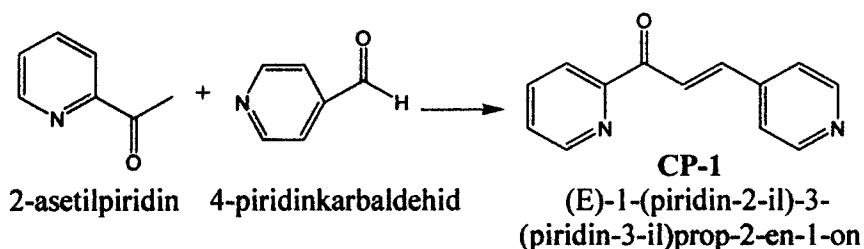


IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis delapan senyawa kalkon turunan piridin sesuai dengan target yang telah ditetapkan sebelumnya. Sementara itu, ada dua senyawa kalkon piridin lain yang sedang dilakukan proses pemurnian dan lima senyawa lagi dalam proses sintesis. Kedelapan senyawa kalkon piridin tersebut, telah dilakukan juga uji antibakteri, adalah sebagai berikut:

1). Sintesis kalkon CP-1 dari 2-asetilpiridin dan 4-piridinkarbaldehid



Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

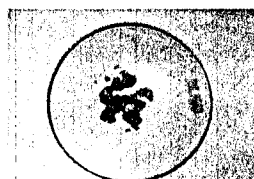
- Wujud: padat
- Warna: kuning
- Persentase rendeman = 77,60 %
- Titik leleh = 136-138 °C
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):

Kloroform : metanol (9 : 1) : Rf = 0,62

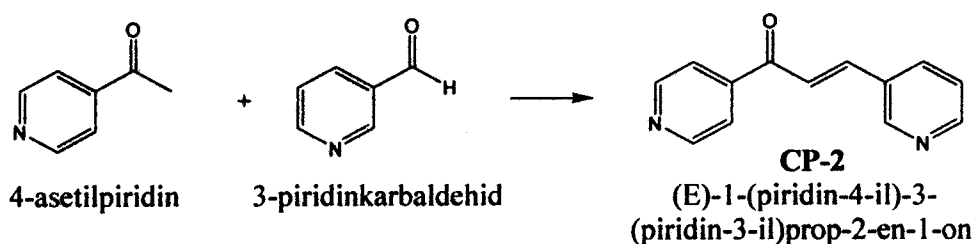
Kloroform : aseton (1 : 1) : Rf = 0,44

Kloroform : aseton (3 : 2) : Rf = 0,30

- Data spektroskopi: IR $\nu_{\max}$ (KBr): 1691, 1595, 1415 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD , 500 MHz) δ : 6,9 – 8,2 ppm; $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD , 125 MHz) δ : 121,7, 122,9, 123,7, 125,5, 126,6, 138,1, 138,3, 149,0, 149,3, 149,6, 149,9, 164,3, 204,8 ppm.
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (9,3 mm), *Staphylococcus aureus* (8,7 mm) dan *Escherichia coli* (7,0 mm).



2). Sintesis calkon CP-2 dari 4-asetilpiridin dan 3-piridinkarbaldehid

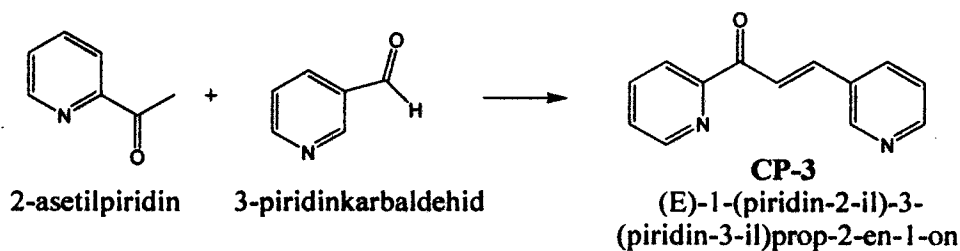


Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: oranye
- Persentase rendeman = 28,60 %
- Titik leleh = 217-219 °C
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 - Kloroform : etil asetat (4 : 1) : Rf = 0,10
 - Kloroform : aseton (4 : 1) : Rf = 0,32
 - Kloroform : metanol (9 : 1) : Rf = 0,85
- Data spektroskopi: IR $\nu_{\max}$ (KBr): 3408, 1620, 1512, 1448 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD , 500 MHz) δ : 8,3 – 9,2 ppm; $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD , 125 MHz) δ : 125,7, 127,1, 128,5, 130,0, 138,6, 139,3, 140,0, 140,9, 145,5, 146,1, 146,8, 155,9 ppm.
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (8,0 mm), *Staphylococcus aureus* (8,3 mm) dan *Escherichia coli* (7,0 mm).

