

**PEMBENTUKAN SENYAWA SIKLIS PADA REAKSI  
ANTARA BENZOILISOTIOSIANAT DENGAN ASAM  
AMINOETANOAT**



**MIKAEL DWI PRASETYA SUDIBJO  
2443005023**

**FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA**

**2010**

**LEMBAR PERSETUJUAN  
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Pembentukan Senyawa Siklis pada Reaksi antara Benzoilisotiosianat dengan Asam Aminoetanoat** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu Digital Library Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 29 April 2010



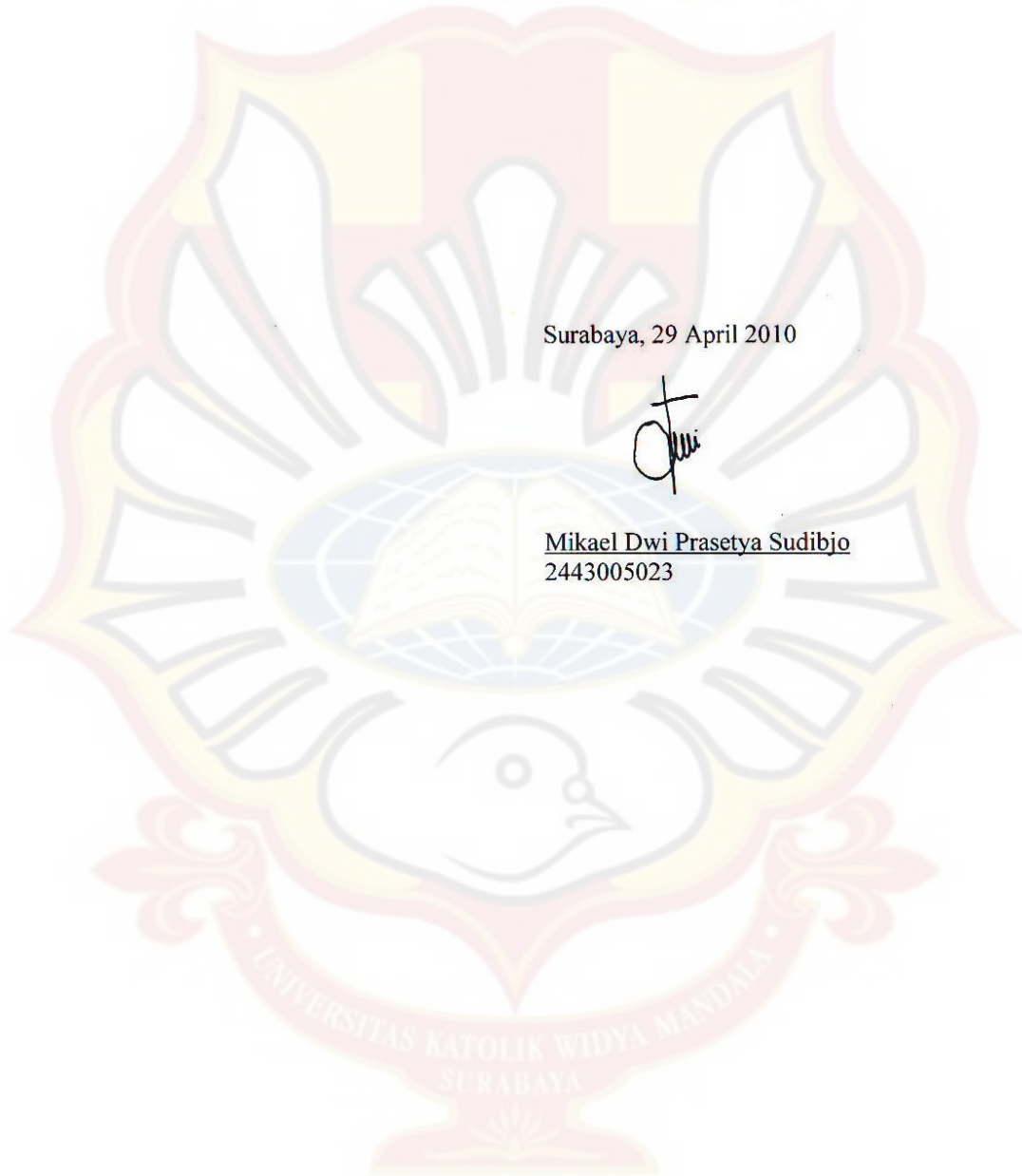
Mikael Dwi Prasetya Sudibjo  
2443005023

