

RINGKASAN

Cara pengendalian hama yang dilakukan secara tradisional sudah tidak efektif lagi dan tidak dapat digunakan lagi. Sedangkan pemberantasan hama dengan penggunaan pestisida kimia dapat menimbulkan berbagai masalah yang tidak diinginkan. Oleh sebab itu, diperlukan metode pengendalian hama yang lebih selektif dan ramah lingkungan.

Salah satu cara pengendalian hama yang sedang dikembangkan adalah dengan penggunaan *repellent*, yaitu bahan kimia yang berfungsi sebagai pengusir atau penolak hama. Salah satu senyawa yang diketahui mempunyai aktivitas sebagai *repellent* adalah sinamamida. Beragam aktivitas dari sinamamida mendorong ditemukannya senyawa-senyawa turunan sinamamida yang mempunyai aktivitas farmakologi yang tinggi dan toksisitas yang rendah.

Salah satu senyawa turunan sinamamida adalah *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida dari asam-*p*-metoksisinamat dan *p*-bromoanilin dengan pereaksi kopling disikloheksilkarbodiimida (DCC).

Tahap awal pada penelitian ini adalah isolasi etil *p*-metoksisinamat dari rimpang kencur (*Kaempferia galanga*, L) menggunakan metode perkolasi dengan pelarut pengestraksi etanol 96%. Persentase hasil yang diperoleh sebesar 2,36%. Terhadap etil *p*-metoksisinamat yang diperoleh kemudian dilakukan proses hidrolisis dengan menggunakan basa KOH dan diasamkan dengan HCl untuk mendapatkan asam-*p*-metoksisinamat yang digunakan sebagai bahan awal pada penelitian ini. Persentase senyawa hasil hidrolisis asam-*p*-metoksisinamat yang diperoleh sebesar 78,5%.

Tahap selanjutnya adalah sintesis *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida. Pada tahap ini asam-*p*-metoksisinamat direaksikan dengan pereaksi kopling DCC, dan *p*-bromoanilin pada suhu 0 ± 2 °C dengan pengadukan selama 12 jam.

Uji kemurnian dilakukan terhadap etil *p*-metoksisinamat, asam-*p*-metoksisinamat dan senyawa hasil reaksi *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida dengan penentuan jarak lebur dan kromatografi lapis tipis. Hasil penentuan jarak lebur dari EPMS, APMS dan *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida berturut-turut adalah 46-47,5°C, 168-168,5°C dan 186-188°C. Sedangkan hasil pengamatan dengan kromatografi lapis tipis dengan menggunakan fase diam silika gel GF₂₅₄ dan berbagai sistem eluen yang relatif non polar didapatkan harga R_f untuk asam-*p*-metoksisinamat lebih rendah daripada R_f dari etil *p*-metoksisinamat, hal ini karena pada asam-*p*-metoksisinamat gugus etil dari etil *p*-metoksisinamat sudah digantikan oleh gugus -OH karboksilat sehingga bersifat lebih polar. Untuk senyawa hasil reaksi *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida ditentukan harga R_fnya dengan menggunakan pembanding asam-*p*-metoksisinamat dan didapatkan harga R_f senyawa hasil reaksi lebih besar daripada harga R_f senyawa pembanding, hal ini dikarenakan gugus -OH pada asam-*p*-metoksisinamat sudah digantikan oleh gugus -NH(C₆H₄)Br sehingga bersifat lebih non polar.

Pada spektrum inframerah senyawa hasil hidrolisis asam-*p*-metoksisinamat pada bilangan gelombang 2843 cm⁻¹ pita serapannya tampak melebar karena ada serapan dari OH karboksilat yang sebelumnya tidak ada pada spektrum inframerah dari etil *p*-metoksisinamat. Data spektrum ¹H-NMR juga

menunjukkan sudah tidak ada lagi pola pemisahan triplet dan kuartet pada pergeseran gelombang 1,30 ppm dan 4,22 ppm karena gugus etil dari etil *p*-metoksisinamat sudah digantikan oleh OH karboksilat.

Pada spektrum infra merah *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida didapatkan puncak pada bilangan gelombang 1707 cm^{-1} (C=O ulur), dan 3261 cm^{-1} (N-H ulur), serta pada daerah 3000-3700 cm^{-1} sudah tidak terdapat pita serapan dari gugus OH.

Pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida menunjukkan proton gugus metil (-OCH₃) pada pergeseran kimia 3,83 ppm dengan pola pemisahan singlet, pada 6,51-6,69 ppm dan 7,55-7,73 ppm dengan pola pemisahan doublet dan tetapan kopling 16 Hz menunjukkan proton alkena (CH=CH), serta pada 6,83-6,93 ppm dan 7,43-7,47 ppm dengan pola pemisahan doublet dan tetapan kopling 9 Hz yang menunjukkan proton gugus aromatis (C₆H₄).

Dari hasil GC-MSD didapatkan waktu tambat 20,64 menit yang kemudian dianalisa dengan spektrometer massa. Analisa spektrometer massa pada waktu tambat 20,64 memberikan puncak dengan harga $m/z = 252$ yang merupakan fragmen dari ion molekul (M^+) yang kehilangan gugus -Br ($M^+ - \text{Br}$). Sedangkan fragmen puncak dasar memiliki harga $m/z = 161$ yang merupakan puncak dari ion molekul (M^+) yang kehilangan gugus -NHC₆H₄Br ($M^+ - \text{NHC}_6\text{H}_4\text{Br}$). Fragmen yang lainnya adalah $m/z = 176$ yang merupakan fragmen dari ($M^+ - \text{C}_6\text{H}_4\text{Br}$) dan $m/z = 133$ yang merupakan fragmen dari ($M^+ - \text{CONHC}_6\text{H}_4\text{Br}$)

Berdasarkan data harga R_f, penentuan titik lebur, data spektra FT-IR, $^1\text{H-NMR}$, dan MS dapat disimpulkan bahwa senyawa yang terbentuk pada reaksi antara asam-*p*-metoksisinamat dan *p*-bromoanilin dengan pereaksi kopling *DCC* adalah *N*-(*p*-bromofenil)-*p*-metoksisinamamida. Persentase hasil reaksi yang diperoleh sebesar 52,9 %.

Berdasarkan hasil sintesis ini disarankan reaksi dilakukan pada suhu rendah untuk mengurangi hasil samping yang dapat terbentuk dari pengaktifan secara berlebihan senyawa antara yang reaktif.

ABSTRACT

The synthesis of *N*-(*p*-bromophenyl)-*p*-methoxycinnamamide has been done by reaction between *p*-methoxycinnamic acid and *p*-bromoaniline with dicyclohexylcarbodiimide (DCC) as a coupling reagent. *p*-methoxycinnamic acid used, was the product of hydrolysis ethyl *p*-methoxycinnamic acid previously isolated from *Kaempferia galanga*, L.

The purified product was analyzed by melting point test and thin layer chromatography. The structure of *N,N*-dimethyl-*p*-methoxycinnamamide was identified based on FT-IR spectrophotometry, ¹H NMR spectrometry, and GC-MSD.

The reaction yield 52,9% of product with melting point 186-188°C and The TLC experiment with chloroform : etil asetat (50:1) as eluent gave the R_f value 0,77 and chloroform as eluent gave R_f value 0,61. The identification showed that the resulted compound was *N*-(*p*-bromophenyl)-*p*-methoxycinnamamide.

Keyword : DCC, *N*-(*p*-bromophenyl)-*p*-methoxycinnamamide, *p*-methoxycinnamic acid, *p*-bromoaniline.

