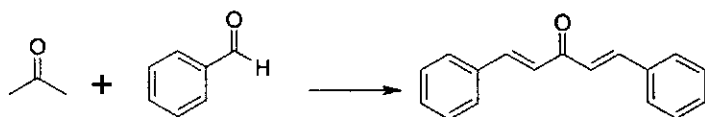


BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN

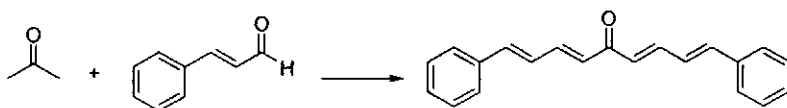
5.1. Hasil

5.1.1. Sintesis senyawa (1E,4E)-1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-on (3a)



- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pudar
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 90,25 %
- Titik leleh : 70-72⁰C
- Rf : 0.16 (diklorometana : n-heksana 3:2)
Rf : 0.10 (diklorometana : n-heksana 4:1)
- Spektrum UV : λ_{maks} nm (A) : 299.5; 248.5; 224.5.
- Spektrum IR (cm⁻¹) 3371.57; 3394.72; 3446.79; 3026.31; 3057.17; 2920.23 ;2954.95; 2850.79
- Spektrum ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 6.59 (J: 15.9); 7.28; 7.42; 7.53; 7.77 (J ;: 15.9)
- Spektrum NMR ¹³NMR (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 189.16; 143.55; 130.71; 129.15; 128.58; 128.38; 128.26; 125.55.

5.1.2. Sintesis senyawa (1E,3E,6E,8E)-1,9-difenilnona-1,3,6,8-tetraen-5-on (3b)

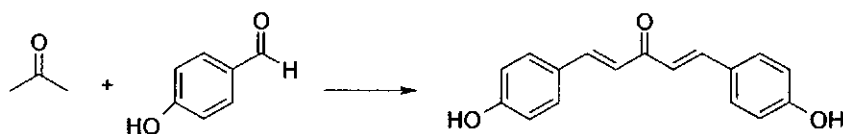


- Senyawa yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning terang
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 96%



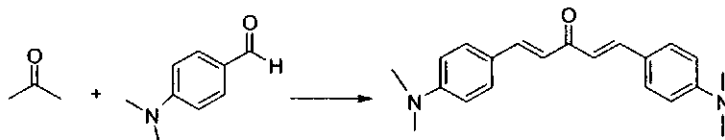
- Titik leleh : 122-124⁰C
- Rf : 0.26 (diklorometana : heksana = 3:2)
Rf : 0,34 (diklorometana : n-heksana = 4: 1)
Rf : 0,80 (etil asetat : diklorometan = 3:2)
Rf : 0.60 (diklorometan 100%)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm (A) : 354.2; 253.5; 207.5.
- Spektrum IR (cm⁻¹): 3057.17; 3026.31; 2920.23; 2852.72; 1600.92; 1494.83; 1448.54
- Spektrum NMR ¹H (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 7.37-7.45(*m*) 6.57(*d*,*J*=15,25) 6.97-6.98
- Spektrum NMR ¹³C (500 MHz, CDCl₃) (δ) : 189.17; 143.24; 136.32; 129.35; 129.20; 129.03; 127.45; 127.18.

5.1.3. Sintesis senyawa (1E,4E)-1,5-bis(4-hidroksifenil)penta-1,4-dien-3-on (3c)



- Hasil yang diperoleh berupa jeli
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 94,36%
- Titik leleh : tidak ditentukan karena berupa jeli
- Rf : 0,56 (n-heksan : etilasetat = 9 : 1)

5.1.4. Sintesis senyawa (1E,4E)-1,5-bis(4-(dimetilamino)fenil)penta-1,4-dien-3-on (3d)



- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 92,2 %
- Titik leleh : 188-190⁰C

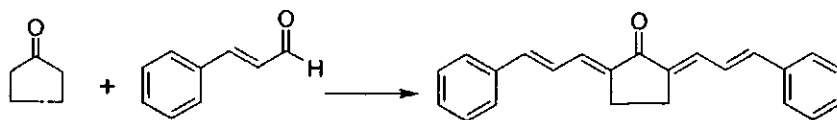
- Rf : 0,04 (diklorometana : n-heksana = 3:2)
Rf : 0,32 (diklorometana : n-heksana = 4:1)
Rf : 0,74 (etil asetat : diklorometana 2:3)
Rf : 0.24 (diklorometan 100%)
Rf : 0.86 (etil asetat : diklorometana 1:4)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm (A) : 549; 379.5; 266.5; 204.5.
- Spektrum IR (cm^{-1}): 3084.18; 2895.15; 2806.43; 1635; 1597.06; 1525.69; 1438.9
- Spektrum NMR ^1H (500 MHz, CDCl_3) (δ) : 6.68 (*m*), 6.88 (*d*), 7.51 (*m*), 7.68 (*d*).
- Spektrum NMR ^{13}C (500 MHz, CDCl_3) (δ) : 189.07; 151.94; 143.12; 130.26; 123.11; 121.49; 112.05; 40.34

