



**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN
SENYAWA 3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)-1-(4-METILFENIL)
-2-PROPEN-1-ON**

SKRIPSI

Oleh

**AHMAD SURYA WIJAYA
NIM 082210101083**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2012**



**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN
SENYAWA 3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)-1-(4-METILFENIL)
-2-PROPEN-1-ON**

SKRIPSI

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

Oleh

**AHMAD SURYA WIJAYA
NIM 082210101083**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2012**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Allah SWT yang telah menciptakan alam semesta beserta isinya;
2. Ibunda Hj. Djuharjah dan almarhum Ayahanda H. Asykuri tersayang yang selalu menyayangi penulis;
3. Kakak-kakakku tercinta yang telah memberikan banyak nasehat kepada penulis;
4. Ibu Ayik Rosita P., S.Farm., Apt., M.Farm. selaku Dosen Pembimbing Utama, Ibu Ika Oktavianawati S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Anggota, Ibu Indah Purnama Sari, Bapak Agung Pangaribowo dan Bapak Dwi Koko P. yang telah memberikan bantuan, bimbingan dan perhatian hingga terselesaikannya skripsi ini. Ibu Yuni Retnaningtyas dan Ibu Lestyo Wulandari yang telah meluangkan waktu untuk menguji dan memberikan saran hingga terselesaikannya skripsi ini;
5. Sahabat-sahabat terbaikku “kepompong”, Reny, Cindy, Riska dan Ria yang selalu menemaniku saat suka dan duka.
6. Teman-teman seperjuangan April, Wiji, Diyan, Geby, Feby, Rizki, Tyta, Fitra, dan teman-teman farmasi angkatan 2008, terima kasih atas dukungan dan semangat dan bantuannya;
7. Para pahlawan tanpa tanda jasa penulis di SDN 3 Rogojampi, SMPN 1 Rogojampi, SMAN 1 Rogojampi dan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
8. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.

MOTO

“Hai orang-orang yang beriman, Jadikanlah sabar dan shalatmu sebagai penolongmu, sesungguhnya Allah beserta orang-orang yang sabar”

(Terjemahan Surat Al-Baqarah: 153)

Selalu ada hikmah dari setiap kejadian, beruntunglah orang-orang yang dapat mengambil pelajaran darinya

(Ahmad Surya Wijaya)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ahmad Surya Wijaya

NIM : 0822101010832

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul "Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on" adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi 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 ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Oktober 2012

Yang menyatakan,

(Ahmad Surya Wijaya)

NIM : 082210101083

SKRIPSI

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN
SENYAWA 3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)-1-(4-METILFENIL)
-2-PROPEN-1-ON**

Oleh

Ahmad Surya Wijaya

NIM. 082210101083

Pembimbing :

Dosen Pembimbing Utama : Ayik Rosita P. S.Farm., Apt., M.Farm.

Dosen Pembimbing Anggota : Ika Oktavianawati S.Si., M.Sc.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada :

hari, tanggal : Kamis, 11 Oktober 2012

tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Tim Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama,

Dosen Pembimbing Anggota,

Ayik Rosita P. S.Farm., Apt., M.Farm.

Ika Oktavianawati S.Si., M.Sc.

NIP 198102012006042001

NIP 198010012003122001

Tim Penguji

Penguji I,

Penguji II,

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

Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si.

NIP 197604142002122001

NIP 197806092005012004

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, MSc., PhD.

NIP 196902011994031002

ABSTRACT

A new compound from chalcone derivate has been synthesized from 4-methylacetophenone and 3,4-dimetoxybenzaldehyde by Claisen-Schmidt condensation with catalyst of NaOH 60%. This compound is 3-(3,4-dimetoxyphenyl)-1-(4-methylphenyl)-2-propen-1-one. Structure elucidation based on FTIR and ¹HNMR spectra. The compound is relatively pure and this can be identified by only one spot from TLC and the range of melting point is narrow. Antioxidant activity of compound with DPPH method showed that the value IC₅₀ is 455,312 ppm it can be infered that the antioxidant activity is low.

