

Sintesis Turunan Basa Mannich Pirolidin Asam Ferulat = Synthesis of Pyrrolidine Mannich Base Derived from Ferulic Acid

Rafael, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=9999920527695&lokasi=lokal>

Abstrak

Asam ferulat digunakan sebagai zat aktif penghambat penuaan kulit karena memiliki aktivitas inhibitor tirosinase dan antioksidan. Namun, penggunaannya dibatasi oleh sifat fisikokimianya yang kurang menguntungkan. Substitusi basa Mannich dapat mengubah sifat fisikokimia, termasuk stabilitas senyawa, di samping aktivitas biologisnya. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis senyawa turunan basa Mannich pirolidin asam ferulat. Sintesis dilakukan dalam dua tahap. Pertama, sintesis senyawa 4hidroksi3metoksi5 [(pirolidin1il)metil]benzaldehyd dilakukan melalui reaksi Mannich antara vanilin, amin sekunder pirolidin, dan paraformaldehid menggunakan refluks selama 4 jam. Reaksi dimonitor dengan KLT fase diam silika gel F254 dan fase gerak campuran heksana dan etil asetat (7:3). Selanjutnya, sintesis asam (2E)3{4hidroksi3metoksi5[(pirolidin1 il)metil]fenil}prop2enoat dilakukan melalui kondensasi Knoevenagel antara senyawa tahap 1, asam malonat, dan katalis amonium bikarbonat. Reaksi dimonitor dengan KLT fase diam silika gel F254 dan fase gerak campuran kloroform dan metanol (5:5). Kemurnian kedua senyawa hasil sintesis diuji menggunakan KLT dan uji titik lebur kemudian elusidasi struktur kedua senyawa dilakukan menggunakan spektrofotometri FTIR dan spektroskopi ¹H-NMR, ditambah spektroskopi ¹³C-NMR untuk senyawa tahap 2. Jarak lebur yang diperoleh untuk hasil sintesis tahap 1 adalah 130-132oC dan untuk hasil sintesis tahap 2 156-158oC. Hasil elusidasi struktur menunjukkan senyawa tahap 1 adalah 4hidroksi3metoksi5[(pirolidin1il)metil]benzaldehyd dan senyawa tahap 2 adalah asam (2E)3{4hidroksi3metoksi5[(pirolidin1il)metil]fenil}prop2enoat. Nilai rendemen senyawa murni yang diperoleh dari hasil sintesis tahap 1 sebesar 61,34% dan tahap 2 sebesar 26,64%.

.....Ferulic acid is used as a skin anti-aging agent because of its tyrosinase inhibition and antioxidant activities. However, its use is limited due to the poor physicochemical properties. Mannich base substitution can alter physicochemical properties of a compound, including its stability and biological activity. Thus, the synthesis of a pyrrolidine Mannich base derived from ferulic acid was the purpose of this study. Synthetic process was carried out in two steps. First, 4hydroxy3methoxy5 [(pyrrolidin1yl)methyl]benzaldehyde was synthesized via Mannich substitution of vanillin, secondary amine pyrrolidine, and paraformaldehyde by reflux for 4 hours. TLC with stationary phase of silica gel F254 and mobile phase of hexane-ethyl acetate (7:3) was used to monitor the reaction. Next, (2E)3{4hydroxy3methoxy5[(pyrrolidin1 yl)methyl]phenyl}prop2enoic acid was synthesized via Knoevenagel condensation of step 1 product, malonic acid, and ammonium bicarbonate as catalyst. TLC with stationary phase of silica gel F254 and mobile phase of chloroform-methanol (5:5) was used to monitor the reaction. The purity of both synthetic products was tested with TLC and melting point test. The structure elucidation of the products were carried out using FTIR spectrophotometry and ¹H-NMR spectroscopy, with the addition of ¹³C-NMR spectroscopy for step 2 product. Melting point obtained from step 1 product is 130-132oC and from step 2 product 156-158oC. Structure elucidation showed step 1 product is 4 hydroxy3methoxy5[(pyrrolidin1yl)methyl]benzaldehyde and step 2 product is (2E)

3{4hydroxy3methoxy5[(pyrrolidin1yl)methyl]phenyl}prop2enoic acid. The yield of pure step 1 dan step 2 products was 61,34% and 26,64% respectively.