

# SINTESIS 2,6-BIS(2'- HIDROKSIBENZILIDIN)SIKLOHEKSANO N DARI HIDROKSIBENZALDEHID DAN SIKLOHEKSANON DENGAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA

*By DWI UTAMI*

## SINTESIS 2,6-BIS(2'-HIDROKSIBENZILIDIN)SIKLOHEKSANON DARI HIDROKSIBENZALDEHID DAN SIKLOHEKSANON DENGAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA

5 Adam M. Ramadhan<sup>1</sup>, Dwi Utami<sup>2</sup>, Sardjiman<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Penelitian dan Pengembangan FARMAKA TROPIS Fakultas Farmasi Universitas Mulawarman, Samarinda, Kalimantan Timur

email: [adam@farmasi.unmul.ac.id](mailto:adam@farmasi.unmul.ac.id)

<sup>2</sup>Universitas Achmad Dahlan, Yogyakarta

<sup>3</sup>Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

### ABSTRACT

The synthesis of ciklovalon (HGV-0) analogue was done by substituent modification on aromatic ring. One of the ciklovalon analogues is 2,6-bis(2'-hydroxybenzylidene)cyclohexanone. The objective of this study was obtaining the amount of mol NaOH catalyst in order to find the highest rendement. The synthesis of 2,6-bis(2'-hydroxybenzylidene)cyclohexanone has been done using aldol condensation reaction from 2'-hydroxybenzaldehyde and cyclohexanone. The variation of mol catalyst NaOH used in this research were 0.2 mole; 0.4 mole and 0.8 mole. The synthesized product was purified by recrystallization 11h ethanol and cold water. The structure of the synthesized compound was determined by UV-Vis, IR, <sup>1</sup>H-NMR, and GC-MS. The result showed that the average rendement the variation of mol catalyst NaOH 0.2 mole; 0.4 mol and 0.8 mole were (25.12±0.86)%, (11.23±0.40)% and (9.50±0.56)%. The highest rendement was obtained when the 0.2 mole NaOH used. Statistical analysis using tukey test resulted significant differences. The spectroscopic analysis using UV-Vis, IR spectrometry, <sup>1</sup>H-NMR spectrometry, and GC-MS showed that synthesized compound was 2,6-bis(2'-hydroxybenzylidene)cyclohexanone.

**Keywords:** 2,6-bis(2'-hydroxybenzylidene)cyclohexanone, synthesis, catalyst, rendement

### ABSTRAK

Sintesis analog siklovalon (HGV-0) dilakukan melalui modifikasi substituen pada cincin aromatiknya. Salah satu analog siklovalon tersebut adalah 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon. Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui jumlah mol katalis NaOH yang menghasilkan rendemen paling besar. Sintesis 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dilakukan melalui reaksi kondensasi aldol dari 2-hidroksibenzaldehid dan sikloheksanon dengan menggunakan katalis natrium hidroksida. Variasi jumlah mol katalis NaOH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0,2 mol; 0,4 mol dan 0,8 mol. Pemurnian hasil sintesis dilakukan dengan rekristalisasi menggunakan etanol dan aquades dingin. Struktur senyawa hasil sintesis ditentukan dengan cara spektrofotometri UV-Vis, spektrometri Inframerah, spektrometri Resonansi Magnetik Inti (<sup>1</sup>H-RMI), dan GC-MS. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa rerata rendemen dari variasi jumlah mol NaOH 0,2 mol; 0,4 mol dan 0,8 mol berturut-turut adalah

(25,12±0,86)%, (11,23±0,40)% dan (9,50±0,56)%. Rendemen paling optimal diperoleh pada jumlah mol katalis NaOH 0,2 mol. Hasil uji Tukey menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan pada masing-masing kelompok. Berdasarkan data spektrofotometri UV-Vis, spektrometri Inframerah, <sup>1</sup>H-RMI, dan GC-MS menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin) sikloheksanon.

**Kata kunci:** 2,6-bis(2'-hydroxybenzylidene)cyclohexanone, sintesis, katalis, rendemen

## PENDAHULUAN

Senyawa kurkumin sudah banyak disintesis dengan mengubah sisi aktif dari senyawa kurkumin itu sendiri. Modifikasi struktur kurkumin dapat dilakukan dengan mengganti gugus fungsional pada salah satu sisi aktif dari kurkumin. Sisi aktif dari kurkumin yaitu sisi keton alifatik (gugus diketon) dan sisi inti benzen yang berada di kiri dan kanan dari sisi keton alifatik.