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 29 April 2010



Mikael Dwi Prasetya Sudibjo  
2443005023



**PEMBENTUKAN SENYAWA SIKLIS PADA REAKSI ANTARA  
BENZOILISOTIOSIANAT DENGAN ASAM AMINOETANOAT**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
memperoleh gelar Sarjana Farmasi  
di Fakultas Farmasi Unika Widya Mandala Surabaya

**OLEH:**

**Mikael Dwi Prasetya Sudibjo**

**2443005023**

Telah disetujui pada tanggal 29 April 2010 dan dinyatakan LULUS

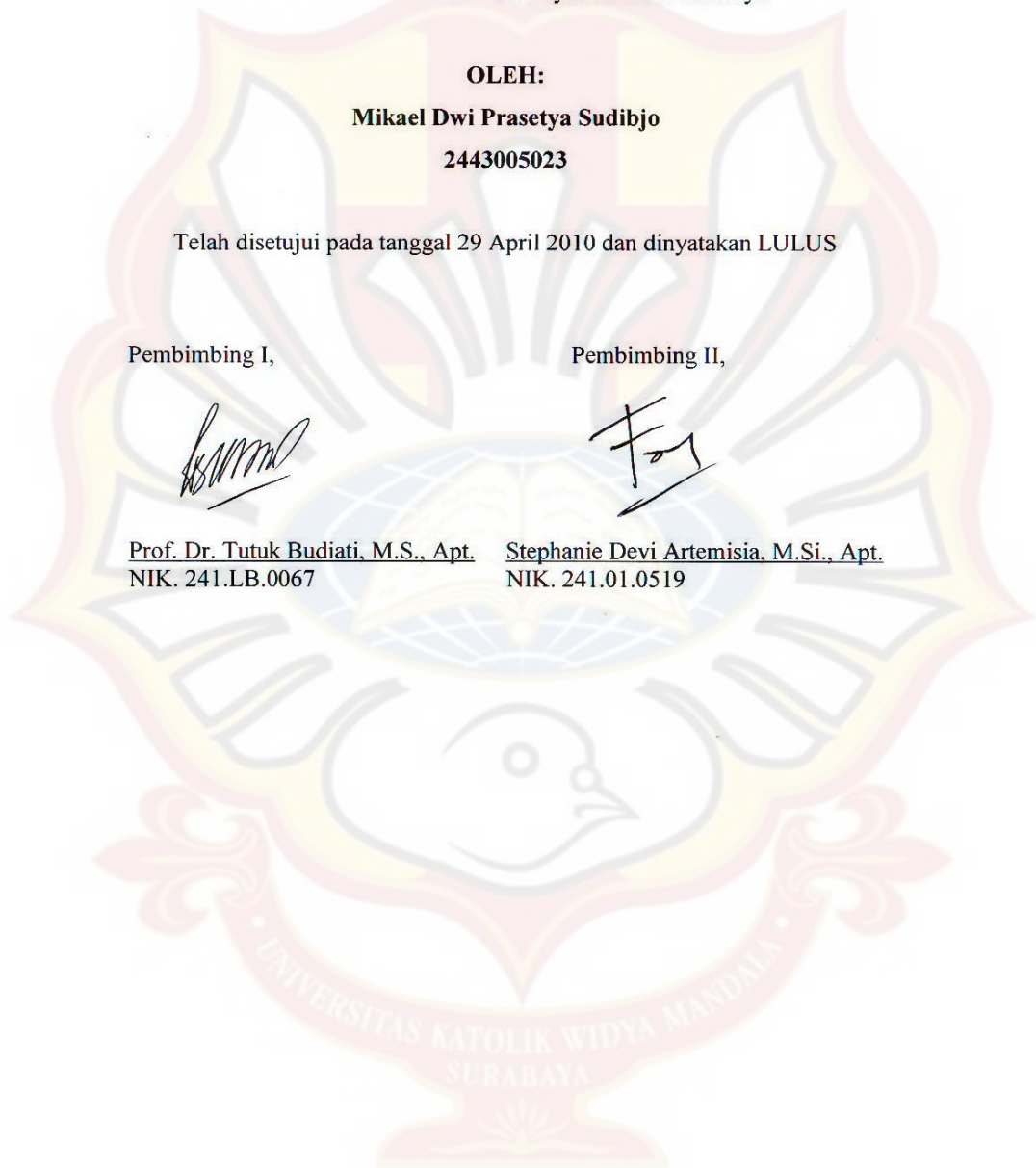
Pembimbing I,

Pembimbing II,



Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt.  
NIK. 241.LB.0067

Stephanie Devi Artemisia, M.Si., Apt.  
NIK. 241.01.0519



## ABSTRAK

### Pembentukan Senyawa Siklis Pada Reaksi Antara Benzoilisotiosianat Dengan Asam Aminoetanoat

Mikael Dwi Prasetya Sudibjo  
2443005023

Telah dilakukan penelitian tentang reaksi siklisasi antara benzoilisotiosianat dengan asam aminoetanoat. Reaksi siklisasi dilakukan dengan menggunakan dua metode, metode pertama ( I ) yaitu reaksi langsung antara benzoilisotiosianat dengan asam aminoetanoat dalam kondisi asam. Metode kedua ( II ) adalah reaksi dua tahap antara benzoilisotiosianat dengan asam aminoetanoat dilanjutkan siklisasi asam 2-(3'-benzoiltioureido)etanoat dalam kondisi asam. Adapun analisa yang dilakukan pada senyawa hasil sintesis meliputi analisa kemurnian dengan pengujian titik leleh dan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan tiga macam kepolaran yang berbeda dan identifikasi struktur dengan spektrofotometer ultraviolet, spektrofotometer inframerah, dan spektrometer Resonansi Magnetik Inti-<sup>1</sup>H. Metode I antara benzoilisotiosianat dengan asam aminoetanoat