

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 antimikrobal ditentukan berdasarkan besarnya diameter daerah hambatan.

4.2.4.2. Uji Aktivitas Antijamur dengan Metoda Difusi

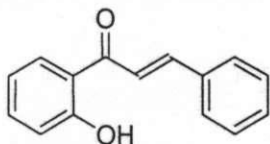
Larutan water peptone yang mengandung spora jamur dipipet sebanyak 1 mL ke dalam cawan Petri. PDA dipanaskan sampai mencair kemudian didinginkan pada suhu 50°C dan dituangkan sebanyak 15 mL kedalam cawan Petri. PDA dibiarkan memadat dan diatasnya diletakkan kertas cakram yang telah dicelupkan ke dalam 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

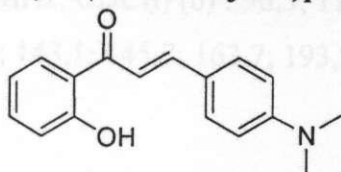
5.1.1.1. (E)-1-(2-hidroksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on 15a (C₁₅H₁₂O₂)



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

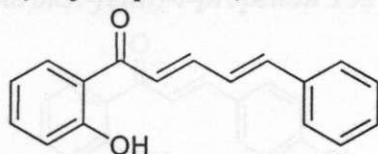
- Rendemen 43 %.
- Titik leleh : 86-87⁰C
- Rf : 0,44 (eter : heksana = 1:9)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm (A) = 314,4 ; 221,8 ; 204,6
- Spektrum IR (cm⁻¹):
- 1639,49 (C=O) ; 1573,91 (C=C)
- Spektrum NMR ¹H (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 1,5708 (s); 2,1672 (s); 7,44 ; 6,95 (t); 7,03 (t); 7,44 (t); 7,51 (t); 7,67 (m); 7,92 (m); 7,94 (m); 12,82 (s).
- Spektrum NMR ¹³C (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 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-hidroksifenil)prop-2-en-1-on 15b (C₁₇H₁₇O₂N)



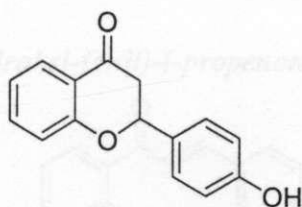
- Padatan berwarna merah dengan berat sebanyak 0,82 g.
- Rendemen 62,2 %
- Titik leleh : 172-173⁰C
- Rf : 0,18 (eter: heksana= 1:9)
- Rf : 0,4 (eter: heksana = 2:3)
- Spektrum UV: λ_{Maks} nm (A)= 326,4; 273,2; 205,6
- Spektrum IR (cm⁻¹) : 1620,21 (C=O); 1597,06 (C=C)
- Spektrum NMR ¹H (500 Hz, CDCl₃) (δ) : 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 ¹³C (500 Hz, CDCl₃) (δ) : 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.

5.1.1.3. (2E, 4E)-1-(2-hidroksifenil)-5-fenilpenta-2,4-dien-1-on 14f (C₁₇H₁₄O₂)



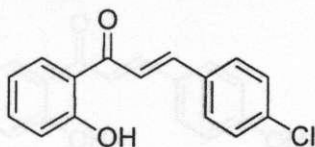
- Padatan berwarna kuning pekat dengan berat sebanyak 2,14 g.
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 85, 8%
- Titik leleh : 151-153 °C
- R_f : 0,54 (eter : heksana = 2:3)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm(A) = 257,0; 241,8; 207,8
- Spektrum IR (cm⁻¹): 1633,71(C=O); 1606,70 (C=C)
- Spektrum NMR ¹H (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 1,5792 (s); 6,93 (t); 7,0 (d); 7,07 (d); 7,23 (d); 7,37 (m); 7,50 (m); 7,7229 (m); 7,85 (d); 12,90 (s)
- Spektrum NMR ¹³C (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 96,3; 118,7; 118,9; 123,6; 126,8; 127,63; 129,1; 129,7; 136,1; 136,4; 143,1; 145,7; 163,7; 193,9.

5.1.1.4. Flavanon 15d



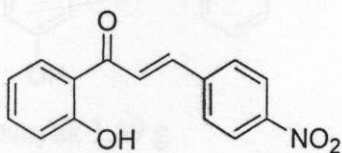
- Padatan berwarna kuning dengan berat sebanyak 0,74 g.
- Rendemen 31.4 %.
- Titik leleh : 171-173 °C
- R_f : 0,46 (heksana:etilasetat = 3:2)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm : 215, 251, 318
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3149, 1668, 1602, 1517, 1465.
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.37 (d, J=8.5 Hz, 2-H, H₂,H₆), 6.90 (d, J=8.5 Hz, 2-H, H₃,H₅), 3.1 dan 2.86 (dd, 1-H, H-a), 5.42 (dd, 1-H, H-□), 7.93 (dd, J=1.2 Hz dan J=8.5Hz, 2-H, H₂'), 7.05 (dd, 1-H, H₃'), 7.3 (ddl 1-H, H₅'), 7.50 (d,t,d, 1-H, H₄').

