

SINTESIS SENYAWA TURUNAN KALIKS[4]RESORSINARENA DAN IMPREGNASI DENGAN ION PERAK (Ag^+) SEBAGAI SENYAWA AKTIF TABIR SURYA

Rahmania Tulus Setya Pratiwi
19/448775/PPA/05858

INTISARI

Telah dilakukan sintesis senyawa C-3,4-dimetoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat dan C-4-metoksifenil-kaliks[4]resorsinaril oktasinamat. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan ion perak (Ag^+) pada nilai ϵ turunan kaliks[4]resorsinarena.

Penelitian ini terdiri dari tiga tahapan, tahap pertama adalah sintesis senyawa turunan kaliks[4]resorsinarena, tahap kedua adalah reaksi esterifikasi senyawa turunan kaliks[4]resorsinarena dengan sinamoil klorida dan tahap ketiga adalah impregnasi dengan ion perak (Ag^+). Analisis yang digunakan pada senyawa turunan kaliks[4]resorsinarena tersebut dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR, ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR, serta SEM-EDX untuk produk setelah impregnasi. Penentuan nilai ϵ dan *Sun Protection Factor* (SPF) dari senyawa hasil sintesis dan impregnasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Tahap pertama dilakukan dengan mereaksikan 3,4-dimetoksibenzaldehida dan resorsinol dengan katalis asam klorida dalam pelarut etanol pada suhu 78°C selama 12 jam untuk menghasilkan C-3,4-dimetoksifenilkaliks[4]resorsinarena dengan persen hasil 93%. Reaksi antara 4-metoksibenzaldehida dan resorsinol menghasilkan C-4-metoksifenil[4]-resorsinarena dengan persen hasil 92%. Tahap kedua, reaksi esterifikasi dengan sinamoil klorida dalam suasana basa menghasilkan C-3,4-dimetoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat dengan persen hasil 93% dan C-4-metoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat dengan persen hasil 82%. Tahap ketiga adalah impregnasi senyawa turunan kaliks[4]-resorsinarena dengan ion Ag^+ dari larutan standar Ag^+ 3 ppm dalam larutan HEPES 0,1 M. Berdasarkan hasil analisis SEM-EDX, senyawa C-3,4-dimetoksifenilkaliks[4] resorsinaril oktasinamat- Ag^+ dan C-4-metoksifenil-kaliks[4]resorsinaril oktasinamat- Ag^+ memiliki persen massa Ag^+ yang terikat berturut-turut sebanyak 0,14% dan 0,03%.

Hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan bahwa senyawa C-3,4-dimetoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat memiliki nilai ϵ sebesar $262.500 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dengan nilai SPF sebesar 3,35 dan setelah impregnasi nilai ϵ sebesar $256.000 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dengan nilai SPF sebesar 3,25. Senyawa C-4-metoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat memiliki nilai ϵ sebesar $412.500 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dengan nilai SPF sebesar 6,68 untuk sebelum dan setelah impregnasi. Hasil tersebut menunjukkan bahwa yang paling optimal adalah senyawa C-4-metoksifenilkaliks[4]resorsinaril oktasinamat sebelum dan setelah impregnasi, yang memiliki nilai ϵ dan SPF paling tinggi jika dibandingkan dengan senyawa yang lainnya, sehingga penambahan ion Ag^+ dengan metode impregnasi tidak mempengaruhi nilai ϵ dan nilai SPF.

Kata kunci : tabir surya, kaliks[4]resorsinarena, sinamat, impregnasi

SYNTHESIS AND IMPREGNATION OF CALIX[4]RESORCINARENE DERIVATIVES WITH SILVER ION (Ag⁺) AS SUNSCREEN'S ACTIVE COMPOUNDS

Rahmania Tulus Setya Pratiwi
19/448775/PPA/05858

ABSTRACT

The synthesis and impregnation of C-3,4-dimethoxyphenylcalix[4]-resocinaryl octacinnamate and C-4-methoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate with silver ion (Ag⁺) have been carried out. This study aims to determine the effect of adding silver ions (Ag⁺) on the ϵ value of the calix[4]resorcinarene derivatives.

This research consists of three steps, the first step was synthesis of calix[4]resorcinarene derivatives, the second step was esterification reaction using cinnamoyl chloride, and the third step was impregnation of calix[4]resorcinarene derivatives with silver ions (Ag⁺). The calix[4]resorcinarene derivatives were analyzed by FTIR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR spectrophotometers and SEM-EDX for the product after impregnation. The Sun Protection Factor (SPF) and ϵ value of the synthesized compounds was determined using UV-Vis spectrophotometer. The first step, i.e., the synthesis of calix[4]arene derivative was carried out by reacting veratraldehyde and resorcinol with a hydrochloric acid catalyst in ethanol at a temperature of 78 °C for 12 h to produce C-3,4-dimethoxyphenylcalix[4]resorcinarene in 93% yield. The reaction between *p*-anisaldehyde and resorcinol produced C-4-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene in 92% yield. The second step was esterification reaction using cinnamoyl chloride under the alkaline condition to produce C-3,4-dimethoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate in 93% yield and C-4-methoxyphenyl calix[4]resocinaryl octacinnamate in 82% yield. The third step was impregnation of calix[4]arene derivatives with Ag⁺ metal ion from 3 ppm standard solution in 0.1 M HEPES solution. From the SEM-EDX results, the C-3,4-dimethoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate-Ag⁺ and C-4-methoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate-Ag⁺ contained Ag⁺ in mass percentage of 0.14 and 0.03%, respectively.

The result of the spectroscopic analysis showed that C-3,4-dimethoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate had ϵ value of 262500 M⁻¹ cm⁻¹ SPF value was 3.35 for the pre-impregnation and 3.25 for after impregnation and after impregnation the ϵ value was 256000 M⁻¹ cm⁻¹ with SPF value 3.25. The C-4-methoxyphenyl-calix[4]resocinaryl octacinnamate before and after impregnation had ϵ value of 412500 M⁻¹ cm⁻¹, while the SPF value was 6.68 for before and after impregnation. The results indicate that the most optimal is the compound C-4-methoxyphenylcalix[4]resocinaryl octacinnamate for before and after impregnation, which has the highest ϵ and SPF values compared to the other compounds, so the addition of Ag⁺ metal ion with impregnation method does not affect the ϵ and SPF value significantly.

Key word : sunscreen, calix[4]resorcinarene, cinnamate, impregnation