

Identifikasi Senyawa Turunan Asam Ferulat Dari Veratraldehid Sebagai Bahan Aktif Sunscreen

(Identification of Ferulic Acid Derivates from Veratraldehid as an Active Ingredient in Sunscreen)

Damayanti Iskandar^{*1}, Abdullah¹

¹ Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Raden Fatah Palembang, Palembang, Indonesia

*Corresponding author: damayantiiskandar_uin@radenfatah.ac.id

Abstract: Synthesis of 3-(3,4-dimethoxyphenyl)prop-2-enoic acid has been carried out by means of the Knoevenagel condensation reaction. The reaction was started by mixing malonic acid with diethyl amine base catalyst, after 10 minutes veratraldehyde reactant was added and then heated. The formation of a yellow solution indicates a product has been formed and the activity test is carried out as a sunscreen test. Synthesis was carried out by varying the mole concentration of malonic acid reactants: veratraldehid including (1:1), (2:1), and (1:2). Compounds resulting from variations in synthesis were analyzed using FTIR, the formation of ferulic acid derivatives was characterized by a carbonyl conjugated system with an alkene double bond at absorption =C-H trans at wave number 942 cm⁻¹ and no aldehyde C-H groups formed in the 2700s cm⁻¹ region of veratraldehid compounds. This indicates that the target compound has been formed. The synthesized compound was then tested for sunscreen with various concentrations of 5, 10, 15 and 20 ppm with an SPF value of 3, 7, 10 and 12 respectively, with maximum protection at a concentration of 15 ppm.

Keywords: Malonate acid; veratraldehyde; ferulic acid; SPF

Abstrak: Telah dilakukan sintesis senyawa asam-3-(3,4- dimetoksifenil)prop-2-enoat melalui reaksi kondensasi *Knoevenagel*. reaksi dimulai dengan mencampurkan asam malonat dengan katalis basa dietil amin, setelah 10 menit ditambahkan reaktan veratraldehid lalu dipanaskan. Terbentuknya larutan berwarna kuning menandakan telah terbentuk produk serta uji aktivitas dilakukan uji sebagai *sunscreen*. Sintesis dilakukan dengan variasi konsentrasi mol dari reaktan asam malonat : veratraldehid diantaranya (1:1) , (2:1), dan (1:2). Senyawa hasil variasi sintesis dianalisis menggunakan FTIR, terbentuknya senyawa turunan asam ferulat ditandai dengan sistem terkonjugasi karbonil dengan ikatan rangkap alkena pada serapan =C-H trans pada bilangan gelombang 942 cm⁻¹ serta tidak terbentuk gugus C-H aldehyd di daerah 2700an cm⁻¹ dari senyawa veratraldehid, hal inimenandakan senyawa target sudah terbentuk. Senyawa hasil sintesis selanjutnya dilakukan uji *sunscreen* dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15 dan 20 ppm dengan masing-masing nilai SPF 3, 7,10,dan 12, dengan proteksi maksimal pada konsentrasi 15 ppm.

Kata Kunci: asam malonat; veratraldehid; asam ferulat; SPF

1. Pendahuluan

Matahari sebagai sumber cahaya alami memiliki peranan yang sangat penting bagi kehidupan, tetapi selain mempunyai manfaat sinar matahari juga dapat membawa dampak yang tidak baik pada kulit terutama jika jumlah paparannya berlebihan. Kerusakan kulit akibat paparan sinar matahari yang berlebihan ada yang dapat segera terlihat efeknya, ada juga efeknya baru muncul setelah jangka waktu yang lama [1]. Paparan sinar matahari berlebih pada makhluk hidup khususnya manusia memberikan dampak negatif seperti eritema, *photoaging*, fotosensitifitas, merusak penglihatan, merusak sistem imun, hingga menyebabkan kanker kulit [2]. Dampak negatif tersebut disebabkan oleh serapan UV yang dipancarkan dari spektrum elektromagnetik sinar matahari yang dibagi menjadi tiga daerah yaitu UV A (dari 300-400 nm), UV B (290-320 nm) dan UV C (200-290 nm). Indeks UV (pengukuran tingkat radiasi UV) menggambarkan level radiasi sinar UV yang sampai ke permukaan bumi. Di negara yang terletak dekat dengan garis equatorial, indeks UV bisa mencapai 20 (indeks maksimum) sehingga dibutuhkan solusi yang tepat untuk mengurangi masuknya radiasi sinar matahari menembus lapisan kulit manusia [3].

