SINTESIS (*E*)-3-(3-BROMOFENIL)-1-(NAFTALEN-2-IL)PROP-2-EN-2-ON DARI 2-ASETILNAFTALEN DAN 3-BROMOBENZALDEHID

I. Muttakin[1], N. Balatif[2], Jasril[2]

[1]Mahasiswa Program Studi S1 Kimia
[2]Bidang Kimia Organik Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Kampus Binawidya Pekanbaru, 28293, Indonesia

ikhwal_m@yahoo.com

ABSTRACT

Chalcone of (*E*)-3-(3-bromophenil)-1-(naphtalen-2-yl)prop-2-en-2-one has been synthesized from 2- acethylnapthalene and 3- bromobenzaldehyd by aldol condensation using the stirring method with base catalyst (NaOH). The yield obtained for this compound was 61.21 %. The purity of product has been evaluated using TLC, melting point test, and HPLC analysis. The structure of the synthesized compound was confirmed by UV UV, FTIR, NMR, and MS analysis. Data characterization showed that the compound obtained was the targeted compound.

Keywords : aldol condensation, chalcone

ABSTRAK

Senyawa kalkon(*E*)-3-(3-bromofenil)-1-(naftalen-2-il)prop-2-en-2-on berhasil disintesis dari 2-asetil naftalen dan 3-bromobenzaldehid melalui kondensasi aldol dengan cara pengadukan menggunakan katalis basa (NaOH). Senyawa ini memiliki rendemen sebesar 61,21 %. Kemurnian senyawa diuji menggunakan KLT, uji titik leleh, dan analisis HPLC. Struktur senyawa dikarakterisasi dengan analisis UV, FTIR, NMR, dan MS. Data karakterisasi menunjukkan bahwa senyawa yang diperoleh sesuai dengan senyawa target yang diharapkan.

Kata kunci : kalkon, kondensasi aldol

PENDAHULUAN

Kalkon merupakan salah satu metabolit sekunder golongan flavonoid yang dapat ditemukan pada tumbuh-tumbuhan dan mempunyai aktivitas biologis seperti antimikroba, antimalaria, antitumor, dan anti-inflamasi (Prasad *et al.*, 2006) dan antioksidan (Ahmad *et al*.,2010). Kalkon yang didapat di alam bisa kita sintesis di laboratorium dengan suatu metode yang disebut dengan kondensasi aldol. Keuntungan dari kondensasi aldol adalah memungkinkan dilakukannya secara kombinatorial sehingga dapat menghasilkan kalkon yang bervariasi dengan aktivitas biologis yang berbeda. Oleh sebab itu sintesis dapat juga kita lakukan terhadap senyawa kalkon yang tidak tersedia di alam salah satu nya adalah senyawa kalkon inti naftalen.

Metode sintesis dianggap lebih efektif untuk menghasilkan senyawa kalkon dengan struktur yang lebih bervariasi dibandingkan melalui isolasi bahan alam. Karena pada proses isolasi bahan alam, selain jumlah yang ditemukan relatif kecil, variasi struktur yang diperoleh juga terbatas. Pada proses isolasi bahan alam juga tidak ditemukan analog kalkon inti naftalen.

Senyawa kalkon inti naftalen ini juga memiliki aktivitas biologis seperti anti mikroba, toksisitas, antioksidan. Dalam penelitian ini senyawa kalkon inti naftalen dapat kita sintesis dengan bahan baku aldehid aromatik dan juga keton aromatik. Aldehid aromatik yang akan kita gunakan adalah aldehid turunan 3-bromobenzaldehid. Sedangkan material awal untuk turunan keton yang akan kita gunakan untuk mendapatkan kalkon inti naftalen adalah 2-asetilnaftalen, dengan demikian dapat kita peroleh senyawa kalkon inti naftalen yang memiliki struktur yang bervariasi dan dapatdiuji aktivitas biologisnya.