5.1.1.5. 3(4-kloro-fenil)-1-(2-hidroksi-fenil)-1-propenon 15e



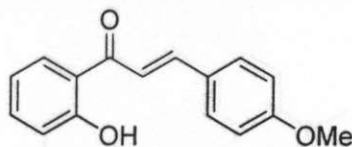
- Padatan berwarna kuning dengan berat sebanyak 0,295 g.
- Rendemen 22.8 %.
- Titik leleh : 138-140⁰C
- R_f : 0,63 (heksana:etilasetat = 3:2)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm , 235, 321
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3009 ; 1639 ; 1564 ; 1487.
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.91 (dd, 1-H H5'), 7.87 (d, J=15.3 Hz, 1-H, 1-H, H-β), 7.63 (d, d, J=15.7 Hz, 1-H, H-α), 7.60 (m, 2-H, H3 dan H5), 7.51 (m, 1H), H3,H5), 7.49. 7.52(d, J=8.5Hz, 2-H, H2'), 7.35 (t 1-H, H5'), 7.41 (t, 1-H, H4'), 7.04, (dd, 1H), 6.95 (m, 1H), 12.7 (OH)

5.1.1.6. 3(4-nitro-fenil)-1-(2-hidroksi-fenil)-1-propenon 15f



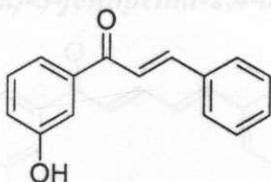
- Padatan berwarna kuning dengan berat sebanyak 0,16 g.
- Rendemen 20.1 %.
- Titik leleh : 152-154⁰C
- R_f : 0,62(heksana:etilasetat = 3:2)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm, 223, 297
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3084 ; 1645 ; 1587 ; 1523.
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.96 (m-2-H), 7.94 (t, 2-H), 7.3 (d, J=15.9 Hz, 1-H, H-β), 7.78 (d, d, J=15.9 Hz, 1-H, H-α), 7.64 (t, 2-H, H2 dan H6), 7.55 (m, 2H, H3,H5), 7.06 (d, 2H), 6.95 (m, 2H), 12.6 (OH)

5.1.1.7. 1-(2-hidroksifenil)-3-(4-metoksi-fenil)-propenon 15g ($C_{16}H_{14}O_2$)



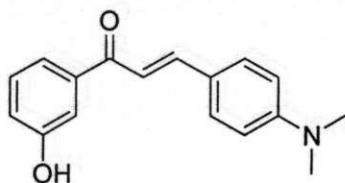
- Padatan berwarna kuning dengan berat sebanyak 0,16 g.
- Rendemen 60.1 %.
- Titik leleh : 152-154⁰C
- Rf : 0,62 (heksana:etilasetat = 9:1)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm, 223, 303
- Spektrum IR (cm^{-1}): 3084 ; 1645 ; 1587 ; 1523.
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.95 (m-2-H), 7.92 (t, 2-H), 7.41 (d, J=15.9 Hz, 1-H, H- β), 7.72 (d, d, J=15.9 Hz, 1-H, H- α), 7.61 (t, 2-H, H2 dan H6), 7.52 (m, 2H, H3,H5), 7.06 (d, 2H), 6.95 (m, 2H), 3.91 (s, 3H, OCH₃).

5.1.1.8. (E)-1-(3-hidroksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on 15h ($C_{15}H_{12}O_2$)



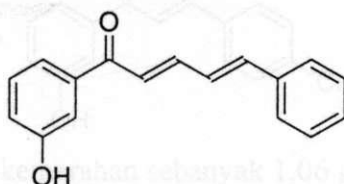
- Padatan berwarna kuning sebanyak 1.59 g
- Rendemen 68 %
- Titik leleh : 121-123 ⁰C
- Rf : 0,66 (etil asetat : heksana = 2,5:2,5)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm(A) = 303,5; 223,0
- Spektrum IR (cm^{-1}): 3215 (OH);1653 (C=O); 1577 (C=C)
- Spektrum NMR ¹H (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 7,1 (d); 7,33 (t); 7,23 (d); 7,39 (m); 7,49 (d); 7,52-7.6 (m); 7,88 (d)
- Spektrum NMR ¹³C (125 MHz, CDCl₃) (δ) : 96,29; 115,45; 120,92; 122,09; 128,74; 129,13; 130,05; 130,89; 134,86; 139,55; 145,64; 157,00; 191,21.

5.1.1.9. (E)-3-(4-dimetilamino)fenil)-1-(3-hidroksifenil)prop-2-en-1-on 14i (C₁₇H₁₇O₂N)



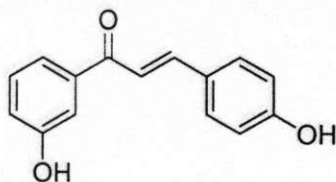
- Padatan berwarna coklat kemerahan sebanyak 0,94 g
- Rendemen 35 %
- Titik leleh : 170-172⁰C
- R_f : 0,48 (etil asetat : heksana = 2,5:2,5)
- Spektrum UV: λ_{Maks} nm (A) = 420,0; 265; 205
- Spektrum IR (cm⁻¹) : 3387 (OH); 1637 (C=O); 1536 (C=C)
- Spektrum NMR ¹H (500 Hz, CDCl₃) (δ) : 3,03 (s); 6,68; 6,70 (m); 7,05 (d); 7,32 (m); 7,30 (d); 7,33 (m); 7,53 (m); 7,74 (d), 7,78 (d).
- Spektrum NMR ¹³C (125 Hz, CDCl₃) (δ) : 40,30; 111,99; 115,24; 116,93; 118,87; 120,75; 125,28; 129,85; 130,73; 140,64; 146,45; 152,59; 156,61; 190,80.