Berdasarkan panjang gelombangnya, radiasi UV C terserap oleh atmosfer sebelum

mencapai permukaan bumi, sedangkan radiasi UV B dengan panjang gelombang yang lebih panjang menyebabkan radiasi UV B tidak terserap sepenuhnya oleh atmosfer sehingga dapat masuk ke bumi dan terserap oleh kulit. Radiasi UV A mencapai lapisan terdalam kulit melewati epidermis dan endodermis menyebabkan kerusakan kulit dan sebagai tahap awal penyebab penuaan dini pada kulit manusia. Radiasi UV menjadi salah satu faktor utama penyebab kanker kulit [4]. Pencegahan efek berbahaya paparan sinar (UV) dapat dilakukan dengan penggunaan tabir surya. Tabir surya merupakan sediaan kosmetika yang digunakan dengan maksud melindungi kulit dari paparan sinar matahari dengan cara memantulkan atau menyerap sinar matahari secara efektif terutama pada daerah emisi gelombang ultraviolet, sehingga dapat mencegah terjadinya gangguan kulit karena terpapar sinar matahari [5]. Berdasarkan fakta tersebut, salah satu solusi yang diusulkan pada penelitian ini adalah pembuatan agen pelapis sinar matahari atau yang dikenal dengan tabir surya (*Sunscreen*).

Sejumlah substansi telah mengembangkan produk tabir surya sebagai krim pelembab, *lotions*, sampo, bahkan sebagai zat aditif dalam berbagai produk kecantikan. Kemampuan suatu produk dalam menghambat radiasi UV dilihat dari nilai *Sun Protection Factor* (SPF) yang didefinisikan

sebagai energi UV yang dibutuhkan untuk menghasilkan dosis eritema minimum (MED) pada kulit yang terlindungi, dibagi dengan energi UV yang dibutuhkan untuk menghasilkan MED padaa kulit yang tak terlindungi [6]. Penentuan nilai SPF akibat radiasi UV dapat dilakukan melalui *in vitro* maupun *in vivo*, selain itu telah dikembangkan persamaan matematika sederhana dalam penentuan nilai SPF berdasarkan metode *in vitro*. Persamaan tersebut dituliskan dalam persamaan :

$$SPF \text{ spektrofotometrik} = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) I(\lambda) \times Abs(\lambda) \quad (1)$$

EE merupakan Efek Eritema, I merupakan intensitas sinar matahari, Abs adalah absorbansi produk terhadap sinar UV, CF adalah *Correction Factor* (=10). Adapun nilai $EE \times I$ disajikan pada Tabel.1.

Perhitungan nilai SPF dipengaruhi oleh absorbansi senyawa terhadap sinar UV. Senyawa dengan delokalisasi elektron tertentu dapat menyerap radiasi UV pada panjang gelombang tertentu pula. Pada penelitian ini, diusulkan senyawa asam ferulat sebagai senyawa kandidat tabir surya yang mampu menyerap radiasi UV.

Tabel 1. Normalisasi Fungsi yang Digunakan dalam Perhitungan SPF

Panjang Gelombang (nm)	$EE \times I$ (ternormalisasi)
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180
Total	1

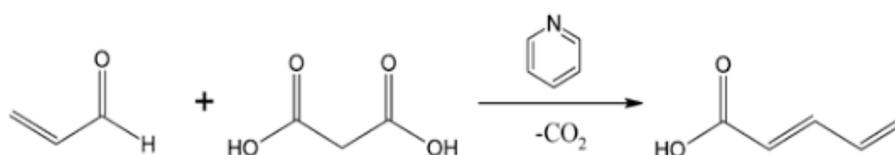
Senyawa asam ferulat telah diyakini memiliki aktivitas biologis sebagai senyawa antioksidan karena memiliki inti fenolik yang terkonjugasi dengan rantai samping 3C. Listiarini.F [7] telah melakukan optimasi sintesis senyawa asam ferulat dan melakukan uji aktivitasnya sebagai tabir surya.

