ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

ZINGIBERACEAE
CHEMISTRY, DERIVATIVE

SKRIPSI

ITA DIANITA WULANDARI

SINTESIS *N*-FENIL-*p*-METOKSISINAMAMIDA DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT (Hasil Isolasi Rimpang Kencur) DENGAN ANILINA DAN DISIKLOHEKSILKARBODIIMIDA

FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
BAGIAN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2005

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

Lembar Pengesahan

SINTESIS *N*-FENIL-*p*-METOKSISINAMAMIDA DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT (Hasil Isolasi Rimpang Kencur) DENGAN ANILINA DAN DISIKLOHEKSILKARBODIIMIDA

SKRIPSI

Dibuat Untuk Memenuhi Syarat
Mencapai Gelar Sarjana Farmasi Pada
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga

2005

Oleh:

ITA DIANITA WULANDARI
NIM : 050112412

Telah disetujui oleh:

Pembimbing Utama	Pembimbing Serta
Drs. Heru Wibowo, MS, Apt.	Dra. Juni Ekowati, M.Si, Apt.
NIP. 130 809 083	NIP. 132 009 462

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr.Wb

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah SWT, yang telah melimpahkan Rahmat-Nya kepada kami, hanya dengan keridhoan-Nya kami dapat menyelesaikan skripsi kami yang berjudul "**SINTESIS *N*-FENIL-*p*-METOKSISINAMAMIDA DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT (Hasil Isolasi Rimpang Kencur) DENGAN ANILINA DAN DISIKLOHEKSILKARBODIIMIDA**"
Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar SARJANA pada Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.

Dalam menyelesaikan skripsi ini, kami tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini perkenankanlah kami mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Drs. Heru Wibowo MS. Apt selaku dosen pembimbing utama dan Ibu Dra. Juni Ekowati Msi, Apt selaku pembimbing serta yang dengan penuh perhatian dan kesabaran dalam memberikan bimbingan dan petunjuk serta kebijaksanaan kepada kami dalam menyelesaikan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Suko Hardjono, MS dan Drs. Soedarto selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan, saran dan arahan demi kesempurnaan skripsi ini.
3. Dekan, Kepala Bagian Kimia Farmasi dan Kepala Laboratorium Dasar Bersama yang memberikan fasilitas kepada kami sehingga dapat menyelesesaikan skripsi ini.
4. Kedua orang tuaku. Bapak Suparlan dan Ibu Sutjiati yang begitu besar cintanya dan selalu membimbing, mendorong serta mendidikku. Kedua kakakku, mas Budi dan mas Chandra yang selalu melindungi, membimbing dan memberi semangat. Thanks for all.

5. Sahabat-sahabatku, Aini, Dian, Dwi, Puput yang selalu memberi semangat dan membantu dalam suka dan duka.
6. Teman-teman "sinamat" (Dewi, Nina, mas Eka, mas Tony, Lia, Surya, Ari, Ujang, Iwan) dan "tiourea" di laboratorium sintesis dan teman-teman angkatan 2001 terima kasih dukungan, kebersamaan dan persahabatannya.
7. Para karyawan laboratorium Multipurpose I dan II yang selama ini membantu dalam melaksanakan skripsi.
8. Seluruh civitas akademika FFUA dan almameter Universitas Airlangga tempat menimba ilmu untuk kemajuan bangsa dan negara.
9. Semua pihak yang ikut serta dalam penyususnan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu saran dan kritik sangat kami harapkan demiu kesempurnaan skripsi ini.

Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya demi kemajuan farmasi.

Wassalamualaikum Wr.Wb.

Surabaya Agustus 2005

Penulis

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

RINGKASAN

SINTESIS *N*-FENIL-*p*-METOKSISINAMAMIDA DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT (Hasil Isolasi Rimpang Kencur) DENGAN ANILINA DAN DISIKLOHEKSILKARBODIIMIDA

Ita Dianita Wulandari

Sinamamida merupakan senyawa kimia yang memiliki aktivitas sebagai pestisida non lethal yang bermanfaat di bidang pertanian dan perkebunan (Gill *et al*,1995). Selain itu pada penelitian yang lain ternyata sinamamida memiliki aktivitas sebagai sedatif – hipnotik (Heyningen, 1996).

Senyawa golongan sinamamida merupakan senyawa hasil sintesis dari asam sinamat dan derivatnya dengan amina. Asam sinamat terdapat dalam tumbuhan, salah satu tumbuhan yang mengandung derivat asam sinamat adalah kencur, terutama pada bagian rimpang. Senyawa yang terkandung dalam kencur adalah etil *p*-metoksisinamat yang selanjutnya dilakukan proses hidrolisis sehingga didapatkan asam *p*-metoksisinamat yang merupakan derivat asam sinamat.

Hasil hidrolisis yang didapatkan berupa serbuk kristal yang berwarna putih dengan jarak lebur 167 - 169°C. Identifikasi dengan menggunakan KLT melalui penentuan harga Rf hasil hidrolisis diperoleh harga Rf asam *p*-metoksisinamat lebih rendah dengan menggunakan eluen yang bersifat non polar. Hal ini menunjukkan bahwa hasil hidrolisis lebih polar dibandingkan senyawa awal.

Analisis dengan spektrofotometer IR menunjukkan adanya gugus -OH karboksilat pada bilangan gelombang 3281 – 2562 cm^{-1}. Inti aromatis pada bilangan gelombang 2940 cm^{-1} dan 1597 cm^{-1}, alkena pada bilangan gelombang 1597 cm^{-1} dan 976 cm^{-1}. C-O karboksilat pada bilangan gelombang 1686 cm^{-1}. Berdasarkan spektrum IR dapat diketahui senyawa hasil hidrolisis berbeda dengan senyawa awal dan adanya serapan gugus -OH karboksilat menunjukkan bahwa senyawa tersebut sudah terhidrolisis dari bentuk ester.

Analisis dengan spektrometer ^{1}HNMR menunjukkan adanya proton senyawa aromatis pada pergeseran kimia di daerah δ 6.86 – 6.96 ppm dan di daerah δ 7.45 – 7.55 ppm. Sementara itu gugus metoksi ditunjukkan oleh puncak singlet pada pergeseran kimia di daerah δ 3.84 ppm. Pergeseran kimia di daerah δ 6.22 – 6.39 ppm dan di daerah δ 7.65 – 7.83 ppm menunjukkan adanya proton dua gugus alkena dengan posisi berbeda. Meskipun tidak ditemukan puncak -OH karboksilat karena bergeser jauh dibawah medan namun berdasarkan data spektrum ^{1}HNMR, posisi dan pemisahan puncak – puncak telah sesuai dengan spektrum ^{1}HNMR pembanding.

Berdasarkan data hasil titik lebur, penentuan harga Rf melalui uji KLT, spektrofotometer IR dan spektrometer ^{1}HNMR dapat diketahui bahwa senyawa hasil hidrolisis adalah asam *p*-metoksisinamat sebagai bahan awal sintesis senyawa amida.

Penelitian dilanjutkan dengan mensintesis suatu senyawa amida dengan menggunakan pereaksi disikloheksilkarbodiimida (DCC) sebagai pereaksi antara dan anilina sebagai amina. Reaksi dilakukan selama 7 jam dalam suhu 0°C.

Hasil sintesis yang didapatkan berupa serbuk putih dengan jarak lebur 195 – 196 °C. Identifikasi dengan menggunakan KLT melalui penentuan harga Rf diperoleh harga Rf senyawa hasil sintesis lebih tinggi denngan menggunakan eluen yang bersifat non polar, hal ini menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis lebih non polar dibandingkan senyawa awal.

Analisis dengan spektrofotometer IR menunjukkan adanya gugus NH sekunder pada bilangan gelombang 3059 cm^{-1}. Adanya pita amida I pada bilangan gelombang 1707 cm^{-1} dan pita amida II pada bilangan gelombang 1543 cm^{-1}. sementara itu bilangan gelombang 2932 cm^{-1} dan 1643 cm^{-1} menunjukkan adanya inti aromatis pada senyawa hasil sintesis. Dari data spektrum IR dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis sudah tidak terdapat gugus –OH karboksilat akan tetapi terdapat gugus baru yaitu gugus amida. Dengan adanya gugus amida pada spektrum IR kemungkinan gugus OH karboksilat dari asam *p*-metoksisinamat sudah tersubstitusi oleh gugus amino dari anilina.

Analisis menggunakan spektrometer ^{1}HNMR menunjukkan adanya proton senyawa aromatis dan gugus sinamat dan amina aromatis yang melimpah pada pada pergeseran kimia di daerah δ 6.5 – 7.7 ppm. Gugus metoksi yang ditunjukkan oleh puncak singlet di daerah δ 4.8 ppm. Gugus NH tidak ditemukan puncak. Sementara terdapat puncak multiplet di daerah δ 1 – 2.5 ppm yang merupakan hasil samping reaksi. Berdasarkan data spektrum ^{1}HNMR, posisi dan pola pemisahan antara senyawa hasil sintesis hampir sama dengan spektrum ^{1}HNMR asam *p*-metoksisinamat sehingga identifikasinya belum dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut adalah yang dikehendaki.

Berdasarkan data hasil uji titik lebur, penentuan harga Rf melalui uji KLT dan spektrometer IR dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis sudah berbeda dengan material awal. Namun pada analisis spektrometer ^{1}HNMR menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis masih terdapat pengotor yang sebelumnya tidak terdeteksi dengan identifikasi lain.

Adapun saran yang dapat dikemukakan dari penelitian ini adalah dilakukan optimasi lama dan suhu reaksi untuk mendapatkan hasil yang optimal. Juga penelitian mengenai stabilitas senyawa amida untuk mendapatkan kondisi yang optimal dalam sintesis amida.

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

ABSTRACT

Synthesize *N*- Phenyl-*p*-Metoxycinnamamide from *p*-Metoxycinnamic Acid (Isolated by *Kaempferia galanga* Rhizoma) with Aniline and Dicyclohexylcarbodiimide

This aim of the experiment was to synthesize *N*- phenyl-*p*-metoxycinnamamide. In this reaction the *p*-metoxycinnamic acid from hidrolisize ethyl *p*-metoxycinnamic was isolated by *Kaempferia galanga* reacted with aniline and dicyclohexylcarbodiimide to made amide. The solid obtained from the reaction was white solid and identified by measuring the Rf value of TLC test, melting point test, IR spectrophotometer and NMR spectrometry.

Keywords : *Kaempferia galanga*, *p*-metoxycinnamic acid, aniline, dicyclohexylcarbodiimide, synthesize amide.

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

DAFTAR ISI

halaman

DAFTAR ISI viii
DAFTAR TABEL xi
DAFTAR GAMBAR xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
BAB I. PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 4
1.3 Hipotesis 4
1.4 Tujuan Penelitian 4
1.5 Manfaat Penelitian 4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Tinjauan Tentang Tanaman Kencur (*Kaempferia galanga* L) 5
2.2 Tinjauan Tentang Pembuatan Asam *p*-metoksisinamat 5
2.3 Tinjauan Tentang Sintesis Amida 6
2.3.1 Tinjauan tentang amida dari asil klorida 7
2.3.2 Tinjauan tentang amida dari anhidrida karboksilat 8
2.3.3 Tinjauan tentang amida dari ester 8
2.3.4 Tinjauan tentang amida dari asam karboksilat 9
2.4 Tinjauan Tentang Bahan
2.4.1 Tinjauan tentang Asam *p*-metoksisinamat 12
2.4.2 Tinjauan tentang Anilina 12
2.4.3 Tinjauan tentang DCC (Disikloheksilkarbodiimida) 13
2.4.4 Tinjauan tentang Kloroform 13
2.4.5 Tinjauan tentang Trietilamina 13
2.5 Tinjauan Tentang Analisis Senyawa Hasil Sintesis
2.5.1 Tinjauan Kromatografi Lapis Tipis 14
2.5.2 Tinjauan Kromatografi Kolom 14

Skripsi Sintesis N-fenil-p-metoksisinamamida dari asam p-metoksisinamat .... ITA DIANITA WULANDARI

2.5.3 Tinjauan Titik Lebur 15
2.5.4 Tinjauan Spektroskopi Inframerah (IR) 16
2.5.5 Tinjauan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (RMI) 18

BAB III. KERANGKA KONSEPTUAL

BAB IV. METODE PENELITIAN

4.1 Bahan Dan Alat Yang Digunakan
4.1.1 Bahan 22
4.1.2 Alat 22
4.2 Metode Dan Tahapan Penelitian
4.2.1 Isolasi etil *p*-metoksisinamat dari rimpang kencur 22
4.2.2 Hidrolisis etil *p*-metoksisinamat 23
4.2.3 Sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida 23
4.3 Identifikasi Senyawa Hasil Reaksi Dan Kemurnian Senyawa Hasil Reaksi
4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis 23
4.3.2 Penentuan titik lebur 24
4.3.3 Identifikasi menggunakan Spektrofotometer Inframerah 24
4.3.4 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer RMI 24

BAB V. HASIL PENELITIAN

5.1 Perhitungan berat senyawa hasil sintesis 25
5.1.1 Isolasi etil *p*-metoksisinamat dari rimpang kencur 25
5.1.2 Sintesis Asam *p*-metoksisinamat 25
5.1.3 Sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida 26
5.2 Identifikasi Senyawa – senyawa hasil sintesis 26
5.2.1 Organoleptis 26
5.2.2 Pemeriksaan titik lebur 27
5.2.3 Identifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis
5.2.3.1 Identifikasi menggunakan Kromatografi lapis tipis senyawa etil *p*-metoksisinamat dan asam *p*-metoksisinamat 27
5.2.3.2 Identifikasi menggunakan Kromatografi lapis tipis senyawa *N*-Fenil-*p*-metoksisinamamida 28
5.2.4 Identifikasi dengan Spektrofotometer Inframerah 28

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

5.2.5 Identifikasi dengan Spektrometer Resonansi Magnetik Inti (RMI) 32
BAB VI. PEMBAHASAN 39
BAB VII. KESIMPULAN DAN SARAN 46
DAFTAR PUSTAKA 47

Skripsi Sintesis N-fenil-p-metoksisinamamida dari asam p-metoksisinamat .... ITA DIANITA WULANDARI

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

DAFTAR TABEL

halaman

TABEL II.1 Korelasi gugus fungsi suatu senyawa dengan frekuensi (bilangan gelombang) 17
TABEL V.1 Hasil isolasi rimpang kencur 25
TABEL V.2 Hasil hidrolisis etil *p*-metoksisinamat 25
TABEL V.3 Hasil sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida 26
TABEL V.4 Hasil pengamatan titik lebur senyawa hasil isolasi dan senyawa hasil reaksi 27
TABEL V.5 Harga Rf Etil *p*-metoksisinamat dan asam *p*-metoksisinamat... 27
TABEL V.6 Harga Rf asam *p*-metoksisinamat dan *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida 28
TABEL V.7 Interpretasi bilangan gelombang spektrum etil *p*-metoksisinamat 29
TABEL V.8 Interpretasi bilangan gelombang spektrum asam *p*-metoksisinamat 30
TABELV.9 Interpretasi bilangan gelombang spektrum *N*-fenil *p*-metoksisinamamida 32
TABEL V.10 Interpretasi spektrum ^{1}HNMR etil *p*-metoksisinamat 34
TABEL V.11 Interpretasi spektrum ^{1}HNMR asam *p*-metoksisinamat 36
TABEL V.12 Interpretasi spektrum ^{1}HNMR *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida. 38

Skripsi Sintesis N-fenil-p-metoksisinamamida dari asam p-metoksisinamat .... ITA DIANITA WULANDARI

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

DAFTAR GAMBAR

halaman

Gambar 1.1 Struktur *N*-fenil *p*-metoksisinamamida 4
Gambar 2.2 Reaksi Semisintesis asam *p*-metoksisinamat..... 5
Gambar 2.3.1 Reaksi asil klorida dengan amina primer 7
Gambar 2.3.2 Reaksi asil klorida dengan amina sekunder..... 7
Gambar 2.3.3 Reaksi asil klorida dengan amina tersier 8
Gambar 2.3.4 Reaksi anhidrida asam dengan ammonia 8
Gambar 2.3.5 Reaksi anhidrida ftalat dengan ammonia 9
Gambar 2.3.6 Reaksi ester dengan amina 9
Gambar 2.3.7 Reaksi dehidrasi garam amonium 10
Gambar 2.3.8 Sintesis amida dengan pereaksi DCC..... 11
Gambar 2.4.1 Struktur asam *p*-metoksisinamat 12
Gambar 2.4.2 Struktur anilina 12
Gambar 2.4.3 Struktur DCC..... 13
Gambar 2.4.4 Struktur Trietilamina 13
Gambar 5.1 Spektrum Inframerah etil *p*-metoksisinamat 29
Gambar 5.2 Spektrum Inframerah asam *p*-metoksinamat..... 30
Gambar 5.3 Spektrum Inframerah *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida..... 31
Gambar 5.4 Spektrum ^{1}HNMR etil *p*-metoksisinamat..... 33
Gambar 5.5 Spektrum ^{1}HNMR asam *p*-metoksisinamat..... 35
Gambar 5.6 Spektrum ^{1}HNMR *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida 37

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Mekanisme reaksi *N*-fenil *p*-metoksisinamamida..... 49
Lampiran 2. Perhitungan hasil reaksi hidrolisis asam *p*-metoksisinamat 51
Lampiran 3. Perhitungan hasil sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida..... 53
Lampiran 4. Spektrum Inframerah asam *p*-metoksisinamat pembanding..... 55
Lampiran 5. Spektrum ^{1}HNMR asam *p*-metoksisinamat pembanding..... 56
Lampiran 6. Estimasi spektrum ^{1}HNMR Etil *p*-metoksisinamat dari Chemoffice 57
Lampiran 7. Estimasi spektrum ^{1}HNMR Asam *p*-metoksisinamat dari Chemoffice 59
Lampiran 8. Estimasi spektrum 1HNMR *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari Chemoffice 61

Skripsi Sintesis N-fenil-p-metoksisinamamida dari asam p-metoksisinamat .... ITA DIANITA WULANDARI

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Perkembangan di bidang pertanian dan perkebunan, pengontrolan terhadap hama terutama burung dan mamalia seperti tikus merupakan salah satu masalah yang sedang dihadapi. Cara-cara tradisional untuk membasmi hama tikus dan burung yang menyerang tanaman seperti menangkap, menakuti-nakuti, menembak sudah tidak lagi digunakan karena sudah tidak efektif. Saat ini pestisida yang banyak digunakan adalah pestisida lethal (yang dapat membasmi burung dan tikus), meskipun efektif kerugian yang ditimbulkan jauh lebih besar. Kerugian tersebut meliputi antara lain zat toksik terhadap tanaman dan mengganggu keseimbangan ekosistem karena kemungkinan besar hewan tersebut akan punah.

