

# SINTESIS KALKON PIRIDIN DAN TURUNANNYA DARI ASETILPIRIDIN DAN INDOL-3-KARBALDEHID SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI ANTIOKSIDAN

Juwita Oktavani, Hilwan Yuda Teruna, Jasril

Mahasiswa Program S1 Kimia  
Bidang Kimia Organik Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Kampus Bina Widya Pekanbaru, 28293, Indonesia  
*casiavera@yahoo.com*

## ABSTRACT

In this research, chalcones of acetylpyridine derivatives were synthesized using stirrer method with a base catalyst (NaOH) at room temperature. The compound produced from the synthesis was (*E*)-3-(1H-indole-3-yl)-1-(pyridine-3-yl)prop-2-en-1-one (1). The synthesized compound was characterized using UV, IR, NMR and Mass Spectroscopy. Its antioxidant activity was tested using DPPH method which compound (1) showed mild antioxidant activity proved by  $IC_{50} > 250 \mu\text{g/mL}$ .

Keywords : chalcone, synthesis, antioxidant activity

## ABSTRAK

Dalam penelitian ini, kalkon turunan asetilpiridin disintesis menggunakan metoda pengadukan dengan katalis basa pada temperatur kamar. Senyawa yang dihasilkan adalah (*E*)-3-(1H-indol-3-il)-1-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on (1). Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV, IR, NMR dan MS. Aktivitas antioksidan senyawa tersebut diuji menggunakan metoda DPPH yang mana senyawa (1) menunjukkan aktivitas antioksidan yang kecil terbukti dengan nilai  $IC_{50} > 250 \mu\text{g/mL}$ .

Kata kunci : kalkon, sintesis, aktivitas antioksidan

## PENDAHULUAN

Kalkon merupakan metabolit sekunder golongan flavonoid yang dapat ditemukan pada tumbuh-tumbuhan dan dikenal mempunyai aktivitas biologi seperti antimikroba, antimalaria, antioksidan, antitumor, dan anti-inflamasi (Prasad dkk., 2006). Selain itu, kalkon

juga dapat digunakan sebagai antihepatotoksik. Beberapa kalkon lainnya digunakan sebagai *inhibitor* tirosin dan juga dilaporkan memiliki aktivitas hipoglikemik (Patil dkk., 2009). Senyawa kalkon terdiri dari dua cincin aromatik yang dihubungkan oleh suatu keton  $\alpha,\beta$ -tak jenuh. Senyawa kalkon sangat banyak terdapat di alam terutama pada tumbuh-

tumbuhan dan merupakan prekursor senyawa flavonoid dan isoflavonoid (Ahmad dkk., 2012).

Sintesis dapat dimanfaatkan untuk membuat zat yang belum diketahui sebelumnya tetapi diramalkan akan mempunyai sifat berguna, baik untuk menguji teori ataupun menciptakan produk kimia yang baru (Pine dkk., 1988). Salah satu cara untuk mensintesis kalkon adalah kondensasi Claisen-Schmidt. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt merupakan reaksi kondensasi aldol silang yang mereaksikan senyawa aldehid aromatik dan senyawa keton aromatik dengan menggunakan katalis asam atau katalis basa yang diikuti dengan reaksi dehidrasi untuk menghasilkan kalkon (Balaji dkk., 2010). Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis kalkon dengan mereaksikan asetilpiridin dengan indol-3-karbaldehid. Senyawa kalkon yang diperoleh akan diuji aktivitasnya sebagai antioksidan.

