

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 ¹HNMR 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 ¹HNMR, posisi dan pemisahan puncak – puncak telah sesuai dengan spektrum ¹HNMR pembanding.

Berdasarkan data hasil titik lebur, penentuan harga Rf melalui uji KLT, spektrofotometer IR dan spektrometer ¹HNMR 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 dengan 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 ¹HNMR 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 ¹HNMR, posisi dan pola pemisahan antara senyawa hasil sintesis hampir sama dengan spektrum ¹HNMR 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 ¹HNMR 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.

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 R_f value of TLC test, melting point test, IR spectrophotometer and NMR spectrometry.

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