**Tema B**

**LAPORAN PENELITIAN INDIVIDUAL**

**BOPTN 2013**

**Pengembangan Senyawa Turunan Benzalaseton sebagai Senyawa Tabir Surya**

****

**Peneliti:**

**A.Wijayanto, S.Si**

**LABORATORIUM KIMIA**

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**

**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA**

**YOGYAKARTA**

**2013**

**KATA PENGANTAR**

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan nikmatNya, sehingga akhirnya kami dapat menyelesaikan Laporan Penelitian Individual dengan judul Pengembangan Senyawa Turunan Benzalaseton sebagai Senyawa Tabir Surya sebagai salah satu pertanggungjawaban dari Penelitian BOPTN tahun 2013 yang diselenggarakan oleh Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

Pada kesempatan ini kami mengucapkan terima kasih kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta atas dukungan dana yang diberikan untuk melakukan penelitian berbasis laboratorium ini.
2. Kepala Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah memberi kesempatan dan dukungan dana untuk melakukan penelitian berbasis laboratorium ini.
3. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah memberi rekomendasi untuk melaksanakan penelitian ini.
4. Kepala Laboratorium Kimia di Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga yang telah memberi ijin dan banyak membantu dalam proses penelitian ini
5. Semua pihak yang telah memberi bantuan baik moril maupun materiil. Semoga amal usaha kita mendapat ridhoNya. Amin.

Kami menyadari bahwa laporan penelitian ini masih banyak mengandung kelemahan, kekurangan dan jauh dari kesempurnaan sehingga kritik dan saran membangun akan sangat membantu demi pengembangan penelitian selanjutnya. Semoga karya ini dapat memberi sumbangan ilmiah dan bermanfaat bagi kita semua.

Yogyakarta, November 2013

1. Wijayanto

**DAFTAR ISI**

Halaman

KATA PENGANTAR ............................................................................... 1

DAFTAR ISI ............................................................................................. 3

DAFTAR GAMBAR ................................................................................ 6

DAFTAR TABEL ..................................................................................... 8

ABSTRAK ................................................................................................ 9

BAB I. PENDAHULUAN ........................................................................ 10

1. Latar Belakang .............................................................................. 10
2. Rumusan Masalah .......................................................................... 13
3. Tujuan Penelitian ........................................................................... 13
4. Manfaat Penelitian ......................................................................... 13

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI ................ 14

1. Tinjauan Pustaka ........................................................................... 14
2. Landasan Teori .............................................................................. 15

B.1. Tabir Surya ............................................................................ 15

B.2. Asam Sinamat ........................................................................ 18

B.3. Aseton .................................................................................... 19

B.4. Benzaldehida ......................................................................... 20

B.5. Reaksi Kondensasi Aldol Silang ........................................... 22

B.6. Spektroskopi IR ..................................................................... 24

B.7. Spektroskopi 1H-NMR .......................................................... 28

B.8. Spektroskopi UV .................................................................... 32

B.9. Titik Leleh ............................................................................. 33

BAB III. METODE PENELITIAN ........................................................... 34

1. Waktu dan Tempat Penelitian ....................................................... 34
2. Alat dan Bahan Penelitian ............................................................. 34

B.1. Bahan Penelitian .................................................................... 34

B.2. Alat Penelitian ........................................................................ 34

1. Prosedur Penelitian ....................................................................... 34

C.1. Sintesis Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton ................ 34

C.2. Uji Potensi Senyawa Hasil Sintesis sebagai Senyawa

Tabir Surya ............................................................................ 36

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN ................................................. 37

1. Hasil Sintesis Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton ............... 37
2. Mekanisme Reaksi ........................................................................ 39
3. Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis ........................................... 44

C.1. Identifikasi dengan Spektrofotometer Infra Merah ............... 44

C.2. Identifikasi dengan Spektrometer 1H-NMR .......................... 46

1. Uji Potensi Senyawa Tabir Surya ................................................. 49

D.1. Hasil Uji terhadap Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada Waktu Reaksi 3 Jam ..................................................... 50

D.2. Hasil Uji terhadap Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada waktu reaksi 4 Jam ...................................................... 52

D.3. Hasil Uji terhadap Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada Waktu Reaksi 6 Jam ..................................................... 54

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN ................................................... 59

1. Kesimpulan ................................................................................... 59
2. Saran ............................................................................................. 59

DAFTAR PUSTAKA ............................................................................... 60

LAMPIRAN .............................................................................................. 63

**DAFTAR GAMBAR**

Halaman

Gambar 1 Struktur kimia (a) senyawa benzalaseton

(b) senyawa turunan sinamat ............................................... 11

Gambar 2 Struktur senyawa benzaldehida ............................................ 21

Gambar 3 Reaksi kondensasi aldol silang ............................................. 22

Gambar 4 Mekanisme reaksi aldol silang ............................................. 23

Gambar 5 Struktur senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton ................ 24

Gambar 6 Spektra 1H-NMR etanol CH3CH2OH

(a) spektrum resolusi rendah (b) resolusi tinggi ................... 30

Gambar 7 Reaksi pembentukan ion enolat antara aseton dengan NaOH 39

Gambar 8 Reaksi pembentukan ion alkoksida ...................................... 40

Gambar 9 Reaksi pembentukan senyawa β-hidroksi keton .................. 41

Gambar 10 Reaksi pembentukan ion enolat dari β-hidroksi keton ........ 41

Gambar 11 Reaksi pembentukan ion alkoksida ..................................... 42

Gambar 12 Reaksi pembentukan senyawa β-hidroksi keton .................. 43

Gambar 13 Reaksi dehidrasi aldol

(pembentukan senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton) .... 43

Gambar 14 Spektrum IR senyawa hasil sintesis pada waktu reaksi 4 jam 45

Gambar 15 Spektrum FT-IR dari suatu amina primer (a),

amina sekunder (b) dan amina tersier (c) ............................ 46

Gambar 16 Spektrum 1H-NMR senyawa hasil sintesis .......................... 47

Gambar 17 Posisi proton H pada lingkungan senyawa

4-dimetilamino-dibenzalaseton .................................................... 48

Gambar 18 Grafik nilai SPF produk reaksi 3 jam berbanding dengan konsentrasi 52

Gambar 19 Grafik nilai SPF produk reaksi 4 jam berbanding dengan konsentrasi 54

Gambar 20 Grafik nilai SPF produk reaksi 6 jam berbanding dengan konsentrasi 56

**DAFTAR TABEL**

Halaman

Tabel 1 Daerah frekuensi gugus fungsional ........................................... 27

Tabel 2 Hasil sintesis senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton ............ 38

Tabel 3 Tipe proton dan besarnya pergeseran kimia dari senyawa

4-dimetilamino-dibenzalaseton ................................................ 47

Tabel 4 Nilai absorbansi dari senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada waktu reaksi 3 jam ........................................................... 50

Tabel 5 Nilai SPF dan tipe proteksi dari senyawa

4-dimetilamino-dibenzalaseton pada waktu reaksi 3 jam ......... 51

Tabel 6 Nilai absorbansi dari senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada waktu reaksi 4 jam ........................................................... 53

Tabel 7 Nilai SPF dan tipe proteksi dari senyawa

4-dimetilamino-dibenzalaseton pada waktu reaksi 4 jam ......... 54

Tabel 8 Nilai absorbansi dari senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton

pada waktu reaksi 6 jam ........................................................... 55

Tabel 9 Nilai SPF dan tipe proteksi dari senyawa

4-dimetilamino-dibenzalaseton pada waktu reaksi 6 jam ......... 56

Tabel 10 Perbandingan senyawa hasil sintesis dengan penelitian sejenis 58

**ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa turunan benzalaseton yaitu 4-dimetilamino-dibenzalaseton yang diharapkan dapat meningkatkan nilai gunanya yaitu sebagai senyawa tabir surya.