Modifikasi struktur dari kurkumin ini dilakukan untuk meningkatkan usaha pemanfaatan dari senyawa ini untuk pengobatan, sehingga ditemukan suatu modifikasi yang lebih berkhasiat dengan toksitas lebih rendah (Van der goot, 1995). Salah satu turunan kurkumin yang terkenal yaitu senyawa Heksagamavunon (HGV). Senyawa ini merupakan hasil dari penggantian gugus diketon alifatik pada kurkumin menggunakan sikloheksanon. Penggantian ini dimaksudkan untuk mendapatkan senyawa aktif yang lebih stabil daripada kurkumin. Senyawa HGV yang pertama kali disintesis yaitu siklovalon. Senyawa 2,6-bis(4'-hidroksi-3'-metoksibenzilidin) sikloheksanon atau yang lebih dikenal dengan Heksagamavunon-0 (HGV-0) merupakan salah satu senyawa hasil modifikasi dari kurkumin yang telah dikenal memiliki beberapa aktivitas farmakologi antara lain sebagai anti inflamasi, anti oksidan, dan anti bakteri (Sardjiman, 2000).

Pada sintesis ini merupakan modifikasi dari senyawa HGV-0 (siklovalon) yaitu dengan menggunakan *starting material* 2-hidroksibenzaldehid dan sikloheksanon. Penggunaan sikloheksanon dimaksudkan untuk

mempertahankan kestabilan senyawa, sedangkan rantai samping pada senyawa HGV-0 dimodifikasi dengan menghilangkan gugus metoksi pada posisi *meta* dan merubah posisi gugus hidroksi *para* pada rantai samping menjadi posisi *ortho*. Pada sintesis ini menggunakan katalis natrium hidroksida untuk mempercepat terjadinya reaksi. Variasi jumlah mol katalis natrium hidroksida dilakukan untuk mendapatkan jumlah mol natrium hidroksida yang optimum yang dibutuhkan dalam sintesis 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin) sikloheksanon.

## METODE PENELITIAN

### Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk sintesis senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin) sikloheksanon adalah labu alas bulat leher tiga 250 mL, pendingin <sup>17</sup> spiral, motor pengaduk, propipet, pipet ukur 1 mL, 2 mL, dan 10 mL, timbangan elektrik, corong Büchner, labu hisap, dan peralatan gelas lain. Peralatan untuk uji senyawa hasil sintesa yaitu spektrofotometer uv-vis, spektrometer inframerah SHIMADZU FTIR-8201 PC, spektrometer <sup>1</sup>H-RMI JEOL-MY60, spektrometer massa GCMS-QP2010S SHIMADZU.

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon adalah 2-hidroksibenzaldehid (Merck), sikloheksanon (Merck), NaOH 30 % (Merck), HCl 1 N (Merck), dan aquadest dingin. Bahan untuk rekristalisasi

senyawa hasil sintesis ialah etanol 96% (Merck) dan aquadest dingin. Bahan untuk uji spektrometri adalah dimetilsulfoksida (DMSO-*d*6), kalium bromida, dan etanol.

#### **4 Sintesis, isolasi dan pemurnian 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon**

Sintesis senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dilakukan dengan cara mereaksikan sikloheksanon 1,5603 mL (0,015 mol) dengan NaOH 6,00 mL (0,2 mol), 12,00 ml (0,4 mol), 24,01 mL (0,8 mol) yang ke 16 dicatat sebagai variasi 1, 2, dan 3 dalam labu alas bulat leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik. Labu alas bulat leher tiga dimasukkan ke dalam 20 kom air dengan suhu 25-30°C dan diaduk dengan kecepatan 1000 rpm selama 1 jam. Kemudian ditambahkan tetes demi tetes 2-hidroksibenzaldehid sebanyak 3,14 mL (0,03 mol) sampai habis lalu diaduk lagi selama 30 menit dan dilakukan pendiaman selama 2 hari pada suhu kamar. Isolasi produk sintesis dilakukan dengan menambahkan aquadest dingin ke dalam labu alas bulat secukupnya kemudian dipindahkan ke dalam mortir. Di dalam mortir senyawa digerus kemudian diteteskan HCl 1N sampai tidak terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh dipisahkan kemudian ditambahkan aquadest untuk menghilangkan sisa basa, sambil dilakukan penggepasan senyawa di dalam mortir. Senyawa disaring dengan corong buchner yang dilengkapi dengan kertas saring. Endapan kemudian dikeringkan didalam oven pada suhu 40 °C selama 24 jam. Senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dilarutkan dengan etanol kemudian dipanaskan, dan setelah kristal semua larut kemudian disaring segera ditambahkan dengan aquadest dingin, lalu dimasukkan ke dalam baskom es untuk mempercepat terbentuk endapan. Kemudian disaring dengan corong

buchner, 1 dikeringkan didalam oven. Endapan senyawa hasil sintesis yang murni kemudian ditimbang dan dihitung rendemennya sebagai *pure product* dengan cara berat kristal hasil pemurnian dibandingkan dengan 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon yang dihasilkan secara teoritis dan dikalikan 100%.

#### **Spektrometri Inframerah**

Pada pengujian spektrometri inframerah ini dilakukan dengan pembuatan pelet KBr. Pelet KBr 2 dibuat dengan cara menumbuk cuplikan dengan KBr kemudian ditekan hingga diperoleh pelet. KBr harus kering dan akan lebih baik jika penumbukan dilakukan dibawah lampu inframerah untuk mencegah terjadinya kondensasi uap dari atmosfer yang akan memberikan serapan lebar pada 3500 cm<sup>-1</sup>. Pelet diletakkan dalam container sample dan dibaca serapannya.

