

SINTESIS SALISILANILIDA DARI KOMPONEN UTAMA MINYAK GANDAPURA

Rinda Sulisty, Suratmo*, Rurini Retnowati

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya

Jl. Veteran Malang 65145

*Alamat korespondensi, Tel +62-341-575838, Fax: +62-341-575835

Email: ratmo_r@ub.ac.id

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis salisilanilida dari komponen utama minyak gandapura melalui reaksi substitusi. Penelitian ini dilakukan dengan cara mereaksikan metil salisilat dari minyak gandapura dengan anilin melalui refluks selama 8 jam. Hasil reaksi diidentifikasi menggunakan spektrofotometer IR dan kromatografi gas spektrometri massa (KG-SM). Hasil identifikasi dengan spektrofotometer IR menunjukkan adanya serapan pada 3380.98 cm^{-1} yang merupakan serapan gugus N-H amida sekunder dan serapan pada 1677.95 cm^{-1} yang merupakan serapan gugus C=O karbonil amida. Hasil identifikasi dengan KG-SM diperoleh 4 puncak. Puncak dengan waktu retensi 11,505 menit merupakan puncak dari metilsalisilat, sedangkan puncak pada waktu retensi 22,890 menit dengan % luas puncak 0,26% mempunyai harga m/z tertinggi 213 dapat diduga merupakan senyawa salisil anilida.

Kata kunci : Minyak Gandapura, Metil Salisilat, Salisilanilida

ABSTRACT

The synthesis of salicylanilide from the main components of gandapura oil was conducted in this research through substitution reaction. This research was carried out by reacting methyl salicylate in gandapura oil with aniline by refluxing for 8 hour. The products were identified using IR spectrophotometer and gas chromatography mass spectrometry (GC-MS). Result of identification with IR spectrophotometer showed peaks at 3380.98 cm^{-1} which is a secondary amide N-H group and peak at 1677.95 cm^{-1} which is the absorption of amide carbonyl C=O group. The results of the GC-MS identification obtained 4 peaks. Peak with a retention time of 11.505 minutes is showed the presence of methylsalicylate compounds, whereas the peak with a retention time of 22.890 minutes and with 0.26% area has a value for m/z 213 is suspected to be the synthesized compounds (salicylanilide).

Keywords : Oil Gandapura, Methyl Salicylates, Salicylanilide

PENDAHULUAN

Minyak gandapura diperoleh melalui proses penyulingan dari daun dan gagang tanaman gandapura. Minyak gandapura dalam perdagangan internasional dikenal dengan istilah *wintergreen oil* [1]. Komponen utama minyak gandapura adalah senyawa metil salisilat yang banyak digunakan dalam industri obat-obatan, bahan pewangi, serta industri makanan dan minuman [2]. Kandungan metil salisilat dalam minyak gandapura mencapai 93- 98 % [3]. Metil

salisilat merupakan turunan dari asam salisilat yang berwarna kuning dengan bau menyengat seperti salep. Sifatnya tidak larut dalam air tetapi larut dalam alkohol dan eter [4]. Metil salisilat merupakan senyawa ester yang sering digunakan sebagai bahan baku pembuatan obat salep (lotion) yang dapat mengobati sakit otot. Metil salisilat sudah banyak dikembangkan menjadi senyawa lain, misalnya asam asetil salisilat (aspirin) [5]. Turunan metil salisilat selain asam asetil salisilat juga dapat diubah menjadi salisilanilida.

Salisilanilida merupakan senyawa turunan asam salisilat. Senyawa ini tidak bisa larut dalam air akan tetapi larut dalam pelarut organik seperti dietil eter, karbon tetraklorida, maupun heksana [6]. Salisilanilida merupakan obat anti inflamasi yang berfungsi sebagai analgesik atau antipiretik [7], dan juga memiliki aktivitas anti jamur. Salisilanilida dapat disintesis dari asam salisilat dan anilin penambahan tersebut harus dinetralkan dengan asam yaitu H_2SO_4 . Cara lain untuk mensintesis salisilanilida yaitu dengan cara langsung, cara ini dilakukan dengan menambahkan metil salisilat dan anilin dengan pelarut benzena.

Berdasarkan jenis bahan dasar utama minyak gandapura, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa salisilanilida dari komponen utama minyak gandapura (metil salisilat) dengan pelarut anilin sehingga menghasilkan senyawa salisilanilida.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak gandapura, anilin (pa), benzena (pa) dan akuades, peralatan gelas, seperangkat alat refluks, oven, kertas, timbangan analitik, pengaduk magnet, refraktometer dan peralatan instrumentasi meliputi spektrofotometer infra merah FT-IR, dan kromatografi gas-spektrometri massa (KG-SM).

Reaksi Pembentukan Anilida

Sebanyak 66,3mL metil salisilat dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL, kemudian ditambah 22,8 mL anilin dan 60 mL benzena. Campuran di refluks selama 8 jam pada temperatur 180 °C, kemudian benzena dimasukkan ke dalam rotary evaporator setelah itu didinginkan.