5.1.1.10. (2E, 4E)-1-(3-hidroksifenil)-5-fenilpenta-2,4-dien-1-on 14j (C₁₇H₁₄O₂)



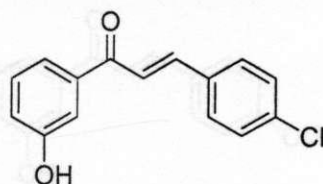
- Padatan berwarna kuning pucat 2,3 g
- Rendemen 93 %
- Titik leleh : 134-136 ⁰C
- R_f : 0,54 (etil asetat : heksana = 2,5:2,5)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm(A) = 339,0; 206,5
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3286 (OH); 1647 (C=O); 1564 (C=C)

5.1.1.11. 1-(3-hidroksifenil)-3-(4-hidroksi-fenil)-propenon 15k ($C_{15}H_{12}O_2$)



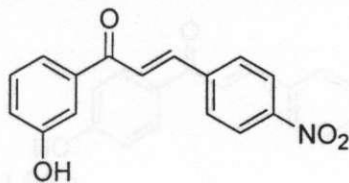
- Padatan berwarna kuning sebanyak 1.15 g
- Rendemen 48 %
- Titik leleh : $^{\circ}C$
- Rf : 0,40 (Diklorometan: metanol) = 9:1)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm(A); 205, 220, 239, 347
- Spektrum IR (cm^{-1}): 3329, 3296, 2484, 1653, 1566, 1514, 1448, 823.
- Spektrum 1H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) ; 7.61 (d, $J=8.5$ Hz, 2-H, H2,H6), 6.84 (d, $j=8.5$ Hz, 2-H, H3,H5), 7.49 (d, $J=15.7$ Hz, 1-H, H- α), 7.73 (d, $J=15.7$ Hz, 1-H, H- β), 7.52(d, $J=8.5$ Hz, 2-H, H2'), 7.35 (t 1-H, H5'), 7.41 (t, 1-H, H4'), 5.1 (OH).

5.1.1.12. 3-(4-kloro-fenil)-1-(3-hidroksifenil) propenon 15l



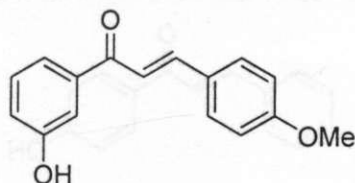
- Padatan berwarna coklat kemerahan sebanyak 1,06 g
- Rendemen 63 %
- Titik leleh : 158-159 $^{\circ}C$
- Rf : 0,57 (Diklorometan: metanol = 9:1)
- Spektrum UV: λ_{Maks} nm; 204, 224, 310
- Spektrum IR (cm^{-1}) : 3388, 3327, 1654, 1579, 1489, 1450.
- Spektrum 1H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) ; 7.72 (m, 2-H, H2,H6), 7.42 (m, 2-H, H3,H5), 7.68 (d, $J=15.4$ Hz, 1-H, H- α), 7.73 (d, $J=15.4$ Hz, 1-H, H- β), 7.56 (d, $J=8.5$ Hz, 2-H, H2'), 7.36 (t 1-H, H5'), 7.44 (t, 1-H, H4'), 5.1 (OH).

5.1.1.13. 1-(3-hidroksifenil)-3-(4-nitro-fenil)-propenon 15m



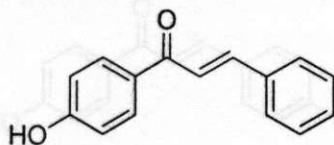
- Padatan berwarna hijau 1.06 g
- Rendemen 43 %
- Titik leleh : 101-103 °C
- Rf : 0,63 (Diklorometan: metanol = 9:1)
- Spektrum UV : 206, 228, 308
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3127, 1650, 1579, 1487, 1454
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.72 (m, 2-H, H₂,H₆), 7.42 (m, 2-H, H₃,H₅), 7.68 (d, J=15.4 Hz, 1-H, H- α), 7.73 (d, J=15.4 Hz, 1-H, H- β), 7.56 (d, J=8.5Hz, 2-H, H_{2'}), 7.36 (t 1-H, H_{5'}), 7.44 (t, 1-H, H_{4'}), 5.1 (OH).

