

# Sintesa Histidinal dengan Metoda *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS)

Adia Putra Wirman<sup>1</sup>, Deana Wahyuningrum<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Program Studi Farmasi Fakultas Farmasi dan Sains UHAMKA

<sup>2</sup> Program Studi Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung

epewewirman@gmail.com

**Abstrak.** Perkembangan sintesa kimia organik pada saat ini sangat pesat, terutama dalam metoda dan penggunaan reagensia. Dalam sintesa senyawa organik pemanasan merupakan salah satu cara agar tercapai reaksi maksimal agar produk bisa terbentuk, pemanasan dengan menggunakan pemanas minyak atau mantel pemanas menyita waktu dan reaksi berjalan lebih lambat. Metoda *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS) merupakan metoda yang lebih efektif dalam sintesa senyawa organik. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesa histidinal dengan cara mereduksi ester metil histidin dengan NaBH<sub>4</sub> menggunakan metoda MAOS. Histidinal hasil sintesa berupa kristal putih dengan titik leleh terdekomposisi pada 234 °C. Spektroskopi infra merah memperlihatkan serapan pada panjang gelombang 3615,7 cm<sup>-1</sup> (ulur N-H) ; 3036,9 cm<sup>-1</sup> (ulur C-H); 1748 cm<sup>-1</sup> (ulur C=O/alhdehid); 1641, 2 cm<sup>-1</sup> (ulur cincin aromatik).

**Kata kunci :** *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS), Ester Metil Histidin, Histidinal

## PENDAHULUAN

Dalam beberapa dekade ini, perkembangan dalam bidang kimia organik berlangsung sangat pesat, terutama dalam metode dan berbagai reagen baru dalam sintesa senyawa organik. Namun, aspek praktis dalam melangsungkan reaksi skala laboratorium telah mulai sedikit berubah dalam periode ini, terutama dalam proses pemanasan untuk kelangsungan reaksi. Teknik reaksi dengan pemanasan tradisional yang menggunakan penangas minyak dan mantel pemanas, merupakan teknik yang lambat dan menyita waktu dan terkadang menimbulkan over heating dan dekomposisi substrat maupun produk. Oleh karena itu, dalam dua dekade ini, teknik reaksi menggunakan gelombang mikro atau microwave telah digunakan dalam kimia organik untuk mengurangi waktu reaksi dari jam menjadi hitungan menit, disamping meningkatkan rendemen produk dan

selektifitas reaksi. Penggunaan microwave sebagai media dalam sintesa senyawa organik berkembang secara eksponensial dalam dua dekade ini. (Lidstrom, P., et. Al, 2001)

*Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS) merupakan suatu metoda sintesa dengan bantuan microwave. MAOS satu metoda yang lebih green, efektif, dan efisien dalam mensintesa berbagai senyawa baik organik maupun anorganik (A. loupy, 2002).

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesa histidinal dengan mereduksi senyawa ester metil histidin dengan pereduksi NaBH<sub>4</sub> (Mackey, et al 1999) menggunakan metoda MAOS.

## METODE PENELITIAN

### 1. Alat dan Bahan

Peralatan gelas yang dipakai adalah peralatan yang umum digunakan dalam

laboratorium kimia organik sintesa, microwave lokal merk GE, rotary evaporator, lampu UV, oven type JEI642WC, BUCK-IR, **Fisher-Johns®** Melt-Temp Apparatus. Bahan yang digunakan ester metil histidin, Metanol, Etanol, Etil Asetat, kloroform, aseton,  $\text{SOCl}_2$  dan  $\text{NaBH}_4$

