

**SINTESIS ANISOL MENGGUNAAN N-SETIL N,N,N-TRIMETIL
AMMONIUM BROMIDA SEBAGAI KATALIS TRANSFER FASA**
**Synthesis of anizole using N-cetyl-N,N,N-t-trimethylammonium Bromide
as Phase Transfer Catalyst**

Eddy Fachriyah⁽¹⁾, Damin Sumardjo⁽²⁾ dan Sausan Syakib Arsalan⁽¹⁾

⁽¹⁾Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA UNDIP, Kampus Tembalang Semarang

⁽²⁾Laboratorium Kimia Dasar, Fakultas Kedokteran UNDIP, Kampus Gunung Brintik Semarang

ABSTRACT

Syntheses of anisol had been carried out by reaction of phenol, natriumhydroxide, dimethylsulfate and methylene chloride as solvent. N-cetyl-N,N,N-trimethylammonium bromide was used as phase transfer catalyst. The liquid product was determined by refractive index, density, gas chromatography and infra red spectroscopy. The analysis showed that n_D^{20} 1.51025, ρ^{18} 0.99725 and 98.68% of purity. Infra red spectra showed that there was OCH_3 and aromatic group, so it could be predicted that the substance was anisole.

Key word: anisol, phase transfer catalys, N-cetyl-N,N,N-trimethylammonium bromide

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis anisol dengan cara mereaksikan fenol, natrium hidroksida dan dimetil sulfat dalam pelarut metilen klorida dengan N-setil-N,N,N-trimetil amonium bromida digunakan sebagai katalis transfer fasa. Hasil sintesis yang diperoleh ditentukan indeks bias dan bobot jenisnya serta dilakukan analisis dengan kromatografi gas dan spektroskopi infra merah. Hasil yang diperoleh mempunyai indeks bias pada 20°C (n_D^{20}) sebesar 1,51025 dan bobot jenis pada 18 °C (ρ^{18}) sebesar 0,99725. Analisa dengan kromatografi gas menunjukkan kemurnian 98,68% dengan spektroskopi infra merah menunjukkan adanya gugus - OCH_3 dan gugus aromatik. Diperkirakan produk adalah anisol.

Kata kunci : anisol, katalis transfer fasa, N-cetyl-N,N,N-trimethylammonium bromide

PENDAHULUAN

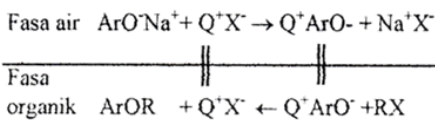
Anisol, yang disebut juga sebagai fenil metil eter, mempunyai rumus molekul $C_6H_5OCH_3$ ⁽¹⁾. Senyawa ini merupakan turunan fenol, yang mempunyai sifat spesifik sebagai pembasmi kuman

penyakit yang berbahaya bagi kesehatan manusia, misalnya kuman "Bacillus typhusus"⁽²⁾. Sintesis anisol dapat dilakukan melalui metode Williamson, yang mengikuti reaksi SN_2 . Senyawa ini

diperoleh dengan mereaksikan fenol, natrium hidroksida dan di-metil sulfat dalam pelarut metilen klorida. Pada umumnya reaksi ini menghasilkan produk yang kurang optimal dan berlangsung dalam waktu yang lama, mengingat reaksi berjalan dalam dua fasa⁽³⁾.

Dalam penelitian ini dicoba mereaksikan fenol, natrium hidroksida dan dimetil sulfat dalam metilen klorida dengan menggunakan garam amonium kuaterner. Hal ini didasarkan pada penelitian Mc Killop yang dapat menghasilkan produk 95% pada sintesis anisol dengan mereaksikan fenol, natrium hidroksida dan metil iodida menggunakan katalis transfer fasa⁽⁴⁾. Garam amonium kuaterner yang digunakan dalam penelitian ini adalah N-setil-N,N,N-trimetil amonium bromida.

Katalis transfer fasa berfungsi memindahkan suatu substrat dari fasa yang berbeda, dalam hal ini melibatkan spesies polar dan pelarut non polar⁽⁵⁾. Dimetil sulfat berada dalam fasa organik (non polar), sedang fenol yang akan bereaksi dengan dimetil sulfat berada dalam fasa air (polar).



ArO⁻ : Nukleofil

Q⁺ : Garam amonium kuaterner

Dalam reaksi di atas, sebagian reaktan hanya larut dalam air, dan sebagian lagi hanya larut dalam fasa organik. Fungsi garam amonium kuaterner sebagai

katalis transfer fasa adalah membawa/mempertemukan reaktan agar dapat terjadi kontak dengan reaktan lain sehingga akan terbentuk produk, karena garam amonium kuaterner dapat larut dengan baik dalam fasa air maupun fasa organik⁽⁵⁾. Dalam penelitian ini produk yang diharapkan adalah anisol

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan: Reaktan berupa fenol, dimetil sulfat sebagai pengalkilasi. N-setil-N,N,N-trimetil amonium bromida sebagai katalis transfer fasa, natrium hidroksida untuk pengaktif fenol, aquades, metilen klorida, pentana, amonia 2N, natrium klorida 5%.

Alat: Seperangkat alat IR, seperangkat alat kromatografi gas, seperangkat alat evaporator Buchii, pengaduk magnet, corong pisah dan alat-alat gelas.

