

STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU REAKSI, JENIS BASA, DAN KATALIS PADA PROSES SINTESIS 3-BENZILIDENFTALIDA SECARA FOTOKIMIA DAN APLIKASINYA UNTUK SINTESIS 2,3-DIBENZIL-3-HIDROKSI-1-ISOINDOLINON

Eka Amira Yasien
14/365663/PA/16128

INTISARI

Sintesis senyawa 3-benzilidenftalida dan 2,3-dibenzil-3-hidroksi-1-isoindolinon dengan metode reaksi fotokimia telah dilakukan. Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan kondisi optimum untuk reaksi *cross coupling* Sonogashira secara fotokimia dalam mensintesis senyawa 3-benzilidenftalida, meliputi variasi waktu reaksi, jenis basa, dan katalis, serta mensintesis senyawa 2,3-dibenzil-3-hidroksi-1-isoindolinon melalui reaksi adisi nukleofilik secara fotokimia.

Penelitian diawali dengan sintesis 3-benzilidenftalida dari asam 2-iodobenzoat dan fenilasetilena pada temperatur kamar dengan penyinaran LED biru dengan variasi waktu reaksi (6, 12, 24, dan 48 jam), jenis basa (K_2CO_3 , $NaHCO_3$, dan trietilamina), dan katalis (CuI , $CuCl$, $CuCl_2 \cdot 2H_2O$, CuO dan $CuSO_4 \cdot 5H_2O$). Tahap selanjutnya adalah sintesis 2,3-dibenzil-3-hidroksi-1-isoindolinon dari 3-benzilidenftalida yang direaksikan dengan benzilamina pada temperatur kamar dengan penyinaran LED biru. Produk dikarakterisasi dengan spektrometer FTIR, GC-MS, 1H -NMR, dan ^{13}C -NMR.

Kondisi optimum sintesis 3-benzilidenftalida diperoleh saat reaksi dilakukan dengan penyinaran LED biru selama 24 jam, dengan basa $NaHCO_3$, dan katalis CuI dengan rendemen sebesar 54%. Reaksi asam 2-iodobenzoat dan fenilasetilena dengan katalis $Cu(I)$ menghasilkan senyawa 3-benzilidenftalida sebagai campuran isomer geometri yang tidak dapat dipisahkan. Selanjutnya, reaksi antara 3-benzilidenftalida dengan benzilamina menghasilkan 2,3-dibenzil-3-hidroksi-1-isoindolinon dengan rendemen 41%.

Kata kunci: reaksi fotokimia, 3-benzilidenftalida, *cross coupling* Sonogashira, turunan isoindolinon, adisi nukleofilik

***EFFECT OF REACTION TIME, BASE, AND CATALYST TYPE ON
PHOTOCHEMICAL-SYNTHESIS OF 3-BENZYLIDENEPHTHALIDE AND ITS
APPLICATION TOWARDS THE SYNTHESIS OF 2,3-DIBENZYL-3-HYDROXY-1-
ISOINDOLINONE***

Eka Amira Yasien
14/365663/PA/16128

ABSTRACT

Synthesis of 3-benzylidenephthalide and 2,3-dibenzyl-3-hydroxy-1-isoindolinone using photo-induced-reaction had been conducted. The aims of this research were to determine the optimum conditions of photochemical Sonogashira coupling on the synthesis of 3-benzylidenephthalide including reaction time, catalyst, and base and to synthesize 2,3-dibenzyl-3-hydroxy-1-isoindolinone using photochemical nucleophilic addition.

Firstly, synthesis of 3-benzylidenephthalide from 2-iodobenzoic acid and phenylacetylene was studied by varying the reaction time (6, 12, 24, and 48 h), base (K_2CO_3 , $NaHCO_3$, and triethylamine), and catalyst (CuI , $CuCl$, $CuCl_2 \cdot 2H_2O$, CuO , and $CuSO_4 \cdot 5H_2O$). Secondly, synthesis of 2,3-dibenzyl-3-hydroxy-1-isoindolinone was carried out from 3-benzylidenephthalide and benzylamine at room temperature and under blue LED irradiation. The products were characterized by FTIR GC-MS, 1H -NMR, and ^{13}C -NMR spectrometers.

Optimum conditions of the synthesis of 3-benzylidenephthalide were obtained when the reaction was carried out for 24 hours, using $NaHCO_3$ as the base, and CuI as the catalyst. Under the optimum conditions, reaction of 2-iodobenzoic acid and phenylacetylene gave 3-benzylidenephthalide in 54% yield as unseparable regioisomer mixture. Then, the reaction of 3-benzylidenephthalide and benzylamine gave 2,3-dibenzyl-3-hydroxy-1-isoindolinone as a yellow solid with melting point of 128-136 °C in 41% yield.

Keywords: photochemical reaction, 3-benzylidenephthalide, Sonogashira's *cross coupling*, isoindolinone derivatives, nucleophilic addition