## METODE PENELITIAN

### a. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat penentu titik leleh Fisher John, spektrofotometer UV-Vis (Genesys 10S UV-VIS v4.002 2L9N175013), spektroskopi IR (FTIR Shimadzu, IR Prestige-21), spektroskopi NMR (Agilent 500 MHz DD2), spektroskopi Massa (MS Water LCT premier XE mode positif) di Institut Teknologi Bandung (ITB), Bandung, LC-MS (Hitachi L 6200 mode positif ion) di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong, Tangerang, alat-alat untuk sintesis dan uji antioksidan yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa 3-asetilpiridin (Merck), 4-asetilpiridin (Merck), indol-3-karbaldehid (Merck), natrium hidroksida (NaOH) 5%, etanol absolut, asam klorida (HCl) 1,25 N, 1,1-diphenil-2-pikrilhidrazil (DPPH), vitamin C dan pelarut-pelarut organik yang umum digunakan.

### b. Sintesis senyawa (1)

Senyawa (1) dibuat sesuai dengan prosedur berikut, ke dalam labu bulat (100 mL) dimasukkan senyawa keton aromatik (3-asetilpiridin dan 4-asetilpiridin) (5 mmol), indol-3-karbaldehid (5 mmol), 7,5 mL etanol absolut dan 5 mL katalis NaOH 5%. Campuran reaksi diaduk dengan pengaduk magnet selama 4 jam, reaksi di control dengan KLT. Setelah reaksi sebanyak 50  $\mu$ l sampel dengan konsentrasi yang berbeda dimasukkan ke dalam *microplate*. Kemudian ditambahkan MeOH 50  $\mu$ l dan DPPH dengan konsentrasi 40  $\mu$ g/ml sebanyak 80  $\mu$ l. Setelah itu diinkubasi selama 30 menit. Kemudian aktivitas penangkapan radikal diukur sebagai penurunan absorbansi DPPH dengan *microplate reader* dan olah data.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Sintesis analog kalkon

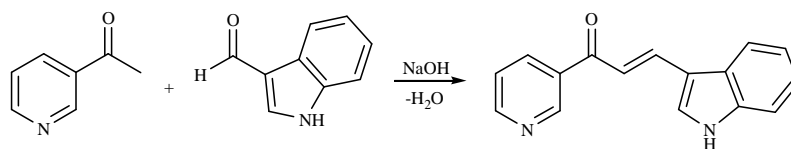
Sintesis senyawa analog kalkon menggunakan metode pengadukan dengan katalis NaOH 5%. Interpretasi data spektrum IR menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang ( $\bar{\nu}$ ) 1499  $\text{cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus C=C aromatik, 1643  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan

vibrasi dari ikatan C=O terkonjugasi, 3091  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi dari ikatan C-H aromatik, dan 1265  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi dari ikatan C-N.

Tabel 2. memperlihatkan interpretasi data spektrum  $^1\text{H-NMR}$  menunjukkan adanya pergeseran kimia pada  $\delta$  7,45 ppm (d, 1H,  $J=15,5$  Hz),  $\delta$  8,11 ppm (d, 1H,  $J=15,5$ ) berturut-turut memperlihatkan adanya proton yang terikat pada  $\text{C}_\alpha$  dan  $\text{C}_\beta$ . Berdasarkan harga tetapan kopling tersebut dapat diperkirakan bahwa proton pada ikatan rangkap ini mempunyai konfigurasi trans (*E*). Pergeseran kimia pada  $\delta$  13,99 ppm (s, 1H) menunjukkan

proton yang terikat pada atom N. Data ini telah mengkonfirmasi struktur yang diperoleh sesuai dengan struktur senyawa target.

Berat molekul senyawa (1) ditunjukkan oleh spektrum massa yang dihitung sebagai  $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}$   $[\text{M}+\text{H}]^+$  dengan puncak molekul  $m/z$  249,1016 dan berat molekul yang dihitung secara teoritis adalah 249,1028, selisih massa molekul tersebut 0,0012. Dari data diatas menunjukkan bahwa senyawa (1) diidentifikasi sebagai senyawa (*E*)-3-(1H-indol-3-il)-1-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on.



