Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta Milik Universitas Riau

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS SENYAWA 5-(4-FLOROFENIL)-3-(2-HIDROKSINAFTALEN-2-IL)-1-FENIL-4,5-DIHIDRO-1*H*-PIRAZOL

Winda Ayu Ningsih[1*], Jasril[2]

[1]Mahasisa Program S1 Kimia
[2]Dosen Bidang Kimia Organik Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau
Kampus Binawidya, Pekanbaru, 28293, Indonesia
* winda.ayu3802@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Pyrazoline is a five-ring heterocyclic compound which has two nitrogen atoms close together in the ring and has only one endocyclic double bond. Pyrazoline analogue 5-(4-fluorophenyl) -3- (2-hydroxynaphthalene-2-yl) -1-phenyl-4,5-dihydro-1*H*-pyrazole (PF-NH2-4F) is synthesized by cyclization reaction of chalcone compounds 3-(4-fluorophenyl) -1- (2-hydroxy naphthalene -2-yl) -2- propen -1-one with phenyl hydrazine. Synthesis of the pyrazoline using monowave, at a temperature of 80°C for 2 hours. The purity of the compound was determined using TLC test, melting point measurement and HPLC analysis. The structure of the synthesized compound was confirmed by means of UV-Vis and FTIR. The yield resulting from the synthesis of the compound PF-NH2-4F was 47.42%. The activity test of pyrazoline compounds was determined by the BSLT method using shrimp larvae (Artemia salina Leach) which obtained an LC_{50} value of 7.88 µg/mL, which are considered to have moderate levels of toxicity due to their toxicity activity have LC_{50} values >1 µg/mL and <100 µg/mL.

Keywords: monowave, pyrazoline, toxicity

ABSTRAK

Pirazolin merupakan senyawa heterosiklik lingkar lima yang memiliki dua atom nitrogen saling berdekatan didalam cincinnya dan hanya memiliki satu ikatan rangkap endosiklik. Analog Pirazolin 5-(4-florofenil)-3-(2-hidroksi naftalen-2-il)-1-fenil -4,5-dihidro-1*H*-pirazol (PF-NH2-4F) disintesis melalui reaksi siklisasi dari senyawa kalkon

Repository University of Riau
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

3-(4-florofenil)-1-(2-hidroksinaftalen-2-il)-2-propen-1-on dengan fenilhidrazin. Sintesis pirazolin tersebut menggunakan *monowave*, pada suhu 80°C selama 2 jam. Kemurnian senyawa ditentukan dengan menggunakan uji KLT, pengukuran titik leleh dan analisa HPLC. Struktur senyawa hasil sintesis dikonfirmasi melalui analisis spektroskopi UV-Vis dan FTIR. Rendemen yang dihasilkan dari hasil sintesis senyawa PF-NH2-4F adalah sebesar 47,42%. Uji aktivitas senyawa pirazolin ditentukan dengan metode BSLT menggunakan larva udang (*Artemia salina Leach)* memperoleh nilai LC_{50} = 7,88 µg/mL, yang dianggap memiliki tingkat ketoksikan yang sedang karena aktivitas toksisitas mempunyai nilai LC_{50} >1 µg/mL dan <100 µg/mL.

Kata kunci: monowave, pirazolin, toksisitas

PENDAHULUAN

Senyawa organik bisa didapatkan dengan dua cara yaitu dengan cara mengisolasi senyawa bahan alam dan mensintesis senyawa organik. Sintesis senyawa organik merupakan dasar perkembangan industri kimia dan farmasi untuk menghasilkan molekul target dari reaksi beberapa senyawa kimia dalam berbagai variasi metode. Sintesis senyawa organik banyak dilakukan untuk mendapatkan senyawa kimia terutama yang keberadaannya terbatas bahkan tidak tersedia di alam. Sintesis senyawa organik merupakan cara yang cukup mudah bagi para kimiawan dalam melakukan penelitian untuk mendapatkan senyawa atau zat baru. Senyawa organik yang sangat banyak menarik perhatian para kimiawan dalam melakukan penelitian yaitu senyawa heterosiklik (Agrawal & Gupta, 2012).

