

Sintesis 2'-Hidroksi-5'-Kloro-3, 5-Dimetoksi-4-Hidroksikalkon

by Rolan Rusli

Submission date: 18-Sep-2022 11:11AM (UTC+0700)

Submission ID: 1902288706

File name: intesis_2_-Hidroksi-5_-Kloro-3,_5-Dimetoksi-4-Hidroksikalkon.pdf (324.05K)

Word count: 1301

Character count: 8242

Sintesis 2'-Hidroksi-5'-Kloro-3,5-Dimetoksi-4-Hidroksikalkon

Amanuddin^{1,†}, Hanggara Arifian^{1,2}, Agung Rahmadani^{1,2}, Rolan Rusli^{1,2,‡}

¹Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Kefarmasian "Farmaka Tropis"
Fakultas Farmasi, Universitas Mulawarman, Samarinda, Indonesia

[†]Email: amanfarmasis2016@gmail.com

² Kelompok Bidang Ilmu Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Mulawarman,
Samarinda, Indonesia

[‡]Email: rolan@farmasi.unmul.ac.id

Abstract

Chalcone are compounds that have 2 aromatic rings connected by 3 carbon atoms which are an α, β unsaturated carbonyl system that have various biological activities. 2'-hydroxy-5'-chloro-3,5-dimethoxy-4-hydroxicalcone was synthesized from 2'-hydroxy-5'-chloro acetophenone and syringaldehyde using a NaOH catalyst. This compound was purified using Column Chromatography by isocratic method using n-hexane:ethyl acetate (15:1) as eluent. This compound has a Rf 0.75 and 2.7% of yield.

Keywords: chalcone, 2'-hydroxy-5'-chloro acetophenone, syringaldehyde, 2'-hydroxy-5'-chloro-3,5-dimethoxy-4-hydroxicalcone

Abstrak

Senyawa kalkon merupakan senyawa yang memiliki 2 cincin aromatik dihubungkan oleh 3 atom karbon yang merupakan suatu sistem karbonil α, β tak jenuh yang memiliki berbagai aktivitas biologis. Senyawa kalkon 2'-hidroksi-5'-kloro-3,5-dimetoksi-4-hidroksikalkon disintesis dari 2'-hidroksi-5'-kloro asetofenon dan syringaldehyde menggunakan katalis NaOH. Senyawa yang dihasilkan dimurnikan menggunakan Kromatografi Kolom dengan metode isokratis menggunakan eluen n-Heksana:Etil Asetat (15:1). Senyawa hasil pemurnian diamati menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan eluen n-heksana:etil asetat (11.5:8.5) diperoleh Rf 0,75 dan didapatkan rendemen 2,7%.

Kata Kunci: Kalkon, 2'-hidroksi-5'-kloro asetofenon, syringaldehyde, 2'-hidroksi-5'-kloro-3,5-dimetoksi-4-hidroksikalkon

DOI: <https://doi.org/10.25026/mpc.v11i1.393>

■ Pendahuluan

Senyawa kalkon merupakan prekursor dari flavonoid yang penting sebagai antioksidan [1]. Aktivitas biologis kalkon, selain disebabkan oleh gugus karbonil α , β tak jenuh, juga dipengaruhi oleh substituen yang terikat pada kedua cincin aromatikanya [2], seperti halogen, hidroksi, metoksi, nitro, maupun metil [3].

Kalkon memiliki berbagai bioaktivitas seperti antikanker, antioksidan, dan antimikroba. Selain itu juga sebagai antijamur, antitumor dan anti-inflamasi [3, 4]. Senyawa kalkon baik yang diperoleh melalui sintesis maupun dari bahan alam dianggap sebagai molekul yang potensial dalam bidang farmasi, namun untuk mengetahui potensi aktivitas senyawa kalkon, dibutuhkan senyawa kalkon dalam jumlah yang cukup dengan variasi struktur yang beragam. Oleh karena itu, sintesis di laboratorium merupakan solusi terbaik untuk mendapatkan dan mengetahui potensi aktivitas senyawa kalkon [5]. Secara umum, kalkon dapat disintesis dengan berbagai metode salah satunya adalah melalui reaksi kondensasi suatu aldehid aromatik dengan suatu keton aromatik baik dalam kondisi asam maupun basa. Reaksi ini dikenal dengan reaksi kondensasi aldol atau lebih khusus reaksi kondensasi Claisen-Schmidt [6]. Keberadaan senyawa kalkon yang memiliki aktivitas biologis di alam sangat terbatas dibandingkan dengan senyawa flavonoid lainnya, selain itu juga variasi strukturnya relatif sedikit, sehingga untuk mengisolasinya terdapat kesulitan, seperti membutuhkan biaya yang banyak dan waktu yang lama. Solusi untuk mengatasi kekurangan tersebut yaitu dengan cara sintesis.