#### **Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (<sup>1</sup>H-RMI)**

Senyawa uji dilarutkan dalam dimetilsulfoksida (DMSO-*d*6). Setelah itu larutan dimasukkan dalam tabung RMI dan dibaca serapannya.

#### **Analisis GC-MS**

Senyawa hasil sintesis dilarutkan 3 dalam etanol kemudian cuplikan ini diinjeksikan ke dalam injektor. Aliran gas dari gas pengangkat (fase gerak) akan membawa cuplikan yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dari cuplikan. Komponen dideteksi oleh detektor dan sinyal dalam bentuk puncak. Fase diam yang digunakan berupa cairan yang bersifat polar yaitu polieter. Senyawa hasil sintesis yang telah murni dan kering dilarutkan dalam aseton kemudian dimasukkan ke dalam tabung spektrometri massa. Senyawa masuk pada tekanan rendah dan dipanaskan menjadi bentuk gas. Senyawa dalam bentuk gas ditembak dengan seberkas

elektron dengan kekuatan energi sekitar 70 eV. Tembakan ini menyebabkan lepasnya sebuah elektron, menghasilkan radikal kation yang disebut ion molekul. Pada umumnya ion molekul tidak stabil dan mudah melepaskan energi dengan cara berfragmentasi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Rendemen senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon<sup>4</sup>

Senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon disintesis melalui kondensasi 2-hidroksibenzaldehid dan sikloheksanon dengan katalis basa NaOH merupakan jenis reaksi aldol campuran atau yang sering disebut reaksi *Claisen-Schmidt*. Pada sintesis 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon, jumlah

mol dari *starting material* 2-hidroksibenzaldehid dibuat dua kali lebih besar (0,03 mol) dari jumlah mol reaktan sikloheksanon (0,015 mol) hal ini dilakukan agar diperoleh produk atau hasil sintesis sesuai yang diinginkan yaitu 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon, karena sikloheksanon sebagai nukleofil mempunyai 2 karbon yang merupakan sumber hidrogen  $\alpha$  yang sama-sama reaktif yang dapat bereaksi dengan 2 buah molekul aldehid yaitu 2-hidroksibenzaldehid. Katalisator yang digunakan adalah natrium hidroksida yang divariasi jumlah molnya, yaitu 0,2 mol; 0,4 mol dan 0,8 mol. Secara teori, semakin besar mol basa, maka akan semakin banyak ion enolat dan tumbukan yang terjadi dan menyebabkan produk yang terbentuk semakin banyak.

Tabel 1 Hasil Rendemen senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon pada masing-masing kelompok

Kelompok	Replikasi	Hasil isolasi (gram)	Hasil pemurnian (gram)	(Rerata $\pm$ SD) gram	Rendemen (%)	(Rerata $\pm$ SD)%
I	1	0,5620	-	-	12,36	-
	1	2,3847	1,1786	1,1419 $\pm$ 0,0389	25,93	25,12 $\pm$ 0,86
	2	2,3853	1,1461		25,22	
II	3	2,3310	1,1010		24,22	
	1	1,5738	0,4923	0,5103 $\pm$ 0,0181	10,83	11,23 $\pm$ 0,40
	2	1,6293	0,5285		11,63	
III	3	1,6061	0,5102		11,22	
	1	1,0889	0,4607	0,4321 $\pm$ 0,0254	10,13	9,503 $\pm$ 0,56
	2	1,0285	0,4236		9,32	
IV	3	1,0168	0,4120		9,06	

#### Keterangan:

Kelompok I : hasil sintesis dengan mol katalis NaOH 0,1 mol

Kelompok II : hasil sintesis dengan mol katalis NaOH 0,2 mol

Kelompok III : hasil sintesis dengan mol katalis NaOH 0,4 mol

Kelompok IV : hasil sintesis dengan mol katalis NaOH 0,8 mol

Pemurnian dilakukan dengan metode rekristalisasi untuk memperoleh kristal yang murni. Metode rekristalisasi yang digunakan adalah mengkristalkan secara langsung dari cairan pelarut. Hasil dari pemurnian senyawa hasil sintesis dan rendemennya dapat dilihat pada Tabel I.

