

## RINGKASAN

**PENGARUH GUGUS SULFONAT PADA SINTESIS SENYAWA ASAM-4-(2-(2-KLOROFENIL)-4-OKSOKUINAZOLIN-3(4H)-IL)-BENZENA SULFONAT DENGAN METODE IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

Ghilman Razaqa Ghani Iskandar

Sintesis senyawa target asam-4-(2-(2-klorofenil)-4-okso kuinazolin-3(4H)-il)-benzenasulfonat (**2-Q-2**) dan senyawa pembanding 2-(2-klorofenil)-3-fenilkuinazolin-4(3H)-on (**2-Q-0**) diperoleh dari reaksi antara 2-(2-klorofenil)-4H-benzo[d][1,3]oksazin-4-on (**2-B-0**) dengan asam sulfanilat dan 2-(2-klorofenil)-4H-benzo[d][1,3]oksazin-4-on (**2-B-0**) dengan anilina. Dari sintesis kedua senyawa tersebut kemudian akan ditentukan pengaruh gugus sulfonat pada reaksi tahap kedua sintesis senyawa **2-Q-2**. Parameter yang digunakan adalah waktu yang diperlukan untuk mencapai kesempurnaan reaksi. Sintesis kedua senyawa tersebut mengikuti mekanisme reaksi substitusi asil nukleofilik yang diikuti proses siklisasi membentuk cincin laktam. Pada penelitian ini, sintesis **2-Q-0** dan **2-Q-2** dilakukan pada kondisi reaksi yang sama. Perbedaan antara kedua senyawa tersebut adalah adanya substituen sulfonat ( $-\text{SO}_3\text{H}$ ) pada **2-Q-2** yang akan mempengaruhi kereaktifan reaksi. Gugus sulfonat ( $-\text{SO}_3\text{H}$ ) pada asam sulfanilat diduga menyebabkan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-2** sulit terjadi karena gugus sulfonat mengakibatkan terjadinya efek resonansi pada pasangan elektron bebas dari atom N sehingga nukleofilitas dari atom N pada asam sulfanilat menurun. Hal tersebut diduga menyebabkan waktu yang diperlukan untuk mencapai kondisi kesempurnaan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-2** lebih lama dari waktu yang diperlukan untuk mencapai kondisi kesempurnaan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-0**.

Reaksi sintesis **2-Q-0** dan **2-Q-2** terdiri dari 2 tahap. Reaksi tahap pertama yaitu reaksi pembentukan senyawa **2-B-0** dari bahan awal asam antranilat dan 2-klorobenzoil klorida. Reaksi tahap pertama dilakukan pada suhu ruang selama 30 menit. Reaksi tahap kedua yaitu reaksi sintesis senyawa pembanding **2-Q-0** dan senyawa target **2-Q-2** yang dilakukan dengan menggunakan iradiasi gelombang mikro berdaya 540 Watt.

Identifikasi struktur dilakukan dengan tiga metode yang berbeda yaitu spektrofotometri UV, spektrofotometri inframerah (IR), dan spektroskopi resonansi magnetik inti ( $^1\text{H-RMI}$ ). Spektrum UV **2-B-0** menunjukkan adanya dua puncak serapan pada panjang gelombang 219 nm dan 276 nm. Spektrum IR **2-B-0** menunjukkan adanya gugus  $-\text{C}=\text{O}$  ester ( $1768\text{ cm}^{-1}$ ), gugus  $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$  ( $1272\text{ cm}^{-1}$  dan  $1223\text{ cm}^{-1}$ ), gugus  $-\text{C}=\text{C}$

aromatis ( $1625\text{ cm}^{-1}$  dan  $1474\text{ cm}^{-1}$ ), gugus  $sp^2$  C-H ( $3032\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-Cl ( $760\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-N ( $1315\text{ cm}^{-1}$ ), dan gugus –C=N ( $1605\text{ cm}^{-1}$ ). Spektrum  $^1\text{H-RMI}$  menunjukkan adanya pergeseran kimia atom H dari kedua cincin aromatis (7,38-8,27 ppm, doublet dan multiplet).

Analisis spektrofotometri UV hasil reaksi **2-B-0** dengan anilina menunjukkan adanya dua puncak serapan pada panjang gelombang 265 nm dan 302 nm. Spektrum IR hasil reaksi **2-B-0** dengan anilina menunjukkan adanya gugus –C=O amida ( $1649\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C=C aromatis ( $1604\text{ cm}^{-1}$  dan  $1475\text{ cm}^{-1}$ ), gugus  $sp^2$  C-H ( $3088\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-Cl ( $758\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-N ( $1049\text{ cm}^{-1}$ ), dan gugus –N-H ( $3283\text{ cm}^{-1}$ ). Spektrum  $^1\text{H-RMI}$  menunjukkan adanya pergeseran kimia atom H dari ketiga cincin aromatis (7,08-8,26 ppm ; doublet, triplet, dan multiplet), dan atom H dari dua gugus –N-H sekunder (10,44 ppm dan 11,05 ppm, singlet). Hasil identifikasi struktur menunjukkan **2-Q-0** tidak terbentuk dan diperoleh hasil berupa senyawa asiklis 2-kloro-N-(2-(fenilkarbamoil)fenil)benzamida (**2-Q-0-asiklis**). Senyawa asiklis tersebut masih dapat digunakan sebagai senyawa pembanding karena reaksinya diketahui telah mencapai kesempurnaan reaksi.

