

**Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen Utama  
Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
Mofhan Puja Heru Kusuma  
0710923021-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2012**

**Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen  
Utama Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi**

**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam bidang kimia**

**Oleh :  
Mofhan Puja Heru Kusuma  
0710923021-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2012**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen  
Utama Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi**

**Oleh**  
**Mofhan Puja Heru Kusuma**  
**0710923021-92**

Setelah dipertahankan didepan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Suratmo, M.Sc  
NIP. 19630706 199002 1 002

M. Farid Rahman, S.Si, M.Si  
NIP. 19700720 199702 1 001

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS  
NIP. 19630404 198701 1 001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang beratanda tangan dibawah ini

Nama : Mofhan Puja Heru Kusuma

NIM : 0710923021-92

Jurusan : Kimia

Penulis tugas akhir berjudul :

### **Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen Utama Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar – benar karya saya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama – nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini
2. Apabila kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Februari 2012

Yang menyatakan,

(Mofhan Puja Heru Kusuma)

NIM 0710923021

# Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen Utama Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi

## ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui senyawa hasil sintesis melalui reaksi metilasi dari komponen utama minyak gandapura. Minyak gandapura yang mengandung senyawa metil salisilat sebesar 97% digunakan sebagai bahan utama dalam reaksi metilasi dengan pereaksi Dimetil sulfat (DMS). Metil-o-metoksibenzoat diperoleh melalui Reaksi metilasi metil salisilat mengikuti cara sintesis eter dari Williamson melalui reaksi  $S_N^2$ . Sintesis melalui reaksi metilasi dilakukan dengan mereaksikan DMS dengan penambahan katalis  $NaOCH_3$ . Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan spektrofotometer *Fourier transform infrared* (FTIR) dan identifikasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM). Berdasarkan hasil KG-SM, diketahui bahwa senyawa hasil sintesis adalah metil-o-metoksibenzoat. Dari penelitian ini, diketahui bahwa senyawa hasil sintesis merupakan Metil o-metoksibenzoat dengan rendemen sebesar 87,03 %.

Kata kunci: *minyak gandapura, metil-o-metoksibenzoat, metil salisilat, DMS, sintesis Williamson*

# Synthesis Of Methyl-o-methoxybenzoate From Gaultheria Oil Compound Via Methylation

## ABSTRACT

This research was conducted to determine the compound(s) synthesized by the methylation reaction of the major component of *Gaultheria* oil. *Gaultheria* oil containing methylsalicylate of 97% as the main composition was used in methylation reaction by using dimethyl sulfate reagent. Methyl-o-methoxybenzoate was obtained through methylation reaction of methyl salicylate in accordance with Williamson ether synthesis. This synthesis is  $SN_2$  reaction that includes the using of methyl salicylate and Dimethyl sulfate (DMS). Synthesis via methylation was carried out by reacting DMS with addition of the  $NaOCH_3$  catalyst. Characterization of compounds obtained from synthesis was performed by using Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) and identification by Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS). The result showed that the synthesized compound was methyl-o-methoxybenzoate with yield of 87.03%.

Keywords: *Gaultheria* oil, methyl-o-methoxybenzoate, methyl salicylate, DMS, Williamson synthesis

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan selalu kepada ALLAH SWT atas segala berkat dan limpahan rahmat-Nya yang senantiasa menjaga penulis selalu dalam bimbingan-Nya sehingga mampu menyelesaikan skripsi dengan judul “**Sintesis Senyawa Metil-o-metoksibenzoat dari Komponen Utama Minyak Gandapura Melalui Reaksi Metilasi**”, sebagai salah satu persyaratan meraih gelar Sarjana Sains di bidang Kimia Universitas Brawijaya Malang.

Penulis juga menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Drs. Suratmo, M.Sc dan M. Farid Rahman, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan II yang telah memberikan banyak dukungan dan bantuan, serta meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dalam penelitian ini.
2. M. Farid Rahman, S.Si, M.Si selaku dosen penasihat akademik yang telah memberikan semangat dan masukan kepada penulis selama masa studi
3. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, staf pengajar dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua bantuan yang telah diberikan
4. Orangtua tercinta serta keluarga penulis yang telah memberikan dukungan dan doa dalam menyelesaikan studi penulis.
5. Rekan-rekan mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, khususnya angkatan 2007 atas dukungan dan bantuannya.

Akhirnya, dengan segala keterbatasan serta pengetahuan, penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Dengan kerendahan hati penulis mengharapkan agar skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Februari 2012

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	2
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Minyak Gandapura .....	3
2.2 Metil salisilat .....	5
2.3 Metil-o-metoksibenzoat .....	5
2.4 Metode Williamson .....	6
2.5 Metiasi Metil Salisilat.....	6
2.6 Spektrofotometri Inframerah.....	7
2.7 Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (KG-SM) .	8
2.8 Hipotesis .....	9
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	10
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	
3.2.1 Alat Penelitian .....	10
3.2.2 Bahan – bahan Penelitian .....	10
3.3 Tahapan Penelitian .....	10

3.4	Prosedur Kerja Penelitian.....	10
3.4.1	Sintesis metilsalisilat.....	10
3.4.2	Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa .....	11
3.4.3	Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Spektrofotometri Inframerah....	11
3.4.4	Penentuan Sifat Fisik .....	11
3.4.4.1	Pengukuran Indeks Bias .....	11
3.4.4.2	Pengukuran Berat Jenis .....	12
3.4.5	Analisa Data .....	12
 <b>BAB IV PEMBAHASAN</b>		
4.1	Karakterisasi Minyak gandapura .....	14
4.2	Metilasi Metil-o-metoksibenzoat.....	19
4.3	Karakterisasi Komponen Senyawa Hasil Metilasi Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa .....	20
4.4	Karakterisasi Komponen senyawa hasil metilasi menggunakan Spektrofotometer IR.....	22
 <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	25
5.2	Saran .....	25
 <b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....		
<b>LAMPIRAN</b> .....		

