

INTISARI

Peningkatan jumlah kejadian dan kematian akibat kanker di dunia mendorong upaya pengembangan antikanker yang lebih efektif dan selektif dengan efek samping seminimal mungkin. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa asam 3-(3',5'-dibromo-4'-hidroksifenil)-2-propenoat sebagai intermediat I turunan 1,5-difenil-3-stiril-1H-pirazol suatu basis antikanker potensial dengan memodifikasi bagian stiril menggunakan gugus OH dan atom EWG Br sebagai pemberi tambahan ikatan spesifik pada reseptor target kanker serta untuk dioptimasi suhu reaksi optimalnya menggunakan instrumen *microwave*.

Sintesis asam 3-(3',5'-dibromo-4'-hidroksifenil)-2-propenoat melibatkan reaksi kondensasi Knoevenagel dilakukan dengan mereaksikan 3,5-dibromo-4-hidroksibenzaldehid sebanyak 1 mol ekuivalen dan asam malonat sebanyak 4 mol ekuivalen menggunakan katalis basa piridin dengan instrumen *microwave*. Produk hasil sintesis *microwave* diisolasi bertahap mulai dari pencucian HCl 1N, ekstraksi dengan etil asetat dan pengendapan kembali dengan HCl 6N. Produk asam 3-(3',5'-dibromo-4'-hidroksifenil)-2-propenoat hasil isolasi diuji kemurniannya dengan uji jarak lebur dan KLT, dilanjutkan elusidasi struktur menggunakan ¹H-NMR, ¹³C-NMR, spektroskopi massa, dan spektrofotometri IR. Sintesis dilakukan pada tiga variasi suhu instrumen *microwave* yang berbeda untuk diamati suhu optimal yang mampu memberikan hasil rendemen dan kemurnian tertinggi.

Hasil senyawa asam 3-(3',5'-dibromo-4'-hidroksifenil)-2-propenoat pada tiga variasi suhu sintesis yang berbeda menghasilkan tampilan organoleptis yang sama yaitu berbentuk tepung padat berwarna putih keruh dan tidak berbau menyengat. Diperoleh kombinasi fase gerak etil asetat:heksan (4:5 v/v) sebagai fase gerak optimal pada KLT senyawa. Hasil rendemen sintesis pada suhu 60 °C, 65 °C, dan 70 °C meningkat seiring bertambahnya 5 °C berturut-turut 97,15%; 97,93%; dan 98,74% begitu juga dengan jarak lebur berturut-turut 209,2-211,5 °C; 210,4-212,2 °C; dan 210,0-211,4 °C sehingga didapatkan suhu terbaik untuk sintesis pada penelitian ini yaitu 70 °C dengan nilai rendemen dan kemurnian yang paling tinggi. Hasil elusidasi struktur menggunakan ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS dan FTIR mengkonfirmasi bahwa senyawa hasil sintesis adalah senyawa target asam 3-(3',5'-dibromo-4'-hidroksifenil)-2-propenoat.

Kata kunci: 1,5-difenil-3-stiril-1H-pirazol, antikanker, intermediat, *microwave*, optimasi.

ABSTRACT

The increasing number of cancer cases and deaths in the world have encouraged efforts to develop more effective and selective anticancer agents with minimal side effects. This study aims to synthesize the acid compound 3-(3',5'-dibromo-4'-hydroxyphenyl)-2-propenoate as an intermediate I derivative of 1,5-diphenyl-3-styryl-1H-pyrazole a potential anticancer base by modifying the styrene part using the OH group and the EWG atom Br as an additional potential specific bond on the target cancer receptor and to optimize its optimal reaction temperature using microwave instruments.

The synthesis of 3-(3',5'-dibromo-4'-hydroxyphenyl)-2-propenoate compound involves a Knoevenagel condensation reaction by reacting 1 mol equivalent of 3,5-dibromo-4-hydroxybenzaldehyde and 4 mol equivalent malonic acid using a pyridine base catalyst with a microwave instrument. The products resulting from microwave synthesis are isolated in stages starting from HCl 1N leaching, extraction with ethyl acetate and re-precipitation with HCl 6N. The 3-(3',5'-dibromo-4'-hydroxyphenyl)-2-propenoate acid product was tested for purity by melting distance and KLT measurements, followed by structural elucidation using ¹H-NMR, ¹³C-NMR, mass spectroscopy, and IR spectrophotometry. The synthesis process is carried out on three different temperature variations of microwave instruments to then observe the optimal temperature that is able to provide the highest yield and purity results.

The results of the 3-(3',5'-dibromo-4'-hydroxyphenyl)-2-propenoic acid compound at three different variations in synthesis temperature produced the same organoleptic appearance, in the form of a cloudy white solid powder and no strong odor. The combination of the mobile phase ethyl acetate:hexane (4:5 v/v) was obtained as the optimal mobile phase in compound TLC. The yield of synthesis at temperatures of 60 °C, 65 °C, and 70 °C increased with an increase of 5 °C respectively 97.15%; 97.93%; and 98.74% so with a melting distance of 209.2-211.5 °C; 210.4-212.2 °C; and 210.0-211.4 °C. So that the optimal synthesis temperature is 70 °C with the highest yield and purity values. Structure elucidation results using ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS and FTIR confirmed that the synthesized compound was the target compound 3-(3',5'-dibromo-4'-hydroxyphenyl)-2-propenoic acid.

Keywords: *1,5-diphenyl-3-styryl-1H-pyrazole, anticancer, intermediate, microwave, optimization.*