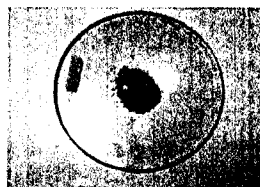


3). Sintesis calkon CP-3 dari 2-asetilpiridin dan 3-piridinkarbaldehid



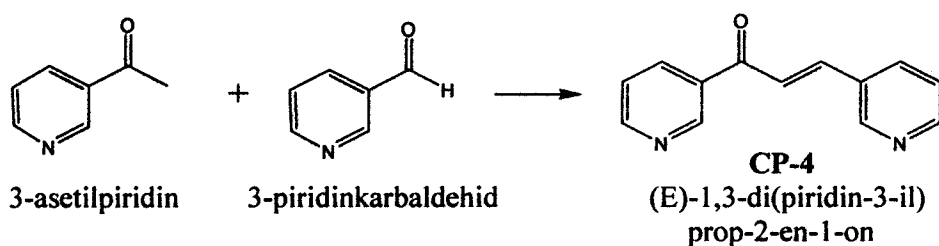
Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: kuning
- Persentase rendeman = 28,15 %
- Titik leleh = 195-197 °C



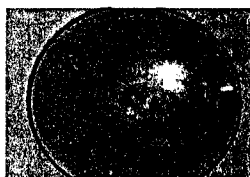
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,70
 Kloroform : aseton (3 : 2) : Rf = 0,42
 Kloroform : aseton (4 : 1) : Rf = 0,16
- Data spektroskopi: $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD , 500 MHz) δ : 7,4 – 8,7 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (13,0 mm), *Staphylococcus aureus* (12,0 mm) dan *Escherichia coli* (12,0 mm).

4). Sintesis calkon CP-4 dari 3-asetilpiridin dan 3-piridinkarbaldehid

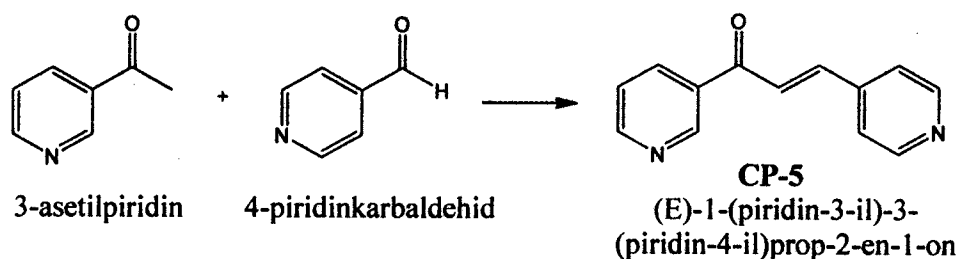


Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: putih kekuningan
- Persentase rendeman = 30,40 %
- Titik leleh = 213-215 $^{\circ}\text{C}$
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,80
 Kloroform : aseton (4 : 1) : Rf = 0,42
 Kloroform : etil asetat (4 : 1) : Rf = 0,06
- Data spektroskopi: $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD , 500 MHz) δ : 7,7 – 9,1 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (8,3 mm), *Staphylococcus aureus* (7,3 mm) dan *Escherichia coli* (7,3 mm).

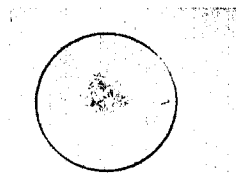


5). Sintesis calkon CP-5 dari 3-asetilpiridin dan 4-piridinkarbaldehid

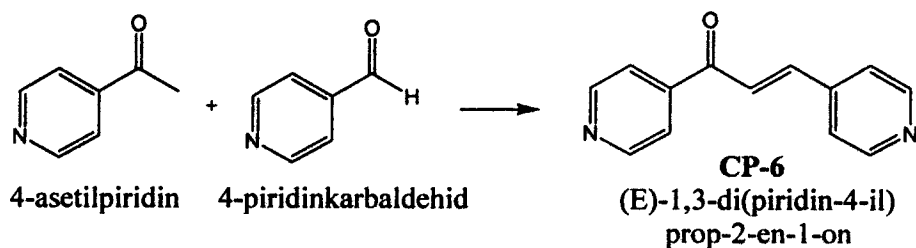


Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: putih kekuningan
- Persentase rendeman = 25,84 %
- Titik leleh = 295-296 °C
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 - Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,86
 - Kloroform : aseton (4 : 1) : Rf = 0,30
 - Kloroform : etil asetat (4 : 1) : Rf = 0,08
- Data spektroskopi: ¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ: 7,9 – 8,7 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (8,0 mm), *Staphylococcus aureus* (7,3 mm) dan *Escherichia coli* (7,6 mm).

