



Sintesis 3,4,4'-Trimetoksikalkon dan Karakterisasinya

Rehana^{a*}, Muhamad Salman Fareza^a, Masita Wulandari S^b

^a Laboratorium Kimia Farmasi, Jurusan Farmasi, Universitas Jenderal Soedirman, Jl. Dr. Soeparno No.41, Limas Permai, Karangwangkal, Purwokerto Utara, Banyumas, Jawa Tengah 53122

^b Laboratorium Farmakologi, Jurusan Farmasi, Universitas Jenderal Soedirman, Jl. Dr. Soeparno No.41, Limas Permai, Karangwangkal, Purwokerto Utara, Banyumas, Jawa Tengah 53122

* Corresponding author

E-mail: rere.rehana@gmail.com

DOI: 10.20961/alchemy.15.2.24256.228-238

Received 27 September 2018, Accepted 19 Juni 2019, Published 30 September 2019

ABSTRAK

Senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon dapat disintesis dari 4-metoksi asetofenon dan 3,4-dimetoksi benzaldehid melalui reaksi *Claisen-Schmidt*. Reaksi *Claisen-Schmidt* dipengaruhi jumlah katalis basa dan lama reaksi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui variasi waktu reaksi dan jumlah NaOH terhadap rendemen 3,4,4'-trimetoksikalkon. Penelitian ini meliputi sintesis 10 mmol 3,4,4'-trimetoksikalkon dari 10 mmol 4-metoksi asetofenon dan 3,4-dimetoksi benzaldehid dengan jumlah katalis NaOH 2, 4, 8, 12, 16 dan 20 mmol dengan waktu reaksi pembentukan enolat 1, 2, 3, 4 dan 5 jam. Hasil sintesis diuji kemuriannya dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan titik lebur kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometri UV-visible dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR). Peningkatan konsentrasi NaOH dari 2, 4 dan 8 mmol meningkatkan rendemen hasil sintesis dari 60,06%; 62,60% dan 80,19%, tetapi penambahan NaOH di atas 8 mmol menurunkan rendemen. Peningkatan waktu reaksi dari 1, 2 dan 3 jam meningkatkan rendemen dari 74,20%; 78,61% dan 87,66 %, tetapi penambahan waktu 4 dan 5 jam menurunkan rendemen. Analisis KLT menunjukkan bahwa hasil sintesis murni dengan titik lebur 82 – 85 °C. Karakterisasi menggunakan UV-visibel dan NMR menunjukkan senyawa hasil sintesis adalah 3,4,4'-trimetoksikalkon. Konsentrasi NaOH dan lama waktu reaksi pembentukan enolat mempengaruhi rendemen sintesis 3,4,4'-trimetoksikalkon dengan rendemen terbesar menggunakan katalis NaOH 8 mmol dengan waktu reaksi pembentukan enolat selama 3 jam.

Kata kunci: 3,4,4'-trimetoksikalkon, karakterisasi, sintesis

ABSTRACT

Synthesis of 3,4,4'-Trimethoxychalcone and Its Characterization. The 3,4,4'-trimethoxychalcone is possible to be synthesized from 4-methoxy acetophenone and 3,4-dimethoxy benzaldehyde by *Claisen-Schmidt* reaction influenced by the amount of catalyst and reaction time. This research aims to study the effect of reaction time and the amount of NaOH to the yield of 3,4,4'-trimethoxychalcone. This study synthesized 10 mmol 3,4,4'-trimethoxychalcone from 10 mmol 4-methoxy acetophenone and 3,4-dimethoxy benzaldehyde using 2, 4, 8, 12, 16 and 20 mmol NaOH as catalyst on 1, 2, 3, 4 and 5 hours reaction time. The products were tested their purity by Thin Layer Chromatography (TLC) and melting temperature range, then were characterized by UV-visible spectrometer and Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectrophotometry. The addition NaOH amount from 2, 4 and 8 mmol increased the products up to 60.06%, 62.60% and 80.19%, respectively, but NaOH addition over 8 mmol decreased the yield. The reaction time of 1, 2 and 3 hours

also resulted rendement of 74.20%, 78.61% and 87.66 %, respectively, however 4 – 5 hours of reaction time even decrease the rendement. The TLC analysis shows that the synthesized product is pure with melting point of 82 – 85 °C. The products also was analyzed as 3,4,4'-trimethoxychalcon by UV-visible and NMR spectrophotometer. NaOH amount and reaction time influenced the rendemen of 3,4,4'-trimethoxychalcon. The highest rendement was achieved with 8 mmol NaOH catalyst in 3 hours of reaction time.