Untuk mencegah hal tersebut, maka saat ini dikembangkan suatu pestisida yang aman dan efektif bagi hama burung dan tikus dari senyawa kimia yaitu sinamamida (Gill *et al*, 1995). Aktivitas dari sinamamida untuk hama burung dan tikus antara lain menyebabkan tanaman mempunyai bau dan rasa yang tidak enak, atau dapat mengiritasi rongga mulut serta mempengaruhi aktivitas pencernaan sehingga hama akan menghindari untuk makan tanaman tersebut. Dan pada akhirnya tanaman tidak membutuhkan pestisida lebih lama lagi. Senyawa ini membuat tanaman mempunyai bau dan rasa yang tidak enak (Gill *et al*, 1995). Pada penelitian yang telah dilakukan, sinamamida mengurangi konsumsi makanan oleh hama burung dan tikus sampai konsentrasi 90%(Gill *et al*, 1995). Penelitian lain menunjukkan aktivitas sinamamida sebagai sedatif-hipnotik (Heyningen, 1966), anti konvulsi, relaksasi otot, anestesi lokal dan mikostat. (Hou, 2000). Contoh senyawa *N*-Monoalkil β-alkilsinamamida sebagai sedatif.

Senyawa sinamamida ini merupakan senyawa amida. Amida adalah turunan amonia dan amina dari asam karboksilat (Wilbraham, 1992). Pustaka lain menyatakan bahwa senyawa amida dapat diperoleh dari sintesis derivat suatu

MILIK PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS AIRLANGGA SURABAYA

senyawa asam karboksilat dan amonia atau amina yang sesuai. (Fessenden, 1986). Golongan sinamamida dapat disintesis dari asam sinamat atau derivatnya yang terdapat dalam tumbuhan tertentu dengan amonia atau amina. Tumbuhan yang mengandung derivat asam sinamat salah satunya adalah kencur, terutama pada rimpangnya. Senyawa tersebut didapatkan dengan melakukan isolasi terhadap rimpang kencur, kemudian dengan reaksi semi sintesis terhadap senyawa hasil isolasi akan didapatkan asam *p*-metoksisinamat. Asam *p*-metoksisinamat merupakan derivat dari asam sinamat yang digunakan sebagai bahan awal sintesis senyawa amida pada penelitian ini.

Sintesis amida dapat disintesis melalui berbagai metode, yaitu dengan asil klorida, anhidrat asam, ester, asam karboksilat dan garam karboksilat yang direaksikan dengan amonia dan amina. Reaksi tersebut merupakan reaksi substitusi nukleofilik, yaitu suatu reaksi dimana satu atom nukleofil disubstitusikan untuk mengganti atom, ion atau gugus lain. Nukleofil umumnya ialah spesi apa saja yang tertarik ke suatu pusat positif, jadi sebuah nukleofil ialah suatu basa lewis (Fessenden, 1986).

Metode sintesis amida yang sering digunakan adalah dari asam klorida atau asil klorida yang bereaksi dengan amonia atau amina dan reaksi berjalan searah (*irriversibel*). Reaksi ini juga berjalan pada kondisi basa dengan penambahan suatu basa untuk menetralkan HCl yang dibebaskan dalam reaksi dan sebagai katalis (Morrison,1997).

Salah satu metode sintesis amida dari asil klorida yang telah dilakukan yaitu dengan menggunakan tionil klorida, yang akan membentuk senyawa antara yaitu sinamamoil klorida dan selanjutnya bereaksi dengan amina primer yaitu anilina. (Hardjajanti, 1991). Senyawa tersebut sangat reaktif karena terdapat suatu halida yaitu klorida yang merupakan gugus pergi yang baik. Berdasarkan kereaktifan halida maka reaksi akan berjalan cepat membentuk suatu amida. Reaksi ini berjalan cepat, tetapi reaksi dilakukan dalam dua tahap dan reaksi antara klorida asam dengan amina yang terkadang terlalu hebat sehingga amida yang terbentuk memiliki suatu gugus fungsional lain yang tidak stabil terhadap suatu klorida asam (Fessenden, 1986), selain itu, dibutuhkan sekurang-kurangnya 2 ekuivalen NH_3 atau amina dan hanya 1 mol amina yang bereaksi dengan klorida asam, 1 mol

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

berikutnya terbuang karena hanya bertindak sebagai penyapu HCl sehingga diperlukan basa lain untuk mengikat HCl (Fessenden, 1986).

Metode lain yang dapat digunakan yaitu dengan mereaksikan asam karboksilat dan amina dengan pereaksi gandeng (peraksi antara) yaitu DCC (Disikloheksilkarbodiimida). Pereaksi ini masih jarang digunakan untuk sintesis senyawa amida. DCC sebagai pereaksi dalam pembentukan amida bereaksi dengan derivat asam karboksilat mengikuti reaksi substitusi nukleofilik. DCC disebut pereaksi gandeng, karena dapat ditambahkan ke dalam campuran komponen karboksil dan komponen amina, sehingga pengaktifan dan penggandengan berlangsung serempak, kemudian amina bereaksi dengan karbodiimida. Laju yang cepat terjadi pada adisi asam karboksilat ke salah satu ikatan rangkap DCC, dan selanjutnya terbentuk senyawa antara yang tidak perlu dipisahkan. Adanya gugus N=C mengakibatkan pengaktifan yang kuat sehingga terjadi penggandengan dengan amina, reaksi ini berjalan pada suhu kamar dan bebas air, tetapi reaksi ini dapat dilakukan pada suhu 0°C untuk mengurangi hasil samping. (Bodanszky, 1998)

Kelebihan DCC dibanding asilklorida adalah pelaksanaan pengaktifan dan penggandengan secara cepat dalam satu reaksi pada suhu kamar dan penghilangan secara sederhana hasil samping yang tidak larut yaitu *N,N*-disikloheksilurea (DCU) dengan penyaringan. Pengaktifan secara berlebihan dalam senyawa-senyawa yang reaktif menyebabkan penurunan kemurnian hasil (Bodanszky, 1998) serta dibutuhkan hanya 1 mol amina untuk bereaksi membentuk senyawa amida.

Pada penelitian ini disintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari asam *p*-metoksisinamat dan anilina dengan metode sintesis amida yang menggunakan pereaksi DCC. Anilina termasuk amina primer yang memiliki inti aromatik. Adanya cincin tersebut membuat amida yang terbentuk terstabilkan dengan adanya resonansi (Fessenden, 1986). Substitusi anilina terjadi lebih cepat daripada substitusi benzena dan terjadi lebih awal pada posisi orto dan para untuk $-NH_2$ (Morrison, 1997). Berdasarkan aktivitas sebagai sedatif-hipnotik, adanya substituen aromatik memberikan aktivitas yang lebih besar dibandingkan substituen alifatik dengan jumlah atom C yang sama. (Siswandono,1995)

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Gambar 1.1 Struktur *N*-fenil *p*-metoksisinamamida

Sintesis senyawa ini diharapkan berhasil sehingga dapat digunakan penelitian lebih lanjut mengenai aktivitasnya sebagai pestisida non lethal atau sedatif-hipnotik.

1.2 Rumusan Masalah

Dapatkah disintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari asam *p*-metoksisinamat (hasil isolasi rimpang kencur) dengan anilina dan disikloheksilkarbodiimida ?

1.3 Hipotesis

N-fenil-*p*-metoksisinamamida dapat disintesis dari asam *p*-metoksisinamat (hasil isolasi rimpang kencur) dengan anilina dan disikloheksilkarbodiimida.

1.4 Tujuan Penelitian

Mensintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida yang merupakan derivat dari sinamamida.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Untuk memperkaya senyawa turunan sinamamida yang kemungkinan memiliki aktifitas sebagai pestisida non lethal atau sedatif-hipnotik.
2. Memberi sumbangan informasi ilmiah mengenai sintesis senyawa turunan sinamamida.

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Tentang Tanaman Kencur (*Kaempferia galanga*, Linn)

Kencur termasuk suku tumbuhan Zingiberaceae dan digolongkan sebagai tanaman jenis empon-empon yang mempunyai daging buah paling lunak dan tidak berserat. Kencur merupakan perdu yang tumbuh subur di dataran rendah atau pegunungan yang tanahnya gembur dan tidak terlalu banyak air. Rimpang kencur memiliki aroma yang spesifik.

Kandungan kimia pada rimpang kencur terdiri dari pati (4,14%), mineral (13,73%), dan minyak atsiri (0,02%) berupa sineol, asam metil kanil dan penta dekaan, asam sinamat, etil ester, borneol, kamphene, paraeumarin, asam anisic, alkaloid dan gom. (Ipteknet,2005)

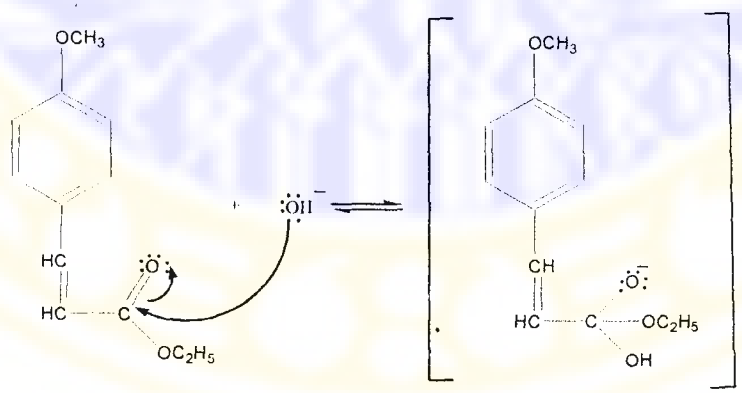
2.2 Tinjauan Tentang Pembuatan Asam *p*-Metoksisinamat

Pada penelitian ini bahan awal yang digunakan untuk sintesis adalah asam *p*-metoksisinamat yang diperoleh dari hidrolisis etil *p*-metoksisinamat hasil isolasi rimpang kencur.

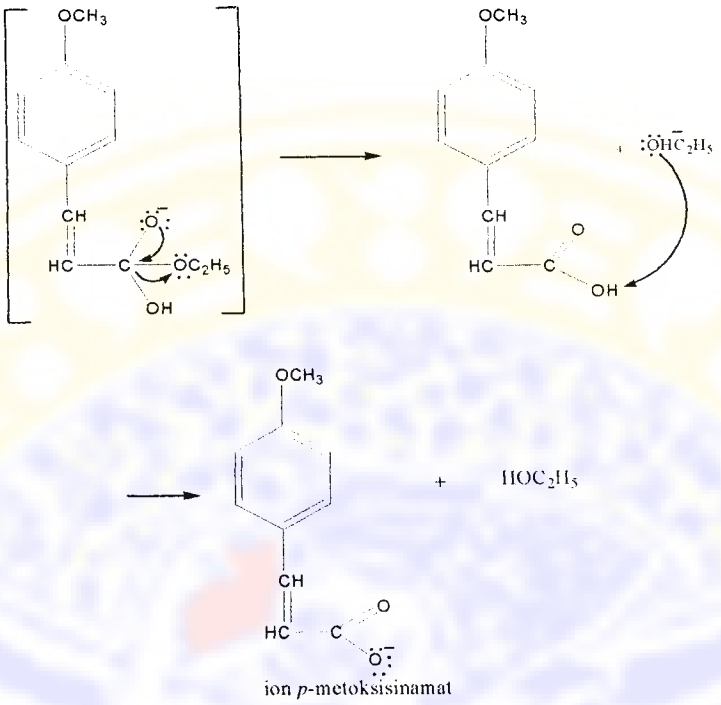
Mekanisme reaksi :

Penyabunan :

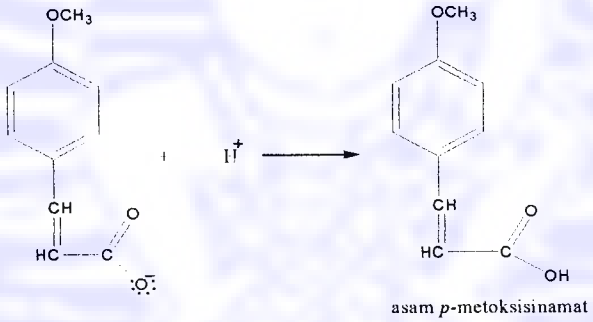
Tahap 1 (adisi OH-, lambat) :



Tahap 2 (eliminasi $-C_2H_5$ dan transfer proton, cepat):



Pengasaman :



Gambar 2.2 Reaksi Semisintesis Asam *p*-metoksisinamat

(Hardjajanti, 1991)

2.3 Tinjauan Tentang Amida

Amida adalah turunan amonia atau amina dari asam organik. Senyawanya mungkin bersubstituen satu atau dua. Amida adalah senyawa netral, pasangan elektron *tanpatungan* pada nitrogen amida tertarik kearah oksigen karbonil, membuatnya tidak tersedia untuk menerima proton (amina tidak demikian). Namun hidrogen –NH amida sederhana dan yang bersubstitusi satu dapat

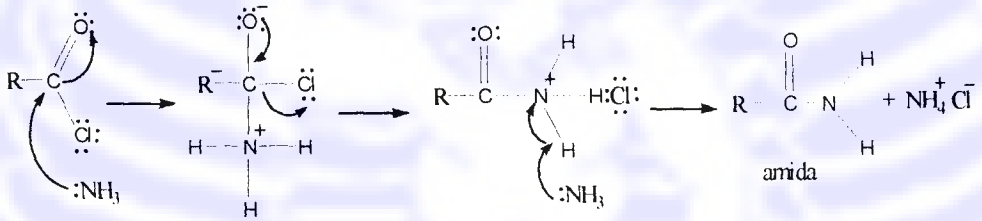
bertindak sebagai pemberi hidrogen dalam ikatan hidrogen. Oksigen karbonil dari amida lain atau oksigen dari air sering menjadi penerima hidrogen (Wilbraham, 1992).

Amida dapat disintesis melalui berbagai metode, yaitu dengan asil klorida, anhidrat asam, ester, asam karboksilat atau garam karboksilat.yang direaksikan dengan amonia atau amina mengikuti reaksi substitusi nukleofilik

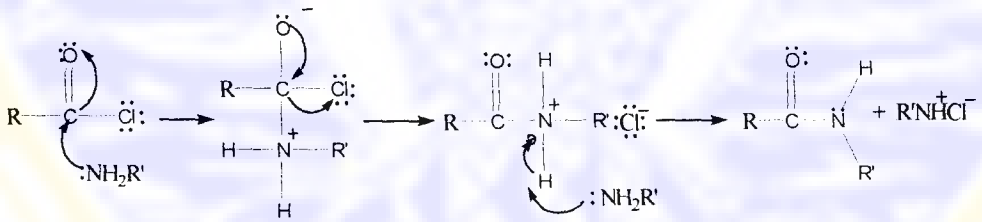
2.3.1 Amida dari Asil Klorida

Amina primer, amina sekunder dan amonia bereaksi secara cepat dengan asam klorida untuk membentuk amida. Kelebihan dari amonia atau amina digunakan untuk menetralkan HCl sehingga akan terbentuk produk sampingan (Solomon, 1997).

Mekanisme reaksi :



Gambar 2.3.1 Reaksi asil klorida dengan amina primer

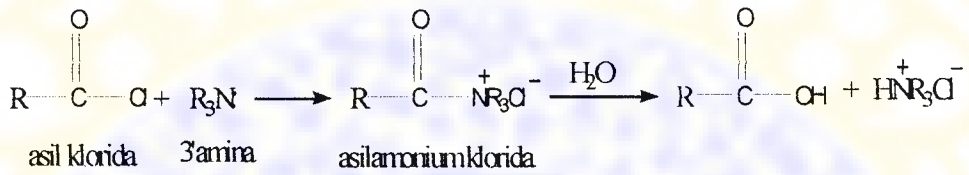


Gambar 2.3.2 Reaksi asil klorida dengan amina sekunder

Pembuatan asil klorida dari asam karboksilat sangat mudah, sehingga merupakan salah satu metode yang paling sering digunakan di laboratorium untuk sintesis amida. Pada umumnya, reaksi antara asil klorida dan amina atau ammonia dilakukan pada suhu kamar (atau dibawah) sehingga menghasilkan amida dalam jumlah besar.

Asil klorida juga bereaksi dengan amina tersier melalui reaksi substitusi nukleofilik. Ion asilamonium yang terbentuk, ternyata tidak stabil dengan adanya air atau pelarut hidroksilat.

Mekanisme reaksi :



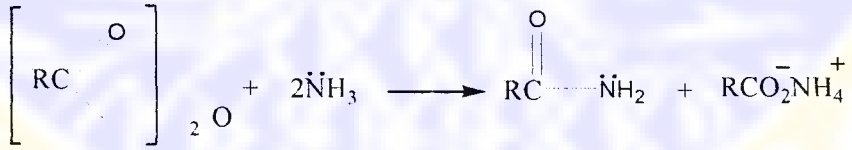
Gambar 2.3.3 Reaksi asil klorida dengan amina tersier .

Ion asilpiridinium merupakan senyawa antara dalam reaksi asil klorida dengan piridin (Solomon, 1997).

2.3.2 Amida dari Anhidrida Karboksilat

Anhidrida asam direaksikan dengan ammonia atau amina yang lain sehingga membentuk amida melalui reaksi seperti pada asil klorida (Solomon, 1997), tetapi reaksi berjalan lebih lambat (Morrison, 1988).

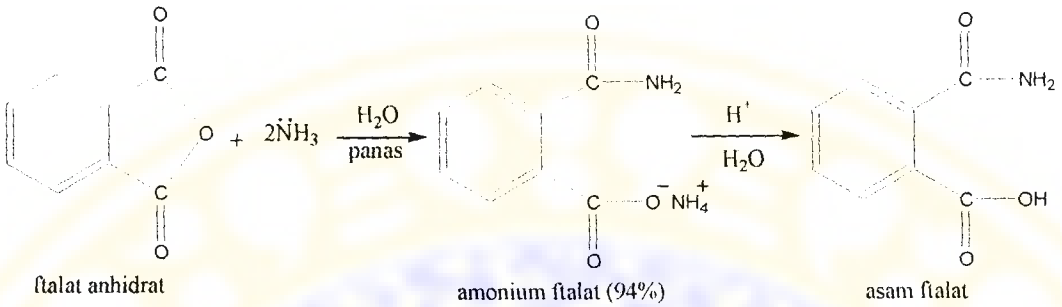
Mekanisme reaksi :



Gambar 2.3.4 Reaksi anhidrida asam dengan amonia

Umumnya anhidrida siklis bereaksi dengan ammonia atau amina seperti pada anhidrida asilklis. Tetapi reaksi tersebut menghasilkan senyawa amida dan asam (Solomon, 1997).

Mekanisme reaksi :

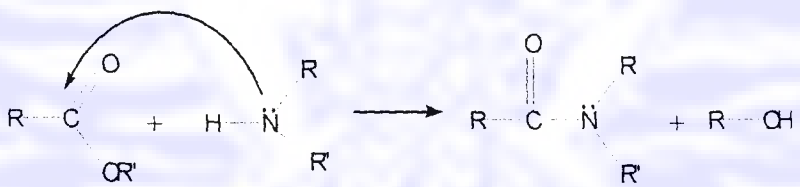


Gambar 2.3.5 Reaksi anhidrida ftalat dengan amonia

2.3.3 Amida dari Ester

Reaksi antara ester dengan amonia atau amina yang lain merupakan reaksi substitusi nukleofilik. Reaksi ini berlangsung lebih lambat daripada reaksi asil klorida atau anhidrida asam dengan amonia atau amina lain (Solomon, 1997) dan terbentuk alkohol sebagai hasil samping (Wilbraham, 1992). Tetapi reaksi ini tetap digunakan untuk sintesis suatu senyawa amida.