Penelitian dilakukan dengan mensintesis kalkon dapat disintesis dari 2-hidroksi-5-kloro asetofenon dan syringaldehide sebagai bahan dasar dengan reaksi Claisen-Schmidt dengan katalis NaOH pada suhu kamar. Dari hasil sintesis dilakukan pemurnian dengan menggunakan Kromatografi Kolom Konvensional dan diamati menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan menggunakan eluen yang telah didapatkan sesuai dengan senyawa kalkon yang disintesis.

■ Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas, magnetic stirrer, lampu UV (254 dan 366 nm), kolom diameter 1,2

cm, chamber, timbangan analitik (Chyo) dan vial. Bahan penelitian yang digunakan pada penelitian ini yaitu 2-hidroksi-5-kloro asetofenon, syringaldehide, NaOH, metanol, n-heksana, etil asetat, HCl, plat KLT, silika Gel G60 F254

Sintesis Senyawa Kalkon

Sebanyak 0,853 gram (5 mmol) 2-hidroksi-5-kloro asetofenon dilarutkan dengan 10 mL metanol absolut dalam erlenmeyer bertutup yang dilengkapi dengan magnetic stirrer, lalu dimasukkan 5 mL NaOH 40% sedikit demi sedikit. Selanjutnya ditambahkan larutan 5 mmol syringaldehide (0,911 gram) kedalam campuran sedikit demi sedikit dan distirer selama 72 jam. Reaksi dikontrol menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) setiap 24 jam. Campuran reaksi diencerkan dengan aquades dingin dan diasamkan dengan HCl 10% hingga pH 7. Padatan kalkon yang dihasilkan kemudian disaring dan dicuci dengan aquades, dan dikeringkan dalam desikator vakum selama 24 jam.

Pemurnian Senyawa Kalkon

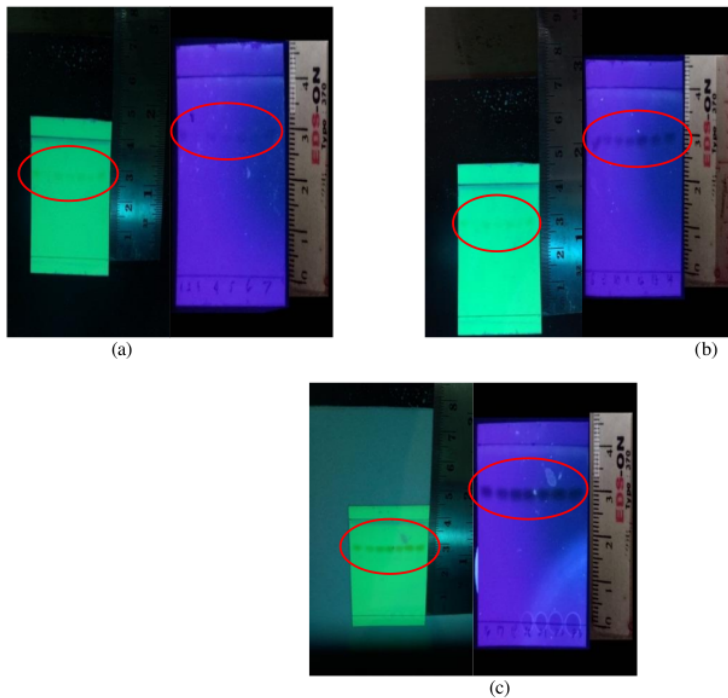
Kolom dibersihkan dan dibilas dengan metanol kemudian dipasang tegak lurus pada statif. Bagian bawah kolom dilapisi dengan kapas. Suspensi silika gel Gel G60 F254 sedikit demi sedikit dengan menggunakan corong sampai 2/3 bagian dari kolom dengan mengalirkan menggunakan cairan n-Heksan. Kolom diketuk-ketuk pada semua sisi secara perlahan-lahan hingga diperoleh lapisan yang mampat. Kolom dibiarkan selama 24 jam agar kemampuan silika didapat secara maksimal. Selanjutnya dimasukkan padatan senyawa kalkon kedalam kolom sambil kran kolom dibuka. Dimasukkan cairan pengelusi n-Heksan : Etil Asetat (15:1) dan tampung larutan senyawa 5 mL per vial. Setelah didapat pemisahan kalkon selanjutnya diamati menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan menggunakan eluen n-Heksana:etil asetat (11,5:8,5).