Analisis spektrofotometri UV hasil reaksi **2-B-0** dengan asam sulfanilat menunjukkan adanya tiga puncak serapan pada panjang gelombang 229 nm, 257 nm, dan 305 nm. Spektrum IR hasil reaksi **2-B-0** dengan asam sulfanilat menunjukkan adanya gugus –C=O amida ( $1669\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C=C aromatis ( $1587\text{ cm}^{-1}$  dan  $1512\text{ cm}^{-1}$ ), gugus  $sp^2$  C-H ( $3064\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-Cl ( $757\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C-N ( $1048\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –C=N ( $1604\text{ cm}^{-1}$ ), gugus –S=O ( $1302\text{ cm}^{-1}$  dan  $1238\text{ cm}^{-1}$ ), dan gugus –S-O ( $650\text{ cm}^{-1}$ ). Spektrum  $^1\text{H-RMI}$  menunjukkan adanya pergeseran kimia atom H dari ketiga cincin aromatis (7,20-8,58 ppm ; doublet, triplet, dan multiplet), dan atom H dari gugus –O-H (11,76 ppm, singlet). Hasil identifikasi struktur menunjukkan **2-Q-2** telah terbentuk

Hasil penelitian menunjukkan kesempurnaan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-0** (hasil reaksi sebagai **2-Q-0-asiklis**) dicapai pada waktu 60 menit dan kesempurnaan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-2** dicapai pada waktu 2 menit. Hasil tersebut berkebalikan dengan hipotesis yang telah dibuat. Penelitian terdahulu membuktikan bahwa gugus sulfonat meningkatkan reaktivitas reaksi melalui penentuan nilai konstanta substituen dengan aturan Hammett. Hasil penelitian tersebut menunjukkan efek gugus sulfonat sebagai substituen dapat meningkatkan laju suatu reaksi melalui nilai konstanta substituen yang besar. Nilai konstanta substituen yang besar berbanding lurus terhadap peningkatan laju reaksi. Berdasarkan pendekatan terhadap penelitian tersebut, dapat disimpulkan bahwa waktu yang diperlukan untuk mencapai kesempurnaan reaksi tahap kedua sintesis **2-Q-2** lebih cepat dari waktu yang diperlukan untuk mencapai kesempurnaan reaksi tahap kedua

sintesis **2-Q-0** (hasil reaksi sebagai **2-Q-0-asiklis**). Hal tersebut disebabkan oleh adanya gugus sulfonat pada reaksi sintesis **2-Q-2** dan tidak adanya gugus sulfonat pada reaksi sintesis **2-Q-0**.

## ABSTRACT

**THE EFFECT OF SULFONATE GROUPS ON SYNTHESIS OF 4-(2-(2-CHLOROPHENYL)-4-OXOQUINAZOLIN-3(4H)-YL) BENZENESULFONIC ACID WITH MICROWAVE IRRADIATION METHOD**

Ghilman Razaqa Ghani Iskandar

This study aims to determine the effect of sulfonate groups on the second-stage reaction of the synthesis 4-(2-(2-chlorophenyl)-4-oxoquinazolin-3(4H)-yl)benzenesulfonic acid (**2-Q-2**) through the time parameters needed to reach the perfection of the second stage reaction. The comparator used is a similar compound having no sulfonate group, 2-(2-chlorophenyl)-3-phenylquinazolin-4(3H)-one (**2-Q-0**). The **2-Q-2** compounds are synthesized from the starting materials 2-(2-chlorophenyl)-4H-benzo[d][1,3]oxazin-4-one (**2-B-0**) and sulfanilic acid, while **2-Q-0** synthesized from **2-B-0** and aniline. Both compounds are synthesized by microwave irradiation method with 540 Watt power.

The structure of resulted compound were identified by UV spectrophotometry, infrared (IR) spectrophotometry, and nuclear magnetic resonance spectroscopy (<sup>1</sup>H-NMR). The synthesis of **2-Q-0** yields an acyclic compound of 2-chloro-N-(2-(phenylcarbamoyl)phenyl)benzamide (**2-Q-0-acyclic**) with time reaction for 60 minutes, and **2-Q-2** synthesis yields a **2-Q-2** cyclic compound with time reaction for 2 minutes. Both of these reactions can still be compared because both reactions have achieved their respective conditions of reaction perfection.

It can be concluded that the second-stage reaction of synthesis of **2-Q-2** requires a faster time to reach its reaction perfection than the time required to reach the perfection of the second-stage reaction of synthesis of **2-Q-0-acyclic**.

Keywords : microwave irradiation, sulfonate, 4-(2-(2-chlorophenyl)-4-oxoquinazolin-3(4H)-yl)benzenesulfonic acid, 2-(2-chloro phenyl)-3-phenylquinazolin-4(3H)-one, the perfection of the reaction