Mekanisme reaksi :



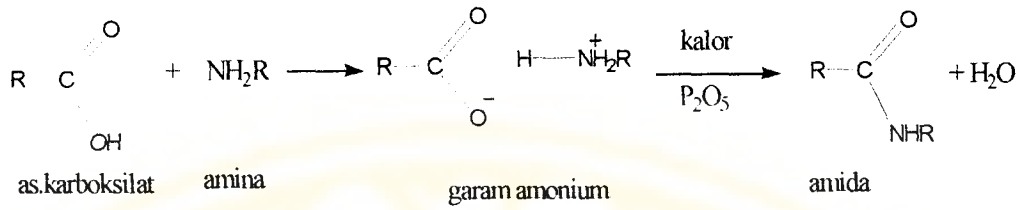
Gambar 2.3.6 Reaksi ester dengan amina

2.3.4 Amida dari Asam Karboksilat

Pembuatan amida dari asam karboksilat dapat melalui 2 cara :

- Melalui dehidrasi garam amonium

Asam karboksilat bereaksi dengan amonia membentuk garam amonium. Reaksi ini berjalan lambat dan merupakan reaksi substitusi nukleofilik. Tetapi reaksi ini tidak berjalan pada kondisi adanya air. Jika airnya diuapkan dan selanjutnya dipanaskan sehingga terjadi dehidrasi dan terbentuk senyawa amida (Willbraham, 1992)



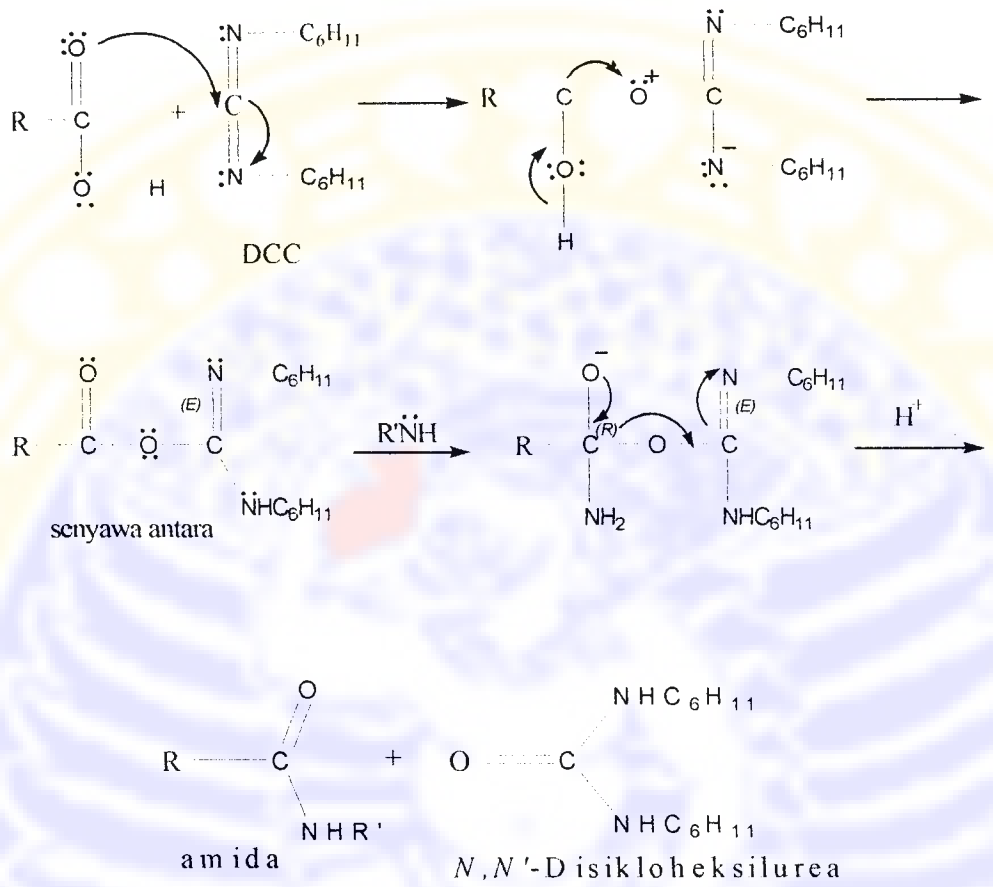
Gambar 2.3.7 Reaksi dehidrasi garam amonium

- Asam karboksilat direaksikan dengan pereaksi antara yaitu DCC

Amida merupakan senyawa penting dalam bidang biokimia. Karena amida berikatan dengan asam amino untuk membentuk protein. Peneliti telah menemukan metode baru untuk sintesis amida. Salah satu pereaksi yang penting adalah Disikloheksilkarbodiimida (DCC). DCC bereaksi dengan asam karboksilat untuk membentuk amida, reaksi ini merupakan reaksi substitusi nukleofilik (Solomons, 1997).

DCC disebut juga pereaksi gandeng, karena dapat ditambahkan ke dalam campuran komponen karboksil dan komponen amina. Sehingga pengaktifan dan penggandengan berlangsung serempak, kemudian amina bereaksi dengan karbodiimida. Laju yang cepat terjadi pada adisi asam karboksilat ke salah satu ikatan rangkap DCC, dan selanjutnya terbentuk senyawa antara yang tidak perlu dipisahkan. Adanya gugus N=C mengakibatkan pengaktifan yang kuat sehingga terjadi penggandengan dengan amina, reaksi ini berjalan pada suhu kamar dan bebas air (Bodanszky, 1998).

Mekanisme reaksi :

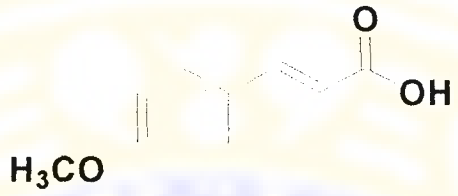


Gambar 2.3.8 Sintesis amida dengan pereaksi DCC

Senyawa antara pada reaksi ini tidak perlu dipisahkan dan reaksi berjalan pada suhu kamar, sehingga didapatkan hasil yang tinggi. (Solomons, 1997)

2.4 Tinjauan Tentang Bahan

2.4.1 Tinjauan Tentang Asam *p*-metoksisinamat



Gambar 2.4.1 Struktur Asam *p*-Metoksisinamat

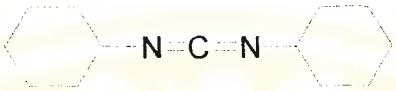
Asam *p*-metoksisinamat mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{10}O_2$ dengan berat molekul 178.18 yang terdiri dari C 67.41%, H 5.66% dan O 26.94%.Senyawa berupa kristal putih dengan titik lebur 171°C, mudah larut dalam aseton dan metanol (Furnist et all, 1984). Jarak lebur asam *p*-metoksisinamat 168 – 168,5°C (Hardjajanti, 1991)

2.4.2 Tinjauan Tentang Anilina

Gambar 2.4.2 Struktur anilina

Anilina mempunyai rumus molekul C_6H_7N dengan berat molekul 93.13. mempunyai indeks bias pada suhu 20°C 1,5863. Senyawa ini berupa cairan berminyak, tidak berwarna setelah didistilasi, berwarna gelap jika terkena cahaya dan udara, mudah meledak. Larut dalam air, bercampur dengan alkohol, benzena, kloroform dan pelarut organik lain, tidak larut alkali. (Furniss BS, 1984)

2.4.3 Tinjauan Tentang Disikloheksilkarbodiimida (DCC)



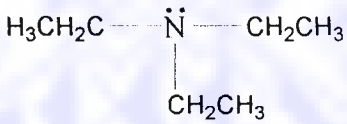
Gambar 2.4.3 Struktur DCC

Disikloheksilkarbodiimida mempunyai rumus molekul $C_{13}H_{22}N_2$ yang terdiri dari C 75,67%, H 10,75%, N 13,58% dan berat molekul 206,33. mempunyai m.p. 35-36°C, bp_{11} 154-157°, $bp_{0,5}$ 98-100°. Larut dalam kloroform dan diklorometana. Digunakan dalam sintesis peptida (Budavari. S, 1996).

2.4.4 Tinjauan Tentang Kloroform

Kloroform memiliki rumus kimia $CHCl_3$ dengan berat molekul 119.38, yang terdiri atas C 10,06%, H 0,84% dan Cl 89,09%. Senyawa ini merupakan cairan berasa manis, berbau khas, sangat berminyak. Mempunyai indeks bias pada suhu 20°C 1,4476 dan d^{20}_{20} 1,484. Kelarutan dalam air 1 : 200, bercampur dengan alkohol, benzena, eter, petrolium eter, CCl_4, karbon disulfida, minyak. Kegunaan sebagai pelarut dalam reaksi. (Budavari S, 1996)

2.4.5 Tinjauan Tentang Trietilamina



Gambar 2.4.4 Struktur Trietilamina

Trietilamina mempunyai rumus struktur C_3H_9N yang terdiri atas C 60,96%,H 15,35 %, N 23,70% dan mempunyai berat molekul 59,11. Senyawa ini memiliki sifat dapat mencair karena tekanan pada suhu ruangan atau karena kondensasi. Segera terabsorpsi oleh air, bercampur dengan alkohol, juga larut dalam eter, benzena, toluena, xylene, etil benzena, kloroform. Merupakan basa lemah yang mempunyai nilai pKb (25°C) 4,13. m.p : -117,08°, bp_{760} : 2,87°, $d°_4$: 0,6709. (Budavari. S, 1996)

2.5 Tinjauan Tentang Analisis Senyawa Hasil Sintesis

2.5.1 Tinjauan Tentang Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi adalah teknik pemisahan fisik suatu campuran zat-zat kimia yang berdasarkan pada perbedaaan migrasi dari masing-masing komponen yang terpisah pada fase diam dibawah pengaruh pergerakan fase yang bergerak (fase mobil).

Kromatografi bertujuan untuk pemisahan komponen dari matriks sampel dan tetap dibiarkan dalam fase diam kemudian ditentukan untuk analisis. Disamping itu, kromatografi dipakai untuk preparatif, dalam hal ini komponen yang ingin dipisahkan dari matriks sampel harus dikeluarkan dari dalam fase diam sehingga didapatkan bentuk komponen murni (isolasi). (Mulja, 1995)

KLT merupakan metode pemisahan komponen-komponen atas dasar perbedaan adsorpsi atau partisi oleh fase diam dibawah gerakan pelarut pengembang atau pelarut pengembang campur. (Mulja, 1995). Pemilihan pelarut pengembang atau pelarut pengembang campur sangat dipengaruhi oleh macam dan polaritas zat-zat kimia yang dipisahkan. Fase diam yang umum dan banyak dipakai adalah silika gel yang dicampur dengan $CaSO_4$ untuk menambah daya lengket partikel silika gel pada pendukung (pelat). (Mulja, 1995)

Sebagai parameter untuk menentukan letak bercak pada KLT adalah harga Rf, yaitu hasil bagi jarak bercak dari titik awal dengan jarak yang ditempuh pelarut dari titik awal.

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh komponen}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut}}$$

Setiap zat dengan fase gerak dan fase diam tertentu memiliki harga Rf tertentu pula.

2.5.2 Tinjauan Tentang Kromatografi Kolom

Kromatografi adalah teknik pemisahan fisik suatu campuran zat-zat kimia yang berdasarkan pada perbedaan migrasi dari komponen campuran yang terpisah pada fase diam dibawah pengaruh pergerakan fase mobil. Salah satunya yaitu kromatografi kolom yang proses pemisahan mengikuti asas adsorpsi dengan

memakai fase diam padat dan fase gerak cair. Pemisahan komponen sangat tergantung pada perbedaan polaritas polaritas molekul-molekul yang akan dipisahkan. (Mulja, 1995)

Kromatografi kolom terdiri dari fase diam yang dimasukkan kedalam tabung pemisah. Fase diam yang digunakan antara lain silika gel, aluminium oksida, poliamida, selulosa. Untuk fase mobil berupa cairan yang dapat memisahkan campuran zat. Zat yang bergerak cepat akan segera meninggalkan kolom selama proses kromatografi dan akan muncul di eluat yaitu dalam cairan yang keluar. Zat yang bergerak lambat selama proses kromatografi tidak akan terelusi dan akan tetap tinggal dalam kolom. (Hermann, 1988)

Jika zat yang dipisahkan berwarna maka proses pemisahan dapat dimonitor secara visual. Tetapi pada umumnya zat yang dipisahkan dari kolom tidak berwarna. Fraksi-fraksi ditampung dan dianalisis dengan KLT. (Anonim, 2005)

Kromatografi kolom awalnya digunakan untuk mendapatkan hasil zat murni secara preparatif dari campuran, tetapi kemudian digunakan untuk pemisahan zat pada penentuan kuantitatif, untuk pemurnian pelarut organik dari senyawa yang mengabsorpsi lemak (air, alkohol, asam, hidroperoksida), bahkan untuk pemisahan diastereomer dan rasemat. (Hermann, 1988)

2.5.3 Tinjauan Tentang Titik Lebur

Jarak lebur atau suhu lebur zat padat didefinisikan sebagai rentang suhu atau suhu pada saat zat padat menyatu dan melebur sempurna kecuali didefinisikan lain (Depkes, 1995).

Titik lebur dari bahan padat dapat sebagai indikasi tingkat kemurnian bahan adanya sedikit senyawa yang menyebabkan ketidakmurnian suatu sampel akan memberikan efek penurunan titik lebur sampel. Oleh karena itu penentuan titik lebur ini akan lebih baik jika senyawa murni tersebut terdapat pada literatur (Szafran, 1991).

Dalam penentuan titik lebur yang terpenting adalah melihat rentang suhu lebur dari suatu senyawa. Karena merupakan petunjuk dari kemurnian suatu senyawa. Sebagian besar dari senyawa organik murni melebur dengan rentang 0.5°C atau melebur dengan campurannya dengan rentang suhu sekitar 1°C. Jika

rentang titik lebur terlalu lebar, senyawa tersebut direkristalisasi dengan pelarut yang cocok, kemudian dilakukan penentuan titik lebur kembali (Shriner, 1965).

2.5.4 Tinjauan Tentang Spektroskopi Infra Merah (IR)

Spektrofotometer Inframerah merupakan instrumen yang digunakan untuk mengukur resapan radiasi inframerah pada berbagai panjang gelombang. (Fessenden, 1986). Spektrofotometer ini digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsional molekul pada analisis kualitatif dan kuantitatif, tetapi lebih difokuskan pada analisis kualitatif (Fessenden, 1986).

Pada absorpsi radiasi inframerah, inti atom yang terikat oleh ikatan kovalen mengalami getaran (*vibrasi*) atau osilasi. Suatu ikatan dalam sebuah molekul dapat menjalani berbagai macam osilasi, sehingga suatu ikatan tertentu dapat menyerap energi pada lebih dari satu panjang gelombang. Suatu ikatan O-H menyerap energi pada kira-kira 3330 cm^{-1} (3,0 μm) yang menyebabkan kenaikan *vibrasi* ulur dan menyerap pada kira-kira 1250 cm^{-1} (8,0 μm) menyebabkan kenaikan *vibrasi* tekuk (Fessenden, 1986).

Radiasi inframerah yang dipakai untuk analisis instrumental adalah radiasi inframerah yang rentang bilangan gelombang antara 4000 sampai 670 cm^{-1}, yang terbagi atas dua daerah yaitu daerah gugus fungsi pada rentang antara 4000 sampai 1600 cm^{-1} dan daerah sidik jari pada rentang antara 1600 sampai 670 cm^{-1}. (Mulja, 1995). Di daerah gugus fungsi menunjukkan absorpsi yang disebabkan oleh modus uluran dan daerah sidik jari menunjukkan absorpsi yang disebabkan modus uluran maupun modus tekukan (Fessenden, 1986).

Absorpsi dari radiasi inframerah dari beberapa derivat asam karboksilat sekitar 1630-1840 cm^{-1} (5,4 – 6,0 μm). (Fessenden,1986)

Posisi resapan gugus karbonil suatu amida beraneka ragam dan tergantung pada sejauh mana pengikatan hidrogen antara molekul. Spektrum inframerah dari suatu amida cair murni (pengikatan hidrogen maksimum) menunjukkan suatu *peak* yang disebut **pita amida I** sekitar 1650 cm^{-1} (6,0 μm). **Pita amida II** tampak antara 1514 – 1670 cm^{-1} (6,0 – 6,6 μm), tepat disebelah kanan resapan C=O. Resapan ini timbul dari tekukan NH. Oleh karena itu, amida tersubstitusi atau tersier tidak menunjukkan pita II ini (Fessenden, 1986).

Vibrasi uluran NH menimbulkan resapan di sebelah kiri absorpsi CH alifatik pada 3125 – 3570 cm^{-1} (2,8 – 3,2 μm). (Kira-kira daerah ini sama dengan daerah dimana NH amina dan OH menyerap). Amida primer ($RCONH_2$) menunjukkan *peak* rangkap dalam daerah ini. Amida sekunder (RCONHR) dengan hanya satu ikatan NH, menunjukkan suatu *peak* tunggal. Amida tersier ($RCONR_2$), tanpa NH tidak menunjukkan resapan dalam daerah ini. (Fessenden, 1986).

Untuk lebih jelas mengenai korelasi gugus fungsi senyawa dengan frekuensi ditunjukkan dalam tabel dibawah ini (Rhades, 1995).

Tabel II.1 Korelasi gugus fungsi suatu senyawa dengan frekuensi (bilangan gelombang)

Tipe vibrasi	Frekuensi (cm^{-1})
C-O Alkohol (ulur)	1300 – 1050
O-H Alkohol (ulur)	3600 – 3200
C-H Alkana (ulur)	3000 – 2800
C=C Alkena (ulur)	1680 – 1600
C-H Alkena (tekuk)	975 – 675
C-H Alkena (ulur)	3100 – 3000
C=O Amida (ulur)	1700 – 1640
N-H Amida (ulur)	3500 – 3100
N-H Amina (tekuk)	1650 – 1550
C=O Asam karboksilat (ulur)	1750 – 1690
C-O Asam karboksilat (ulur)	1300 – 1080
O-H Asam karboksilat (ulur)	3400 – 2400
C-O Eter (ulur)	1300 – 1080
C-O Ester (ulur)	1300 – 1080
C=O Ester (ulur)	1750 – 1730
C=O Keton (ulur)	1730 – 1650
N-H Amina (ulur)	3500 – 3100

2.5.5 Tinjauan Tentang Spektroskopi ^{1}H Resonansi Magnetik Inti (RMI)

Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (RMI) digunakan untuk analisis kualitatif, khususnya dalam penentuan struktur molekul zat organik (Mulja, 1995). Spektroskopi RMI sebagai penegasan dari spekroskopi inframerah karena dapat memberikan gambaran mengenai atom-atom hidrogen dalam sebuah molekul. Spektroskopi RMI didasarkan pada penyerapan gelombang radio oleh inti-inti tertentu dalam molekul organik, apabila molekul ini berada dalam medan magnet yang kuat. (Fessenden, 1986).