Senyawa heterosiklik banyak digunakan sebagai obat-obatan. Salah satu alasan untuk memperluas senyawa heterosiklik adalah dengan memanipulasi strukturnya (Chen & Black, 1992). Senyawa heterosiklik dengan atom nitrogen kaya elektron memiliki keistimewaan yaitu mempunyai aktivitas biologis yang beragam, termasuk pirazolin sebagai farmakofor untuk beberapa aktivitas farmakologis (Agrawal & Gupta, 2012). Senyawa pirazolin diketahui banyak memiliki aktivitas biologis, seperti antikanker (Shi *et al.*, 2013)

antimikroba, antibakteri, antihipertensi, analgesik, antiinflamasi (Rullah *et al.*, 2012), aktivitas antihiperglikemik dan antioksidan (Karrouchi *et al.*, 2018).

Pirazolin merupakan senyawa heterosiklik lingkar lima yang memiliki tiga atom karbon dan dua atom nitrogen yang saling berdekatan didalam cincinnya. Cincin pirazolin yang mengandung ikatan N-N merupakan faktor kunci dari beragamnya aktivitas biologis pirazolin. Kelimpahan senyawa ini di alam lebih sedikit karena adanya ikatan N-N yang sulit dibentuk oleh organisme hidup (Karrouchi *et al.*, 2018).

Pirazolin termasuk kedalam golongan alkaloid, hal ini dikarenakan senyawa pirazolin merupakan senyawa heterosiklik yang mengandung atom nitrogen. Senyawa alkaloid merupakan senyawa yang bersifat basa dan memiliki satu atau lebih atom nitrogen didalam suatu cincin aromatis (Musa *et al.*, 2020).

Pirazolin yang mengandung gugus halogen diketahui dapat meningkatkan aktivitas biologis dari senyawa pirazolin. Salah satu penelitian yang telah dilakukan yaitu sintesis turunan pirazol dari senyawa (*E*)-1-(4-florofenil)-3-(tiofen-2-il)prop-2-en-1-on dengan fenilhidrazin dengan menggunakan katalis NaOH sebagai antiinflamasi (Rullah *et al.*, 2012). Sintesis pirazol yang tersubstisusi gugus fluoro memiliki aktivitas biologi yang tinggi (Jadhav *et al.*, 2013).

Berdasarkan uraian diatas, penulis tertarik untuk melakukan penelitian sintesis senyawa turunan pirazolin yang mengandung gugus flour pada aldehid dan gugus hidroksi pada keton. Hasil sintesis senyawa ini dilakukan identifikasi struktur dan uji toksisitas dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

METODE PENELITIAN

a. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu set alat destilasi, alat kromatografi kolom, oven *microwave*, *monowave*, neraca analitik, pompa vakum, corong *Buchner*, *chamber*, alat penentu titik leleh *Fisher Jhon* (SMP 11-Stuart®), pipet mikro, lampu UV 254 dan 366 nm (Cole-Parmer), Spektrofotometer UV-Visible (Genesys 10S UV-VIS v4.0022L9N175013), HPLC (UFLC

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Prominance- Shimadzu LC Solution, Detektor UV SPD 20AD), spektrofotometer IR (Shimadzu, IR Prestige-21), serta alat gelas yang umum digunakan di laboratorium Kimia FMIPS Universitas Riau.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2-hidroksi-1-asetilnaftalen ($C_{12}H_{10}O_2$) (Merck), 4-florobenzaldehid (C_7H_5OF) (Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), asam klorida (HCl) (Merck), fenilhidrazin (Merck), etanol p.a (C_2H_5OH), metanol p.a (CH_3OH), *indicator universal*, plat KLT GF_{254} (Merck), methanol, n-heksan, etilasetat, dan akua DM.

