LAMPIRAN A

Bagan Alir Sintesis Asam 2-(3-Benzoiltioureido) Etanoat

15 mmol Amonium tiosianat (1,14 gram)
10 mmol Benzoil klorida (1,2 ml)
20 ml THF

↓ diaduk 30 menit (suhu kamar)

suspensi : - benzoil isotiosianat
          - amonium tiosianat
          - NH_4Cl
          - THF

↓ ⊕ 5 mmol Asam aminoetanoat (0,375 g) dalam air
       3 tetes PEG-400
       direfluk 3 jam

larutan : - asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat
        - asam benzoat
        - NH_4Cl
        - H_2O
        - THF

- THF diuapkan
- disaring

fase cair : - NH_4Cl　　　　　padatan : - asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat
         - H_2O　　　　　　　　　　　　 - asam benzoat

↓　　　　　　　　　　　　　　↓ cuci dengan air

dibuang

padatan : asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat　　　　fase cair : - Na benzoat
                                      - H_2O

↓ rekristalisasi etanol 50%

| asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat |

dibuang

61

Bagan Alir Siklisasi Asam 2-(3-Benzoiltioureido) Etanoat

5 mmol asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat (1, 19 gram)
10 mmol HCl (1 ml)
20 ml pelarut DMSO-THF (1:1)

↓ refluks
selama 2 jam

larutan : - zat X (zat hasil sintesis)
     - HCl
     - THF dan DMSO

↓ - dicuci dengan air dingin

suspensi : - zat X (hasil sintesis)
     - HCl

disaring dengan corong buchner

padatan : Zat X(zat hasil sintesis)   fase cair : - HCl

↓ rekristalisasi etanol 70%   dibuang

kristal zat X
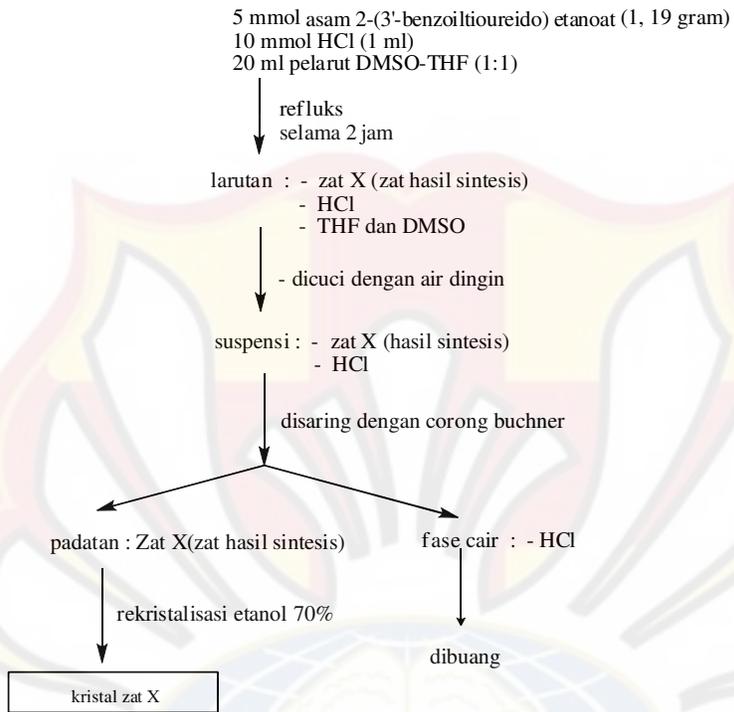
Bagan Alir Sintesis Satu tahap

15 mmol amonium tiosianat (1,142 gram)
10 mmol benzoil klorida (1,2 ml)
20 ml THF

↓ diaduk 30 menit (suhu kamar)

suspensi : - benzoil isotiosianat
- amonium tiosianat
- NH_4Cl
- THF

⊕ 5 mmol Asam aminoetanoat (0,375 g) dalam air
3 tetes PEG-400
10 mmol HCl (1 ml)
refluk 2 jam

larutan : - zat X (zat hasil sintesis)
- asam benzoat
- NH_4Cl
- NH_4OH
- H_2O
- THF