Inti-inti atom unsur dapat dikelompokkan sebagai *mempunyai spin* dan *tidak mempunyai spin.* Suatu inti berspin akan menimbulkan medan magnet kecil, yang diberikan oleh suatu momen magnetik nuklir. Nuklida-nuklida yang mempunyai spin dapat dimanfaatkan dalam Spektroskopi RMI, dengan metode RMI ialah proton (Fessenden, 1986).

Pada suatu spektrum RMI, posisi serapan oleh sebuah proton bergantung pada medan magnet lokal yang mengitarinya. Medan magnet lokal ini merupakan hasil dari medan magnet luar (H_o) dan medan molekul terimbas yang mengitari proton tersebut dan berlawanan dengan H_o. Jika medan imbas relatif kuat maka medan tersebut akan melawan H_o lebih kuat dan diperlukan H_o yang lebih besar untuk membawa proton agar beresonansi. Dalam hal ini, proton dikatakan terperisai (*shielded)* dan absorpsinya terletak diatas medan dalam spektrum itu. Atau sebaliknya jika medan imbas sekitar proton itu relatif lemah, maka medan yang dipakai juga lemah dan membawa proton ini dalam resonansi. Proton ini dikatakan tidak terperisai (*deshielded*) dan absorpsinya muncul dibawah medan.

Dalam satu macam Spektrometer RMI, radio frekuensinya dibuat tetap pada 60 MHz, sedangkan H_o diubah-ubah dalam jangka (range) kecil, dan ferkuensinya direkam untuk berbagai harga H_o, jadi, spektrum nmr ialah grafik dari banyaknya energi yang diserap (Intensitas) terhadap kuat medan magnet (Fessenden, 1986).

BAB III

KERANGKA KONSEPTUAL

Sinamamida merupakan senyawa kimia yang memiliki aktifitas sebagai pestisida non lethal yang bermanfaat di bidang pertanian dan perkebunan (Gill *at al*, 1995). Selain itu pada penelitian yang lain ternyata sinamamida juga memiliki aktivitas sebagai sedatif-hipnotik (Heyningen,1966). Sehingga diduga jika senyawa turunan dari sinamamida mungkin memiliki aktivitas yang sama dengan senyawa induk.

Senyawa golongan sinamamida merupakan hasil sintesis dari asam sinamat dan derivatnya dengan amina. Asam sinamat terdapat dalam tumbuhan. Tumbuhan yang mengandung derivat asam sinamat salah satunya adalah kencur, terutama pada bagian rimpang. Senyawa yang terkandung dalam rimpang kencur adalah etil *p*-metoksisinamat yang selanjutnya dilakukan hidrolisis sehingga didapatkan asam *p*-metoksisinamat yang merupakan derivat dari asam sinamat.

Sintesis senyawa amida dapat dilakukan melalui beberapa metode. Metode yang pernah dilakukan yaitu dengan menggunakan asil klorida oleh Hardjajanti, 1991. Reaksi tersebut berjalan cepat karena adanya klorida yang merupakan gugus pergi yang baik dan sangat reaktif, tetapi amida yang terbentuk memiliki suatu gugus fungsional lain yang tidak stabil terhadap suatu klorida asam. Selain itu, reaksi ini dilakukan dengan 2 tahap, dan pada sintesis amida menggunakan tionil klorida didapatkan hasil rata-rata 20,59%.

Metode lain yang dapat dilakukan adalah dengan mereaksikan asam karboksilat dan amina menggunakan pereaksi DCC (Disikloheksilkarbodiimida). Pereaksi ini dapat ditambahkan kedalam campuran komponen karboksil dan komponen amina. Jadi, pengaktifan dan penggandengan berjalan serempak, dan selanjutnya amina bereaksi dengan . karbodiimida. Adanya gugus N=C menyebabkan pengaktifan yang kuat sehingga terjadi penggandengan dengan amina dan seluruh reaksi ini dilakukan pada suhu kamar. Penghilangan secara sederhana hasil samping yang tidak larut yaitu *N,N*-disikloheksilurea (DCU)

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

dengan penyaringan adalah salah satu kelebihan DCC dibanding menggunakan asil halida.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari asam *p*-metoksisinamat dan anilina dengan pereaksi DCC. Harapan dari penelitian ini dihasilkan suatu senyawa baru yang merupakan derivat dari sinamamida yang memiliki aktivitas yang sama dengan senyawa induk.

Skema Kerangka Konseptual

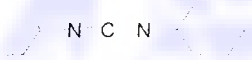
Asam *p*-metoksisinamat hasil hidrolisis etil *p*-metoksisinamat dari isolasi rimpang kencur sebagai bahan awal pembuatan derivat sinamamamida

Metode pembuatan derivat sinamamida dari asam *p*-metoksisinamat dan anilina

Asil klorida (pernah dilakukan Hardjajanti, 1991)

- Reaksi dilakukan dalam 2 tahap
- Reaksi berjalan terlalu hebat → mengurangi hasil
- Hasilnya ± 20,59%

Pereaksi gandeng (DCC)



- Reaksi dilakukan secara cepat dan hanya 1 tahap
- Pemisahan hasil samping dengan penyaringan

hipotesis : dapat disintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari asam *p*-metoksisinamat dan anilina dengan pereaksi DCC.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Bahan Dan Alat Yang Digunakan

4.1.1 Bahan

Bahan penelitian yang digunakan :

- Rimpang kencur (diperoleh dari pasar Pucang)
- Etanol 95% p.a.
- KOH p.a (E Merck)
- HCl p.a (E Merck)
- DCC (Fluka Chemika)
- Anilina (E Merck)
- Kloroform p.a (E Merck)
- Trietilamina p.a (E Merck)
- Metanol p.a (E Merck)
- Aquadest

4.1.2 Alat

- Electrothermal Mel-Temp
- Spektrofotometer Infra Merah Jasco FT-IR 5300
- Spektrofotometer FT-NMR Hitachi R-1900.90 MHz
- Lempeng KLT Aluminium dengan Silika Gel GF254

4.2 Metode Dan Tahapan Penelitian

4.2.1 Isolasi Etil *p*-Metoksisinamat (EPMS) Dari Rimpang Kencur

500 ml perkolat yang diperoleh dari hasil perkolasi 1 kg serbuk kering kencur dengan etanol 95% dipekatkan sampai diperoleh kira-kira 100 ml perkolat pekat. Perkolat didinginkan dengan air es sambil diaduk dan kristal yang terbentuk disaring dengan corong Buchner.

Rekristalisasi :

Kristal dilarutkan dalam etanol panas dan dipanaskan sampai larut dan disaring panas. Lalu ditambahkan air secara berlahan-lahan sambil diaduk sampai terbentuk kristal putih. Kristal disaring dengan corong Buchner.

4.2.2 Hidrolisis Etil *p*-Metoksisinamat (EPMS)

10 g EPMS dilarutkan dalam 20 ml etanol dan dituangkan kedalam labu alas bulat, kemudian tambahkan 20 ml larutan 5% KOH dalam etanol. Campuran direfluks selama 2 jam diatas penangas air dengan suhu 40°- 50°C. Larutan didinginkan dan disaring dengan corong Buchner, kristal dilarutkan dalam 100 ml air dan diasamkan dengan 12 ml HCl pekat. Kristal yang terbentuk disaring dengan corong Buchner dan dicuci dengan air.

Rekristalisasi :

Kristal dilarutkan dalam etanol panas sampai larut kemudian disaring panas. Kedalam larutan tersebut ditambahkan air sampai terbentuk kristal dan saring dengan corong Buchner.

4.2.3 Sintesis *N*-Fenil-*p*-Metoksisinamamida

DCC 535 mg (3 mmol) dilarutkan dalam kloroform sampai larut (larutan I). APMS 619 mg (3 mmol), anilin 0,3 ml (3 mmol) dan trietilamin 0,2 ml (3 mmol) dilarutkan dalam kloroform (larutan II). Kemudian larutan I ditambahkan kedalam larutan II berlahan-lahan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 0°C. Reaksi dilakukan pada suhu 0°C selama 7 jam. Kemudian endapan putih yang terbentuk disaring dengan corong Buchner. Dan filtrat dipisahkan dan dimurnikan menggunakan kromatografi kolom dengan eluen kloroform – metanol (50 : 1).

4.3 Uji Kemurnian Senyawa Hasil Reaksi

4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis

Sedikit kristal dari senyawa hasil reaksi dilarutkan dalam kloroform kemudian ditotolkan pada fase diam. Fase diam yang digunakan adalah silika gel GF 254. Selanjutnya fase diam yang sudah ditotoli senyawa hasil sintesis ditambah dengan senyawa awal sebagai pembanding dieluasi dengan fase gerak.

ILMU PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Fase gerak yang digunakan adalah kloroform-metanol dengan berbagai perbandingan.

4.3.2 Penentuan Titik Lebur

Uji titik lebur senyawa hasil reaksi dilakukan dengan menggunakan Electrothermal Mel-Temp. Hasil reaksi dikatakan berbeda dengan pembanding jika rentang titik lebur lebih dari 2°C dan sesuai dengan data dari pustaka. Uji penentuan titik lebur dilakukan tiga kali.

4.4 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Reaksi

4.4.1 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Sejumlah cuplikan digerus dengan Kalium Bromida, kemudian dibuat pellet dengan tekanan tinggi sehingga diperoleh pellet yang transparan. Pellet KBr dimasukkan dalam Spektrofotometer Infra Merah sehingga spektrumnya teramati.

4.4.2 Identifikasi Menggunakan Spektrometer ^{1}H Resonansi Magnetik Inti (RMI)

Kristal sampel berupa senyawa hasil reaksi masing-masing dilarutkan dalam $CDCl_3$, kemudian dimasukkan dalam tabung NMR dengan diameter 5 mm dan ditambahkan tetrametilsilana (TMS) sebagai pembanding. Tabung diletakkan di antara dua magnet utara dan selatan, kemudian hasil spektrumnya direkam.

BAB V

HASIL PENELITIAN

5.1 Perhitungan Berat Senyawa Hasil Sintesis

5.1.1 Isolasi Etil *p*- Metoksisinamat dari Rimpang Kencur.

Dari hasil isolasi rimpang kencur didapatkan senyawa Etil *p*- Metoksisinamat sebagai berikut :

Tabel V.1 Hasil Isolasi Rimpang Kencur

Berat basah rimpang kencur (g)	Berat serbuk rimpang kencur (g)	Berat etil *p*-metoksisinamat (g)	% hasil
5000	938,5	22,5	2,39
3739	704,5	16,4	2,33
2000	372,4	8,7	2,35
Rata - rata			2,36 ± 0,03

5.1.2 Hidrolisis Etil *p*-Metoksisinamat

Dari hasil reaksi hidrolisis senyawa Etil *p*-Metoksisinamat menjadi senyawa asam *p*-metoksisinamat dapat dilihat pada tabel dibawah ini. Perhitungan persentase hasil hidrolisis dapat dilihat pada lampiran 2.

Tabel V.2 Hasil sintesis asam *p*-metoksisinamat

No	Berat teoritis (g)	Berat hasil sintesis (g)	% hasil
1	19,4400	15,3000	78,7
2	14,1100	11,0500	78,3
3	8,7400	5,9300	78,5
Rata - rata			78,5 ± 0,2

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

5.1.3 Sintesis *N*-Fenil *p*-Metoksisinamamida

Dari hasil sintesis senyawa *N*-Fenil-*p*-Metoksisinamamida dari asam *p*-metoksisinamat dan anilina dapat dilihat pada tabel dibawah ini. Perhitungan persentase hasil sintesis dapat dilihat pada lampiran 3.

Tabel V.3 Hasil sintesis *N*-Fenil *p*-Metoksisinamamida

Replikasi	Berat teoritis (g)	Berat hasil sintesis (g)	% hasil
1.	0,760	0,2410	31,71
2.	0,760	0,2403	31,62
3.	0,760	0,2410	31,71
Rata - rata			31,68 ± 0,05

5.2 Identifikasi Senyawa-Senyawa Hasil Sintesis

5.2.1 Organoleptis

- Hasil uji organoleptis terhadap etil *p*-metoksisinamat sebagai berikut :

  Bentuk : serbuk kristal bentuk jarum

  Warna : putih

  Bau : tidak berbau

- Hasil uji organoleptis terhadap asam *p*-metoksisinamat sebagai berikut :

  Bentuk : serbuk kristal bentuk jarum

  Warna : putih

  Bau : tidak berbau

- Hasil uji organoleptis terhadap *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida sebagai berikut :

  Bentuk : serbuk halus

  Warna : putih

  Bau : tidak berbau

5.2.2 Pemeriksaan Titik Lebur

Pada penentuan titik lebur senyawa hasil isolasi dan senyawa hasil reaksi dilakukan dengan alat Electrothermal Mel – Temp.

Diperoleh data sebagai berikut :

Tabel V.4 Hasil pengamatan titik lebur senyawa hasil isolasi dan senyawa hasil reaksi

Replikasi	Etil *p*-metoksisinamat	Asam *p*-metoksisinamat	*N*-fenil *p*-metoksisinamamida
1.	46 - 47	168 - 169	195 – 196
2.	46 - 47	167 - 168	195 – 196
3.	46,5 – 47,5	168 - 169	195 – 196
rentang	46 – 47,5	167 - 169	195 - 196

5.2.3 Identifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis

5.2.3.1 Identifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis senyawa Etil *p*-metoksisinamat dan Asam *p*-metoksisinamat.

Untuk menentukan nilai Rf senyawa hasil isolasi dan senyawa hasil sintesis dilakukan identifikasi Kromatografi lapis tipis dengan fase diam silika gel GF_{254} dan berbagai sistem eluen kemudian noda dilihat dengan penampak noda sinar UV 254 nm. Data harga Rf yang diperoleh dari berbagai sistem eluen sebagai berikut :

Tabel V.5 Harga Rf Etil *p*-metoksisinamat dan Asam *p*-metoksisinamat

No	Fase gerak	Rf	
		EPMS	APMS
1.	Kloroform : aseton : asam asetat (20 : 10 : 1)	0,87	0,55
2.	Kloroform : etanol (5 : 1)	0,90	0,55
3.	Kloroform : eter : asam asetat (20 : 10 : 1)	0,87	0,54
4.	Kloroform : aseton (2 : 1)	0,72	0,53

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

5.2.3.2 Identifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis senyawa *N*-fenil *p*-metoksisinamamida

Untuk menentukan nilai Rf senyawa hasil sintesis dilakukan identifikasi Kromatografi lapis tipis dengan fase diam silika gel GF_{254} dan berbagai sistem eluen. Data harga Rf yang diperoleh dari berbagai sistem eluen sebagai berikut :

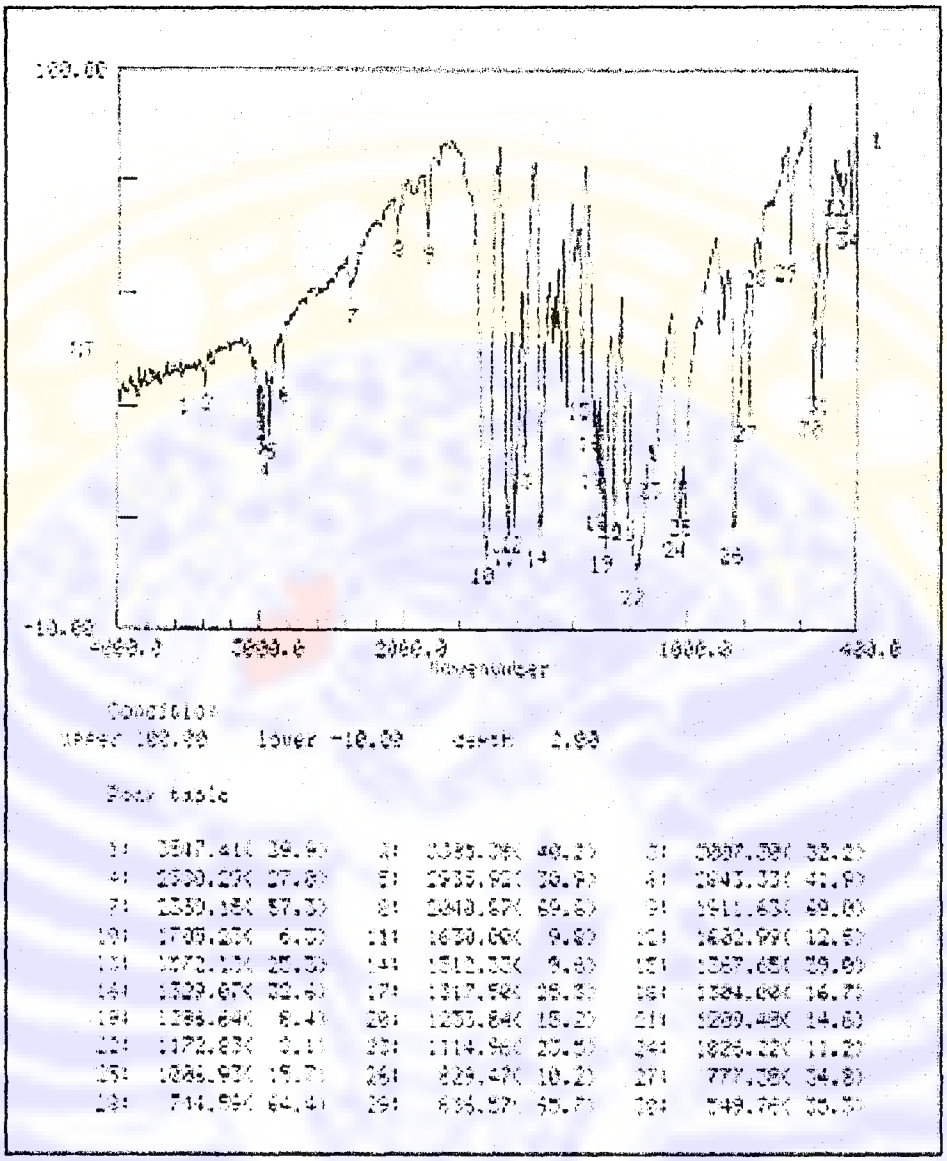
Tabel V.6 Harga Rf asam *p*-metoksisinamat dan *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida

No	Fase gerak	Harga Rf	
		Asam *p*-metoksisinamat	*N*-fenil *p*-metoksisinamamida
1.	Kloroform	0,11	0,57
2.	Kloroform : Metanol (50 : 1)	0,14	0,69
3.	Kloroform : Aseton (10 : 1)	0,17	0,80
4.	n-Heksan : Etil Asetat (4 : 1)	0,4	0.69

5.2.4 Identifikasi dengan Spektrofotometer Infra Merah

Identifikasi dengan spektrofotometer infra merah untuk mengetahui gugus-gugus pada senyawa hasil reaksi.