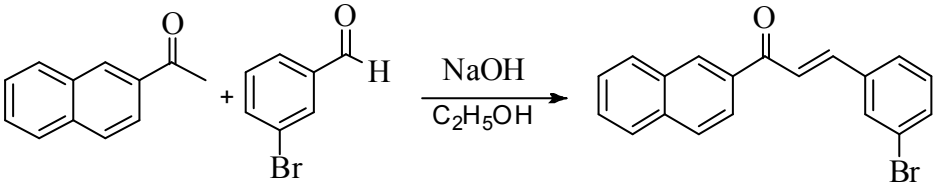
METODE PENELITIAN

Sintesis senyawa kalkon

Ke dalam labu bulat dimasukkan 2-asetilnaftalen (5 mmol ; 0,8512 g), etanol absolut (7,5) yang sudah dilengkapi dengan magnetik stirer dan ditambahkan tetes demi tetes NaOH 1N (5mL), campuran diaduk selama dua menit dan ditambahkan 3-bromobenzaldehid (5 mmol ; 0,9290 g). Campuran diaduk selama 8 jam pada suhu ruang. Setelah itu, campuran dibiarkan selama 24 jam untuk memaksimalkan hasil reaksi (endapan) yang diperoleh. Selanjutnya kedalam campuran ditambahkan 15 mL akuades dingin dan pH campuran dinetralkan dengan HCl 1N. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dengan corong buchner, dicuci dengan *n*-heksana dingin, dan divakum hingga kering, kemudian direkristalisasi dengan etil asetat dan *n*-heksana. Tahapan reaksi diamati dengan KLT. Produk yang diperoleh diuji kemurniannya dengan KLT, titik leleh, dan analisis HPLC. Kemudian dilanjutkan karakterisasi senyawa dengan spektroskopi UV, IR, MS dan NMR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa (*E*)-3-(3-bromofenil)-1-(naftalen-2-il)prop-2-en-2-on diperoleh dengan mereaksikan 2-asetilnafalen dan 3-bromobenzaldehid dengan pengadukan menggunakan etanol absolut sebagai pelarut dan NaOH 1N sebagai katalis. Senyawa kalkon inti naftalen yang diperoleh berupa kristal berwarna kuning dengan rendemen 61,21%. Skema reaksi sintesis senyawa kalkon dapat dilihat pada Gambar 1.

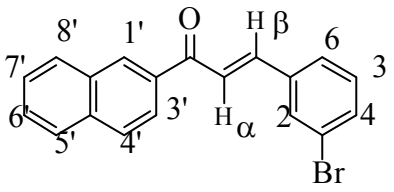


Gambar 1. Skema reaksi sintesis senyawa kalkon

Senyawa kalkon intinaftalen ini diperoleh tidak terlalu banyak karena kristal murni yang diperoleh merupakan hasil rekristalisasi dengan pelarut etilasetat dan *n*-heksana, yang memungkinkan sebagian senyawanya tidak membentuk kristal kembali. Uji kemurnian dilakukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dan diperoleh satu noda yang membuktikan bahwa senyawa tersebut telah murni. Untuk memastikan kemurniannya dilakukan pengukuran titik leleh dan uji HPLC. Titik leleh senyawa adalah 60-62 °C. Range titik lelehnya 2 °C, hal ini menunjukkan bahwa senyawa kalkon inti naftalen ini sudah murni. Hasil analisis menggunakan HPLC diperoleh adanya satu puncak dominan yaitu pada t_R= 17, 5 menit (310 nm dan 363 nm). Hal ini menunjukkan bahwa senyawa (*E*)-3-(3-bromofenil)-1-(naftalen-2-il)prop-2-en-2-on sudah murni. Senyawa yang sudah murni dilanjutkan dengan karakterisasi melalui analisis UV, IR, ^{1}H-NMR, ^{13}C-NMR dan MS.

Spektrum UV memperlihatkan adanya serapan maksimum pada panjang gelombang 310 nm dan serapan maksimum ini mengindikasikan adanya ikatan rangkap terkonjugasi pada senyawa hasil sintesis tersebut. Pada spektrum IR dapat dilihat bahwa adanya serapan pada bilangan gelombang 3056 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C-H aromatik, pada bilangan gelombang 1606 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=O, pada bilangan gelombang 1663 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=C aromatik dan pada bilangan gelombang 669 cm^{-1} menunjukkan adanya C-Br hal ini adalah kekhasan dari kalkon ini yang memiliki subsituen halogen.

Spektrum ^{1}H NMR senyawa kalkon hasil sintesis ini menunjukkan pergeseran kimia yang khas pada 7,67 ppm (d, 1H, J= 15,5 Hz) dan 7,78 ppm (d, 1H, J= 15,5 Hz) memperlihatkan proton H pada C-β dan C-α. Berdasarkan harga tetapan kopling (J) pada C-$_{\beta}$ dan C-α dapat diperkirakan bahwa proton pada ikatan rangkap ini mempunyai konfigurasi *trans*.