Sintesis senyawa turunan benzalaseton ini dilakukan melalui reaksi kondensasi aldol dengan bahan dasar 4-dimetilaminobenzaldehida, benzaldehida, aseton dan NaOH sebagai katalis pada berbagai variasi waktu reaksi yaitu 3, 4 dan 6 jam. Karakterisasi senyawa dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR dan 1H-NMR.

Produk diperoleh sebagai suatu padatan berwarna orange kekuningan dengan titik lebur antara 62-64 0C. Uji aktivitas sebagai senyawa tabir surya menunjukkan bahwa pada berbagai variasi waktu reaksi, sintesis senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton mempunyai panjang gelombang maksimum pada 340 nm sehingga aktif sebagai tabir surya pada sinar UV-A. Nilai SPF terbaik diperoleh pada waktu reaksi 4 jam yaitu pada konsentrasi 15 ppm mempunyai nilai SPF 17,409 dengan tipe proteksi ultra.

Kata kunci : *turunan benzalaseton, tabir surya, proteksi ultra.*

**BAB I**

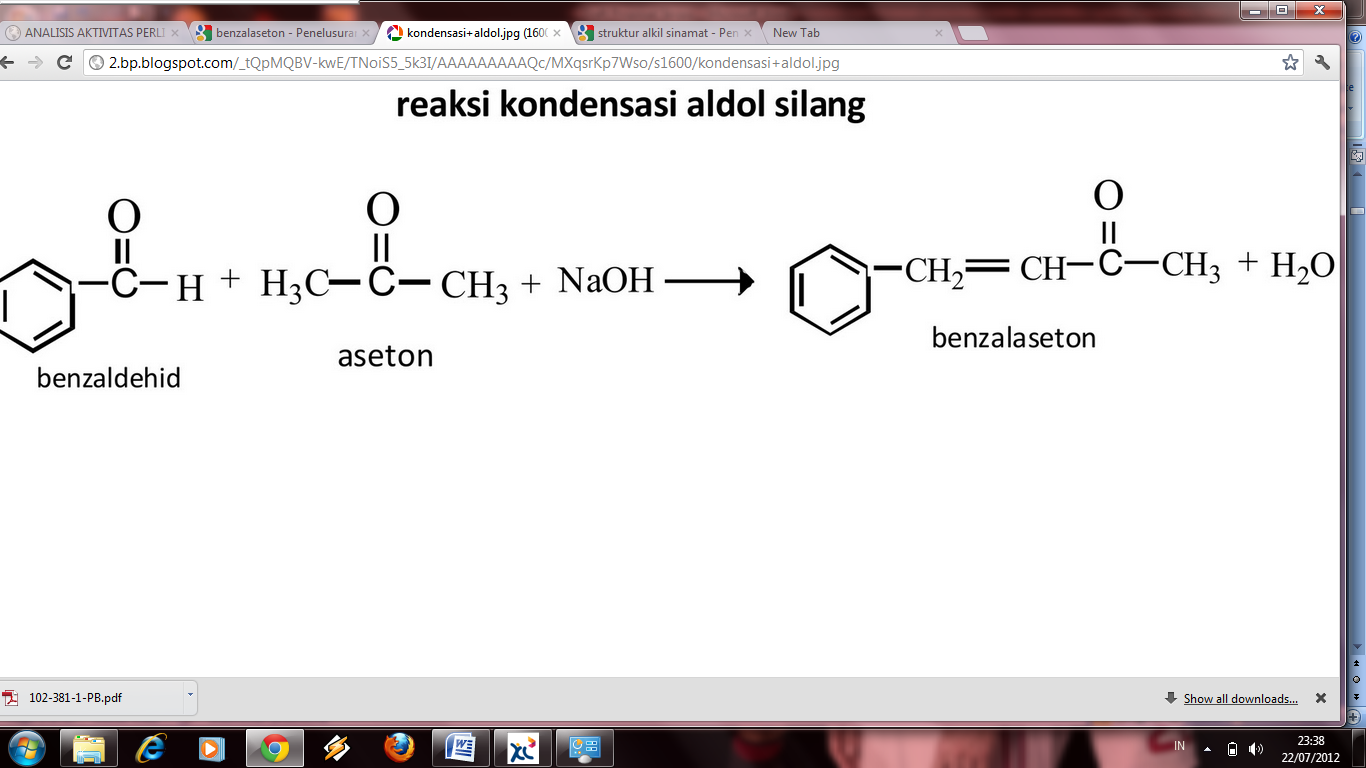
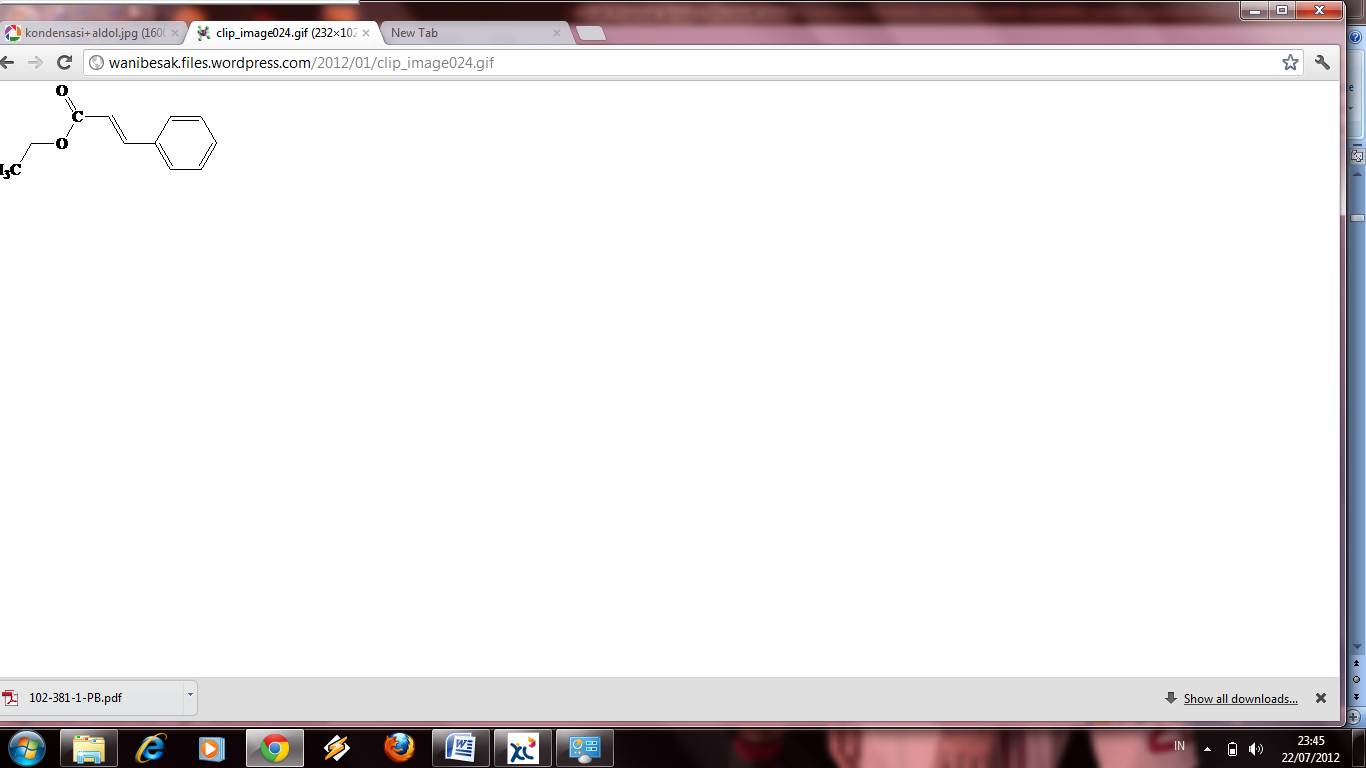
**PENDAHULUAN**

1. **Latar Belakang**

Indonesia merupakan negara beriklim tropis sehingga paparan sinar matahari tidak dapat dihindari sepanjang tahun. Adanya kontak langsung antara kulit dengan sinar matahari merupakan salah satu penyebab kulit menjadi kusam dan tidak sehat. Radiasi sinar matahari dapat mempengaruhi kesehatan kulit karena sinar matahari yang memancar ke bumi merupakan sinar ultraviolet yang dapat menyebabkan kulit menjadi coklat (dampak dari UV-A), terbakarnya sel-sel kulit (dampak dari UV-B), bahkan menyebabkan kanker kulit (dampak dari UV-C) (Perwitasari, dkk, 1999).