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Tanaman gandapura.....	4
Gambar 2.2	Struktur metil salisilat.....	5
Gambar 2.3	Struktur metil-o-metoksibenzoat.....	6
Gambar 2.4	Reaksi sintesis Williamson.....	6
Gambar 2.5	Reaksi metilasi.....	6
Gambar 4.1	Kromatogram KG-SM minyak gandapura.....	15
Gambar 4.2	Spektra massa komponen penyusun minyak gandapura dengan waktu retensi 11,089 menit	15
Gambar 4.3	Struktur senyawa metil salisilat.....	16
Gambar 4.4	Spektrum FT-IR minyak gandapura.....	17
Gambar 4.5	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa Metil o- metoksibenzoat.....	18
Gambar 4.6	Kromatogram Komponen Senyawa Metil o- metoksibenzoat yang diperoleh dari hasil sintesis.....	19
Gambar 4.7	Spektrum Massa Komponen Penyusun Senyawa hasil sintesis metilasi Dengan Waktu Retensi 20,306 menit.....	20
Gambar 4.8	Pola fragmentasi yang di sarankan untuk senyawa Metil o-metoksibenzoat.....	21
Gambar 4.9	Spektrum FT-IR dari senyawa metil-o- metoksibenzoat.....	22

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Standar mutu minyak gandapura .....	4
Tabel 2.1	Daftar bilangan gelombang FT-IR dan gugus fungsinya .....	7
Tabel 4.1	Data fisik minyak gandapura.....	14
Tabel 4.2	Data % area dan waktu retensi komponen minyak gandapura menggunakan KG-SM.....	15
Tabel 4.3	Data bilangan gelombang pada spektrum FT-IR minyak gandapura.....	17
Tabel 4.4	Data fisik senyawa hasil sintesis.....	19
Tabel 4.5	Data % area dan waktu retensi komponen penyusun senyawa hasil sintesis reaksi metilasi.....	21
Tabel 4.6	Data bilangan gelombang pada spektrum FT-IR dari senyawa hasil sintesis.....	23



## DAFTAR LAMPIRAN

L.1	Diagram Alir Tahapan Penelitian .....	29
L.2	Tahapan Kerja.....	30
L.2.1	Analisis Komponen Utama Minyak Gandapura Menggunakan KG-SM.....	30
L.2.2	Identifikasi Komponen Utama Minyak Gandapura Menggunakan Spektrofotometer FT-IR.....	30
L.2.3	Sintesis Metil-o-metoksibenzoat Melalui Reaksi Metilasi	31
L.3	Spektrum FT-IR komponen penyusun minyak gandapura sesuai dengan spektrum berdasarkan pustaka SDBS .....	32
L.3.1	Spektra massa komponen penyusun minyak gandapura sesuai dengan spektra massa berdasarkan pustaka SDBS	33
L.3.2	Spektrum FT-IR Senyawa Hasil Sintesis .....	34
L.3.3	Spektrum massa Senyawa Hasil Sintesis .....	35
L.4	Perhitungan Senyawa Hasil Sintesis .....	36
L.4.1	Perhitungan Massa bahan yang digunakan untuk sintesis	36
L.4.2	Penentuan Massa Teoritis Senyawa Hasil Sintesis .....	36
L.4.3	Perhitungan Persen Hasil (Efisiensi) Senyawa Hasil Sintesis .....	37
L.5	Uji Sifat Fisik .....	37
L.5.1	Perhitungan Berat Jenis .....	37
L.6	Foto Setting Alat Penelitian.....	38
L.6.1	Foto setting alat sintesis antara metil salisilat dan DMS .....	38

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1.Latar Belakang

Tanaman gandapura yang termasuk family *Ericaceae* yang banyak tumbuh di Indonesia terutama pada daerah-daerah pegunungan. Di dunia terdapat 170 jenis tanaman gandapura. Di Indonesia hanya ada 2 jenis, yaitu berdaun lebar *Gaultheria fragrantissima* dan berdaun kecil *G. procumben*. Spesies berdaun lebar antara lain tumbuh di dataran tinggi Dieng, Kabupaten Wonosobo, Jawa Tengah, dan Gunung Gede, Jawa Barat. Sedangkan gandapura berdaun kecil tumbuh di Sukamulya, Jawa Barat. Tanaman gandapura mengandung minyak atsiri yang dikenal dengan nama minyak gandapura yang diperoleh dari penyulingan tanaman gandapura [1]. Kegunaan minyak gandapura di Indonesia antara lain sebagai obat gosok, pencegah kerontokan rambut, obat batuk dan demam serta penambah aroma [2].

Komponen utama minyak gandapura adalah metil salisilat dengan rumus molekul  $C_8H_8O_3$  yang dapat mencapai 98% [3]. Metil salisilat dapat diubah menjadi senyawa metil-o-metoksibenzoat dengan rumus molekul  $C_9H_{10}O_3$  melalui reaksi metilasi dari gugus hidroksi menggunakan pereaksi dimetil sulfat (DMS) [4].

Metil-o-metoksibenzoat dapat dimanfaatkan sebagai bahan penarik serangga hama (atraktan) yang bersifat volatil. Atraktan merupakan senyawa kimia yang menyebabkan suatu organisme tertarik atau bergerak menuju senyawa tersebut [5]. Atraktan yang lebih volatil akan lebih mudah dibawa oleh medium udara, sehingga lebih cepat terjadi kontak dengan reseptor zat pada antena serangga dan diharapkan dapat meningkatkan aktivitasnya [6].

Sintesis metil-o-metoksibenzoat dari metil salisilat dilakukan dengan metode Williamson melalui reaksi substitusi nukleofilik, dimana metil salisilat direaksikan dengan DMS dengan adanya natrium metoksida sebagai katalis [4].

Berdasarkan uraian diatas, perlu dilakukan suatu upaya penelitian untuk mensintesis senyawa metil-o-metoksibenzoat dari minyak gandapura dengan metode Williamson serta mengidentifikasi senyawa hasil sintesis tersebut.

## **1.2.Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, maka masalah penelitian dapat dirumuskan seperti berikut ini:

1. Bagaimana mensintesis senyawa metil-o-metoksibenzoat dari minyak gandapura dengan reaksi metilasi metil salisilat?
2. Bagaimana identifikasi senyawa hasil sintesis?

## **1.3.Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Sintesis senyawa metil-o-metoksibenzoat dengan metode Williamson menggunakan pereaksi DMS
2. Identifikasi senyawa hasil menggunakan FT-IR dan KG-SM

## **1.4.Tujuan Penelitian**

1. Mensintesis senyawa metil-o-metoksibenzoat dari komponen utama minyak gandapura
2. Mengidentifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM dan Spektrofotometer Inframerah (IR)

## **1.5.Manfaat Penelitian**

Penelitian ini dapat memberikan informasi mengenai sintesis senyawa metil-o-metoksibenzoat dari komponen utama minyak gandapura sehingga nilai guna minyak gandapura dapat ditingkatkan.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Minyak Gandapura

Minyak gandapura (*gaultheria oil*) diperoleh melalui proses penyulingan daun dan tangkai tanaman gandapura yang berumur tiga bulan atau kulit *Betula lenta* [2,7]. Minyak gandapura dalam perdagangan internasional dikenal dengan nama *Wintergreen Oil*. Tanaman gandapura tumbuh di daerah pegunungan di pulau Jawa dan Sumatera pada ketinggian 1.300-3.000 m di atas permukaan laut [8].

