



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

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Pendidikan di Fakultas Farmasi
dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh

**CINDY LUVITASARI
NIM. 082210101082**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2012**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Bapak Darwis Purnomo dan Ibu Nurul Nurdaeni tercinta, yang telah mendo'akan dan memberi kasih sayang serta pengorbanan selama ini;
2. Kakakku Choirul Ainiyati dan keponakanku Naditia Figuritma tersayang, yang telah memberi do'a dan semangat;
3. Mbak Rahayu, Abah, Galuh, Mbak Imas, Pakde Uksul, Budhe Siyati dan anggota keluarga lainnya yang tidak bisa saya sebutkan satu per satu, yang telah memberikan do'a dan dukungan;
4. *My Dearest* Mohamad Zainul Abidin, yang telah setia menemani dan menunggu, memberi semangat dan dukungan selama ini;
5. Guru-guruku mulai dari taman kanak-kanak hingga perguruan tinggi;
6. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.

MOTO

Jadikan sabar dan sholat sebagai penolongmu dan sesungguhnya yang demikian itu sungguh berat kecuali bagi orang-orang yang khusyuk (Al-Baqoroh (2):45)

Besarnya cobaan yang kita terima itu sebanding dengan besarnya kesuksesan dan kebahagiaan yang kita terima nantinya.
(Cindy Luvitasari)

Jangan biarkan rasa takut gagal membuatmu berhenti mencoba.
(Anonim)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

nama : Cindy Luvitasari

NIM : 082210101082

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul : *Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Aktivitas Antioksidan senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on* 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, 04 Oktober 2012

Yang menyatakan,

Cindy Luvitasari

NIM.082210101082

SKRIPSI

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

Oleh

Cindy Luvitasari
NIM. 082210101082

Pembimbing:

Dosen Pembimbing Utama : Ayik Rosita, 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'-hidroksifenil)-2-propen-1-on* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada :

hari : Kamis

tanggal : 04 Oktober 2012

tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Tim Penguji

Dosen Pembimbing Utama,

Dosen Pembimbing Anggota,

Ayik Rosita P., S. Farm., Apt., M. Farm.
NIP.198102012006042001

Ika Oktavianawati, S. Si., M. Sc.
NIP.198010012003122001

Dosen Penguji I,

Dosen Penguji II,

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

Yuni Retnaningtyas, S. Si., M. Si., Apt.
NIP.197806092005012004

Mengesahkan

Dekan,

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M. Sc., Ph. D.

NIP. 196902011994031002

ABSTRACT

The derivate of chalcone has been synthesized from 4'-hydroxyacetophenone and 3,4-dimetoxybenzaldehyde by Claisen-Schmidt condensation. This compound is 3-(3,4-dimetoxyphenyl)-1-(4'-hydroxyphenyl)-2-propen-1-one. Structure elucidation based on IR 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 318 ppm it can be inferred 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'-hidroksifenil)-2-propen-1-on; Cindy Luvitasari, 082210101082; 2012: 61 halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Radikal bebas merupakan atom atau molekul yang mengandung satu atau lebih elektron tidak berpasangan dan bersifat sangat reaktif. Radikal bebas sangat berbahaya bagi tubuh karena dapat menimbulkan berbagai macam penyakit baik kronis maupun degeneratif. Oleh sebab itu, diperlukan suatu antioksidan untuk menghambat atau menghilangkan akibat buruk dari radikal bebas tersebut. Salah satu senyawa yang dapat bertindak sebagai antioksidan adalah kalkon.

Kalkon merupakan salah satu isolat bahan alam dari tumbuhan *Angelica keiskei* Koidz yang berasal dari Jepang, termasuk dalam genus *Angelica* dan famili *Umbelliferae*. Telah diketahui kandungan senyawa dalam tanaman sangat kompleks, sehingga untuk mendapatkan satu senyawa aktif dibutuhkan waktu yang lama dengan bahan baku yang relatif banyak. Oleh sebab itu, para ahli kimia mencari alternatif baru dengan cara mensintesis senyawa kalkon beserta turunannya dengan harapan memiliki aktivitas yang sama atau bahkan lebih baik dari pada kalkon.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa turunan kalkon yang disintesis dari 4'-hidroksiasetofenon dan 3,4-dimetoksibenzaldehid melalui reaksi kondensasi aldol Claisen-Schmidt. Berdasarkan hasil optimasi, sintesis dilakukan pada suhu ruang (25° C) selama 24 jam menggunakan katalis NaOH 60 % (b/v) yang mana diidentifikasi kesempurnaan reaksinya menggunakan metode KLT dengan eluen etil asetat : heksana (1 : 1). Berdasarkan hasil sintesis diperoleh persen hasil sintesis rata-rata yaitu 86,97 (sebelum rekristalisasi) dan 35,21 % (setelah rekristalisasi).