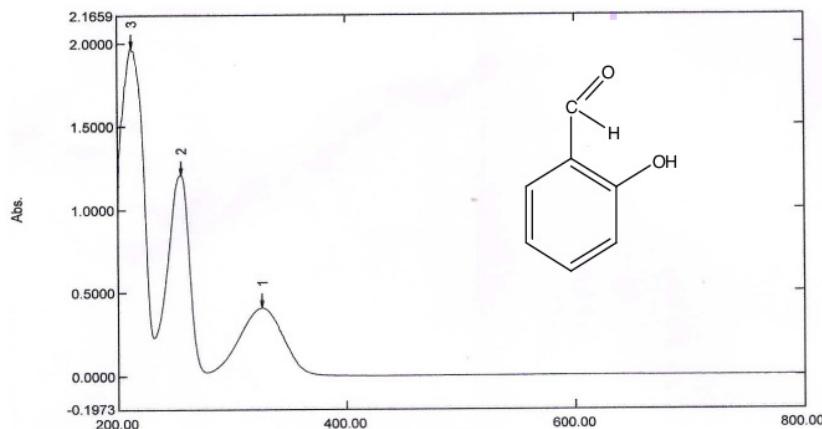
Hasil uji tukey menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan pada masing-masing kelompok.

Rendemen yang diperoleh tidak mencapai 100 % dikarenakan terjadinya kondensasi diri sikloheksanon, terjadinya monosubtitusi pada sikloheksanon oleh

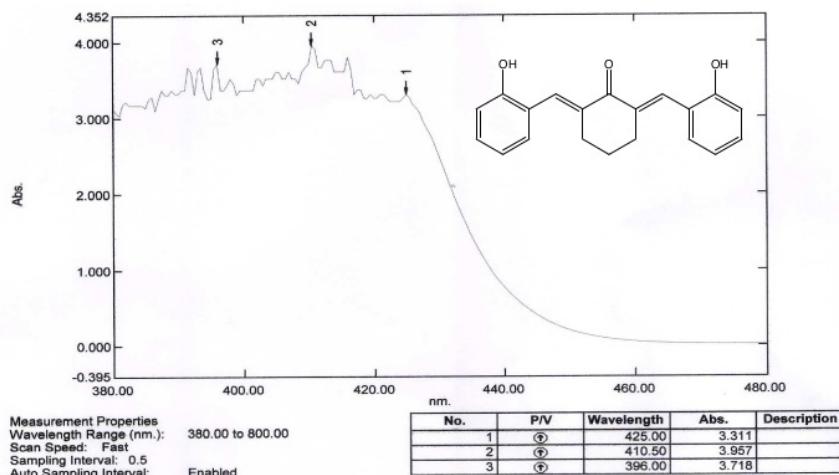
2-hidroksibenzaldehid karena reaksinya belum sempurna, dan sesuai dengan konsep Arhenius bahwa tidak semua molekul-molekul yang bertumbuhan menghasilkan tumbuhan yang efektif yang dapat menghasilkan produk.

### Spektrometri Inframerah, ( $^1\text{H}$ -RMI), dan Analisis GC-MS

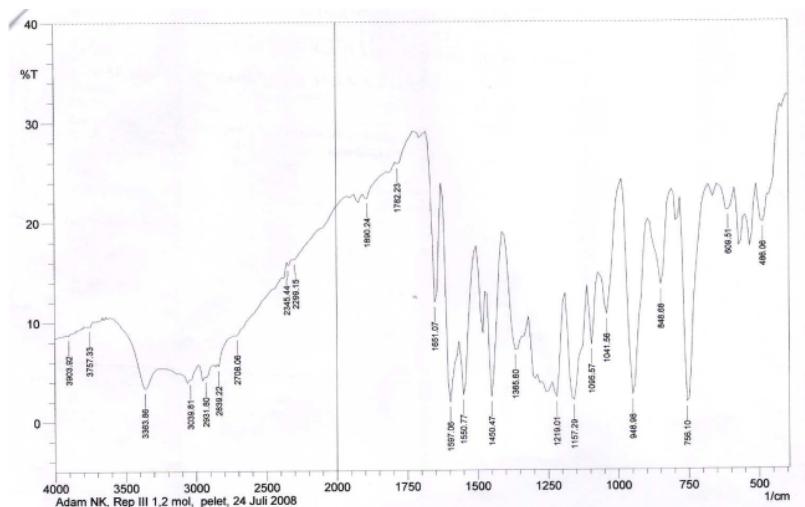
Pemeriksaan dengan spektrofotometri uv-visibel dilakukan untuk melihat ada tidaknya pergeseran panjang gelombang senyawa hasil sintesis dan *starting material*. Spektra uv-vis *starting material* dan senyawa hasil sintesis dapat dilihat pada gambar 2 dan 3.



Gambar 1. Spektra uv-vis senyawa 2-hidroksibenzaldehid



Gambar 2. Spektra uv-vis pada senyawa hasil sintesis



Gambar 3. Spektra IR senyawa hasil sintesis

Tabel 2. Jenis Vibrasi pada Spektra IR

Bilangan Gelombang( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensitas	Jenis Vibrasi Gugus Fungsional
3363,86	kuat	Vibrasi rentangan OH
3039,81	sedang	Vibrasi rentangan CH aromatik
2931,80	lemah	Vibrasi rentangan CH alifatik
1597,06	kuat	Vibrasi rentangan C=O terkonjugasi
1450,47	kuat	Vibrasi rentangan C=C aromatik
1157,29	kuat	Vibrasi rentangan C-O
946,98	sedang	Vibrasi keluar bidang =C-H alken
756,10	kuat	Vibrasi bengkokan C-H keluar bidang pada benzene disubstitusi orto

Hasil dari pemeriksaan spektrofotometri uv-vis terhadap senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya adanya pergeseran panjang gelombang kearah yang lebih panjang (*bathochromic shift*) dengan  $\lambda_{\text{maks}}$  senyawa hasil sintesis adalah 410,5 nm, sedangkan  $\lambda_{\text{maks}}$  2-hidroksibenzaldehid sebesar 326 nm.

