

PEMBUATAN METIL SALISILAT MENGGUNAKAN KATALIS ASAM DENGAN METODE TANPA PELARUT

PREPARATION OF METHYL SALICYLATE USE THE ACID CATALYST BY WITHOUT SOLVENTS METHOD

Widyanto Saptawan Priambodo, Daniel*, Chairul Saleh

Program Studi S1 Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua, Samarinda, 75123

*E-mail: daniel_trg08@yahoo.com

Received: 07 January 2019, Accepted: 20 March 2019

ABSTRACT

Preparation of methyl salicylate use the acid catalyst by without solvents method has been done. Preparation of methyl salicylate was carried out by reacting salicylic acid with methanol and use sulfonic acid as a catalyst. The reaction was use reflux method at 60-70°C for 3 hours. The result of preparation of methyl salicylate were it has a yellow clear solution (like oil) and has a distinctive smell (like gandapura oil). From the result of FT-IR analysis showed the functional groups O-H phenol, C-H sp^2 , C-H sp^3 , C=O ester, C=C aromatic, C-O-C ester and C-OH phenol. Based on these results it is known that the methyl salicylate has been formed.

Keywords: *Salicylic Acid, Ester, Methyl Salicylate*

PENDAHULUAN

Asam salisilat adalah salah satu bahan kimia penting di dalam kehidupan sehari-hari dan mempunyai suatu nilai ekonomis yang lumayan tinggi karena asam salisilat bisa digunakan untuk bahan intermediet dari pembuatan obat-obatan contohnya obat analgesik dan antiseptik serta untuk keperluan bahan baku farmasi [1]. Asam salisilat dengan rumus molekul C_6H_4COOH memiliki bentuk kristal kecil berwarna merah muda terang, hingga kecokelatan dengan berat molekul sebesar 138,123 g/mol dengan titik leleh sebesar 156°C dan densitas pada 25°C sebesar 1,443 g/mL [2]. Turunan-turunan dari asam salisilat telah banyak digunakan di berbagai bidang salah satunya adalah metil salisilat.

Metil salisilat atau minyak gandapura adalah merupakan bahan yang mempunyai berbagai kegunaan. Sebagai bahan obat metil salisilat merupakan salah satu obat anti inflamasi non steroid (NSAID) golongan salisilat. Bahan ini dapat dibuat dalam sediaan berupa linimentum atau salep yang berfungsi untuk menghilangkan nyeri pada pinggang, panggul dan rematik [3]. Manfaat lain dari metil salisilat adalah dapat digunakan sebagai bahan untuk formula keratolitik, anti plak (pada obat kumur), bahan perasa dengan kadar tidak lebih dari 0,04% dan bahan pewangi pada pestisida golongan

organofosfat. Selain itu juga dapat digunakan untuk memperjelas warna dari jaringan tanaman atau binatang untuk keperluan imunohistokimia [4].

Senyawa metil salisilat merupakan turunan dari ester asam salisilat. Senyawa ester dihasilkan dari reaksi asam karboksilat dengan alkohol atau yang lebih dikenal dengan istilah esterifikasi dan biasanya reaksi ini menggunakan suatu katalis asam. Reaksi ini akan berlangsung dengan baik jika direfluks bersamaan dengan adanya sedikit asam klorida atau asam sulfat [5]. Reaksi asam karboksilat dengan alkohol yang disertai adanya katalis asam merupakan salah satu cara baku untuk membuat ester. Reaksinya yang dikenal sebagai esterifikasi Fischer, merupakan jalan sederhana untuk membentuk ester dari bahan mula yang mudah diperoleh [6].

Berdasarkan dari uraian di atas metil salisilat banyak memberikan manfaat terutama dibidang kesehatan. Oleh karena itu, perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut terhadap pembuatan metil salisilat dengan menggunakan katalis asam dengan menggunakan metode tanpa pelarut.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *hot plate*, gelas kimia, Erlenmeyer, kondensor bola, pipet volume, gelas ukur, labu takar, corong kaca, *magnetic stirrer*, kondensor bola, instrumen spektroskopi FT-IR, instrumen SEM, cawan petri, pH meter, neraca analitik, dan lain-lain.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu asam salisilat, metanol, asam sulfat pekat, natrium sulfat anhidrat, akuades, natrium bikarbonat.

