

RINGKASAN

PERBANDINGAN HASIL SINTESIS *N*-FENIL-*N'*-(4-KLOROBENZOIL)TIOUREA MENGUNAKAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO DENGAN DAN TANPA MEDIA CELITE

Ita Rahmawati

Penelitian ini dilakukan sintesis senyawa turunan tiourea yaitu *N*-fenil-*N'*-(4-klorobenzoil)tiourea pada dua macam kondisi yang berbeda dan metode yang sama yaitu dengan dan tanpa media celite dalam proses sintesisnya yang menggunakan iradiasi gelombang mikro. Penggunaan media celite sebagai penyokong padat pada sintesis *N*-fenil-*N'*-(4-klorobenzoil) tiourea ini dikarenakan dalam reaksinya tanpa pelarut organik atau disebut dengan "kondisi media kering" yang diiradiasi dengan gelombang mikro sehingga reaksinya dapat berjalan dengan cepat. Proses sintesis dengan metode iradiasi gelombang mikro, mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Wei dkk (2004) dalam mensintesis turunan *N*-fenil-*N'*-aroil tiourea dengan aktivitas sebagai herbisida, insektisida dan penekan sistem saraf pusat. Dengan demikian sintesis *N*-fenil-*N'*-(4-klorobenzoil)tiourea dapat dilakukan dengan iradiasi gelombang mikro dengan dan tanpa media celite. Sehingga dapat diketahui perbandingan hasil sintesis antara senyawa dengan media celite dan tanpa media celite.

Sintesis *N*-fenil-*N'*-(4-klorobenzoil)tiourea dilakukan melalui dua tahap reaksi. Reaksi tahap pertama yaitu reaksi substitusi nukleofilik antara 4-klorobenzoil klorida, amonium tiosianat, dan PEG-400 sebagai katalis perpindahan fase. Pada reaksi tahap pertama ini ditambahkan celite (*solid support*) untuk kondisi menggunakan media celite. Hasil reaksi tahap pertama dilanjutkan dengan reaksi tahap kedua dengan penambahan anilina. Kedua tahap reaksi tersebut dilakukan dengan menggunakan iradiasi gelombang mikro dengan *microwave oven multimode apparatus* dengan frekuensi 2,45 GHz selama 50 detik 110 Watt. Hasil reaksi kemudian diekstraksi dengan diklorometana dan filtrat hasil reaksi dicuci dengan HCl 4 N dilanjutkan dengan larutan NaHCO₃ jenuh sampai pH netral kemudian diuapkan pelarutnya. Kristal yang terbentuk dicuci dengan etanol lalu direkristalisasi dengan campuran diklorometana-etanol (1:1) dan didapatkan kristal jarum putih kekuningan yang tidak berbau.

Hasil reaksi diuji kemurnian dan diidentifikasi strukturnya. Dari uji kemurnian dengan KLT menggunakan berbagai eluen antara lain heksana : etil asetat (9 : 1), heksana : kloroform (7 : 3), dan heksana : kloroform : etil asetat : metanol (5 : 3 : 1 : 1) didapatkan hanya satu noda. Dari penentuan jarak lebur didapatkan rentang jarak lebur yang tajam, yaitu 144 – 146 °C untuk senyawa *N*-fenil-*N'*-(4-klorobenzoil)tiourea tanpa media celite dan jarak lebur antara 143 - 145 °C untuk senyawa dengan media celite.

Pada senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N*-(4-klorobenzoil)tiourea tanpa media celite, dari identifikasi struktur didapatkan data sebagai berikut : analisis dengan spektrofotometer UV-VIS, dalam pelarut etanol memiliki λ max 261,0 nm. Hasil identifikasi dengan spektrometer IR, pada spektrumnya terdapat puncak pita pada daerah 1593 cm^{-1} (C=C ulur aromatik), daerah 1667 cm^{-1} (C=O ulur amida), daerah 3333 cm^{-1} (N-H ulur), daerah 1146 cm^{-1} (C=S), daerah 3028 cm^{-1} (C-H ulur aromatik), dan daerah 1092 cm^{-1} (C-Cl). Hasil analisis dengan spektrometer RMI didapatkan pergeseran kimia pada $7,25 - 7,88\text{ cm}^{-1}$ ppm (multiplet) dari 9 atom H dari cincin aromati, pergeseran kimia $9,09\text{ cm}^{-1}$ ppm (singlet) dari 1 atom H gugus -HN-C=S, pergeseran kimia $12,48\text{ cm}^{-1}$ ppm (singlet) dari 1 atom H gugus -HN-C=O. Dari berbagai identifikasi struktur di atas menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah *N*-fenil-*N*-(4-klorobenzoil)tiourea. Pada senyawa hasil sintesis *N*-fenil-*N*-(4-klorobenzoil)tiourea dengan media celite, dari identifikasi strukturnya didapatkan hasil data yang sama dengan identifikasi struktur pada sintesis senyawa tanpa penggunaan media celite.

Dari replikasi tiga kali sintesis *N*-fenil-*N*'-(4-klorobenzoil)tiourea tanpa media celite didapatkan persentase hasil rata-rata 67,75 %, sedangkan dengan media celite didapatkan persentase hasil rata-rata 53,86 %. Hasil yang didapatkan dari penelitian ini sesuai dengan hipotesis peneletian, yaitu adanya perbedaan persentase hasil sintesis *N*-fenil-*N*'-(4-klorobenzoil)tiourea menggunakan iradiasi gelombang mikro dengan dan tanpa media celite.

Pada sintesis *N*-fenil-*N*'-(4-klorobenzoil)tiourea dengan metode iradiasi gelombang mikro disarankan dalam proses sintesisnya tidak menggunakan media celite (*solid support*) agar didapatkan persentase hasil yang optimal dan perlu dilakukannya uji aktivitas dari senyawa hasil sintesis untuk membuktikan efek sebagai penekan sistem saraf pusat.

ABSTRACT

The Comparison of The Synthesis Yields of *N*-phenyl-*N'*-(4-chlorobenzoyl)thiourea Using Microwave Irradiation With and Without celite media

The purpose of this research was to do synthesis of *N*-phenyl-*N'*-(4-chlorobenzoyl)thiourea with and without celite media using a simple and rapid method for synthesis have been done under microwave irradiation and solvent-free conditions. Synthesis *N*-phenyl-*N'*-(4-chlorobenzoyl)thiourea occurred in two-step reactions, which were acyl nucleophilic in the first step and nucleophilic addition in the second step.

The observed percentage yield of *N*-phenyl-*N'*-(4-chlorobenzoyl)thiourea without celite media was 67,75 %, higher than that of with celite media which was 53,86 %. The both compounds were obtained as yellowish white crystals. Structure of the both synthesized compounds were identified using UV-VIS, Infra Red (IR), and Nuclear Magnetic Resonance ($^1\text{H-NMR}$). The same synthesis products were obtained and only different on the percentage yield of synthesis product.

Keyword : Synthesis, *N*-phenyl-*N'*-(4-chlorobenzoyl)thiourea, microwave irradiation, celite media.