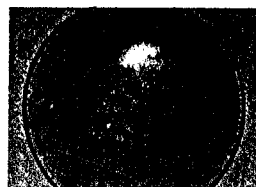


6). Sintesis calkon CP-6 dari 4-asetilpiridin dan 4-piridinkarbaldehid

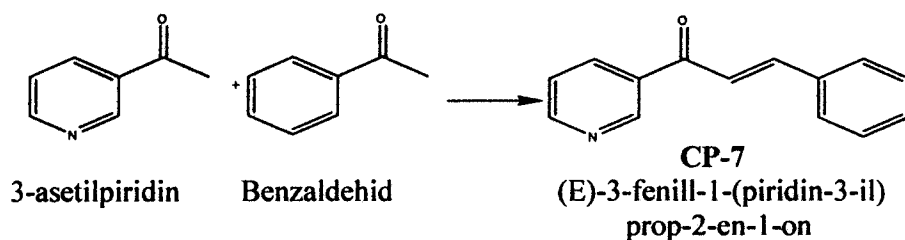


Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: oranye
- Persentase rendeman = 12,58 %
- Titik leleh = 298-299 °C
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 - Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,76
 - Kloroform : aseton (4 : 1) : Rf = 0,30
 - Kloroform : etil asetat (4 : 1) : Rf = 0,08
- Data spektroskopi: ¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ: 7,5 – 8,8 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (10,3 mm), *Staphylococcus aureus* (8,3 mm) dan *Escherichia coli* (7,0 mm).

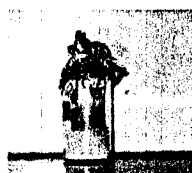


7). Sintesis calkon CP-7 dari 3-asetilpiridin dan benzaldehid

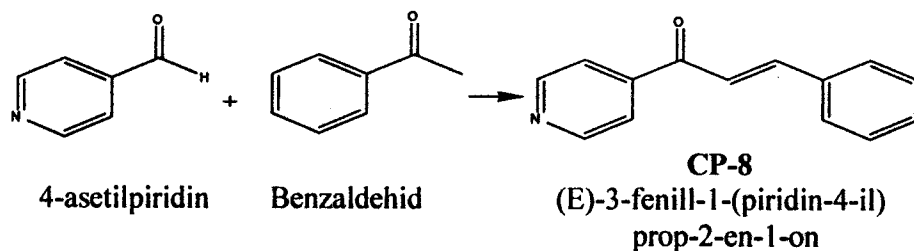


Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- Wujud: padat
- Warna: kuning muda
- Persentase rendeman = 84,15 %
- Titik leleh = 215-217 °C
- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 - Kloroform : aseton (9 : 1) : Rf = 0,16
 - Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,42
 - Kloroform : metanol (4 : 1) : Rf = 0,86
- Data spektroskopi: ¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ: 6,9 – 9,1 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (11,3 mm), *Staphylococcus aureus* (9,0 mm) dan *Escherichia coli* (8,0 mm).



8). Sintesis calkon CP-8 dari 4-asetilpiridin dan benzaldehid



Data pengamatan senyawa hasil sintesis:

- **Wujud:** padat
- **Warna:** oranye
- **Persentase rendeman** = 91,40 %
- **Titik leleh** = 130-132 °C



- Uji Kromatografi lapis tipis (KLT):
 - Kloroform : aseton (9 : 1) : Rf = 0,16
 - Kloroform : metanol (9: 1) : Rf = 0,48
 - Kloroform : metanol (4 : 1) : Rf = 0,82
- Data spektroskopi: $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD , 500 MHz) δ : 7,1 – 8,3 ppm
- Data uji antibakteri (ddh): *Bacillus subtilis* (8,6 mm), *Staphylococcus aureus* (9,0 mm) dan *Escherichia coli* (8,0 mm).

4.2. Pembahasan

Semua calkon hasil sintesis berbentuk padatan kristal yang mempunyai warna kuning muda sampai oranye. Hal ini merupakan karakteristik senyawa calkon yang memiliki sistem ikatan rangkap terkonyugasi. Berdasarkan jumlah rendemen ternyata hasil sintesis calkon piridin dari asetilpiridin dan benzaldehid memiliki rendemen yang besar, yaitu (E)-3-fenil-1-(piridin-4-il)prop-2-en-1-on (CP-8 = 91,40 %) dan (E)-3-fenil-1-(piridin-3-il) prop-2-en-1-on (CP-7 = 84,15 %) dibandingkan calkon yang kedua cincin aromatisnya berasal dari inti piridin. Hal ini disebabkan pengaruh atom nitrogen yang bersifat basa terhadap atom karbon gugus karbonil dari piridinkarbaldehid, sehingga akan mempersulit serangan nukleofil dari asetilpiridin terhadap gugus karbonil dari piridinkarbaldehid tersebut.