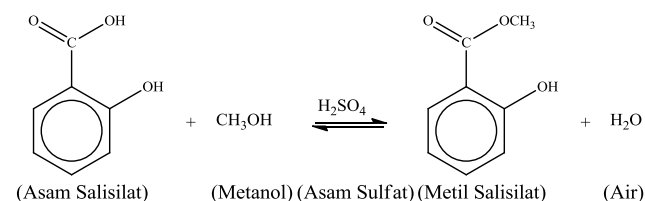
Prosedur Penelitian

Ke dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pengaduk magnet dimasukkan 25 gram asam salisilat dan 81 mL metanol. Kemudian labu leher tiga dihubungkan dengan peralatan refluks dan tabung berisi CaCl_2 pada ujung kondensor. Sebanyak 1 mL H_2SO_4 (pekat) ditambahkan melalui dinding tabung labu leher tiga tetes demi tetes sambil diaduk dalam suasana dingin. Campuran direfluks pada suhu di bawah $60\text{-}70^\circ\text{C}$ selama ± 3 jam. Setelah direfluks selesai, metanol yang tidak ikut bereaksi dipisahkan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Residu dituang ke dalam corong pisah kemudian ditambahkan dengan 250 mL akuades, dikocok dan dibiarkan memisah. Lapisan metil salisilat (lapisan bawah) dipisah dan dicuci lagi dengan 250 aquades. Lapisan metil salisilat dipisahkan dan diekstraksi kembali dengan larutan natrium bikarbonat 10% sampai tidak ada gelembung yang muncul. Ester yang didapatkan dipisah dari fase air kemudian air yang tersisa dipisahkan dengan cara disaring dengan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat. Metil salisilat yang didapatkan dianalisa dengan menggunakan FT-IR.

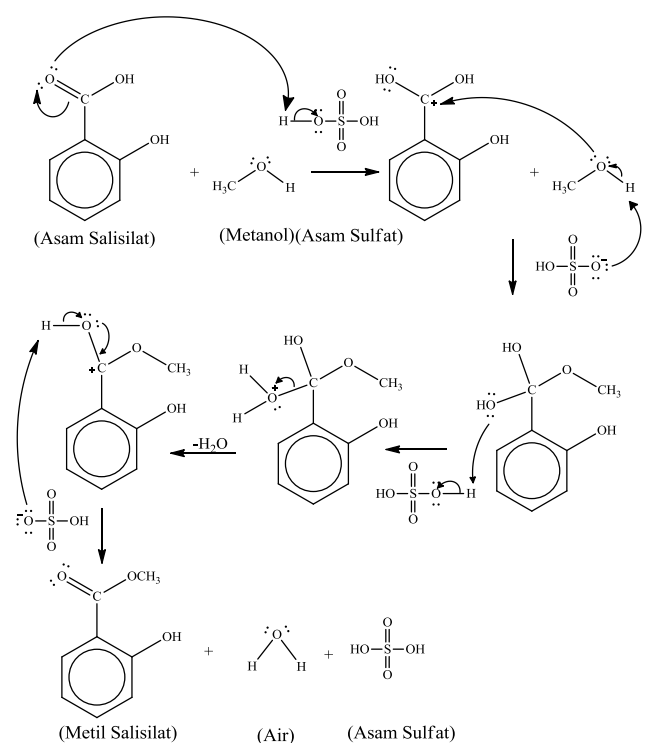
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini pembuatan metil salisilat didasarkan pada reaksi esterifikasi antara asam salisilat dengan metanol dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat. Prinsip dari esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol. Reaksi esterifikasi bersifat reversibel, sehingga untuk memperoleh rendemen metil salisilat yang tinggi kesetimbangannya harus digeser ke arah metil salisilat dengan menggunakan metanol secara berlebih. Metanol yang berlebih digunakan sebagai pereaksi sekaligus sebagai pelarut dalam reaksi ini. Adapun reaksi sintesis metil salisilat dapat dilihat pada gambar 1 dan mekanisme reaksinya pada gambar 2.