Cara Kerja:

Sintesis Anisol

Sebanyak 28,23 g fenol; 18,00 g Natrium hidroksida; 1,08 g N-setil-N,N,N-trimetil amonium bromida; 150 mL aquades; 56,79 mL dimetil sulfat dan 150 mL metilen klorida. Semua bahan tersebut dicampur dalam erlenmeyer 500 mL. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu kamar (29°C) selama 12 jam dengan tiap jam diambil 3 mL untuk di-analisis IR. Fasa organik yang terbentuk (A/lapisan bawah) dipisahkan. Fasa air yang terbentuk (B/lapisan atas) diekstraksi dengan metilen klorida 2x45 mL. Fasa organik hasil ekstraksi (lapisan bawah) digabung dengan (A). Ekstrak organik di-evaporasi pada suhu kamar, residu yang tertinggal dicuci dengan aquades,

lalu di-ekstraksi dengan pentana. Hasil ekstraksi (lapisan atas) dipisahkan dan diekstraksi dengan amonia 2N sampai netral. Fasa organik (lapisan atas) diekstraksi dengan larutan natrium klorida 5%. Untuk mem-bebaskan dari sisa-sisa air dalam fasa or-ganik ditambahkan natrium sulfat anhi-drat, kemudian disaring, filtrat dievaporasi pada suhu kamar. Residu merupakan produk Anisol sebanyak 16,4 mL dengan warna kuning pekat berbentuk cairan.

Analisis Produk

Ditentukan tetapan fisik: berat jenis dan indeks bias. Selanjutnya dilakukan analisis dengan kromatografi gas dan spektroskopi infra merah. Kromatografi gas Hewlett Pacard 5890 series II : kondisi operasi Jenis kolom HP 30 m, suhu awal 80°C selama 5 menit, kenaikan 10, suhu akhir 250°C, detektor FID, suhu detektor 270°C, suhu injektor 260°C, gas pembawa He, total flow 40m kec. kertas 1, jumlah injeksi 0.02µL

HASIL DAN PEMBAHASAN

Anisol (fenil metil eter) yang dihasilkan memiliki ρ^{18} 0,99725 dan n_D^{20} 1,51025. Menurut literatur⁽¹⁾, anisol memiliki ρ^{18} 0,9956 dan n_D^{20} 1,51791.

Analisis Produk

Analisis produk dengan kromatografi gas menunjukkan adanya 2 puncak, satu puncak kecil, dan satu puncak besar. Puncak besar diperkirakan adalah anisol (fenil metil eter) yang muncul pada waktu retensi 3,705 menit yang memiliki kemurnian 98,68%, bila dianggap

respons semua senyawa organik pada detektor yang diaplikasikan sama Puncak kecil diperkirakan adalah pengotor. Dari analisis Infra merah tampak pita serapan pada 30003,0 cm^{-1} menunjukkan rentangan C-H aromatik (B). Rentangan CH metil pada 2906,5 dan 2837,1 cm^{-1} . (C) Puncak 2030,9 dan 1930,6 cm^{-1} merupakan daerah overtone (D). Rentangan cincin karbon pada 1600,8; 587,3; 1498,6 cm^{-1} (E). Puncak 1247,9 cm^{-1} menunjukkan rentangan asimetrik C-O-C (F). Rentangan simetrik C-O-C pada 1041,5 cm^{-1} (G). Puncak 785,0 dan 754,1 cm^{-1} merupakan daerah sidik jari C-H (H). Daerah sidik jari cincin karbon pada 692,4 cm^{-1} . Spektra infra merah yang dihasilkan, menunjukkan bahwa produk yang diperoleh merupakan anisol (fenil metil eter). Karena spektra infra merah yang dihasilkan mirip dengan spektra infra merah anisol dari literatur⁽⁶⁾.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa: Sintesis anisol (fenil metil eter) menggunakan fenol dan dimetil sulfat menghasilkan produk dengan kemurnian 98,68%. N-setil-N,N,N-trimetil ammonium bromida (ammonium kuarterner) dapat digunakan sebagai katalis transfer fasa untuk sintesis anisol.

DAFTAR PUSTAKA

1. Martha Windholz (1976), "An Encyclopedia of Chemicals and Drugs" Ninth Edition, Published by Merck and

- Co, Inc Rahway, N.J. USA. Page 115-117.
2. E. Wertheim Harold Jeskey (1956), "Introductory Organic Chemistry with Certain Chapters of Biochemistry" MC Graw-Hill Book Company Inc New York. Page 283-285.
 3. Retno Dwi Soelisyowati (1985), "Optimasi Sintesis Metil Eugenol dari Cengkeh Memakai Katalis Transfer Fasa dalam Media Pelarut Organik" Laboratorium Kimia Organik F.MIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta. Halaman 9-11
 4. Gokel, George.W and Weber, William P., Phase Transfer Catalysis, *J. Chem. Education*, 55(6), 350(1978)
 5. MC Killop, A., Fiaud, J.C., and Hug, R.P., "The Use of Phase Transfer Catalysis for The Synthesis of Phenol Ethers", *Tetrahedron* (30) 1379-1382(1974).
 6. Silverstein, R.M., Bassler, Clayton, G. and Morrill, Terence, C., (1991), *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, Fifth Edition, John Wiley and Sons, Inc, New York, Page 113