## 2. Prosedur Penelitian

Reaksi reduksi ester metil histidin dilakukan dalam fasa cair (larutan) karena pada saat reaksi dalam fasa padat-padat kedua senyawa dicampur dan digerus mencair, sehingga reaksi dilakukan dalam larutan metanol. Sebanyak 0,510 gram ester metil histidin ditamgahkan 1,50 gram  $\text{NaBH}_4$  kemudian dimasukan kedalam erlenmeyer 100 mL, dan dilarutkan dalam 30 mL metanol. Setelah semua zat pereaksi larut kemudian reaksi dilakukan dalam microwave. Reaksi berjalan dalam waktu 70 detik. Suhu 5 detik pertama reaksi terukur pada 27,10 °C. Suhu dinaikan setiap 5 detik. Berakhirnya reaksi ditandai dengan telah stabilnya suhu reaksi pada detik ke 70 dengan suhu 57,9 °C. Kemudian reaksi dihentikan, setelah pelarutnya diuapkan didapatkan kristal putih. Kristal putih tersebut kemudian dilarutkan lagi dengan 25 mL metanol. Kristal yang tidak larut kemudian disaring. Residu berupa kristal yang kemudian direkristalisasi dan dilakukan karakterisasi dengan menentukan titik leleh dengan **Fisher-Johns®** Melt-Temp Apparatus dan spektroskopi Infra Merah FTIR.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa hasil sintesa berupa kristal berwarna putih dengan titik leleh terdekomposisi pada 234 °C. Karakterisasi struktur menggunakan spektrum infra merah. Data perbandingan serapan spesifik infra merah ester metil histidin dan senyawa hasil sintesa diperlihatkan pada tabel 1 dan tabel 2.

Tabel 1 Serapan spesifik infra merah ester metil histidin

No	Serapan Spesifik Infra Merah ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus Fungsi
1	3605,4	Ulur N-H
2	3026,3	Ulur asimetris C-H
3	1757,4	Ulur C=O ester
4	1400-1600	Ulur cincin aromatis
5	1284,6	Tekuk C-O ester

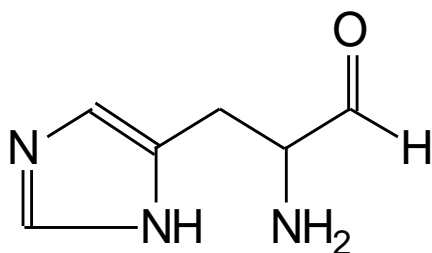
Tabel 2 Serapan spesifik infra merah senyawa hasil sintesa

No	Serapan Spesifik Infra merah ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus Fungsi
1	3615,7	Ulur N-H
2	3036,9	Ulur C-H
3	1748	Ulur C=O aldehyd
4	1641,2	Ulur cincin aromatis

Senyawa hasil sintesa memperlihatkan serapan khas pada bilangan gelombang yaitu 3615,7  $\text{cm}^{-1}$  (ulur N-H); 3036,9  $\text{cm}^{-1}$  (ulur C-H); 1748  $\text{cm}^{-1}$  (ulur C=O/aldehyd); 1641, 2  $\text{cm}^{-1}$  (ulur cincin aromatik).

Dari data spektrum serapan infra merah antara ester metil histidin dan senyawa hasil sintesa memperlihatkan perbedaan serapan pada C=O ester pada 1757,4  $\text{cm}^{-1}$  ke serapan bilangan gelombang 1748  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan khas karbonil aldehyd. Hal ini disebabkan terjadinya perubahan momen dipol atau penurunan polaritas C=O. Dimana penurunan polaritas mempengaruhi serapan dari karbonil akan bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah, dan sebaliknya jika terjadi peningkatan polaritas maka akan bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi. Maka daerah serapan pada 1748  $\text{cm}^{-1}$  diperkirakan aldehyd (Silverstein, 1974).

Struktur senyawa hasil sintesa disarankan seperti gambar dibawah ini.



Gambar 1 Struktur senyawa hasil sintesa

Untuk mendukung pernyataan bahwa senyawa hasil sintesa mempunyai gugus fungsi aldehyd, maka dilakukan uji Benedict terhadap senyawa hasil sintesa. Dari hasil uji Benedict terhadap senyawa hasil sintesa memperlihatkan positif mengandung gugus aldehyd ditandai dengan terbentuknya endapan berwarna coklat kemerahan yang merupakan endapan Cu<sub>2</sub>O.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa telah disintesa senyawa histidinal dari hasil reduksi ester metil histidin dengan menggunakan metoda Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS).

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Loupy, *Microwaves in Organic Synthesis*. Wiley-VCH: Weinheim (2002). 1-19, 115-143
- [2] Lidstrom, P., Tierney, J., Wathey, B., Westman, J. (2001), *Microwave Assisted Organic Synthesis-a review*, *J. Org. Chem*, 58, 3568-3577
- [3] Mackie. RK, Smith MD, Aitken RA. (1999) *Organic Synthesis* 3<sup>rd</sup> edition, Longman.
- [4] Mayo, D.W, et al, (1994) *Microscale Organic Laboratory*, 3<sup>rd</sup> edition, John Willey & Sons, New York
- [5] Silverstein, Robert M., (1974), *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, John Willey & Sons Inc., p. 74