

OPTIMASI MASSA KATALIS K_2CO_3 PADA SINTESIS SENYAWA AEW1
OPTIMIZATION CATALYST MASS OF K_2CO_3 FOR THE SYNTHESIS
AEW1 COMPOUND

Renza Rahmawaty Rizal¹⁾, Andy Eko Wibowo, M.Sc., Apt.²⁾
Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan
Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, Yogyakarta, Indonesia
renzarr@gmail.com

INTISARI

Senyawa AEW1 adalah senyawa turunan kalkon yang telah terbukti memiliki efek farmakologis sebagai antiinflamasi dan antioksidan. Senyawa ini telah disintesis dengan mereaksikan 2,5-dihidroksiasetofenon dan piridin-2-karbaldehid dalam suasana basa (K_2CO_3) menggunakan radiasi *microwave* selama 4 menit menghasilkan rendemen sebesar 54%. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan massa katalis yang optimum dalam mensintesis senyawa AEW1.

Penelitian dilakukan dengan mensintesis senyawa pada variasi massa katalis K_2CO_3 sebesar 0 – 3 mmol menggunakan radiasi *microwave* sebesar 140 watt selama 4 menit, setelah proses sintesis maka akan dilakukan perhitungan rendemen senyawa AEW1 untuk mengetahui massa katalis K_2CO_3 yang optimal dengan perolehan rendemen tertinggi.

Berdasarkan hasil yang di dapat, massa katalis K_2CO_3 optimum untuk sintesis senyawa AEW1 adalah 0,5 mmol dengan rendemen sebesar 17,52 %.

Kata Kunci : Senyawa AEW1, Kalkon, K_2CO_3 , *Mircowave*, Optimasi.

ABSTRACT

AEW1 compound is a derivative compound of chalcone proven to have an anti-inflammatory and antioxidant effect. The compound was synthesized by reacting 2,5-dihydroxyacetophenone and pyridine-2-carbaldehyde in a basic environment (K_2CO_3) using 4 minutes of microwave radiation, obtaining a 54% yield. The study objectives were to obtain the optimum catalyst mass during the synthesis of AEW1 compound.

The study was done with variations of 0 - 3 mmol K_2CO_3 catalyst mass using 140 watt microwave radiation during 4 minutes, after that calculated the yield of AEW1 to obtain the optimal catalyst mass of K_2CO_3 with the highest yield result.

Based on the result, the optimum catalyst mass of K_2CO_3 for the synthesis of AEW1 is 0,5 mmol with 17,52 % of yield.

Keywords: AEW1 compound, Chalcone, K_2CO_3 , Microwave, Optimization.

PENDAHULUAN

Senyawa AEW1 adalah senyawa turunan kalkon yang tersubstitusi oleh dua gugus hidroksi pada cincin A dan memiliki gugus 2-piridil pada cincin B serta telah terbukti memiliki efek farmakologis sebagai antiinflamasi dan antioksidan. Daya antiinflamasi (%DAI) senyawa tersebut sebesar $50,05 \pm 16,244$ dan tidak berbeda signifikan dengan ibuprofen yaitu sebesar $57,22 \pm 20,134$ pada tikus jantan terinduksi karagenin. Sedangkan hasil uji antioksidan menunjukkan adanya aktifitas yang sangat kuat setara dengan quercetin (Susidarti dkk, 2014).

Sintesis senyawa AEW1 sebelumnya sudah pernah dilakukan dengan mereaksikan 2,5-dihidroksiasetofenon dan piridin-2-karbaldehid sebagai *starting material*

serta katalis K_2CO_3 sebagai katalis menggunakan radiasi *microwave* selama 4 menit diperoleh rendemen sebesar 54% (Wibowo, 2013). Kelebihan sintesis dengan metode radiasi *microwave* ini yaitu tanpa pelarut, satu tahap reaksi, waktu reaksinya cepat, dan ramah lingkungan. Katalis K_2CO_3 yang digunakan juga memiliki kelebihan tidak toksik, murah, dan mudah digunakan.

Menurut Vogel dkk (1996) rendemen adalah jumlah produk reaksi yang dihasilkan pada reaksi kimia. Nilai ideal rendemen hasil sintesis adalah 100 %. Vogel dkk (1996) mengklasifikasikan nilai rendemen menjadi beberapa kategori. Jika rendemen suatu senyawa diatas 90% maka disebut *excellent*. Nilai rendemen diatas 80% disebut *very good*. Nilai rendemen sebanyak 70%

maka dapat disebut *good*. Sedangkan nilai rendemen diatas 50% disebut *fair* dan dibawah 40% disebut *poor*. Berdasarkan klasifikasi Vogel dkk (1996), nilai rendemen yang diperoleh dari sintesis sebelumnya termasuk dalam kategori *fair*.