5.1.1.14. 1-(3-hidroksifenil)-3-(4-metoksi-fenil)-propenon 15n



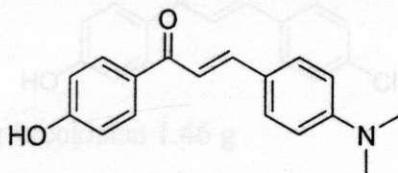
- Padatan berwarna kuning 1.16 g
- Rendemen 82 %
- Titik leleh : 92-94 °C
- Rf : 0,52 (Diklorometan: metanol = 9:1)
- Spektrum UV : 265, 3360
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3260, 1646, 1571, 1260,
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 7.99-8.03 (m, 2-H, H_{2'},H_{6'}), 7.44-7.58 (m, 3-H, H_{3'},H_{4'},H_{5'}), 7.40 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H- α), 7.74 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H- β), 7.28 (d, J=8.5Hz, 2-H, H₂), 7.13 (dd 1-H, H₆, J=8.2Hz), 6.87 (d, 1-H, H₅, J=8.5Hz), 3.93 (s, 3H, OCH₃).

5.1.1.15. 1-(4-hidroksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on 15o



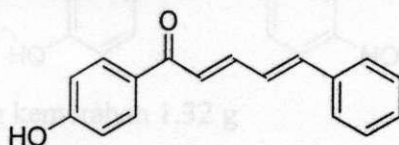
- Padatan berwarna kuning 1.06 g
- Rendemen 52 %
- Titik leleh : 186-188 °C
- Rf : 0,32 (Diklorometan: metanol = 9:1)
- Spektrum UV : 268, 367
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3168, 1672, 1218
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) ; 8.91 (1H, -OH), .8.09-8.03 (m, 2-H, H2',H6'), 7.44-7.58 (m, 3-H, H3',H4',H5'), 7.40 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H- α), 7.74 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H- β), 7.28 (d, J=8.5Hz, 2-H, H2), 7.13 (dd 1-H, H6, J=8.2Hz), 6.87 (d, 1-H, H5, J=8.5Hz), 3.93 (s, 3H, OCH₃).

5.1.1.16. 3-(4-dimetilamino)fenil)-1-(4-hidroksifenil)prop-2-en-1-on 15p



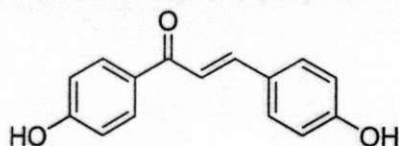
- Padatan berwarna kuning 1.24 g
- Rendemen 72 %
- Titik leleh : 176-179 °C
- Rf : 0,42 (Diklorometan: metanol = 9:1)

5.1.1.17. 1-(4-hidroksifenil)-5-fenilpenta-2-4-di-en-1-on 15q



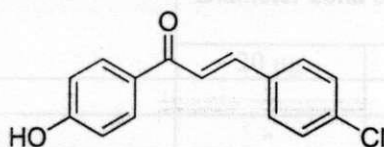
- Padatan berwarna kuning 1.12 g
- Rendemen 64 %
- Titik leleh : 145-147 °C
- Rf : 0,32 (Diklorometan: metanol = 9:1)

5.1.1.18. 3-(4-hidroksifenil)-3-(4-hidroksi-fenil)-propenon 15r



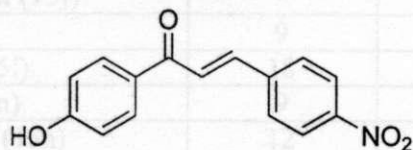
- Padatan berwarna kuning 1.52 g
- Rendemen 87 %
- Titik leleh : 192-194 °C
- Rf : 0,52 (Diklorometan: metanol = 9:1)
- Spektrum UV : 268, 3360
- Spektrum IR (cm⁻¹): 2926, 1643, 1591, 1348
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, MeOD) ; 8.54 (d, J=8.5Hz, 2-H), 8.28 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H-β), 8.16 (d, J=8.6 Hz, 2H), 8.13 (d, J=15.5 Hz, 1-H, H-α), 7.48 (d, J=8.7 Hz, 2-H), 7.41 (d, J=8.6Hz, 2-H).

5.1.1.19. 3-(4-kloro-fenil)-1-(4-hidroksifenil) propenon 15s



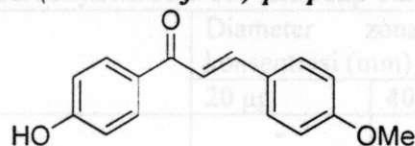
- Padatan berwarna kuning kecoklatan 1.46 g
- Rendemen 74 %
- Titik leleh : 167-169 °C
- Rf : 0,38 (Diklorometan: metanol = 9:1)

5.1.1.20. 3-(4-hidroksifenil)-3-(4-nitro-fenil)-propenon 15t



- Padatan berwarna kuning kemerahan 1.32 g
- Rendemen 68 %
- Titik leleh : 136-138 °C
- Rf : 0,45 (Diklorometan: metanol = 9:1)

5.1.1.21. 3-(4-hidroksifenil)-3-(4-metoksi-fenil)-propenon 15u



- Padatan berwarna kuning 2.7 g
- Rendemen 85 %
- Titik leleh : 170-172 °C
- Rf : 0,34 (Benzen: etil asetat = 10:2)
- Spektrum UV : 235, 340 nm
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3128, 3018, 1643, 1598, 1167,
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, DMSO) ; 8.05 (d), 7.82 (d), 7.77 (d, J=15.3 Hz, 1-H, H- α), 7.65 (d, J=15.3 Hz, 1-H, H- β), 7.00 (d, J=8.5Hz, 2-H, H2), 3.82 (s, 3H, OCH₃).