Karakteristik senyawa hasil sintesis yaitu berupa serbuk kristal bentuk jarum berwarna kuning dan bau aromatis, larut dalam pelarut nonpolar, agak sukar larut

dalam pelarut polar, dan praktis tidak larut dalam air serta memiliki jarak lebur 203 – 205° C. Hasil identifikasi dengan ¹HNMR 90 MHz (CD₃COCD₃) 3,861 – 3,890 (6H, s, OCH₃), 6,895 – 7,466 (7H, d, H aromatis), 7,703 (3H, s, OH dan C=O), 7,991 – 8,089 (2H, d, C=C). Dari identifikasi tersebut total atom hidrogen dalam senyawa sebanyak 18 atom hidrogen. Jika dibandingkan secara teoritis, jumlah atom hidrogen seharusnya adalah 16, hal ini dikarenakan adanya tautomerisasi keto-enol dan sisa etanol waktu rekristalisasi sehingga mempengaruhi jumlah atom hidrogen saat identifikasi. Berdasarkan hasil identifikasi dengan FTIR diketahui terdapat gugus berikut: OH (3629-3526 cm⁻¹), C=O (1684 - 1672 cm⁻¹), C=C (1650- 1607 cm⁻¹), C-O (1265 - 1142 cm⁻¹). Dari identifikasi tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on.

Setelah karakterisasi, dilakukan uji aktivitas antioksidan senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on menggunakan metode DPPH pada panjang gelombang 516 nm dengan senyawa pembanding yaitu asam askorbat. Berdasarkan hasil pengamatan diketahui bahwa nilai IC₅₀ senyawa hasil sintesis sebesar 318,2 ppm dan asam askorbat sebesar 6,32 ppm. Karena nilai IC₅₀ senyawa lebih dari 200 ppm maka senyawa tersebut tidak dapat dikategorikan sebagai antioksidan. Oleh sebab itu, dapat disimpulkan bahwa substitusi gugus OH pada posisi *para* cincin A dan gugus OCH₃ pada posisi *meta* dan *para* cincin B dari kalkon tidak dapat menunjukkan aktivitas yang kuat sebagai antioksidan.

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'-hidroksifenil)-2-propen-1-on*.

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

1. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M. Sc., Ph. D., selaku Dekan Fakultas Farmasi;
2. Ibu Ayik Rosita P., S. Farm., Apt., M. Farm. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ibu Ika Oktavianawati, S. Si., M. Sc., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, pikiran dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
3. Ibu Lestyo Wulandari, S. Si., Apt., M. Farm. dan Ibu Yuni Retnaningtyas, S. Si., M. Si., Apt. selaku Dosen Penguji yang telah memberikan banyak ilmu, saran dan kritik yang bermanfaat;
4. Ibu Ema Rachmawati, S. Farm., Apt. dan Siti Muslichah, S. Si., M. Si., Apt. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama ini;
5. Ibu Indah Purnamasari, S. Farm., Apt dan Pak Dwi Koko Pratoko, S. Farm., Apt. yang telah memberikan ilmu, saran dan perhatian;
6. Bu Wayan dan Mbak Hani yang telah menjadi laboran kimia farmasi yang baik dan perhatian selama penelitian berlangsung;
7. Bapak dan Ibuku tercinta Darwis Purnomo dan Nurul Nurdaeni, yang telah banyak memberikan dan mendukung apa yang aku harapkan selama ini;
8. Kakakku Nia dan keponakanku Tia yang telah mendo'akan dan memberi semangat selama ini;

9. Semua keluargaku yang tidak bisa disebutkan satu per satu, terima kasih atas do'a dan perhatian selama ini;
10. Aimku Mohamad Zainul Abidin yang telah banyak memberi perhatian, dukungan dan menemaniku dengan setia selama ini, serta Bapak Anwar, Ibu Khadijah dan Nina yang telah perhatian dan mendo'akanku;
11. Kepompongku Riya, Rizka, Reny, Yayak dan Zubed yang telah menemani dan mengisi hari-hariku selama kuliah di farmasi;
12. Teman-teman seperjuangan di laboratorium kima farmasi :Yayak, Diyanul, Geby, Feby, Fitra dan Putri K., Riya, April, Rizqi yang telah berbagi suka dan galau bersama-sama;
13. Teman-teman kosan Yahood : Ernik, Kiki, Lutfi, Alit, Reny, Laras, Ria, Lia, Erna, Ina, Ifa yang telah member do'a dan semangat;
14. Teman-teman farmasi angkatan 2008, terima kasih atas kebersamaannya;
15. Dan semua pihak yang tidak bisa saya sebutkan satu per satu.