Adapun spektrum infra merah dari etil *p*-metoksisinamat, asam *p*-metoksisinamat dan *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida adalah sebagai berikut :

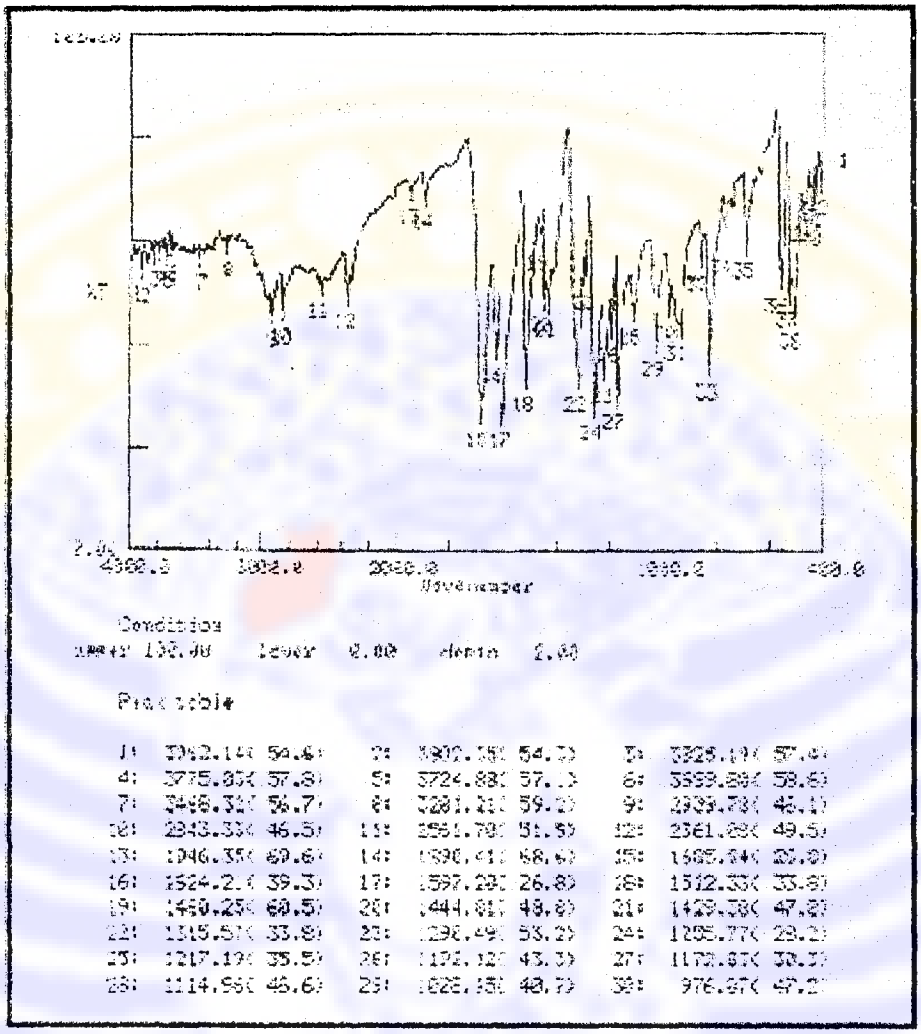


Gambar 5.1 Spektrum Infra Merah Etil *p*-metoksisinamat dalam pellet KBr

Alat : Spektrofotometer Infra Merah Jasco FT-IR 5300

Tabel V.7 Interpretasi Bilangan Gelombang pada Spektrum Etil *p*-metoksisinamat dalam pellet KBr

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Keterangan
3007	Uluran C-H aromatis
1630	Uluran C=C aromatis
1173	Uluran C-O eter
1173	Uluran C-O ester
1705	Uluran C=O ester

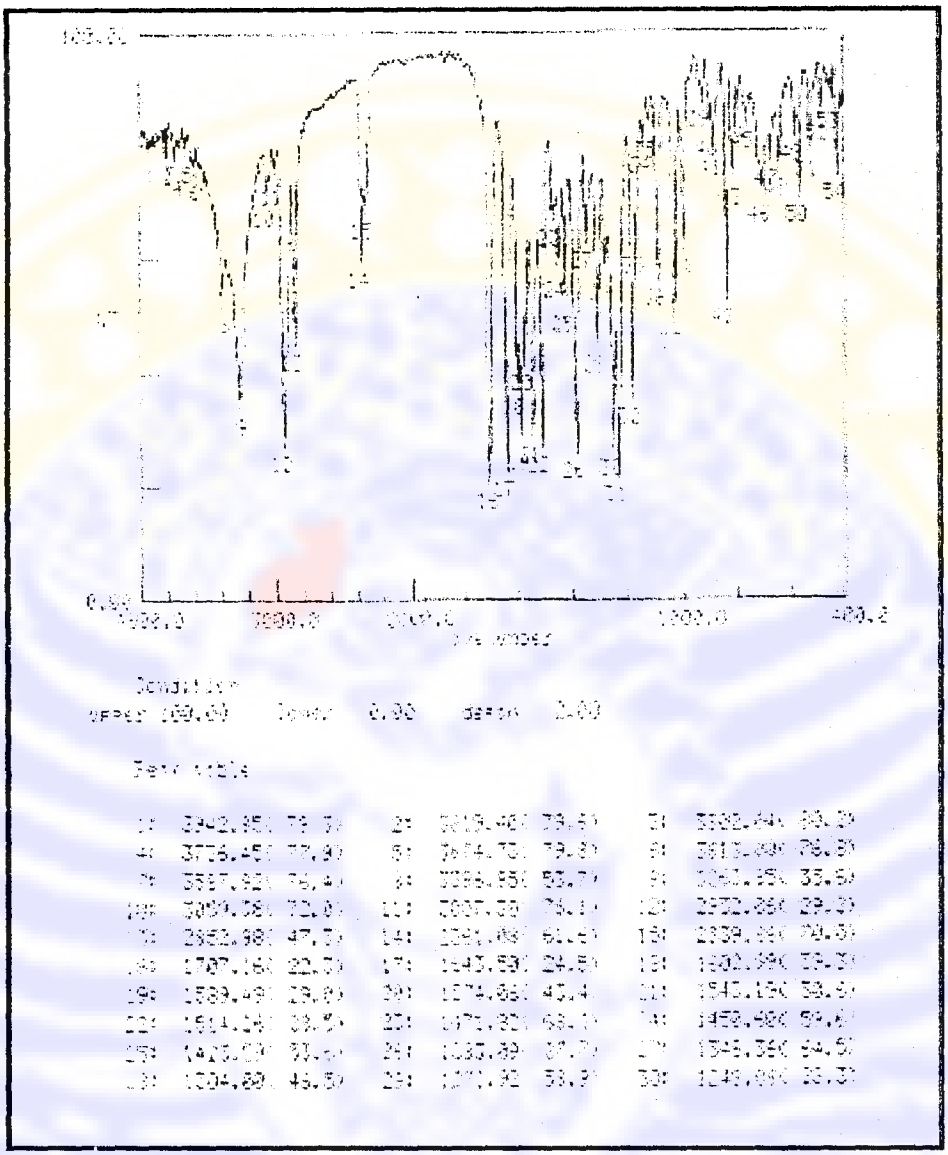


Gambar 5.2 Spektrum Infra Merah Asam *p*-metoksisinamat dalam pellet KBr

Alat : Spektrofotometer Infra Merah Jasco FT-IR 5300

Tabel V.8 Interpretasi Bilangan Gelombang pada Spektrum Asam *p*-metoksisinamat dalam pellet KBr

Bilangan gelombang (cm-1)	Keterangan
2940	Uluran C-H aromatis
1597	Uluran C=C aromatis
1256	Uluran C-O eter
1686	Uluran C=O karboksilat
2940 – 2843	Uluran O-H karboksilat



Gambar 5.3 Spektrum Infra Merah *N*-fenil *p*-metoksisinamamida dalam pellet KBr

Alat : Spektrofotometer Infra Merah Jasco FT-IR 5300

Tabel V.9 Interpretasi Bilangan Gelombang pada Spektrum *N*-fenil-*p*-metoksisinamat dalam pellet KBr

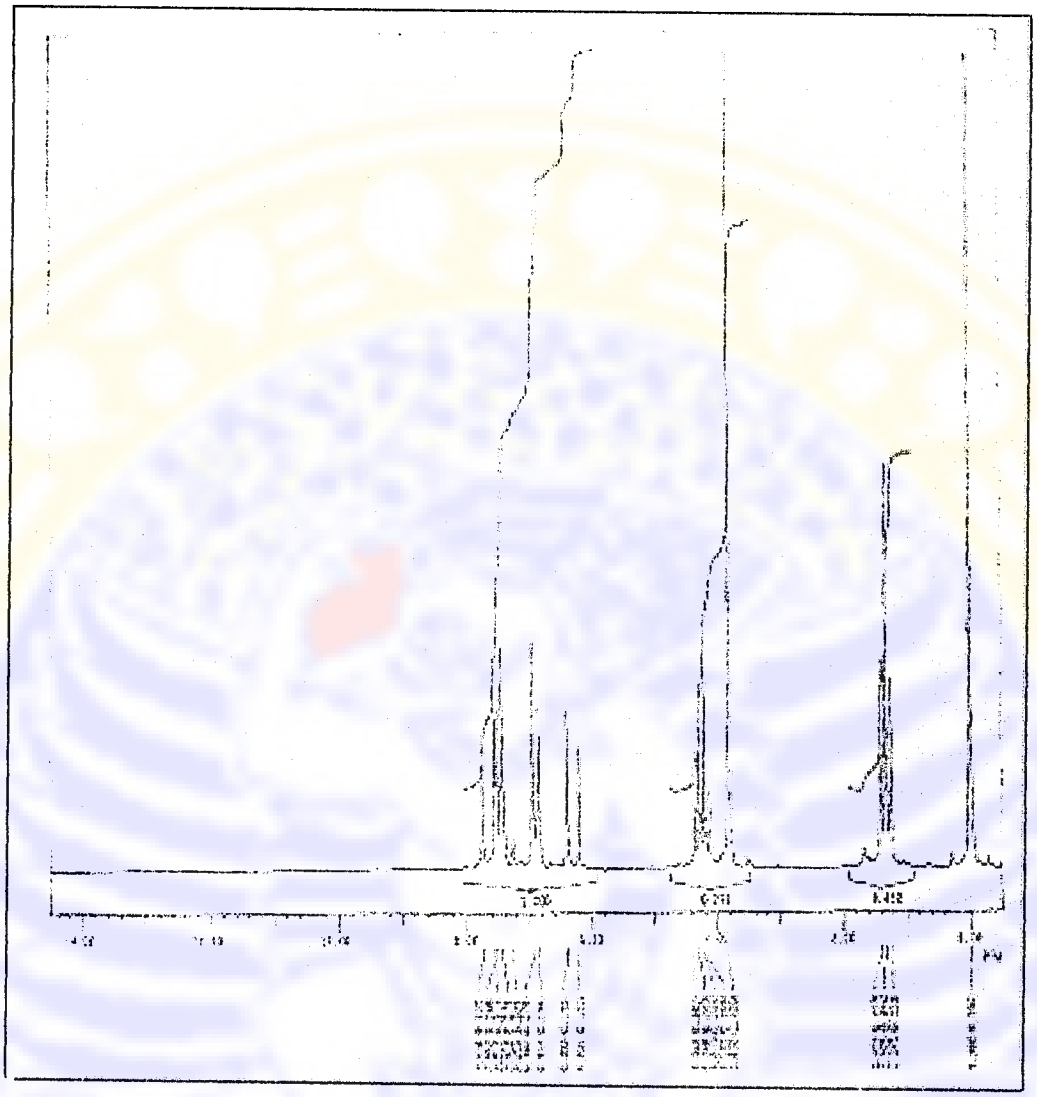
Bilangan gelombang (cm^{-1})	Keterangan
2932	Uluran C-H aromatis
1589	Uluran C=C aromatis
1248	Uluran C-O eter
1707	Uluran C=O amida (pita amida I)
3059	Uluran N-H
1543	Tekukan N-H (pita amida II)
1304	Uluran C-N

5.2.5 Identifikasi dengan Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (RMI)

Identifikasi dengan Spektrometri RMI bertujuan untuk mengetahui jumlah dan letak gugus metil yang mensubstitusi atom H.Dalam hal ini dilakukan identifikasi dengan spektrometri ^{1}H RMI senyawa asam *p*-metoksisinamat, untuk selanjutnya dibandingkan dengan spektrum ^{1}H RMI senyawa etil *p*-metoksisinamat.

Dilakukan juga identifikasi dengan spektrometri ^{1}H RMI untuk senyawa *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida yang selanjutnya dibandingkan dengan spektrum ^{1}H RMI senyawa asam *p*-metoksisinamat.

Spektrum-spektrum tersebut kemudian juga akan dibandingkan dengan spektrum senyawa yang mirip etil *p*-metoksisinamat, asam *p*-metoksisinamat dan spektrum senyawa yang mirip dengan *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida yang ada di pustaka. Adapun spektrum ^{1}HNMR dari etil *p*-metoksisinamat, asam *p*-metoksisinamat dan *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida adalah sebagai berikut :

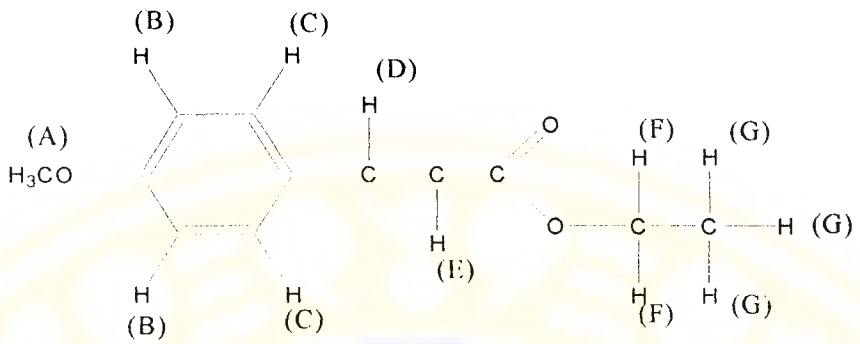


Gambar 5.4 Spektrum ^{1}H RMI Etil *p*-metoksisinamat

Alat : Spektrometer RMI Hitachi FT NMR R-1900

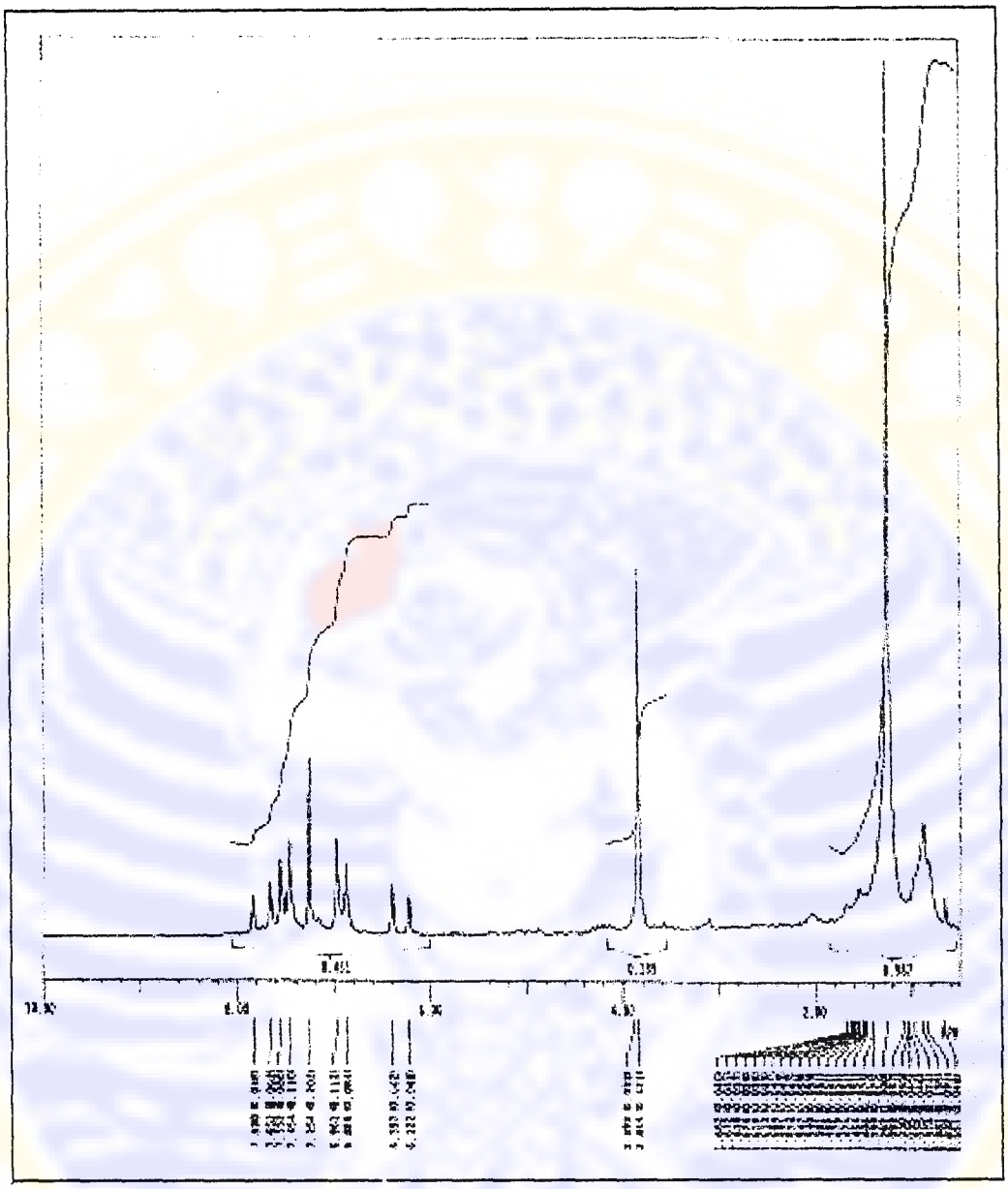
Pelarut : $CDCl_3$

Pembanding : Tetrametilsilena (TMS)



Tabel V.10 Interpretasi Spektrum ¹HNMR Etil *p*-metoksisinamat

Pergeseran kimia (ppm)	multiplisitas	Jumlah proton	Tetapan kopling (J_{ab})	posisi
3,82	singlet	3H	-	A
6,88	doblet	2H	-	B
7,47	doblet	2H	-	C
7,73	singlet	1H	16,02	D
6,29	singlet	1H	16,02	E
4,13 – 4,37	multiplet	2H	-	F
1,33	triplet	3H	-	G