Senyawa tabir surya adalah suatu senyawa yang dapat melindungi kulit dari paparan sinar matahari dengan cara menyerap sinar ultraviolet yang dipancarkan. Dewasa ini, senyawa tabir surya yang banyak digunakan adalah senyawa dari turunan alkil sinamat. Kemampuan dari senyawa ini dalam menyerap sinar UV dikarenakan adanya gugus fungsi benzena dan gugus fungsi karbonil yang dapat saling berkonjugasi. Gugus-gugus inilah yang berperan sebagai gugus aktif. Pada tingkat pemanfaatannya sebagai senyawa tabir surya, pada konsentrasi 15 ppm sinamat dapat memberikan proteksi maksimum dengan nilai SPF 10,97. Sementara itu turunan sinamat dapat memberikan nilai SPF ultra sebesar 20,89 pada konsentrasi 17 ppm (Handayani dan Arty, 2009).

Senyawa benzalaseton mempunyai struktur yang mirip dengan alkil sinamat. Senyawa ini juga memiliki cincin benzena dan gugus karbonil yang dapat saling berkonjugasi. Hal ini memberikan peluang untuk mengembangkan senyawa-senyawa baru yang diharapkan juga dapat dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya sehingga dapat memberikan perlindungan pada daerah UV-B (Handayani dan Arty, 2009).

(b)

(a)

**Gambar 1. Struktur kimia (a) senyawa benzalaseton**

**(b) senyawa turunan sinamat**

Sintesis senyawa-senyawa turunan benzalketon telah dilakukan dengan berbagai cara diantaranya dengan cara kondensasi aldol silang antara turunan benzaldehida dan keton (Pudjono, 2006). Sintesis ini dapat dilakukan dengan katalis asam atau basa. Dalam suasana asam, keton akan membentuk enol dan berperan sebagai nukleofil, sedangkan senyawa turunan benzaldehida akan berperan sebagai elektrofil sehingga akan mengalami kondensasi aldol silang. Dalam suasana basa keton akan kehilangan atom Hα dan membentuk enolat.

Senyawa 4-dimetilamino benzalaseton merupakan turunan dari senyawa benzalaseton yang telah berhasil disintesis dan dioptimasi dengan variasi kecepatan dan waktu reaksi dengan menggunakan katalisator natrium hidroksida (Sardjiman, dkk, 2007). Tyas dewanti (2011) juga telah berhasil mensintesis 4-hidroksi-dibenzalaseton dengan bahan dasar senyawa 4-hidroksibenzaldehida, benzaldehida dan aseton dengan perbandingan mol 1:1:1 dengan menggunakan katalis basa kuat yaitu NaOH. Sintesis dilakukan selama 6 jam dan menghasilkan rendemen sebesar 0,145 % dengan kemurnian sebesar 87,09 %.

Pada penelitian ini senyawa yang akan disintesis adalah senyawa turunan benzalaseton yaitu senyawa dibenzalaseton yang mempunyai 2 (dua) buah gugus fungsi benzena yang terikat pada aseton. Adanya 2 gugus fungsi aromatik ini memungkinkan terjadinya resonansi yang lebih banyak sehingga senyawa ini diharapkan akan memiliki aktivitas yang lebih baik sebagai sebagai senyawa tabir surya.

Berdasarkan latar belakang sebagaimana uraian di atas, maka perlu diketahui kondisi optimum untuk mensintesis senyawa turunan benzalaseton dari bahan dasar 4-dimetilaminobenzaldehida yang dapat dilakukan melalui reaksi kondensasi aldol silang. Selain itu akan dilakukan pula uji kandungan SPF untuk mengetahui seberapa kuat senyawa ini dapat menangkal paparan sinar UV sebagai aktifitas senyawa tabir surya. Beberapa faktor yang akan diperhatikan dalam sintesis ini adalah faktor konsentrasi katalis, temperatur dan waktu reaksi untuk mendapatkan hasil yang optimum. Karakterisasi struktur senyawa hasil sintesis dilakukan dengan spektroskopi infra merah dan 1H-NMR sedangkan uji SPF sebagai aktivitas tabir surya dilakukan dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis.

1. **Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, maka rumusan masalah yang akan diteliti adalah:

1. Bagaimana kondisi optimum (waktu reaksi) untuk mensintesis senyawa turunan dibenzalaseton yang memiliki aktivitas sebagai senyawa tabir surya?
2. Berapakah nilai SPF dari senyawa hasil sintesis tersebut sehingga dapat dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya?
3. **Tujuan Penelitian**

Berdasarkan perumusan masalah di atas, maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui kondisi optimum (waktu reaksi) yang dapat digunakan untuk mensintesis senyawa turunan benzalaseton yang memiliki aktivitas sebagai senyawa tabir surya.
2. Menentukan nilai SPF dari senyawa hasil sintesis sebagai senyawa tabir surya.
3. **Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi lebih lanjut mengenai pengembangan senyawa aktif tabir surya dan mengetahui nilai SPF yang dimiliki oleh senyawa turunan benzalaseton.

**BAB II**

**TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI**

1. **Tinjuan Pustaka**

Penelitian untuk mensintesis senyawa organik yang dapat dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya telah banyak dilakukan. Goksu S, dkk. (2002) mensintesis senyawa alnuston atau 1(E),6(E)-1,7-difenil-hepta-4,6-diena-3-on dengan reaksi kondensasi antara benzaldehida, aseton dan sinamaldehida menggunakan katalis H2, Pd-C. Pudjono, dkk. (2006) juga berhasil mensintesis senyawa 2,5-dibenzilidinsiklopentanon dari benzaldehida dan siklopentanon dengan variasi pelarut. Sintesis 2,5-dibenzilidinsiklopentanon ini disintesis dengan menggunakan katalis kalium hidroksida 30% menggunakan variasi pelarut metanol, etanol dan isopropanol.

Penelitian yang dilakukan oleh Sardjiman, dkk (2007) juga telah berhasil mensintesis senyawa 4-dimetilamino benzalaseton. Senyawa ini merupakan turunan dari senyawa benzalaseton yang disintesis dan dioptimasi pada variasi kecepatan dan waktu reaksi dengan menggunakan katalisator natrium hidroksida. Variasi kecepatan pengadukan yang digunakan yaitu 500; 700; dan 900 rpm, sedangkan waktu reaksi yang digunakan yaitu berturut turut 60, 90 dan 120 menit. Hasil yang didapatkan yaitu rendemen maksimum sebesar 86,10 % pada waktu pengadukan 120 menit.