Untuk menentukan bahwa struktur senyawa hasil sintesis adalah 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon, maka dilakukan pemeriksaan senyawa secara spektrometri Inframerah, spektrometri Resonansi Magnetik Inti dan Spektrometer massa.

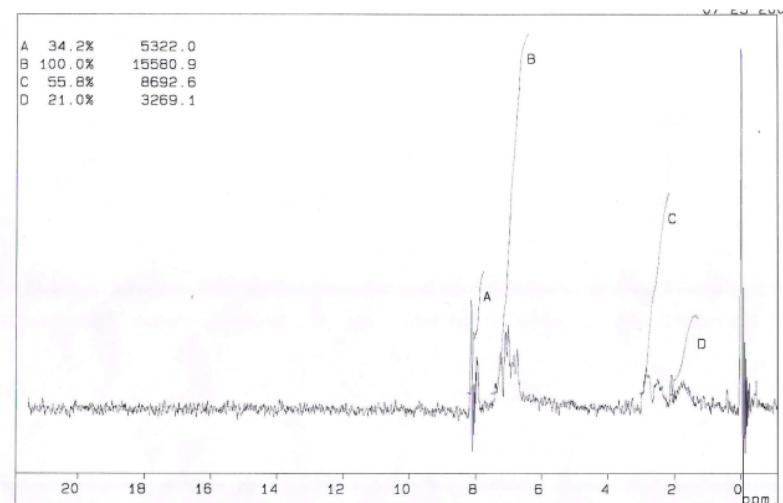
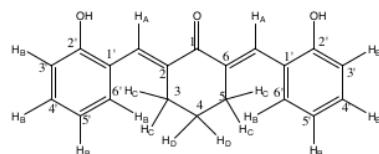
Dari data spektra inframerah tersebut dapat diketahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa hasil

sintesis. Pita kuat dan lebar pada bilangan gelombang 3363,86  $\text{cm}^{-1}$  terdapat gugus OH yang pita gelombang normalnya terdapat pada 3600-3400  $\text{cm}^{-1}$  (Sastrohamidjojo, 2001). Dianya pita serapan pada 3039,81  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang, pita tersebut menunjukkan adanya CH aromatis. Hal ini diperkuat dengan mu 1450,47  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas kuat yang menunjukkan adanya gugus C=C aromatik. Pada spektra hasil sintesis, pita serapan CH alifatik muncul pada 2931,80  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang. Pada bilangan gelombang 1597,06  $\text{cm}^{-1}$  adanya pita dengan intensitas kuat menunjukkan adanya gugus karbonil dari keton terkonjugasi

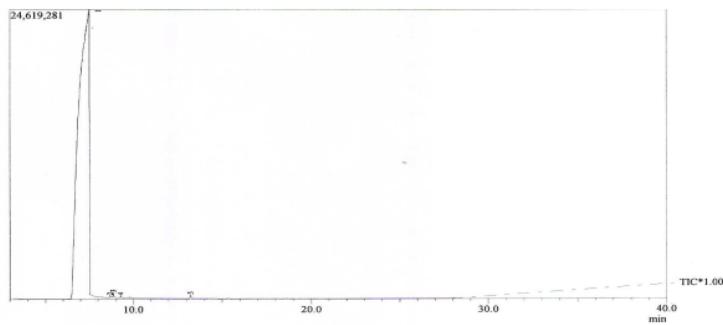
ikatan rangkap ( $C=O$ ,  $\alpha,\beta$  tak jenuh), pita karbonil keton normal umumnya terdapat pada  $1715\text{ cm}^{-1}$  (Sastrohamidjojo, 2001). Hal ini disebabkan karena adanya efek resonansi sehingga menurunkan karakter ikatan rangkap  $C=O$ . Hasilnya frekuensi vibrasi menjadi turun. Vibrasi rentangan C-O ditandai dengan munculnya serapan pada  $115,129\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas kuat. Vibrasi dengan intensitas sedang pada daerah  $946,98\text{ cm}^{-1}$  memperkuat adanya alkena, yang pada umumnya muncul

pada daerah 1000 hingga  $650\text{ cm}^{-1}$ . Pada daerah  $756,10\text{ cm}^{-1}$  muncul vibrasi bengkokan C-H keluar bidang pada benzen disubstitusi orto dengan intensitas kuat.