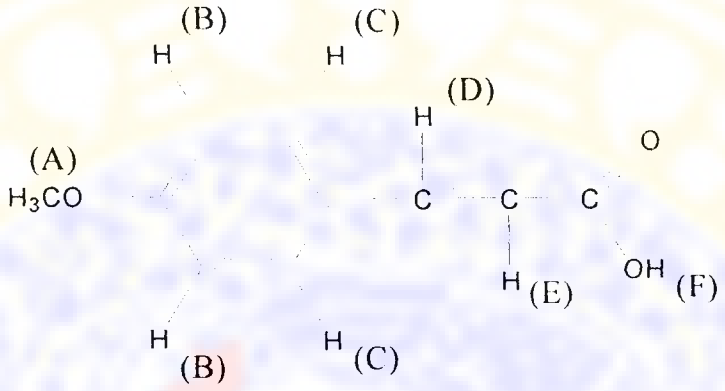


Gambar 5.5 Spektrum ^{1}H RMI Asam *p*-metoksisinamat

Alat : Spektrometer RMI Hitachi FT NMR R-1900

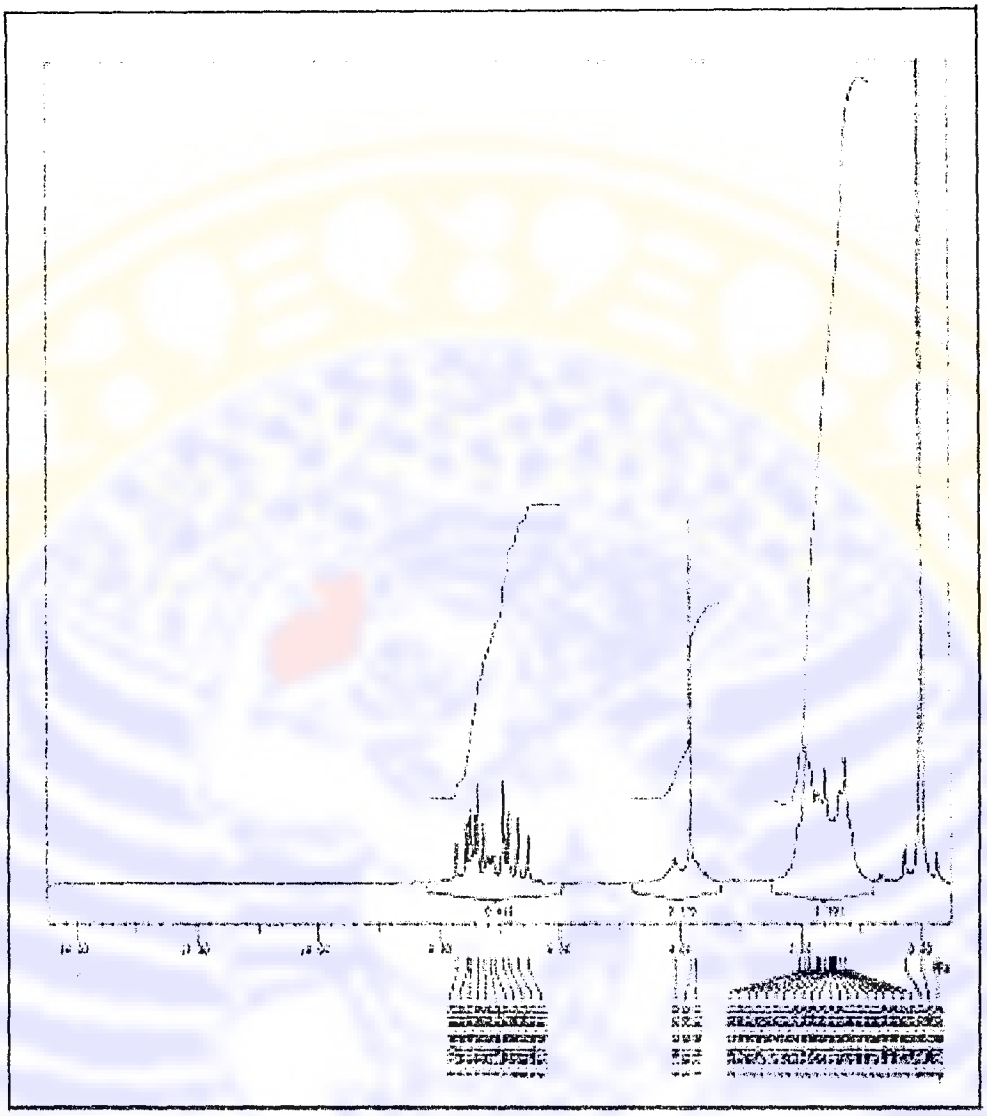
Pelarut : $CDCl_3$

Pembanding : Tetrametilsilena (TMS)



Tabel V.11 Interpretasi Spektrum ¹HNMR Asam *p*-metoksisinamat

Pergeseran kimia (ppm)	multiplisitas	Jumlah proton	Tetapan kopling (J_{ab})	posisi
3,84	singlet	3H	-	A
6,92	doblet	2H	-	B
7,74	doblet	2H	-	C
7,50	doblet	1H	15,75	D
6,31	doblet	1H	15,75	E

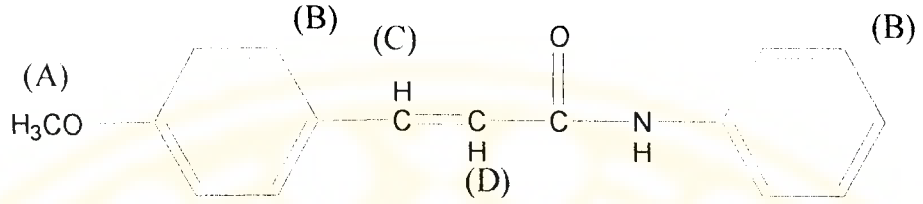


Gambar 5.6 Spektrum ^{1}H RMI *N*-fenil *p*-metoksisinamamida

Alat : Spektrometer RMI Hitachi FT NMR R-1900

Pelarut : $CDCl_3$

Pembanding : Tetrametilsilena (TMS)



Tabel V.12 Interpretasi Spektrum ¹H RMI *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida

Pergeseran Kimia (ppm)	multiplisitas	Jumlah proton	Tetapan kopling (J_{ab})	posisi
3,73	singlet	3H	-	A
6,84 – 7,47	multiplet	9H	-	B
7,63	doblet	1H	15, 39	C
6,60	doblet	1H	15,39	D

BAB VI
PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, bahan awal yang digunakan adalah berasal dari tanaman kencur. Isolasi dilakukan pada rimpang kencur dengan metode perkolasi yang menggunakan pelarut etanol 95% sehingga menghasilkan senyawa etil *p*-metoksisinamat, kemudian direkristalisasi berulang kali dengan etanol 70% sampai didapatkan bentuk kristal jarum berwarna putih.

Pada uji penentuan titik lebur (tabel V.1) senyawa etil *p*-metoksisinamat memiliki titik lebur 46 – 47,5°C, dan jika dibandingkan dengan pustaka senyawa ini memiliki titik lebur yang sama.

Pada analisis dengan spektrofotometer inframerah (gb 5. 1) menunjukkan pada senyawa etil *p*-metoksisinamat terdapat gugus C=O ester yang karakteristik pada bilangan gelombang 1705 cm^{-1}. Adanya pita pada bilangan gelombang 3007 cm^{-1} dan 1630 cm^{-1} menunjukkan terdapatnya inti aromatis. Adanya gugus alkana ditunjukkan pada bilangan gelombang 2980 cm^{-1}. Sementara itu pada bilangan gelombang 1173 cm^{-1} terdapat pita yang tajam yang menunjukkan gugus C-O ester pada senyawa. Dari data spektrum inframerah tersebut diketahui bahwa senyawa hasil isolasi berupa suatu ester yaitu etil *p*-metoksisinamat.

Analisis dengan spektrometer NMR terhadap senyawa etil *p*-metoksisinamat dilakukan dengan ^{1}HNMR dalam pelarut $CDCl_3$. Pada spektrum ^{1}HNMR senyawa tersebut (gb 5.4) menunjukkan adanya proton senyawa aromatis dari gugus sinamat ditunjukkan oleh puncak doblet pada daerah δ 6,88 ppm dan puncak doblet pada pergeseran kimia di daerah δ 7,53 ppm. Sementara itu, gugus metoksi ditunjukkan oleh puncak singlet pada pergeseran kimia di daerah δ 3,82 ppm. Pada pergeseran kimia di daerah δ 1,33 ppm menunjukkan adanya tiga proton (triplet) dari gugus etil dan di daerah δ 4,21 – 4,37 ppm menunjukkan adanya dua proton (multiplet) dari gugus etil.

Proses hidrolisis dilakukan untuk membentuk senyawa asam *p*-metoksisinamat. Proses hidrolisis dapat dilakukan melalui dua cara yaitu hidrolisis asam atau hidrolisis basa. Hidrolisis asam pada etil *p*-metoksisinamat

mengakibatkan gugus eter pada senyawa tersebut tidak stabil terhadap asam sehingga kemungkinan besar senyawa yang dihasilkan adalah asam *p*-hidroksisinamat. Apabila hidrolisis ester pada senyawa etil *p*-metoksisinamat dilakukan dengan suatu basa maka akan dihasilkan suatu bentuk garam yang selanjutnya dilakukan proses pengasaman. Pada proses hidrolisis basa, gugus eter pada senyawa etil *p*-metoksisinamat cenderung stabil karena eter tidak bereaksi dengan basa. Untuk itu, proses hidrolisis basa pada etil *p*-metoksisinamat dimulai dengan menambahkan suatu basa kuat yaitu KOH pada proses penyabunan dengan pemanasan pada suhu 40° - 50°C selama 2 jam dan penambahan HCl pada proses pengasaman. Senyawa asam *p*-metoksisinamat yang terbentuk kemudian dilakukan proses rekristalisasi berulang kali dengan etanol – air sehingga didapatkan kristal berwarna putih dan murni.

Pada uji penentuan titik lebur (tabel V.1) senyawa asam *p*-metoksisinamat memiliki titik lebur 168 - 169°C, jauh lebih tinggi dibandingkan dengan titik lebur etil *p*-metoksisinamat yaitu 46 – 47,5°C, hal ini disebabkan pada senyawa asam *p*-metoksisinamat terdapat gugus OH. Adanya gugus OH (mempunyai ikatan hidrogen) antara molekulnya sehingga memerlukan energi yang lebih besar untuk memecah ikatan hidrogen tersebut. Oleh karena itu, senyawa tersebut mempunyai titik lebur yang tinggi.

Analisis senyawa asam *p*-metoksisinamat dengan menggunakan KLT dengan fase diam silika gel GF_{254} dan berbagai sistem eluen, didapatkan noda yang memiliki harga Rf yang berbeda dengan harga Rf material awal yaitu etil *p*-metoksisinamat. Harga Rf asam *p*-metoksisinamat lebih kecil daripada harga Rf etil *p*-metoksisinamat. Adanya gugus OH pada asam *p*-metoksisinamat menyebabkan senyawa bersifat lebih polar dibandingkan etil *p*-metoksisinamat sehingga terikat pada fase diam silika gel yang bersifat polar dan sukar tereluasi oleh eluen dan menyebabkan harga Rf kecil. Senyawa etil *p*-metoksisinamat lebih non polar sehingga tidak terikat pada fase diam silika gel dan mudah tereluasi oleh eluen sehingga harga Rf tinggi. Dari hasil uji KLT dapat diketahui bahwa senyawa hasil hidrosis berbeda dengan material awal dan dari satu noda yang dihasilkan menunjukkan bahwa senyawa asam *p*-metoksisinamat murni secara KLT.

Pada analisis dengan spektrofotometer inframerah (gb 5. 2) menunjukkan pada senyawa asam *p*-metoksisinamat terdapat gugus -OH karboksilat yang karakteristik pada bilangan gelombang 3281 – 2562 cm^{-1}. Adanya pita pada bilangan gelombang 2940 cm^{-1} dan 1597 cm^{-1} menunjukkan terdapatnya inti aromatis. Adanya gugus alkena ditunjukkan pada bilangan gelombang 1597cm^{-1} dan 976 cm^{-1}, sementara itu pada bilangan gelombang 1686 cm^{-1} terdapat pita yang tajam yang menunjukkan gugus karboksilat pada senyawa. Dari data spektrum inframerah tersebut diketahui bahwa senyawa hasil hidrolisis terdapat gugus C=O karboksilat dan gugus -OH karboksilat yang menunjukkan bahwa senyawa tersebut sudah terhidrolisis dari senyawa ester menjadi asam karboksilat.

Analisis dengan spektrometer NMR terhadap senyawa asam *p*-metoksisinamat dilakukan dengan ^{1}HNMR dalam pelarut $CDCl_3$. Pada spektrum ^{1}HNMR senyawa hasil hidrolisis (gb 5.5) menunjukkan adanya proton senyawa aromatis dari gugus sinamat ditunjukkan oleh puncak doblet pada daerah δ 6,92 ppm dan puncak doblet pada pergeseran kimia di daerah δ 7,74 ppm. Sementara itu, gugus metoksi ditunjukkan oleh puncak singlet pada pergeseran kimia di daerah δ 3,84 ppm. Pada pergeseran kimia di daerah δ 6,31 ppm dan di daerah δ 7,50 ppm menunjukkan adanya proton dua gugus alkena dengan posisi yang berbeda. Pada analisis ini tidak ditemukan puncak gugus OH karboksilat karena pergeseran kimia gugus OH besar sehingga kemungkinan bergeser jauh di bawah medan. Berdasarkan data dari spektrum ^{1}HNMR, posisi dan pola pemisahan puncak – puncak pada senyawa asam *p*-metoksisinamat sesuai dengan spektrum ^{1}HNMR pembanding (lampiran 5).

Berdasarkan data hasil uji titik lebur, penentuan harga Rf melalui uji KLT, spektrofotometer inframerah dan spektrometer ^{1}HNMR dapat diketahui bahwa senyawa hasil hidrolisis adalah asam *p*-metoksisinamat yang akan digunakan sebagai bahan awal pada sintesis untuk membentuk senyawa amida.

Penelitian ini dilanjutkan dengan melakukan sintesis turunan amida dengan mereaksikan asam *p*-metoksisinamat hasil hidrolisis etil *p*-metoksisinamat dari isolasi rimpang kencur dengan suatu amina yaitu anilina sehingga diharapkan dapat terbentuk senyawa *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida. Sintesis senyawa tersebut didasarkan pada teori untuk mensintesis senyawa amida yang salah satunya

berasal dari asam karboksilat dan turunannya dengan ammonia atau amina yang lain mengikuti reaksi substitusi nukleofilik. Metode ini dapat dilakukan melalui dua cara yaitu dengan dehidrasi garam ammonium dan penggunaan gugus pengaktif untuk memacu reaksi yaitu disikloheksilkarbodiimida (DCC). Untuk pembuatan senyawa amida melalui dehidrasi garam ammonium adalah dengan mereaksikan asam karboksilat dan turunannya dengan amina sehingga terbentuk garam ammonium yang selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu yang tinggi untuk menghilangkan molekul air sehingga terbentuk senyawa amida. Akan tetapi pada penelitian ini, metode yang digunakan adalah penggunaan gugus pengaktif DCC yang masih jarang digunakan. DCC sebagai pereaksi antara karena DCC bereaksi dengan asam *p*-metoksisinamat dan terbentuk senyawa antara kemudian bereaksi dengan anilina sehingga terbentuk senyawa *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida. Pada sintesis ini bahan – bahan dilarutkan dalam pelarut kloroform dan ditambahkan katalis yaitu suatu basa lemah. Tujuan penambahan Trietilamina adalah untuk mempercepat terjadinya reaksi dan memberikan suasana basa pada reaksi karena reaksi hanya dapat berjalan pada suasana basa. Reaksi ini dilakukan pada suhu 0°C untuk menurunkan kereaktifan reaksi tersebut. Untuk membuktikan bahwa dengan metode tersebut dapat menghasilkan senyawa *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida maka setelah dilakukan sintesis dilakukan identifikasi terhadap hasil reaksi dengan menggunakan pembanding asam *p*-metoksisinamat yang merupakan bahan awal.

Analisis hasil reaksi dengan menggunakan KLT dengan fase diam silika gel GF_{254} dan eluen kloroform : metanol (50 :1) menunjukkan adanya dua noda yaitu secara berurutan noda paling atas (noda mayor) adalah hasil reaksi dan noda kedua adalah asam *p*-metoksisinamat karena harga Rfnya sama dengan pembanding. Untuk memisahkan sekaligus memurnikan senyawa hasil sintesis dari material awal melalui kromatografi kolom. Fase diam kromatografi kolom adalah silika dan fase gerak atau eluen menggunakan kloroform : metanol (50 : 1). Fraksi – fraksi ditampung pada vial dan diidentifikasi menggunakan KLT. Fraksi yang keluar lebih dahulu adalah senyawa hasil sintesis karena sifatnya non polar dibandingkan material awal. Kemudian fraksi – fraksi yang mempunyai harga Rf sama dan satu noda dicampur dan diuapkan pelarutnya dalam lemari asam sampai

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

pelarutnya habis dan terbentuk endapan. Endapan putih inilah yang merupakan senyawa hasil sintesis. Alasan menggunakan kromatografi kolom karena senyawa hasil sintesis bersifat non polar sehingga untuk memisahkan dengan material awal agak sulit, jika dilakukan pencucian dengan pelarut polar ataupun direkristalisasi dengan pelarut polar yang umum digunakan. Oleh karena pada pencucian dengan pelarut polar menyebabkan kurangnya kemurnian dari senyawa hasil sinteis sehingga untuk memisahkan sekaligus memurnikan dengan menggunakan kromatografi kolom.

Pada penentuan harga Rf dengan KLT (Tabel V.6) diketahui bahwa dengan menggunakan berbagai macam eluen, diperoleh harga Rf hasil sintesis yang lebih tinggi daripada asam *p*-metoksisinamat. Hal ini disebabkan karena senyawa hasil sintesis bersifat lebih non polar, sehingga tidak terikat dengan fase diam silika gel yang bersifat polar dan mudah tereluasi bersama eluen menghasilkan harga Rf yang tinggi. Asam *p*-metoksisinamat bersifat lebih polar sehingga terikat pada fase diam dan sukar tereluasi bersama eluen sehingga menghasilkan harga Rf yang kecil. Berdasarkan harga Rf tersebut dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis lebih non polar daripada material awal. Dari hasil uji KLT juga dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis berbeda dengan asam *p*-metoksisinamat (merupakan senyawa lain).

Pada uji penentuan titik lebur (tabel V.1) senyawa hasil reaksi memiliki titik lebur 195 - 196°C, lebih tinggi dibandingkan dengan titik lebur asam *p*-metoksisinamat yaitu 168 – 169°C. Berdasarkan uji titik lebur dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil reaksi sudah berbeda dengan senyawa awal.

Pada analisis dengan spektrofotometer inframerah (gb. 5.3) menunjukkan pada senyawa hasil sintesis sudah tidak terdapat gugus -OH karboksilat (pada bilangan gelombang 3400 – 2400 cm^{-1}). Adanya pita pada bilangan gelombang 3059 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan -NH sekunder pada senyawa hasil sintesis. Bilangan gelombang 1304 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-N. Adanya pita pada gelombang 1707 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=O pada senyawa amida (pita amida I) dan pada bilangan gelombang 1543 cm^{-1} menunjukkan adanya pita amida II . Bilangan gelombang 2932 cm^{-1} dan 1589 cm^{-1} menunjukkan terdapatnya inti aromatis pada senyawa hasil sintesis. Dari data spektrum

inframerah tersebut dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis sudah tidak terdapat gugus -OH karboksilat tetapi terdapat gugus baru yaitu gugus amida. Dengan adanya gugus amida pada spektrum inframerah senyawa hasil sintesis kemungkinan gugus -OH karboksilat dari asam *p*-metoksisinamat sudah tersubstitusi oleh gugus amino dari anilina.