Analisa dengan Spektrofotometer Infra Merah (IR)

Disiapkan pellet KBr dengan cara dimasukkan 2 g serbuk KBr dan 2 g hasil sintesis salisilanilida, dicampur sampai merata. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam pellet press dengan kompresi hidrolik berkekuatan 2 torr yang dihubungkan dengan pompa vakum. Selanjutnya pellet KBr yang mengandung sampel hasil sintesis diletakkan diantara dua celah yang dilewati berkas sinar inframerah dan dibuat spektranya pada rentang bilangan gelombang $600 - 4000 \text{ cm}^{-1}$. Setelah itu dianalisis menggunakan KG-SM.

Analisa dengan Kromatografi gas-Spektrometer massa (KG-SM)

Senyawa hasil sintesis diinjeksikan sebanyak $1 \mu\text{L}$ dalam alat KG-SM dengan tipe dan kondisi operasional alat antara lain tipe alat SHIMADZU QP-2010S, kolom jenis kolom DB-1, panjang 25 m, temperatur kolom $80-310 \text{ }^\circ\text{C}$ ($5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$), gas pembawa He (10Kpa), injektor mode:split (1:8), temperatur detektor $280 \text{ }^\circ\text{C}$.

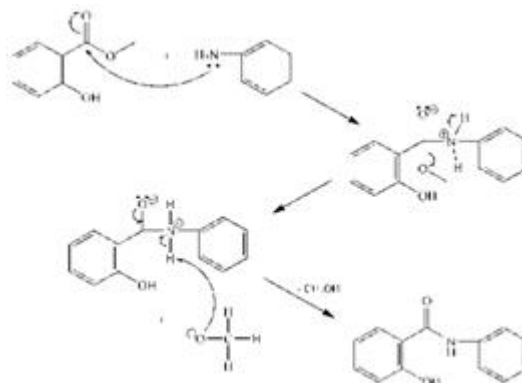
Interpretasi Data

Dari data hasil pengamatan warna, bau dan wujud dapat ditentukan sifat fisik suatu senyawa. Gugus fungsi serta komponen penyusun suatu senyawa dapat diketahui melalui analisa kualitatif menggunakan Spektrofotometer IR dan KG-SM. Analisa kuantitatif menggunakan data persen area dari tiap puncak pada kromatogram.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Salisilanilida

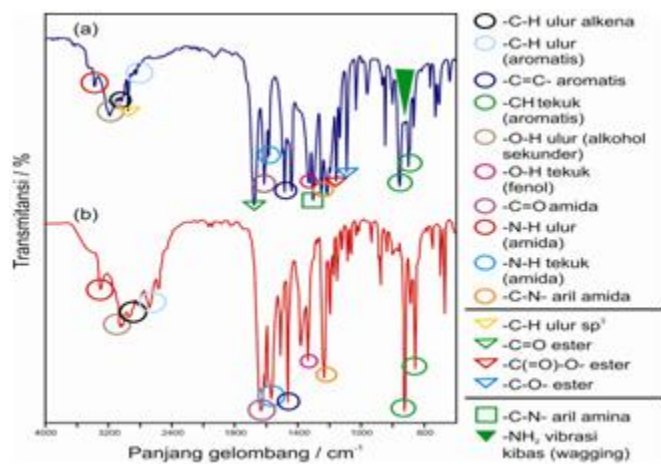
Salisilanilida dapat disintesis secara langsung dengan mereaksikan metil salisilat dengan anilin. Anilin merupakan suatu nukleofil sehingga atom N pada anilin dapat menyerang atom C karbonil yang berikatan rangkap dengan atom O pada metil salisilat. Proses tersebut menyebabkan keterikatan transisi antara anilin dengan metil salisilat, yang mana atom N: dari anilin akan mengalami keterikatan dengan atom C pada metil salisilat dan gugus $-\text{OCH}_3$ akan mengalami pemutusan ikatan dari metil salisilat. Proses tersebut kemudian dilanjutkan dengan pelepasan atom H yang terikat pada atom N pada anilin sebagai amina primer dan membentuk gugus amida, sehingga diperoleh senyawa salisilanilida yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Reaksi salisilanilida

Identifikasi Spektrofotometri inframerah (IR)

Identifikasi senyawa salisilanilida menggunakan spektrofotometri IR dilakukan dengan membandingkan antara gambar spektra IR hasil sintesis dengan gambar spektra IR hasil sintesis standar. Gambar spektra keduanya disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2 Gambar spektra IR (a) salisilanilida hasil sintesis, dan (b) salisilanilida standar SDBS

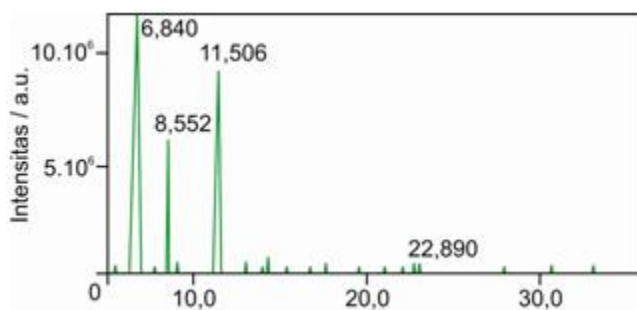
Spektara IR pada gambar 2 menunjukkan bahwa secara umum, gambar spektra IR hasil sintesis memiliki kesamaan dengan gambar IR hasil standar. Namun, ada serapan lain yang menunjukkan adanya pengotor pada salisilanilida hasil sintesis.