Secara teori, sintesis kalkon menggunakan metode *microwave* dapat menghasilkan jumlah rendemen dalam kategori *good to excellent yield* yaitu sebesar 75-90 % (Kateb dkk, 2016). Sedangkan beberapa penelitian sintesis kalkon dengan katalis K_2CO_3 dapat menghasilkan rendemen dalam kategori *very good to excellent yield* yaitu sebesar 83-90 % (Srivastava, 2006) dan kategori *good yield* yaitu > 70 % (Patil dkk, 2009). Oleh karena itu, optimasi sintesis senyawa AEW1 perlu dilakukan dengan harapan dapat meningkatkan jumlah

rendemen senyawa tersebut sehingga dapat masuk dalam kategori *very good to excellent yield*. Optimasi yang akan dilakukan pada penelitian ini yaitu dengan memvariasi massa katalis K_2CO_3 yang digunakan.

Penelitian ini menjadi sangat penting untuk dilakukan, terlebih senyawa ini sedang dalam tahap pendaftaran paten dan sedang dalam pengembangan penelitian yang sangat intens.

METODOLOGI

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Beaker glass* (Pyrex), corong kaca (Pyrex), kertas saring, pipet tetes, *microwave* (LG I-Wave MS204200), mortir-stamper kaca, panci, timbangan analitik (*Wiggen Hauser*), sendok pengaduk dan penangas air (Maspion).

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2,5-dihidroksiasetofenon (*Sigma*), 2-piridin-karbaldehid (*Sigma*), K_2CO_3 (*E. Merck*), etanol (*E. Merck*) dan aquadest. Jika tidak dinyatakan lain, bahan kimia tersebut berderajat analisis.

3. Prosedur

a. Pengaruh massa K_2CO_3 terhadap rendemen senyawa AEW1.

Sebanyak 152 mg (1 mmol) 2,5-dihidroksiasetofenon ditimbang seksama kemudian dicampurkan hingga homogen menggunakan mortir dan stemper dengan K_2CO_3 anhidrat sesuai dengan variasi kadar yang telah ditentukan. Variasi kadar K_2CO_3 yang ditambahkan pada penelitian ini adalah tanpa katalis K_2CO_3 , 34,5 mg (0,25 mmol), 69 mg (0,5 mmol), 103,5 mg (0,75 mmol),

138 mg (1 mmol), 276 mg (2 mmol) dan 414 mg (3 mmol). Kemudian sebanyak 100 μ l 2-piridin-karbaldehid diteteskan dalam padatan dan dicampur hingga homogen. Campuran kemudian dimasukkan kedalam *microwave* selama 4 menit dengan daya 140 watt. Hasil reaksi berupa padatan berwarna kecoklatan kemudian didiamkan hingga dingin. Padatan dicuci dengan etanol dan air sambil digerus sampai diperoleh padatan berwarna merah tua, kemudian dilanjutkan proses rekristalisasi. Masing-masing variasi dilakukan replikasi sebanyak 3 kali dan dilakukan penimbang hasil rendemennya untuk mendapatkan massa katalis K_2CO_3 yang optimum. Massa katalis K_2CO_3 optimum untuk sintesis AEW1 ditandai dengan

penambahan K_2CO_3 yang memperoleh rendemen tertinggi.

b. Proses Rekristalisasi

Proses rekristalisasi diawali dengan pelarutan padatan hasil reaksi dalam 5 ml etanol yang dipanaskan. Setelah itu, larutan panas disaring untuk menghilangkan partikel-partikel pengotor yang tidak larut. Kemudian filtrat didinginkan untuk mengkristalkan senyawa kembali dan memisahkan kristal yang terbentuk dari pelarut. Hasil sintesis senyawa AEW1 berupa kristal berbentuk amorf berwarna merah.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi massa katalis K_2CO_3 dilakukan dengan variasi massa katalis yaitu tanpa katalis, 34,5 mg (0,25 mmol), 69 mg (0,5 mmol), 103,5 mg (0,75 mmol), 138 mg (1 mmol), 276 mg (2 mmol) dan 141 mg (3 mmol) dalam *microwave*

berdaya 140 watt selama 4 menit. Penambahan katalis akan berpengaruh pada peningkatan kecepatan reaksi dengan adanya penurunan energi aktivasi sehingga waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi menjadi berkurang (Chang, 2010). Berdasarkan optimasi katalis K_2CO_3 yang telah dilakukan, variasi terhadap massa katalis memberikan rendemen hasil sintesis yang berbeda-beda. Hasil rendemen yang didapatkan berdasarkan variasi massa katalis K_2CO_3 yang telah dilakukan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil rendemen sintesis senyawa berdasarkan variasi massa katalis K_2CO_3

