

RINGKASAN

Pada penelitian ini dilakukan perbandingan persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea dengan sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea. Perbandingan sintesis ini dilakukan karena adanya perbedaan bahan awal sintesis yaitu adanya substituen kloro posisi *orto* pada 2-klorobenzoilklorida (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea) dengan benzoilklorida yang tidak memiliki substituen kloro (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea). Substituen kloro pada posisi *orto* tersebut akan menyebabkan perbedaan kereaktifan yang mempengaruhi persentase hasil sintesis untuk masing-masing senyawa.

Substituen pada cincin benzena akan mempengaruhi kereaktifan atom C karbonil. Atom kloro yang terdapat pada 2-klorobenzoilklorida bersifat elektronegatif sehingga mempunyai efek induktif menarik elektron dari cincin aromatis. Selain itu, adanya substituen kloro pada posisi *orto* tersebut akan menimbulkan rintangan sterik terhadap reaksi substitusi asil nukleofilik. Kedua efek ini akan menyebabkan reaksi substitusi asil nukleofilik sulit terjadi (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Sintesis kedua senyawa dilakukan dengan metode reaksi yang sama yaitu dengan menggunakan pendingin refluks. Reaksi yang terjadi pada sintesis ini terdiri dari dua tahap yaitu pada tahap pertama adalah reaksi substitusi asil nukleofilik antara 2-klorobenzoilklorida (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea) dan benzoilklorida (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea) dengan amonium tiosianat selama satu jam. Pada tahap kedua, reaksi yang terjadi adalah adisi nukleofilik antara anilina dengan hasil reaksi tahap pertama yaitu benzoil isotiosianat (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea) dan 2-klorobenzoil isotiosianat (pada sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea) selama 3 jam dan hasil reaksi direkristalisasi dengan pelarut campuran etanol : diklorometana (1 : 1).

Senyawa hasil sintesis yang telah direkristalisasi kemudian diuji dengan kromatografi lapis tipis dengan berbagai macam eluen yaitu kloroform : metanol = 8:1, kloroform:n-Heksan:etil asetat = 3:3:1, dan kloroform:etil asetat = 30:1 untuk sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea sedangkan pada sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea digunakan kloroform : metanol = 8:1, kloroform:nHeksan:etil asetat = 3:3:1, dan kloroform:etil asetat = 30:1. Berdasarkan hasil KLT yang telah dilakukan, diketahui bahwa senyawa hasil sintesis hanya mempunyai satu noda dengan harga *R_f* yang berbeda dengan harga *R_f* senyawa pembanding sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis tunggal dan murni secara KLT.

Selain uji kromatografi lapis tipis, kemurnian senyawa hasil sintesis dapat diketahui dengan menentukan jarak leburnya. Hasil penentuan jarak lebur kedua senyawa hasil sintesis, baik *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea maupun *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea mempunyai jarak lebur yang sempit sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis telah murni.

Identifikasi dengan *TLC Scanner* dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus kromofor yang menyebabkan terbentuknya puncak pada spektrum senyawa hasil

sintesis dan senyawa pembanding yang digunakan dalam uji KLT. Berdasarkan spektrum hasil *scanning* pelat KLT senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea, didapatkan satu puncak pada panjang gelombang 269 nm yang berasal dari gugus kromofor cincin aromatik (benzena). Puncak dari spektrum senyawa pembanding yaitu asam benzoat yang mempunyai 2 puncak pada 225 nm dan 273 nm, serta puncak dari benzoilklorida yaitu pada 231 nm dan 271 nm, serta anilina yang tidak tampak puncaknya karena konsentrasinya kecil. Perbedaan bentuk spektrum dan puncaknya menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis bukanlah asam benzoat, benzoilklorida atau anilina.

Pada spektrum senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea didapatkan satu puncak pada 270 nm. Sedangkan pada anilina tidak terlihat puncaknya karena konsentrasinya sangat kecil. Senyawa pembanding yang lainnya yaitu 2-klorobenzoilklorida menunjukkan puncak pada 232 nm dan 279 nm. Sedangkan asam 2-klorobenzoat menunjukkan puncaknya pada 227 nm dan 277 nm. Perbedaan spektrum dan puncak yang dimiliki oleh senyawa pembanding dan senyawa hasil reaksi sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea menunjukkan bahwa senyawa hasil reaksi bukanlah asam 2-klorobenzoat, 2-klorobenzoilklorida ataupun anilina.