5.1.2. Hasil Uji aktivitas antimikroba

Tabel 2. Aktivitas antimikroba senyawa 15a-15i terhadap bakteri *B.subtilis*

Senyawa	Diameter zona bening berdasarkan konsentrasi (mm)		
	20 μ g	40 μ g	60 μ g
Kontrol	-	-	-
2'-Hidroksicalkon (15a)	-	-	-
4-dimetilamino-2'-hidroksicalkon (15b)	-	-	11
2'-hidroksifenilpentadienon (15c)	-	-	-
Flavanon (15d)	18	23	25
2'-Hidroksi-4-klorocalkon (15e)	13	19	21
2'-Hidroksi-4-nitrocalkon (15f)	12	19	21
2'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	10	12	16
3'-Hidroksicalkon (15h)	-	9	10
4-dimetilamino-3'-hidroksicalkon (15i)	-	8	10
3'-hidroksifenilpentadienon (15j)	-	-	-
3',4-dihidroksicalkon (15k)	9	24	26.5
3'-Hidroksi-4-klorocalkon (15l)	18	22	23
3'-hidroksi-4-nitrocalkon (15m)	9	14	15
3'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15n)	12	18	22
4'-Hidroksicalkon (15o)	?	?	?
4-dimetilamino-4'-hidroksicalkon (15p)	?	?	?
4'-hidroksifenilpentadienon (15q)	?	?	?
4',4-dihidroksicalkon (15r)	?	?	?
4'-hidroksi-4-klorocalkon (15s)	9	11	17
4'-hidroksi-4-Nitrocalkon (15t)	9	15	17
4'-hidroksi-4-metoksicalkon (15t)	?	?	?
Streptomisin	23	32	40

Tabel 3. Aktivitas antimikroba senyawa 15a-15i terhadap bakteri *P. aureginosa*

Senyawa	Diameter zona bening berdasarkan konsentrasi (mm)		
	20 µg	40 µg	60 µg
Kontrol	-	-	-
2'-Hidroksicalkon (15a)	-	-	-
4-dimetilamino-2'-hidroksicalkon (15b)	-	-	-
2'-hidroksifenilpentadienon (15c)	-	-	-
Flavanon (15d)	13	20	23
2'-Hidroksi-4-klorocalkon (15e)	15	22	23
2'-Hidroksi-4-nitrocalkon (15f)	13	19	20
2'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	10	12	18
3'-Hidroksicalkon (15h)	-	-	-
4-dimetilamino-3'-hidroksicalkon (15i)	-	-	-
3'-hidroksifenilpentadienon (15j)	-	-	-
3',4-dihidroksicalkon (15k)	14	18	28
3'-Hidroksi-4-klorocalkon (15l)	19	21	24
3'-hidroksi-4-nitrocalkon (15m)	9	15	18
3'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15n)	8	12	16
4'-Hidroksicalkon (15o)	?	?	?
4-dimetilamino-4'-hidroksicalkon (15p)	?	?	?
4'-hidroksifenilpentadienon (15q)	?	?	?
4',4-dihidroksicalkon (15r)	-	8	10
4'-hidroksi-4-klorocalkon (15s)	-	8	13
4'-hidroksi-4-Nitrocalkon (15t)	-	12	20
4'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15u)	?	?	?
Streptomisin	23	26	28

Tabel 4. Aktivitas antimikroba senyawa **15a-15i** terhadap fungi *Candida albican*

Senyawa	Diameter zona bening berdasarkan konsentrasi (cm)		
	20 µg	40 µg	60 µg
Kontrol	-	-	-
2'-Hidroksicalkon (15a)	-	-	-
4-dimetilamino-2'-hidroksicalkon (15b)	-	-	-
2'-hidroksifenilpentadienon (15c)	-	-	-
Flavanon (15d)	16	19	21
2'-Hidroksi-4-klorocalkon (15e)	14	18	20
2'-Hidroksi-4-nitrocalkon (15f)	13	16	17
2'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	12	17	18
3'-Hidroksicalkon (15h)	-	-	-
4-dimetilamino-3'-hidroksicalkon (15i)	-	-	-
3'-hidroksifenilpentadienon (15j)	-	-	-
3',4-dihidroksicalkon (15k)	11	14	17.5
3'-Hidroksi-4-klorocalkon (15l)	15	20	23
3'-hidroksi-4-nitrocalkon (15m)	10	12	15
3'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	12	15	17
4'-Hidroksicalkon (15o)	?	?	?
4-dimetilamino-4'-hidroksicalkon (15p)	?	?	?
4'-hidroksifenilpentadienon (15q)	?	?	?
4',4-dihidroksicalkon (15r)	-	?	?
4'-hidroksi-4-klorocalkon (15s)	-	?	?
4'-hidroksi-4-Nitrocalkon (15t)	-	?	?
4'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15u)	?	?	?
ketokenazol	14	18	23

Ctt; - (tidak terdeteksi); ? (belum di uji).