Di dunia terdapat 170 jenis tanaman gandapura yang tersebar luas. Di Indonesia ada 4 jenis yaitu *G. fragrantissima* Auct. on Wall sinonim *G. punctata*, *G. leucarpa* BI sinonim *G. Crenulatta*, *G. solitaria* Sleum dan *G. nummularioides* D. Don. Namun, yang banyak ditemui ada 2 jenis, yaitu daun lebar *Gaultheria fragrantissima* dan berdaun kecil *G. procumben*. Spesies berdaun lebar antara lain tumbuh di dataran tinggi Dieng, Kabupaten Wonosobo, Jawa Tengah, dan Gunung Gede, Jawa Barat. Sedangkan gandapura berdaun kecil tumbuh di Sukamulya, Jawa Barat [9].

Adapun klasifikasi dari tanaman gandapura adalah sebagai berikut [10]:

Kingdom	: Plantae (Tumbuhan)
Subkingdom	: Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi	: Spermatophyta (Menghasilkan biji)
Divisi	: Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)
Kelas	: Magnoliopsida (berkeping dua / dikotil)
Sub Kelas	: Dilleniidae
Ordo	: Ericales
Famili	: Ericaceae
Genus	: <i>Gaultheria</i>
Spesies	: <i>Gaultheria fragrantissima</i>



**Gambar 2.1 :** Tanaman gandapura

Minyak gandapura mengandung komponen utama berupa senyawa metil salisilat 93-98% [7]. Minyaknya jernih, baunya khas aromatik, dan memiliki rasa manis dan memberi efek hangat ketika dipakai di kulit serta merupakan obat yang sering digunakan untuk mengobati sakit otot [11]. Selain itu, digunakan pada industri-industri obat-obatan, obat pencegah kerontokan rambut, antiseptik, encok, reumatik, dan bahan pewangi. Namun, minyak gandapura bersifat toksik untuk pencernaan, yaitu dalam takaran 4-8 mL minyak gandapura menyebabkan kematian terhadap anak-anak [12]. Standart mutu dari minyak gandapura sesuai SNI 06-3782-1995 disajikan dalam Tabel 1.1

**Tabel 1.1.** Standar mutu minyak gandapura [9]:

Parameter Mutu	Persyaratan
Warna	Tak Berwarna-Kuning Pucat
Bobot Jenis 25°C/25°C	1,176 - 1,185
Indeks Bias 25°C	1,445 - 1,542
Kelarutan dalam etanol 70%	1:8 jernih, seterusnya jernih
Kadar Metil salisilat	Min. 97%
Lemak	Negatif

## 2.2. Metil salisilat

Metil salisilat banyak terkandung dalam tanaman gandapura dan beberapa tanaman lain, seperti *Amygdalus neriifolium* dan *A. hebraeum* [13]. Kandungan metil salisilat dari minyak gandapura adalah 97% [14].



**Gambar 2.2.** Struktur metil salisilat

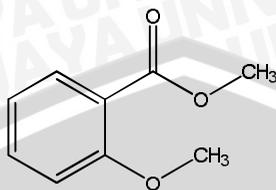
Metil salisilat atau metil-2-hidroksibenzoat ( $C_8H_8O_3$ ), dengan berat molekul 152,144 g/mol, densitas 1,174 g/cm<sup>3</sup>, titik beku -9 °C, titik didih 220-224 °C, dan *flash point* 101 °C. Metil salisilat merupakan larutan dalam temperatur kamar (mp = -9 °C) dan cenderung larut dalam air [13].

Menurut Futwembun, [3] metil salisilat merupakan salah satu turunan asam benzoat, dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan minyak gosok dan obat salep (*lotion*) yang digunakan untuk mengobati sakit otot. Dalam jumlah kecil metil salisilat merupakan *flavoring agent* dan digunakan sebagai obat analgesik untuk arthritis. Metil salisilat bersifat toksik terhadap sistem pencernaan, efek racun dari senyawa metil salisilat sangat cepat karena senyawa ini mempunyai kelarutan yang cukup tinggi, sehingga memberikan efek sakit yang cepat [15].

Dalam penelitian yang dilakukan Futwembun, [3] metil salisilat dapat diisolasi dari minyak gandapura melalui distilasi fraksinasi. Sedangkan asam salisilat dapat diperoleh melalui reaksi hidrolisis metil salisilat menjadi asam salisilat.

## 2.3. Metil-o-metoksibenzoat

Metil-o-metoksibenzoat merupakan turunan asam benzoat tersubstitusi oleh gugus hidroksi atau eter yang mengandung atom oksigen memiliki sifat bakteriostatik dan harum aktif. Senyawa ini biasanya digunakan dalam industri farmasi dan parfum [3].



**Gambar 2.3.** Struktur Metil-o-metoksibenzoat

#### 2.4. Metode Williamson

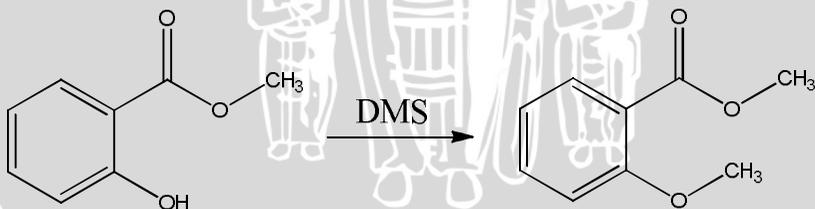
Reaksi  $S_N^2$  dari alkil halida dan anion alkohol (alkoksida) yang menghasilkan eter disebut sintesis Williamson seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4. Secara konseptual, suatu eter simetris dapat dibuat dari dua set berbeda dari bahan awal. Kombinasi yang optimal adalah kombinasi dimana reaksi  $E^2$  dapat diminimalisasi yaitu apabila tidak terdapat proton  $\beta$  pada alkil halida [16].



**Gambar 2.4.** Reaksi sintesis Williamson

#### 2.5. Metilasi Metil salisilat

Reaksi metilasi metil salisilat mengikuti cara sintesis eter dari Williamson. Sintesis ini merupakan reaksi  $S_N^2$  dan melibatkan metil salisilat dengan DMS [17]. Gugus hidroksi (OH) pada metil salisilat (gugus fenol) dapat di metilasi seperti gugus fenol pada umumnya, sehingga diperoleh metil-o-metoksibenzoat [18].



**Gambar 2.5 :** Reaksi metilasi

## 2.5. Spektrofotometri Inframerah (IR)

Radiasi elektromagnet yang dipancarkan (diemisikan) suatu benda bergantung pada sifat dan suhu benda tersebut, sedangkan kemampuan suatu benda untuk memancarkan radiasi berhubungan erat dengan kemampuan benda untuk mengabsorpsi radiasi. Seorang ahli fisika bernama Max Planck berhasil menjelaskan gejala pada radiasi benda hitam. Max Planck mengamati bahwa energi benda berkurang bila memancarkan radiasi dan sebaliknya.