Hewan uji yang digunakan yaitu larva udang *Artemia salina Leach.* Telur *Artemia salina Leach* diperoleh dari koleksi Laboratorium Kimia Laut Jurusan Ilmu Kelautan Fakultas Perikanan dan Kelautan Universitas Riau ditetaskan dalam wadah yang berisi air laut.

b. Sintesis senyawa kalkon 3-(4-florofenil)-1-(2-hidroksinaftalen-2-il)-2-propen-1-on

Senyawa awal 4-florobenzaldehid (2 mmol) dilarutkan dalam pelarut etanol absolute (8 mL), setelah itu ditambahkan 2-hidroksi-1-asetilnaftalen (2 mmol), dan larutan NaOH 3N (4 mL) sebagai katalis basa dimasukan ke dalam erlenmeyer, campuran diaduk hingga homogen. Campuran kemudian di radiasi gelombang mikro dengan daya 180 Watt selama 10 menit. Kontrol reaksi dilakukan setiap 2 menit menggunakan KLT. Senyawa kalkon dikatakan telah selesai bereaksi, ditandai dengan noda pada pelat KLT antara produk dan *starting material* yang digunakan sudah tidak sejajar lagi. Produk yang diperoleh dinetralkan dengan menambahkan HCl 3N hingga pH mencapai 7. Selanjutnya senyawa didiamkan selama 24 jam di dalam lemari pendingin untuk memaksimalkan terbentuknya endapan. Endapan yang terbentuk disaring menggunakan corong *Buchner*, lalu dikeringkan pada suhu ruang. Padatan kalkon yang diperoleh dilakukan uji kemurnian dengan menggunakan pelat KLT, dan dilanjutkan dengan pengukuran uji titik leleh.

c. Sintesis senyawa pirazolin 5-(4-florofenil)-3-(2-hidroksinaftalen-2-il)-1-fenil-4,5-dihidro-1*H*-pirazol

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Senyawa kalkon 3-(4-florofenil) -1-(2-hidroksinaftalen-2-il)-2-propen-1-on (1 mmol) dilarutkan dengan pelarut etanol absolut (8 mL) di dalam tabung *monowave*, kemudian ditambahkan dengan (3 mmol) fenilhidrazin. Campuran ditambahkan dengan NaOH 3N dalam metanol *p.a* ditambahkan (2 mL). Campuran dilakukan pengadukan dengan reaktor bejana tertutup menggunakan *monowave* selama 2 jam pada suhu 80℃. Kontrol dilakukan setiap 1 jam sekali. Produk pirazolin yang terbentuk ditandakan oleh noda pendar biru pada KLT dibawah sinar UV, reaksi dihentikan jika noda salah satu dari *starting material* penyusunnya sudah tidak setara lagi dengan produk pada pelat KLT.

Setelah reaksi berakhir, reaksi dihentikan dengan menetralkan senyawa dengan menambahkan HCl 3N sehingga pH ≤ 7 di dalam erlenmeyer. Selanjutnya senyawa didiamkan di dalam lemari es selama 24 jam. Padatan yang terbentuk disaring dengan menggunakan corong *Buchner* yang telah dilapisi dengan kertas *whatman*. Padatan yang diperoleh direkris dengan metanol dingin. Selanjutnya dilakukan uji kemurnian menggunakan pelat KLT, dilanjutkan pengukuran uji titik leleh dan analisis HPLC.

d. Identifikasi struktur senyawa

Senyawa murni yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi strukturnya melalui analisis UV-Vis dan FTIR. Pengukuran spektrum UV-Vis dan FTIR dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Sintesis senyawa kalkon 3-(4-florofenil)-1-(2-hidroksinaftalen-2-il)-2-propen-1-on

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kalkon melalui metode iradiasi gelombang mikro dengan *microwave*. Senyawa kalkon disintesis dari 2-hidroksi-1-asetonaftalen dan 4-fluoro-benzaldehid sebagai *starting material* dalam pelarut etanol absolut dengan bantuan katalis NaOH 3N. Senyawa kalkon yang disintesis akan terbentuk melalui reaksi kondensasi aldol atau reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt*. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa kalkon menggunakan katalis basa, reaksi dimulai dari penyerangan ion ^{-}OH dari katalis basa NaOH yang bertindak sebagai nukleofil dalam pembentukan

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

kalkon dalam pembentukan ion enolat dari senyawa keton dengan cara mengikat Hα yang bersifat asam pada senyawa keton. Ion enolat yang terbentuk akan menyerang atom karbon pada senyawa aldehid yang bertindak sebagai elektrofil, sehingga membentuk senyawa kalkon dengan melepaskan H_2O.

