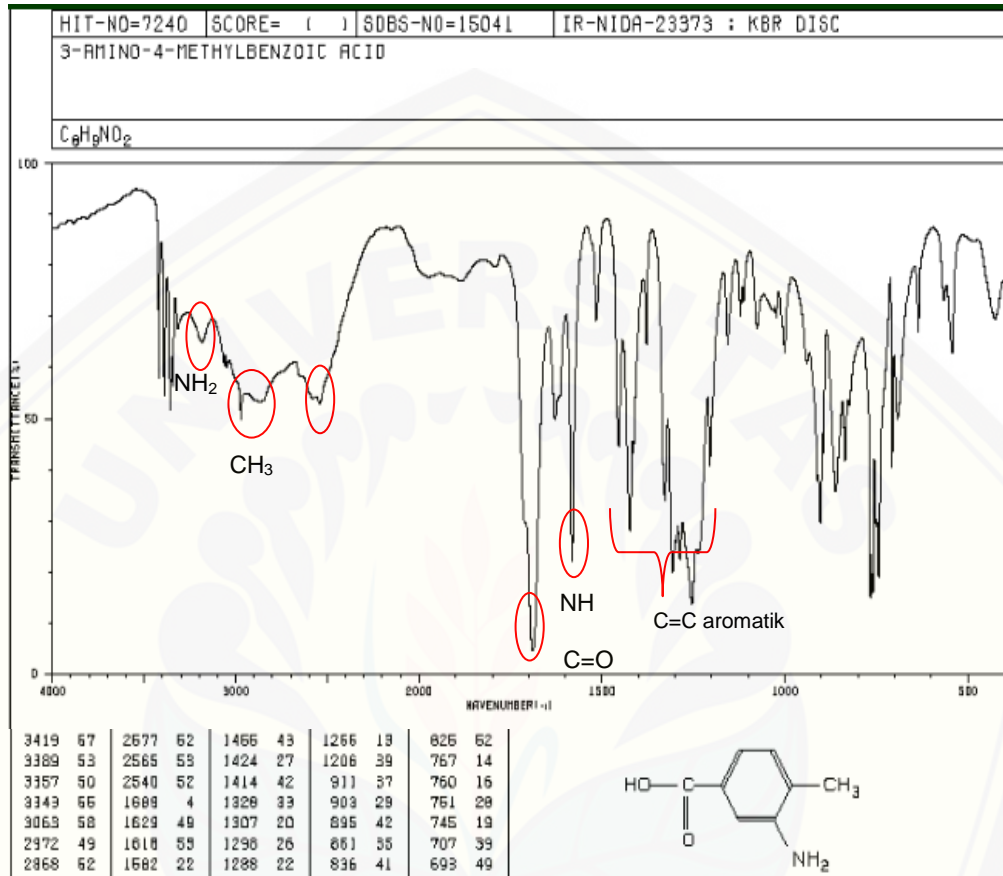
1H NMR Coupling Constant Prediction

shift	atom index	coupling partner.	constant and vector
11,0	9		
9,15	11		
7,67	15		
		16 7,5	H-C*C-H
		17 1,5	H-C*CH*C-H
8,33	3		
		7 1,5	H-C*C*C-H
7,43	18		
		17 7,5	H-C*C-H
		16 1,5	H-C*CH*C-H
7,42	6		
		7 7,5	H-C*C-H
7,83	7		
		6 7,5	H-C*C-H
		3 1,5	H-C*C*C-H
7,64	16		
		15 7,5	H-C*C-H
		17 7,5	H-C*C-H
		18 1,5	H-C*CH*C-H
7,51	17		
		18 7,5	H-C*C-H
		16 7,5	H-C*C-H
		15 1,5	H-C*CH*C-H
2,12	10		

B. Spektro ¹H-NMR 400 MHz senyawa asam 3-(2-klorobenzamido)-4-metil benzoat.



LAMPIRAN E. Hasil Spektra SDBS Asam 3-Amino-4-Metil Benzoat
(SDBS, 2017)



LAMPIRAN F. *Spectrum Purity Tes Senyawa Asam 3-(2-Klorobenzamido)-4-Metil Benzoat*

Track	Rf	Assigned Substance	Max. Signal	Display	r(s,m)	r(m,e)	Purity	r(s,s)	r(s,a)	Identity
1	0.13	AutoGenerated3	200 AU @ 217 nm		0.999172	0.999824	ok			? Std.
1	0.25	AutoGenerated11	11 AU @ 310 nm		0.999160	0.999784	ok			? Std.
1	0.68	AutoGenerated7	163 AU @ 200 nm		0.999093	0.991593	ok			? Std.
1	0.70	AutoGenerated8	107 AU @ 200 nm		0.993306	0.993075	ok			? Std.
1	0.78	AutoGenerated1	53 AU @ 200 nm		0.999216	0.999263	ok			? Std.
2	0.14	AutoGenerated3	317 AU @ 200 nm		0.998688	0.999897	ok			? Std.
2	0.16	AutoGenerated5	286 AU @ 200 nm		0.996993	0.999972	ok			? Std.
2	0.25	AutoGenerated11	154 AU @ 200 nm		0.999448	0.993700	ok			? Std.
2	0.33	AutoGenerated10	107 AU @ 200 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999780	0.999482	ok			? Std.
2	0.53	AutoGenerated9	148 AU @ 200 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999977	0.999841	ok			? Std.
2	0.77	AutoGenerated1	84 AU @ 200 nm		0.999360	0.998632	ok			? Std.
2	0.83	AutoGenerated15	44 AU @ 200 nm		0.999948	0.998907	ok			? Std.
2	0.92	AutoGenerated4	619 AU @ 200 nm		0.999625	0.999913	ok			? Std.
3	0.11	AutoGenerated3	219 AU @ 200 nm		0.999142	0.999403	ok			? Std.
3	0.21	AutoGenerated13	62 AU @ 200 nm		0.999569	0.999991	ok			? Std.
3	0.24	AutoGenerated11	17 AU @ 308 nm		0.936164	0.973359	failed			? Std.
3	0.33	AutoGenerated10	13 AU @ 700 nm		0.998199	0.998453	ok			? Std.
3	0.57	AutoGenerated6	155 AU @ 200 nm		0.999794	0.998667	ok			? Std.
3	0.72	AutoGenerated14	102 AU @ 200 nm		0.999729	0.999545	ok			? Std.
3	0.78	AutoGenerated1	443 AU @ 241 nm		0.999912	0.999958	ok			? Std.
4	0.09	AutoGenerated3	63 AU @ 200 nm		0.998071	0.994625	ok			? Std.
4	0.21	AutoGenerated13	66 AU @ 200 nm		0.999260	0.985041	failed			? Std.
4	0.34	AutoGenerated10	172 AU @ 200 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999882	0.999488	ok			? Std.
4	0.49	AutoGenerated12	97 AU @ 200 nm		0.999038	0.999828	ok			? Std.
4	0.59	AutoGenerated6	148 AU @ 200 nm		0.998431	0.998123	ok			? Std.
4	0.78	AutoGenerated1	360 AU @ 241 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999886	0.999986	ok			? Std.