Berdasarkan spektrum infra merah yang dihasilkan dari senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea menunjukkan adanya gugus -NH ulur pada daerah 3277 cm^{-1} dan gugus -C=O ulur amida pada daerah 1672 cm^{-1} yang menunjukkan struktur senyawa amida sekunder. Selain itu juga terdapat puncak pita pada daerah 1535 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C=C ulur aromatik dan gugus C-H ulur aromatik pada daerah 3000 cm^{-1} , juga puncak pita pada daerah 1148 cm^{-1} yang menunjukkan gugus C=S . Dari interpretasi gugus-gugus yang ada pada spektrum dapat disimpulkan bahwa struktur senyawa hasil sintesis mengandung gugus amida sekunder, cincin aromatik dan tiokarbonil yang sesuai dengan gugus-gugus yang terdapat pada struktur senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea.

Berdasarkan spektrum senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea dan interpretasinya juga menunjukkan adanya gugus-gugus yang sama dengan *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea antara lain gugus -NH ulur pada 3160 cm^{-1} dan gugus -C=O ulur amida pada 1680 cm^{-1} yang menunjukkan struktur senyawa amida sekunder, gugus C=C ulur aromatik pada 1535 cm^{-1} dan gugus C-H ulur aromatik pada 3019 cm^{-1} , juga gugus C=S pada 1169 cm^{-1} . Perbedaan antara kedua senyawa tersebut adalah adanya gugus -C-Cl aromatik pada senyawa *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea dan ini dapat ditunjukkan dengan adanya puncak pita pada daerah 727 cm^{-1} .

Identifikasi senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea dengan spektrometer resonansi magnetik inti proton ($^1\text{H-RMI}$) menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 7,18- 7,95 ppm dari 10 atom H cincin aromatik, pergeseran kimia pada 9,10 ppm dari atom H gugus NHC=S serta pergeseran kimia pada 12,56 ppm dari atom H gugus NHC=O . Banyaknya jumlah atom H dan posisinya yang sesuai dengan atom H pada struktur *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea. Sedangkan pada senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 7,25-7,82 ppm dari 9 atom H cincin aromatik, pergeseran kimia pada 9,25 dari atom H gugus NHC=S , serta pergeseran kimia pada 12,33

ppm dari atom H gugus NHC=O . Berdasarkan jumlah atom H dan posisinya yang sesuai dengan atom H pada struktur *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea.

Berdasarkan proses sintesis yang telah dilakukan, diperoleh rata-rata persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea sebesar $70,32 \pm 1,49$ % dan rata-rata persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea sebesar $67,40 \pm 1,07$ %. Untuk mengetahui persentase hasil yang lebih besar antara sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea, maka dilakukan analisis statistik uji t dua sampel bebas dengan hipotesis satu sisi (*one tailed hypothesis*). Berdasarkan analisis yang telah dilakukan, didapatkan harga t hitung = 2,75 yang lebih besar dibandingkan dengan harga t tabel = 2,132. Hal ini menunjukkan bahwa persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea lebih kecil daripada persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea.

Hasil yang didapatkan ini sesuai dengan hipotesis penelitian, yaitu adanya substituen kloro posisi *orto* pada 2-klorobenzoilklorida akan menurunkan kereaktifan senyawa yang disebabkan oleh adanya efek induktif penarik elektron dan adanya rintangan sterik terhadap terjadinya reaksi sehingga memberikan persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea yang lebih kecil dibandingkan dengan *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea.

Setelah dilakukan sintesis *N*-fenil-*N'*-2-klorobenzoiltiourea dan *N*-fenil-*N'*-benzoiltiourea, perlu dilakukan uji aktivitas pada sistem saraf pusat untuk mengetahui aktivitas kedua 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 Comparison of Yield Percentage of the Synthesis of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea with the Synthesis of *N*-phenyl-*N'*-2-chlorobenzoylthiourea

The study was conducted to find out the influence of chlor substitute in *ortho* position in 2-chlorobenzoylchloride. The influence could be seen from each yield percentage of the compounds. Both compounds were synthesized with the same method, which is reflux method. The result shows that *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea crystal was a needles, colorless, and lightweight crystal with average yield of $70,32 \pm 1,49$ %. While the *N*-phenyl-*N'*-2-chlorobenzoylthiourea crystal was a plate, colorless, and lightweight crystal with average yield of $67,40 \pm 1,07$ %. The crystal was analyzed using TLC scanner, IR spectrophotometer, $^1\text{H-NMR}$, and then analyzed for its melting point.

A statistical analysis was performed on the result, using the one tailed *t* test (significance level, $\alpha = 0,05$), to test the hypothesis of the study. The result were $t_{\text{test}} = 2,75$ and $t_{\text{table}} = 2,132$, which then can be concluded that the yield percentage of the synthesis of *N*-phenyl-*N'*-2-chlorobenzoylthiourea was fewer than the synthesis of *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea.

Keywords : *N*-phenyl-*N'*-benzoylthiourea, *N*-phenyl-*N'*-2-chlorobenzoylthiourea, reflux method