Keywords: 3,4,4'-trimethoxychalcon, characterization, synthesis

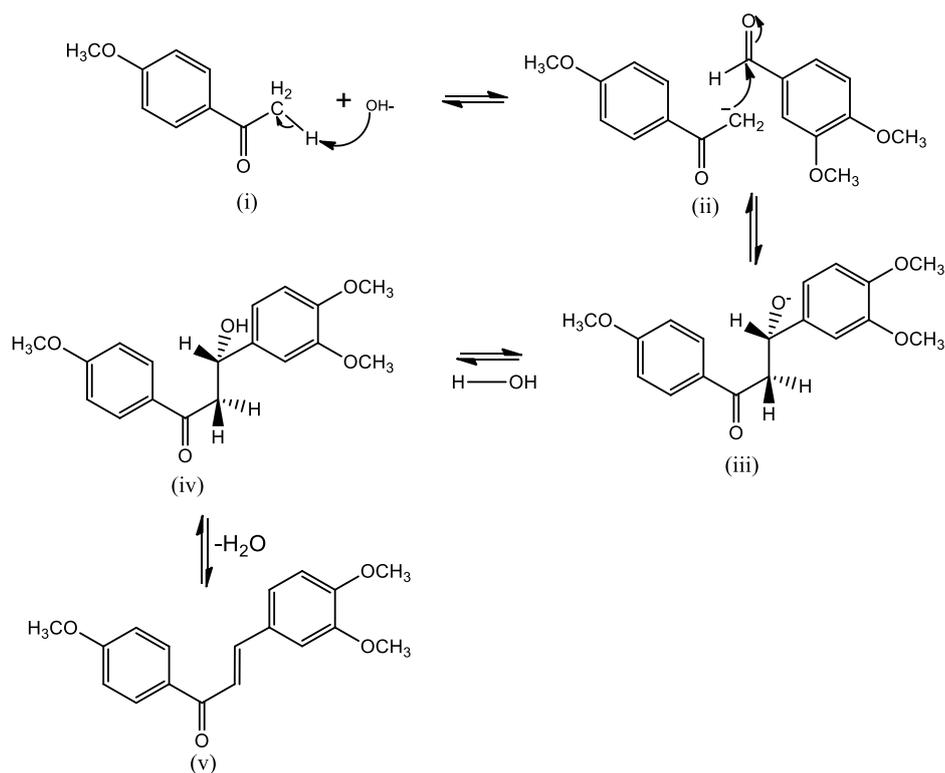
PENDAHULUAN

Kalkon merupakan salah satu senyawa metabolit sekunder golongan flavonoid rantai terbuka dengan dua cincin aromatik yang digabungkan dengan sistem tiga atom karbon karbonil α , β -tak jenuh. Senyawa kalkon merupakan prekursor penting pada proses biosintesis dari flavonoid, isoflavonoid, dan beberapa senyawa heterosiklik (Perdana *et al.*, 2015). Beberapa senyawa kalkon dapat ditemukan di alam, namun penyebaran senyawa kalkon di alam sangat terbatas dan hanya ditemukan pada beberapa golongan tumbuhan dalam jumlah yang sedikit. Selain itu, senyawa ini sulit diisolasi dari tanaman karena adanya enzim kalkon sintetase yang akan mengubah kalkon menjadi flavanon (Suirta, 2016).

Senyawa kalkon dapat disintesis dengan berbagai metode salah satunya melalui kondensasi *Claisen-Schmidt* dengan mereaksikan senyawa asetofenon atau turunannya dengan benzaldehid atau turunannya dengan menggunakan katalis asam, katalis basa, sodium fosfat, atau aluminium-magnesium hidroksida hidrat (Suwito *et al.*, 2014).

Turunan senyawa kalkon 3,4,4'-trimetoksikalkon (v) dapat disintesis dari 4-metoksi asetofenon (i) dengan katalis NaOH menghasilkan ion enolat (ii) dilanjutkan dengan kondensasi ion enolat dengan 3,4-dimetoksibenzaldehid (iii), terbentuknya kondensasi dan dilanjutkan dengan pelepasan H₂O (iv) terbentuklah senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon (v), dengan mekanisme reaksi seperti Gambar 1.

Keberadaan, jenis dan letak gugus fungsional yang berbeda dapat mempengaruhi lama reaksi dan rendemen yang dihasilkan maupun memperbaiki aktivitas biologis kalkon. Perubahan struktur pada kalkon dan turunannya memberikan berbagai keragaman dan berguna untuk pengembangan agen obat baru yang memiliki peningkatan potensi dan toksisitas yang lebih rendah (Rahman, 2011).



Gambar 1. Mekanisme reaksi sintesis 3,4,4'-trimetoksikalkon

Senyawa turunan calkon dengan tiga gugus metoksi memiliki potensi sebagai antijamur, antimalaria dan dapat mengembalikan aktivitas *multi drug resistance* (MDR) (Zheng *et al.*, 2015). Zheng *et al.* (2015) telah melakukan sintesis senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon melalui reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt* dengan cara mereaksikan turunan benzaldehid dengan turunan asetofenon, pada suhu $0\text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam kemudian ditambahkan NaOH secara perlahan ke campuran dan diaduk sampai reaksi selesai hingga diperoleh rendemen 73,4%. Metode ini sulit diterapkan di negara tropis karena memerlukan pengaturan suhu rendah dan memakan waktu reaksi yang cukup lama.