Delokalisasi elektron pada senyawa asamferulat memungkinkan senyawa tersebut dapat menyerap radiasi sinar UV melalui delokalisasi elektronnya. Sehingga pada penelitian ini diusulkan untuk melakukan sintesis senyawa Asam ferulat (asam 4-hidroksi-3-metoksi sinamat) merupakan

senyawa asam fenolik yang dapat ditemukan dalam biji-bijian dan daun di sebagian besar tumbuhan. Sintesis asam ferulat dapat dilakukan dari vanillin dan asam malonat melalui reaksi kondensasi *knoevenagel*. Listiarini.F [7] telah melakukan optimasi waktu dan mol pada sintesis senyawa asam ferulat. Kiran, dkk [8] telah melakukan sintesis 11 senyawa turunan asam ferulat yaitu senyawa ester ferulat dengan mengubah gugus karboksilat menjadi gugus ester menggunakan reagen alkohol dan asam ferulat serta asamsulfat sebagai katalis. Senyawa ester ferulat hasil sintesis diperoleh dengan rata-rata *Yield* sebesar 70-90%. Senyawa turunan asam ferulat telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Anselmi, dkk telah melakukan sintesis senyawa alkil ferulat, senyawa alkil yang dimaksud berupa N-oktil, 2-etil-1-heksil, N-dodesil, dan N-heksadesil. Turunan asam ferulat sebagai komponen senyawa tabir surya.

Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis senyawa asam-3-(3,4- dimetoksifenil)

prop-2-enoat dari veratraldehid (Senyawa A) dengan asam malonat melalui reaksi kondensasi Knoevenagel, senyawa asam-3-(3,4- dimetoksifenil)prop-2-enoat merupakan senyawa yang terbentuk dari reaktan berupa veratraldehid dan asam malonat dengan menggunakan katalis dietil amin. Senyawa target mempunyai struktur umum sebagai turunan dari asam ferulat namun memiliki struktur yang berbeda jika dilihat dari gugus-gugus yang terikat sehingga hal ini mempunyai pengaruh terhadap daya serap radiasi UV. Pada sintesis ini hal yang berbeda dari beberapa penelitian sebelumnya ialah pada gugus cabang yang terikat pada cincin dimana gugus -OH pada cincin digantikan dengan gugus -OCH₃ [9], selanjutnya senyawa sintesis dilakukan optimasi mol pada proses pembuatan senyawa A agar diperoleh produk yang optimal. Senyawa hasil sintesis dilakukan uji aktivitasnya sebagai senyawa tabir surya. Skema sintesis senyawa asam ferulat disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi Sintesis Asam Ferulat

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut: Mengetahui metode sintesis senyawa turunan asam ferulat Mengetahui kondisi optimum (perbandingan mol) dalam

proses sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat. Mengetahui kemampuan penyerapan radiasi sinar UV oleh senyawa hasil sintesis,serta mengetahui

apakah senyawa hasil sintesis aktif pada daerah serapan UV A, UV B, dan UV C.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, set refluks, FTIR (SHIMADZU).

Bahan-bahan yang digunakan selama penelitian ini adalah veratraldehida (3,4-dimetoksi benzaldehida), asam malonat (p.a.,merck), dietilamina, asam klorida (p.a.,merck), etanol (p.a., merck), kloroform (p.a.,merck), petroleum eter (p.a., merck), etilasetat (p.a.,merck), akuades, dan aseton (p.a.,merck).

2.2 Alur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan melakukan sintesis, optimasi, dan karakterisasi untuk mendapatkan hasil sintesis senyawa yang mempunyai efektifitas sebagai sediaan *sunscreen*.

2.2.1 Sintesis senyawa asam- 3- (3,4-dimetoksifenil)prop- 2- enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat)

Sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat yang dilakukan diambil dari metode yang telah dilakukan oleh Julianus dan Luckyvano [10] dengan beberapa modifikasi. Senyawa asam malonat 5 mmol (0,5g) direaksikan dengan dietilamina 13 mmol (1,4 mL) diaduk selama 10 menit, selanjutnya ditambahkan veratraldehida (3,4-

dimetoksi benzaldehid) ke dalam campuran diaduk selama 7-7,5 jam dan dipanaskan pada suhu 80°C. Asam klorida 2 N sebanyak 100 mL ditambahkan dalam larutan lalu didinginkan dalam *ice bath* dan diaduk sampai terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh disaring dan dicuci berturut-turut dengan larutan asam klorida 2 N, akuades dan petroleum eter. Endapan yang diperoleh dikeringkan dan direkristalisasi dengan akuades panas. Endapan yang diperoleh dikeringkan dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

2.2.2 Optimasi mol sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat

Optimasi mol pada sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat dilakukan dengan variasi mol yaitu 2, 5, 10, dan 15 mol (1:2, 2:1, 1:1) untuk reaktan senyawa asam malonat direaksikan dengan 13 mmol dietilamina sebagai katalis diaduk selama 10 menit, selanjutnya ditambahkan veratraldehid sebanyak 2, 5, 10, dan 15 mmol (1:2, 2:1, 1:1) ke dalam campuran lalu diaduk 7-7,5 jam dan dipanaskan pada suhu 80°C. Perlakuan selanjutnya dilakukan berdasarkan prosedur sebelumnya.