Hasil identifikasi menggunakan spektrofotometer IR, senyawa hasil sintesis memiliki bilangan gelombang yang identik dengan bilangan gelombang dari senyawa salisilanilida. Oleh

karena itu perlu dilakukan identifikasi menggunakan KG-SM untuk mengetahui komponen penyusun senyawa hasil sintesis dan konsentrasi salisilanilida.

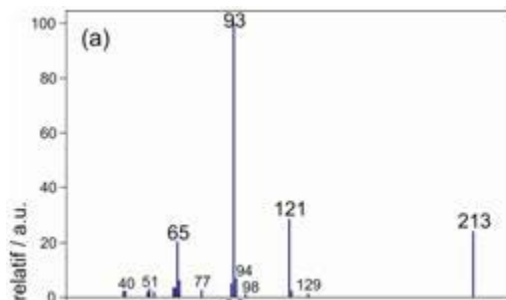
Identifikasi Kromatografi Gas – Spektrometer Massa (KG – SM)

Dari pengamatan KG-SM diketahui hasil sintesis salisilanilida. Dari hasil KG-SM diperoleh TIC (*Total Ionic Chromatogram*) salisilanilida hasil sintesis yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3 TIC senyawa hasil sintesis

Pada puncak 2 dengan waktu retensi 6,840 menit dan % area = 61,78% memiliki spektrum massa yang identik dengan spektrum massa senyawa anilin, sedangkan pada puncak 6 dengan waktu retensi 11,505 menit dan % area = 31,52% memiliki spektrum massa yang identik dengan spektrum massa senyawa metilsalisilat. Pada waktu retensi 22,890 menit dengan % area = 0,26% memiliki spektrum massa yang identik dengan spektrum massa salisilanilida. Gambar spektrum massa salisilanilida pada waktu retensi 22,890 menit ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4 Spektra massa salisilanilida

Berdasarkan hasil fragmentasi pada Gambar 4 spektra salisilanilida memiliki $m/z = 213$, yang kemudian mengalami pemutusan C_6H_5N ($M = 92$), sehingga diperoleh puncak $m/z = 121$. Kemudian, dilanjutkan adanya pemutusan CO radikal dari puncak $m/z = 121$ sehingga diperoleh puncak $m/z = 93$. Pada puncak tersebut, dilanjutkan dengan terjadinya pemutusan CO radikal sehingga diperoleh puncak $m/z = 65$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa terbentuknya salisilanilida berdasarkan analisis IR yang ditandai dengan adanya serapan gugus C=O karbonil amida dan C-N amida. Pada uji KG-SM salisilanilida terlihat pada waktu retensi 22,890 menit dengan % area = 0,26% dan rendemen sebesar 0,199%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan kepada Drs. Suratmo, M.Sc. sebagai pembimbing I dan selaku Kepala Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang. Dr. Rurini Retnowati, M. Si sebagai pembimbing II, Staff Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia FMIPA, teman-teman angkatan 2007 dan Universitas Brawijaya, Malang.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ma'mun, 2005, **Tanaman Minyak Gandapura**, Pengembangan dan Penelitian Pertanian, Wonosobo. <http://www.pustaka.go.id/publikasi.pdf>. Diakses tanggal 20 desember 2011.
2. Harris, Ruslan, 1989, **Tanaman Minyak Atsiri**, PT. Penebar Swadaya, Jakarta.

3. March, 2005, **Penyulingan dan Analisis Beberapa Jenis Minyak Gandapura**, *Balai Penelitian Tanaman dan Obat*, no.2, vol. 16, <http://minyakatsiriindonesia.wordpress.com/minyak-gandapura/abstrak-penelitian/>, diakses tanggal 30 Juni 2011
4. Futwembun, A., Matsjeh, S., dan Jumina, 2001, **Sintesis 2'-Metoksi Flavon O-Hidroksi Asetofenon dengan Metil Salisilat**, Universitas Gadjah Mada.
5. Yuliani, Sri, 2006, **Cara Mudah Membuat Balsam Obat** Penelitian dan Pengembangan Pertanian Vol.28, No.6, <http://www.pustaka-deptan.go.id/publikasi/wr286065.pdf>, diakses tanggal 20 September 2011
6. Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S., 1981, **Kimia Organik**, Alih Bahasa: A.H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
7. Siswandono, dan Soekardjo, Bambang, 1995, **Kimia Medisinal**, Airlangga University Press, Surabaya
8. Clarke, H.T., dan B., Haynes, 1975, **A Hand book of Organic Analysis Qualitative and Quantitative**, Edward Arnold Publishers, London.