Kondensasi Claisen Schmidt meliputi dua tahap reaksi yaitu pembentukan ion enolat dari turunan asetofenon dengan katalis NaOH dan kondensasi antara ion enolat dengan turunan benzaldehid menjadi kalkon. Pembentukan ion enolat oleh basa merupakan tahapan yang memerlukan waktu yang lebih lama dibandingkan tahap selanjutnya. Penggunaan jumlah basa sebagai katalis dalam reaksi ini pun merupakan suatu hal yang penting. Jumlah basa yang terlalu besar selain akan bereaksi dengan asetofenon juga dapat mengoksidasi benzaldehid (Solomon and Graham, 2011). Penelitian ini bertujuan melihat variasi waktu reaksi dan konsentrasi NaOH terhadap rendemen pada sintesis 3,4,4'-trimetoksikalkon perlu diteliti sebagai langkah awal optimasi prosedur sintesis.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah 4-metoksiasetofenon (Sigma Aldrich), 3,4-dimetoksibenzaldehid (Sigma Aldrich), NaOH (E-Merck), akuades, etanol p.a (Smart Lab), *n*-heksan (E-Merck), etil asetat (E-Merck), aseton p.a (E-Merck), dan kloroform p.a (E-Merck). Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektroskopi NMR agilent DD2, spektrofotometer UV-Vis Cecil, *Melting Point Apparatus*, timbangan analitik sartorius, lampu UV 254 nm, *chamber* kromatografi, plat KLT silika gel 60 F₂₅₄ dan *magnetic stirrer*.

Sintesis 3,4,4'-Trimetoksikalkon dengan Variasi Jumlah NaOH

Sebanyak 0,08 g (2 mmol); 0,16 g (4 mmol); 0,32 g (8 mmol); 0,48 g (12 mmol); 0,64 g (16 mmol), dan 0,80 g (20 mmol) NaOH dilarutkan dalam sejumlah etanol p.a hingga larut sempurna. Sebanyak 1,50 g (10 mmol) 4'-metoksiasetofenon dilarutkan dalam 1 mL etanol ditambahkan larutan NaOH tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar selama 2 jam (Suirta, 2016). Tahap ini dilakukan dengan menggunakan NaOH dengan jumlah yang berbeda.

Sebanyak 1,66 g (10 mmol) 3,4-dimetoksibenzaldehid dilarutkan dalam 1 mL etanol, kemudian ditambahkan ke dalam masing-masing hasil tahap pertama yang terbentuk tetes demi tetes sambil terus diaduk pada suhu kamar selama 1 jam hingga terbentuk kristal. Kristal yang diperoleh dicuci dengan akuades kemudian etanol lalu disaring dengan corong Buchner (Suirta, 2016). Setelah itu dihitung rendemen yang dihasilkan. Senyawa hasil sintesis diuji kemurniannya dengan KLT sistem tiga eluen dan titik lebur, kemudian dikarakterisasi dengan spektroskopi UV-Vis dan NMR.

Sintesis 3,4,4'-Trimetoksikalkon dengan Variasi Waktu

Sebanyak 1,50 g (10 mmol) 4'-metoksiasetofenon dilarutkan dalam 1 mL etanol ditambahkan larutan 0,20 g (5 mmol) NaOH dalam etanol tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar. Pada tahap ini dilakukan variasi lama waktu pengadukan yaitu 1, 2, 3, 4 dan 5 jam.

Ditambahkan tetes demi tetes larutan 1,66 g (10 mmol) 3,4-dimetoksibenzaldehid dilarutkan dalam etanol pada masing – masing hasil yang terbentuk pada tahap sebelumnya sambil diaduk pada suhu kamar selama 1 jam. Kristal yang diperoleh dicuci dengan akuades untuk menghentikan reaksi lalu disaring dengan corong Buchner (Suirta, 2016). Kristal hasil sintesis dibilas menggunakan etanol p.a dan disaring menggunakan corong Buchner, setelah itu dihitung rendemen yang terbentuk. Senyawa hasil sintesis diuji

kemurniannya dengan KLT menggunakan sistem tiga eluen dan titik lebur, kemudian dikarakterisasi dengan spektroskopi UV-Vis dan NMR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

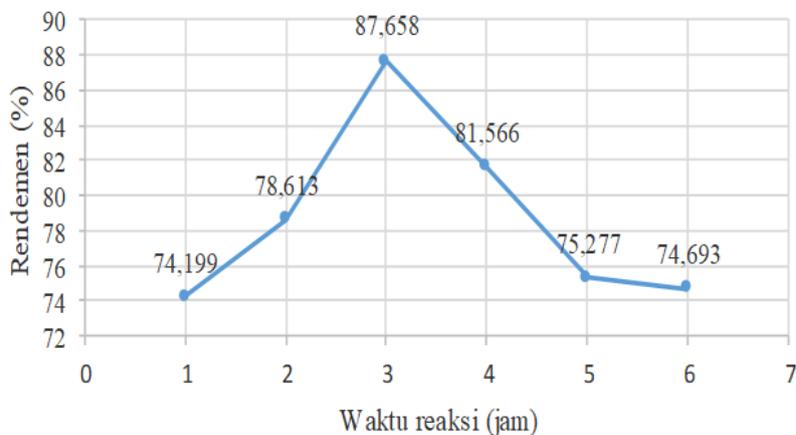
Berdasarkan hasil penelitian pada sintesis 3,4,4'-trimetoksikalkon adanya variasi jumlah NaOH yang digunakan berpengaruh terhadap rendemen yang dihasilkan. Pada variasi jumlah NaOH 2, 4 dan 8 mmol tampak terjadi kenaikan rendemen masing-masing sebesar 60,06%; 62,60% dan 80,19%. Penambahan NaOH melebihi 8 mmol menjadi 12, 16 dan 20 mmol mengakibatkan penurunan rendemen menjadi 78,43%; 77,09%; dan 75,50%.