Hasil optimasi perbandingan mol pada proses sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat dilihat dari jumlah rendemen produk yang diperoleh dari hasil reaksi berdasarkan perbandingan mol reaktan A dan B.

2.2.3 Pengujian efektivitas krim tabir surya dan penentuan nilai SPF

Pada penelitian ini uji aktivitas tabir surya dilakukan secara *in vitro* pada sampel dengan hasil terbaik. Aktivitas tabirsurya ditentukan dari nilai SPF sampel yang dianalisis menggunakan spektrofotometer UV VIS. Uji serapan UV dari senyawa hasil sintesis dilakukan pada variasi konsentrasi yaitu 5, 10, 15, 20, 25, 50, dan 100 µg/mL. Larutan dengan konsentrasi 100 µg/mL digunakan sebagai larutan induk disiapkan dengan menimbang 2,5 mg sampel dan dilarutkan dengan metanol di dalam labu sampai 25 mL. Selanjutnya larutan induk diencerkan hingga diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi 5, 10, 20, 25, dan 50 µg/mL.

2.2.4 Penentuan nilai Sun Protection Factor (SPF)

Larutan senyawa hasil sintesis diukur pada λ 200-500 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan kuvet quartz 1 cm (l). [2] telah mengembangkan persamaan sederhana untuk menentukan nilai SPF secara *in vitro* dan Tabel 1. digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan SPF yang disajikan pada persamaan.:

PF spektrofotometrik

$$= CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) I(\lambda) \times Abs(\lambda) \quad (2)$$

2.3 Analisis Data

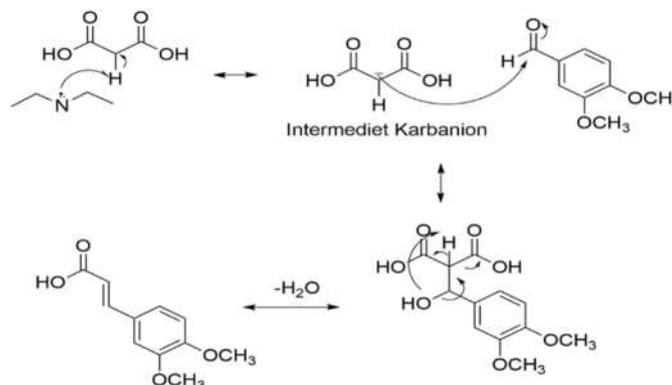
Pada penelitian ini dilakukan analisa data yang di dapat dengan melakukan optimasi dengan melakukan perbandingan dalam jumlah reaktan yang dipakai untuk mendapatkan efektifitas senyawa hasil sintesis serta perhitungan nilai SPF sebagai tolak ukur keberhasilan suatu sunscreen dilakukan dengan melakukan perhitungan menggunakan rumus mashur pada rentang gelombang UV.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1 Sintesis senyawa asam- 3- (3,4-dimetoksifenil)prop- 2- enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat)

Telah dilakukan sintesis senyawa turunan asam ferulat dari bahan dasar veratraldehid dan asam malonate menggunakan katalis basa NaOH. Sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil) prop-2-enoat diawali dengan mereaksikan senyawa asam malonate dengan katalis basa untuk menghasilkan zat antara berupa ion karbanion (senyawa karbanion) yang bersifat reaktif dan sangat mudah menyerang apabila terdapat suatu elektrofil. Zat antara karbanion diperoleh dengan mereaksikan asam malonat dan katalis dietilamin selama 10 menit pada temperatur ruang selanjutnya ditambahkan veratraldehid (3,4-dimetoksibenzaldehid) kemudian reaksi diaduk dan dipanaskan selama 7 jam. Prediksi mekanisme reaksi

disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Mekanisme Reaksi Sintesis Senyawa Turunan Asam Ferulat