Spektrofotometri Inframerah (IR) merupakan studi mengenai interaksi energi sinar inframerah dengan molekul-molekul dalam suatu senyawa [4]. Sinar inframerah akan diserap pada frekuensi tertentu jika dalam molekul ada transisi energi sebesar  $\Delta E = h\nu$ . Transisi yang terjadi di dalam serapan inframerah berkaitan dengan perubahan vibrasi (getaran) dan rotasi dalam molekul [19].

Inti-inti atom yang terikat secara kovalen mengalami vibrasi atau osilasi. Banyaknya energi yang diabsorpsi oleh suatu ikatan bergantung pada perubahan dalam momen ikatan. Perubahan yang besar dalam momen ikatan mengakibatkan absorpsi sejumlah energi yang lebih besar pula. Ikatan non polar tidak mengabsorpsi radiasi inframerah karena tidak ada perubahan momen ikatan apabila atom-atom saling berosilasi [4].

Penafsiran terhadap spektra inframerah dapat diinterpretasikan seperti pada tabel 2.1 berikut [20]:

**Tabel 2.1 :** Daftar bilangan gelombang FT-IR dan gugus fungsinya

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi
3700-3300	O-H ulur
3300-3000	C-H ulur
3000-2800	C-H ulur
1820-1640	C=O ulur
1700-1600	C=C ulur
1600-1450	Aromatis
1480-1375	C-H tekuk
1450-1200	O-H tekuk
1300-900	C-O ulur

Frekuensi dalam spektroskopi IR dinyatakan dengan bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ). Spektroskopi IR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa pada daerah bilangan gelombang ( $\nu$ )  $4000\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ . Adanya gugus alkena ( $\text{C}=\text{C}$ ) ditandai dengan pita serapan di daerah  $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ , serapan O-H pada daerah  $3000\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ , ester pada daerah  $1735\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$ , dijumpai juga pita pada daerah sidik jari  $1110\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita C-O, C-H  $\text{sp}^3$  (alkena) pada  $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ , C-H  $\text{sp}^2$  (C=H) pada  $3000\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$  [4].

## **2.6.Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (KG-SM)**

Kromatografi gas – spektroskopi massa atau yang lebih dikenal dengan GC-MS merupakan instrumen gabungan dari kromatografi gas (GC; Gas chromatography) dan spektroskopi massa (MS; Mass Spectroscopy). Instrumen GC memungkinkan untuk memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran, dimana hal ini tidak mungkin dipisahkan dengan cara-cara lain. Karena selektivitasnya tinggi maka hanya diperlukan sejumlah kecil cuplikan (mikroliter). Pemisahan komponen-komponen dari cuplikan terjadi diantara gas pengangkut dan fasa cair [21].

Spektrofotometer massa merupakan alat analisis yang mempunyai kemampuan aplikasi yang paling luas, yang dapat dipergunakan untuk memperoleh informasi mengenai; komposisi sampel dasar dari suatu bahan, struktur dari molekul anorganik, organik dan biologi, komposisi kualitatif dan kuantitatif kompleks, struktur dan komposisi permukaan padat dan perbandingan isotropik atom-atom di dalam sampel [22].

Spektrometer dapat digunakan untuk menganalisis sampel dalam jumlah kecil dan menghasilkan data berupa struktur dan identitas senyawa organik [23]. Spektroskopi massa merupakan metode paling sederhana untuk menentukan massa molekul dari suatu senyawa [24]. Spektroskopi massa umumnya digunakan dalam kimia organik untuk menentukan massa molekul relatif suatu senyawa organik. Fungsi penting yang kedua digunakan untuk memberikan informasi tentang struktur komponen melalui analisis pola fragmentasi. Prinsip kerja dari spektroskopi massa yaitu suatu senyawa organik ditembak elektron dengan energi sekitar  $70\text{ eV}$  [25]. Elektron yang terlepas dari molekul diikuti dengan proses

pembelahan yang menghasilkan ion dan fragmen netral [25,26]. Spektrum massa merupakan rangkaian puncak-puncak yang berbeda tingginya. Bentuk spektrum bergantung pada sifat molekul, potensial ionisasi dan mudah tidaknya sampel untuk menguap [26]. Spektrum massa menyajikan suatu rekaman dari massa partikel berbanding kelimpahan relatif partikel tersebut [25].

Spektrum massa yang diperoleh merupakan grafik perbandingan massa terhadap muatan ( $m/z$ ) dan intensitas. Di dalam spektrum massa dari gugus molekul, puncak ion molekul (M), puncak utama (base peak) dan puncak isotop. Puncak ion molekul (M) terjadi pada suatu massa yang sesuai dengan berat molekul dari molekul netralnya. Sedangkan puncak dengan intensitas terbesar merupakan puncak utama (base peak). Sering kali ditandai dengan tinggi 100. [26].

## 2.7.Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah:

Senyawa hasil sintesis dari komponen utama minyak gandapura dengan DMS melalui reaksi metilasi diduga akan menghasilkan produk turunan eter yaitu metil-o-metoksibenzoat.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan September sampai Desember 2011 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya.

#### **3.2. Bahan dan Alat Penelitian**

##### **3.2.1. Bahan Penelitian**

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah minyak gandapura (metil salisilat) yang diperoleh dari toko bahan minyak dan parfum di Yogyakarta, Metanol, logam Natrium, DMS, dan aquades.

##### **3.2.2. Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, seperangkat alat ekstraksi *refluks*, labu alas bulat 100 mL, termometer, batu didih, *hot plate*, *magnetic stirrer*, *stirrer*, penyaring Buchner, aluminium foil, *beaker glass*, kertas saring, spatula, Erlenmeyer 250 mL, gelas arloji, botol sampel, seperangkat alat Spektrofotometri Inframerah 8400S dan seperangkat alat Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa Shimadzu QP-5000.

#### **3.3. Tahapan Penelitian**

1. Karakterisasi minyak gandapura.
2. Sintesis metil salisilat.
3. Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa, dan karakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometri IR.

#### **3.4. Prosedur Kerja Penelitian**

##### **3.4.1. Sintesis metil salisilat**

Dimasukkan 4,5 mL metil salisilat ke dalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL yang dilengkapi dengan corong tetes, pengaduk listrik dan kondensor. Ditambah larutan natrium metoksida 8 mL (0,5 gram logam natrium (0,025 mol) dalam 8 mL metanol tetes demi tetes dan disertai dengan pengadukan). Campuran

didinginkan dengan penangas es sampai suhu lebih kurang 10 °C, kemudian di tambah (13,7 mL) DMS tetes demi tetes selama 1 jam dengan corong tetes sambil diaduk dengan kuat. Selanjutnya campuran dipanaskan pada suhu 70-80 °C selama 1 jam dengan penangas air. Campuran dibiarkan dingin sampai suhu kamar. Filtrat disaring dengan pompa hisap. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan KG-SM dan spektrofotometri IR.

