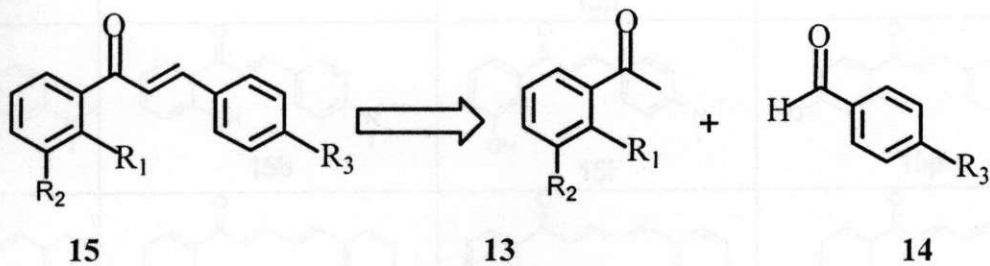


dalam jumlah dan variasi struktur yang banyak memungkinkan untuk mempelajari aplikasinya untuk tujuan terapeutik.

## IV. METODA PENELITIAN

### 4.1. Disain Penelitian

Pembentukan senyawa turunan calkon dilakukan sesuai dengan skema retrosintesis di bawah ini :



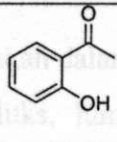
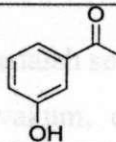
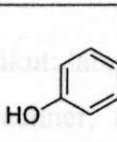
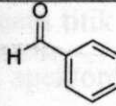
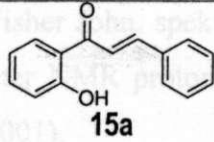
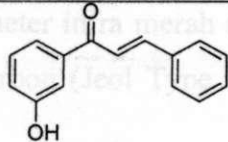
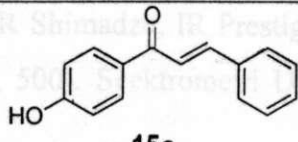
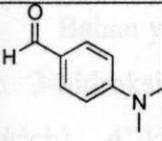
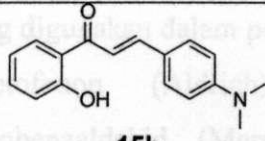
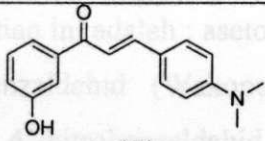
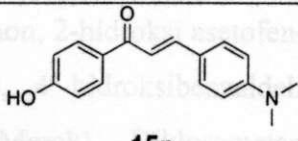
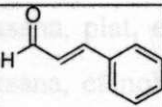
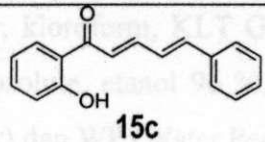
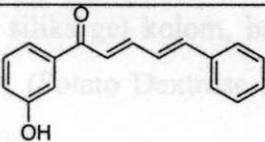
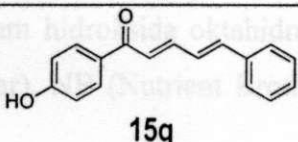
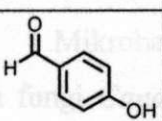
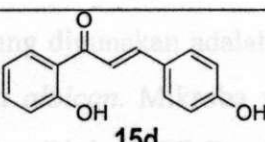
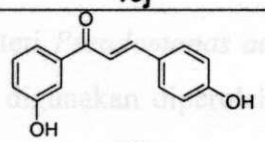
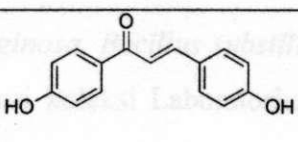
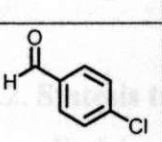
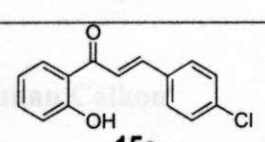
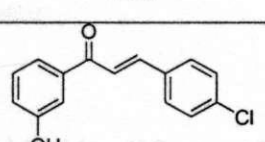
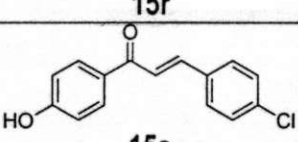
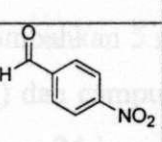
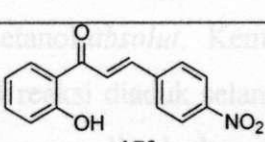
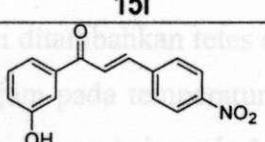
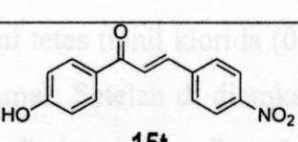
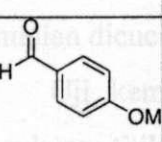
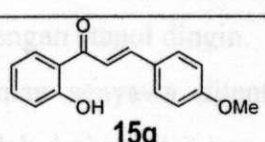
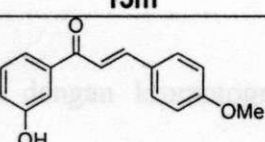
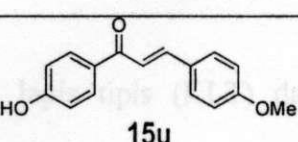
Skema 1. Analisis retrosintetik senyawa calkon

