

## ESTERIFIKASI ASAM 6 BROMOPIKOLINAT DENGAN METANOL DAN ETANOL MENGGUNAKAN PTSA (*p* – *Toluene Sulphonic Acid*)

### Abstrak

Asam 6-bromopikolinat merupakan salah satu senyawa turunan piridin yang dapat digunakan sebagai prekursor ligan multidentat. Senyawa ini memiliki dua atom yang dapat berfungsi sebagai atom donor yaitu nitrogen pada cincin piridin dan oksigen pada gugus karboksilatnya. Esterifikasi asam 6-bromopikolinat dalam penelitian ini menggunakan katalis homogen *p-toluene sulphonic acid* (PTSA) dengan pelarut metanol dan etanol. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi katalis PTSA (*P-Toluene Sulphonic Acid*) dan temperatur optimum pada esterifikasi asam 6-bromopikolinat dengan etanol dan metanol. Esterifikasi dilakukan dengan mencampurkan asam 6-bromopikolinat dengan pelarut metanol atau etanol menggunakan katalis PTSA (*P-Toluene Sulphonic Acid*) dan jalannya reaksi diikuti menggunakan teknik Kromatografi Lapisan Tipis (KLT). Berdasarkan hasil analisis KLT diketahui bahwa konsentrasi katalis berbanding lurus dengan kecepatan reaksi. Konversi reaktan ke produk untuk esterifikasi menggunakan metanol atau etanol selesai pada waktu 48 jam untuk konsentrasi katalis 10% (b/b), 40 jam untuk konsentrasi katalis 30% (b/b) dan 8 jam untuk konsentrasi 50% (b/b). Sedangkan variasi temperatur pada konsentrasi katalis 50% (b/b) untuk esterifikasi dengan metanol atau etanol menunjukkan hasil yang serupa yaitu temperatur 25°C selesai pada 24 jam dan 40°C selesai pada 16 jam. Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa kondisi terbaik reaksi esterifikasi asam 6-bromopikolinat dengan metanol atau etanol adalah menggunakan konsentrasi katalis PTSA (*P-Toluene Sulphonic Acid*) 50 % (b/b) pada temperatur refluks maksimum 65°C untuk metanol dan 78°C untuk etanol. Karakterisasi produk metil ester 6-bromopikolinat menggunakan <sup>1</sup>H-NMR 500 MHz mengkonfirmasi pembentukan produk berdasarkan data pergeseran kimia pada  $\delta_H$  7,73-7,68 ppm (2H, d, J=7,5 Hz) dan  $\delta_H$  8,10 ppm (1H, d, J=7,5 Hz) untuk hidrogen pada cincin piridin serta pada  $\delta_H$  4,00 ppm (3H, s, J= 7 Hz) untuk gugus metil ester. Sedangkan karakterisasi produk etil ester 6-bromopikolinat menggunakan <sup>1</sup>H-NMR 500 MHz mengkonfirmasi pembentukan produk berdasarkan data pergeseran kimia pada  $\delta_H$  7,69 ppm (1H, d, J=7,5 Hz),  $\delta_H$  7,75 ppm (1H, t, J=7,5 Hz) dan  $\delta_H$  8,09 ppm (1H, d, J=7,5 Hz). untuk hidrogen pada cincin piridin serta pada  $\delta_H$  1,43 ppm (3H, t, J= 7 Hz) dan  $\delta_H$  4,47 ppm (2H, q, J= 7 Hz; 6,5 Hz) untuk gugus etil ester.

Kata Kunci : *Asam 6-bromopikolinat* , *Esterifikasi*, *p - Toluene Sulphonic Acid*

**ESTERIFICATION DETERMINATION OF 6-BROMOPYCOLINIC ACID  
WITH METHANOL AND ETHANOL USING  
PTSA (*p* – Toluene Sulphonic Acid)**

**Abstract**

6-bromopicolinic acid is a pyridine derivative that can be used as a precursor for multidentate ligands. This compound has two atoms that can function as donor atoms, namely nitrogen in the pyridine ring and oxygen in the carboxylic group. The esterification of 6-bromopicolinic acid in this study used a homogeneous catalyst of *p*-toluene sulphonic acid (PTSA) with methanol and ethanol solvents. This study aims to determine the concentration of PTSA (P-Toluene Sulphonic Acid) catalyst and the optimum temperature for the esterification of 6-bromopicolinic acid with ethanol and methanol. Esterification is carried out by mixing 6-bromopicolinic acid with methanol or ethanol solvent using a PTSA (P-Toluene Sulphonic Acid) catalyst and the course of the reaction is followed using a Thin Layer Chromatography (TLC) technique. Based on the results of the TLC analysis, it is known that the catalyst concentration is directly proportional to the reaction rate. Conversion of reactants to products for esterification using methanol or ethanol is completed in 48 hours for a catalyst concentration of 10% (w/w), 40 hours for a catalyst concentration of 30% (w/w) and 8 hours for a concentration of 50% (w/w) . While the temperature variation at 50% (w/w) catalyst concentration for esterification with methanol or ethanol showed similar results, namely temperature 25°C finished in 24 hours and 40°C finished in 16 hours. Based on these results it can be seen that the best condition for the esterification reaction of 6-bromopicolinic acid with methanol or ethanol is using a catalyst concentration of 50% (w/w) PTSA (P-Toluene Sulphonic Acid) at a maximum reflux temperature of 65°C for methanol and 78°C for ethanol. Characterization of the 6-bromopicolinate methyl ester product using <sup>1</sup>H-NMR 500 MHz confirmed the formation of the product based on chemical shift data at δH 7.73-7.68 ppm (2H, d, J=7.5 Hz) and δH 8.10 ppm (1H, d, J=7.5 Hz) for the hydrogen on the pyridine ring and at δH 4.00 ppm (3H, s, J= 7 Hz) for the methyl ester group. While the product characterization of 6-bromopicolinate ethyl ester using <sup>1</sup>H-NMR 500 MHz confirmed the formation of the product based on chemical shift data at δH 7.69 ppm (1H, d, J=7.5 Hz), δH 7.75 ppm (1H, t, J=7.5 Hz) and δH 8.09 ppm (1H, d, J=7.5 Hz) for the hydrogen in the pyridine ring and at δH 1.43 ppm (3H, t, J= 7 Hz) and δH 4.47 ppm (2H, q, J= 7 Hz; 6.5 Hz) for the ethyl ester group.

Keywords: *6-bromopicolinic Acid, Esterification, p - Toluene Sulphonic Acid*