- THF diuapkan
- disaring

fase cair : - NH_4Cl
- H_2O
- NH_4OH

padatan : - zat X (zat hasil sintesis)
- asam benzoat

dibuang

cuci dengan larutan bikarbonat 10%

padatan : zat X (zat hasil sintesis)

fase cair : - Na benzoat
- Na_2CO_3
- H_2O

rekristalisasi etanol 70%
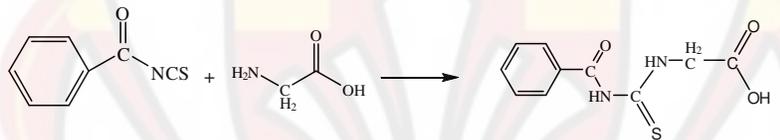
kristal zat X (zat hasil sintesis)

dibuang

63

LAMPIRAN D

Perhitungan Hasil Sintesis Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat
Secara Teoritis
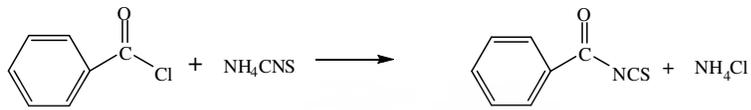
Benzoil klorida	Amonium tiosianat	Benzoil isotiosianat
BM 140, 59 g/mol	BM 76, 12 g/mol	BM 163, 202 g/mol
10 mmol	15 mmol	10 mmol

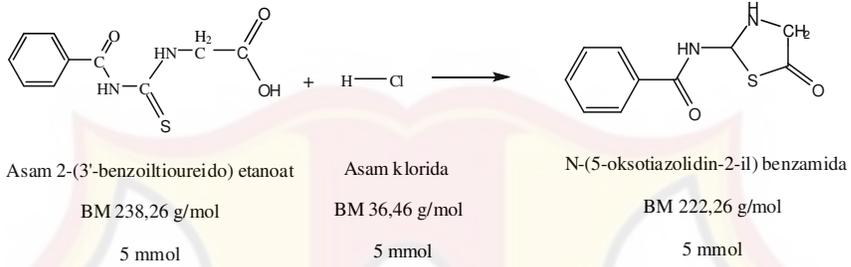| Benzoil isotiosianat	Asam amino etanoat	Asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat
BM 163, 202 g/mol	BM 75, 03 g/mol	BM 238,26 g/mol
10 mmol	5 mmol	5 mmol

Berat molekul asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat   =   238,26 g/mol

Berat asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat

 5 mmol x 238,26 g/mol = 1,1913 g

64

LAMPIRAN E.

Perhitungan Hasil Siklisasi Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat

Secara Teoritis

Asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat	Asam klorida	N-(5-oksotiazolidin-2-il) benzamida
BM 238,26 g/mol	BM 36,46 g/mol	BM 222,26 g/mol
5 mmol	5 mmol	5 mmol

Berat molekul senyawa hasil siklisasi = 222,26 g/mol

Berat Senyawa Hasil Siklisasi

5 mmol x 222,26 g/mol = 1,1113 g

LAMPIRAN F

Perhitungan Hasil Sintesis Benzoiltiourea Secara Teoritis

Benzoil klorida   Amonium tiosianat   Benzoil isotiosianat

BM 140, 59 g/mol   BM 76, 12 g/mol   BM 163, 202 g/mol

10 mmol   15 mmol   10 mmol
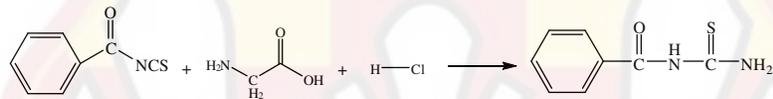
Benzoil isotiosianat   Asam amino etanoat   Asam klorida   Benzoiltiourea

BM 163, 202 g/mol   BM 75, 03 g/mol   BM 36,46 g/mol   BM 180, 234 g/mol

10 mmol   5 mmol   10 mmol   5 mmol

Berat molekul Benzoiltiourea =   180, 234 g/mol

Berat Benzoiltiourea   = 5 mmol   x   180, 234 g/mol   =   0,901 g

66

LAMPIRAN G

Contoh Perhitungan Rendemen Hasil Asam 2-(3'-Benzoiltioureido)
Etanoat dan Senyawa Hasil Siklisasi

$$\text{Rendemen hasil} = \frac{\text{berat praktis}}{\text{berat teoritis}} \times 100\%$$

a.   Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat

Sintesis I   :   Berat praktis   =   0,980 gram

                          Berat teoritis   =   1,1913 gram

                          Persentase hasil

$$= \frac{0.980}{1,1913} \times 100\% = 82,26\%$$

Sintesis I   :   Persentase hasil   =   81,84 %   (0,975 gram)

Sintesis III   :   Persentase hasil   =   81,93%   (0,976 gram)