Hasil penelitian tersebut selaras dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan pada senyawa 4-metoksikalkon dan 3,4-dimetoksikalkon (Handayani *et al.*, 2005). Handayani *et al.* (2005) telah melakukan sintesis senyawa kalkon menggunakan jumlah katalis basa lebih banyak dibandingkan dengan jumlah asetofenon dan benzaldehid menghasilkan rendemen sebesar 62,05%. Sedangkan, Suirta (2016) juga melakukan sintesis senyawa kalkon dengan jumlah katalis basa lebih sedikit dibandingkan dengan jumlah asetofenon dan benzaldehid menghasilkan rendemen lebih banyak, yaitu sebesar 87,68%. Rendahnya nilai rendemen pada sintesis senyawa kalkon karena penggunaan katalis basa yang berlebihan. Penggunaan katalis basa berlebihan dapat menyebabkan adanya reaksi yang tidak diinginkan seperti reaksi benzaldehid dengan ion hidroksida dari katalis basa. Katalis basa berlebih dapat mereduksi benzaldehid menjadi senyawa alkohol dan mengoksidasi benzaldehid menjadi asam karboksilat yang mengakibatkan rendemen senyawa kalkon berkurang (Solomon and Graham, 2011).

Variasi lama waktu sintesis (Gambar 2) juga berpengaruh terhadap rendemen yang dihasilkan. Peningkatan rendemen dari 1 jam sampai dengan 3 jam berturut-turut sebesar 74,20%; 78,61% dan 87,69%, sedangkan pada waktu 4 jam sampai dengan 6 jam terjadi penurunan rendemen yaitu 81,57%; 75,28% dan 74,69%.

Pola peningkatan rendemen seiring bertambahnya waktu reaksi hingga satu titik waktu tertentu dilanjutkan dengan penurunan rendemen dengan memperlama reaksi mirip dengan penelitian yang telah dilakukan pada turunan kalkon lain. Penelitian tentang optimasi waktu reaksi kondensasi antara 3',4'-dimetoksiasetofenon dan 3,4-dimetoksibenzaldehid dengan prosedur kerja yaitu pengadukan NaOH dan 3',4'-dimetoksiasetofenon sampai larut, kemudian ditambahkan dengan 3,4-

dimetoksibenzaldehid diaduk dengan variasi waktu selama 2, 4, dan 6 jam. Hasil penelitian yang diperoleh yaitu waktu reaksi yang optimum adalah 4 jam dengan rendemen hasil sintesis sebesar 63,35%. Sedangkan pada waktu 6 jam terjadi penurunan rendemen (Harfah, 2017).

