



Waktu Optimum pada Reaksi Veratraldehid dan Anilin

Ditya Putri Solihati^a, Enny Fachriyah^a, Ismiyanto^{a*},

^a Organic Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang

* Corresponding author: ismiyarto@live.undip.ac.id

Article Info	Abstract
<p>Keywords: imine, dissolving, synthesis, melting point</p>	<p>Imine is a compound with functional groups C=N which has potential as antibacterial, anticancer, antifungal, antitumor and antimalarial. Imine synthesis can be conducted using the base material of aldehyde and primary amine. In this study, veratraldehid and aniline were used. The purpose of this study was to synthesize 3,4 dimethoxybenzilimine and determine the optimum reaction time of the synthesis process. The purity of the synthesis product was based on the melting point test. Determination of maximum synthesis result was performed with variation of dissolution time. The results showed that the synthesis product was not pure. The optimum synthesis reaction time was at 140 minutes with a yield of 60.5%.</p>
<p>Kata kunci: imina, pelarutan, sintesis, titik leleh</p>	<p>Abstrak</p> <p>Imina merupakan senyawa dengan gugus fungsi C=N yang mempunyai potensi sebagai antibakteri, antikanker, antijamur, antitumor dan antimalaria. Sintesis imina dapat dilakukan menggunakan bahan dasar aldehida dan amina primer. Pada penelitian ini, digunakan veratraldehid dan anilin. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis 3,4 dimetoksibenzilimina dan menentukan waktu reaksi optimum dari proses sintesis tersebut. Kemurnian produk sintesis berdasarkan pengujian titik leleh. Penentuan hasil sintesis maksimum dilakukan dengan variasi waktu pelarutan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk sintesis belum murni. Waktu reaksi optimal sintesis yaitu pada 140 menit dengan rendemen sebesar 60,5%.</p>

1. Pendahuluan

Imina merupakan senyawa dengan gugus fungsi C=N yang mempunyai potensi sebagai antibakteri [1], antikanker [2], antijamur, antitumor dan antimalaria [3]. Melihat potensinya yang besar, maka penelitian tentang imina perlu dikembangkan, sehingga dapat mempunyai aktivitas yang tinggi dan lebih stabil.

Hania [4] telah berhasil mensintesis senyawa imina menggunakan bahan dasar anilin dan benzaldehid, reaksi dilakukan dengan pemanasan selama 2 jam dan dihasilkan produk dengan titik leleh 50°C-52°C dan rendemen 60%. Secara umum, imina merupakan hasil reaksi kondensasi antara aldehida dan amina primer. Aldehid aromatik dengan amina primer akan menghasilkan imina yang stabil [5], karena akan menghasilkan produk dengan cincin aromatik dan ikatan

rangkap yang terkonjugasi. Konsep reaksi tersebut dapat digunakan untuk sintesis imina dari veratraldehid dan anilin.

Veratraldehid adalah senyawa organik yang memiliki kemiripan struktur dengan benzaldehida. Sedangkan anilin merupakan amina primer yang merupakan suatu nukleofil yang dapat menyerang gugus karbonil suatu aldehid atau keton, sehingga pada penelitian dapat digunakan sebagai alternatif pembuatan senyawa turuna dari imina.

Reaksi pembentukan imina (imina) dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain suhu, pH, dan waktu reaksi yang digunakan. Salah satu faktor keberhasilan reaksi pembentukan imina adalah waktu reaksi. Dalam penelitian ini dilakukan variasi waktu reaksi yang digunakan, yaitu 40 menit, 60 menit, 80 menit, 100

menit, 120 menit, 140 menit dan 160 menit. Berdasarkan uraian tersebut, untuk menghasilkan produk sintesis imina yang optimal perlu ditentukan waktu reaksi, sehingga memperoleh rendemen produk sintesis yang optimal.

2. Metodologi

Alat & Bahan

Peralatan gelas, labu leher tiga 250 mL yang dilengkapi dengan pengaduk magnet, termometer, seperangkat alat refluks, neraca analitis, corong pisah, dan pengaduk gelas. Anilin p.a, veratraldehid p.a, etanol, asam klorida, akuades, kloroform, magnesium sulfat anhidrat, kertas saring, dan alumunium foil.

Sintesis 3,4-dimetoksibenzilimina

Veratraldehid 3,006 g (0,02 mol) dilarutkan dalam 20 mL etanol. Pelarutan dilakukan dalam labu leher tiga volume 250 mL yang dilengkapi dengan pendingin, pengaduk magnetik dan termometer. Setelah veratraldehid larut, ditambahkan larutan anilin berlebih sampai larutan homogen kemudian ditambahkan 1 mL HCl 1 M. Reaksi dilakukan pada suhu 60°C dengan variasi waktu reaksi 40 menit, 60 menit, 80 menit, 100 menit, 120 menit, 140 menit dan 160 menit. Campuran kemudian diekstraksi dengan 5 mL kloroform. Fraksi yang terbentuk dipisahkan dan dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat kemudian filtratnya diuapkan dengan *rotary evaporator*.

Penentuan Titik Leleh

Padatan yang terbentuk dikeringkan. Setelah kering, padatan ditimbang dan diukur titik lelehnya.