Sementara itu, Handayani (2009) berhasil mensintesis senyawa dibenzalaseton asimetrik, yaitu senyawa anisalbenzalaseton dan benzalvelantran aseton. Sintesis dilakukan melalui reaksi kondensasi aldol silang dengan bahan dasar benzaldehida, aseton dan ventraldehida. Kedua senyawa tersebut disintesis dengan menggunakan katalis NaOH selama 1 jam. Demikian juga Dewanti (2011) mensintesis senyawa 4-hidroksidibenzalaseton dengan bahan dasar senyawa 4-hidroksibenzaldehida, benzaldehida dan aseton dengan perbandingan mol 1:1:1 dengan menggunakan katalis basa kuat yaitu NaOH. Sintesis dilakukan selama 6 jam dan menghasilkan rendemen sebesar 0,145 % dengan kemurnian sebesar 87,09 %. Senyawa 4-hidroksidibenzalaseton hasil sintesis ini juga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya karena terdapatnya gugus-gugus aktif benzena dan karbonil yang dapat saling berkonjugasi.

1. **Landasan Teori**

**B.1 Tabir Surya**

Paparan sinar ultraviolet tidak dapat dihindari dan dapat berdampak buruk bagi kulit. Apalagi jika aktivitas dilakukan di luar ruang mulai pukul 09:00 hingga 15:00. Radikal bebas yang berasal dari sinar UV dapat merusak jutaan sel sehat pada lapisan epidermis. Langkah paling sederhana untuk melindungi kulit dari pengaruh buruk radikal bebas adalah dengan rutin menggunakan pelembab dan tabir surya. Pelembab yang mengandung SPF tidak melindungi kulit sepenuhnya, karena fungsi utamanya adalah untuk melembabkan. Perlindungan kulit dari paparan sinar UV didapatkan dari tabir surya yang mengandung PA++ yang digunakan setelah menggunakan pelembab (Fajriati, 2012).

Sinar matahari yang membahayakan kulit adalah radiasi ultraviolet dimana sinar ini dibedakan menjadi tiga, yaitu sinar ultraviolet A (UV-A), UV-B dan UV-C yang ketiganya mempunyai panjang gelombang dan efek radiasi yang berbeda. Sinar UV-A dengan panjang gelombang 320 - 400 nm mempunyai efek penyinaran, dapat timbul pigmentasi yang menyebabkan kulit berwarna coklat kemerahan. Sinar UV-B dengan panjang gelombang 290 – 320 nm memiliki efek penyinaran, dapat mengakibatkan kanker kulit bila terlalu lama terkena radiasi. Sinar UV-C dengan panjang gelombang 200 - 290 nm yang tertahan pada lapisan atmosfir paling atas dari bumi dan tidak sempat masuk ke bumi karena adanya lapisan ozon, efek penyinarannya paling kuat karena energi radiasinya paling tinggi di antara ketiganya yaitu dapat menyebabkan kanker kulit dengan penyinaran yang tidak lama (Harry ,1982).

Senyawa tabir surya adalah senyawa yang melindungi kulit dari pengaruh sinar ultraviolet yang dipancarkan matahari. Penggunaan tabir surya terus bertambah sejak dekade terakhir oleh karena kesadaran akan bahayanya sinar ultraviolet seperti, penuaan dini dan kanker kulit. Mekanisme perlindungan sinar ultraviolet dari suatu senyawa tabir surya adalah berupa penyerapan energi sinar UV yang digunakan untuk eksitasi keadaan elektronik senyawa (Tahir, 2004). Senyawa tabir surya yang banyak digunakan adalah senyawa turunan alkil sinamat. Senyawa benzalaseton mempunyai struktur yang mirip dengan alkil sinamat sehingga dimungkinkan juga dapat memberikan perlindungan pada daerah UV-B (Handayani dan Arty, 2009).

Salah satu metode untuk menentukan besarnya aktivitas tabir surya suatu zat adalah dengan mengukur besarnya faktor perlindungan sinar matahari atau yang dikenal dengan istilah SPF (*Sun Protecting Factor*). SPF merupakan nilai perbandingan antara banyaknya energi sinar UV yang diperlukan untuk menyebabkan kemerahan (*suntan*) pada kulit yang diberi *sunblock* dengan energi sinar UV yang diperlukan untuk menyebabkan efek yang sama pada kulit yang tidak diberi *sunblock*. Nilai SPF merupakan ukuran tingkat perlindungan terhadap sinar UV-B (λ 290-230 nm) yang merupakan kelompok sinar paling berbahaya yang dapat menyebabkan kerusakan lebih cepat dan mudah dibanding sinar UV-A (λ > 320 nm). Disamping itu harga SPF juga menunjukkan seberapa lama dapat berjemur di bawah terik matahari dengan menggunakan tabir surya tanpa terbakar. Menurut *Food and Drug Administration* (FDA) Amerika Serikat, efektifitas tabir surya suatu zat dibagi atas lima kelompok berdasarkan harga SPF-nya, yakni proteksi minimal (SPF 2 - < 4), proteksi sedang (SPF 4 - < 6), proteksi ekstra (SPF 6 - < 8), proteksi maksimum ( 8 - < 15) dan proteksi ultra (≥ 15) (James, 1981).

Uji aktivitas senyawa tabir surya dinyatakan dengan SPF yang ditentukan dengan metode Penentuan efektivitas tabir surya dilakukan dengan menentukan nilai SPF secara *in vitro* dengan metode spektrofotometri (Sayre, 1979). Nilai SPF ditentukan dengan rumus (SPF = CF x 𝐸. (320290λ) x I (λ) x absorbansi (λ)) dimana CF= Faktor Koreksi (10), EE= Efisiensi Eritermal, I = Spektrum Simulasi sinar Surya. Selanjutnya masing-masing larutan diukur serapannya pada panjang gelombang mulai 290 nm dengan interval 5 nm sampai dihasilkan nilai absorbansi 0,05. Rata-rata nilai serapan dari masing-masing larutan merupakan harga log SPF yang selanjutnya dapat dikonversi menjadi harga SPF (Tanjung, 1997).

**B.2 Asam Sinamat**

Asam sinamat adalah senyawa bahan alam yang terdapat dalam berbagai tanaman, misalnya mesoyi (*Messoia aromatica* Becc) dan kemenyan (*Styrax sp.*). Senyawa ini memiliki berbagai aktivitas biologis, antara lain antibakteri, anestetik, antiinflamasi, antispasmodik, antimutagenik, fungisida, herbisida serta penghambat enzim tirosinase (Tan dkk, 2002)

Salah satu turunan asam sinamat yang terdapat di alam ialah etil *p*-metoksisinamat yang terdapat dalam rimpang kencur (*Kaemferia galanga*). Contoh lain asam 3-etoksi-4-hidroksisinamat yang terdapat dalam daun sicerek (*Clausena excavata*. Burm.f).

Beberapa contoh turunan asam sinamat sintetik yang memiliki aktivitas farmakologi adalah asam 4-hidroksisinamat, asam 4-hidroksi-3-metoksisinamat, dan asam 3,4-dihidroksisinamat yang memiliki aktivitas antioksidan (Natella dkk, 1999). Amida tersier dari asam 3,4-dimetoksisinamat dilaporkan memiliki aktivitas antiinflamasi dan analgesik (Yesilada dkk, 1996).

Asam *p*-metoksisinamat, yang dapat diperoleh dari hidrolisis etil *p*-metoksisinamat, dilaporkan memiliki aktivitas analgesik (Sadono, 2001). Asam *p*-metoksisinamat merupakan turunan asam sinamat yang digunakan sebagai bahan awal sintesis bahan-bahan aktif untuk sediaan tabir surya seperti 2-etilheksil-*p*-metoksisinamat, 2-etoksietil-*p*-metoksisinamat dan dietanolamina-*p*-metoksisinamat (Parfitt, 1999).