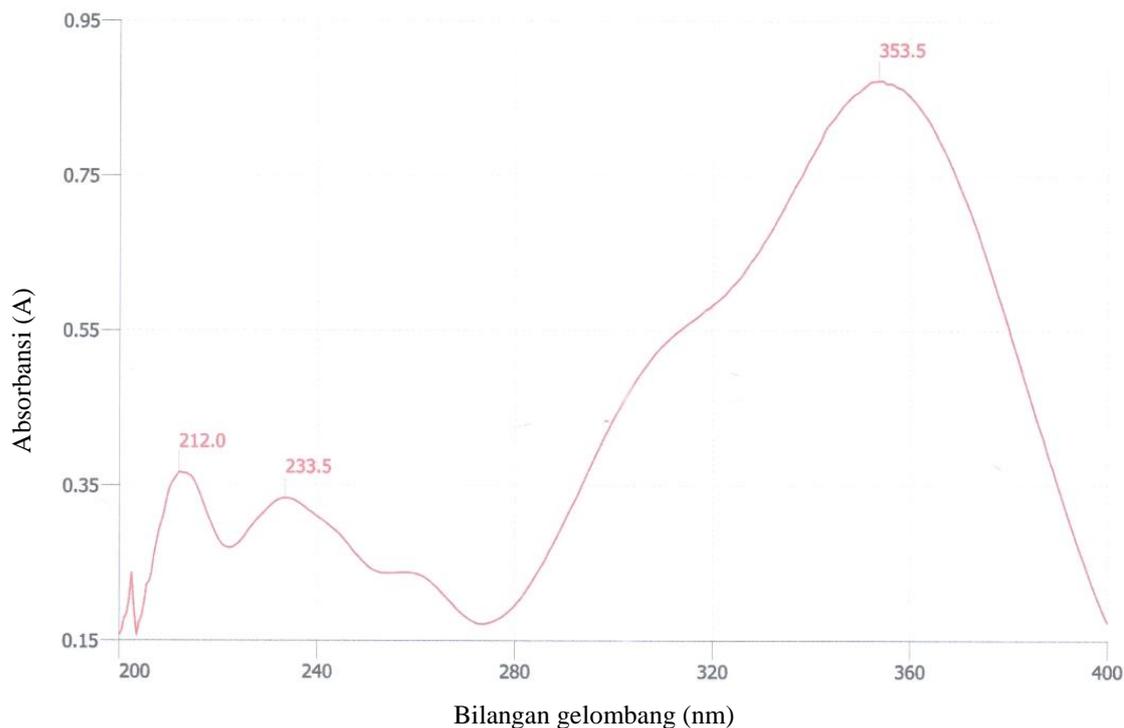


Gambar 2. Hubungan rendemen dengan waktu reaksi

Penelitian Perrin dan Chang (2016), melaporkan pada pembentukan ion enolat pada sintesis calkon terjadi mekanisme reaksi SN^2 (Substitusi, Nukleofilik, Bimolekular). Nukleofilik bimolekular adalah reaksi substitusi yang terjadi dalam satu langkah. Reaksi SN^2 dicirikan dengan reaktan yang diubah menjadi produk melewati suatu keadaan antara yaitu keadaan transisi. Energi potensial yang dibutuhkan untuk mencapai keadaan transisi disebut energi aktivasi (ΔG) (Solomon dan Graham, 2011).

Transisi disebut juga sebagai perpindahan energi dari suatu tingkat ke tingkat lain. Transisi-transisi elektronik yang terjadi diantara tingkat-tingkat energi di dalam suatu molekul ada 4, yaitu transisi sigma –sigma star ($\sigma \rightarrow \sigma^*$), transisi n – sigma star ($n \rightarrow \sigma^*$), transisi n – phi star ($n \rightarrow \pi^*$) dan transisi phi – phi star ($\pi \rightarrow \pi^*$).

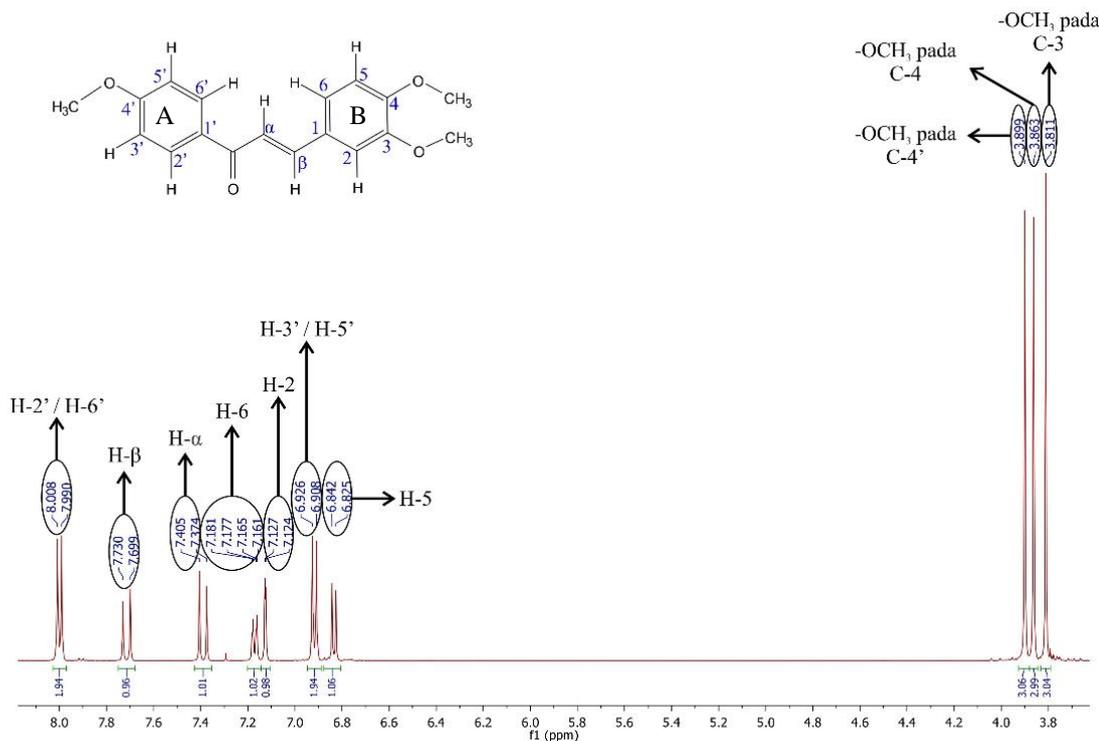
Semua hasil sintesis baik dengan variasi jumlah NaOH maupun lama waktu reaksi menunjukkan bercak tunggal pada KLT dengan 3 sistem campuran eluen yaitu n-heksan: aseton (8:2); n-heksan: kloroform (2:8) dan n-heksan: etil asetat (4:6). Hasil sintesis juga mempunyai titik lebur pada kisaran 82 hingga 85 °C sehingga dapat dikatakan sudah murni.