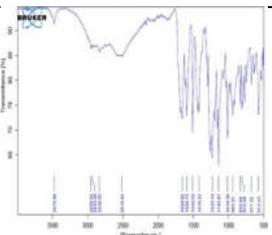
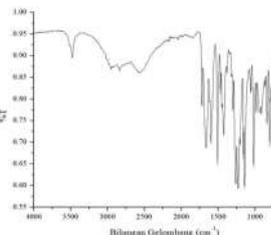
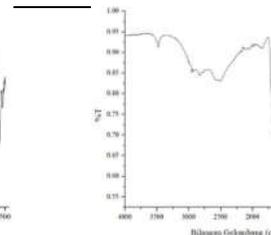
Berdasarkan mekanisme yang disajikan pada Gambar 2. terlihat bahwa elektron bebas dari basa dietilamin menyerang H_{α} dari asam malonate menghasilkan senyawa intermediet berupa ion karbanion. Asam malonat merupakan senyawa organic yang memiliki gugus fungsi asam karboksilat sehingga pada reaksi kondensasi dengan veratraldehid digunakan sumber basa yang lebih selektif untuk menyerang Hidrogen alfa (H_{α}) untuk menghindari terjadinya reaksi saponifikasi akibat penggunaan basa kuat seperti NaOH dan KOH. Ion karbanion menyerang karbocation dari gugus karbonil pada

senyawa veratraldehid lalu mengalami delokalisasi electron untuk melepaskan asam format dan menghasilkan produk yang diharapkan yaitu senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil) prop-2-enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat).

Sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil) prop-2-enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat) dilakukan dengan variasi perbandingan mol dari kedua reaktan untuk menentukan perbandingan mol terbaik yang dapat digunakan untuk memperbanyak senyawa produk. Adapun perbandingan mol, hasil produk, dan karakterisasi dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Tabel Perbandingan Mol, Hasil Produk, dan Karakterisasi

Parameter	Veratraldehid : Asam Malonat		
	1:1	1:2	2:1
Gambar			
Warna	Kuning Cerah	Kuning Cerah	Kuning Pucat

Parameter	Veratraldehid : Asam Malonat		
	1:1	1:2	2:1
FTIR			
Gugus =C-H	942 cm ⁻¹	942 cm ⁻¹	941 cm ⁻¹
Fungsi Trans			
-C=O	1659 cm ⁻¹	1687 cm ⁻¹	1685 cm ⁻¹
C=C (aromatis)	1594 dan 1418 cm ⁻¹	1598 dan 1418 cm ⁻¹	1593 dan 1417 cm ⁻¹
-O-H	3478 cm ⁻¹	3479 cm ⁻¹	3479 cm ⁻¹
Rendemen	60 %	15 %	95 %

Perlakuan pertama dilakukan dengan membuat perbandingan kedua reaktan seimbang yaitu terdiri dari perbandingan (1:1), (1:2), dan (2:1). Tahap awal pada penelitian ini adalah dengan mereaksikan asam malonate sebanyak 1 mmol untuk perbandingan (1:1) dan (1:2), serta penambahan asam malonate 2 mmol untuk perbandingan (2:1) dengan katalis dietil amin menghasilkan serbuk menggumpal dan berasap, selanjutnya dilakukan penambahan veratraldehid sebanyak 1 mmol untuk perbandingan (1:1) dan (2:1) serta penambahan veratraldehid 2 mmol untuk perbandingan (1:2), lalu dipanaskan. Saat proses pemanasan dan pengadukan padatan yang sebelumnya berwarna putih menggumpal mulai mengental membentuk cairan dan berwarna kuning hal ini menunjukkan produk sudah mulai terbentuk.

Tahap selanjutnya adalah proses dehidrasi dengan penambahan HCl kedalam

larutan. Proses ini dibutuhkan untuk melepaskan gugus H₂O sehingga dapat membentuk ikatan konjugasi karbonil dengan alkena. Proses dehidrasi dilakukan dalam suhu dingin. senyawa produk berupa asam-3-(3,4-dimetoksifenil) prop-2-enoat yang dihasilkan pada perbandingan (1:1) sebesar 0.6 gram dengan rendemen sebesar 60% dan bentuk padatan berupa serbuk kuning cerah mirip senyawa asam ferulat, pada perbandingan (2:1) didapatkan berat produk yang dihasilkan adalah 0.95 gram dan rendemen 95%. Pada perlakuan ini diperoleh serbuk kuning pucat mirip senyawa asam malonat sehingga dapat diasumsikan bahwa masih terdapat senyawa asam malonate yang belum bereaksi, dan pada perbandingan (1:2) dihasilkan produk dengan berat 0.15 gram dan rendemen 15%.