5.2. Pembahasan

5.2.1. Sintesis Analog Calkon

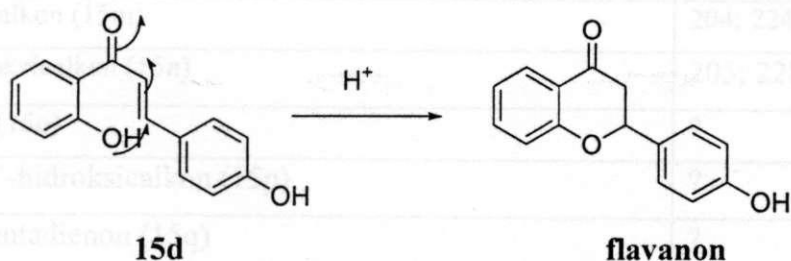
Mekanisme pembentukan senyawa turunan calkon merupakan reaksi kondensasi antara suatu keton aromatik dengan suatu aldehid aromatik dalam suasana asam atau basa. Pada penelitian terdahulu kami menggunakan basa sebagai katalis, secara umum reaksi

berjalan dengan baik tetapi untuk calkon yang mengandung hidroksi reaksi menjadi sulit, baik dalam hal rendemen maupun dalam pengerjaannya (Zamri dkk, 2007). Oleh karena itu pada penelitian ini kami mencoba melakukan sintesis turunan calkon dengan metoda asam yang diperoleh secara insitu dari reaksi antara tionil klorida dengan air yang terdapat dalam etanol absolut. Secara teoritis metoda ini cukup bagus karena kondisi reaksi cukup kering artinya tidak ada air di dalam media larutan yang akan mengganggu kesetimbangan. Hal ini disebabkan air yang terbentuk selama proses reaksi akan beraksi kembali dengan tionil klorida (Zamri dkk, 1999; Petrova dkk, 2008).

Secara umum rendemen reaksi untuk metoda ini cukup baik (61-85%) terutama untuk calkon yang tidak mempunyai gugus hidroksi pada cincin benzennya. Namun untuk calkon yang mengandung gugus hidroksi rendemen reaksi bervariasi yaitu antara 23-88%, hal ini mungkin berhubungan dengan kelarutan senyawa tersebut dalam etanol absolut dan air. Senyawa calkon yang mengandung hidroksi lebih polar sehingga mungkin tidak membentuk padatan secara sempurna, sehingga masih banyak yang tersisa di dalam larutan. Penyebab lain adalah hilangnya produk selama proses *work-up* terutama pada pencucian dengan etanol dingin. Rendemen bisa ditingkatkan melalui reekstraksi fase air dengan etilasetat dan setelah pengeringan diperoleh rendemen total antar 69-92%. Untuk turunan 3-nitrobenzaldehyd atau 4-nitrobenzaldehyd katalis asam tidak memberikan hasil maksimal namun belum didapat alasan kenapa hal tersebut bisa terjadi. Namun bila dilakukan dalam suasana basa reaksi berjalan dengan baik meskipun rendemennya juga tidak terlalu tinggi.

Khusus untuk senyawa calkon turunan 2'-hidroksi asetofenon, munculnya dua produk (Rf 0.46 dan Rf 0.38, heksana:etilasetat, 3:2). Produk pertama (Rf 0.46) adalah senyawa flavanon yang muncul akibat adanya reaksi yang berkelanjutan **Skema. 2**. Reaksi ini menjadi lebih mudah karena kondisi reaksi yang asam dan tidak mengandung air. Hal ini dapat dibuktikan dengan data $^1\text{H NMR}$ dimana tidak munculnya proton C- α dan C- β dengan konstanta kopling sekitar 15-16 Hz yang merupakan ciri khas dari senyawa calkon. Munculnya sinyal pada 3.1 dan 2.86 (*dd*, 1-H) merupakan ciri dari sinyal H- α , dan sinyal pada 5.42 (*dd*, 1-H) yang merupakan ciri khas H- β . Dari data $^1\text{H NMR}$ dan dengan membandingkan dengan data flavanon yang sudah ada (Shakil, dkk., 2008, Maltese, dkk., 2009), maka dapat dipastikan bahwa senyawa dengan Rf 0.46 adalah merupakan senyawa

flavanon **16**. Hal yang sama sering ditemukan dalam sintesis calkon yang berasal dari 2'-hidroksi asetofenon baik dalam suasana basa maupun dalam suasana asam (Kumar, dkk., 2008)



Skema 2. Reaksi pembentukan flavanon

Spektrum UV dari senyawa calkon **15a-15u** pada umumnya memperlihatkan adanya 2 pola serapan maksimum untuk turunan asetofenon yang tidak mengandung gugus hidroksi yaitu pada 234-240 nm. Untuk turunan asetofenon tersubstitusi gugus hidroksi memperlihatkan adanya 3 puncak serapan maksimum 204-207 nm, 220-273 nm dan serapan maksimum ke tiga pada 306-420 nm berhubungan dengan serapan dari turunan benzaldehid yang bisa mengalami ekstensi sekitar 100 nm terutama karena adanya gugus hidroksi, kloro dan nitro. Serapan maksimum ini tertinggi antara 330-347 menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki ikatan rangkap terkonjugasi dengan gugus ausokrom hidroksi. Data UV lengkap dapat dilihat dari tabel **5** berikut:

Tabel 5 . Data Spektrum Ultraviolet Turunan Calkon

Senyawa Calkon	Data UV (nm)
2'-Hidroksicalkon (15a)	204; 221; 314,
4-dimetilamino-2'-hidroksicalkon (15b)	205; 273; 420
2'-hidroksifenilpentadienon (15c)	207; 241; 341
Flavanon (15d)	238; 246
2'-Hidroksi-4-klorocalkon (15e)	205; 273; 420
2'-Hidroksi-4-nitrocalkon (15f)	207; 241; 341
2'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	206; 265; 312
3'-Hidroksicalkon (15h)	203; 303,5
4-dimetilamino-3'-hidroksicalkon (15i)	205; 265; 420

3'-hidroksifenilpentadienon (15j)	206,5; 339
3',4-dihidroksicalkon (15k)	205; 239; 347
3'-Hidroksi-4-klorocalkon (15l)	204; 224; 310
3'-hidroksi-4-nitrocalkon (15m)	204; 224; 310
3'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15n)	205; 228; 314
4'-Hidroksicalkon (15o)	?
4-dimetilamino-4'-hidroksicalkon (15p)	?
4'-hidroksifenilpentadienon (15q)	?
4',4-dihidroksicalkon (15r)	238; 330
4'-hidroksi-4-klorocalkon (15s)	234; 309
4'-hidroksi-4-Nitrocalkon (15t)	240; 306
4'-hidroksi-4-metoksicalkon (15t)	?

Spektrum IR analog calkon pada umumnya menunjukkan frekuensi vibrasi khas untuk gugus C=O sekitar 1620-1658 cm^{-1} dan gugus C=C sekitar 1564-1597 cm^{-1} dan gugus fenolik pada bilangan gelombang 3227- 3329 cm^{-1} (Kem, 1975). Selanjutnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 6. Spektrum IR Senyawa Turunan Calkon

Nama	Vibrasi -O-H, cm^{-1}	Vibrasi C=O, cm^{-1}	Vibrasi C=C, cm^{-1}
2'-Hidroksicalkon (15a)	2839	1639	1574
4-dimetilamino-2'-hidroksicalkon (15b)	2958	1620	1597
2'-hidroksifenilpentadienon (15c)	2956	1633	1606, 1566
Flavanon (15d)	2958	1620	1597
2'-Hidroksi-4-klorocalkon (15e)	2839	1639	1574
2'-Hidroksi-4-nitrocalkon (15f)	2956	1633	-
2'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15g)	2959	1657	-
3'-Hidroksicalkon (15h)	3215	1653	1577
4-dimetilamino-3'-hidroksicalkon (15i)	3387	1637	1536
3'-hidroksifenilpentadienon (15j)	3286	1647	1564
3',4-dihidroksicalkon (15k)	3320	1675	1577

3'-Hidroksi-4-klorocalkon (15l)	3388	1654	1579
3'-hidroksi-4-nitrocalkon (15m)	3286	1647	1564
3'-Hidroksi-4-metoksicalkon (15n)	3268	1658	1567
4'-Hidroksicalkon (15o)	?	?	?
4-dimetilamino-4'-hidroksicalkon (15p)	?	?	?
4'-hidroksifenilpentadienon (15q)	?	?	?
4',4-dihidroksicalkon (15r)	3323	1649	1558
4'-hidroksi-4-klorocalkon (15s)	-	1658	1595
4'-hidroksi-4-Nitrocalkon (15t)	-	1639	1539
4'-hidroksi-4-metoksicalkon (15u)	?	?	?

Spektrum ^1H NMR turunan calkon pada umumnya menunjukkan adanya pergeseran kimia yang khas yaitu munculnya puncak *doublet* dengan konstanta kopling sekitar 15-16 Hz yang berhubungan dengan adanya proton C- α (7.22-7.67 ppm) dan C- β (7.49-7.94 ppm). Demikian pula untuk ^{13}C C- α (125-131 ppm) dan C- β (145-146 ppm). Spektrum NMR untuk calkon umumnya menunjukkan sinyal khas untuk tipe proton C- α dan C- β yaitu munculnya sinyal *doublet* dengan konstanta kopling antara 15-16 Hz. Hal ini berhubungan dengan bentuk konfigurasi trans (*E*) dari kedua proton tersebut.

Pergeseran kimia proton C- α dan C- β calkon **15a-15u** bervariasi untuk masing-masing senyawa demikian pula sinyalnya kadang terlihat dengan jelas misal untuk senyawa **15b** dan yang lainnya bergabung berbentuk multiplet dengan sinyal proton aromatik. Namun demikian dengan melihat pola sinyalnya, sinyal *doublet* ini mudah dikenali.

Spektrum NMR untuk 2'-hidroksicalkon **15a-15g** umumnya juga menunjukkan sinyal khas untuk tipe proton C- α dan C- β yaitu munculnya sinyal *doublet* dengan konstanta kopling antara 15-16 Hz. Hal ini berhubungan dengan bentuk konfigurasi trans (*E*) dari kedua proton tersebut. Disamping itu juga ada sinyal khas dari gugus OH pada pergeseran kimia 12,9 sampai 13,1 ppm. Beberapa contoh data ^1H NMR dan dari senyawa calkon dapat dilihat pada tabel 7 berikut.