tidak terbentuk senyawa siklis, tetapi didapatkan kristal benzoiltiurea yang berupa kristal jarum berwarna putih dengan titik leleh 169-171°C. Dari hasil penelitian dengan metode II antara benzoilisotiosianat dengan asam aminoetanoat dan siklisasi asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat dalam kondisi asam didapatkan senyawa baru yaitu N-(5-oksotiazolidin-2-il) benzamida yang berwarna putih( t.l = 239 - 241°C ) dengan persentase hasil 44,05%.

**Kata kunci:** Siklisasi, Asam Aminoetanoat, N-(5-Oksotiazolidin-2-il) Benzamida

## ABSTRACT

### The Cyclization Reaction Between Benzoylthiocyanate With Aminoetanoic Acid

Mikael Dwi Prasetya Sudibjo  
2443005023

The research about cyclization reaction between benzoylthiocyanate with aminoetanoic acid has been done. The cyclization reaction was performed with two methodes, the first method was one phase reaction between benzoylthiocyanate with aminoetanoic acid directly in acid condition The second was two phases reaction between benzoylthiocyanate with aminoetanoic acid, continued with cyclization 2-(3'-benzoylthioureido) etanoic acid also in acid condition. The product has been analyzed with melting point assay, thin layer chromatography (TLC) with three different mobile phase, and structure identification use ultraviolet spectrophotometry, infrared spectrophotometry, and  $^1\text{H}$  NMR. The first method was not obtained the cyclization product, but we got benzoylthiourea crystal which curved a white needle crystal and the melting point was 169-171°C. The second was obtained a new compound, that was N-(5-oxothiazolidine-2-yl) benzamide which curved a white crystals ( m.p = 239 - 241°C ) and the yield was 44,05%.