Gambar 3. Spektra UV senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon

Hasil sintesis dianalisis serapannya pada daerah UV sebagai identifikasi pendahuluan terbentuknya turunan kalkon (Gambar 3). Spektrum hasil sintesis menunjukkan serapan yang kuat pada kisaran 352,5 – 354 nm dan puncak yang lebih lemah pada 233 – 235 nm. Serapan pada kisaran 352,5 – 354 nm merupakan resonansi gugus sinamoil dan serapan pada 233 – 235 merupakan serapan gugus benzoil. Spektrum UV hasil sintesis sesuai dengan spectrum kalkon secara umum yang memiliki pola serapan yang khas yaitu serapan maksimum pada daerah 340 – 390 nm merupakan resonansi gugus sinamoil dan serapan maksimum pada daerah 230 – 270 nm merupakan resonansi gugus benzoil (Markham, 1988).

Hasil sintesis dianalisis menggunakan spektrofotometer H-NMR untuk mengetahui sinyal – sinyal H yang terdapat pada 3,4,4'-trimetoksikalkon (Gambar 4). Sinyal pada δ_H 3,81 (3H, s); 3,86 (3H, s) dan 3,89 (3H, s) ppm merupakan sinyal proton gugus $-OCH_3$ pada atom C-3 di cincin A, adanya pengaruh gugus penarik elektron (O-metoksi) yang menyebabkan C-3 menjadi lebih *deshielding*.



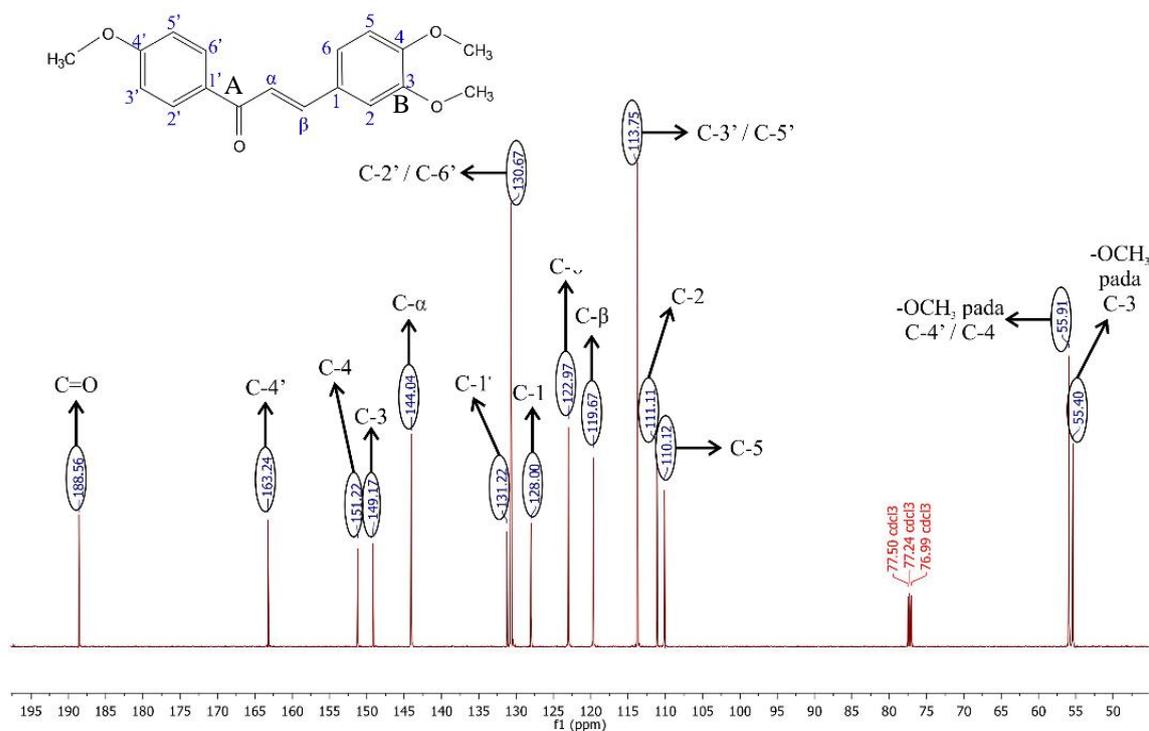
Gambar 4. Spektra $^1\text{H-NMR}$ senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon

Sinyal proton pada δ_{H} 6,83 (1H, *d*, $J = 8,3$ Hz); δ_{H} 7,13 (1H, *d*, $J = 1,9$ Hz) dan δ_{H} 7,17 (1H, *dd*, $J = 8,3, 1,9$ Hz) ppm merupakan sinyal H-aromatik pada cincin B. Sinyal proton pada δ_{H} 6,83 (1H, *d*, $J = 8,3$ Hz, H-5) ppm merupakan sinyal H-aromatik pada posisi orto dari gugus $-\text{OCH}_3$. Pengaruh gugus pendorong elektron pada posisi orto akan menjadikan sinyal yang muncul lebih bersifat *shielding* dibandingkan dengan posisi meta.