Key words: *chalcone, antioxidant, DPPH*

RINGKASAN

Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on; Ahmad Surya W.; 082210101083; 2012; 61 Halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Kalkon atau 1,3-difenil-2-propen-1-on memiliki struktur senyawa yang memiliki dua cincin aromatis dan dihubungkan dengan 3 atom karbon α , β tak jenuh. Untuk mendapatkan kalkon dengan cara sintesis, digunakan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dari aldehyd dan keton dengan pelarut polar serta menggunakan katalis asam atau basa (Patil *et al.*, 2009). Kondensasi Claisen-Schmidt merupakan reaksi kondensasi aldol yang lebih spesifik terjadi pada suatu aldehyd yang tidak memiliki hidrogen α dengan keton (Faridz, 2009). Metode kondensasi Claisen-Schmidt ini digunakan sebagai dasar dalam mensintesis salah satu turunan kalkon yaitu senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on yang merupakan produk dari reaksi antara 4-metilasetofenon dan 3,4-dimetoksibenzaldehyd.

Penelitian dilakukan dalam tiga tahap secara berurutan. Tahap pertama yaitu sintesis senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on dimana pada tahap ini menggunakan perbandingan antara katalis KOH dan NaOH dengan konsentrasi masing-masing 50% ($^{b/v}$) dan 60% ($^{b/v}$). Waktu reaksi dapat diketahui dengan menggunakan uji identifikasi kesempurnaan reaksi yaitu menggunakan lempeng KLT. Tahap kedua adalah karakterisasi senyawa produk sintesis. Pada tahap ini dilakukan uji kelarutan, organoleptis, jarak lebur, identifikasi struktur kimia dengan spektroskopi IR dan $^1\text{HNMR}$. Uji kelarutan dilakukan dengan menggunakan pelarut kloroform, oktanol, etanol, metanol, dan air. Uji organoleptis dilakukan dengan mengamati bentuk, warna, dan bau dari senyawa produk. Uji titik lebur dengan menggunakan alat *melting point tester*. Identifikasi gugus fungsi dengan spektroskopi IR dan identifikasi jumlah proton dengan spektroskopi $^1\text{HNMR}$. Tahap

ketiga adalah menguji aktivitas antioksidan dengan metode DPPH dan dibandingkan dengan asam askrobat. Aktivitas antioksidan tersebut dinyatakan dengan IC_{50} .