Pemurnian metil salisilat dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporator* untuk memisahkan pelarut metanol yang berlebih. Metanol harus dipisahkan secara keseluruhan karena metil salisilat larut dalam metanol. Pencucian dengan aquades dilakukan untuk memisahkan asam sulfat yang masih tersisa dari hasil reaksi. Kemudian dicuci dengan larutan natrium bikarbonat untuk menetralkan metil salisilat karena natrium bikarbonat bersifat basa sehingga dapat bereaksi dengan asam yang masih tersisa pada metil salisilat. Proses akhir adalah penyaringan dengan natrium sulfat anhidrat untuk menyerap air yang terdapat pada metil salisilat.



Gambar 1. Reaksi asam salisilat dengan metanol

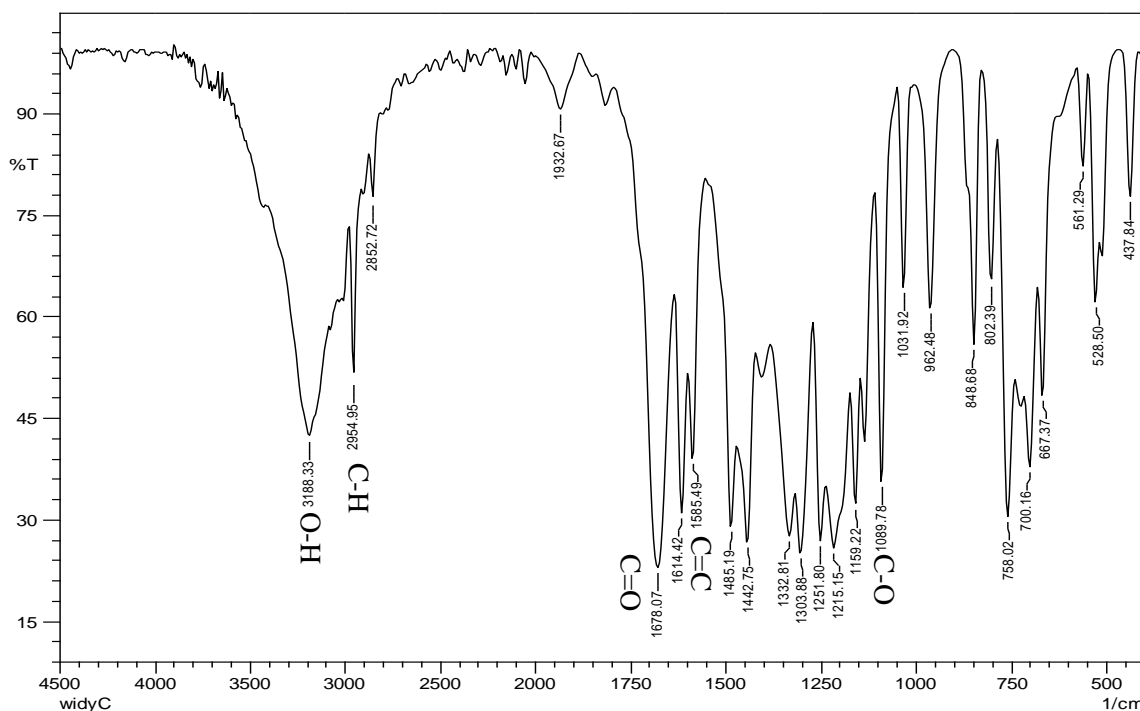


Gambar 2. Mekanisme reaksi sintesis metil salisilat

Pemurnian metil salisilat dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporator* untuk memisahkan pelarut metanol yang berlebih. Metanol harus dipisahkan secara keseluruhan karena metil salisilat larut dalam metanol. Pencucian dengan aquades dilakukan untuk memisahkan asam sulfat yang masih

bersisa dari hasil reaksi. Kemudian dicuci dengan larutan natrium bikarbonat untuk menetralkan metil salisilat karena natrium bikarbonat bersifat basa sehingga dapat bereaksi dengan asam yang masih tersisa pada metil salisilat. Proses akhir adalah penyaringan dengan natrium sulfat anhidrat untuk menyerap air yang terdapat pada metil salisilat.

Metil salisilat yang sudah melalui proses pemurnian didapatkan berupa larutan kuning jernih (seperti minyak) dan memiliki bau yang khas (seperti minyak gandapura). Untuk membuktikan senyawa yang didapat adalah metil salisilat maka dilakukan analisa FT-IR. Hasil analisis spektroskopi FT-IR untuk metil salisilat ditunjukkan pada gambar 3 dan pada tabel 1.