Sintesis asam sinamat dan turunannya dengan bahan awal benzaldehida dapat dilakukan dengan reaksi Perkin atau reaksi Knoevenagel. Pada pembuatan asam sinamat dengan reaksi Perkin, benzaldehida direaksikan dengan natrium etanoat dan anhidrida etanoat atau dengan etil etanoat dan natrium etoksida. Pada pembuatan asam sinamat dengan reaksi Knoevenagel, benzaldehida direaksikan dengan asam malonat dalam suasana basa diikuti dengan dekarboksilasi dan dehidrasi spontan. Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya menunjukkan bahwa reaksi Knoevenagel memberikan hasil yang lebih banyak dibanding reaksi Perkin (Mc.Murry, 2000). Ekowati (2000) juga melaporkan bahwa sintesis asam *o*-hidroksisinamat dengan reaksi Knoevenagel dengan katalis campuran piridina – piperidina memberikan hasil yang lebih baik dibanding katalis tunggal.

**B.3 Aseton**

Aseton adalah turunan dari keton yang merupakan senyawa penting dalam industri kimia. Aseton berupa cairan tidak berwarna yang mempunyai densitas 0,79 g/cm3. Proses pembuatan aseton terdiri dari 4 tahap, yaitu tahap vaporisasi, dehidrogenasi, absorpsi dan distilasi. Pada proses vaporisasi, isopropil alkohol dipanaskan pada suhu 527 0K dengan *indirect steam* sehingga terjadi perubahan fase dari liquid menjadi vapor. Kemudian Isopropil alkohol didehidrogenasi menjadi aseton dan hidrogen dengan konversi 95% menggunakan katalis ZnO di dalam reaktor *fixed bed* multi tubular pada suhu 624 0K dan tekanan 1,77 bar. Proses absorbsi dilakukan untuk memisahkan campuran isopropil alkohol dan aseton dari hidrogen. Hidrogen dibuang ke lingkungan. Selanjutnya proses distilasi untuk memisahkan isopropil alkohol dan aseton agar diperoleh aseton dengan kemurnian 99,98%. Isopropil alkohol sisa akan di*recycle* dan digunakan untuk bahan baku proses berikutnya (Mayangsari, Ilmawati dan Hanifia. 2011).

Aseton mempunyai rumus molekul CH3COCH3. Aseton juga dikenal sebagai propanon, dimetil keton, 2-propanon, propan-2-on, dimetilformaldehida, dan ketopropana. Aseton adalah senyawa berbentuk cairan yang tidak berwarna dan mudah terbakar. Aseton merupakan keton yang paling sederhana. Aseton larut dalam air, etanol maupun dietil eter (Dewanty, 2011).

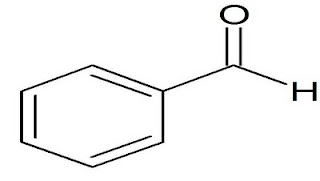
**B.4 Benzaldehida**

Benzaldehida atau fenilmetanal (C6H5CHO) ditemukan oleh Liebig dan Wohler pada tahun 1832. Benzaldehida adalah suatu zat cair yang baunya seperti buah badam pahit, mendidih pada suhu 179 0C, mempunyai titik leleh -26 0C dan mempunyai berat jenis 1,054 pada 140C. Zat ini mempunyai sifat yang mirip dengan sifat aldehida alifatik, yaitu mudah mudah dioksidasi, mereduksi larutan perak dalam ammonia, mudah dioksidasi oleh natrium sulfit sampai terbentuk kristal dan mudah diadisi oleh asam sianida dan hidrogen. Benzaldehida tidak mereduksi larutan fehling, hal ini disebabkan dalam larutan alkalis benzaldehida cepat berubah menjadi benzil alkohol dan asam benzoat (Hollemen, 1951). Sifat lain dari benzaldehida adalah merupakan zat berbentuk cair yang tidak berwarna dan hanya larut sebagian dalam air tetapi mempunyai kelarutan yang besar dalam pelarut organik (Stokes, 1972).

Benzaldehida merupakan senyawa organik aromatik dengan komponen penyusunnya terdiri dari suatu gugus aldehida (CHO) dan suatu gugus benzena. Nama lain dari benzaldehida adalah benzenkarbonal. Gugus karbonil (C=O) dari aldehida terikat langsung pada gugus benzena yang mempunyai ikatan rangkap C=C terkonjugasi.

Adanya atom atom karbon gugus karbonil yang bersifat elektropositif dapat mempercepat reaksinya dengan nukleofil. Reaktifitas gugus karbonil akan menurun bila gugus karbonil dihubungkan dengan gugus pemberi elektron.

Bila elektron pada gugus karbonil mengikat gugus aromatik maka reaktivitas gugus karbonil akan menurun. Hal ini disebabkan oleh sistem konjugasi dari gugus aromatik yang dapat dilihat pada resonansi benzaldehida. Oleh karena itu gugus karbonil pada benzaldehida kurang reaktif dibandingkan dengan gugus karbonil pada aldehida alifatik. Adanya gugus pemberi elektron seperti –OH yang terikat pada cincin benzena akan menurunkan kereaktifan gugus karbonil pada benzena, sedangkan gugus penarik elektron seperti –NO2 akan menambah kereaktifan gugus karbonil pada benzena (Sykes, 1989). Salah satu reaksi yang dapat dialami gugus karbonil adalah reaksi reduksi menjadi benzil alkohol.



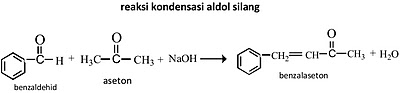
**Gambar 2. Struktur senyawa benzaldehida**

**B.5 Reaksi Kondensasi Aldol Silang**

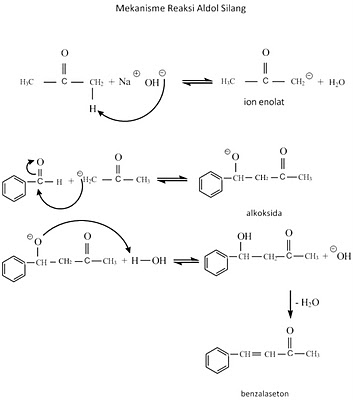
Kondensasi aldol adalah penggabungan antara dua aldehid yang sama sama mempunyai Hα atau salah satu mempunyai Hα yang menghasilkan produk aldol (aldehid dan alkohol) (Sitorus, 2010).

Reaksi kondensasi adalah reaksi penggabungan antara dua molekul sederhana menjadi suatu molekul yang besar dengan atau tanpa hilangnya satu molekul kecil. Kondensasi aldol adalah suatu reaksi adisi nukleofilik dari ion enolat terhadap gugus karbonil dengan produk reaksi berupa β-hidroksialdehida atau β-hidroksiketon.