Sintesis senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on dengan menggunakan katalis NaOH 60% b/v mendapatkan waktu reaksi paling cepat yaitu 6 jam dengan persen hasil 96,06% sebelum rekristalisasi dan 81,18% setelah rekristalisasi. Kelarutan senyawa produk sintesis ini mudah larut dalam kloroform, agak sukar larut dalam oktanol, etanol, dan metanol, serta praktis tidak larut dalam air. Produk senyawa ini berbentuk serbuk kristal, ringan, berwarna kuning muda dan berbau aromatis. Senyawa ini memiliki jarak lebur antara 95-97⁰C. Identifikasi struktur dengan spektroskopi IR didapatkan beberapa gugus fungsi yaitu; Gugus keton terkonjugasi ganda ikatan rangkap ditunjukkan oleh serapan 1650 cm^{-1} . Gugus metil yang tersubsitisi pada cincin aromatis ditunjukkan pada pita antara 1423 cm^{-1} . Ikatan trans alkena ditunjukkan pada pita 986 cm^{-1} . Gugus para disubtitusi benzen ditunjukkan pada pita 1137 cm^{-1} dan 799 cm^{-1} . Gugus unsimetris trisubtitusi benzen ditunjukkan pada pita 822 cm^{-1} , 1513 cm^{-1} dan 1584 cm^{-1} . Gugus eter yang tersubtitusi cincin aromatis ditunjukkan pada pita antara 1270 cm^{-1} dan 1028 cm^{-1} . Identifikasi struktur dengan spektroskopi ¹HNMR didapatkan posisi H pada Ar-CH₃ pada 2,431 ppm; Ar-O-CH₃ pada 3,922 ppm; H_{5'} pada 6,842-6,932 ppm; H_{2'} pada 7,166 ppm; H_{6'} pada 7,171-7,257 ppm; H₃ dan H₅ pada 7,269-7,332 ppm; H_α pada 7,332-7,447 ppm; H₂ dan H₆ pada 7,676-7,852 ppm; H_β pada 7,876-7,967 ppm. Uji aktivitas antioksidan senyawa produk sintesis ini didapatkan nilai IC_{50} sebesar 455,312 ppm sedangkan untuk asam askorbat sebesar 6,477 ppm.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul ” Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
2. Dosen Pembimbing Utama, Dosen Pembimbing Anggota dan Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
3. Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
4. Orang tua dan kakak-kakak tercinta yang telah memberikan kasih
5. Teman-teman seperjuangan, Cindy, Geby, Feby, Diyan, Putri K., Indri, Ifada, Putri A., Sherla, Bagus dan Zubed yang telah memberikan doa dan semangat, serta teman-teman farmasi angkatan 2008 yang telah memberikan dukungan dan perhatian;
6. Teknisi Laboratorium Kimia Farmasi, atas saran-saran dan bantuannya selama penulis mengerjakan penelitian;
7. Semua dosen serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna sehingga saran dan kritik dari semua pihak diterima dengan senang hati demi kesempurnaan penulisan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Oktober 2012

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN SKRIPSI	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
ABSTRAK	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kalkon	5
2.2 Reaksi Kondensasi Claisen Schmidt	6
2.3 Bahan Baku Sintesis	7
2.4 Pengembangan Kalkon Sebagai Obat	9
2.5 Antioksidan	9
2.5.1 Definisi Antioksidan	9
2.5.2 Klasifikasi Antioksidan.....	10

2.5.3 Mekanisme Antioksidan.....	11
2.6 Radikal Bebas	12
2.6.1 Definisi Radikal Bebas.....	12
2.6.2 Radikal Bebas DPPH.....	12
2.7 Asam Askorbat (Vitamin C)	13
2.7.1 Sifat Fisika Kimia Asam Askorbat	13
2.7.2 Mekanisme Kerja Asam Askorbat.....	14
2.8 Spektrofotometri	14
2.8.1 Spektrofotometri UV-Vis.....	14
2.8.2 Spektroskopi Infra Merah	15
2.8.3 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti	17
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	19
3.1 Jenis Penelitian.....	19
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian.....	19
3.2.1 Tempat Penelitian	19
3.2.2 Waktu Penelitian.....	19
3.3 Rancangan Penelitian.....	19
3.3.1 Rancangan Operasional.....	19
3.3.2 Alur Penelitian	20
3.4 Definisi Operasional.....	20
3.5 Variabel Penelitian.....	21
3.5.1 Variabel Bebas.....	21
3.5.2 Variabel Terikat.....	22
3.5.3 Variabel Terkendali.....	22
3.6 Alat dan Bahan yang digunakan	22
3.6.1 Alat.....	22
3.6.2 Bahan.....	22
3.7 Prosedur Penelitian.....	23
3.7.1 Optimasi Kondisi Sintesis.....	23

3.7.2 Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	24
3.7.3 Karakterisasi Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	25
3.7.4 Identifikasi Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	26
3.7.5 Uji Aktivitas Antioksidan dengan Metode DPPH	26
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Optimasi Kondisi Sintesis	28
4.1.1 Optimasi Lama Reaksi	28
4.1.2 Optimasi Jenis dan Konsentrasi Katalis	30
4.2 Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	31
4.3 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	34
4.3.1 Uji Organoleptis	34
4.3.2 Uji Jarak Lebur	35
4.3.3 Uji Kelarutan	35
4.3.4 Identifikasi Struktur dengan FTIR	36
4.3.5 Identifikasi Struktur dengan ¹ HNMR	39
4.4 Hasil Pengujian Aktivitas Antioksidan 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	42
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	48