**Kata kunci :** Cyclication, Aminoetanoic Acid, N-(5-Oxothiazolidine-2-yl) Benzamide

## KATA PENGANTAR

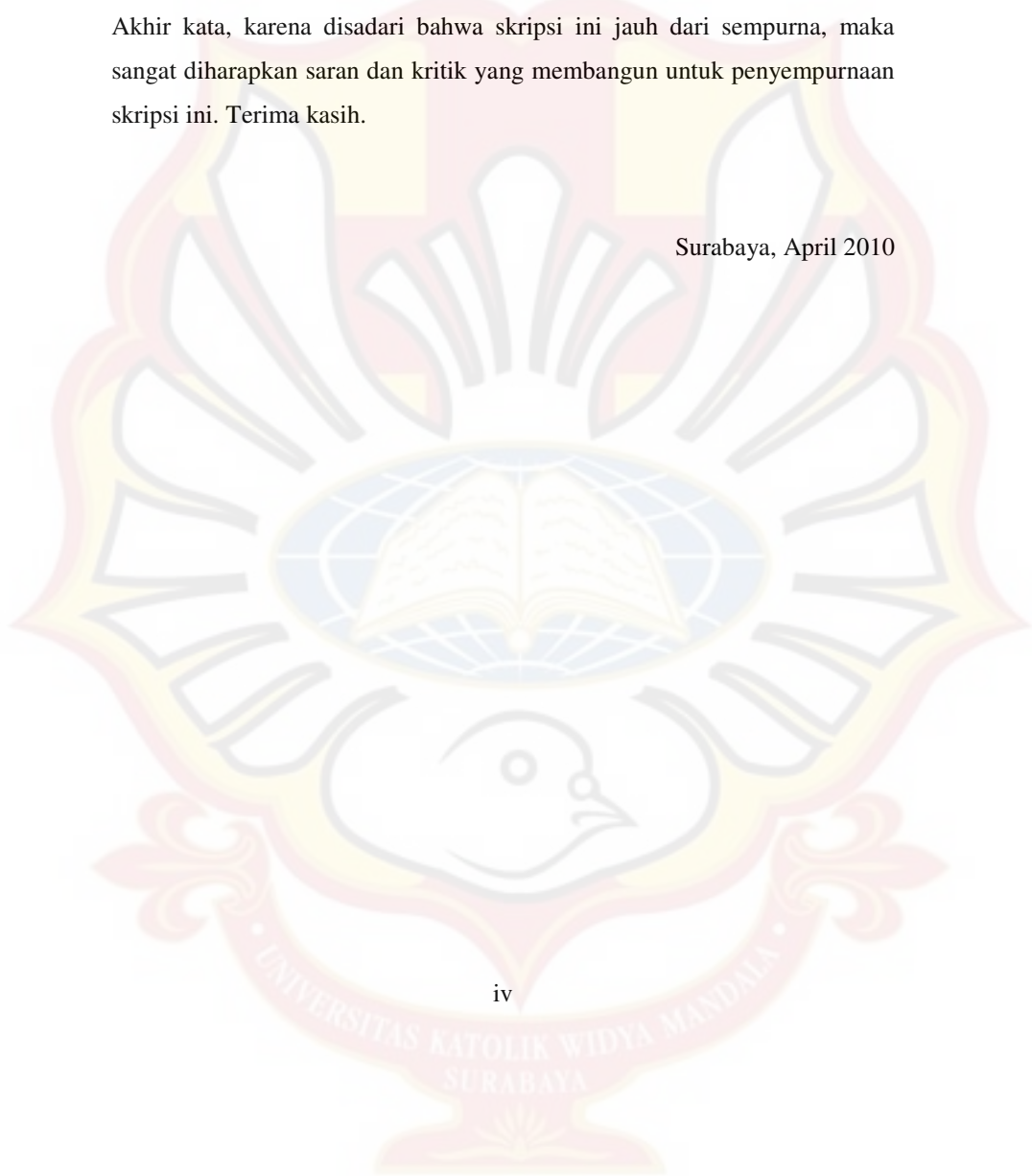
Puji dan syukur pada Allah Yang Maha Kuasa atas berkat rahmat karunia-Nya sehingga dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi ini sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana pada Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Oleh karena itu pada kesempatan ini perkenankan saya untuk menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt., selaku Dosen Pembimbing I, dan Stephanie Devi Artemisia, S.Si., M.Si., Apt selaku Dosen Pembimbing II yang telah banyak menyediakan waktu dan tenaga dalam memberikan bimbingan, serta senantiasa memberikan saran, dukungan moral serta petunjuk yang sangat berguna sampai terselesaikannya skripsi ini.
2. Prof. Dr. Bambang Soekardjo, SU, Apt dan Dr. Phil. Nat. E. Catherina W., S.Si., M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan serta saran-saran yang berguna bagi penyusunan skripsi ini.
3. Orangtua dan kakak yang selalu memberi dukungan moral dan material serta memberi semangat untuk dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya.
4. Martha Ervina, S.Si., M.Si., Apt., selaku wali studi yang telah memberikan semangat, saran dan pengarahan selama penyusunan skripsi ini.
5. Kepala laboratorium Kimia Klinik, Kimia Dasar, Formulasi Bahan Alam Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya beserta para staf laborannya yang telah menyediakan fasilitas laboratorium selama penelitian berlangsung.