■ Hasil dan Pembahasan

Penelitian ini mensintesis senyawa kalkon yang diperoleh dengan mereaksikan senyawa 2-hidroksi-5-kloro asetofenon dan syringaldehide sebagai bahan dasar dengan reaksi Claisen-Schmidt dengan katalis NaOH pada suhu kamar dan pelarut yang digunakan yaitu metanol absolut.

Sintesis yang telah dilakukan menghasilkan senyawa berbentuk padatan berwarna jingga dengan berat 0,5689 gram. Dari hasil kontrol dengan KLT didapatkan bahwa masih ada bahan

dasar yang tersisa pada senyawa kalkon. Maka dari itu dilakukan pemurnian pada senyawa kalkon agar didapat senyawa murni kalkon dengan menggunakan Kromatografi Kolom.



Gambar 1. Hasil pengamatan pada plat KLT vial 1-25 dengan eluen n-heksana:etil asetat (11,5:8,5). (a), (b) dan (c) noda yang didapatkan tunggal dan memiliki Rf yang sama yaitu 0,75

Dari hasil kromatografi kolom, didapatkan 25 vial. Setiap vial dimonitor dengan KLT berdasarkan pola, warna dan Rf noda yang sama. Hasil monitoring eluat dengan plat KLT dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari 25 vial yang didapatkan, menunjukkan bahwa senyawa kalkon yang dipisahkan sudah murni yang memiliki noda Rf yang sama pada 0,75. Dan dari 25 vial yang didapatkan digabungkan senyawa kalkon dan didapatkan berat kalkon 0,0455 gram dengan rendemen 2,7%.

■ Kesimpulan

Senyawa kalkon 2'-hidroksi-5'-kloro-3,5-dimetoksi-4-hidroksikalkon dapat disintesis dari 2'-hidroksi-5'-kloro asetofenon dan

syringaldehide menggunakan katalis NaOH. Dan rendemen murni yang didapat dari pemurnian senyawa yaitu 2,7% yang memiliki spot noda pada KLT di Rf 0,75. Senyawa ini perlu diidentifikasi lebih lanjut menggunakan NMR.

■ Daftar Pustaka

- [1] Espinoza, J.C., Rodriguez, L.M., Nevarez, G.V and Camacho, A. 2012. Synthesis, Experimental and Theoretical Study of the Spectroscopic Properties in (2E)-3-{3-methoxy-4-[(3-methyl but-2-en-1-yl)oxy]phenyl}-1-(3,4,5-trimethoxyphenyl)prop-2-en-1-one. *Journal of Molecular Structure*. 1020: 88-95.
- [2] Kamble, V.M., Hatnapure, G.D., Keche, A.P., Birajdar, S., Patil, S.G., Tale, R.H., Rodge, A.H., Turkar, S.S. and Gour, K. 2011. Sintesis and

- Biological Evaluation of a Novel Series of Methoxylated Chalcones as Antioxidant and Antimicrobial agents. *Journal. Chemistry. Pharmaceutical. Research.* 3(6):639-648.
- [3] Kurniati, Yuharmen, Adel Zamri. 2015. Toksisitas Senyawa Analog Kalkon 3'-Metoksiasetofenon Menggunakan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT). *Jurnal Photon Vol. 6 No.1.*
- [4] Chen, Y.H., Wang, W.H., Lin, Z.Y and Chern, C.Y. 2013. Evaluation of the Anti-Inflammatory Effect of Chalcone and Chalcone Analogues in a Zebrafish Model. *Molecules.* 18: 2052-2060.
- [5] Lusrianti, Nur Balatif dan Adel Zamri. 2015. Sintesis dan Uji Toksisitas Senyawa Analog Kalkon dari 4'- Hidroksiasetofenon dengan Dimetoksibenzaldehid. *Jurnal Photon Vol. 6 No.1.*
- [6] Mega Cahayani, Agung Rahmadani, Dewi Rahmawati, Rolan Rusli. 2018. Sintesis dan Uji Toksisitas Senyawa 2',4'-Dikloro-4-Metoksikalkon. *Jurnal Ilmiah Manuntung,* 4(2), 84-88.

Sintesis 2'-Hidroksi-5'-Kloro-3, 5-Dimetoksi-4-Hidroksikalkon

ORIGINALITY REPORT

18%

SIMILARITY INDEX

13%

INTERNET SOURCES

8%

PUBLICATIONS

3%

STUDENT PAPERS

MATCH ALL SOURCES (ONLY SELECTED SOURCE PRINTED)

1%

★ Submitted to UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

Student Paper

Exclude quotes Off

Exclude matches Off

Exclude bibliography On