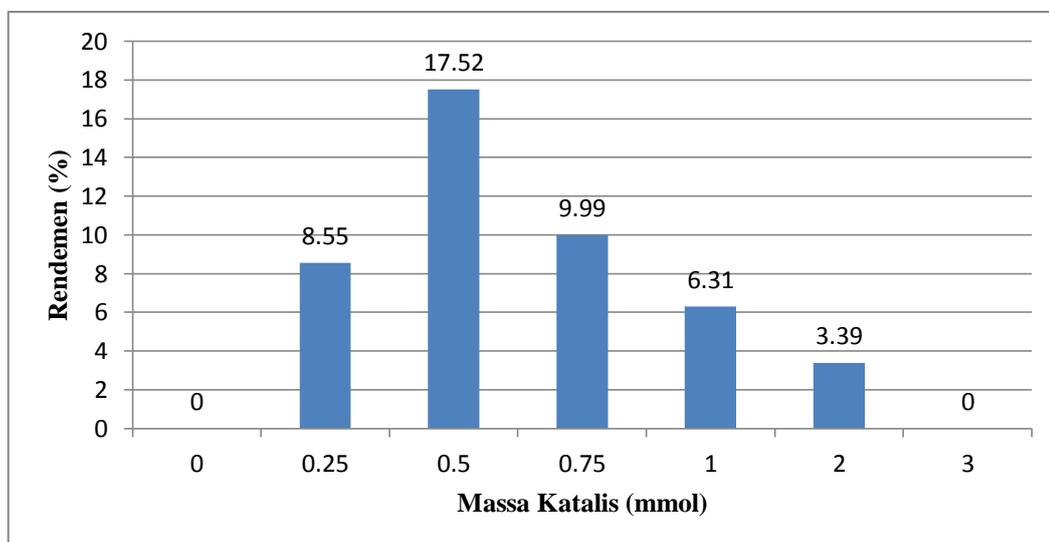
Katalis K_2CO_3 (mmol)	Rendemen (%)
0	0
0,25	8,55
0,5	17,52
0,75	9,99
1	6,31
2	3,39
3	0

Data hasil rendemen senyawa sintesis yang didapat menunjukkan adanya peningkatan rendemen yang diperoleh dengan dilakukannya penambahan massa katalis K_2CO_3 . Pengaruh katalis terhadap perolehan rendemen senyawa sintesis dapat dilihat pada gambar 1. Adanya penambahan massa katalis akan mempercepat reaksi yang terjadi. Kecepatan reaksi ini akan meningkat sampai kecepatan reaksi tidak dapat lebih cepat lagi, kondisi ini dinamakan titik optimum katalis (Chang, 2010). Pada kondisi ini didapatkan massa katalis optimum yang dapat memberikan reaksi tercepat dan hasil rendemen tertinggi. Massa katalis optimum pada tabel tersebut terletak pada massa katalis 69 mg (0,5 mmol). Adanya penambahan katalis melebihi kondisi optimum yaitu pada massa