5.1.5. Sintesis senyawa (2E,5E)2,5-dibenziliden-siklopentanon (3e)



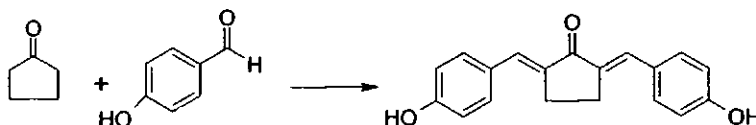
- Hasil yang diperoleh berupa serbuk kuning terang
- Rendemen 89,55 %.
- Titik leleh : 76-77⁰C
- Rf : 0,30 (diklorometana : n-heksana = 3 : 2)
Rf : 0,68 (diklorometana 100%)
Rf : 0,74 (etil asetat : heksan = 4 : 1)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm = 351,0; 236,5.
- Spektrum IR (cm^{-1}) 3052.3 ; 3018,6 ; 3088,0 ; 2954,9 ; 2910,6(C-H) ; 1689,6(C=O) ; 1625,9 ; 1600,9 ; 1570.0(C=C).
- Spektrum ^1H NMR (CDCl_3 , 500 MHz) (δ) : 8,03(d, 1H), 8,01(d, 1H), 7,76(d, $J = 15,85$ Hz, 1H), 7,61(d, 1H), 7,59(d, 1H), 7,57(d, 1H), 7,51(d, $J = 15,90$ Hz, 1H), 7,51(d, 2H), 7,40(d, 1H), 7,38(d, 1H)

5.1.6. Sintesis senyawa (2E,5E)-2,5-bis(E)-3-fenilaliliden)siklopentanon(3f)



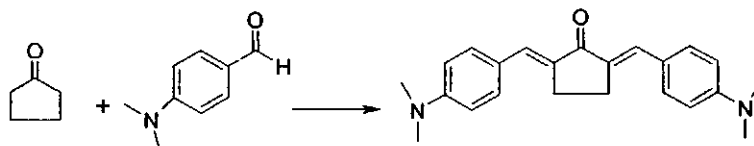
- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 97,97%
- Titik leleh : 151-153⁰C
- Rf : 0,45 (n-heksan : diklorometan = 9:1)
- Rf : 0,80 (n-heksan : diklorometan = 3:2)

5.1.7. Sintesis senyawa (2E,5E)2,5-bis-(4-hidroksi-benziliden)-siklopentanon (3g)



- Hasil yang diperoleh berupa serbuk hijau terang
- Rendemen 99,30 %.
- Rf : 0.52 (benzen : etil asetat = 2 : 3)
- Rf : 0.54 (etil asetat : diklorometana = 2 : 3)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm = 240.5; 216.0
- Spektrum IR (cm^{-1}) = 3371.5; 3394.7(O-H); 3026.3; 3057.2; 2920.2; 2954.9(C-H); 2850.7(-CH₂-)
- Spektrum ¹H NMR (DMSO) (δ) : 3.01(s,4H, H₂C-CH₂); 6.87(d,J=11.6 Hz, 4H, H₃, H₅); 7,33(s, 2H, -CH=); 7,54(d, J=8.55 Hz, 4H, H₂, H₆); 10.07(br, 2H, -OH)

5.1.8. Sintesis senyawa (2E,5E)2,5-bis(4-dimetilamino-benziliden)-siklopentanon (3h)

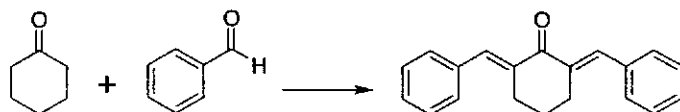


- Hasil yang diperoleh berupa serbuk kuning kehijauan



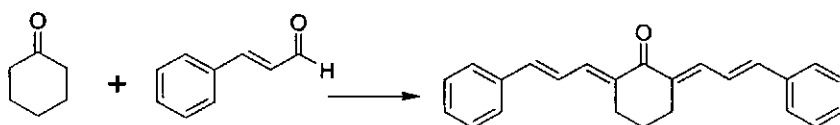
- Rendemen 63,70 %.
- Titik leleh : 194-195⁰C
- Rf : 0,24 (diklorometana 100%)
Rf : 0,52 (benzen : etil asetat = 4 : 1)
Rf : 0,76 (etil asetat : diklorometan = 2 : 3)
- Spektrum UV : λ_{Maks} nm = 461,5 ; 381,0 ; 338,0 ; 275,0 ; 235,0
- Spektrum IR (cm⁻¹) = 3084.2 (C-H); 2895.2; 2806.4(-CH₂-); 1635; 1597.1; 1525.6(C=C); dan 1438.9
- Spektrum ¹H NMR (CDCl₃, 500MHz) δ 8,02(d, 1H), 8,00(d,1H), 7,78(d, J=15,30 Hz, 1H), 7,59(d, 1H), 7,58(d, 1H), 7,56(d, 1H), 7,50(d, 1H), 7,41(d, J=15,85 Hz, 1H), 6,90(d, 1H), 6,88(d, 1H)