Metoda yang dipakai pada penelitian ini merupakan metoda eksperimen laboratorium yang dilakukan berdasarkan tahapan kerja sebagai berikut :

1. Sintesis senyawa calkon menggunakan katalis asam (mencari kondisi reaksi, pemurnian, dan penentuan struktur).
2. Uji antimikroba dari senyawa yang diperoleh dengan metode difusi agar

Sintesis senyawa analog calkon dilakukan dalam satu tahap reaksi melalui kondensasi aldol antara turunan asetofenon dan benzaldehid. Pendekatan yang dilakukan adalah menggunakan pendekatan kimia kombinatorial dengan senyawa awal asetofenon **13a**, 2'-hidroksiasetofenon **13b**, 3,-hidroksiasetofenon **13c** dan turunan aldehid *p*-klorobenzaldehid **14a**, *p*-hiroksibenzaldehid **14b** dan *p*-nitrobenzaldehyd **19c**.

Tabel. 1. Perpustakaan molekul kombinatorial hipotetik

|                                                                                    |                                                                                            |                                                                                            |                                                                                             |
|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                    |           |           |           |
|    | <br>15a   | <br>15h   | <br>15o   |
|    | <br>15b   | <br>15i   | <br>15p   |
|    | <br>15c   | <br>15j   | <br>15q   |
|    | <br>15d  | <br>15k  | <br>15r  |
|  | <br>15e | <br>15l | <br>15s |
|  | <br>15f | <br>15m | <br>15t |
|  | <br>15g | <br>15n | <br>15u |

Produk yang diperoleh selanjutnya diuji aktivitas biologinya sebagai antimikroba dengan menggunakan metoda difusi agar.

## 4.2. Metoda

### 4.2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: labu bulat, pengaduk magnet, kondensor refluks, lumpang, pompa vakum, corong buchner, termometer, alat penentu titik leleh Fisher John, spektrofotometer infra merah (FTIR Shimadzu, IR Prestige-21), spektrofotometer NMR proton dan karbon (Jeol Type ECA 500). Spektrometri UV-Visible (Hitachi U-2001).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : asetofenon, 2-hidroksi asetofenon dan 3-hidroksiasetofenon (Aldrich), benzaldehid (Wakopure), 4'-hidroksibenzaldehid (aldrich), 4'-klorobenzaldehid (Merck), 4'-nitrobenzaldehyd (Merck). Diklorometana, heksana, plat, eter, kloroform, KLT GF<sub>254</sub>, silika gel kolom, barium hidroksida oktahidrat, heksana, etanol absolute, etanol 96 %, PDA (Potato Dextrose Agar), NB (Nutrient Broth), NA (Nutrient Agar) dan WP (Water Peptone).

Mikroba yang digunakan adalah bakteri *Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus subtilis*, dan fungi *Candida albican*. Mikroba yang digunakan diperoleh dari koleksi Laboratorium Mikrobiologi Jurusan Biologi ITB Bandung.

### 4.2.2. Sintesis turunan Calkon

Kedalam campuran turunan benzaldehida (10 mmol), asetofenon (10 mmol), ditambahkan 5 ml etanol *absolut*. Kemudian ditambahkan tetes demi tetes tionil klorida (0.5 mL) dan campuran reaksi diaduk selama 2 jam pada temperatur kamar. Setelah di diamkan selama 24 jam, campuran diendapkan dengan penambahan air 5 ml. Padatan yang diperoleh kemudian dicuci dengan etanol dingin.

Uji kemurnian senyawa ditentukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dan pengukuran titik leleh dari padatan tersebut.

### 4.2.3. Analisis Produk

Produk murni yang diperoleh kemudian ditentukan strukturnya dengan alat spektroskopi ultraviolet, spektroskopi inframerah, spektroskopi NMR proton dan karbon.