Gambar 3. Analisis FT-IR metil salisilat

Tabel 1. Serapan gugus fungsi metil salisilat

Interpretasi gugus fungsi	Senyawa metil salisilat	Intensitas
O-H	Fenol	3188,33 Sedang
C-H	sp^2	3009,78 Sedang
	sp^3	758,72 Kuat
C-H	sp^3	2954,95 Kuat
		2852,72 Lemah
C=O	Ester	1678,07 Kuat
C=C	Aromatik	1614,42 Sedang
C-O-C	Ester	1159,22 Kuat
C-OH	Fenol	1215,15 Kuat

Spektrum IR senyawa metil salisilat memberikan informasi adanya pita serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang $3188,08\text{ cm}^{-1}$ yang membentuk serapan pita yang melebar dengan intensitas sedang. Adanya ikatan hidrogen intramolekul yang terdapat pada metil salisilat karena pada keadaan orto terdapat gugus karbonil dan hidroksil menyebabkan serapan lebar O-H ke kanan. Serapan ini juga didukung dengan adanya pita serapan pada C-O bilangan gelombang $1215,15\text{ cm}^{-1}$, serapan ini disebabkan adanya konjugasi antara

oksigen dengan cincin benzena yang menggeser serapan ke energi yang lebih tinggi [7].

Gugus ester dapat ditunjukkan dengan melihat adanya serapan gugus C=O pada bilangan gelombang $1678,07\text{ cm}^{-1}$. Bergesernya serapan dari C=O ester disebabkan adanya efek ikatan hidrogen pada gugus karbonil yang memperpanjang panjang ikatan C=O hingga menurunkan tetapan gaya rentangan, sehingga akan menurunkan frekuensi serapan [7]. Adanya gugus ester juga didukung dengan adanya pita serapan C-O-C pada bilangan gelombang $1159,22$ dan pita serapan C - H sp^3 pada bilangan gelombang $2954,95\text{ cm}^{-1}$ dan $2852,72\text{ cm}^{-1}$.

Cincin benzena pada senyawa metil salisilat ditunjukkan dengan adanya pita serapan gugus C=C pada bilangan gelombang $1614,42\text{ cm}^{-1}$ dan didukung dengan adanya pita serapan C - H sp^2 pada bilangan gelombang $3009,78\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan senyawa aromatis. Adanya gugus yang tersubstitusi pada posisi para pada benzena ditunjukkan dengan adanya serapan benkokan C - H keluar bidang pada bilangan gelombang $758,02\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas kuat. Dari hasil serapan-serapan tersebut maka dapat diketahui bahwa metil salisilat telah terbentuk.

KESIMPULAN

Metil Salisilat yang dihasilkan dari reaksi esterifikasi antara metil salisilat dengan metanol dengan menggunakan katalis asam sulfat yaitu memiliki karakteristik larutan kuning jernih (seperti minyak) dan memiliki bau yang khas (seperti minyak gandapura). Hasil analisa dengan menggunakan FT-IR menunjukkan adanya serapan gugus fungsi OH fenol, C-H sp^3 , C-H sp^2 , C=O ester, C=C aromatik, C-O-C ester dan C-OH fenol.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Foye, W. O., Lemke, T. L. dan Williams, D. A. 1995. *Principles of medicinal chemistry*. Baltimore: Williams & Wilkins.
- [2] Purnomo, T. W. S., Kristian R. dan Amitra P. S. 2007. Asam Salisilat dari Phenol. *Jurnal Universitas Sultan Ageng Tirtayasa*.
- [3] Goodman dan Gilman's. 2006. *The Pharmacological Basis of Therapeutics 11th ed.* London: The Pharmaceutical Press.
- [4] Chasanah, U. 2009. Pengaruh Lama Pemanasan terhadap Hasil Reaksi Sintesis Metil Salisilat dari Asam Salisilat dan Metanol dengan Katalis Asam Sulfat Pekat. *Jurnal Universitas Muhammadiyah Malang*.
- [5] Riswiyanto. 2009. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- [6] Pine, S.H., Hendrickson J. B., Cram, D. J. dan Hammond, G.S. 1988. *Kimia Organik*. Bandung: Penerbit ITB.
- [7] Pavia, D. L, Lampman, G. M., Kriz, G. S. dan Vyvyan, J.R. 2009. *Introduction to Spectroscopy*. USA: Brooks/ Cole Cengage Learning.