Gambar 1. Skema reaksi sintesis analog kalcin

Tabel 1. Sifat fisik senyawa analog kalcin

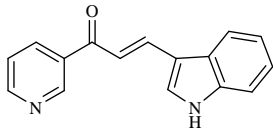
Senyawa	Rumus Molekul	Berat Molekul	Rendemen	bentuk	warna	Titik Leleh ( $^{\circ}\text{C}$ )
(1)	$\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}$	249,1016 $m/z$	17,44 %	serbuk	orange	180-182

Tabel 2. Interpretasi data  $^1\text{H NMR}$  senyawa (1)

Posisi karbon	Senyawa $\text{J}_1$
	$\delta_{\text{H}}$ (ppm); multisiplitas (Integritas), $J$
N-H	13,99; s (1H)
2	9,17; s (1H)
4/7	7,43; m (2H), $J = 26$ Hz
5/6	7,25; t (2H), $J = 7$ Hz
$\text{C}_\alpha$	7,45; d (1H), $J = 15,5$ Hz
$\text{C}_\beta$	8,11; d (1H), $J = 15,5$ Hz
2'	7,63; s (1H)
4'	8,29; td (1H), $J_1 = 8\text{Hz}$ , $J_2 = 2$ Hz
5'	7,94; t (1H), $J = 4,5$ Hz
6'	8,70; dd (1H), $J_1 = 4,5$ Hz, $J_2 = 1,5$ Hz

## b. Uji antioksidan

Tabel 3. Hasil uji antioksidan senyawa kalkon

No	Kode Senyawa	Nama Senyawa	Struktur Senyawa	Nilai IC <sub>50</sub> (µg/mL)
1	(1)	(E)-3-(1H-indol-3-il)-1-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on		> 250

Senyawa hasil sintesis (1) mempunyai daya antioksidan yang sangat lemah dengan nilai IC<sub>50</sub>>250 ppm. Nilai IC<sub>50</sub> ini menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis tersebut dapat dikatakan tidak aktif untuk antioksidan karena nilainya >250 ppm.

### KESIMPULAN

Senyawa disintesis menggunakan katalis NaOH 5% dengan metode pengadukan, menghasilkan rendemen sebesar 17,44 %. Hasil uji antioksidan senyawa (1) memiliki antioksidan yang kecil dengan IC<sub>50</sub>>250 µg/mL.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Riau melalui Lembaga Penelitian yang telah membantu biaya penelitian ini melalui Dana PNBPN atas nama Juwita Oktavani tahun 2013.

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada prof. Dr. Jasril, MS dan Dr. Hilwan Yuda Teruna, M.Si, Apt yang telah membimbing, memotivasi serta membantu penelitian dan penulisan karya ilmiah ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M.R., Khan, M.H.R., Sastry, V.G., Bano, N., Anwar, S. & Prasad, Y.J. 2012. A Comparative Study on Synthesis of Some Novel  $\alpha,\beta$ -unsaturated Carbonyl Derivatives and Their Antioxidant Potential. *European Journal of Chemistry*. 2:186-190.
- Balaji, P.N., Sreevani, M.S., Harini, P., Rani, P.J., Pratusha, K. & Chandu, T.J. 2010. Antimicrobial Activity of Some Novel Synthesized Heterocyclic Compounds from Substituted Chalcone. *J. Chem. Pharm. Res.* 2(4):754-758.
- Patil, C.B., Mahajan, S.K., dan Katti, S.A. 2009. Chalcone: A Versatile Molecule. *Journal of Pharmaceutical Science and Research*. 1(3): 11-12.
- Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J. & Hammond, G.S. 1988. *Kimia Organik 2*. Penerbit ITB, Bandung.

Prasad, Y.R., Kumar, P.P., Kumar, P.R. & Rao, A.S. 2008. Synthesis and Antimicrobial Activity of Some New Chalcones of 2-Acetylpyridine. *E-Journal of Chemistry*. 5:144-148.

Vatsadze, S.Z., Nuriev, V.N & Lescheva, I.F. 2004. New Aspects of the Aldol Condensations of Acetylpyridines with Aromatic Aldehydes. *Russian chemical bulletin*. 53: 911-915.