

## INTISARI

### SINTESIS SENYAWA ANTIOKSIDAN KALIKS[4]RESORSINARENA TURUNAN VANILIN DAN VALERALDEHIDA

Hesti Radean  
13/347465/PA/15253

Telah dilakukan sintesis senyawa antioksidan kaliks[4]resorsinarena turunan vanilin dan valeraldehida. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis serangkaian senyawa turunan vanilin meliputi C-4-etoksikarbonil-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena (**CEKMMFKR**), C-4-etoksikarbonil-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena (**CEMFKR**), C-butilkaliks[4]resorsinarena (**CBKR**) dan C-4-hidroksi-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena (**CHMFKR**) serta pengujian aktivitas keempat senyawa tersebut sebagai antioksidan.

Tahap pertama sintesis dilakukan dengan melakukan esterifikasi terhadap asam 2-kloroasetat dengan etanol. Hasil esterifikasi direaksikan dengan vanilin dan terbentuk 4-etoksikarbonilmetoksi benzaldehida kemudian direaksikan dengan resorsinol untuk membentuk senyawa **CEKMMFKR**. Alkilasi terhadap vanilin dilakukan dengan dietil sulfat (DES). Hasil alkilasi berupa 4-etoksi-3-metoksi benzaldehida kemudian direaksikan dengan resorsinol untuk membentuk senyawa **CEMFKR**. Vanilin dan valeraldehida juga direaksikan dengan resorsinol membentuk senyawa **CHMFKR** dan **CBKR**. Elusidasi struktur terhadap produk yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan spektrometer FTIR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR GC-MS, LC-MS,. Selanjutnya dilakukan uji aktivitas terhadap produk menggunakan metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa 4-etoksikarbonilmetoksi-3-metoksi benzaldehida yang terbentuk berwarna kuning dan berbau khas dengan persen hasil sebesar 57,43% sedangkan senyawa 4-etoksikarbonilmetoksi-benzaldehida memiliki persen hasil sebesar 74,83%. Adapun senyawa **CEKMMFKR**, **CHMFKR**, **CEMFKR**, dan **CBKR** memiliki persen hasil masing-masing 93,43; 94,80; 74,67; dan 96,41% dengan titik leleh lebih besar dari 250 °C. Berdasarkan uji aktivitas antioksidan, didapatkan hasil IC<sub>50</sub> untuk senyawa **CEKMMFKR**, **CEMFKR**, **CBKR**, dan **CHMFKR** berturut-turut sebesar 16,25; 17,41; 25,11; dan 14,69 µg mL<sup>-1</sup>. Nilai IC<sub>50</sub> menunjukkan bahwa **CEKMMFKR** dan ketiga senyawa lain hasil sintesis tergolong dalam antioksidan yang sangat kuat.

Kata kunci : antioksidan, DPPH, kaliks[4]resorsinarena, vanilin

## ABSTRACT

### SYNTHESIS OF ANTIOXIDANT COMPOUNDS OF CALIX[4]RESORCINARENES FROM VANILLIN DERIVATIVES AND VALERALDEHYDE

Hesti Radean  
13/347465/PA/15253

The synthesis of antioxidant compounds of calix[4]resorcinarenes from vanillin derivatives and valeraldehyde have been carried out. The objective of this research was to synthesize C-4-ethoxycarbonyl-3-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene (**CEKMMFKR**), C-4-ethoxycarbonyl-3-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene (**CEMFKR**), C-butylcalix[4]resorcinarene (**CBKR**) and C-4-hydroxy-3-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene (**CHMFKR**) as well as to test their antioxidants activity.

The first step of synthesis was esterification of 2-chloroacetic acid with ethanol. The esterified product was reacted with vanillin to produce 4-ethoxycarbonylmethoxybenzaldehyde and followed by resorcinol to produce **CEKMMFKR**. Alkylation towards vanillin has been done using diethyl sulphate (DES) to afford 4-ethoxy-3-methoxybenzaldehyde. The compound of 4-ethoxy-3-methoxy benzaldehyde as alkylation product was reacted with resorcinol and resulted **CEMFKR**. Resorcinol also used with vanillin and valeraldehyde to give **CHMFKR** and **CBKR** compound. Structure elucidation was performed by FTIR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, GC-MS and LC-MS spectrometers. Furthermore, the antioxidant activity assay of the product was done by DPPH method (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl).

The result showed that 4-ethoxycarbonyl-methoxy benzaldehyde has yellow color and specific odor properties with 57.43% yield, while 4-ethoxycarbonylmethoxy benzaldehyde has 74.83% yield. The yield of **CEKMMFKR**, **CEMFKR**, **CBKR**, and **CHMFKR** was 93.43; 94.80; 74.67; and 96.41%, respectively, which the melting point higher than 250 °C. Meanwhile, the antioxidant activity assay proved by IC<sub>50</sub> value for **CEKMMFKR**, **CEMFKR**, **CBKR**, and **CHMFKR** was 16.2; 17.41; 25.11; and 14.69 µg mL<sup>-1</sup>, respectively. The IC<sub>50</sub> values indicate that **CEKMMFKR** and the other three synthesized products can be classified as powerful antioxidants.

Keywords : antioxidant, calix[4]resorcinarene, DPPH, vanillin