Untuk memperoleh informasi yang lebih lengkap mengenai senyawa sintesis ini maka dilakukan pengujian  $^1H$ -RMI. Di bawah ini adalah pola  $^1H$ -RMI senyawa hasil sintesis terlihat pada gambar 4.

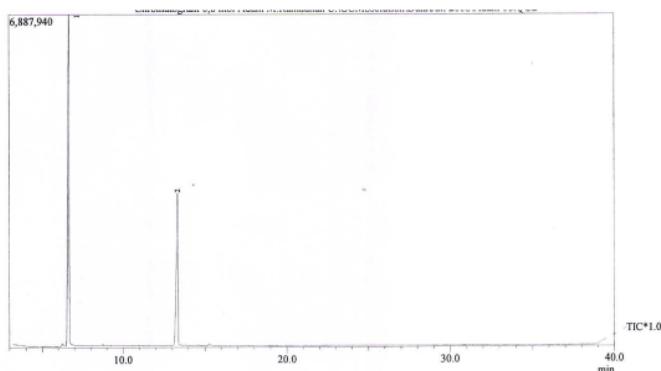
Gambar 4. Spektra  $^1H$ -RMI senyawa hasil sintesisTabel 3. Data jenis proton hasil spektra  $^1H$ -RMI

Jenis puncak	Adams (2004)		Hasil percobaan		Jenis proton
	$\delta$	splitting	$\delta$	splitting	
A	7,98	s	8,3-7,8	s	2 H <sub>A</sub> dari H $\beta$
B	7,32	dd	7,5-6,5	m	8 H <sub>B</sub> dari cincin aromatis
	7,19	td			
	6,86	m			
C	2,86	m	2,8	m	4 H <sub>C</sub> dari 2 CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>
D	1,75	m	2,3	m	2 H <sub>D</sub> dari CH <sub>2</sub>



Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Peak Report TIC
1	7.504	6.442	7.708	10011250.00	99.65	24311378
2	8.468	8.406	8.530	595187	0.35	1811010
3	8.863	8.742	8.950	1262413	0.13	4050115
4	9.281	9.217	9.350	468220	0.05	1680035
5	13.241	13.150	13.325	1188220	0.12	3244617
				1004635645	100.00	254506666

Gambar 5. Kromatogram senyawa hasil sintesis pada NaOH 0,2 mol



Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Peak Report TIC
1	6.671	6.467	6.725	36752814	62.63	6795070
2	13.364	13.117	13.425	21928923	37.37	3140757
				58681737	100.00	9935827

Gambar 6. Kromatogram senyawa hasil sintesis pada NaOH 0,8 mol

Pada senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dengan katalis natrium hidroksida 20 % (Adams, dkk) yang telah disintesis mempunyai pola *splitting* pada pergeseran kimia 7,98 menunjukkan adanya dua proton, pergeseran kimia 7,32 menunjukkan adanya dua proton, pergeseran kimia 7,19 menunjukkan adanya dua proton, pergeseran kimia 6,86 menunjukkan adanya empat buah proton, pergeseran kimia 2,86 menunjukkan adanya empat buah proton dan pergeseran kimia 1,75 menunjukkan adanya 2 buah proton.

Pengujian  $^1\text{H}$ -RMI memberikan informasi tentang jumlah atom-atom hidrogen yang terdapat pada senyawa sintesis. Pada spektra  $^1\text{H}$ -RMI senyawa hasil sintesis terlihat 4 puncak yang menunjukkan empat proton yang berbeda. Pergeseran kimia 8,3-7,8 ppm pada puncak A menunjukkan adanya dua proton  $\text{H}\beta$ . Pada puncak ini muncul pada daerah *downfield* karena adanya efek resonansi dari gugus karbonil menyebabkan  $\text{C}\beta$  bermuatan positif sehingga secara induktif kerapatan elektron  $\text{H}\beta$  berkurang. Pada puncak B dengan pergeseran 7,5-6,5 ppm

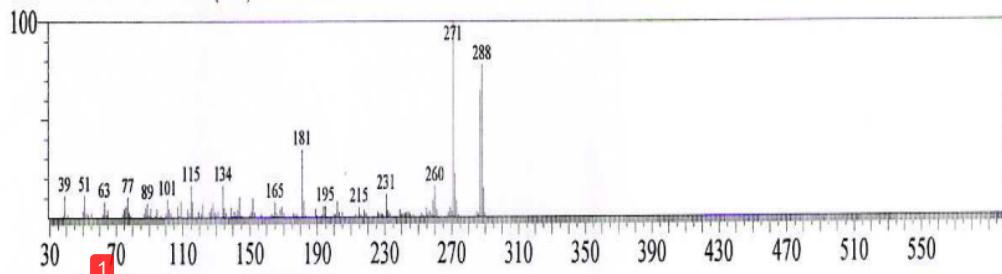
menunjukkan adanya enam buah proton dari cincin <sup>13</sup>C yang letaknya simetris yaitu H-3', H-4', H-5', dan H-6'. Pada puncak C dengan pergeseran kimia 2,8 ppm menunjukkan adanya empat proton dari sikloheksanon yaitu C-3 dan C-5, sedangkan puncak D dengan pergeseran kimia 2,3 ppm menunjukkan dua proton dari sikloheksanon yaitu C-4. Posisi proton ini paling terlindungi oleh awan elektron karena letaknya didalam struktur yang cukup terisolasi dari gugus-gugus ataupun kondisi yang dapat mengurangi kerapatan awan elektron seperti gugus penarik elektron. Sehingga geseran kimianya berada pada daerah *up-field*. Sedangkan untuk proton dari gugus hidroksi tidak tampak pada spektra, terjadinya proton exchange dengan pelarut DMSO-d<sub>6</sub>.