Analisis dengan spektrometer NMR terhadap senyawa hasil sintesis dilakukan dengan ^{1}H NMR dengan pelarut $CDCl_3$. Pada spektrum ^{1}HNMR senyawa hasil sintesis (gb. 5.6) menunjukkan adanya proton senyawa aromatis dari gugus sinamat dan amina aromatis yang melimpah pada pergeseran kimia di daerah δ 6,5 – 7,7 ppm. Gugus metoksi ditunjukkan oleh puncak singlet pada pergeseran kimia di daerah δ 4,8 ppm. Sementara itu tidak ditemukan puncak gugus amida (NH) karena pergeseran kimia besar dan kadang tidak tampak. Tetapi pada spektra ^{1}H NMR ditemukan juga puncak – puncak lain di daerah δ 1 – 2,5 ppm. Kemungkinan besar disebabkan oleh adanya pengotor yang sebelumnya tidak terdeteksi pada identifikasi dengan alat yang lain, karena spektrometer ^{1}HNMR mempunyai kepekaan tinggi sehingga mampu mendeteksi senyawa lain yang terdapat dalam senyawa hasil reaksi. Berdasarkan data spektrum ^{1}HNMR, posisi dan pola pemisahan puncak – puncak pada senyawa hasil reaksi sudah berbeda dengan spektrum ^{1}HNMR asam *p*-metoksisinamat sehingga kemungkinan telah terbentuk senyawa baru.

Berdasarkan data hasil uji titik lebur, penentuan harga Rf melalui uji KLT, spektrofotometer inframerah dan spektrometer ^{1}HNMR dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis sudah berbeda dari material awal yaitu senyawa asam *p*-metoksisinamat. Identifikasi menggunakan spektrofotometer inframerah dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis adalah senyawa turunan amida. Sementara itu, berdasarkan hasil analisis dengan spektrometer ^{1}HNMR menunjukkan bahwa hasil sintesis masih ada pengotor yang diduga karena adanya peruraian dari senyawa hasil reaksi, kemungkinan tersebut didasarkan belum adanya data mengenai kestabilan dari senyawa amida.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa persentase hasil sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida adalah rata – rata 31,68 % ± 0,05 dan setelah diidentifikasi dengan spektrometer ^{1}HNMR ternyata masih ada pengotor yang tidak terdeteksi

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

dengan KLT dan spektrofotometer IR. Persentase hasil sintesis yang kecil kemungkinan disebabkan adanya halangan ruang yang besar pada tahap substitusi dengan gugus amina dan pada tahap pemisahan atau pemurnian yang dilakukan dengan kromatografi kolom sehingga menurunkan hasil. Asam *p*-metoksisinamat yang masih ada pada analisis dengan KLT menunjukkan bahwa reaksi masih belum sempurna, kemungkinan karena kurang lamanya reaksi, atau suhu yang diperlukan untuk reaksi terlalu rendah sehingga pengaktifan pereaksi menurun.

Untuk meningkatkan persentase hasil sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dapat dilakukan optimasi – optimasi terhadap faktor – faktor yang berpengaruh pada reaksi antara lain suhu dan lama reaksi.

BAB VII

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa senyawa *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dapat disintesis melalui asam *p*-metoksisinamat (hasil isolasi rimpang kencur) dengan anilina dan disikloheksilkarbodiimida dengan persentase hasil adalah 30,68% ± 0,05.

7.2 Saran

1. Berdasarkan hasil penelitian, disarankan untuk dilakukan optimasi suhu dan lama reaksi untuk mendapatkan hasil reaksi yang optimal.
2. Dilakukan lebih lanjut mengenai stabilitas senyawa amida untuk mendapatkan kondisi yang optimal dalam sintesis amida.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim., 2005. **Column Chromatography**, (file://A:\Column%20 Chromatography. htm) tanggal akses 31-3-2005

Bodanszky, Miklos., 1998. **Kimia Peptida**, Terjemahan Kosasih Padmawinata, ITB, Bandung. Hal 67-70.

Central Science Laboratory., 2004. **Cinnamamide Reppelent**, (file://A:\Team%20research.htm) tanggal akses 17-03-2004.

Departemen Kesehatan R.I., 1995, **Farmakope Indonesia**, Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Ekowati, J., Budiati, T., Suzana, 2003. **Pengaruh Gugus Metoksi Pada Sintesis Turunan Sinamat Yang Berfungsi Insektisida Melalui Reaksi Knoevenagel.** Lembaga Penelitian Universitas Airlangga, Surabaya.

Fessenden, R.J., Fessenden, J.S., 1986. **Kimia Organik**, Edisi Ketiga, jilid 2, Terjemahan : Pujadjaatmaka, A.H. Erlangga. Jakarta, hal 135, 232.

Fessenden, R.J., Fessenden, J.S., 1986. **Kimia Organik**, Edisi Ketiga, jilid 1, Terjemahan : Pujadjaatmaka, A.H. Erlangga. Jakarta, hal 170-171, 311-359.

Furniss BS, *et al.*, 1984. **Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry Including Qualitative Organic Analysis** 4 th Edition, Longman : English Language Book Society, p 564.

Gill. EL., *et al*, 1995. **Cinnamamide : A Repellent For Birds And Mammals,** (http.//www.aphis.usda.gov/ws/nwrc/is/repellent/pdf/gill.pdf)tanggal akses 9-3-2004.

Hardjajanti, Susi A., 1991. **Sintesis *p*-Metoksisinamoil Klorida dari Etil *p*-Metoksisinamat Hasil Isolasi Rimpang Kencur**, Skripsi, Universitas Airlangga, Surabaya.

Hermann, J.Roth., Gottfried, Blaschke.,1988. **Analisis Farmasi**, Terjemahan Sarjono. K., Slamet I., Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.

Heyningen, EV., *et al*, 1966. **N-Monoalkyl-ß- Alkylcinnamamides as Sedative**, The Lilly Research Laboratories, Indiana.

Hou, Tingjun., Li, Youyong., Liao Ning., Xu Xiaojie., 2000. Three-Demension Quantitative Structure-Activity Relationship Analysis of Some Cinnamamides Using Comparative Molecular Similarity Indices Analysis (CoMSIA), **Journal of Modeling**, p. 438-446.

IPTEKnet., 2002. **Tanaman Obat Indonesia**, (file://A:\IPTEKnet.htm) tanggal akses 11-3-2005.

Mc. Callien., *et al*, 1997. Chelation of Diamine Ligands to Zinc Porphyrin Monolayers Amide-Linked to Glass. **J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1**. p. 2584.

Morrison, R.T., Boyd, R.N., 1989. **Organic Chemistry**, 5th edition. Prentice Hall of India, New York.

Mulja M., Suherman., 1995, **Analisis Instrumental**, Surabaya : Airlangga University Press, hal 60-81, 114-115, 142-143.

Pine. S.H., Hendrickson, J.B., Crain, D.J., 1988. **Kimia Organik**, Edisi keempat, Terjemahan Joedodibroto R., Hadiwidjoyo S.W., ITB, Bandung.

Rhodes, P.H., 1995. **The Organic Chemist's Desk Reference** 6th ed. London ; Chapman and Hall Electronic Publishing Division.

Silverstein, R.M., Bassler, G.C., Morril, T.C., 1992. **Spectrophotometric Identification of OrganicCompounds**, 4th Edition, John Willey and Son Inc., Singapore.

Solomons, T.W. Graham,1997. **Fundamentals of Organic Chemistry**, 4 th Edition, New York : John Willey & Sons. Inc. p. 786-789

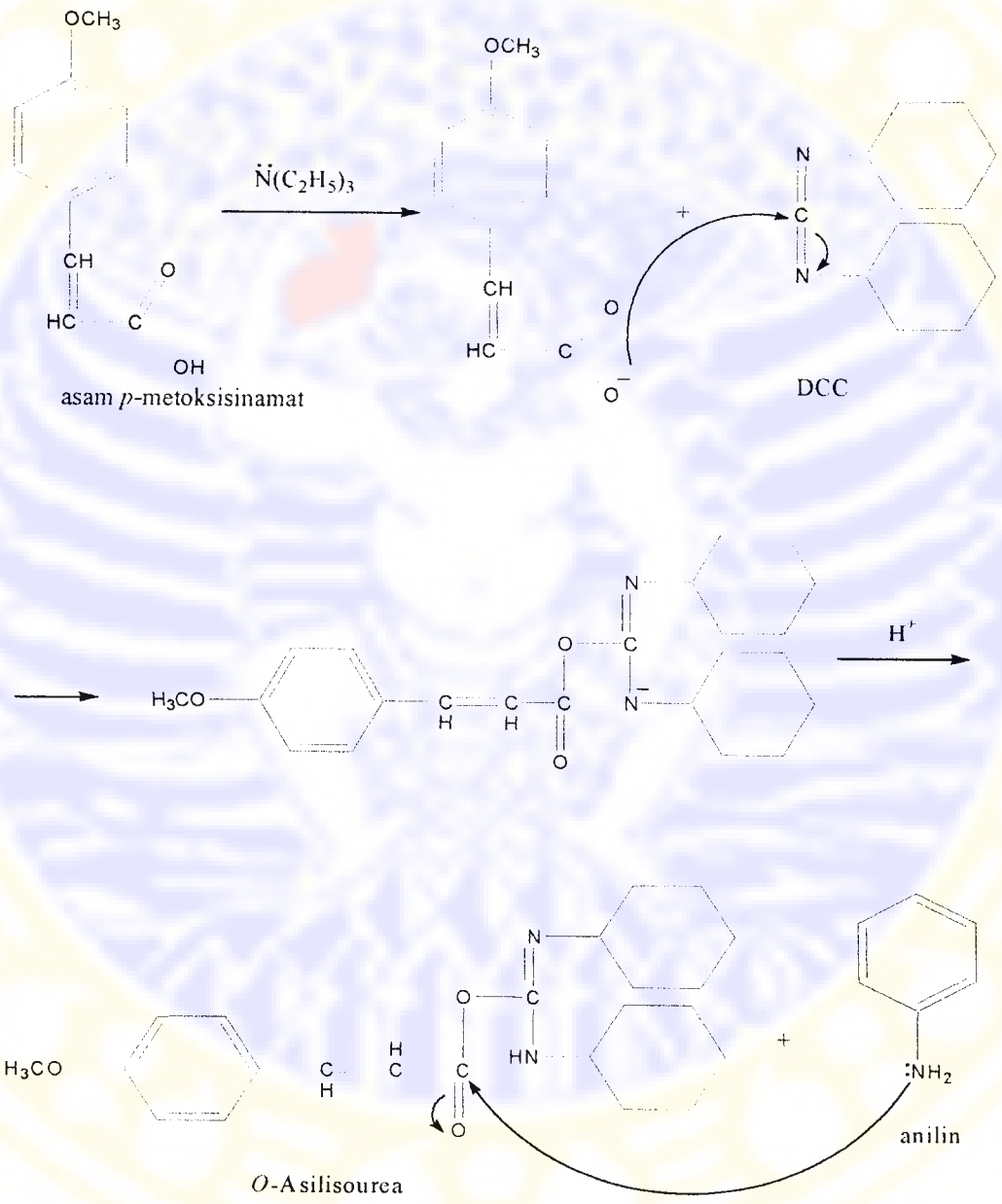
Stuart, B., 1996. **Modern Infrared Spectroscopy**, New York : John Wiley and Sons.

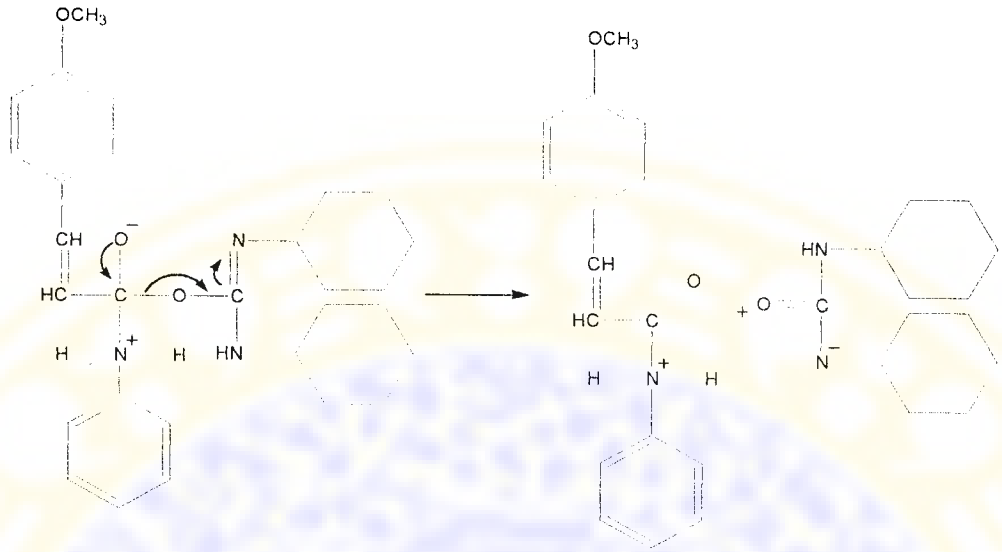
Szafran, Z., Pike, R.M., Singh, M. M., 1991. **Microscale Inorganic Chemistry : A Comprehensive Laboratory Experience**, New York, John Willey & Sons, Inc. p. 74-81

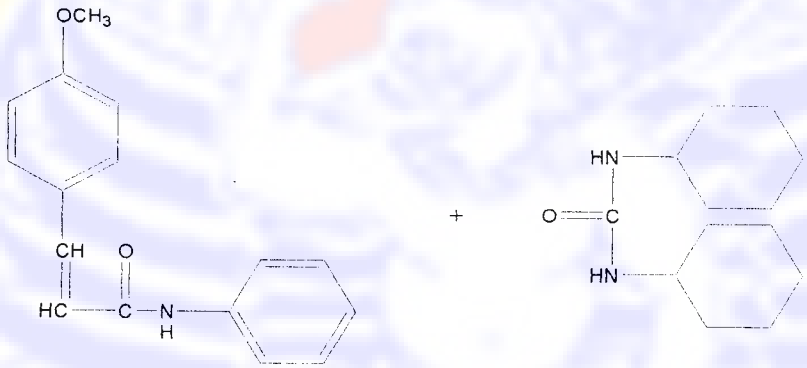
Wilbraham, A.C., Matta, M.S., 1992. **Kimia Organik dan Hayati**. Terjemahan Achmadi S., ITB, Bandung.

Lampiran 1

MEKANISME REAKSI *N*-FENIL-*p*-METOKSISINAMAMIDA







N-fenil *p*-metoksisinamamida

N,N' Disikloheksilurea

Lampiran 2

Perhitungan Hasil Reaksi Hidrolisis Asam *p*-metoksisinamat

Replikasi I

	Etil *p*-metoksisinamat +	KOH →	asam *p*-metoksisinamat
	22.5 g	11.25 g	
mula – mula	0,1092 mol	0,2005 mol	-
reaksi	0,1092 mol	0,1092 mol	0,1092 mol
sisa	-	0,0913 mol	0,1092 mol

Berat asam *p*-metoksisinamat : 0,1092 x 178,18 = 19,44 g

Berat hasil sintesis : 15,3000 g

% hasil : $\frac{15,3000}{19,4400}$ x 100 % = 78,7 %

Replikasi II

	Etil *p*-metoksisinamat +	KOH →	asam *p*-metoksisinamat
	16,4 g	8,2 g	
mula – mula	0,0796 mol	0,1460 mol	-
reaksi	0,0796 mol	0,0796 mol	0,0796 mol
sisa	-	0,0664 mol	0,0796 mol

Berat asam *p*-metoksisinamat : 0,0796 x 178,18 = 14,18 g

Berat hasil sintesis : 11,0500 g

% hasil : $\frac{11,1000}{14,1800}$ x 100 % = 78,3 %

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Replikasi III

	Etil *p*-metoksisinamat	+ KOH	→ asam *p*-metoksisinamat
	8,74 g	4,39g	
mula – mula	0,0424 mol	0,0779 mol	-
reaksi	0,0424 mol	0,0424 mol	0,0424 mol
sisa	-	0,0355 mol	0,0424 mol

Berat asam *p*-metoksisinamat : 0,0424 x 178,18 = 7,55 g

Berat hasil sintesis : 5,9300 g

% hasil : $\frac{5,9300}{7,5500}$ x 100 % = 78,5 %

Rata – rata : $\frac{78,7\% + 78,3\% + 78,5\%}{3}$

: 78,5%

$$S_1 = \sqrt{\frac{\sum (x_{i1} - x_1)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{(78,5 - 78,7)^2 + (78,5 - 78,3)^2 + (78,5 - 78,5)^2}{3-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,008}{2}} = 0,2$$

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Lampiran 3

Perhitungan Hasil Sintesis *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida

Replikasi I

	Asam *p*-metoksisinamat +	DCC +	Anilina →	*N*-fenil-*p*-metoksisinamamida
	0,5350 g	0,6190 g	0,273 ml	
Mula	: 0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol	-
Reaksi	: 0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol
Sisa	: -	-	-	0,003 mol
				0,003 x 253,31
				= 0,760 g

Berat hasil sintesis : 0,2410 g

% hasil sintesis : $\frac{0,2410}{0,7600}$ x 100 % = 31,71 %

Replikasi II

	Asam *p*-metoksisinamat +	DCC +	Anilina →	*N*-fenil *p*-metoksisinamamida
	0,535 g	0,619 g	0,273 ml	
Mula	: 0.003 mol	0,003 mol	0,003 mol	-
Reaksi	: 0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol
Sisa	: -	-	-	0,003 mol
				0,003 x 253,31
				= 0,760 g

Berat hasil sintesis : 0,2403 g

% hasil sintesis : $\frac{0,2403}{0,7600}$ x 100 % = 31,62 %

Replikasi III

	Asam *p*-metoksisinamat +	DCC	+ Anilina →	*N*-fenil *p*-metoksisinamamida
	0,5350 g	0,6190 g	0,273 ml	
Mula	: 0.003 mol	0,003 mol	0,003 mol	-
Reaksi	: 0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol	0,003 mol
Sisa	: -	-	-	0,003 mol
				0,003 x 253,31
				= 0,760 g