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, Oktober 2012

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
ABSTRACT	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
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
1.5 Batasan Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kalkon	5
2.2 Tinjauan Tentang Bahan Baku Sintesis	8
2.3 Reaksi Kondensasi Aldol Claisen-Schmidt	9
2.4 Radikal Bebas	11
2.5 1,1-Difenil-2-pikrilhidrazil	12

2.6	Antioksidan	12
2.7	Asam Askorbat	13
2.8	Metode DPPH	14
2.9	Spektrofotometri UV-Vis	15
2.10	Spektroskopi NMR	15
2.11	Spektroskopi Inframerah	17
BAB 3.	METODE PENELITIAN	19
3.1	Jenis Penelitian	19
3.2	Tempat dan Waktu Penelitian	19
3.3	Rancangan Penelitian	19
3.3.1	Rancangan Operasional	19
3.3.2	Diagram Alur Penelitian	20
3.4	Variabel Penelitian	20
3.5	Alat dan Bahan Penelitian	21
3.6	Prosedur Penelitian	21
3.6.1	Optimasi Kondisi Sintesis	21
3.6.2	Sintesis Senyawa	23
3.6.3	Karakterisasi Senyawa	24
3.6.4	Uji Aktivitas Senyawa	26
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Optimasi Kondisi Sintesis	28
4.1.1	Optimasi Waktu Reaksi	28
4.2.2	Optimasi Jenis dan Konsentrasi Katalis	30
4.2	Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil) -2-propen-1-on	32
4.3	Karakterisasi Senyawa Sintesa	33
4.3.1	Uji Organoleptis	34
4.3.2	Uji Titik Lebur	35
4.3.3	Uji Kelarutan	36

4.3.4 Identifikasi Struktur dengan FTIR.....	36
4.3.5 Identifikasi Struktur dengan ¹ HNMR.....	38
4.4 Uji Aktivitas Antioksidan	41
BAB 5. PENUTUP	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	49
A. Perhitungan Berat Penimbangan Bahan dan Persen Hasil Sintesis serta Konsentrasi Senyawa Uji	49
B. Hasil Optimasi Kondisi Sintesis.....	52
C. Hasil Karakterisasi Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2- propen-1-on.....	53
D. Hasil Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'- hidroksifenil)-2-propen-1-on	58

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1.1 Struktur Kalkon dan 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on.....	2
2.1 Struktur Umum Kalkon.....	5
2.2 Mekanisme Antioksidan dari Kalkon	6
2.3 Rumus Struktur 4'-hidroksiasetofenon	8
2.4 Rumus Struktur 3,4-dimetoksibenzaldehid	9
2.5 Tautomerisasi Keto-enol	10
2.6 Pembentukan Ikatan Karbon-karbon Baru dan Keton β Hidroksi.....	10
2.7 Pembentukan Ikatan α,β tak jenuh.....	11
2.8 Struktur Senyawa Radikal DPPH	12
2.9 Struktur Senyawa Asam Askorbat	13
2.10 Mekanisme Pembentukan Nonradikal DPPJ	14
3.1 Diagram Alur Penelitian.....	20
3.2 Tahapan Metode Sintesis	23
3.3 Reaksi Pembentukan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on	24
3.4 Tahapan Metode Uji Aktivitas Antioksidan	26
4.1 Uji Kesempurnaan Reaksi dengan Metode KLT.....	30
4.2 Tahapan Reaksi Pembentukan Senyawa	33
4.3 Hasil Spektra Senyawa Sintesa dengan FTIR	37
4.4 Hasil Spektra Senyawa Sintesa dengan $^1\text{HNMR}$	39
4.5 Hasil Perhitungan Proton Senyawa Prediksi Chemoffice 2004	41

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Aktivitas Antioksidan dari Derivat Kalkon.....	7
2.2 Pergeseran Kimia dari Beberapa Gugus Fungsi.....	16
2.3 Panjang Gelombang Serapan dari Beberapa Gugus Fungsi.....	18
3.1 Kriteria Kelarutan Zat Terlarut dalam Pelarut.....	25
4.1 Hasil Optimasi Eluen	29
4.2 Perbandingan Persen Hasil Sintesis Senyawa dengan Katalis KOH dan NaOH	31
4.3 Replikasi dari Persen Hasil Sintesis.....	34
4.4 Sifat Organoleptis Senyawa	35
4.5 Hasil Uji Kelarutan Senyawa Sintesa	36
4.6 Karakteristik Spektrum Proton NMR Senyawa Sintesa	39

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Perhitungan Berat Penimbangan Bahan dan Porsen Hasil Sintesis serta Konsentrasi Senyawa Uji	49
A.1 Stoikiometri Sintesis Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on.....	49
A.2 Perhitungan Penimbangan dan Pembuatan Larutan Senyawa Uji	50
B. Hasil Optimasi Kondisi Sintesis	52
B.1 Optimasi Eluen untuk Identifikasi Kesempurnaan Reaksi	52
B.2 Optimasi Jenis dan Konsentrasi Katalis	53
C. Hasil Karakterisasi Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on	53
C.1 Uji Organoleptis	53
C.2 Uji Kelarutan	53
C.3 Uji Titik Lebur	54
C.4 Identifikasi Struktur dengan FTIR.....	54
C.5 Identifikasi Struktur dengan ¹ HNMR.....	56
C.6 Spektra NMR Hasil Prediksi Chemoffice.....	58
D. Hasil Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on	58
D.1 Hasil pengamatan % inhibisi senyawa 3-(3,4-dimetoksifenil)-1-(4'-hidroksifenil)-2-propen-1-on terhadap DPPH.....	58
D.2 Hasil Pengamatan % inhibisi asam askorbat terhadap DPPH	60