### **3.4.2. Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa**

Hasil metilasi yang diperoleh dianalisis komponen penyusunnya menggunakan instrumen kromatografi gas-spektrometer massa dengan karakteristik:

Merk	: GCMS-QP2010S Shimadzu
Kolom	: Rtx wax (polietilen glikol)
Panjang	: 30 meter
Gas pembawa	: Helium
Temperatur Kolom	: 70–280 °C (5 °C/menit)

### **3.4.3. Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Spektrofotometri Inframerah**

Spektrofotometri Inframerah adalah instrumen yang digunakan untuk mengukur serapan radiasi inframerah pada bilangan gelombang 4000 - 650  $\text{cm}^{-1}$ . Spektrofotometri inframerah dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi senyawa dan menganalisa campuran [25].

Tipe alat	: FT-IR 8400S
Interferometer	: Tipe Michelson
Sistem optik	: Sinar tunggal
Sumber inframerah	: Kramik globular
S/N	: 20000:1
Medium sampel	: pellet KBr

### **3.4.4. Penentuan Sifat Fisik**

#### **3.4.4.1. Pengukuran indeks bias**

Indeks bias adalah perbandingan kecepatan cahaya dalam udara dengan kecepatan cahaya dalam zat tersebut. Indeks bias berfungsi untuk identifikasi zat kemurnian, suhu pengukuran

dilakukan pada suhu 20 °C. Permukaan prisma refraktometer dibersihkan dengan aquades dan tisu. Diteteskan senyawa cair pada permukaan prisma kemudian ditutup dan membiarkan berkas cahaya memasuki dan melewati senyawa cair. Prisma diatur agar warna cahaya pada layar dalam alat tersebut. Kemudian tanda batas digeser dengan menggunakan knop pengatur pada refraktometer sampai memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan. Diamati skala indeks bias yang terlihat pada refraktometer.

#### **3.4.4.2. Pengukuran berat jenis**

Berat jenis suatu zat dapat dihitung yaitu mengukur secara langsung berat zat dalam piknometer dengan cara menimbang. Dibersihkan alat kemudian dikeringkan didalam oven. Ditimbang piknometer kosong, yang telah ditentukan volumenya. Diisi piknometer dengan zat cair. Kemudian timbang piknometer yang berisi zat cair tepat pada suhu tertentu 21 °C (suhu kamar). Dihitung berat zat cair.

#### **3.4.5. Analisa Data**

Data yang diperoleh berupa warna dan berat jenis senyawa hasil sintesis antara komponen utama minyak gandapura dan dimetil sulfat melalui reaksi  $S_N^2$  yang digunakan sebagai parameter fisik. Struktur senyawa tersebut dapat diketahui melalui analisis menggunakan FT-IR dan KG-SM. Secara kualitatif hasil di analisis dengan FT-IR adalah berupa spektra yang merupakan vibrasi ikatan antar molekul, vibrasi yang terjadi menghasilkan frekuensi. Frekuensi dalam spektrofotometer IR dinyatakan dengan bilangan gelombang ( $cm^{-1}$ ). Spektrofotometer IR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa pada daerah bilangan gelombang ( $\nu$ ) 4000-650  $cm^{-1}$ . Sedangkan secara kuantitatif hasil analisis menggunakan KG-SM adalah berupa kromatogram dan spektrum massa, kromatogram merupakan grafik hubungan antara waktu retensi (menit) dengan % area dari masing-masing puncak yang dihasilkan. Persen area merupakan persen kelimpahan dari masing-masing komponen dalam fraksi distilat. Kromatogram digunakan untuk menentukan profil senyawa penyusun distilat, sedangkan spektrum massa digunakan untuk menentukan struktur

senyawa dari senyawa penyusun distilat. Masing-masing puncak pada kromatogram ditandai dengan m/z, sehingga dapat diperoleh pola fragmentasinya.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB IV PEMBAHASAN

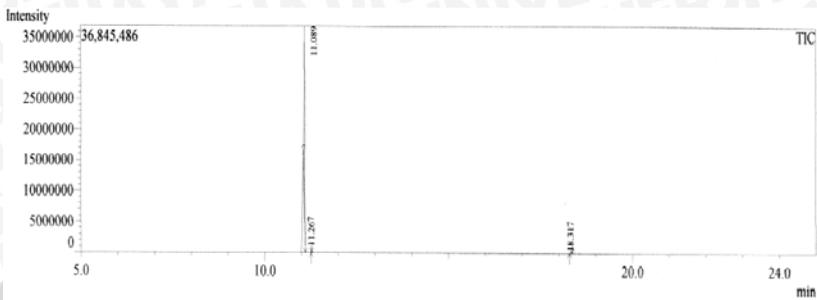
### 4.1. Karakterisasi Minyak gandapura

Sampel Minyak gandapura yang digunakan berasal dari toko bahan minyak dan parfum di Yogyakarta yang akan dianalisis terlebih dahulu sifat fisik dan analisis dengan menggunakan metode KG-SM, hasil identifikasi akan di gunakan sebagai bahan utama untuk mensintesis metil-o-metoksibenzoat. Hasil analisis sifat fisik minyak gandapura dapat di lihat pada tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Data sifat fisik minyak gandapura

Parameter Fisik	Minyak gandapura	Metil salisilat (Standart)
Kenampakan	Jernih	<i>Clear liquid</i>
Indeks Bias	1,553	1,535 – 1,538
Berat Jenis	1,188 g/mL	1,184 g/mL
Kadar Metil salisilat (KG-SM)	97%	93 - 98%

Minyak gandapura yang digunakan berwarna jernih dan memiliki karakteristik yang hampir sama dengan senyawa metil salisilat. Setelah uji sifat fisik selanjutnya dianalisis tingkat kemurniannya menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM) komponen dari senyawa akan terpartisi pada kolom sesuai dengan afinitas polar masing-masing. Helium digunakan sebagai gas pembawa. Tekanan sistem dan temperatur juga berpengaruh disamping interaksi antar fasa. Senyawa dengan titik didih rendah cenderung terelusi lebih cepat dibandingkan dengan senyawa yang memiliki titik didih lebih tinggi. Hasil analisis mengindikasikan adanya 3 puncak komponen dominan dalam komponen utama minyak gandapura. Kromatogram minyak gandapura ditampilkan pada Gambar 4.1. Puncak dengan persen area 97,60 % yang terlihat pada Tabel 4.2 menunjukkan komponen terbesar atau utama dalam minyak gandapura.