Sintesis senyawa kalkon dilakukan dengan menggunakan metode iradiasi gelombang mikro dengan *microwave* pada daya 180 watt, karena memiliki beberapa kelebihan yaitu waktu reaksi yang singkat dan mudah dilakukan. Daya dipilih agar energi yang dipancarkan tidak terlalu besar sehingga struktur senyawa yang disintesis tidak rusak atau terdekomposisi. Penggunaan metode iridasi gelombang mikro dalam sintesis dapat mempercepat reaksi, hal ini disebabkan oleh reaktan dan pelarut langsung menyerap energi dari gelombang mikro dan menyebabkan molekul-molekul polar mengalami rotasi sehingga terjadi tumbukan antar partikel yang mengubah energi kinetik menjadi energi kalor.

Reaksi dapat dikatakan selesai jika noda pada pelat KLT antara *starting material* dengan produk sudah tidak setara lagi. Setelah reaksi berakhir, dilakukan penetralan dengan penambahan HCl 3N hingga mencapai pH netral 7, yang bertujuan untuk menghentikan reaksi. Tahapan berikutnya, dilakukan pendinginan selama 24 jam di dalam lemari es dengan tujuan memaksimalkan terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk disaring, dan di keringkan pada suhu ruang. Endapan yang diperoleh dilakukan uji kemurnian dengan menggunakan KLT dan pengukuran titik leleh.

Senyawa kalkon yang diperoleh berupa padatan berwarna oranye terang dengan berat 0,478 gram dan rendemen 81,72% (tanpa rekristalisasi). Rekristalisasi tidak dilakukan karena padatan yang diperoleh memiliki satu noda pada pelat KLT. Hal ini dibuktikan dari nilai R_f senyawa yang diperoleh dari sistem graduen elusi, dimana senyawa dielusi dengan tiga jenis eluen yang berbeda memperoleh satu noda. Nilai R_f senyawa yang diperoleh dari eluen n-heksan : DCM = 9,8 : 0,2 (R_f bernilai 0,30), eluen n-heksan : Kloroform = 9,7 : 0,3 (R_f bernilai 0,60) dan eluen n-heksan : etil

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

asetat = 9,5 : 0,5 (R_f bernilai 0,75). Setelah itu dilanjutkan dengan uji titik leleh, pengujian titik leleh dari senyawa kalkon diperoleh rentang 102-103°C. *Range* titik leleh diperoleh ≤ 2°C, yang menandakan bahwa senyawa tersebut murni.

b. Sintesis senyawa pirazolin 5-(4-florofenil)-3-(2-hidroksinaftalen-2-il)-1-fenil-4,5-dihidro-1*H*-pirazol

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa PF-NH2-4F melalui metode reaktor bejana tertutup dengan *monowave*. Senyawa pirazolin disintesis menggunakan prekursor kalkon 3-(4-florofenil)-1-(2-hidroksinaftalen-2-il)-2-propen-1-on dan fenil hidrazin dalam pelarut etanol absolut, dengan bantuan katalis NaOH 3N dalam metanol. Senyawa pirazolin yang disintesis akan terbentuk melalui reaksi siklokondensasi dari α,β keton tak jenuh (kalkon) dengan turunan hidrazin.

Senyawa pirazolin disintesis menggunakan bantuan reaktor bejana tertutup munggunakan *monowave (sealed vessel reactor)*. Penggunaan metode reaktor bejana tertutup menggunakan *monowave* akan membuat reaksi pembentukan molekul target lebih cepat dibandingkan dengan metode pengadukan dengan refluks.

Hal ini dikarenakan, suhu yang digunakan pada *monowave* lebih stabil dibandingkan dengan refluks. Penggunaan *monowave* merupakan reaksi yang disebabkan oleh adanya tekanan sebesar 1000 rpm yang diiringi dengan pengadukan pada suhu konstan. Tekanan yang diberikan akan mempercepat terjadinya tumbukan atau laju reaksi antar molekul-molekul dari prekursor sintesis dan terjadi transisi rotasi. Sehingga keaktifan dari setiap molekul untuk bereaksi menjadi meningkat dan tentunya tumbukan antar molekul juga akan meningkat. Hal ini yang menjadikan kelebian menggunakan *monowave* dibandingkan dengan refluks yang memanfaatkan panas dan hanya mengenai permukaan dari molekul.

