

RINGKASAN

OPTIMASI DAYA DAN WAKTU PADA SINTESIS SENYAWA *N*-FENIL-*N'*-BENZOILTIOUREA DENGAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

Fira Firdausi

Senyawa turunan benzoiltiourea selain mempunyai aktivitas sebagai penekan sistem saraf pusat, juga mempunyai berbagai aktivitas biologis yang penting lainnya, yaitu sebagai antivirus, antituberkulosa, fungisida, herbisida dan juga insektisida.

Pada penelitian ini telah dicoba dilakukan sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea, yang merupakan salah satu senyawa turunan benzoiltiourea dengan penambahan gugus fenil dimana dengan penambahan gugus fenil ini diharapkan dapat meningkatkan lipofilitasnya sehingga dapat meningkatkan aktivitasnya sebagai penekan sistem saraf pusat.

Sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea ini dilakukan dengan menggunakan metode iradiasi gelombang mikro bebas pelarut dimana penggunaan teknologi gelombang mikro ini dapat meningkatkan kemurnian produk hasil, mempertinggi persentase hasil, memperpendek waktu reaksi, dan mengurangi penggunaan pelarut. Selain itu juga mempunyai efisiensi dan selektifitas yang tinggi, preparasi dan pemurnian yang mudah serta ramah lingkungan. Namun, penggunaan metode iradiasi gelombang mikro ini membutuhkan waktu reaksi dan daya yang sesuai/optimal agar didapatkan senyawa hasil reaksi yang diinginkan dengan persentase hasil yang besar dan kemurnian yang tinggi. Sehingga, pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea dengan menggunakan iradiasi gelombang mikro dengan beberapa daya dan waktu yang berbeda sehingga didapatkan metode sintesis yang memberikan hasil yang optimal dengan persentase hasil yang besar.

Sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea dilakukan melalui dua tahap reaksi dengan masing-masing tahap diberikan iradiasi gelombang mikro sebesar 110 watt dan 330 watt selama 15 detik, 30 detik, dan 45 detik. Pada tahap pertama, reaksi antara benzoil klorida dengan amonium tiosianat dan ditambahkan PEG-400 sebagai katalis perpindahan fase. Pada tahap kedua terjadi reaksi antara benzoil isotiosianat hasil reaksi tahap pertama dengan anilin.

Hasil reaksi tersebut dilarutkan dalam diklorometana lalu disaring. Filtrat yang diperoleh dicuci dengan larutan HCl 3N dan kemudian dicuci dengan larutan NaHCO₃ jenuh. Setelah itu pelarut diuapkan. Kristal yang terbentuk dicuci dengan air dan etanol lalu direkristalisasi dengan campuran pelarut diklorometan dan etanol (1:1) yang dipanaskan untuk mendapatkan kristal yang murni.

Senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea yang dihasilkan berupa kristal berbentuk jarum, tidak berwarna dengan massa yang ringan seperti kapas. Dari percobaan yang dilakukan, dapat diketahui bahwa kondisi sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-

benzoiltiourea dengan iradiasi gelombang mikro yang paling optimal yaitu pada daya 110 watt selama 30 detik, dengan persentase hasil sebesar $71,45\% \pm 7,11\%$.

Untuk mengetahui kemurnian senyawa hasil sintesis, senyawa diuji dengan kromatografi lapis tipis dengan berbagai macam eluen yaitu kloroform : etil asetat (30:1), kloroform : aseton (5:1) dan n-heksana : etil asetat (5:2) dan diukur jarak lebarnya. Jarak lebur *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea mempunyai rentang yang sempit yaitu 149-151°C.

Sebagai analisis senyawa hasil sintesis, dilakukan identifikasi senyawa hasil sintesis dengan menggunakan spektrofotometer UV, spektrofotometer infra merah dan spektrometer resonansi magnetik inti.

Dari penelitian ini disarankan sintesis senyawa *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea dengan iradiasi gelombang mikro sebaiknya dilakukan pada kondisi yang optimal, yaitu pada daya 110 watt 30 detik agar didapatkan hasil yang maksimal. Setelah dilakukan sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea, perlu dilakukan uji aktivitas pada sistem saraf pusat untuk mengetahui aktivitas senyawa pada sistem saraf pusat. Hal ini dilakukan karena senyawa ini dikembangkan dari turunan barbiturat yang mempunyai aktivitas sebagai penekan sistem saraf pusat (SSP).



ABSTRACT

The Optimation of power and time in the synthesis of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea using microwave irradiation

The use of microwave technology in organic synthesis has received considerable attention. This technology can increase the purity of the resulting products, enhance the chemical yield and shorten the reaction time. In this study, microwave irradiation is used to synthesize of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea, a thiourea derivate that have been found to proress many important biological activities, such as exhibit antiviral, antituberculous, fungicidal, insecticides, and herbisidal activities.

Synthesis of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea was carried out by the following procedure: benzoyl chloride (10 mmol) was added dropwise to ammonium thiocyanat (12 mmol). PEG-400 (0,1ml) was used as the phase transfer catalyst. The reaction mixture were subjected to microwave irradiation (110 W and 330 W) for 15 seconds, 30 seconds, and 45 seconds. After cooling room temperature, to the mixtures were slowly added aniline (10 mmol). Then, the reaction mixtures were subjected to microwave irradiation (110 W and 330 W) for 15 seconds, 30 seconds, and 45 seconds again. And then, the reaction mixtures were washed with water and ethanol. Finally, the products were recrystalyzed from mixture of ethanol and dichlorometane (1:1). The crystals were confirmed by TLC, melting point, UV-Vis Spectrofotometer, IR spectroscopy, and ¹H NMR.

The result showed that *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea was a needle, colourless like cotton. The optimum power and time of microwave irraiation in the synthesis of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea were 110 W for 30 seconds, and the average yield was 71,45% ± 7,11%.

Keywords: *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea, synthesis, microwave irradiation