6. Teman-teman seperjuangan Handoyo M.S., Santoso., Yohans., yang telah bekerja sama dalam penyusunan skripsi ini.
7. Ida Ayu Andri Parwitha yang terus memberikan semangat agar skripsi ini dapat saya selesaikan dengan baik.

Demikian skripsi ini dipersembahkan bagi almamater tercinta Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, dan semoga dapat memberikan sumbangan informasi dan dasar bagi penelitian selanjutnya. Akhir kata, karena disadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna, maka sangat diharapkan saran dan kritik yang membangun untuk penyempurnaan skripsi ini. Terima kasih.

Surabaya, April 2010

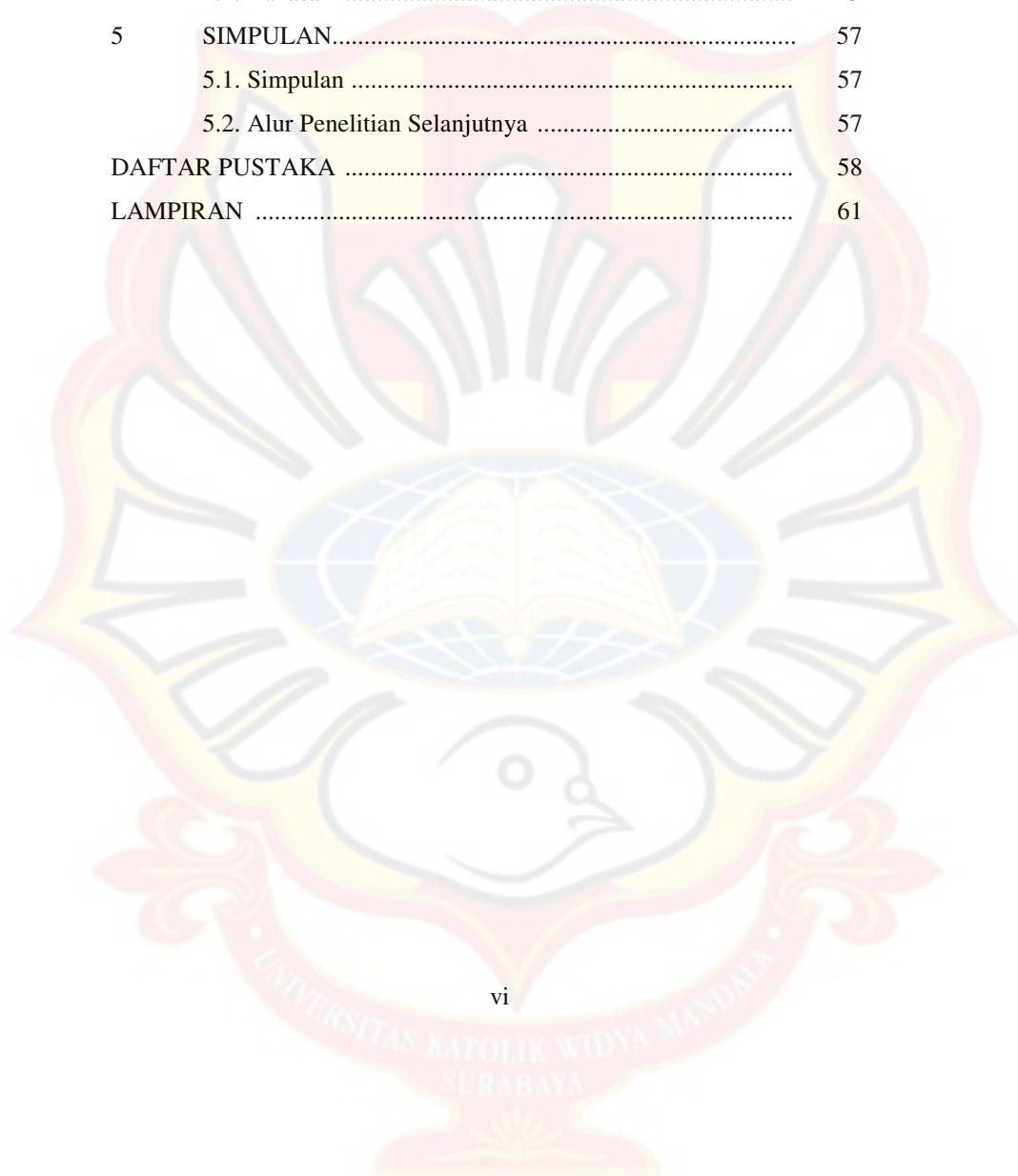




## DAFTAR ISI

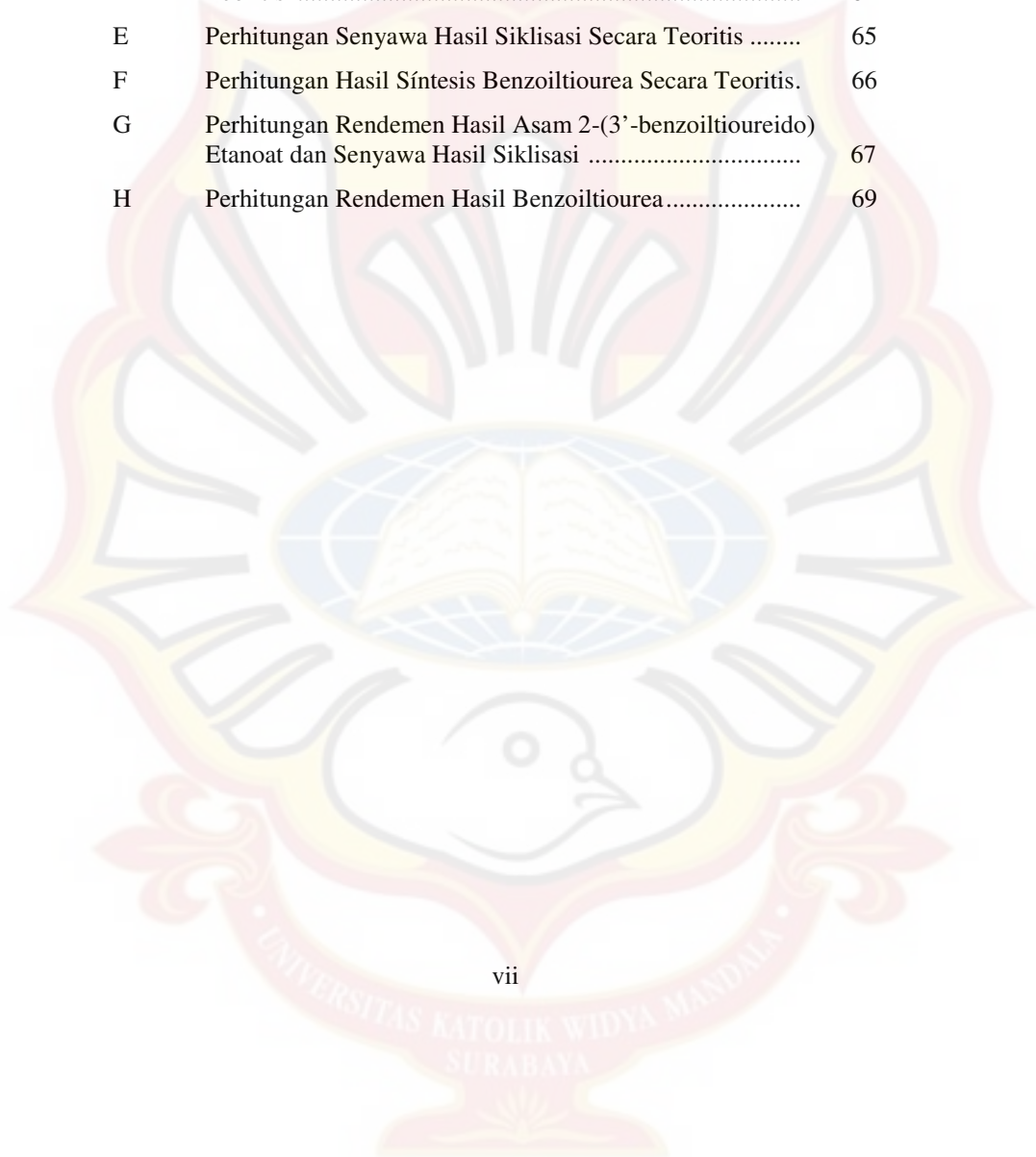
	Halaman
ABSTRAK .....	i
ABSTRACT .....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR LAMPIRAN .....	vii