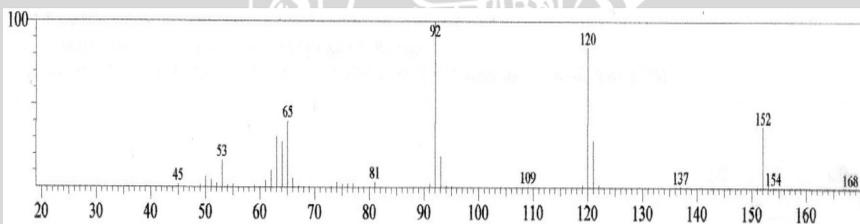


**Gambar 4.1 :** Kromatogram minyak gandapura

**Tabel 4.2 :** Data % area dan waktu retensi komponen minyak gandapura menggunakan KG-SM

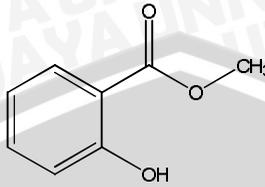
Puncak	Waktu Retensi (Menit)	(%)Area
1	11,089	97,60
2	11,267	1,22
3	18,37	1,18

berdasarkan spektrum massa memiliki puncak yaitu  $m/z = 27, 39, 53, 65, 77, 92, 105, 120,$  dan  $152$  dengan berat molekul  $m/z$   $152$ . Spektra massa tersebut mirip dengan spektra massa metil salisilat dan library SDBS pada gambar 4.2



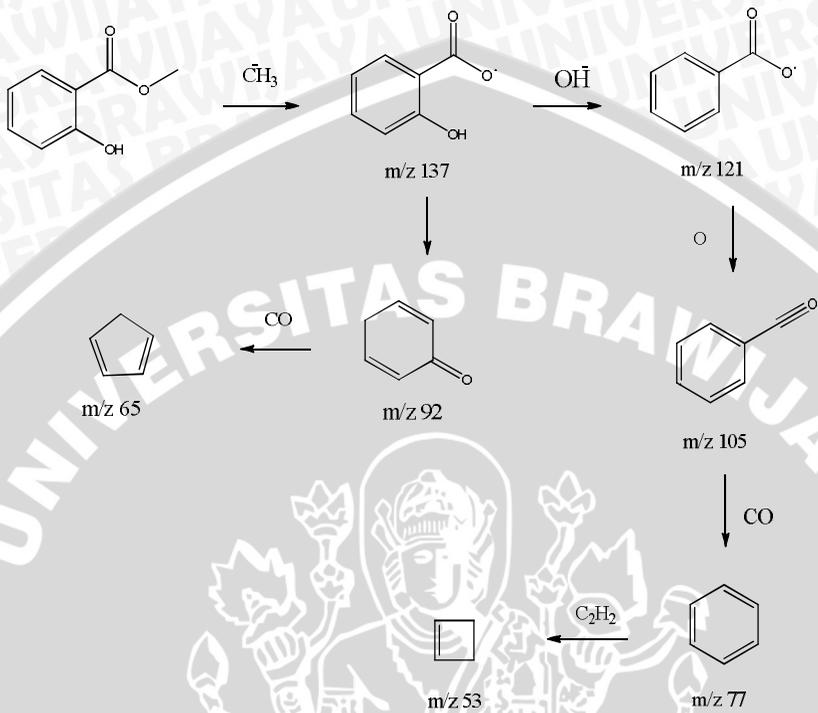
**Gambar 4.2 :** Spektra massa komponen penyusun minyak gandapura dengan waktu retensi 11,089 menit

Berdasarkan analisis kromatogram dan spektra massa maka senyawa dengan waktu retensi 11,089 menit adalah metil salisilat yang strukturnya dapat dilihat pada gambar 4.3.



**Gambar 4.3.** Struktur senyawa metil salisilat

Hasil interpretasi spektrum massa komponen penyusun minyak gandapura menunjukkan adanya puncak dengan  $m/z = 53, 65, 81, 92, 109, 120, 137, 152$ . Puncak dengan  $m/z$  tersebut memiliki pola fragmentasi yang sesuai dengan pola fragmentasi senyawa metil salisilat berdasarkan pustaka WILEY<sup>7</sup>. Diduga puncak dengan  $m/z$  152 merupakan puncak ion molekul karena merupakan puncak paling kanan pada spektrum massa. Puncak dengan  $m/z$  155 mengalami pengurangan  $m/z$  15 yang menghasilkan  $m/z$  137. Dilanjutkan dengan pengurangan OH  $m/z$  17 menghasilkan  $m/z$  121. Puncak  $m/z = 151$  dihasilkan dari pengurangan  $m/z$  15 dari puncak dengan  $m/z = 166$ . Puncak yang dihasilkan dari pemutusan  $OCH_3$  menghasilkan  $m/z$  120. Puncak ini kemudian mengalami pemutusan  $C_2H_4$  menghasilkan  $m/z$  92. Puncak dengan  $m/z$  77 dihasilkan dari pengurangan dengan  $m/z$  15  $CH_3$ . Puncak ini kemudian mengalami pemutusan O menghasilkan  $m/z$  105. Puncak dengan  $m/z$  77 dihasilkan dari pengurangan dengan  $m/z$  28 CO, sehingga membentuk gugus benzena. Pada puncak  $m/z$  53 mengalami pemutusan  $C_2H_2$  menghasilkan puncak dengan  $m/z$  26. Pada percabangan dengan puncak  $m/z$  92 mengalami pemutusan COOH. Puncak ini kemudian mengalami pemutusan CO menghasilkan  $m/z$  65. Berdasarkan kemungkinan pola fragmentasi tersebut, dapat diduga bahwa senyawa yang dihasilkan dari identifikasi komponen penyusun minyak gandapura dengan waktu retensi 11,089 menit adalah senyawa metil salisilat. Pola fragmentasi yang disarankan dari senyawa metil salisilat dapat digambarkan pada gambar 4.4

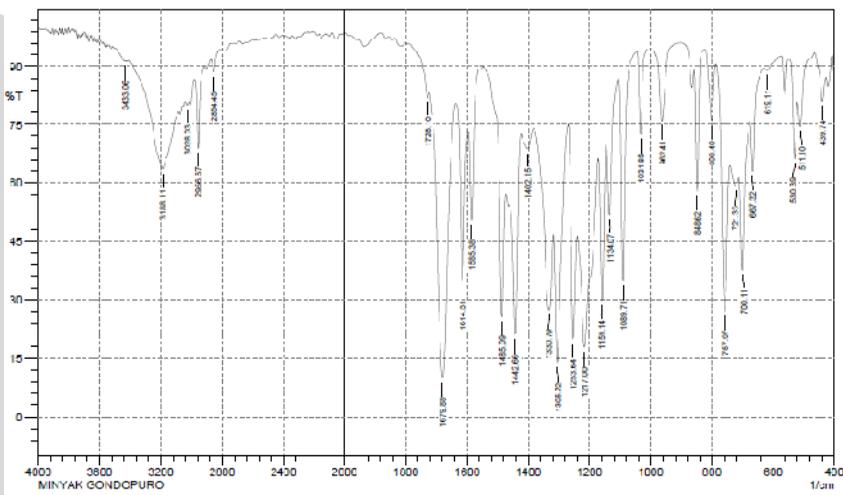


**Gambar 4.4** : Pola fragmentasi yang disarankan untuk senyawa metil salisilat

Untuk mendukung bahwa komponen utama minyak gandapura adalah metil salisilat, maka perlu dilakukan karakterisasi senyawa metil salisilat menggunakan spektrofotometer FT-IR, dimana karakterisasi minyak gandapura dari spektrum FT-IR ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan identifikasi bilangan gelombang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3** : Data bilangan gelombang pada spektrum FT-IR minyak gandapura

