

RINGKASAN

Sinamamida telah diketahui memiliki aktifitas sebagai *repellent* hama tanaman disamping juga aktifitas farmakologis yang lain. Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa turunan sinamamida yaitu *N*-metil-*p*-metoksisinamamida yang kemungkinan memiliki aktifitas seperti senyawa induknya. Senyawa turunan sinamamida diperoleh dari turunan asam sinamat yang merupakan metabolit sekunder dari dari berbagai macam tanaman. Pada penelitian ini digunakan rimpang kencur (*Kaempferia galanga* L.) yang diketahui mengandung senyawa etil *p*-metoksisinamat (EPMS).

Tahap pertama dari penelitian ini adalah isolasi EPMS dari rimpang kencur. Isolasi EPMS dilakukan dengan metode perkolasi menggunakan pelarut etanol 95%. Dari hasil isolasi diperoleh kristal jarum tidak berwarna. Pada uji kemurnian terhadap isolat secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak yaitu heksana-etil asetat-aseton (13 : 3 : 1), heksana-kloroform-asam asetat (5 : 4 : 1), heksana-etil asetat (4 : 1) menunjukkan hanya satu noda sehingga dapat disimpulkan bahwa isolat telah murni secara KLT. Pada uji kemurnian senyawa hasil isolasi dengan penentuan jarak lebur didapatkan jarak lebur 46 – 47,5° C. Rentang jarak lebur tidak lebih dari 2° C sehingga dapat disimpulkan bahwa EPMS hasil isolasi telah murni berdasarkan jarak lebur.

Identifikasi struktur EPMS hasil isolasi secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi inframerah dan spektroskopi RMI ¹H. Dari identifikasi struktur dengan spektroskopi inframerah dapat diketahui bahwa senyawa hasil isolasi memiliki gugus-gugus fungsi seperti yang dimiliki oleh struktur EPMS dan spektrum inframerah senyawa hasil isolasi identik dengan spektrum inframerah EPMS dari pustaka Susanti (2003).

Dari identifikasi struktur senyawa hasil isolasi dengan spektroskopi RMI ¹H dapat diketahui bahwa posisi proton, jumlah proton, dan multiplisitas pada senyawa hasil isolasi menunjukkan proton-proton yang dimiliki oleh EPMS dan spektrum RMI ¹H senyawa hasil isolasi identik dengan spektrum RMI ¹H EPMS dari pustaka Susanti (2003).

Berdasarkan data-data identifikasi struktur tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa etil *p*-metoksisinamat. Isolasi EPMS dari rimpang kencur didapatkan sebanyak 2,4% dari berat kering serbuk rimpang kencur.

Langkah selanjutnya dilakukan hidrolisis EPMS untuk memperoleh asam *p*-metoksisinamat (APMS). Hidrolisis EPMS menggunakan kalium hidroksida (KOH). Hasil hidrolisis berupa kristal jarum tidak berwarna. Uji kemurnian senyawa hasil hidrolisis secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak yaitu kloroform-aseton-asam asetat (20 : 10 : 1), kloroform-etanol (5 : 1), kloroform-eter-asam asetat (20 : 10 : 1) menunjukkan hanya satu noda sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil hidrolisis telah murni secara KLT. Pada uji kemurnian senyawa hasil hidrolisis dengan penentuan jarak lebur didapatkan jarak lebur 167 – 169° C. Rentang jarak lebur tidak lebih dari 2° C sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil hidrolisis telah murni berdasarkan jarak lebur.

Identifikasi struktur senyawa hasil hidrolisis secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi inframerah dan spektroskopi RMI ^1H . Dari identifikasi struktur dengan spektroskopi inframerah diketahui bahwa senyawa hasil hidrolisis memiliki gugus fungsi seperti yang dimiliki oleh struktur APMS dan spektrum inframerah senyawa hasil hidrolisis identik dengan spektrum inframerah APMS dari pustaka Ekowati dkk (2003).

Dari identifikasi struktur senyawa hasil hidrolisis dengan spektroskopi RMI ^1H dapat disimpulkan bahwa posisi proton, jumlah proton, dan multiplisitas senyawa hasil hidrolisis menunjukkan proton-proton yang dimiliki oleh APMS dan spektrum RMI ^1H senyawa hasil hidrolisis identik dengan spektrum RMI ^1H APMS dari pustaka Ekowati dkk (2003).