Dari hasil pengukuran titik leleh dan uji KLT dengan menggunakan 3 sistem pelarut berbeda (memberikan nilai Rf berbeda) ternyata semua senyawa calkon piridin yang diperoleh dapat disimpulkan telah murni. Berdasarkan hasil analisis spektroskopi, ternyata pada spektrum beberapa senyawa terdapat sinyal-sinyal yang sedikit mengganggu dalam interpretasi spektrum tersebut. Hal ini mungkin bisa terjadi akibat masih adanya sedikit kontaminan pada sampel senyawa atau mungkin adanya sedikit kelemahan dalam persiapan sampel dan peralatan analisis. Namun demikian kelemahan tersebut masih dalam batas toleransi dan semua spektrum tersebut masih dapat diinterpretasi dengan baik. Analisis spektrum ini telah dipermudah oleh adanya referensi dan spektrum pembanding terutama dari senyawa-senyawa yang mengandung inti piridin.

Spektrum IR senyawa (E)-1-(piridin-2-il)-3-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on (CP-1) menunjukkan adanya puncak pada frekuensi vibrasi (ν) 1691 cm^{-1} sebagai karakteristik adanya gugus karbonil dan puncak pada ν 1595 dan 1415 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan rangkap C=C. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan puncak-puncak pada pergeseran kimia (δ) $6,9 - 8,2\text{ ppm}$ yang merupakan karakteristik dari puncak proton-proton aromatik dan ikatan rangkap C=C. Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ menunjukkan adanya sinyal untuk 13 atom karbon yang sesuai dengan senyawa kalkon piridin, dimana sinyal pada δ $204,8\text{ ppm}$ merupakan sinyal atom karbon dari gugus karbonil. Sedangkan 12 sinyal karbon lainnya terdiri dari 10 sinyal karbon dari 2 inti piridin dan 2 sinyal karbon dari ikatan rangkap C=C.

Spektrum IR senyawa (E)-1-(piridin-4-il)-3-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on (CP-2) memperlihatkan adanya puncak pada frekuensi vibrasi (ν) 3408 cm^{-1} . Puncak ini muncul biasanya akibat adanya vibrasi ulur ikatan O-H. Hal ini mungkin terjadi karena senyawa ketika dianalisis mengandung sedikit air (H_2O). Hal ini mungkin juga proses sintesisnya belum sampai membentuk ikatan rangkap α,β -keto tak jenuh pada molekul target CP-2 (belum mengalami dehidrasi), sehingga senyawa CP-2 masih dalam bentuk β -hidroksi. Struktur ini dapat menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen antara atom oksigen gugus karbonil dengan atom hidrogen dari gugus hidroksi yang terikat pada posisi β tersebut, sehingga gugus karbonil terlihat bergeser ke frekuensi yang lebih rendah yaitu pada frekuensi 1620 cm^{-1} . Namun kehadiran gugus hidroksi ini tidak dapat dikonfirmasi pada spektrum $^1\text{H-NMR}$, karena sinyal-sinyal yang muncul pada spektrum ini hanya untuk sinyal proton-proton aromatik. Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ menunjukkan adanya sinyal untuk 12 atom karbon, dimana sinyal karbon gugus karbonil tidak terlihat dengan jelas. Untuk senyawa-senyawa lain yaitu CP-3, CP-4, CP-5, CP-6, CP-7 dan CP-8 juga telah dilakukan analisis spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ dimana semua spektrum senyawa-senyawa tersebut menunjukkan adanya sinyal untuk proton-proton aromatik dan ikatan rangkap C=C pada daerah pergeseran kimia (δ) sekitar 7 sampai 9 ppm.

Hasil uji antibakteri terhadap senyawa-senyawa kalkon piridin CP-1 sampai CP-8 menunjukkan senyawa (E)-1-(piridin-2-il)-3-(piridin-3-il)prop-2-en-1-on (CP-3) memiliki aktivitas antibakteri cukup tinggi yaitu masing-masing terhadap bakteri *Bacillus subtilis* *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* dengan diameter daerah hambatan berturut-turut sebesar 13,0 mm, 12,0 mm dan 12,0 mm. Sedangkan untuk senyawa-senyawa lainnya memiliki aktivitas antibakteri yang lebih rendah yaitu diameter daerah hambatan dibawah 10 mm.