

## RINGKASAN

Sinamamida telah diketahui memiliki aktivitas sebagai *repellent* terhadap hama, disamping juga aktivitas farmakologis yang lain. Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa turunan sinamamida yaitu *N*-(4-nitrofenil)-*p*-metoksisinamamida yang kemungkinan memiliki aktivitas seperti senyawa induknya. Senyawa turunan sinamamida diperoleh dari turunan asam sinamat yang merupakan metabolit sekunder 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 berwarna putih. Pada pengamatan terhadap isolat secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak menunjukkan hanya satu noda. Dapat disimpulkan bahwa isolat murni secara KLT. Pada uji kemurnian hasil isolasi dengan titik lebur didapatkan harga sebesar 46-47,5 °C.

Identifikasi isolat secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi infra merah dan <sup>1</sup>H-NMR. Dari identifikasi dengan menggunakan spektroskopi infra merah memberikan pita serapan pada 1075 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi gugus C=O ester. Adanya gugus C-O ester ditunjukkan oleh vibrasi ulur pada 1172 cm<sup>-1</sup>. Pita pada 2980 cm<sup>-1</sup> adalah vibrasi ulur gugus C-H jenuh. Sedangkan vibrasi ulur gugus C=C aromatis ditunjukkan oleh pita serapan pada 1512 cm<sup>-1</sup>. Gugus C=C terkonjugasi dengan inti aromatis ditunjukkan oleh pita serapan pada 1630 cm<sup>-1</sup>.

Identifikasi secara spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR didapatkan adanya puncak triplet pada geseran kimia 1,33 ppm dan puncak kuartet pada pergeseran kimia 4,27 ppm. Pola pembelahan dan letak geseran kimianya sesuai untuk sistem -CO-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>. Puncak serapan singlet dengan geseran kimia 3,82 ppm sesuai untuk gugus -OCH<sub>3</sub>. Proton pada lingkungan alkena dengan konformasi *trans* ditunjukkan oleh puncak dublet pada geseran kimia pada 6,30 dan 7,64 ppm. Sedangkan puncak dublet pada geseran kimia 7,47 dan 6,89 ppm menunjukkan proton pada cincin benzena.

Dari data-data identifikasi tersebut dapat disimpulkan bahwa isolat adalah etil *p*-metoksisinamat. Dari isolasi rimpang kencur didapatkan EPMS sebanyak 2,4% dari berat kering.

Langkah selanjutnya dilakukan hidrolisis EPMS untuk mendapatkan asam *p*-metoksisinamat (APMS). Hidrolisis dilakukan dengan menggunakan KOH. Hasil hidrolisis berupa kristal jarum berwarna putih. Pengamatan terhadap hasil hidrolisis secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak menunjukkan hanya satu noda. Dapat disimpulkan bahwa hasil hidrolisis murni secara KLT. Pada uji kemurnian hasil hidrolisis dengan titik lebur didapatkan harga sebesar 167-169 °C.

Identifikasi hasil hidrolisis secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi infra merah dan <sup>1</sup>H-NMR. Dari identifikasi dengan menggunakan spektroskopi infra merah diketahui bahwa EPMS sudah mengalami perubahan menjadi APMS. Hal ini bisa dilihat dari adanya puncak yang melebar pada daerah 3000 - 2500 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus O-H ulur karboksilat.

Disamping itu gugus C=O ditunjukkan oleh pita pada  $1685\text{ cm}^{-1}$ . Setelah dibandingkan dengan spektrum infra merah dari pustaka maka dapat dilihat adanya kesamaan terutama pada daerah sidik jari ( $1300 - 600\text{ cm}^{-1}$ ).

Identifikasi secara spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  didapatkan adanya puncak singlet dengan geseran kimia  $3,84\text{ ppm}$  yang sesuai bagi proton yang terdapat pada gugus  $-\text{OCH}_3$ . Proton pada geseran kimia  $6,22$  dan  $6,40\text{ ppm}$  serta pada geseran kimia  $7,66$  dan  $7,84\text{ ppm}$  sesuai untuk proton pada lingkungan alkena dengan proton yang terletak pada posisi trans. Adanya inti aromatis ditunjukkan oleh proton dublet pada  $6,86$  dan  $6,96\text{ ppm}$  serta  $7,45$  dan  $7,55\text{ ppm}$ .

