

RINGKASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan reaksi metilasi asam salisilat dengan pereaksi dimetil sulfat dan basa yang digunakan berbeda yaitu KOH dan K_2CO_3 untuk menghasilkan metil *o*-metoksibenzoat.

Reaksi metilasi asam salisilat dilakukan dengan melarutkan asam salisilat dalam pelarut benzena, kemudian ditambahkan KOH atau K_2CO_3 dan terakhir ditambahkan dimetil sulfat. Reaksi metilasi berlangsung pada suhu $65^\circ C$ selama 6 jam. Proses pemurnian terhadap senyawa hasil metilasi dilakukan dengan pencucian dan penguapan pelarut, hasilnya kemudian di KLT dengan berbagai fase gerak dan diperoleh satu noda untuk KOH dan dua noda untuk K_2CO_3 .

Uji kemurnian senyawa hasil reaksi metilasi asam salisilat yang menggunakan KOH, dengan $FeCl_3$ negatif, dengan indeks bias diperoleh harga sebesar 1.530, sedangkan identifikasi secara KLT dengan berbagai fase gerak didapatkan satu noda. Identifikasi secara spektrofotometri FT-IR didapatkan data bilangan gelombang pada 1730 cm^{-1} yang menunjukkan gugus $C=O$ ester, 1165 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} untuk $C-O$ ester, 1256 cm^{-1} untuk $C-O$ eter aril alkil. Pada spektrum ^1H NMR menunjukkan adanya proton metil yang terikat $-OAr$ pada pergeseran kimia 3,48 ppm dan proton metil yang terikat $-OCOAr$ pada pergeseran kimia 4,05 ppm serta proton senyawa aromatis pada pergeseran kimia 7,84–6,88 ppm. Identifikasi dengan spektroskopi Massa menunjukkan adanya spektrum pada m/z 166. Dari spektrum ini didapatkan data puncak dasar yaitu 164 yang menunjukkan fragmen molekul induk (M^+) yang mengalami kehilangan atom H dari gugus metoksi dan gugus metil karboksilat. Setelah dilakukan uji kemurnian dan uji identifikasi, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah metil *o*-metoksibenzoat.

Uji kemurnian senyawa hasil reaksi metilasi asam salisilat yang menggunakan K_2CO_3 , dengan $FeCl_3$ positif dan identifikasi secara KLT dengan berbagai fase gerak didapatkan dua noda. Dari KLT–Densitometri didapatkan persentase masing-masing noda yaitu 88,4% dan 11,0%. Dilakukan pemisahan masing-masing noda dengan kromatografi kolom untuk memisahkan campuran senyawa noda I dan senyawa noda II. Secara organoleptis, senyawa noda I memberikan bau harum yang kuat seperti minyak gandapura. Uji terhadap senyawa noda I dengan $FeCl_3$ positif dan pada spektrum ^1H NMR menunjukkan adanya proton yang terikat $-OAr$ pada pergeseran kimia 10,73 ppm dan proton metil yang terikat $-OCOAr$ pada pergeseran kimia 3,91 ppm serta proton senyawa aromatis pada pergeseran kimia 7,86–6,75 ppm. Setelah dilakukan uji $FeCl_3$, uji identifikasi dan didukung oleh organoleptis, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa noda I adalah metil salisilat. Secara organoleptis, senyawa noda II memberikan bau yang sedikit harum seperti senyawa hasil reaksi metilasi yang menggunakan KOH. Uji $FeCl_3$ terhadap senyawa noda II negatif dan secara KLT, harga R_f senyawa noda II sama dengan harga R_f senyawa hasil reaksi metilasi yang menggunakan KOH, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa noda II adalah metil *o*-metoksibenzoat.

Hasil reaksi metilasi berupa cairan kental yang berwarna kuning muda serta berbau sedikit harum sebanyak 28% dengan basa KOH dan 10% dengan basa K_2CO_3 sesudah dilakukan pemisahan dengan kromatografi kolom. Dari perhitungan stastitika metode uji t dua sampel bebas diperoleh kesimpulan bahwa terdapat perbedaan bermakna antara senyawa hasil reaksi metilasi dengan basa KOH dan K_2CO_3 . Dari sini dapat diketahui bahwa perbedaan basa yang digunakan akan mempengaruhi persentase hasil reaksi. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh perbedaan derajat kebasaaan sehingga mempengaruhi kemampuan dalam membentuk ion fenoksida dan ion karboksilat. Basa dengan derajat kebasaaan yang tinggi dapat membentuk ion fenoksida dan ion karboksilat dalam jumlah yang cukup sehingga dapat tersubstitusi dengan gugus metil dari dimetil sulfat. Sedangkan basa dengan derajat kebasaaan yang rendah akan lebih sulit membentuk ion fenoksida dalam jumlah yang cukup daripada membentuk ion karboksilat sehingga gugus metil lebih banyak mensubstitusi gugus karboksilat daripada gugus hidroksi fenolik. Larutan 0,1 M KOH dalam air memiliki pH 13,5, lebih tinggi daripada K_2CO_3 yang memiliki pH 11,6.

Untuk reaksi metilasi asam salisilat menghasilkan metil *o*-metoksibenzoat, perlu diperhatikan jenis basa yang digunakan dalam proses reaksi metilasi sehingga persentase hasil reaksi metilasi yang didapat dalam jumlah maksimal.