

INTISARI

Senyawa asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat merupakan suatu senyawa intermediat pertama sebelum disintesis lebih lanjut menjadi pirazol yang memiliki aktivitas antikanker. Senyawa intermediat pertama pirazol biasanya disintesis menggunakan metode konvensional yang memiliki keterbatasan karena tidak efisien dalam proses transfer energi sistem akibat sulitnya pengontrolan suhu reaksi, waktu reaksi relatif lama, rendemen senyawa cenderung kecil, kompleksitas rangkaian instrumen, dan kebutuhan pelarut yang relatif tinggi. Sehingga pada penelitian ini akan menggunakan *microwave* yang meningkatkan laju reaksi, rendemen yang lebih tinggi, dan efisien pelarut dan energi. Hal ini telah memberikan momentum para peneliti untuk mensintesis dan juga mengoptimasi senyawa asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat dari asam malonat dan 3-bromo-4-metoksibenzaldehid dengan metode irradiasi gelombang mikro (*microwave*) sebagai senyawa antara agen antikanker.

Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis menggunakan *starting material* asam malonat dan 3-bromo-4-metoksibenzaldehid menggunakan katalis piridin pada instrumen *microwave* selama 30 menit, dilakukan variasi suhu menggunakan 60, 65, dan 70°C untuk optimasi suhu reaksi, purifikasi hasil sintesis dengan menggunakan etil asetat dan NaOH, analisis kemurnian menggunakan uji kromatografi lapis tipis dan uji titik lebur, perhitungan persen rendemen, dan elusidasi struktur dengan metode ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS, dan FTIR.

Senyawa hasil sintesis asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat pada suhu 60, 65, dan 70°C akan diuji organoleptis yang sama-sama menghasilkan senyawa berbentuk padatan berwarna putih keruh dan berbau khas namun tidak menyengat. Senyawa dilarutkan dalam metanol dan dielusi menggunakan fase gerak etil asetat:heksana (5:4 v/v). Dari ketiga variasi suhu, didapatkan persen rendemen pada sintesis suhu 60°C sebesar 94,55% dengan jarak lebur 236,1-238,0°C, persen rendemen pada sintesis suhu 65°C sebesar 95,16% dengan jarak lebur 234,9-236,6°C, dan persen rendemen pada sintesis suhu 70°C sebesar 97,09% dengan jarak lebur 235,8-237,4°C. Dari percobaan ini, didapatkan kesimpulan suhu yang paling optimal dalam mensintesis asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat adalah 70°C yang menghasilkan rendemen tertinggi dengan kemurnian tertinggi. Hasil sintesis ini dilakukan konfirmasi menggunakan instrumen ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS, dan FTIR untuk mengkonfirmasi senyawa hasil sintesis merupakan senyawa asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat.

Kata kunci: asam-3-(3'-bromo-4'-metoksifenil)-2-propenoat, sintesis, antikanker, *microwave*

ABSTRAK

The compound 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid is an initial intermediate that is further synthesized into pyrazole derivatives with known anticancer activity. The synthesis of pyrazole intermediates is typically conducted using conventional methods, which are limited by inefficiencies in energy transfer, difficulties in controlling reaction temperature, relatively long reaction times, low product yields, complex instrumentation setups, and high solvent consumption. Therefore, in this study, microwave irradiation is employed as an alternative method to enhance reaction rates, increase product yields, and improve energy and solvent efficiency. This approach provides a momentum for researchers to synthesize and optimize the intermediate compound 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid from malonic acid and 3-bromo-4-methoxybenzaldehyde using microwave-assisted synthesis, as a key intermediate in anticancer agent development.

The synthesis is carried out using malonic acid and 3-bromo-4-methoxybenzaldehyde as starting materials, with pyridine as the catalyst, under microwave irradiation for 30 minutes. Temperature optimization is performed using three temperature variations: 60°C, 65°C, and 70°C. The crude products are purified using ethyl acetate and NaOH, and the purity is assessed through thin-layer chromatography (TLC) and melting point determination. Yield percentages are calculated, and structural elucidation is carried out using ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS, and FTIR spectroscopy.

The synthesized compound 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid obtained from the three different temperature conditions exhibits similar organoleptic properties: all yield an off-white solid with a characteristic but non-pungent odor. The products are dissolved in methanol and eluted with an ethyl acetate:hexane (5:4 v/v) mobile phase. Among the three temperature variations, synthesis at 60°C yields 94.55% with a melting point of 236.1–238.0°C, synthesis at 65°C yields 95.16% with a melting point of 234.9–236.6°C, and synthesis at 70°C yields 97.09% with a melting point of 235.8–237.4°C. Based on these results, the optimal temperature for synthesizing 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid is concluded to be 70°C, which produces the highest yield and purity. The structure of the synthesized compound is confirmed by ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GC-MS, and FTIR analysis, affirming that the product is indeed 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid.

Keywords: 3-(3'-bromo-4'-methoxyphenyl)-2-propenoic acid, synthesis, anticancer, *microwave*