Reaksi dapat dikatakan selesai, ditandakan dengan sudah tidak adanya noda yang sejajar antara produk dan prekursor. Setelah reaksi selesai, campuran dinetralkan dengan penambahan HCl 3N yang bertujuan untuk menghentikan reaksi. Penetralan dilakukan hingga pH mencapai 7. Selanjutnya campuran didiamkan di

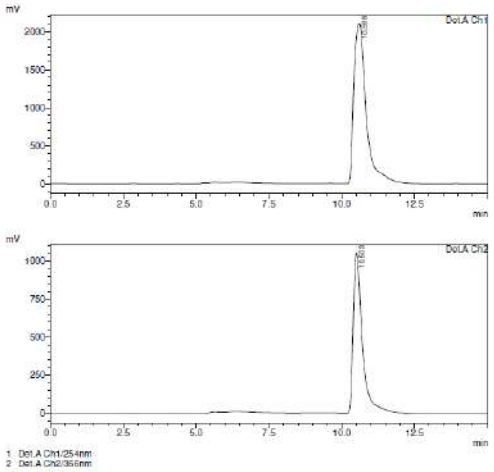
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Repository University of Riau
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.

dalam lemari es selama 24 jam, bertujuan untuk memaksimalkan terbentuknya endapan.

Endapan yang terbentuk disaring dengan menggunakan corong *Buchner* dan dibilas dengan metanol dingin. Endapan yang diperoleh dilakukan uji kemurnian dengan menggunakan pelat KLT. Setelah dilakukan uji KLT masih terdapat noda pengotor dibawah noda produk, maka tahap berikutnya dilakukan rekristalisasi dengan menambahkan metanol dingin. Penambahan metanol bertujuan untuk mengikat pengotor yang bersifat polar dan metanol dalam keadaan dingin bertujuan untuk meminimalkan terlarutnya senyawa produk. Endapan yang diperoleh dari hasil rekristalisasi berupa kristal berwarna kuning muda.

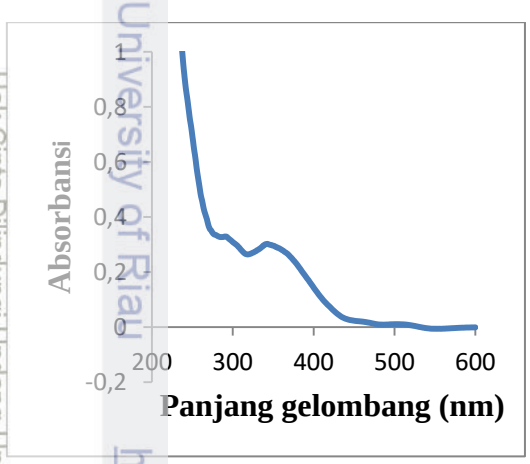
Senyawa murni ditandai dengan adanya satu noda pendar biru yang dapat dilihat menggunakan lampu UV dengan panjang gelombang 256 nm dan 356 nm. Uji kemurnian dengan pelat KTL dilakukan dengan gradasi eluen yang berbeda, maka diperloleh nilai R_f senyawa yang berbeda antara ketiga gradasi eluen tersebut. Nilai R_f senyawa yang diperoleh dari eluen n-heksan : DCM = 9,7 : 0,3 (R_f bernilai 0,35) eluen n-heksan : etil = 9: 1 (R_f bernilai 0,58) dan eluen n-heksan : Kloroform = 7,5 : 2,5 (R_f bernilai 0,70). Senyawa pirazolin yang diperoleh berupa kristal berwarna kuning muda dengan berat 0,138 gram dengan rendemen 47,42%. Setelah itu dilanjutkan dengan uji titik leleh, pengujian titik leleh dari senyawa pirazolin diperoleh rentang 142-143°C. *Range* titik leleh diperoleh $\leq 2^o$C, yang menandakan bahwa senyawa tersebut murni.