Kondensasi antara aldehid atau keton dengan karbonil dari aldehid atau keton yang lain disebut kondensasi aldol silang (*cross aldol condensation*). Reaksi kondensasi aldol silang yang melibatkan penggunaan senyawa alkil keton atau aril keton sebagai reaktannya dikenal sebagai reaksi *Claisen-Smidcth*. Adapun reaksi dan mekanismenya sebagaimana terlihat pada Gambar 3 dan 4 berikut :



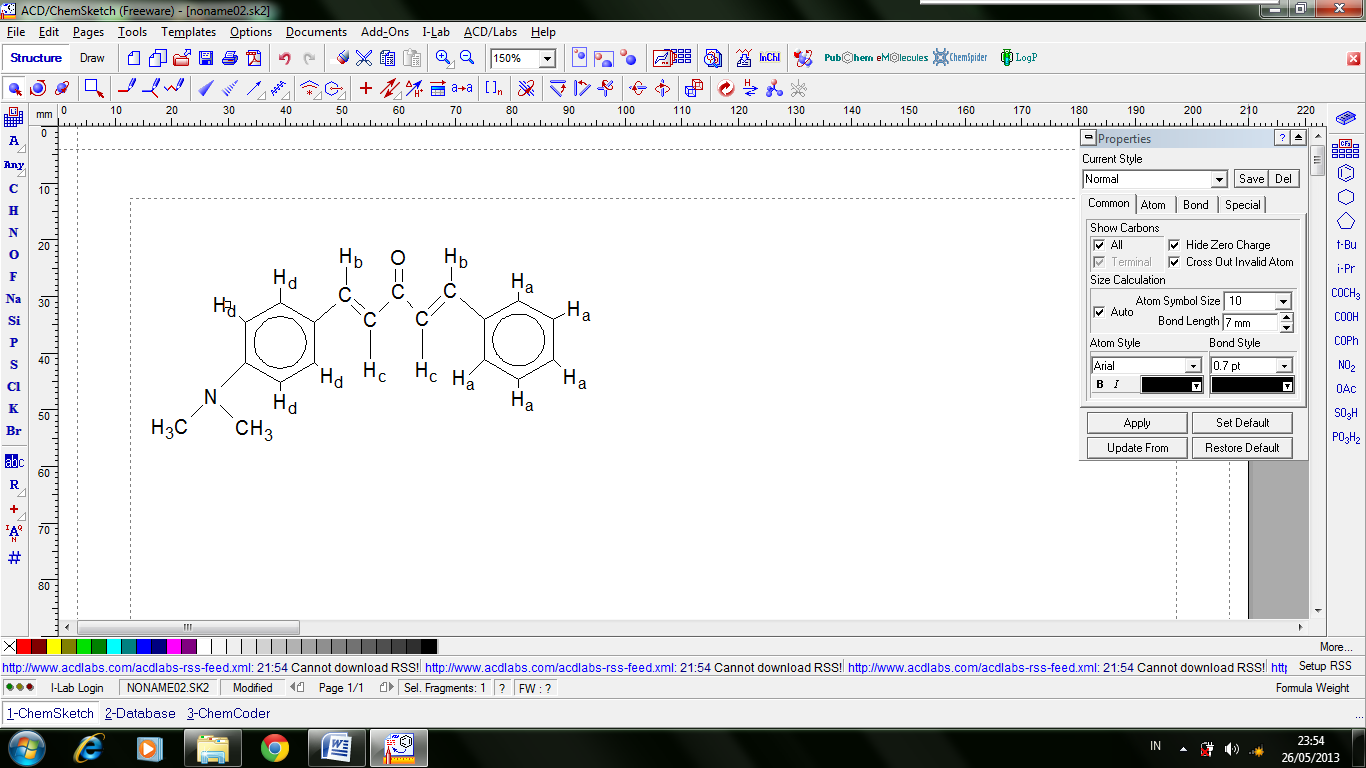
**Gambar 3. Reaksi kondensasi aldol silang**



**Gambar 4. Mekanisme reaksi aldol silang**

Kondensasi aldol silang dapat dilakukan dengan berhasil antara keton dan ester tanpa memperdulikan apakah ester mempunyai Hα atau tidak. Hidrogen α dari keton lebih disukai untuk diikat oleh basa, karena keton lebih asam daripada ester. Karena alasan ini, maka kondensasi aldol silang lebih disukai dari pada reaksi kondensasi dari ester (tanpa melibatkan ketonnya) (Fessenden , 1997).

Struktur senyawa yang akan dihasilkan pada penelitian ini seperti pada Gambar 5.



**Gambar 5. Struktur Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton**

**B.6 Spektroskopi IR**

Suatu radiasi gelombang elektromagnetik yang mengenai materi menyebabkan terjadinya suatu interaksi, di antaranya berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh atom atau molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar UV-*Visible* akan menyebabkan tereksitasinya elektron, sedangkan absorpsi radiasi inframerah menghasilkan energi yang tidak cukup untuk mengeksitasi elektron dan hanya menyebabkan peningkatan amplitudo getaran (vibrasi) atom-atom pada suatu molekul (Fessenden, 1997).

Spektrum infra merah suatu molekul adalah hasil transisi antara tingkat energi getaran (vibrasi) yang berlainan. Inti-inti atom yang terkait oleh ikatan kovalen mengalami getaran atau isolasi dengan cara serupa dengan dua bola yang terikat pada pegas (Supratman, 2010).

Spektrum IR adalah jumlah radiasi IR yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi (panjang gelombang) radiasi. Bila radiasi IR dilewat pada sebuah cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi dasar (*groundstate*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exited state*).

Penyerapan radiasi IR menyebabkan perubahan tingkat energi vibrasi dan berlaku untuk molekul yang mempunyai *momen dipole*. Atom-atom di dalam molekul tidak dalam keadaan diam, tetapi biasanya terjadi peristiwa vibrasi. Hal ini bergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya. Vibrasi molekul sangat khas untuk suatu molekul tertentu dan biasanya disebut vibrasi finger print.

Vibrasi molekul dapat digolongkan atas dua golongan besar, yaitu :

1. Vibrasi regangan (streching)
2. Vibrasi bengkokan (bending)

Vibrasi regangan terjadi jika atom bergerak terus sepanjang ikatan yang menghubungkannya sehingga akan terjadi perubahan jarak antara keduanya, walaupun sudut ikatan tidak berubah. Vibrasi regangan ada dua macam, yaitu:

1. Regangan simetri, unit struktur bergerak bersamaan dan searah dalam satu bidang datar.
2. Regangan asimetri, unit struktur bergerak bersamaan dan tidak searah tetapi masih dalam satu bidang datar.

Vibrasi bengkokan terjadi jika sistim tiga atom merupakan bagian dari sebuah molekul yang lebih besar, maka dapat menimbulkan vibrasi bengkokan atau vibrasi deformasi yang mempengaruhi osilasi atom atau molekul secara keseluruhan. Vibrasi bengkokan ini terbagi menjadi empat jenis, yaitu :

1. Vibrasi goyangan (rocking), unit struktur bergerak mengayun asimetri tetapi masih dalam bidang datar.
2. Vibrasi guntingan (scissoring), unit struktur bergerak mengayun simetri dan masih dalam bidang datar.
3. Vibrasi kibasan (w*agging*), unit struktur bergerak mengibas keluar dari bidang datar.
4. Vibrasi pelintiran (*twisting*), unit struktur berputar mengelilingi ikatan yang menghubungkan dengan molekul induk dan berada di dalam bidang datar.

Pada ikatan kovalen, atom-atom tidak disatukan oleh ikatan yang kaku, kedua atom berikatan karena kedua inti atom tersebut terikat pada pasangan elektron yang sama. Kedua inti atom tersebut dapat bergetar maju mundur dan depan belakang, atau menjauhi masing-masing, dalam posisi yang memungkinkan.

Apabila sebuah energi (gelombang radiasi IR) dengan jumlah yang tepat sama dengan yang dipunyai ikatan tersebut, maka terjadi getaran-getaran menuju ke tingkat yang lebih tinggi. Jumlah energi yang diperlukan untuk melakukan ini tergantung pada ikatan masing-masing, karenanya setiap ikatan-ikatan yang berbeda, akan menyerap frekuensi (energi) infra-merah yang berbeda-beda pula. Vibrasi suatu gugus fungsional spesifik pada bilangan gelombang tertentu. Vibrasi bengkokan C–H dari metilena dalam cincin siklo pentana berada pada daerah bilangan gelombang 1455 cm-1. Artinya jika suatu senyawa spektrum senyawa X menunjukkan pita absorbsi pada bilangan gelombang tersebut tersebut maka dapat disimpulkan bahwa senyawa X tersebut mengandung gugus siklo pentana. Berikut adalah tabel daerah-daerah spektrum untuk gugus fungsional tertentu.