Sinyal proton pada δ_{H} 7,39 (1H, *d*, $J = 15,5$ Hz) menunjukkan sinyal proton H- α dan δ_{H} 7,71 (1H, *d*, $J = 15,5$ Hz) ppm menunjukkan H- β . Sinyal proton H- α (H-alifatik yang dekat dengan C-karbonil) bersifat lebih *shielding* dibandingkan dengan H- β (H-alifatik yang jauh dengan C-karbonil). Efek resonansi dari C-karbonil yang akan menyebabkan H- α menjadi lebih terlindungi elektron. Tetapan kopling 15,5 Hz kedua sinyal tersebut menunjukkan bahwa proton pada ikatan rangkap ini memiliki konfigurasi *trans* (*E*) (Syah, 2016).

Sinyal pada δ_{H} 6,92 (2H, *d*, $J = 8,87$ Hz) dan δ_{H} 8,00 (2H, *d*, $J = 8,9$ Hz) ppm merupakan sinyal H-aromatik pada cincin A. Kedua sinyal ini memiliki integral 2 untuk –CH menunjukkan bahwa kedua sinyal tersebut masing-masing mewakili dua proton. Sinyal proton pada δ_{H} 6,92 (2H, *d*, $J = 8,87$ Hz) ppm milik H-3'/H-5' merupakan sinyal H-aromatik pada posisi orto dari gugus $-\text{OCH}_3$ sehingga bersifat lebih *shielding*. Sedangkan sinyal pada δ_{H} 8,00 (2H, *d*, $J = 8,9$ Hz) ppm milik H-2'/H-6' merupakan sinyal proton

yang bersifat paling *deshielding*. Hal tersebut dikarenakan adanya pengaruh gugus penarik elektron pada posisi meta menyebabkan proton ini bersifat paling *deshielding* (tidak terlindungi elektron).



Gambar 5. Spektra ^{13}C -NMR senyawa 3,4,4'-trimetoksikalkon

Hasil sintesis dianalisa menggunakan spektrofotometri H-NMR untuk mengetahui sinyal – sinyal C yang terdapat pada 3,4,4'-trimetoksikalkon (Gambar 5). Adanya dua sinyal di daerah C-sp^3 yaitu pada δ_{C} 55,40 dan 55,91 ppm milik gugus $-\text{OCH}_3$ (Syah, 2016). Terdapat tiga gugus $-\text{OCH}_3$ pada struktur senyawa, sedangkan pada spektra ^{13}C -NMR hanya terdapat dua sinyal. Hal ini dikarenakan gugus $-\text{OCH}_3$ pada posisi para di cincin A dan cincin B memiliki kondisi lingkungan yang mirip sehingga hanya menghasilkan satu sinyal karbon. Sinyal pada $\delta_{\text{C}} = 55,40$ ppm merupakan sinyal milik $-\text{OCH}_3$ pada C-3 di cincin B karena adanya pengaruh gugus pendorong elektron (C-karbonil) yang menyebabkan atom C-3 bersifat lebih *shielding*. Sinyal pada $\delta_{\text{C}} = 55,91$ ppm merupakan sinyal milik dua gugus $-\text{OCH}_3$ pada C-4'/C-4 karena sinyal tersebut memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada sinyal pada $\delta_{\text{C}} = 55,40$ ppm.

Sinyal $=\text{CH}$ -alkena dan $=\text{CH}$ -aromatik akan muncul pada δ_{C} 100-160 ppm. Sinyal pada $\delta_{\text{C}} = 110,1$ dan $111,1$ ppm merupakan sinyal $=\text{C}$ -aromatik milik C-5 dan C-2. Kedua sinyal tersebut bersifat *shielding* akibat adanya pengaruh orto dan meta terhadap gugus pendorong $-\text{OCH}_3$ pada C-3 dan C-4. Sinyal pada $\delta_{\text{C}} 122,9$ ppm merupakan sinyal $=\text{C}$ -

aromatik milik C-6 yang bersifat lebih *deshielding* dibandingkan dengan sinyal milik C-2 dan C-5 karena terletak pada posisi para dan meta dari gugus -OCH₃ di cincin B. Selain itu, adanya pengaruh gugus penarik (C-karbonil) menyebabkan C-6 menjadi kurang terlindungi elektron sehingga bersifat lebih *deshielding*. Letak di posisi meta menyebabkan suatu karbon menjadi kurang terlindungi elektron karena adanya pengaruh gugus penarik elektron, sehingga akan bersifat lebih *deshielding* (Syah, 2016).