Berdasarkan spektra yang disajikan pada terlihat bahwa pembentukan senyawa turunan asam ferulat ditandai dengan adanya

sistem terkonjugasi karbonil dengan ikatan rangkap alkena yang memberikan serapan =C-H trans ditunjukkan dengan munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang 942 cm^{-1} pada perbandingan (1:1) dan (2:1) serta serapan pada bilangan gelombang 941 cm^{-1} pada perbandingan (1:2) [6]. Serapan khas C-H dari gugus aldehid menunjukkan munculnya puncak serapan di daerah 2700 cm^{-1} , berdasarkan spektra yang disajikan pada Gambar 3, terlihat bahwa sudah tidak terdapat puncak serapan di daerah 2700 cm^{-1} . Hal ini membuktikan bahwa reaksi kondensasi pada senyawa veratraldehid telah berhasil. Tabel 3 merangkum data wujud, spektra FTIR, serta rendemen dari sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat dengan menggunakan perbandingan (1:1), (1:2), dan (2:1).

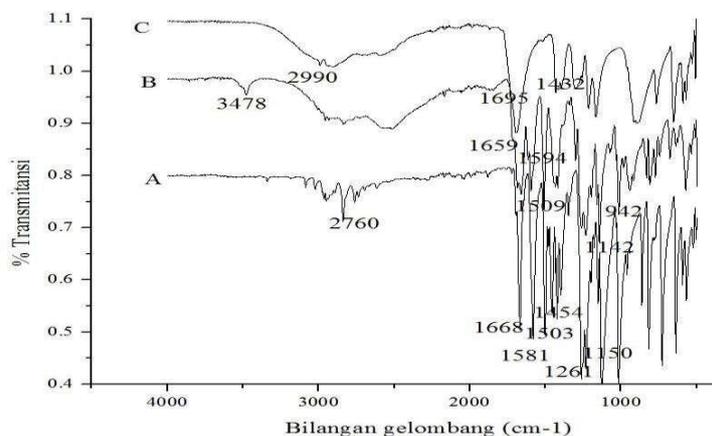
Berdasarkan pengamatan dari ketiga perlakuan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pada perbandingan 1:1 tampak senyawa kuning cerah mirip senyawa asam ferulat dan rendemen produk yang dihasilkan adalah sebesar 60%. Sedangkan pada perlakuan kedua variasi mol asam malonate:veratraldehid (2:1), terlihat senyawa berwarna kuning pucat keputihan dengan rendemen 95%, berdasarkan pengamatan organoleptik tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa produk masih mengandung serbuk asam malonate, sehingga perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut

dengan metode rekristalisasi. Pada perlakuan ketiga dilakukan dengan perbandingan 2:1 untuk mol reaktan veratraldehid:asam malonate. Diperoleh produk dengan rendemen 15% dan warna produk kuning cerah. Berdasarkan ketiga perlakuan dari metode yang telah dilakukan, perlakuan terbaik yang disarankan untuk melakukan sintesis senyawa turunan asam verulat adalah menggunakan perbandingan konsentrasi reaktan sebesar 1:1.

Produk yang diperoleh selanjutnya dilakukan uji organoleptik dengan membandingkan produk yang diperoleh dengan reaktan yang digunakan. Uji organoleptik pertama ditinjau dari bentuk padatan yang dihasilkan dari senyawa hasil sintesis kemudian dibandingkan dengan asam malonate dan veratraldehid. Berdasarkan hasil pengamatan, disimpulkan bahwa senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat) merupakan serbuk halus berwarna kuning cerah, asam malonate merupakan serbuk berwarna putih, sedangkan veratraldehid merupakan padatan berbuku berwarna krem. Berdasarkan pengamatan tersebut dapat disimpulkan bahwa telah diperoleh senyawa baru yang memiliki sifat fisik berbeda dari senyawa reaktannya.