DAFTAR TABEL .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
BAB	
1 PENDAHULUAN .....	1
2 TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1. Tinjauan tentang Antiepilepsi.....	6
2.2. Tinjauan tentang Aktifitas Turunan Tiourea .....	9
2.3. Tinjauan tentang Mekanisme Reaksi.....	11
2.4. Tinjauan tentang Bahan.....	16
2.5. Tinjauan tentang Rekristalisasi.....	17
2.6. Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis .....	19
2.7. Tinjauan tentang Titik Leleh .....	20
2.8. Tinjauan tentang Spektrofotometri Ultraviolet.....	21
2.9. Tinjauan tentang Spektroskopi RMI- <sup>1</sup> H .....	22
2.10. Tinjauan tentang Spektroskopi Inframerah.....	24
3 METODE PENELITIAN. ....	25
3.1. Bahan.....	25
3.2. Alat Penelitian .....	25
3.3. Rancangan Penelitian .....	25

	Halaman
3.4. Metode Penelitian.....	26
3.5. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis .....	27
3.5. Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis .....	28
4 HASIL PERCOBAAN DAN BAHASAN.....	30
4.1. Hasil Percobaan .....	30
4.2. Bahasan .....	49
5 SIMPULAN.....	57
5.1. Simpulan .....	57
5.2. Alur Penelitian Selanjutnya .....	57
DAFTAR PUSTAKA .....	58
LAMPIRAN .....	61



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
A	Bagan Alir Síntesis Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat	61
B	Bagan Alir Siklisasi Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat	62
C	Bagan Alir Síntesis Satu Tahap.....	63
D	Perhitungan Asam 2-(3'-Benzoiltioureido) Etanoat secara Teoritis .....	64
E	Perhitungan Senyawa Hasil Siklisasi Secara Teoritis .....	65
F	Perhitungan Hasil Síntesis Benzoiltiourea Secara Teoritis.	66
G	Perhitungan Rendemen Hasil Asam 2-(3'-benzoiltioureido) Etanoat dan Senyawa Hasil Siklisasi .....	67
H	Perhitungan Rendemen Hasil Benzoiltiourea .....	69



## DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
4.1.	Uji Kesempurnaan Senyawa Hasil Sintesis Tahap Satu .....	30
4.2.	Titik Leleh Hasil Sintesis Tahap Satu .....	32
4.3.	Uji Kemurnian Hasil Sintesis Tahap Satu Secara KLT .....	32
4.4.	Persentase Senyawa Hasil Sintesis Tahap Satu .....	33
4.5.	Serapan Inframerah Hasil Sintesis Tahap Satu.....	35
4.6.	Serapan RMI- <sup>1</sup> H Senyawa Hasil Sintesis Tahap Satu .....	36
4.7.	Uji Kesempurnaan Senyawa Hasil Sklisasi .....	36
4.8.	Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sklisasi .....	38
4.9.	Titik Leleh Senyawa Hasil Siklisasi .....	39
4.10.	Persentase Senyawa Hasil Siklisasi .....	39
4.11.	Serapan Inframerah Senyawa Hasil Siklisasi .....	41
4.12.	Serapan RMI- <sup>1</sup> H Senyawa Hasil Siklisasi .....	42
4.13.	Uji Kesempurnaan Reaksi Satu Tahap Secara KLT .....	43
4.14.	Titik Leleh Senyawa Hasil Sintesis Satu Tahap .....	44
4.15.	Uji Kemurnian Penentuan Senyawa Hasil Sintesis Tahap I Secara KLT .....	44
4.16.	Persentase Hasil Senyawa Hasil Sintesis Tahap Satu.....	45
4.17.	Serapan Inframerah Senyawa Hasil Sintesis Satu Tahap ...	46
4.18.	Serapan RMI- <sup>1</sup> H Senyawa Hasil Sintesis Satu Tahap .....	47

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1. Kemiripan struktur antara asam hidantoat dan asam 2-(3'-benzoiltioureido) etanoat .....	3
1.2. Pembentukan 3-benzoil-2-tioksoimidazolidin-4-on.....	4
2.1. Rumus bangun Fenitoin .....	7
2.2. Rumus bangun Fenobarbital .....	8
2.3. Rumus bangun trifluorometilbenzoilurea .....	9
2.4. Senyawa-senyawa antimikroba.....	10
2.5. Rumus bangun N-(3-kloro-4-fluorofenil)-N'- benzoiltio Urea dan N-(2-fluoro-4-klorofenil)-N'-benzoiltiourea.....	10
2.6 Mekanisme reaksi substitusi nukleofilik) .....	12
2.7. Mekanisme reaksi adisi nukleofilik pada sintesis 3-benzoil -2-tioksoimidazolidin-4-on .....	13
2.8. Pembentukan cincin lima turunan imidazolidin.....	14
2.9. Pembentukan cincin tiazolidin.....	15
2.10. Pembentukan cincin hidantoin pada turunan urea ... ..	16
2.11. Rumus bangun asam aminoetanoat .....	17
2.12. Skema proses rekristalisasi .....	18
4.1. Kesempurnaan Senyawa Hasil Sintesis Tahap I .....	31
4.2. Kristal hasil sintesis .....	31
4.3. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis Secara KLT .....	33
4.4. Spektrum UV hasil sintesis tahap I dalam pelarut etanol ..	34
4.5. Spektrum FT.IR hasil sintesis tahap I .....	34
4.6. Spektrum RMI- <sup>1</sup> H hasil sintesis tahap I.....	35
4.7. Gambar kesempurnaan senyawa hasil siklisasi .....	37
4.8. Kristal senyawa hasil siklisasi .....	37

Gambar	Halaman
4.9. Uji kemurnian senyawa hasil siklisasi secara KLT .....	38
4.10. Spektrum UV hasil siklisasi dengan pelarut etanol .....	40
4.11. Spektrum inframerah senyawa hasil siklisasi .....	40
4.12. Spektrum RMI-H senyawa hasil siklisasi.....	41
4.13. Senyawa hasil sintesis .....	43
4.14. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis secara KLT .....	45
4.15. Spektrum UV hasil sintesis dengan pelarut etanol .....	46
4.16. Spektrum inframerah senyawa hasil sintesis .....	47
4.17. Spektrum RMI- <sup>1</sup> H senyawa hasil sintesis.....	48