3. Hasil dan Pembahasan

Sintesis 3,4-dimetoksibenzilimina

Reaksi pembentukan imina merupakan reaksi kondensasi antara aldehyd dengan nukleofilik amina primer. Sintesis 3,4-dimetoksioksibenzilimina dilakukan dengan mereaksikan veratraldehid dan anilin. Reaksi dilakukan pada suhu 60°C menggunakan pelarut etanol dan variasi waktu reaksi 40 menit, 60 menit, 80 menit, 100 menit, 120 menit, 140 menit dan 160 menit.

Langkah awal dalam sintesis ini adalah mereaksikan veratraldehid dengan anilin. Pada tahap ini terjadi adisi nukleofilik yaitu dari amina primer anilin yang bertindak sebagai nukleofil yang akan menyerang atom C karbonil dari veratraldehid. Reaksi ini menyebabkan ikatan rangkap karbon oksigen putus, kemudian diikuti dengan lepasnya proton dari nitrogen dan diperoleh proton oleh oksigen.

Tahap Selanjutnya terjadi eliminasi yaitu dengan protonasi gugus -OH, dengan bantuan katalis HCl, yang diikuti lepasnya air (dehidrasi). Setelah bereaksi, campuran diekstraksi dengan kloroform sehingga terbentuk dua lapisan, yaitu fasa organik dan fasa air. Fasa organik dipisahkan kemudian dikeringkan dengan MgSO₄ anhidrat dan filtratnya dievaporasi dengan *rotary evaporator*. Hasil yang didapat dikeringkan dalam

desikator kemudian ditimbang dan ditentukan titik lelehnya.

Penentuan Titik Leleh

Titik leleh hasil sintesis yang dilakukan pada variasi waktu yaitu 40 menit, 60 menit, 80 menit, 100 menit, 120 menit, 140 menit dan 160 menit dapat dilihat dalam tabel 1.

Tabel 1. Pengaruh waktu reaksi terhadap produk sintesis

No	Waktu Reaksi (menit)	Titik Leleh (°C)	Produk (g)	Rendemen (%)
1	40	61-63	1,195	24,79
2	60	61-62	1,376	28,55
3	80	63-65	1,902	39,46
4	100	61-64	2,385	49,48
5	120	60-63	2,539	52,68
6	140	60-62	2,916	60,5
7	160	59-61	2,624	54,44

Dari tabel 1 dapat dilihat bahwa waktu optimal terjadi pada waktu reaksi 140 menit dengan rendemen sebesar 60,5%. Pada waktu reaksi di bawah 140 menit imina belum memberikan hasil yang maksimal, karena reaksi belum berlangsung secara sempurna. Sedangkan pada waktu reaksi setelah 140 menit terjadi penurunan produk sintesis. Fenomena ini disebabkan imina yang telah terbentuk dapat bereaksi kembali, dengan terjadinya protonasi oleh H⁺, sehingga menghasilkan karbon parsial positif yang dapat diserang oleh nukleofil yang ada dalam campuran produknya, antara lain ion -OH air dan sisa anilin, sehingga akan mengurangi produk yang dihasilkan [5]. Hasil titik leleh 60°C - 62°C pada produk sintesis dengan rendemen terbesar sedangkan pada literatur tidak disebutkan titik lelehnya (chemsynthesis.com). Range titik leleh yang lebar menunjukkan bahwa produk sintesis belum murni.

4. Kesimpulan

Berdasarkan pembahasan yang telah dipaparkan, dapat disimpulkan bahwa telah didapatkan hasil yaitu senyawa turunan imina, 3,4-dimetoksibenzilimina dapat disintesis melalui reaksi kondensasi senyawa imina dari veratraldehid dan anilin. Waktu reaksi optimal pada 140 menit menghasilkan produk dengan rendemen 60,5%.

5. Daftar Pustaka

- [1] Neeraj Kumar Fuloria, Vijender Singh, M. Shaharyar, Mohammed Ali, Synthesis, characterization and antimicrobial evaluation of novel imines and thiazolidinones, *Acta Poloniae Pharmaceutica & Drug Research*, 66, 1, (2009) 141-146
- [2] Amjid Iqbal, Hamid Latif Siddiqui, CM Ashraf, Matloob Ahmad, George W Weaver, Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity of Azomethine Derivatives Derived from 2-Formylphenoxyacetic Acid, *Molecules*, 12, 2, (2007) 245-254 <http://dx.doi.org/10.3390/12020245>

- [3] Sandra S Konstantinović, Budimir V Konstantinović, Jasmina M Jovanović, Synthesis and structure of vanillin azomethines, *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly/CICEQ*, 15, 4, (2009) 279-281
<http://dx.doi.org/10.2298/CICEQ0904279K>
- [4] Majed M. Hania, Synthesis of Some Imines and Investigation of their Biological Activity, *E-Journal of Chemistry*, 6, 3, (2009) 629-632
<http://dx.doi.org/10.1155/2009/104058>
- [5] Ralph J Fessenden, Joan S Fessenden, Fundamentals of organic chemistry, Harper & Row, 1990.