Puncak	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Keterangan
1	3188,11	Vibrasi uluran O-H
2	2956,67	Vibrasi uluran C-H alifatik
3	1679,88	Vibrasi uluran C=O ester
4	1614,31 – 1442,66	Vibrasi uluran C=C terkonjugasi, aromatis
5	767,97	Vibrasi tekukan keluar bidang C=C



**Gambar 4.5** : Spektrum FT-IR minyak gandapura

Berdasarkan spektrum FT-IR yang dihasilkan dari minyak gandapura pada Gambar 4.5 dan data bilangan gelombang membuktikan bahwa komponen utama minyak gandapura adalah senyawa metil salisilat. Hal ini menunjukkan adanya gugus-gugus sebagai berikut. Serapan melebar pada daerah 3188,11 cm<sup>-1</sup> diduga berasal dari gugus hidroksi yang mempunyai ikatan hidrogen

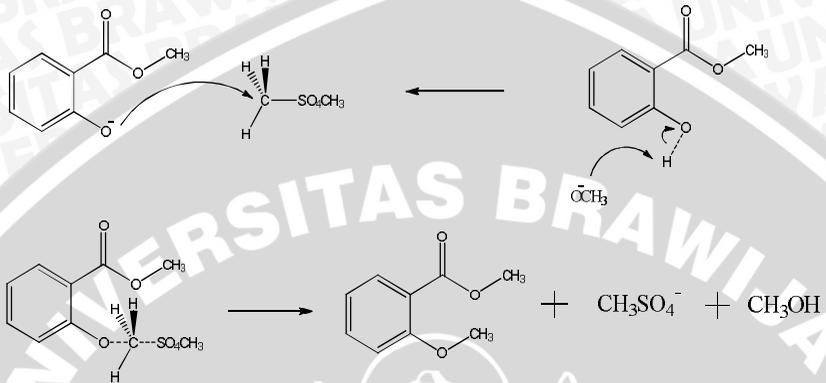
intramolekuler. Uluran C-H aromatis didukung dengan adanya serapan pada daerah sekitar 1600 dan 1450  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan serapan pada daerah 2956,67  $\text{cm}^{-1}$  merupakan indikasi adanya gugus C-H alifatik yang didukung oleh adanya serapan pada daerah sekitar 1300  $\text{cm}^{-1}$ . Serapan pada 1679,88  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan dari gugus karbonil kelompok ester. Hal ini didukung oleh adanya serapan pada daerah sekitar 1300 - 1000  $\text{cm}^{-1}$  dai C-O. Substitusi ganda pada cincin benzen pada posisi *orto* ditunjukkan dengan adanya serapan pada daerah 767,97  $\text{cm}^{-1}$

#### 4.2. Metilasi metil-o-metoksibenzoat

Pembuatan metil-o-metoksibenzoat dilakukan dengan cara mereaksikan metil salisilat dengan DMS. Berdasarkan penelitian yang dilakukan diperoleh senyawa hasil yang berupa cairan jernih kekuningan, sedikit beraroma wangi dengan berat akhir 3,612 gram dan rendemen hasil yang diperoleh sebesar 87,03%. Data sifat fisikmsenyawa hasil sintesis dapat dilihat pada tabel 4.4

**Tabel 4.4 :** Data sifat fisik senyawa hasil sintesis

Parameter Fisik	Senyawa Hasil Sintesis Perbandingan Mol Reaksi 1:1	Metil-o-metoksibenzoat (Standar)
Kenampakan	Kuning bening	Kuning bening
Indeks Bias	1,410	1,345 - 1,527
Berat Jenis	1,18g/mL	1,160 g/mL

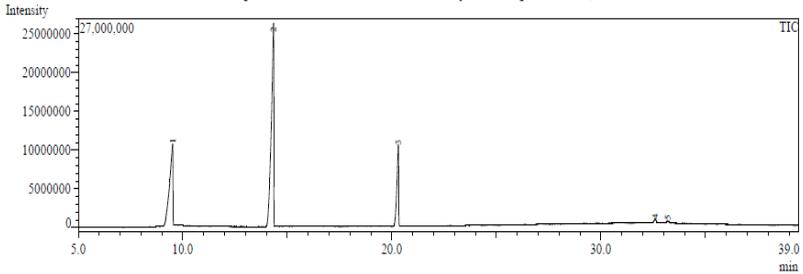


**Gambar 4.6 :** Mekanisme reaksi pembentukan senyawa metil-o-metoksibenzoat

Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses pembuatan metil-o-metoksibenzoat merupakan mekanisme reaksi  $\text{S}_\text{N}^2$ . Reaksi diawali dengan terjadinya interaksi antara katalis dengan metil salisilat. Katalis yang digunakan adalah natrium metoksida. Interaksi ini diikuti dengan serangan nukleofilik oleh metil salisilat terhadap DMS. Reaksi ini menghasilkan senyawa metil-o-metoksibenzoat, Hasil sintesis ditentukan komponen penyusunnya dengan menggunakan KG-SM dan dikarakterisasi melalui gugus fungsinya dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR.

#### 4.3. Karakterisasi Komponen Senyawa Hasil Metilasi Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa

Hasil analisis menggunakan kromatografi gas menunjukkan adanya puncak-puncak pada kromatogram. Puncak-puncak tersebut dianalisis lebih lanjut dengan spektrometer massa dengan hasil sebagai berikut. Puncak utama dengan waktu retensi 20,306 menit menghasilkan puncak ion molekuler  $m/z$  166 yang sesuai dengan berat molekul dari senyawa Metil-o-metoksibenzoat serta puncak  $m/z$  135 berasal dari fragmentasi ion molekuler dengan melepaskan  $\text{OCH}_3$  ( $\text{M}^+ - 31$ ).