**Tabel 1. Daerah frekuensi gugus fungsional**



Bila suatu molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Energi yang diserap ini akan dibuang dalam bentuk panas bila molekul itu kembali ke keadaan dasar. Dengan demikian spektrofotometri IR dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi dalam suatu molekul (Supratman, 2010).

Spektra inframerah menunjukkan serapan yang dihubungkan dengan sistem vibrasi yang berinteraksi di dalam molekul. Sistem vibrasi setiap molekul mempunyai karakteristik yang unik sehingga pada spektrum juga memberikan pita-pita serapan yang karakteristik. Letak pita dalam spektrum inframerah disajikan sebagai bilangan gelombang dengan satuan cm-1. Hal ini dikarenakan bilangan gelombang secara langsung berbanding lurus dengan energi vibrasi. Daerah inframerah terletak antara spektrum elektromagnetik cahaya *visible* dan spektrum radio, yakni antara 4000-400 cm-1 (Sastrohamidjojo, 2007).

Spektrofotometri inframerah memungkinkan identifikasi gugus fungsional karena gugus fungsi tersebut menunjukkan serapan yang spesifik pada daerah inframerah. Spektrum inframerah khas untuk senyawa tertentu sehingga metode ini tepat untuk menentukan struktur senyawa yang belum dikenal yaitu dengan cara membandingkannya dengan senyawa yang sudah diketahui dan menggunakan tabel korelasi. Sangat jarang dua senyawa organik yang berbeda memiliki spektrum inframerah yang identik baik dalam posisi maupun intensitas puncak-puncaknya (Supratman, 2010).

**B.7 Spektroskopi 1H-NMR**

Spektroskopi 1H-NMR digunakan dalam analisis kualitatif, yaitu dalam karakterisasi senyawa organik. Spektrum dalam 1H-NMR memberikan petunjuk mengenai berbagai perbedaan lingkungan suatu atom H di dalam molekul, berbagai tipe atom H yang saling berdekatan satu sama lainnya dan jumlah atom H dalam suatu molekul (Khopkar,1990). Spektroskopi 1H-NMR didasarkan pada penyerapan gelombang radio oleh inti-inti tertentu dalam molekul organik, apabila molekul ini berada dalam medan magnet yang kuat (Fessenden,1997).

Banyak inti atau berkelakuan seperti magnet bila mereka berputar. Kenyataan setiap inti atom yang memiliki nomer massa ganjil atau no atom ganjil atau keduanya mempunyai momentum angular spin dan momen magnet yang tertentu. Diantara inti-inti yang lebih umum memiliki spin adalah atom-atom sebagai berikut  (1H atau H-1) dan inti karbon-13 (13C atau C-13; kelimpahan alaminya sekitar 1%). Karbon -12 (12C). Setiap inti yang memiliki spin, jumlah kedudukan spin adalah tertentu dan ditentukan oleh bilangan kuantum spin inti. Bilangan ini adalah tetap untuk setiap inti. Inti dengan bilangan kuantum spin I, terdapat kedudukan spin berjumlah 2I+I yang berkisar dengan perbedaan dari +I hingga –I. Kedudukan spin individu sesuai dengan urutan :

-I, ( -I + I),.........( I – I),I

Sebagai contoh, proton ( inti hidrogen ) mempunyai bilangan kuantum spin I = ½ maka ia mempunyai kedudukan spin (2(1/2) + 1 = 2) untuk intinya = -1/2 dan +1/2 (Sastrohamidjojo, 2007).

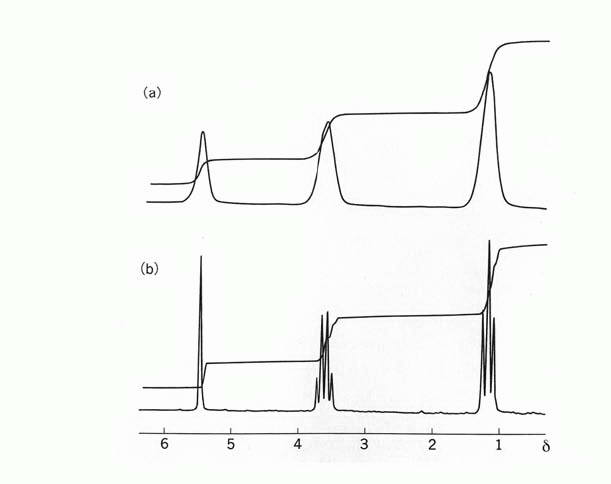
Secara prinsip, frekuensi gelombang elektromagnetik yang diserap ditentukan oleh kekuatan magnet dan jenis inti yang diamati. Namun, perubahan kecil dalam frekuensi diinduksi oleh perbedaan lingkungan kimia tempat inti tersebut berada. Perubahan ini disebut pergeseran kimia. Dalam spektroskopi 1H NMR, pergeseran kimia diungkapkan sebagai nilai relatif terhadap frekuensi absorpsi (0 Hz) tetrametilsilan standar (TMS) (CH3)4Si.

TMS dipilih sebagai standar karena beberapa alasan, diantaranya:

* 1. TMS mempunyai 12 atom hidrogen yang semuanya memiliki lingkungan kimia yang sama. Mereka terikat oleh atom yang sama dengan cara yang sama sehingga tidak hanya menghasilkan puncak tunggal tetapi juga puncak yang kuat (karena ada banyak atom hidrogen).
  2. Hidrogen pada senyawa ini lebih terlindungi dibandingkan pada senyawa lain karena adanya elektron-elektron ikatan C-H. Ini artinya inti hidrogen lebih terlindungi dari medan magnet luar, dan anda harus meningkatkan medan magnet untuk membawa hidrogen ini kembali ke kondisi resonansinya.

Pengaruh dari hal ini adalah TMS menghasilkan puncak yang ekstrim pada sisi kanan. Dan puncak lain akan muncul di sebelah kirinya.

Skala horisontal yang ditunjukkan sebagai (ppm) dinamakan pergeseran kimia/*chemical shift* dan dihitung dalam bagian per juta/*parts per million* (ppm)***.*** Suatu puncak dengan pergeseran kimia, misalnya 2,0 artinya atom-atom hidrogen yang memunculkan puncak tersebut memerlukan medan magnet 2 juta lebih kecil dari medan yang dibutuhkan oleh TMS untuk menghasilkan resonansi. Suatu puncak pada pergeseran kimia 2,0 dikatakan mempunyai medan lebih rendah dari TMS (downfiled).



**Gambar 6. Spektra 1H NMR etanol CH3CH2OH   
 (a) spektrum resolusi rendah, (b) resolusi tinggi**

Pergeseran kimia tiga jenis proton dalam etanol CH3CH2OH adalah sekitar 105,25 dan 490 Hz bila direkam dengan spektrometer dengan magnet 2 1140 T (90 MHz) (Gambar (6a) area frekuensi absorpsi proton adalah 0,9 x 108Hz (90 MHz), pergeseran kimia yang terlibat hanya bervariasi sangat kecil (Sastrohamidjojo, 2007).