Pengukuran spektrum ini dilakukan di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang.

#### 4.2.4. Uji aktivitas antimikroba

##### 4.2.4.1. Uji Aktivitas Antibakteri dengan Metoda Difusi

Biakan bakteri dalam agar miring diinokulasi dalam larutan NB (Nutrient Broth) yang telah disiapkan dalam keadaan steril, kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam. Biakan bakteri siap dipakai untuk uji bioaktivitas.

Satu ml biakan bakteri yang telah diremajakan dalam NB dipipet ke dalam cawan petri. Kira-kira 15 ml NA dibiarkan memadat, diatasnya diletakkan kertas cakram dengan diameter 6 mm yang telah dicelupkan ke dalam larutan dari senyawa calkon (10, 30, 60, dan 90 ugram/1ml etanol absolut). Setelah itu, cawan petri dibalikkan dan di Inkubasi pada suhu 37 °C selama 24 jam. Aktifitas antimikrobial ditentukan berdasarkan besarnya diameter daerah hambatan.

##### 4.2.4.2. Uji Aktivitas Antijamur dengan Metoda Difusi

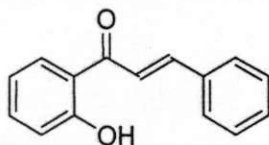
Larutan water peptone yang mengandung spora jamur dipipet sebanyak 1 mL ke dalam cawan Petri. PDA dipanaskan sampai mencair kemudian didinginkan pada suhu 50°C dan dituangkan sebanyak 15 mL kedalam cawan Petri. PDA dibiarkan memadat dan diatasnya diletakkan kertas cakram yang telah dicelupkan ke dalam sample yang akan diuji dengan konsentrasi sama seperti uji antimikroba dan kertas cakram yang dicelupkan ke dalam larutan etanol absolute sebagai control. Cawan Petri dibalikkan dan diinkubasi pada suhu 37°C. Diameter daerah bening disekitar kertas cakram diukur setelah diinkubasi selama 24 jam.

### V. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 5.1. Hasil

##### 5.1.1. Sintesis turunan calkon

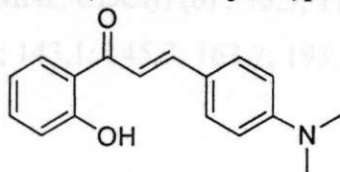
##### 5.1.1.1. (E)-1-(2-hidroksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on 15a (C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>)



- Padatan berwarna kuning dengan berat sebanyak 0,96 g.

- Rendemen 43 %.
- Titik leleh : 86-87<sup>0</sup>C
- Rf : 0,44 (eter : heksana = 1:9)
- Spektrum UV :  $\lambda_{Maks}$  nm (A) = 314,4 ; 221,8 ; 204,6
- Spektrum IR (cm<sup>-1</sup>):
- 1639,49 (C=O) ; 1573,91 (C=C)
- Spektrum NMR <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$ ) : 1,5708 (s); 2,1672 (s); 7,44 ; 6,95 (t); 7,03 (t); 7,44 (t); 7,51 (t); 7,67 (m); 7,92 (m); 7,94 (m); 12,82 (s).
- Spektrum NMR <sup>13</sup>C (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$ ) : 118,8; 119,1; 120,2; 120,3; 128,9; 129,2; 129,8; 131,1; 134,8; 136,6; 145,7; 163,8; 193,9.

5.1.1.2. (E)-3-(4-dimetilamino)fenil)-1-(2-hidrosifenil)prop-2-en-1-on 15b (C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>N)



- Padatan berwarna merah dengan berat sebanyak 0,82 g.
- Rendemen 62,2 %
- Titik leleh : 172-173<sup>0</sup>C
- Rf : 0,18 (eter: heksana= 1:9)
- Rf : 0,4 (eter: heksana = 2:3)
- Spektrum UV:  $\lambda_{Maks}$  nm (A)= 326,4; 273,2; 205,6
- Spektrum IR (cm<sup>-1</sup>) : 1620,21 (C=O); 1597,06 (C=C)
- Spektrum NMR <sup>1</sup>H (500 Hz, CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$ ) : 3,07 (s); 6,69; 6,71 (d); 6,93 (t); 7,01 (d); 7,46 (t); 7,58 (d); 7,92 (t); 13,21 (s).
- Spektrum NMR <sup>13</sup>C (500 Hz, CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$ ) : 40,3; 111,9; 114,44; 118,7; 118,7; 120,6; 122,5; 129,5; 131,0; 135,8; 146,7; 152,5; 163,7; 193,7.