

INTISARI

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis ureida dari p-metoksisinamat, yaitu p-metoksisinamoil urea.

Dalam penelitian ini etil p-metoksisinamat hasil isolasi dari kencur dihidrolisis dengan NaOH, kemudian diasamkan dengan HCl, sehingga didapat asam p-metoksisinamat. Melalui bentuk klorida asamnya, asam tersebut direaksikan dengan urea, dihasilkan p-metoksisinamoil urea.

Isolasi etil p-metoksisinamat dari serbuk kencur yang dilakukan dengan cara perkolasi dengan petroleum eter fraksi 60°-80°, menghasilkan fraksi padat 6,24 % atau 0,89 % bila diperhitungkan terhadap bahan segar, dan fraksi cair sebesar 0,98 % yang tidak dilakukan penelitian lebih lanjut.

Fraksi padat yang merupakan etil p-metoksisinamat ini pada uji kemurnian setelah direkristalisasi dengan petroleum eter memberikan titik leleh 47,5-48,0 °C, sedangkan pada pemeriksaan kromatografi lapis tipis dengan beberapa eluen yang berbeda selalu menghasilkan bercak tunggal. Pada pemeriksaan spektroskopi senyawa etil p-metoksisinamat ini memberikan data sebagai berikut : Spektrum ultraungu pada λ maks. = 308,9 nm (ϵ = 27.826), 226,2 nm (ϵ = 15.489) dan 211,9 nm (ϵ = 13.679): Spektrum inframerah : $\bar{\nu}_{C=O}$ = 1703,7 cm^{-1} dan $\bar{\nu}_{C-O}$ = 1170,0 cm^{-1} .

Asam p-metoksisinamat hasil hidrolisis etil p-metoksisinamat dengan natrium hidroksida dalam air, pada uji kemurnian dan pemeriksaan spektroskopi memberikan data sebagai



berikut : titik leleh $173,5-174,0^{\circ}\text{C}$, spektrum ultraungu pada λ maks. = $289,0\text{ nm}$ ($\epsilon = 20.166$), $222,4\text{ nm}$ ($\epsilon = 12.018$) dan $210,1\text{ nm}$ ($\epsilon = 12.092$); spektrum inframerah memperlihatkan pita melebar untuk $\bar{\nu}_{\text{OH}} = 3253,0-2430,0\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu}_{\text{C=O}} = 1684,0\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu}_{\text{OH}} \text{ tekuk} = 944,3\text{ cm}^{-1}$.

Asam p-metoksisinamat ini kemudian direaksikan dengan tionil klorida pada suhu $40-50^{\circ}\text{C}$ selama 3 jam, untuk menghasilkan bentuk klorida asamnya yaitu p-metoksisinamoil klorida, yang tanpa pemurnian lebih lanjut langsung digunakan sebagai bahan untuk sintesis.

Selanjutnya p-metoksisinamoil urea yang dihasilkan dari reaksi antara urea dengan p-metoksisinamoil klorida pada suhu $70-80^{\circ}\text{C}$ selama 6 jam, memberikan data sebagai berikut rendemen = $84,32\%$; titik leleh $220,5-222,0^{\circ}\text{C}$; spektrum ultraungu pada λ maks. = $315,6\text{ nm}$ ($\epsilon = 31.160$), dan $203,2\text{ nm}$ ($\epsilon = 65.377$); spektrum inframerah memberikan pita serapan pada bilangan gelombang $3359,5\text{ cm}^{-1}$ yang bercabang dan pada $3192,0\text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi ulur N-H dari amida primer dan sekunder. $\bar{\nu}_{\text{C=O}} = 1694,8\text{ cm}^{-1}$ dan $1674,8\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu}_{\text{N-H}} \text{ tekuk} = 685,7\text{ cm}^{-1}$; sedangkan spektrum massa memberikan puncak ion molekul (M^{+}) pada $m/e = 220$ yang sesuai dengan berat molekul dari p-metoksisinamoil urea.