Gambar 2. Struktur kalkon inti naftalen

Spektrum ^{13}C-NMR menunjukkan adanya pergeseran kimia pada δ 123,2 ppm dan δ 142,8 ppm berturut-turut merupakan karbon C-*α* dan C-*β,* pada pergeseran kimia ini merupakan ciri khas dari senyawa kalkon. Untuk gugus fungsi karbonil (C=O) dapat terlihat pada δ 189,7 ppm dan pada pergeseran kimia δ 123,1 ppm mengindikasikan adanya C-Br yang terikat pada salah satu cincin aromatiknya.

Spektrum massa senyawa (*E*)-3-(3-bromofenil)-1-(naftalen-2-il)prop-2-en-2-on menunjukkan puncak ion molekul pada m/z 3377,0344 (100%) (M^+ + H), sesuai dengan rumus molekul $C_{19}H_{14}OBr$. Berdasarkan perhitungan massa yang dilakukan spektral massa (M^+ + H) didapatkan berat molekul sebesar 337, 0226 dan massa hitung diperoleh 337, 0228, sehingga selisih puncak ion molekul antara perhitungan massa dan spektrum MS diperoleh yaitu 0,0002, hal ini menunjukkan bahwa senyawa ini memilki massa yang sesuai dengan senyawa target.

Tabel 1: Interprestasi data ^{1}H NMR dan ^{13}C NMR senyawa analog kalkon

Nomor Atom	^{1}H NMR	^{13}C NMR
	δ (ppm)	δ (ppm)
1	-	137,1
2	7,83 (s, 1H)	133,2
C-Br	-	123,1
4	7,57 (m, 4H)	130,8
5	7,30 (t, 1H)	128,7
6	7,57 (m, 1H)	127,3
Cα	7,67 (d, *J* = 15,5 Hz, 1H)	123,2
Cβ	7,78 (d, *J* = 15,5 Hz, 1H)	142,8
C=O	-	189,7
1’	8,53 (s, 1H)	130,5
2’	-	135,6
3’	8,09 (dd, *J* = 8,5 Hz, 1H)	124,4
4’	8,01 (d, *J* = 8 Hz, 1H)	128,5
5’	7,89 (d, *J* = 8 Hz, 1H)	127,8
6’	7,57 (m, 4H)	130,1
7’	7,57 (m, 4H)	126,9
8’	7,94 (d, *J* = 8,5 Hz, 1H)	129,6
9’	-	135,2
10’	-	132,5

Dari data interprestasi diatas dan data pendukung lainnya maka senyawa yang diperoleh merupakan senyawa murni dan sesuai dengan senyawa target yang diharapkan.

KESIMPULAN DAN SARAN

Senyawa (*E)-3-(*3-bromofenil)-1-(naftalen-2-il)prop-2-en-2-on disintesis dengan cara pengadukan menggunakan katalis NaOH dan menghasilkan rendemen sebesar 61,21 %. Hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi menunjukkan bahwa senyawa yang diperoleh dari hasil penelitian merupakan senyawa kalkon intinaftalen dengan struktur sesuai dengan senyawa yang diharapkan. Disarankan agar senyawa ini dilakukan reaksi lanjutan ke tahap pirazolin dan diuji aktivitas biologisnya.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Universitas Riau yang telah memberikan dana penelitian melalui Unggulan Perguruan Tinggi (UPT) atas nama Bapak Prof. Dr. Jasril, M. Si tahun 2013.

DAFTAR PUSTAKA

Ahmad, R.M, Sastry, G.V, Bano, N. 2011. Synthesis and Cytotoxic, Anti oxidant activity of 1, 3- Diphenyl -2- Propene -1-one derivatives. *International Journal of ChemTech Research*. 3 (3): 1462-1469.

Prasad, Y.R., Kumar, P.R., Deepti, C.A., dan Ramana, M.V. 2006. Synthesis and Antimicrobial Activity of Some Novel Chalcones of 2-Hydroxy-1-Acetonapthone and 3-Acetyl Coumarin. *E-Journal of Chemistry*. 3(13): 236-241.