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Aktivitas peredaman radikal DPPH dari turunan Kalkon.....	6
2.2 Gugus fungsi yang terdeteksi dalam spektroskopi IR	17
2.3 Karakteristik spektra ¹ HNMR antara <i>ChemOffice</i> 2004 dan literatur ...	18
3.1 Penggolongan kelarutan.....	25
4.1 Hasil optimasi eluen etil asetat, heksana, dan etanol dengan berbagai perbandingan.....	29
4.2 Perbandingan lama reaksi sintesis senyawa produk menggunakan katalis KOH dan NaOH dengan konsentrasi 50% ^b / _v dan 60% ^b / _v	31
4.3 Replikasi dari persen hasil senyawa hasil sintesis dengan katalis NaOH 60% ^b / _v	34
4.4 Hasil uji organoleptis produk hasil sintesis dan bahan awal	34
4.5 Hasil uji kelarutan senyawa hasil sintesis dalam beberapa pelarut	36
4.6 Interpretasi spektra IR hasil produk sintesis berdasarkan referensi.....	38
4.7 Karakteristik spektra ¹ HNMR antara hasil percobaan dengan <i>Chem-Office</i> 2004 dan literatur	41

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1.1 Struktur Umum Senyawa Kalkon.....	2
1.2 (a) Struktur Utama Kalkon, (b) Struktur 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metil fenil)-2-propen-1-on	3
2.1 Struktur Umum Senyawa Kalkon.....	5
2.2 Pembentukan Ion Enolat.....	6
2.3 Pembentukan Alkoksida (penambahan nukleofilik).....	7
2.4 Protonasi Aloksida.....	7
2.5 Produk Akhir Keton Terkonjugasi.....	7
2.6 Rumus Struktur 4-metilasetofenon	8
2.7 Rumus Struktur 3,4-dimetoksibenzaldehid	8
2.8 Struktur DPPH.....	13
2.9 Struktur Kimia Asam Askorbat	14
3.1 Alur Penelitian Sintesis.....	20
3.2 Tahapan Metode Sintesis.....	24
3.3 Reaksi Pembentukan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil) -2-propen-1-on.....	25
3.4 Alur Penelitian Uji Aktivitas Antioksidan.....	27
4.1 (a) Lempeng KLT pada Saat Reaksi Belum Sempurna (3-5 jam), (b) Lempeng KLT Saat Reaksi Telah Selesai (pada jam ke-6)	30
4.2 Tahapan Reaksi Pembentukan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1- (4-metilfenil)-2-propen-1-on	32
4.3 Spektra Senyawa Produk Sintesis.....	37
4.4 Spektra Infra Merah Senyawa 3,4-dimetoksibenzaldehid	37
4.5 Spektra Infra Merah Senyawa 4-metilasetofenon	38

4.6	Spektra Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on.	39
4.7	Spektra Prediksi Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on dari <i>Software ChemOffice</i> 2004.....	40

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A. Perhitungan Bobot Penimbangan Bahan, Konsentrasi Senyawa Uji dan Standar	48
A1. Stoikiometri Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	48
A2. Persen Hasil Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on dan Standar (asam askorbat)	49
A3. Hasil Replikasi Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on Menggunakan Katalis NaOH 60%	51
A4. Perhitungan Konsentrasi Larutan Uji 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on dan Standar (Asam Askorbat)	52
A5. Hasil Pengujian Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	55
A6. Hasil Pengujian Aktivitas Antioksidan Standar Asam Askorbat	56
Lampiran B. Foto Penelitian	57
B1. Foto Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	57
B2. Foto Lempeng KLT sebagai Konfirmasi bahwa Reaksi telah Sempurna	57
B3. Foto Uji Karakteristik Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-on	58