

544  
18m  
P e1

DOSEN MUDA



LAPORAN PENELITIAN

PEMISAHAN RASEMAT ZAT ANTIDIURETIK FLAVANON  
MELALUI PEMBENTUKAN SENYAWA KETAL SIKLIK  
DENGAN PEREAKSI (2R,3R) - BUTANADIOL

Oleh:

Ismiyarto, S.Si., M.Si

Drs. Pratama Jujur Wibawa, M. Si

Ngadiwiyana, S.Si., M.Si

---

Dibiayai oleh Bagian Proyek Peningkatan Penelitian Pendidikan Tinggi  
Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional,  
Sesuai dengan Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Dosen Muda  
Nomor: 028/P4T/DPPM/PDM/III/2003 tanggal 28 Maret 2003

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS DIPONEGORO  
NOVEMBER, 2003

UPT-PUSTAK-UNDIP

No. Datt: 152/K1/MIPA/C1

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR  
HASIL PENELITIAN DOSEN MUDA DAN KAJIAN WANITA**

1. a. Judul : **Pemisahan Rasemat Zat Antidiuretik Flavanon Melalui Pembentukan Senyawa Ketal Siklik Dengan Pereaksi (2R,3R) – Butanadiol**
- b. Kategori Penelitian : **Pengembangan IPTEK (Kategori I)**
2. Ketua Peneliti
- a. Nama Lengkap : **Ismiyarto, S.Si.,S.Si**
- b. Jenis Kelamin : **Laki-laki**
- c. Gol. Pangkat dan NIP : **IIIa/ Penata Muda/ 132 161 215**
- d. Jabatan Struktural : **-**
- e. Fak/Jurusan : **MIPA/ Kimia**
- f. Pusat Penelitian : **Lemlit UNDIP**
3. Jumlah Peneliti : **3 Orang**
- Anggota Peneliti 1 : **Drs. Pratama Jujur Wibawa, M.Si**
- Anggota Peneliti 2 : **Ngadiwiyana, S.Si., M.Si**
4. Lokasi Penelitian : **Laboratorium Kimia Organik FMIPA UNDIP Semarang**
5. Kerja sama Institusi Lain : **-**
- a. Nama Institusi : **-**
- b. Alamat : **-**
6. Lama Penelitian : **8 Bulan**
7. Biaya yang Dibelanjakan : **Rp.5.000.000,00(Enam Juta Rupiah)**



Semarang, 10 November 2003  
Ketua Peneliti,

*Ismiyarto*

Ismiyarto, S.Si., M.Si  
NIP. 132 161 215



Mengetahui,  
Ketua Lembaga Penelitian

Prof. Dr. Ir. Sri Riwanto, Sp.BD

NIP. 132 161 215

## **SUMMARY**

### **RASEMIC RESOLUTION OF ANTIDIURETIC FLAVANONE VIA FORMATION OF CYCLICAL KETAL USE (2R,3R)-BUTANEDIOL AS REACTANT**

**Ismiyarto, Pratama Jujur Wibawa, Ngadiwiyana, 2003, 14 Page**

Hesperidine and it's aglikone are rasemic which one is active coumpound, and another is not active coumpound. Base on it, so in the reaseach have been resoluted to this rasemic i.e (+)-hesperitine and (-)-hesperitine. The methodode that used to resolution of this rasemic is formation of cyclical kethal hesperitine from rasemic with (2R,3R)-butanediol as reactant. Rasemic have a different of physically properties, so their could be separated easelly. The result of this research that using column chromatografi methodode with heksana: etil asetat (1:4) as eluent is formation of cyclical kethal hesperitin with 21 % conversion.

**Keywords:** Hesperitine, rasemic, cyclical ketal

**Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang**

**No. Kontrak: 028 / P4T/ DPPM/PDM/ III/ 2003. Tahun 2003**

## **RINGKASAN**

### **PEMISAHAN RASEMAT ZAT ANTIDIURETIK FLAVANON MELALUI PEMBENTUKAN SENYAWA KETAL SIKLIK DENGAN PEREAKSI (2R,3R) – BUTANADIOL**

**Ismiyarto, Pratama Jujur Wibawa, Ngadiwiyanana, 2003, 14 Halaman**

Hesperidin dan aglikonnya di pasaran merupakan campuran rasemat, yang mana salah satu dari pasangan rasemat tersebut mempunyai aktivitas yang lebih dibandingkan yang lainnya, sedangkan yang satunya dimungkinkan mempunyai aktivitas yang sebaliknya. Berdasarkan hal tersebut dalam penelitian ini dilakukan pemisahan terhadap pasangan rasemat hesperitin (+) dan hesperitin (-). Metode untuk memisahkan kedua rasemat tersebut dengan cara direaksikan dengan (2R,3R)-butanadiol menghasilkan sepasang diastereomer ketal siklik hesperitin. Sepasang diastereomer mempunyai sifat fisika yang secara umum berbeda, sehingga kedua dapat dipisahkan. Dari hasil penelitian menggunakan kromatografi kolom dengan eluen heksana: etil asetat (1:4) didapat bahwa hasil reaksi siklisasi untuk menghasilkan senyawa ketal siklis mempunyai konversi 21 %.

**Kata kunci:** *Hesperitin, Rasemat, Ketal siklis hesperitin*

**Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang**

**No. Kontrak: 028 / P41/ DPPM/PDM/ III/ 2003. Tahun 2003**

## KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat dan hidayahnya, sehingga kegiatan penelitian program Penelitian Dosen Muda dengan judul: **"PEMISAHAN RASEMAT ZAT ANTIDIURETIK FLAVANON MELALUI PEMBENTUKAN SENYAWA KETAL SIKLIK DENGAN PEREAKSI (2R,3R) – BUTANADIOL"** telah selesai dan dibuat laporannya.