Tabel 7 Spektrum ^1H NMR 2'-Hidroksicalkon 15d-15f

	Flavanon 15d	2'-Hidroksi-4-Klorocalkon 15e	2'-Hidroksi-4-Nitrocalkon 15f
	^1H	^1H	^1H
2/6	7.37 (d, J=8.5Hz)	7.61 (d, J=8.5Hz)	7.72 (m)
3/5	6.90 (d, j= 8.6Hz)	6.84 (d, J=8.5Hz)	7.42 (m)
C- α	3.1 (dd), 2.86 (dd)	7.49 (d, J=15.7 Hz)	7.68 (d, J= 15.4Hz)
C- β	5.42 (dd)	7.73 (d, J= 15.7 Hz)	7.73 (d, J=15.4Hz)
2'	7.93 (dd, J=1.2 & 8 Hz)	7.52 (d, J=8.5Hz)	7.56 (d,)
3'	7.05 (dd)		
4'	7.50 (d, t, d)	7.52 (d, J=8.5Hz)	7.73 (m)
5'	7.03 (dd,)	7.35 (t)	7.36 (t)
6'		7.41 (t)	7.44 (m)
OH	5.1	5.1	5.1

Spektrum ^1H NMR untuk turunan 3'-hidroksicalkon **15h-15n** menunjukkan adanya sinyal khas *doublet* dengan tetapan kopling sebesar 15-16 Hz proton yang berhubungan dengan sinyal pada C- α dan C- β . Hal ini berarti proton pada ikatan rangkap ini mempunyai konfigurasi trans (*E*). Sinyal *doublet* dengan konstanta kopling sekitar 8.5 Hz menunjukkan adanya proton yang simetris yaitu untuk proton pada C-2 dengan C-6 dan C-3 dengan C-5. Proton pada atom C-2' dan C-5' ditunjukkan pada pergeseran kimia sekitar 7,56 ppm, sedangkan C-4' dan C-6' berturut-turut ditunjukkan pada pergeseran kimia 7.36 ppm dan 7,44 ppm. Sedangkan untuk proton pada gugus hidroksil tidak kelihatan dalam spektrum, dan hal ini adalah biasa karena beberapa pengaruh seperti pelarut dan struktur molekul.

Beberapa data ^1H NMR untuk turunan 3'-hidroksicalkon dapat dilihat pada **tabel 8** berikut.

Tabel 8. Spektrum ¹H Turunan 3'-Hidroksicalkon 15g-i

No. C	3',4-dihidroksicalkon 15k	3'-Hidroksi-4-klorocalkon 15l	3,-Hidroksi-4-nitrocalkon 15m
	¹ H	¹ H	¹ H
2/6	7.61 (d, J=8.5Hz)	7.72 (m)	7.71 (d, J=8.5Hz)
3/5	6.84 (d, J=8.5Hz)	7.42 (m)	6.82 (d, J=8.5Hz)
C-α	7.49 (d, J=15.7 Hz)	7.68 (d, J= 15.4Hz)	7.53 (d, J=15.7 Hz)
C-β	7.73 (d, J= 15.7 Hz)	7.73 (d, J=15.4Hz)	7.67(d, J= 15.7 Hz)
2'	7.52 (d, J=8.5Hz)	7.56 (d,)	7.48 (d, J=8.5Hz)
3'			
4'	7.35 (t)	7.36 (t)	7.37 (t)
5'	7.52 (d, J=8.5Hz)	7.73 (m)	7.48 (d, J=8.5Hz)
6'	7.41 (t)	7.44 (m)	7.46(t)

5.2.2. Uji Aktivitas Antimikroba

Uji aktivitas antimikroba terhadap 9 senyawa analog (15a-i) dilakukan dengan metoda difusi agar pada konsentrasi 20, 40 dan 60 ug. DMSO digunakan sebagai kontrol negatif, sedangkan sebagai kontrol positif adalah streptomisin

Secara umum dapat dikatakan bahwa semua analog calkon mempunyai aktivitas sebagai antimikroba dengan intensitas yang beragam kecuali untuk calkon 15a-c. Uji antimikroba terhadap bakteri Gram positif *B.subtilis* memperlihatkan zona bening pada semua konsentrasi dan zona bening semakin besar dengan bertambahnya konsentrasi. Daya hambat makin besar bila pada kedua cincin aromatik mempunyai gugus fungsi baik hidroksi, nitro atau kloro. Pengaruh gugus fungsi hidroksi pada turunan asetofenon lebih kuat dibanding pengaruh gugus fungsi pada turunan aldehyd. Hal yang sama juga diamati untuk bakteri Gram negatif *P. aureginosa*, namun daya hambatnya sedikit lebih kuat dibandingkan bakteri Gram positif. Namun, daya hambat ke 17 analog calkon masih lebih rendah jika dibandingkan dengan streptomisin. Sedangkan Uji antimikroba terhadap fungi *Candida albicans* pada ketiga senyawa tersebut baru memperlihatkan zona bening pada konsentrasi diatas 40 dan 60 µL.