Analisis selanjutnya dilakukan menggunakan instrument FTIR untuk melihat gugus fungsi yang terdapat pada senyawa

hasil sintesis dan membandingkannya dengan reaktan. Spektra FTIR senyawa hasil sintesis dengan reaktan disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Perbandingan Spektra FTIR, (a) Senyawa Veratraaldehid, (b) Senyawa Produk (Turunan Asam Ferulat), (c) Senyawa Asam Malonate

Berdasarkan data yang disajikan pada Gambar 3., terlihat perubahan yang signifikan terhadap pergeseran bilangan gelombang yang diperoleh. Analisis FTIR menunjukkan puncak karbonil pada bilangan gelombang 1695 cm^{-1} dari senyawa asam malonate mengalami penurunan pada senyawa produk sehingga memberikan serapan bilangan gelombang pada 1659 cm^{-1} yang menunjukkan puncak dari gugus karbonil. Pergeseran tersebut disebabkan oleh adanya konjugasi karbonil dengan alkena alifatik, konjugasi tersebut menurunkan tingkat energi senyawa saat dikenai radiasi IR, akibatnya serapan puncak yang dihasilkan menjadi lebih kecil.

Terbentuknya senyawa produk asam ferulat dapat terlihat dari perubahan gugus

karbonil dari senyawa veratraldehid menjadi alkena pada senyawa produk. Hal tersebut dibuktikan dengan munculnya serapan pada daerah 942 cm^{-1} yang merupakan serapan dari vibrasi ikatan α,β -takjenuh ($-\text{C}=\text{C}-$) pada posisi trans. Serapan stretching alkena muncul di daerah 900 an cm^{-1} [11].

Bukti lain yang menunjukkan terbentuknya senyawa produk adalah hilangnya serapan C-H aldehid pada daerah 2760 cm^{-1} . Hal ini disebabkan gugus aldehid dari senyawa veratraldehid telah mengalami kondensasi dengan asam ferulat menjadi senyawa turunan asam ferulat. selanjutnya serapan hidroksi dari senyawa asam ferulat muncul di daerah 3478 cm^{-1} . Data perbandingan hasil serapan dari ketiga senyawa disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan Serapan FTIR Senyawa Hasil Sintesis dan Reaktan

Gugus fungsi	Veratraldehid (cm ⁻¹)	Asam malonate (cm ⁻¹)	Senyawa produk (cm ⁻¹)
-C=O-	1668	1695	1659
-C=C-H	-	-	942
Cincin Aromatis	1581	-	1594
-O-H-	-	2990	3478
-O=C-H-	2760	-	-

Berdasarkan analisis data FTIR yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat (asam 4,3-dimetoksi ferulat) telah berhasil disintesis menggunakan perbandingan mol veratraldehid : asam malonate 1:1 dengan rendemen sebesar 60%.

3.2 Penentuan Nilai SPF

Senyawa hasil sintesis selanjutnya diuji aktivitas sunscreen untuk melihat kemampuan senyawa hasil sintesis dalam menangkal radiasi UV. Kemampuan dalam menangkal radiasi UV ditunjukkan dengan nilai SPF, semakin tinggi nilai SPF yang dihasilkan semakin bagus suatu senyawa dalam menangkal radiasi UV.

Pada penelitian ini, dilakukan 5 variasi konsentrasi senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat yaitu 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm. Pemilihan konsentrasi tersebut dilakukan untuk melihat aktifitas terendah yang terbaik sebagai senyawa sunscreen. Pada konsentrasi 5 ppm diperoleh nilai SPF sebesar 3 pada konsentrasi 10 ppm diperoleh nilai SPF sebesar 7, dan termasuk kedalam kategori proteksi maksimal, pada konsentrasi 15 ppm diperoleh nilai SPF sebesar 10 dan pada konsentrasi 20 ppm diperoleh nilai SPF sebesar 12 termasuk ke dalam kategori proteksi maksimal. Data nilaiSPF senyawa asam- 3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat dan nilai SPFnya dijasikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Nilai SPF Senyawa Asam-3-(3,4-Dimetoksifenil)Prop-2-Enoat

No	Konsentrasi	Nilai SPF	Kategori
1	5	3	Proteksi minimal
2	10	7	Proteksi maksimal
3	15	10	Proteksi maksimal
4	20	12	Proteksi maksimal

Berdasarkan data yang disajikan pada Tabel 5, terlihat bahwa senyawa asam- 3-

(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat memiliki aktivitas yang sangat baik sebagai senyawa

sediaan tabir surya dengan konsentrasi yang sangat rendah dapat menghambat radiasi UV. Pada konsentrasi 10 ppm telah memasuki kategori maksimal dalam menghambat radiasi UV hal ini menunjukkan bahwa senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat layak untuk dilanjutkan ke dalam tahap uji selanjutnya yaitu uji stabilitas senyawa saat dikenai cahaya dilanjutkan dengan formulasi sebagai bahan tabir surya.