Sinyal pada δ_C 113,7 ppm merupakan =C-aromatik milik C-3'/C-5' yang terletak pada posisi orto dari gugus -OCH₃ di cincin A sehingga bersifat lebih *shielding* dibandingkan dengan sinyal pada δ_C 130,6 ppm yang merupakan =C-aromatik milik C-2'/C-6'. Sinyal C-2'/C-6' bersifat lebih *deshielding* karena terletak pada posisi meta dari gugus -OCH₃ di cincin A. Intensitas kedua sinyal tinggi dipastikan sinyal ini mewakili adanya dua atom C. Hal tersebut dikarenakan ketika cincin A ditarik bidang simetri sepanjang -OCH₃ dan C-1' maka akan terbentuk simetri geseran kimia sehingga menghasilkan dua sinyal karbon yaitu milik C-2'/C-6' dan C-3'/C-6' (Syah, 2016).

Sinyal pada δ_C = 131,2 ppm milik C-1' terletak lebih dekat dengan C-karbonil sehingga menyebabkan sinyal tersebut lebih bersifat lebih *deshielding* dibandingkan dengan sinyal pada δ_C = 128,0 ppm milik C-1.

Sinyal pada δ_C = 149,1 dan 151,2 ppm milik C-3 dan C-4 bersifat lebih *shielding* karena terletak di cincin B yang lebih jauh dari pengaruh C-karbonil. Sedangkan sinyal pada δ_C 163,2 ppm merupakan sinyal =C-O- milik C-4' di cincin A. Sinyal ini sedikit menyimpang karena melebihi rentang 160 ppm. Hal ini dapat terjadi karena sinyal ini terletak lebih dekat dengan gugus C-karbonil sehingga lebih terpengaruhi dan menyebabkan sinyal tersebut bersifat lebih *deshielding*. Sinyal yang muncul pada δ_C 119,6 dan 144,0 ppm merupakan sinyal =C-alkena.

Sinyal pada δ_C 144,0 ppm merupakan sinyal milik C- α karena terletak lebih dekat dengan gugus penarik elektron (C-karbonil) sehingga menyebabkan sinyal tersebut menjadi lebih tidak terlindungi elektron (bersifat lebih *deshielding*) dibandingkan dengan sinyal pada δ_C 119,6 ppm milik C- β .

Spektrum ¹³C-NMR juga menunjukkan adanya sinyal pada δ_C = 188,5 ppm yang dapat dipastikan merupakan sinyal C-karbonil karena berada pada geseran kimia diatas 160 ppm (Syah, 2016).

KESIMPULAN

Sintesis 3,4,4' trimetoksikalkon dari 4-metoksi asetofenon dan 3,4-dimetoksi benzaldehid menggunakan katalis NaOH 8 mmol menghasilkan rendemen yang lebih tinggi dibandingkan NaOH dengan jumlah yang lain. Waktu reaksi asetofenon dan NaOH selama 3 jam menghasilkan rendemen yang lebih tinggi dibandingkan waktu reaksi yang lebih singkat maupun lebih lama.

DAFTAR PUSTAKA

- Handayani, S., Sunarto, S., and Kristianingrum, S., 2005. Optimization of Time Reaction and Hydroxide Ion Concentration on Flavonoid Synthesis from Benzaldehyde and Its Derivatives. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(2): 163-168. doi: 10.22146/ijc.21825.
- Harfah, S., 2017. Optimasi Waktu Reaksi Kondensasi Antara 3,4- Dimetoksiasetofenon dan 3,4-Dimetoksibenzaldehid, *Skripsi*, Prog Studi Kimia, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
- Markham, K. R., 1988. *Cara Mengidentifikasi Flavanoid* (Terjemahan), ITB Press, Bandung: 39.
- Perdana, F., Eryanti, Y., and Zamri, A., 2015. Synthesis and Toxicity Assessments Some Para-methoxy Chalcones Derivatives. *Procedia Chemistry*, 16: 129-133. doi: 10.1016/j.proche.2015.12.040.
- Perrin, C.L., dan Chang, K.L., 2016. The Complete Mechanism of an Aldol Condensation. *Journal of Organic Chemistry*, 81 (13): 5631–5635. doi: 10.1021/acs.joc.6b00959.
- Rahman, M., 2011. Chalcone: A Valuable Insight into the Recent Advances and Potential. *Journal of Chemical Sciences*, 29 (3): 1–16.
- Solomon, and Graham, 2011. *Organic Chemistry*. John Wiley and Sons; 869 - 890
- Suirta, I W., 2016, Sintesis Senyawa Calkon Serta Uji Aktivitas Sebagai Antioksidan, *Jurnal Kimia*, 10 (1): 75-80.
- Suwito, H., Jumina, M., Kristanti, A.N., and Puspaningsih, N.N.T., 2014. Chalcones: Synthesis, Structure Diversity and Pharmacological Aspects. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(5): 1078-1088.
- Syah, Y.M., 2016. *Dasar-Dasar Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Data Spektrum ¹H dan ¹³C NMR*. Laboratorium Spektroskopi Massa dan NMR FMIPA ITB, Bandung.
- Zheng, Y., Wang, X., Gao, S., Ma, M., Ren, G., Liu, H., and Chen, X., 2015. Synthesis and Antifungal Activity of Chalcone Derivatives. *Natural Product Research*, 29(19): 1804-1810. doi: 10.1080/14786419.2015.1007973