Gambar 1. Analisa kromatografi HPLC

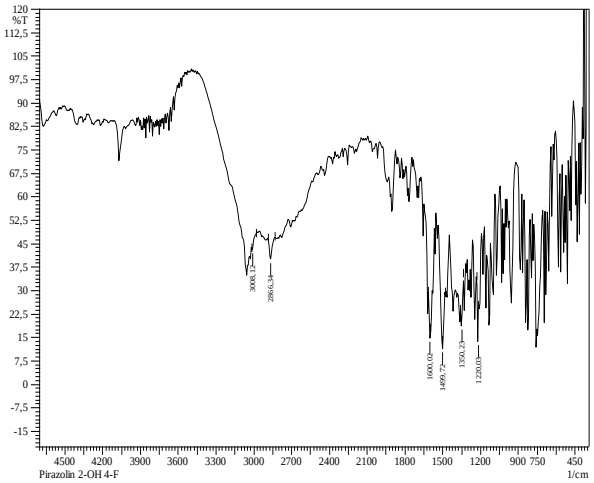
Pada spektrum diatas merupakan hasil uji analisis HPLC yang menunjukan satu puncak dominan pada waktu retensi 10,598 menit pada panjang gelombang 254 nm dan 10,503 pada panjang gelombang 366 nm (**Gambar 1**). Selanjutnya senyawa pirazolin diidentifikasi struktur

menggunakan analisis instrument UV-Vis dan FTIR.



Gambar 2. Analisa spektroskopi UV

Analisis spektroskopi UV-Vis senyawa pirazolin menunjukkan adanya dua serapan maksimum pada panjang gelombang (λ) 254 dan 365 nm (**Gambar 2**). Serapan maksimum pada λ 254 nm menunjukkan adanya transisi elektron dari orbital ikatan π→ π* pada sistem terkonjugasi cincin fenil yang tersubsitusi *p*-fluoro, sedangkan serapan pada panjang gelombang 365 nm menunjukkan transisi elektronik π→ π* pada cincin naftalenil. Panjang gelombang serapan maksimum cincin naftalenil lebih besar dibandingkan dengan cincin fenil tersubtitusi *p*-fluoro disebabkan oleh sistem terkonjugasi cincin naftalenil yang lebih panjang dan membesarnya stabilitas resonansi dari keadaan tereksitasi.



Gambar 3. Analisa spektum FTIR

Pada analisis spektrum FTIR menunjukan vibrasi ikatan yang spesifik oleh beberapa gugus senyawa pirazolin (**Gambar 3**). Vibrasi ikatan C-H (aromatik) secara jelas muncul pada bilangan gelombang 3.008,12 cm^{-1}. Selanjutnya pada bilangan gelombang 2.866,34 cm^{-1} merupakan vibrasi khas dari ikatan antara C-H (alifatik). Ikatan C=N muncul pada bilangan gelombang 1.600,02 cm^{-1}. Bilangan gelombang 1.499,72 merupakan ciri khas dari vibrasi ikatan C=C (aromatik). Pada panjang gelombang 1.350,23 cm^{-1} merupakan ciri khas vibrasi C-N. Senyawa target memiliki ikatan C-F muncul pada spektrum 1.220,03 cm^{-1} dapat dilihat pada **Tabel 1.**

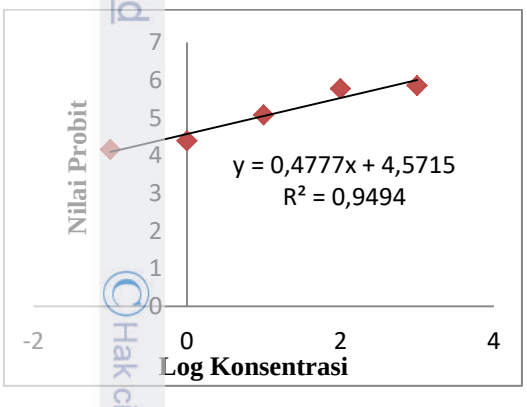
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau
https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository Universitas Riau https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Tabel 1. Analisa data spektrum FTIR senyawa pirazolin

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Vibrasi Ikatan
3.008,12	C-H (Aromatik)
2.866,34	C-H (Alifatik)
1.600,02	C=N
1.499,72	C=C (Aromatik)
1.350,23	C-N
1220,03	C-F

Karakterisasi senyawa pirazolin (PF-NH2-4F) menunjukkan bahwa struktur senyawa hasil sintesis sesuai dengan molekul target yang diinginkan. Hal ini dibuktikan dengan adanya vibrasi ikatan pada spektrum FTIR yang menunjukan adanya gugus fungsi ciri khas struktur senyawa pirazolin.