Sintesis senyawa amida dari bahan awal APMS dan *p*-nitroanilina dengan pereaksi DCC dilakukan pada suhu  $0\text{ }^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Hasil sintesis berupa kristal jarum berwarna putih. Pengamatan terhadap hasil hidrolisis secara KLT dengan beberapa sistem fase gerak menunjukkan hanya satu noda. Dapat disimpulkan bahwa hasil hidrolisis murni secara KLT. Pada uji kemurnian hasil hidrolisis dengan titik lebur didapatkan harga sebesar  $198-200\text{ }^\circ\text{C}$ .

Identifikasi hasil sintesis secara spektroskopi dilakukan dengan spektroskopi infra merah dan  $^1\text{H-NMR}$ . Dari identifikasi dengan menggunakan spektroskopi infra merah dapat dilihat telah terjadi penggantian gugus O-H karboksilat dari APMS menjadi gugus N-H yang ditunjukkan oleh pita kuat dan tajam pada bilangan gelombang  $3260\text{ cm}^{-1}$ . Disamping itu dari spektrum diketahui adanya gugus C=O pada bilangan gelombang  $1707\text{ cm}^{-1}$ . Adanya kedua gugus ini (C=O dan N-H) menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan suatu amida. Pita serapan tunggal (N-H) menunjukkan bahwa senyawa tersebut merupakan suatu amida sekunder.

Identifikasi secara spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  didapatkan adanya puncak singlet dengan geseran kimia  $3,84\text{ ppm}$  yang sesuai bagi proton yang terdapat pada gugus  $-\text{OCH}_3$ . Proton pada dua gugus aromatis memberikan puncak dublet pada geseran kimia  $6,94$  dan  $6,85\text{ ppm}$  dengan konstanta kopling  $9\text{ Hz}$  serta puncak dublet pada geseran kimia  $7,49$  dan  $7,39\text{ ppm}$  dengan konstanta kopling juga sebesar  $9\text{ Hz}$ . Sedangkan proton pada gugus alkena dengan konformasi trans memberikan puncak dublet pada geseran kimia  $6,61$  dan  $7,65\text{ ppm}$  dengan konstanta kopling sebesar  $15\text{ Hz}$ . Proton pada gugus N-H amida pada spektrum ini tidak tampak. Hal ini disebabkan karena proton yang terikat pada atom N dapat berada pada rentang geseran kimia yang lebar dan sering kali tidak teramati.

Pola pemisahan puncak-puncak pada spektrum  $^1\text{H-NMR}$  senyawa hasil sintesis pada dasarnya telah sesuai dengan hasil yang dikehendaki yaitu *N*-(4-nitrofenil)-*p*-metoksisinamamida. Namun pada spektrum  $^1\text{H-NMR}$  juga terdapat puncak serapan pada geseran kimia  $1,20 - 2,00\text{ ppm}$ . Dengan timbulnya puncak serapan pada daerah ini ada kemungkinan bahwa senyawa hasil sintesis masih mengandung pengotor.

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa *N*-(4-nitrofenil)-*p*-metoksisinamamida dapat disintesis dari asam *p*-metoksisinamat hasil isolasi rimpang kencur dengan pereaksi *p*-nitroanilina dan DCC dengan persentase hasil sebesar  $50\%$ . Disamping itu dapat disarankan agar dilakukan penelitian lebih lanjut tentang metode pemisahan zat pengotor dari senyawa hasil sintesis selain dengan metode rekristalisasi maupun kromatografi kolom.

## ABSTRACT

Synthesis of *N*-(4-nitrophenyl)-*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 amide compound was done with the presence of *N,N'*-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) as coupling agent.

The identification of the resulted compound was done by TLC test, melting point test, FT/IR spectroscopy, and <sup>1</sup>H-NMR spectroscopy. Identification shown that the resulted compound is *N*-(4-nitrophenyl)-*p*-methoxycinnamamide. This method gave 50% average yield.

**Keyword :** Ethyl *p*-methoxycinnamate, *p*-methoxycinnamic acid, DCC, *N*-(4-nitrophenyl)-*p*-methoxycinnamamide and identification

