

Studi efektivitas sintesis derivat kromen menggunakan katalis Fe₃O₄/kampur dan aktivitasnya sebagai antioksidan dan antibakteri = Study on the effectiveness of the synthesis of chromene derivatives using Fe₃O₄/camphor as nanocatalyst and their antioxidant and antibacterial activity / Dwi Febriantini

Dwi Febriantini, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20486492&lokasi=lokal>

Abstrak

ABSTRAK

Derivat kromen telah dilaporkan memiliki berbagai aktivitas biologis, seperti antioksidan, antibakteri, antikanker, anti-poliferatif, dan anti-inflammatory. Pendekatan melalui reaksi multikomponen (multi-component reactions, MCR) merupakan suatu strategi yang efektif, karena transformasi dan pembentukan ikatan pada sintesis kimia organik dilakukan dalam satu wadah dan umumnya tidak memerlukan proses pemisahan senyawa intermediet, sehingga dapat mengurangi limbah kimia, mempersingkat waktu reaksi, menghemat energi dan reagen, serta mempermudah aspek praktik. Tujuan dari penelitian ini adalah mengkaji efektivitas sintesis derivat kromen melalui reaksi multikomponen dengan menggunakan katalis Fe₃O₄/kampur yang mampu menghasilkan yield memuaskan dan pengujian aktivitas beberapa produk yang diperoleh sebagai antioksidan dan antibakteri.

Penelitian dilakukan dalam empat tahap. Tahap pertama adalah sintesis dan pengujian efektivitas aktivitas katalitik nanopartikel magnetik Fe₃O₄/kampur yang disertai karakterisasi menggunakan FT-IR, XRD, PSA, SEM-EDS, dan TEM. Tahap kedua adalah screening kondisi optimum reaksi dalam mensintesis derivat kromen menggunakan substrat berupa benzaldehida, malononitril, dan dimedon. Reaksi tersebut diamati dengan menggunakan TLC, produk yang terbentuk dikristalisasi, dan dihitung yield produk dengan memvariasikan jenis pelarut, suhu reaksi, dan jumlah katalis. Tahap ketiga adalah menginvestigasi ruang lingkup metode dengan memvariasikan substrat berupa aromatik aldehida (4-hidroksi benzaldehida), metilen aktif (malononitril), dan α -diketon (asam barbiturat dan asam thiobarbiturat). Hasil reaksi dikarakterisasi dengan menggunakan melting point, FT-IR, spektrofotometer UV-Vis, dan GC-MS. Tahap keempat adalah pengujian aktivitas derivat kromen sebagai antioksidan dan antibakteri secara in vitro. Kampor dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam bentuk nanopartikel magnetik Fe₃O₄/kampur setelah melewati karakterisasi menggunakan FT-IR, XRD, PSA, SEM-EDS, dan TEM. Preparasi berpengaruh terhadap ukuran nanopartikel magnetik dan ukuran partikel tersebut berkorelasi negatif dengan yield produk sintesis berupa senyawa derivat kromen 4a. Fe₃O₄/kampur FC3 merupakan katalis dengan ukuran paling kecil (19,24 nm/XRD; 37,18 nm/PSA; 37,43 nm/SEM) yang mampu menghasilkan yield sebesar 91,70% selama 1 menit dalam kondisi microwave. Kondisi terbaik yang mampu menghasilkan yield paling tinggi adalah dengan menggunakan 4% nanokatalis Fe₃O₄/kampur FC3 pada suhu 80 °C; selama 40 menit dalam pelarut etanol:air (4:1) yang mampu menghasilkan yield sebesar 93,15%. Metode sintesis derivat kromen melalui reaksi multikomponen dengan menggunakan katalis Fe₃O₄/kampur FC3 dapat digunakan pada berbagai substrat berupa aromatik aldehida berupa benzaldehida dan 4-hidroksi benzaldehida; metilen aktif berupa malononitril; dan α -diketon berupa dimedon, asam barbiturat, dan asam thiobarbiturat, menghasilkan produk 4a (93,15%), 4b (88,85%), dan 4c (87,32%). Produk yang memiliki aktivitas