Garis bertangga adalah integral intensitas absorpsi. Frekuensi resonansi (frekuensi absorpsi) proton (atau inti lain) sebanding dengan kekuatan magnet spektrometer. Perbandingan data spektrum akan sukar bila spektrum yang didapat dengan magnet berbeda kekuatannya. Untuk mencegah kesukaran ini, skala δ, yang tidak bergantung pada kekuatan medan magnet, dikenalkan. Nilai δ didefinisikan sebagai berikut.

δ = (http://www.chem-is-try.org/wp-content/migrated_images/pengantar/delta.gifν/ν) x 106 (ppm)

http://www.chem-is-try.org/wp-content/migrated_images/pengantar/delta.gifν perbedaan frekuensi resonansi (dalam Hz) inti yang diselidiki dari frekuensi standar TMS (dalam banyak kasus) dan ν frekuensi (dalam Hz) proton ditentukan oleh spektrometer yang sama. Anda harus sadar bahwa Hz yang muncul di pembilang dan penyebut persamaan di atas dan oleh karena itu saling meniadakan. Karena nilai http://www.chem-is-try.org/wp-content/migrated_images/pengantar/delta.gifν/ν sedemikian kecil, nilainya dikalikan dengan 106. Jadi nilai δ diungkapkan dalam satuan ppm. Untuk sebagian besar senyawa, nilai δ proton dalam rentang 0-10 ppm (Takeuci, 2009).

Penemuan pergeseran kimia memberikan berbagai kemajuan dalam kimia. Sejak itu spektroskopi NMR telah menjadi alat yang paling efektif untuk menentukan struktur semua jenis senyawa. Pergeseran kimia dapat dianggap sebagai ciri bagian tertentu struktur. Misalnya, pergeseran kimia proton dalam gugus metil sekitar 1 ppm apapun struktur bagian lainnya. Spektra 1H NMR, intensitas sinyal terintegrasi sebanding dengan jumlah inti yang relevan dengan sinyalnya. Hal ini akan sangat membantu dalam penentuan struktur senyawa organik (Takeuci, 2009).

**B.8 Spektroskopi UV-Vis**

Spektrofotometri merupakan salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan cahaya.

Peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut spektrofotometer. Cahaya yang dimaksud dapat berupa cahaya visibel, UV dan inframerah, sedangkan materi dapat berupa atom dan molekul namun yang lebih berperan adalah elektron valensi. Sinar atau cahaya yang berasal dari sumber tertentu disebut juga sebagai radiasi elektromagnetik. Radiasi elektromagnetik yang dijumpai dalam kehidupan sehari-hari adalah cahaya matahari (Saran, 2011)

Dalam interaksi materi dengan cahaya atau radiasi elektromagnetik, radiasi elektromagnetik kemungkinanan dihamburkan, diabsorbsi atau dihamburkan sehingga dikenal adanya spektroskopi hamburan, spektroskopi absorbsi ataupun spektroskopi emisi. Pengertian spektroskopi dan spektrofotometri pada dasarnya sama yaitu didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik. Namun pengertian spektrofotometri lebih spesifik atau pengertiannya lebih sempit karena ditunjukan pada interaksi antara materi dengan cahaya (baik yang dilihat maupun tidak terlihat). Sedangkan pengertian spektroskopi lebih luas misalnya cahaya maupun medan magnet termasuk gelombang elektromagnetik (Saran, 2011)

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum ultraviolet dan *visible* tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektra ultraviolet dan *visible* dari senyawa senyawa organik berikatan erat dengan transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan energi elektronik. Hal ini disebabkan karena radiasi sinar ultraviolet dan *visible* sering dikenal dengan spektroskopi elektronik. Transisi tersebut biasanya antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan adalah merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan tingkatan energi dari orbital-orbial yang bersangkutan. Pemisahan energi yang paling tinggi diperoleh bila elektron elektron dalam ikatan sigma (σ) tereksitasi sehingga menimbulkan serapan dalam daerah 120-200 nm. Daerah ini dikenal dengan daerah ultra violet *vakum* dan relatif tidak banyak memberikan keterangan. Di atas 200 nm eksitasi elektron dari orbital-orbital p dan d dan orbital ikatan π dapat diukur dan spektra yang diperoleh memberikan banyak keterangan (Sastrohamidjojo, 2007).

**B.9 Titik Leleh**

Titik leleh didefinisikan sebagai temperatur dimana zat padat berubah menjadi cairan pada tekanannya satu atmosfer. Titik leleh suatu zat padat tidak mengalami perubahan yang berarti dengan adanya perubahan tekanan**.** Titik leleh ini sangat penting karena merupakan standar untuk:

1. Identifikasi senyawa yang tidak diketahui. Suatu senyawa yang tidak diketahui dapat diidentifikasi dengan menentukan titik lelehnya. Titik leleh yang didapat dari percobaan kemudian dicocokkan dengan literatur yang ada.

2. Uji kemurnian. senyawa yang telah diketahui namanya untuk lebih meyakinkan bahwa senyawa yang kita miliki benar merupakan senyawa yang dimaksud, bisa dilakukan uji kemurnian dengan uji titik leleh.

3. Menentukan berat molekul dari suatu senyawa. senyawa yang belum diketahui berat molekulnya namun kita mengetahui titik lelehnya, maka untuk mencari berat molekulnya bisa dilakukan dengan metode *rsat* (Fessenden 1986)**.**

**BAB III**

**METODE PENELITIAN**

1. **Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Oktober-November 2013. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia, Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

1. **Alat dan Bahan Penelitian**

**B.1 Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan adalah benzaldehida, aseton, 4-dimetilaminobenzaldehida, NaOH, etanol, metanol, kloroform. Semua bahan dengan kualitas *analytical grade* kecuali akuades.

**B.2 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, penyaring buchner, chamber, *magnetic stirer,*evaporator Buchi,spektrometer inframerah, spektrometer 1H-NMR 300 MHz,dan spektrometer UV-Visibel.

**C. Prosedur Penelitian**

**C.1 Sintesis Senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton**

Sebanyak 4,91 (0,03 mol) gram 4-dimetilaminobenzaldehida, 3,18 (0,03 mol) gram benzaldehida dan 1,74 (0,03 mol) gram aseton dimasukan ke dalam gelas piala secara dan perlahan. Sintesis dilakukan didalam lemari asam selanjutnya ditambahkan larutan NaOH 10 % yang telah dilarutkan dengan etanol:akuades (1:1) tetes demi tetes dan didiamkan selama 1 jam dalam keadaan ditutup rapat dengan alumunium Foil. Campuran kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirer* selama variasi waktu yaitu 3, 4 dan 6 jam dalam wadah yang berisi es. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades, disaring, dan dikeringkan di bawah lampu pijar kemudian ditimbang berat hasil sintesisnya. Produk yang diperoleh diukur titik leburnya dan dikarakterisasi menggunakan spektrometer IR dan 1H-NMR.

**C.2 Uji potensi senyawa hasil sintesis sebagai senyawa tabir surya**

Uji potensi senyawa tabir surya ini dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi 1, 2, 5, 10 dan 15 ppm. Langkah awal yang dilakukan adalah dibuat menjadi larutan baku sebesar 100 ppm dengan cara melarutkan 10 mg sampel dengan pelarut etanol pada labu takur 100 mL hingga volume 100 mL pada labu takar tersebut. Kemudian untuk mendapatkan larutan dengan variasi yang diinginkan dilakukan dengan menggunakan metode pengenceran. Dengan metode pengenceran pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan pada konsentrasi 1 ppm pada panjang gelombang 290-450 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan interval 5 nm sampai dihasilkan nilai absorbansi 0,05. Rata-rata nilai serapan dari masing masing larutan merupakan harga log SPF yang selanjutnya dapat dikonversi menjadi harga SPF.