Uji kemurnian dilakukan juga dengan *Gas Chromatography*. Senyawa dikatakan murni apabila muncul satu puncak tajam. Pada penelitian ini dilakukan dua variasi mol kromatografi gas yaitu 0,2 mol dan 0,8 mol tujuannya.

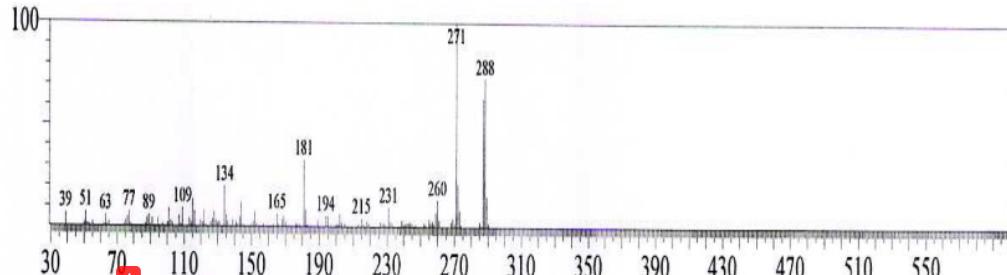
Hasil kromatografi gas dapat dilihat pada gambar 5 (0,2 mol) dan gambar 6 (0,8 mol).

Hasil kromatografi gas senyawa hasil sintesis dengan 0,2 mol diperoleh lima puncak, satu puncak dengan lebar puncak yang kecil dan tajam sedangkan puncak yang lain lebih kecil. Kemurnian senyawa hasil sintesis adalah 99,65 %. Sedangkan 0,8 mol diperoleh 2 puncak, satu puncak tampak tinggi dan sempit dengan kemurnian senyawa sintesis 62,63 % dan puncak yang lainnya lebih rendah mempunyai kemurnian 37,37 %.

Penentuan struktur senyawa hasil sintesis yang terakhir dengan menggunakan spektrometri massa. Dari spektrometri massa akan diperoleh bobot molekul dari senyawa sintesis dan fragmentasi molekulnya. Pada spektrometri massa ini digunakan dua variasi mol yaitu 0,2 mol dan 0,8 mol. Spektra massa senyawa hasil sintesis ditunjukkan oleh gambar 7 (0,2 mol) dan gambar 8 (0,8 mol).



Gambar 7. Spektra massa senyawa hasil sintesis pada jumlah mol katalis NaOH 0,2 mol



Gambar 8. Spektra massa senyawa hasil sintesis pada jumlah mol katalis NaOH 0,8 mol

Pada variasi jumlah mol katalis (gambar 7) 0,2 mol dan (gambar 8) 0,8 mol mempunyai bobot molekul yang sama yaitu muncul puncak tertinggi sebesar 288. Senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon memiliki bobot molekul sebesar 306. Puncak yang muncul adalah senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin) sikloheksanon yang kehilangan  $H_2O$  karena adanya gugus OH yang tidak stabil ketika ditembak oleh berkas elektron sehingga lepas sebagai molekul air ( $H_2O$ ) sehingga muncul puncak pada 288 dengan intensitas tinggi. Fragmentasi berikutnya yaitu melepaskan gugus OH yang ditunjukkan dengan puncak pada 271, muncul dengan intensitas tinggi pada spektra. Kemudian adanya resonansi sehingga muncul puncak pada 181.

## 2 KESIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dapat disintesis dari 2-hidroksibenzaldehid dan sikloheksanon dengan katalis natrium hidroksida 30 %
2. Variasi jumlah mol katalis natrium hidroksida berpengaruh terhadap rendemen 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dengan rerata  $(25,12 \pm 0,86)\%$  pada 0,2 mol;  $(11,23 \pm 0,40)\%$  pada 0,4 mol dan  $(9,50 \pm 0,56)\%$  pada 0,8 mol
3. Rendemen maksimal diperoleh pada jumlah mol 0,2 mol sebesar  $(25,12 \pm 0,86)\%$

## SARAN

1. Perlunya dilakukan pengkajian lebih lanjut stabilitas senyawa 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon.