Persentase hasil rata-rata

$$: \frac{82,26\% + 81,84\% + 81,93\%}{3} = 82,01\%$$

b. Senyawa Hasil Siklisasi

Sintesis I   :   Berat praktis   =   0,610 gram
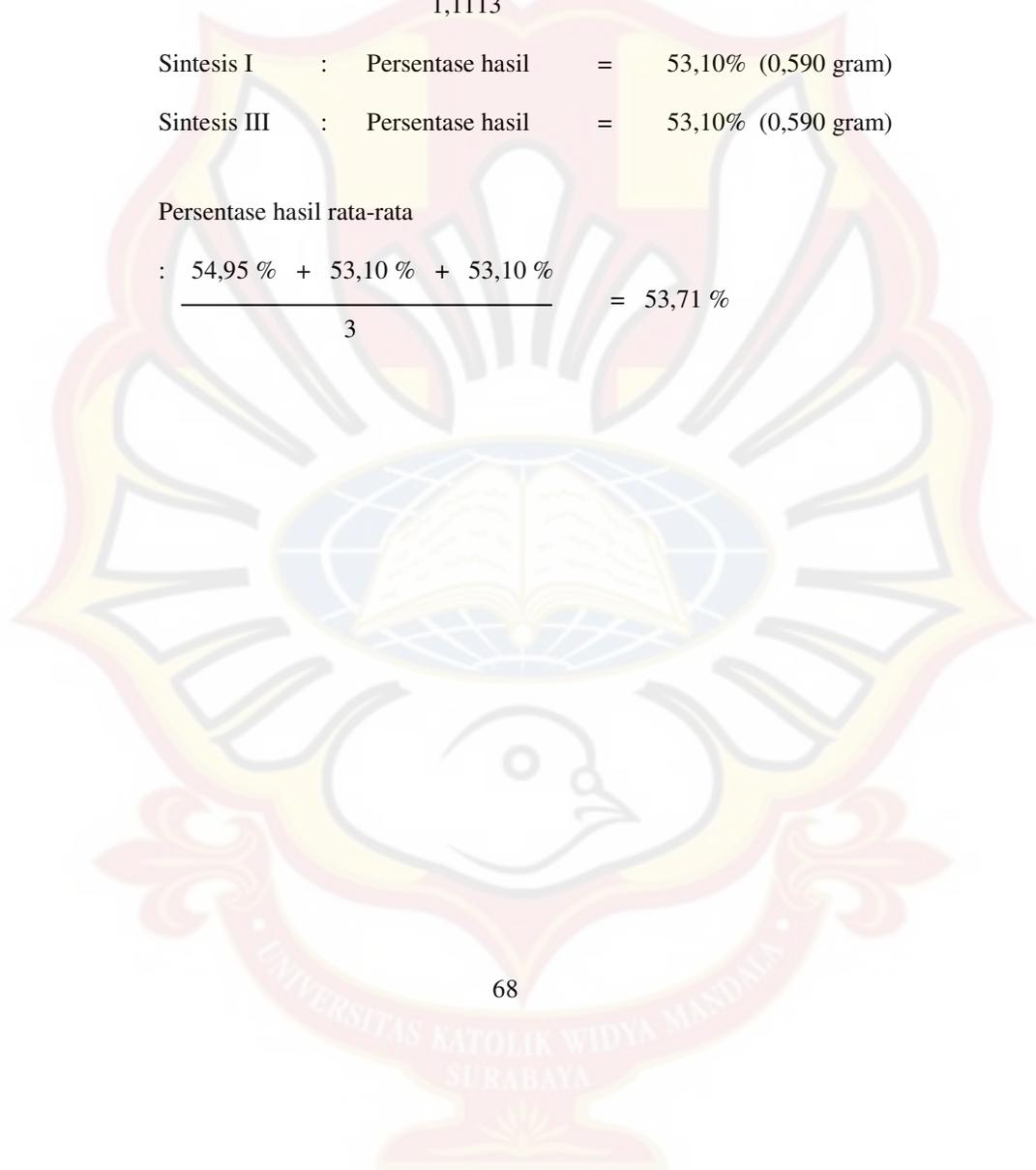
Berat teoritis   =   1,1113 gram

Persentase hasil

$$= \frac{0,610}{1,1113} \times 100\% = 54,95\%$$

Sintesis I   :   Persentase hasil   =   53,10% (0,590 gram)

Sintesis III   :   Persentase hasil   =   53,10% (0,590 gram)

Persentase hasil rata-rata

$$: \frac{54,95\% + 53,10\% + 53,10\%}{3} = 53,71\%$$

LAMPIRAN H

Contoh Perhitungan Rendemen Hasil Benzoiltiourea

$$\text{Rendemen hasil} = \frac{\text{berat praktis}}{\text{berat teoritis}} \times 100\%$$

Benzoiltiourea

Sintesis I   :   Berat praktis   =   0,465 gram

                    Berat teoritis   =   0,901 gram

                    Persentase hasil

$$= \frac{0,465}{0,901} \times 100\% = 51,61\%$$

Sintesis II   :   Persentase hasil   = 49,94 %   (0,450 gram)

Sintesis III :   Persentase hasil   = 51,61 %   (0,465 gram)

Persentase hasil rata-rata

$$: \frac{51,61\% + 49,94\% + 51,61\%}{3} = 51,05\%$$