Berat hasil sintesis : 0,2410 g

% hasil sintesis : $\frac{0,2410}{0,7600}$ x 100 % = 31,71 %

Rata – rata : $\frac{31,71\% + 31,62\% + 31,71\%}{3}$

: 31,68 %

$$S_1 = \sqrt{\frac{\sum (x_{i1} - x_1)^2}{n-1}}$$

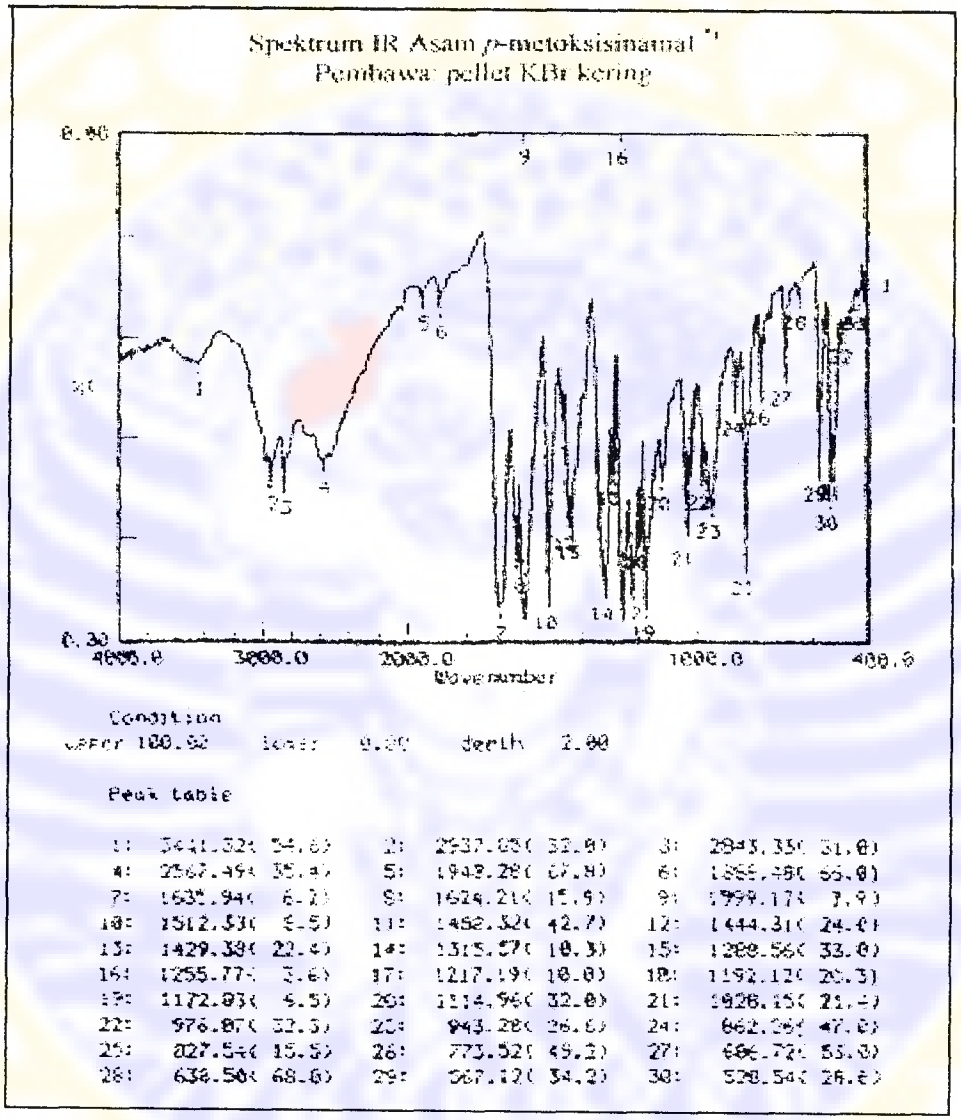
$$= \sqrt{\frac{(31,71-31,68)^2 + (31,62-31,68)^2 + (31,71-31,68)^2}{3-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0054}{2}} = 0,05$$

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Lampiran 4

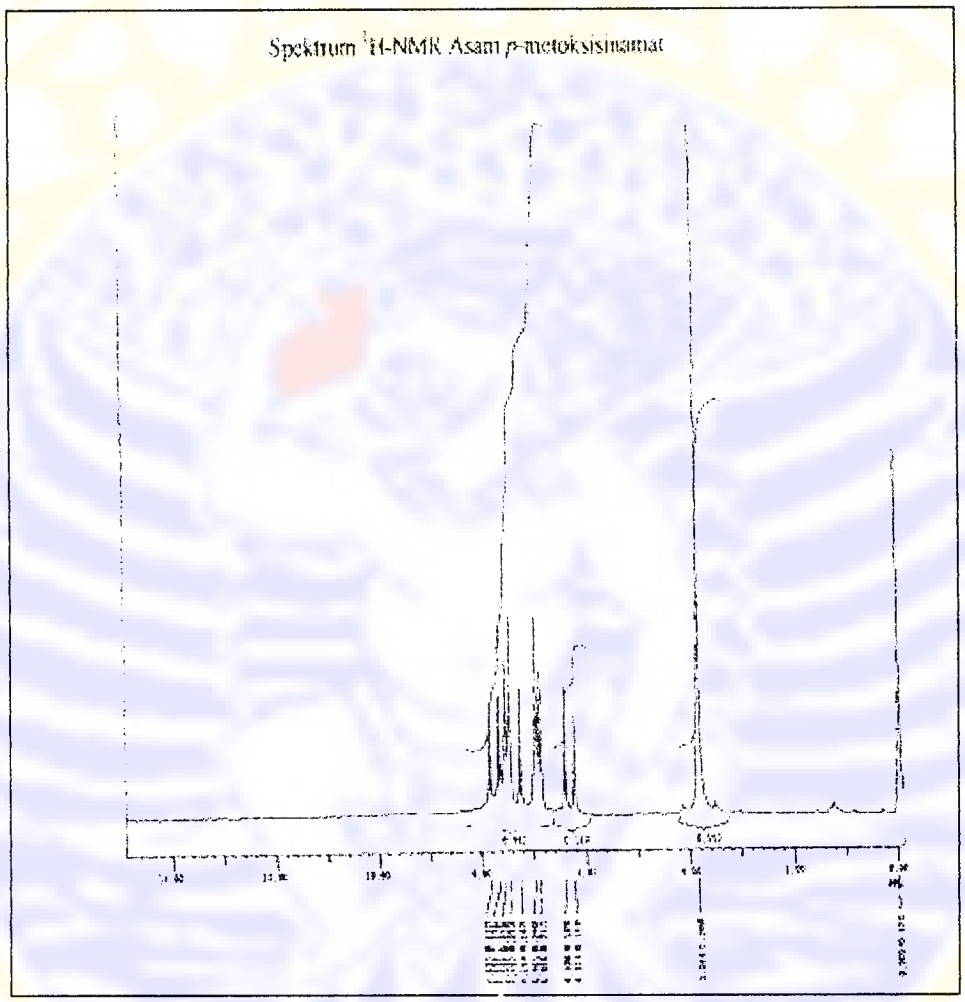
Spektrum Inframerah Asam *p*-metoksisinamat pembanding



pustaka : Ekowati, J.,2003.

Lampiran 5

Spektrum ^{1}HNMR Asam p-metoksisinamat pembanding

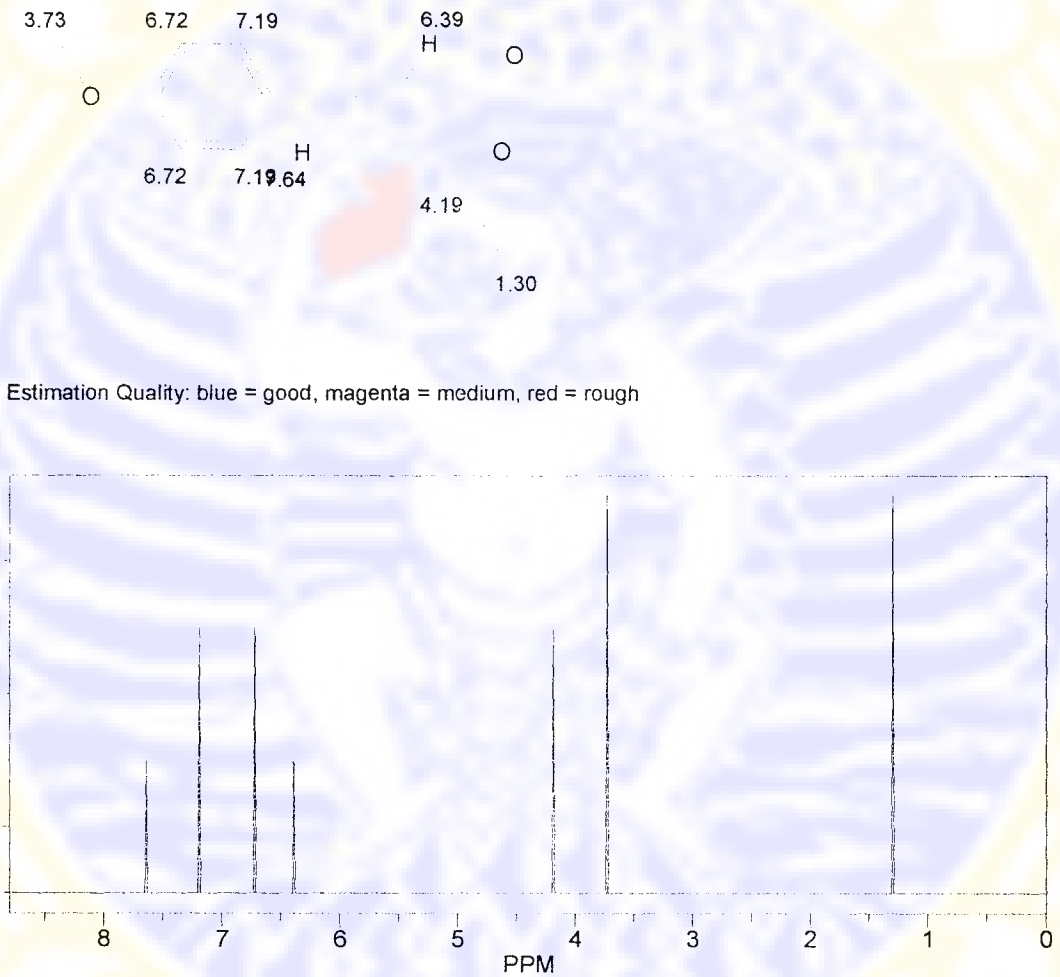


pustaka : Ekowati, J.,2003.

Lampiran 6

Estimasi Spektrum ^{1}HNMR Etil *p*-metoksisinamat dari Chemoffice

ChemNMR H-1 Estimation



Protocol of the H-1 NMR Prediction:

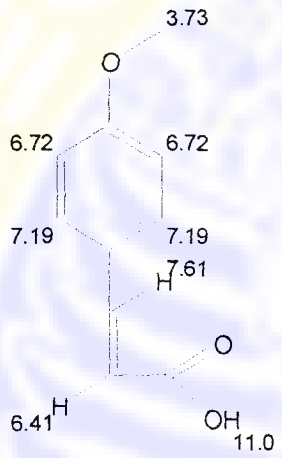
Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.05	1 -C=C
		-0.49	1 -O-C
CH	7.19	7.26	1-benzene
		0.04	1 -C=C
		-0.11	1 -O-C
CH	7.19	7.26	1-benzene
		0.04	1 -C=C
		-0.11	1 -O-C
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.05	1 -C=C
		-0.49	1 -O-C
CH3	3.73	0.86	methyl
		2.87	1 alpha -O-1:C*C*C*C*C*C*1
CH2	4.19	1.37	methylene
		0.00	1 alpha -C
		2.82	1 alpha -OC(=O)C=C
CH3	1.30	0.86	methyl
		0.44	1 beta -OC(=O)-C=C
H	7.64	5.25	1-ethylene
		1.38	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 gem
		1.01	1 -C(=O)O-R cis
H	6.39	5.25	1-ethylene
		0.36	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 cis
		0.78	1 -C(=O)O-R gem

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

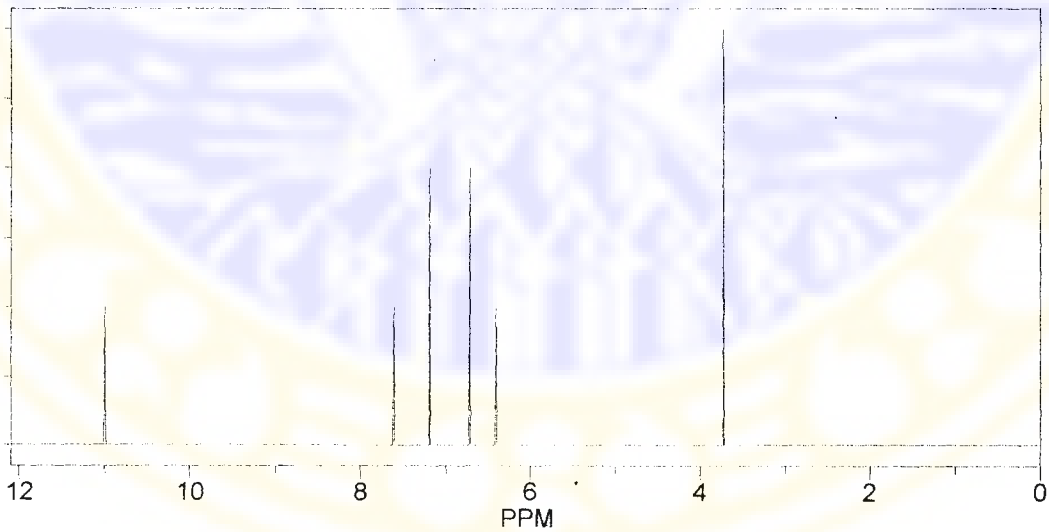
Lampiran 7

Estimasi Spektrum ^{1}HNMR Asam *p*-metoksisinamat dari Chemoffice

ChemNMR H-1 Estimation



Estimation Quality: blue = good, magenta = medium, red = rough



Protocol of the H-1 NMR Prediction:

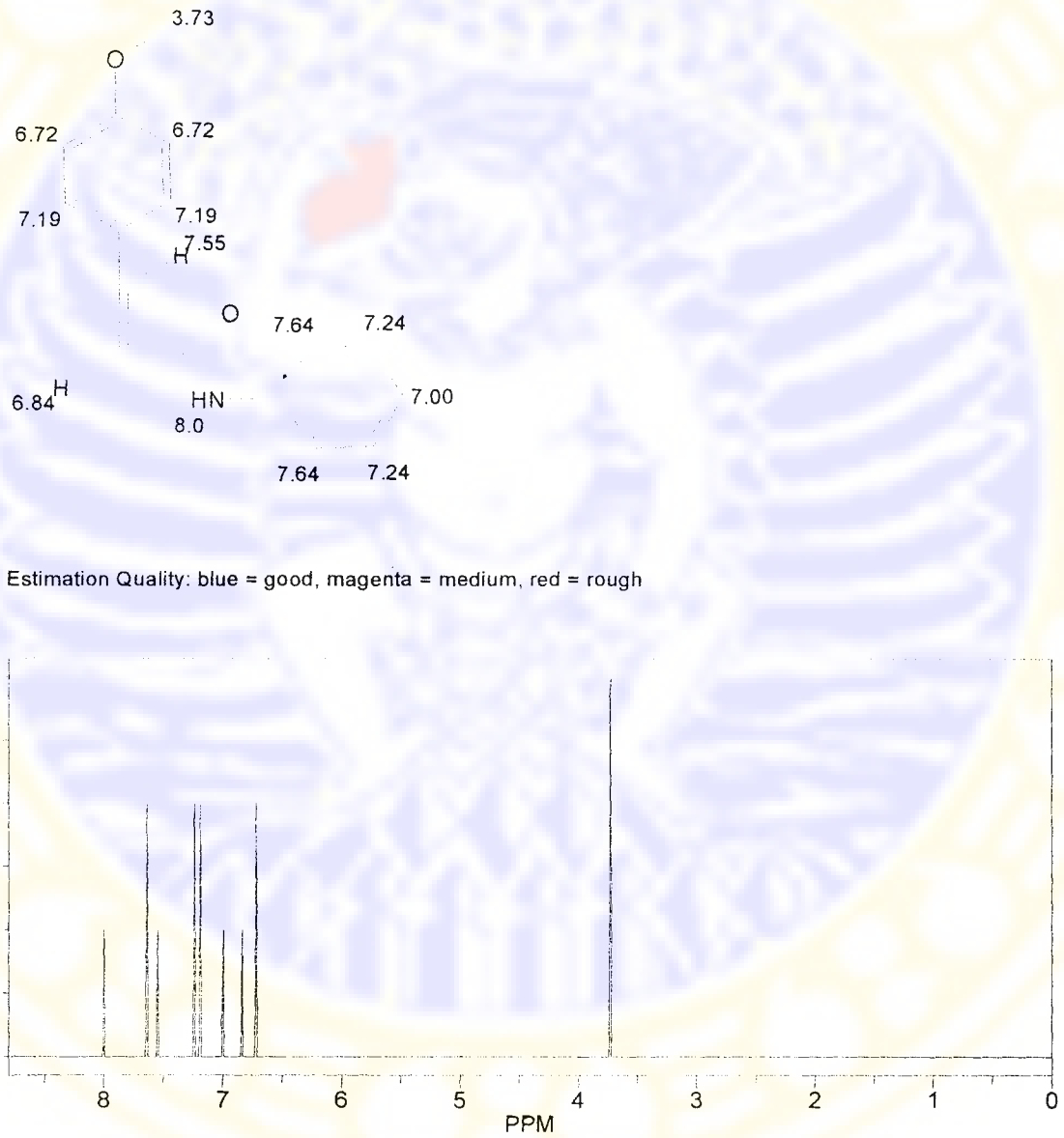
Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.05	1 -C=C
		-0.49	1 -O-C
CH	7.19	7.26	1-benzene
		0.04	1 -C=C
		-0.11	1 -O-C
CH	7.19	7.26	1-benzene
		0.04	1 -C=C
		-0.11	1 -O-C
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.05	1 -C=C
		-0.49	1 -O-C
OH	11.0	11.00	carboxylic acid
CH3	3.73	0.86	methyl
		2.87	1 alpha -O-1:C*C*C*C*C*C*1
H	7.61	5.25	1-ethylene
		1.38	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 gem
		0.98	1 -C(=O)O cis
H	6.41	5.25	1-ethylene
		0.36	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 cis
		0.80	1 -C(=O)O gem

ADLN Perpustakaan Universitas Airlangga

Lampiran 8

Estimasi Spektrum ^{1}HNMR *N*-fenil-*p*-metoksisinamamida dari Chemoffice

ChemNMR H-1 Estimation



Protocol of the H-1 NMR Prediction:

Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
CH	7.19	7.26	1-benzene
		-0.11	1 -O-C
		0.04	1 -C=C
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.49	1 -O-C
		-0.05	1 -C=C
CH	6.72	7.26	1-benzene
		-0.49	1 -O-C
		-0.05	1 -C=C
CH	7.19	7.26	1-benzene
		-0.11	1 -O-C
		0.04	1 -C=C
NH	8.0	8.00	sec. amide
CH	7.24	7.26	1-benzene
		-0.02	1 -NC(=O)
CH	7.64	7.26	1-benzene
		0.38	1 -NC(=O)
CH	7.64	7.26	1-benzene
		0.38	1 -NC(=O)
CH	7.24	7.26	1-benzene
		-0.02	1 -NC(=O)
CH	7.00	7.26	1-benzene
		-0.26	1 -NC(=O)
CH3	3.73	0.86	methyl
		2.87	1 alpha -O-1:C*C*C*C*C*C*1
H	7.55	5.25	1-ethylene
		1.38	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 gem
		0.92	1 -C(=O)N cis
H	6.84	5.25	1-ethylene
		0.36	1 -1:C*C*C*C*C*C*1 cis
		1.23	1 -C(=O)N gem