antioksidan terbaik adalah 4c (IC50: 5,10 ppm). Produk 4a memiliki aktivitas antibakteri yang kuat terhadap bakteri Gram-negatif, terutama *P. aeruginosa* (18,08 mm); sedangkan produk 4c memiliki aktivitas antibakteri yang kuat terhadap bakteri Gram-positif terutama, *B. cereus* (16,90 mm).

<hr>

ABSTRACT

Chromene derivatives have been reported showing a wide range of biological activities such as anticancer, antibacterial, antioxidant, anti-proliferative, and anti-inflammatory. Multi-component reactions (MCRs) method is an effective strategy, since the transformation and the formation of chemical bonds in organic synthesis carried out in one flask without isolation of intermediates. Therefore, those MCRs have generated some benefits such as being effectively reducing chemical waste, shorten reaction time, saving chemical reagents and solvents, as well as simplify practical aspects. The aim of this research is to examine the effectiveness of the synthesis of chromene derivatives using Fe₃O₄/camphor as catalyst with satisfactory yield as well as to evaluate the remarkable activity of obtained products as antioxidant and antibacterial agent.

This research was carried out in four stages. The first stage was evaluation of the effectiveness of the synthesis and catalytic activity of magnetic nanoparticle Fe₃O₄/camphor as well as its characterization using FT-IR, XRD, SEM-EDS, PSA, and TEM. The second stage was the screening of optimum reaction condition of the synthesis of chromene derivatives using substrates of benzaldehyde, malononitrile, and dimedone, in a condition of different types of solvents, reaction temperature, and the amount of catalyst. The reaction was observed using TLC, the obtained products were recrystallized, and yield products were calculated. The third stage was to investigate the scope of the method by varying the substrate of aromatic aldehyde (4-hydroxy benzaldehyde), active methylene (malononitrile), and α -diketones (barbituric acid and thiobarbiturat acid). The results of reactions were characterized by melting point, FT-IR, UV-Vis spectrophotometer, and GC-MS. The fourth stage is to evaluate the activity of the obtained product of chromene derivatives as antioxidant and antibacterial agent by in vitro assays.

Camphor can be applied as a catalyst in the form of magnetic nanoparticle Fe₃O₄/camphor after characterization using FT-IR, XRD, PSA, SEM-EDS, and TEM. The preparation of magnetic nanoparticle affected the size of the nanoparticles and this size is negatively correlated with the yield of synthesized products of compound 4a. Nanoparticle Fe₃O₄/camphor FC3 is the smallest size catalyst (19.24 nm/XRD; 37.18 nm/PSA; 37.43 nm/SEM) with 91.70% yield for 1 minute using microwave method. The optimum conditions that show the highest yield (93.15%) is to use 4% of nanocatalyst Fe₃O₄/camphor FC3 at the temperature of 80 \pm 5 $^{\circ}$ C; for 40 minutes in ethanol:water (4:1). This method of the synthesis of chromene derivatives through multicomponent reactions using the catalyst Fe₃O₄/camphor FC3 also applied on wide range of substrates of aromatic aldehydes such as benzaldehyde and 4-hydroxy benzaldehyde; active methylene of malononitrile; and α -diketones such dimedone, barbituric acid, and thiobarbiturat acid, producing products of 4a (93.15%), 4b (88.85%), and 4c (87.32%). Compound 4c showed the strongest antioxidant activity (IC50: 5.10 ppm) compared to 4a, 4b, and the standards. Compound 4a showed a strong antibacterial activity against Gram-negative bacteria, especially *P. aeruginosa* (18.08 mm); while compound 4c showed a strong antibacterial activity against Gram-positive bacteria, particularly *B. cereus* (16.90 mm).