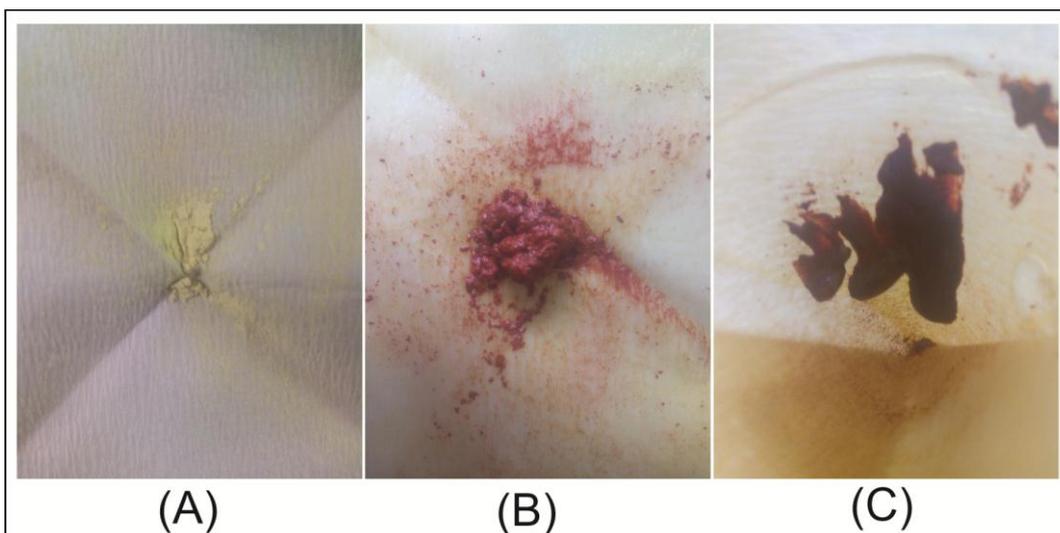
katalis 103,5 mg (0,75 mmol), 138 mg (1 mmol), 276 mg (2 mmol) dan 141 mg (3 mmol) terlihat adanya penurunan hasil rendemen yang diperoleh. Katalis bekerja dengan cara membentuk senyawa intermediet. Penambahan katalis berlebih menyebabkan kejenuhan senyawa intermediet sehingga terjadi reaksi balik yang akan mengurangi kecepatan reaksi dan berdampak pada penurunan jumlah rendemen yang diperoleh (Chang, 2010).

Padatan hasil reaksi yang baik memiliki karakteristik berwarna coklat kemerahan. Sintesis senyawa AEW1 yang dilakukan tanpa katalis tidak menunjukkan hasil karena padatan yang diperoleh memiliki karakteristik berwarna kuning pucat, lembek dan mudah larut saat disaring dengan etanol sehingga tidak menyisakan senyawa pada kertas

saring. Hal ini mungkin terjadi untuk melakukan reaksi sehingga karena molekul-molekul senyawa tidak diperoleh padatan hasil reaksi tidak memiliki energi yang cukup berwarna merah tua.



Gambar 1. Pengaruh massa katalis terhadap perolehan rendemen senyawa AEW1



Gambar 2. Padatan hasil reaksi pada variasi katalis (A) tanpa katalis (B) katalis 0,5 mmol (C) katalis 3 mmol

Sedangkan sintesis senyawa penambahan katalis sebesar 141 mg AEW1 yang dilakukan dengan (3 mmol) terbentuk hasil reaksi

berupa padatan berwarna hitam dan lengket, hal ini mungkin terjadi karena senyawa mengalami dekomposisi akibat penambahan katalis yang berlebih. Perbedaan padatan hasil reaksi yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 2.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa massa katalis optimum untuk mensintesis senyawa AEW1 adalah sebesar 69 mg (0,5 mmol) dengan perolehan rendemen sebesar 17,52%.

Saran

1. Perlu dilakukan perbaikan pada teknik rekristalisasi yang digunakan agar didapatkan rendemen senyawa target yang lebih besar.

2. Perlu dilakukan penelitian untuk mengisolasi senyawa hasil sintesis dikarenakan rendemen yang didapatkan sangat sedikit. Rendemen yang sedikit tersebut kemungkinan dikarenakan metode isolasi yang kurang baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Chang, R. (2010). *Chemistry. 10th Edition*. New York: Mc Graw Hill.
- Kateb, B. A., Hussein, A., & Baseer, M. A. (2016). *Microwave-Assisted Efficient Synthesis of Ortho Hydroxy Chalcones as Probes for Biological Activities. Human Journal*, 210-227.
- Patil, C. B., Mahajan, S. K., & Katti, S. A. (2009). Chalcone: A Versatile Molecule. *J. Pharm. Sci. & Res*, 1, 11-22.
- Srivastava, Y.k., (2006), Ecofriendly *microwave* assisted synthesis of some Chalcones, *Rasyan Journal Chemistry*, 1, 884-886.
- Susidarti, R. (2014). Sintesis dan Aktivitas Antioksidan Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-3-piridin-2-il-propenon. Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Vogel, A., Tatchell, A., Furnis, B., Hannaford, A., & Smith, P. (1996). *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry* (5th ed.). Prentice Hall.

Wibowo, A. E. (2013). Sintesis dan Uji Aktifitas Antiinflamasi Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)-propenon, *Tesis*, Pascasarjana Universitas Gajah Mada.