2. Penelitian metode rekristalisasi untuk mendapatkan rendemen yang tinggi dan kristal yang bebas dari pengotor. <sup>18</sup>
3. Perlu dilakukan KLT preparatif untuk mendapatkan senyawa yang lebih murni

## DAFTAR PUSTAKA

1. Adams, K., Brian, dkk, 2004, Synthesis and biological evaluation of novel curcumin analogs as anti-cancer and anti-angiogenesis agents, *Biorganic and Medical Chemistry* 12, <sup>22</sup>A, 3871-3883
2. Anonim, 1995, *Farmakope Indonesia*, Edisi III, Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
3. Carey, A.F., and Sundberg, R.J, 1990, *Advanced Organic Chemistry*, Third edition, part B, Structure and Mechanism, Plenum Press, New York, 55,58-60.
4. Mackenzie, 1967, *Experimental Organic Chemistry*, third edition, Prentice hall, inc, Englewood clifffc, N.J., 1-3.
5. Majeed, Muh., Badmaev, V., Shivakumar, U., Rajendran, R., 1995, *Curcuminoids- Antioxidant Phytonutrients*, Nutriscience Publishers Inc., Piscataway, New Jersey., 7-10,15.
6. Sardjiman, 2000, *Synthesis of Some New Series of Curcumin Analogues, Antioxidative, Antiinflammatory, Antibacterial, Activities and Qualitative Structure Activity Relationship, A Dissertation*, Departement of Pharmaceutical, Gadjah Mada University, Yogyakarta, hal 625-628.
7. Sastrohamidjodjo, Hardjono, 1985, *Kromatografi*, Liberty, Yogyakarta., 26-30,41,43.

- 8
8. Sastrohamidjodjo, Hardjono, 2001, *Spektroskopi*, Ed. 2, Liberty, Yogyakarta., 54-56,119,163-165.
  9. Van Der Goot, 1995, *The Chemistry and Qualitative Structure Activity Relationship of Curcumin*, In Pramono S. (editor), *Recent Development in Curcumin Pharmacochemistry*, p.13, Faculty of Pharmacy Gadjah Mada University, Aditya Media, Yogyakarta.

# SINTESIS 2,6-BIS(2'-HIDROKSIBENZILIDIN)SIKLOHEKSANON DARI HIDROKSIBENZALDEHID DAN SIKLOHEKSANON DENGAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA

---

ORIGINALITY REPORT

---

**14%**

SIMILARITY INDEX

---

PRIMARY SOURCES

---

1	<a href="#">repository.usd.ac.id</a> Internet	161 words — 4%
2	<a href="#">idoc.pub</a> Internet	52 words — 1%
3	<a href="#">eprints.ums.ac.id</a> Internet	35 words — 1%
4	<a href="#">ejurnal.bppt.go.id</a> Internet	33 words — 1%
5	<a href="#">www.researchgate.net</a> Internet	33 words — 1%
6	<a href="#">indonesianjpharm.farmasi.ugm.ac.id</a> Internet	26 words — 1%
7	<a href="#">repository.unair.ac.id</a> Internet	21 words — 1%
8	Cui, Mengchao, Masahiro Ono, Hiroyuki Kimura, Boli Liu, and Hideo Saji. "Synthesis and Structure–Affinity Relationships of Novel Dibenzylideneacetone Derivatives as Probes for $\beta$ -Amyloid Plaques", Journal of Medicinal Chemistry, 2011. <small>Crossref</small>	18 words — < 1%

- 9 Ana-Maria Pana, Valentin Badea, Radu Bănică, Alina Bora, Zoltan Dudas, Liliana Cseh, Otilia Costisor. "Network reaction of 2,6-bis(2-hydroxybenzilidene)cyclohexanone by external stimuli", Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 2014  
Crossref
- 10 journal.student.uny.ac.id Internet 18 words — < 1%
- 11 doczz.net Internet 13 words — < 1%
- 12 garuda.ristekdikti.go.id Internet 11 words — < 1%
- 13 sinta.unud.ac.id Internet 10 words — < 1%
- 14 repository.unhas.ac.id Internet 10 words — < 1%
- 15 eprints.umm.ac.id Internet 10 words — < 1%
- 16 eprints.uny.ac.id Internet 10 words — < 1%
- 17 repository.its.ac.id Internet 9 words — < 1%
- 18 muhammadnahrowi26.blogspot.com Internet 8 words — < 1%
- 19 www.scribd.com Internet 8 words — < 1%
- 20 jusami.batan.go.id Internet 8 words — < 1%
- 21 Tri Yuni Hendrawati, Alvika Meta Sari, Muhamad Iqbal Syauqi

Rahman, Ratri Ariatmi Nugrahani, Agung Siswahyu. "Chapter 4 Microencapsulation Techniques of Herbal Compounds for Raw Materials in Food Industry, Cosmetics and Pharmaceuticals", IntechOpen, 2019

Crossref

22

zharalasandarastory.blogspot.com

Internet

6 words — < 1%  
6 words — < 1%

EXCLUDE QUOTES

ON

EXCLUDE MATCHES

OFF

EXCLUDE

BIBLIOGRAPHY

ON