Kegiatan ini dapat berhasil diselesaikan tidak lepas dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Untuk itu kami mengucapkan banyak terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Pimpinan Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat, Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi, Depdikbud RI
2. Ketua Lembaga Penelitian UNDIP Semarang
3. Dekan Fakultas MIPA UNDIP Semarang
4. Seluruh staf dan mahasiswa tugas akhir Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP.

Dan kepada semua pihak yang telah membantu kami, namun tidak dapat kami sebut satu persatu, sekali lagi kami ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya. Mudah-mudahan Allah SWT memberikan imbalan yang setimpal. Amin.

Kami sadar bahwa laporan ini masih jauh dari sempurna juga karena terbatasnya waktu penyelesaian, oleh karena itu kami sangat mengharap adanya saran maupun kritik untuk dapat memperbaikinya pada kesempatan berikutnya.

Semarang, 10 November 2001

Penyusun

## DAFTAR ISI

|                                 | <b>Halaman</b> |
|---------------------------------|----------------|
| LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN | ii             |
| SUMMARY                         | iii            |
| RINGKASAN                       | iv             |
| KATA PENGANTAR                  | v              |
| DAFTAR ISI                      | vi             |
| DAFTAR TABEL                    | vii            |
| DAFTAR GAMBAR                   | viii           |
| DAFTAR LAMPIRAN                 | ix             |
| I PENDAHULUAN                   | 1              |
| II TINJAUAN PUSTAKA             | 3              |
| III METODE PENELITIAN           | 8              |
| IV HASIL DAN PEMBAHASAN         | 9              |
| V KESIMPULAN                    | 13             |
| DAFTAR PUSTAKA                  | 14             |
| LAMPIRAN                        | 15             |

## DAFTAR TABEL

|                                                                                                  | <b>Halaman</b> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <b>Tabel 4.1 Hasil pemisahan kromatografi kolom menggunakan eluen heksana : etilasetat (1:3)</b> | <b>11</b>      |

## DAFTAR GAMBAR

|                                                      | <b>Halaman</b> |
|------------------------------------------------------|----------------|
| <b>Gambar 4.1</b> Spektrum IR Hesperitin             | <b>9</b>       |
| <b>Gambar 4.2</b> Spektrum IR Hesperitin Sisa Reaksi | <b>12</b>      |



## DAFTAR LAMPIRAN

|            |                               |               |
|------------|-------------------------------|---------------|
| Lampiran I | Daftar Riwayat Hidup Peneliti | Halaman<br>15 |
|------------|-------------------------------|---------------|

## I. PENDAHULUAN

Senyawa-senyawa flavonoid khususnya turunan flavanon merupakan salah satu golongan senyawa penting dalam kehidupan manusia, mengingat aktivitas fisiologis yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti, bidang farmasi.

Hingga saat ini penelitian mengenai flavanoid melibatkan teknik isolasi dan identifikasi senyawa tersebut dalam jenis tumbuhan tertentu. Akan tetapi isolat murni yang diperoleh sangat sedikit. Perkembangan ilmu pengetahuan memungkinkan dilakukan penelitian yang mengarah pada sintesis senyawa flavanoid, dalam hal ini melibatkan pemisahan senyawa rasemat, yang mana pasangan rasemat tersebut mempunyai sifat kimia maupun fisika yang berbeda.

Jarang sekali dijumpai bahwa enantiomer-enantiomer mengkristal secara terpisah. Sepasang enantiomer itu menunjukkan sifat-sifat kimiawi dan fisik yang sama, dan keduanya tidak dapat dipisahkan dengan cara kimia atau fisika biasa ( Zaugg, 1955 ). Suatu cara untuk memisahkan campuran rasemat secara umum adalah mereaksikannya dengan pereaksi kiral sehingga diperoleh sepasang produk diastereomerik ( Jacques, Collet and Wilen, 1981). Karena diastereomer-diastereomer adalah senyawa berlainan dengan sifat kimiawi dan fisik yang berbeda, sehingga sepasang diastereomer dapat dipisahkan secara fisika biasa misalnya kristalisasi ( Fessenden and Fessenden, 1995). Secara umum pembentukan pasangan diastereomerik dapat dilihat sebagai berikut :



$(\pm)\text{A}$  : Campuran Rasemat

$(-)\text{B}$  : Pereaksi Kiral

**A, B** : Sepasang Diastereomer

Senyawa flavanon mempunyai gugus karbonil, sehingga untuk membentuk diastereomeriknya dapat dilakukan reaksi untuk membentuk ketal sikliknya (Wynberg and Staring, 1985). Untuk itu diperlukan peraksi kiral yang sesuai yaitu (2R, 3R)-butanadiol.

Produk adisi satu molekul alkohol pada suatu keton disebut hemi kiral, sedangkan produk adisi dua molekul alkohol dengan hilangnya  $H_2O$  adalah ketal. Reaksi ini dikatalis oleh asam kuat. Secara umum hemiasetal tak dapat diisolasi, namun ketal bersifat stabil dalam larutan bukan asam dan dapat diisolasi (Fessenden and Fessenden, 1995).

Untuk menghasilkan produk enantiomer murninya, diastereomer ketal siklik tersebut dihidrolisis dengan asam dan dapat dimurnikan dengan kromatografi kolom (Wynberg, 1986).