Sintesis senyawa *N*-metil-*p*-metoksisinamamida melalui reaksi asam *p*-metoksisinamat dengan pereaksi gandeng *N,N'*-disikloheksilkarbodiimida (*DCC*) dan pereaksi metilamina dilakukan pada suhu 0°C selama 8 jam. Hasil sintesis berupa kristal jarum tidak berwarna. Uji kemurnian terhadap senyawa hasil sintesis secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak yaitu kloroform-metanol (50 : 1), kloroform-etil asetat (30 : 1), kloroform-aseton (30 : 1) menunjukkan hanya satu noda sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis telah murni secara KLT. Pada uji kemurnian senyawa hasil sintesis dengan penentuan jarak lebur didapatkan jarak lebur $121 - 123^\circ\text{C}$. Rentang jarak lebur tidak lebih dari 2°C , sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis telah murni berdasarkan jarak lebur.

Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi inframerah dan spektroskopi RMI ^1H . Dari identifikasi dengan spektroskopi inframerah dapat diketahui telah terjadi penggantian gugus O-H karboksilat dari APMS menjadi gugus N-H yang ditunjukkan oleh puncak pada bilangan gelombang 3273 cm^{-1} . Disamping itu, dari spektrum diketahui adanya gugus C=O pada bilangan gelombang 1657 cm^{-1} . Adanya gugus C=O dan gugus N-H menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa amida. Pita serapan tunggal (N-H) pada bilangan gelombang 3273 cm^{-1} menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan amida sekunder.

Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis secara spektroskopi RMI ^1H didapatkan adanya puncak singlet dengan pergeseran kimia 3,83 ppm yang sesuai bagi proton yang terdapat pada gugus $-\text{OCH}_3$. Proton pada inti aromatis memberikan puncak doublet pada pergeseran kimia 6,87 ppm dan 7,43 ppm dengan tetapan kopling 8,8 Hz. Sedangkan proton pada gugus alkena dengan konformasi trans memberikan puncak doublet pada pergeseran kimia 6,26 ppm dan 7,57 ppm dengan tetapan kopling 15,9 Hz. Proton pada gugus N-H amida pada spektrum ini memberikan puncak singlet lebar pada pergeseran kimia 5,71 ppm. Pola pemisahan puncak-puncak pada spektrum RMI ^1H senyawa hasil sintesis telah sesuai dengan proton-proton pada struktur *N*-metil-*p*-metoksisinamamida.

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa *N*-metil-*p*-metoksisinamamida dapat disintesis melalui reaksi asam *p*-metoksisinamat dengan pereaksi gandeng *N,N'*-disikloheksilkarbodiimida dan pereaksi metilamina dengan persentase hasil 60,7%. Untuk sintesis *N*-metil-*p*-metoksisinamamida melalui reaksi asam *p*-metoksisinamat dengan pereaksi gandeng *N,N'*-disikloheksilkarbodiimida dan pereaksi metilamina disarankan menggunakan

bahan-bahan yang bebas dari air karena reaksi akan terganggu dengan adanya air sehingga mengakibatkan penurunan persentase hasil sintesis.



ABSTRACT

Synthesis of *N*-methyl-*p*-methoxycinnamamide from *p*-methoxycinnamic acid as starting material has been done. To form the starting material, ethyl *p*-methoxycinnamate was isolated from *Kaempferia galanga* L. Then ethyl *p*-methoxycinnamate was hydrolyzed with solution of 5% KOH in ethanol to get the acid compound. The synthesis of amida compound was done with the presence of *N,N'*-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) as coupling agent and methylamine.

The identification of the resulted compound was done by Thin Layer Chromatography test, melting point test, FT/IR spectroscopy, and ¹H-NMR spectroscopy. Identification shown that the resulted compound is *N*-methyl-*p*-methoxycinnamamide. This method gave 60,7% yield.

Keyword: Ethyl *p*-methoxycinnamate, *p*-methoxycinnamic acid, DCC, methylamine, *N*-methyl-*p*-methoxycinnamamide and identification