5.1.9. Sintesis senyawa (2E,6E)-2,6-dibenzilidensikloheksanon (3i)



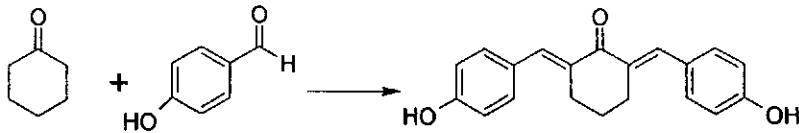
- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 69,13%
- Titik leleh : 163-165⁰C
- Rf : 0,90 (diklorometan 100%)
- Rf : (n-heksan : diklorometan = 3:2)

5.1.10. Sintesis senyawa (2E,6E)-2,6-bis(E)-fenilaliliden)sikloheksanon (3j)



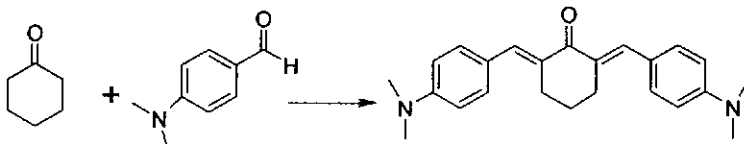
- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 84,69%
- Titik leleh : 131-140⁰C
- Rf : 0,90 (n-heksan : etilasetat = 3:2)

5.1.11. Sintesis senyawa (2E,6E)-2,6-bis(4-hidroksibenziliden)sikloheksanon (3k)



- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 99,78%
- Titik leleh : $72^{\circ}\text{C} - 73^{\circ}\text{C}$
- Rf : 0,80 (aseton : khloroform = 2:3)

5.1.12. Sintesis senyawa (2E,6E)-2,6-bis(4-(dimetilamino)benziliden)-sikloheksanon (3l)



- Hasil yang diperoleh berupa padatan berbentuk bubuk berwarna kuning pekat
- Rendemen yang dihasilkan sebesar 70,95%
- Titik leleh : $64^{\circ}\text{C} - 66^{\circ}\text{C}$
- Rf : 0,2 (n-heksan 100%)
- Rf : 0,2 (n-heksan : diklorometan = 2:1)
- Rf : 0,3 (n-heksan : diklorometan = 2:1)

5.2 . Pembahasan

Mekanisme pembentukan senyawa turunan kurkumin merupakan reaksi kondensasi antara suatu keton dengan suatu aldehyd aromatik dalam suasana asam atau basa. Pada tulisan ini sintesis turunan kurkumin dilakukan dengan cara basa yaitu menggunakan barium hidroksida. Cara ini memungkinkan untuk membuat turunan kurkumin dengan rendemen yang cukup baik yaitu antara 90-96%. Metoda ini pada

prinsipnya cukup sederhana karena tidak memerlukan *work up* yang rumit, hanya dengan penyaringan dan pencucian padatan yang diperoleh. Salah satu hambatan yang ditemui adalah timbulnya pematatan pada saat refluks sehingga mengurangi rendemen produk. Namun hal ini bisa diatasi dengan melakukan sedikit modifikasi metoda yaitu dengan mengubah cara menambahkan aldehid. Pada prosedur terdahulu dilakukan pencampuran sekaligus ketiga material dan direfluks secara bersamaan sehingga terjadi penumpukan produk dan bahan baku (Zamri, A. dkk 2008). Pada penelitian ini aldehid ditambahkan secara perlahan-lahan tetes demi tetes ke dalam campuran keton basa sambil direfluks. Dengan demikian reaksi dapat dikontrol dan berjalan secara bertahap sampai semua aldehid sudah bereaksi (dilakukan pemeriksaan atau uji dengan KLT) maka campuran didinginkan dan kemudian dilakukan pencucian sehingga diperoleh padatan. Senyawa yang belum murni diperlukan tahap pemisahan lanjut melalui kolom kromatografi sederhana. Melalui pendekatan kimia kombinatorial telah berhasil disintesis 12 senyawa turunan kurkumin seperti terlihat pada Tabel 1. Hasil yang diperoleh memberikan rendemen yang cukup bagus berkisar antara 63-99%, ada enam senyawa yang mempunyai rendemen di atas 90% dan rendemen yang di bawah 75% adalah senyawa yang mempunyai gugus $N(CH_3)_2$ pada posisi para pada cincin aromatis, senyawa yang diperoleh relatif murni.