Gambar 4. Grafik hasil uji toksisitas

Senyawa PF-NH2-4F hasil sintesis dilakukan uji toksisitas untuk mengetahui kemampuan senyawa tersebut dalam menimbulkan efek bahaya atau beracun sebagai senyawa obat sebelum dikonsumsi bagi manusia. Hasil uji BSLT pada senyawa pirazolin menunjukkan bahwa senyawa ini memiliki tingkat ketoksikan yang sedang dengan nilai LC_{50} = 7,88 µg/mL (**Gambar 4**).

KESIMPULAN

Senyawa pirazolin 5-(4-florofenil) -3-(2-hidroksi naftalen-2-il) -1-fenil -4,5 -dihidro- 1H-pirazol berhasil disintesis menggunakan metode reaktor bejana tertutup dengan monowave selama 2 jam, menghasilkan rendemen sebesar 47,42%. Hasil uji toksisitas senyawa pirazolin menunjukkan bahwa senyawa ini bersifat sangat toksik dengan nilai LC_{50} = 7,88 µg/mL.

DAFTAR PUSTAKA

Agrawal, R., & Gupta, V. 2012. Cyclodextrins A Review on Pharmaceutical Application for Drug Delivery. *International Journal of Pharmaceutical Frontier Research*. ***2***(1): 95–112.

Chen, J. M., & Black, T. A. 1992. Defining LAI for non-flat leaves. *Plant, Cell & Environment1*. ***15***(4): 421–429.

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository University of Riau https://repository.unri.ac.id
© Hak cipta milik Universitas Riau

Jadhav, S. Y., Bhosale, R. B., Shirane, S. P., Sonawane, V. D., Hublikar, M. G., Sonawane, K. D., & Shaikh, R. U. 2013. Synthesis and biological evaluation of fluoro-hydroxy substituted pyrazole chalcones as anti-inflammatory, antioxidant and antibacterial agents. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*. ***4***(2): 389–397.

Karrouchi, K., Radi, S., Ramli, Y., Taoufik, J., Mabkhot, Y. N., Al-Aizari, F. A., & Ansar, M. 2018. Synthesis and pharmacological activities of Pyrazole derivatives: A review. In *Molecules.* **23**(1).

Musa, G., Andrea, S., Carlos, M. N., Carolina, M. O., Roque, V., Christian, G. B., Agustin, I., Michael, H., and Patricia, L. 2020. Alzheimer's diseasa or behavioral variant frontotemporal dementia, Review of key point toward an accurate clinical and neuropsychological diagnosis. *Journal of Alzheimer's disease.* **73** (20) : 833-848.

Rullah, K., Hasti, S., Utama, P. B., Teruna, H. Y., & Zamri, A. 2012. Sintesis dan uji antiinflamasi senyawa (R)-3-(4-fluorofenil)-1-fenil-5-(tiofen-2-il)-4,5-dihidro-1H-pirazol serta pengaruhnya terhadap kerusakan lambung. *Jurnal Penelitian Farmasi Indonesia*. ***1***(1), 17–23.

Shi, J., Whyte, W. A., Zepeda-Mendoza, C. J., Milazzo, J. P., Shen, C., Roe, J. S., Minder, J. L., Mercan, F., Wang, E., Eckersley-Maslin, M. A., Campbell, A. E., Kawaoka, S., Shareef, S., Zhu, Z., Kendall, J., Muhar, M., Haslinger, C., Yu, M., Roeder, R. G., Vakoc, C. R. 2013. Role of SWI/SNF in acute leukemia maintenance and enhancer- mediated Myc regulation. *Genes and Development*. ***27***(24) : 2648-2662.