4. Kesimpulan

1. Sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat berbahan dasar veratraldehid dan asam malonate dilakukan pada kondisi basa menggunakan dietilamin. Reaksi berlangsung selama 6 jam dengan metode pengadukan dan pemanasan pada temperature 60°C.
2. Kondisi optimum untuk melakukan sintesis senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat adalah menggunakan perbandingan konsentrasi reaktan veratraldehid dan asam malonate sebesar 1:1
3. Berdasarkan pengujian aktivitas tabir surya senyawa asam-3-(3,4-dimetoksifenil)prop-2-enoat memperoleh nilai SPF untuk konsentrasi 5 ppm sebesar 3 (proteksi minimal), konsentrasi 10 ppm sebesar 7 (proteksi maksimal), konsentrasi 15 ppm sebesar

10 (proteksi maksimal), dan konsentrasi 20 ppm sebesar 12 (proteksi maksimal).

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih Allah SWT berkat rahmat, nikmat, serta inayah-Nya penelitian dapat terlaksana sehingga telah didapatkan hasil sesuai yang diinginkan dan juga terima kasih kepada pihak peneliti, penulis, editor, dan publisher yang berkontribusi dalam penyusunan naskah ini

Daftar Pustaka

- [1] I. R. H. Dewi Ekowati, 2018. "Potensi Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*) sebagai Sunscreen dalam Sediaan Hanbody Lotion," *Jurnal Ilmiah Manuntung*, Surakarta. <https://doi.org/10.51352/jim.v2i2.67>
- [2] A. E. H. Mokodompit, 2013. "Penentuan Nilai Sun Protective Factor (SPF) Secara In Vitro Krim Tabir Surya Ekstrak Etanol Kulit Alpukat," *Jurnal Ilmiah Farmasi*, vol. 2, pp. 2302-2493, <https://doi.org/10.35799/pha.2.2013.2385>
- [3] S. Cahyaningrum. 2018. "Evaluasi Karakteristik Fisika Kimia dan Nilai SPF Sediaan Gel Tabir Surya Ekstrak Etanol Kulit Buah Pepaya (*Carica papaya L.*)," *skripsi* Universitas Wachid Hasyim Semarang, Semarang.
- [4] H. A. Majed, 2013. *Skin Cancer: Principles And Practice of Cancer Prevention*. Published by OMICS Group eBooks 731, Foster City, USA.
- [5] J. Pontoan. 2016. "Uji Aktivitas Antioksidan dan Tabir Surya dari Ekstrak Daun Alpukat (*Persea americana M.*)," *Indonesia Natural Research*

- Pharmaceutical Journal*, vol. 1, no. 1, pp. 55-66,
<https://doi.org/10.52447/inspj.v1i1.241>
- [6] D. Iskandar ,2020. "Senyawa Asam -3-(3,4- Dimetoksifenil) Prop-2-Enoat Sintesis, Karakterisasi, Optimasi Serta Uji Aktivitasnya Sebagai Sediaan Tabir Surya, ," *Jurnal Ilmiah Sintesis* " Rafa Press, Palembang.
<http://repository.radenfatah.ac.id/id/eprint/19682>
- [7] F. Listiariani, 2016 "Optimasi waktu dan Perbandingan Mol Pereaksi pada Sintesis Senyawa Asam Ferulat serta Uji Aktivitasnya sebagai Tabir Surya," *skripsi*.Departemen Kimia, UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta.
- [8] A. L. L. M. P. M. .. S. Kiran.T. Naga Ravi., 2015. "Synthesis, Characterization and Biological Screening of Ferulic Acid Derivatives. " *Journal of Cancer Therapy*," vol. 6, pp. 917-931,
<http://dx.doi.org/10.4236/jct.2015.61010>
- [9] R. Rachmayanti, 2015. "Sintesis turunan 2-metoksi-4-(2-propen-1-il) fenol", *Skripsi*, Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.
- [10] E. L. Jeffry Julianus, 2014. "Sintesis Asam Sinamat dari Benzaldehida dan Asam Malonat dengan Katalis Dietilamina," *Journal of Pharmaceutical Sciences and Community*, Yogyakarta,
<https://doi.org/10.24071/jpsc.0061>
- [11] M. R. Dutra E.A Daniella A.C.C Erika R.M.K, 2004. "Determination of Sun Protection Factor (SPF) of Sunscreen by Spectrophotometry," *Brazilian Journal Pharmaceutical Science*, vol. 3, pp. 381-384,
<http://dx.doi.org/10.1590/S1516>