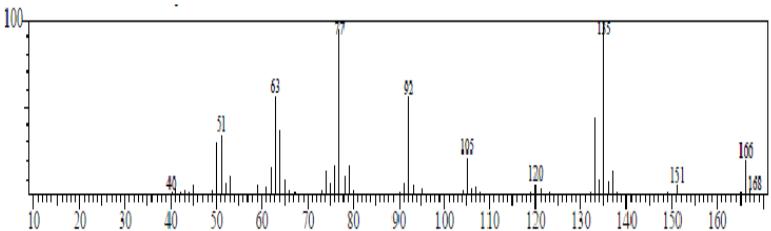


**Gambar 4.7 :** Kromatogram Komponen Senyawa hasil sintesis

Berdasarkan gambar 4.7 terlihat bahwa terdapat 5 komponen senyawa dalam sampel cairan hasil sintesis dengan rincian seperti pada tabel 4.5. Puncak ketiga dengan waktu retensi 20,306 menit dan % area 17,29% merupakan senyawa metil-o-metoksibenzoat.

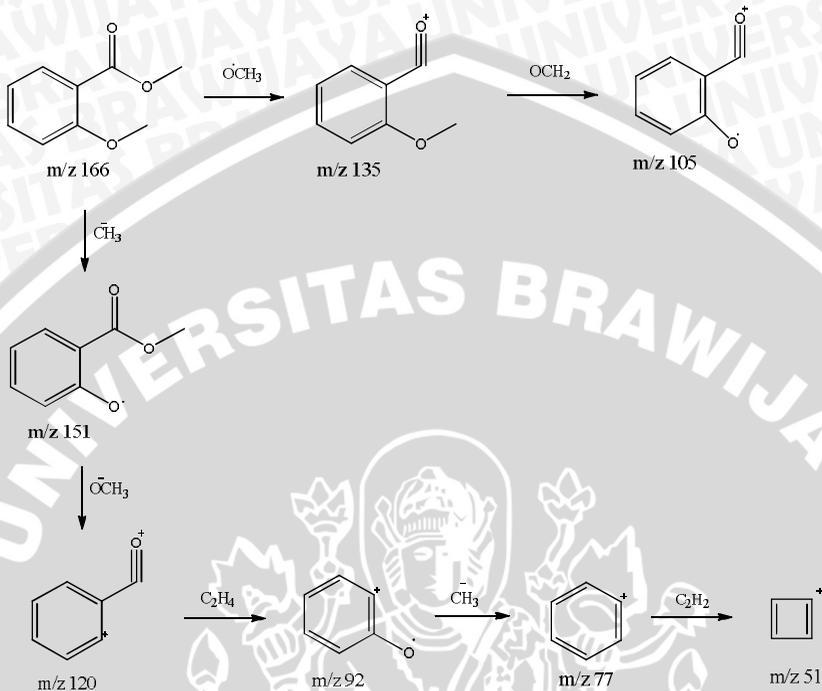
**Tabel 4.5 :** Data % area dan waktu retensi komponen penyusun senyawa hasil sintesis

Puncak	Waktu Retensi (Menit)	(%)Area
1	9,510	31,97
2	14,325	49,49
3	20,306	17,29
4	32,591	0,82
5	33,192	0,42



**Gambar 4.8 :** Spektrum massa komponen penyusun senyawa hasil sintesis dengan waktu retensi 20,306 menit

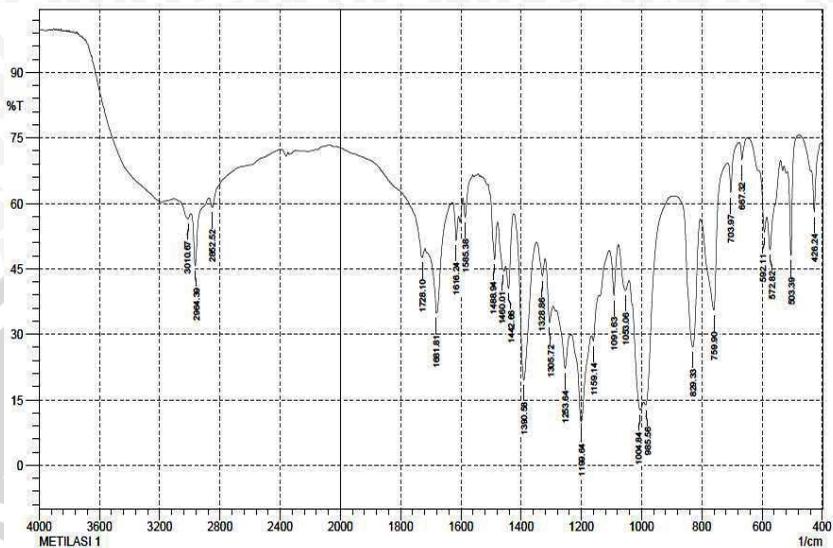
Hasil interpretasi spektrum massa senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya puncak dengan  $m/z = 40, 51, 63, 77, 92, 105, 120, 135, 151, 166$ . Puncak dengan  $m/z$  tersebut memiliki pola fragmentasi yang sesuai dengan pola fragmentasi senyawa Metil-o-metoksibenzoat berdasarkan pustaka WILEY<sup>7</sup>. Diduga puncak dengan  $m/z 166$  merupakan puncak ion molekul karena merupakan puncak paling kanan pada spektrum massa. Puncak dengan  $m/z 166$  mengalami pengurangan  $m/z 31$  yang menghasilkan  $m/z 135$ . Dilanjutkan dengan pengurangan  $\text{CH}_3$   $m/z 30$  menghasilkan  $m/z 105$ . Puncak  $m/z = 151$  dihasilkan dari pengurangan  $m/z 15$  dari puncak dengan  $m/z = 166$ . Puncak yang dihasilkan dari pemutusan  $\text{OCH}_3$  menghasilkan  $m/z 120$ . Puncak ini kemudian mengalami pemutusan  $\text{C}_2\text{H}_4$  menghasilkan  $m/z 92$ . Puncak dengan  $m/z 77$  dihasilkan dari pengurangan dengan  $m/z 15 \text{ CH}_3$ . Pada puncak  $m/z 51$  mengalami pemutusan  $\text{C}_2\text{H}_2$  menghasilkan puncak dengan  $m/z 26$ . Berdasarkan kemungkinan pola fragmentasi tersebut, dapat diduga bahwa senyawa yang dihasilkan dari reaksi metilasi dengan waktu retensi 20,306 menit adalah senyawa Metil-o-metoksibenzoat. Pola fragmentasi yang disarankan dari senyawa Metil-o-metoksibenzoat dapat digambarkan pada gambar 4.8.



**Gambar 4.8** : Pola fragmentasi yang disarankan untuk senyawa metil-o-metoksibenzoat

#### 4.4. Karakterisasi Komponen senyawa hasil metilasi menggunakan Spektrofotometer IR

Penentuan mekanisme dan struktur tersebut selanjutnya dapat didukung dengan karakterisasi senyawa hasil sintesis dari spektrum FT-IR menunjukkan adanya transformasi gugus fungsi dari metil salisilat menjadi metil-o-metoksibenzoat. Hal ini dapat ditunjukkan pada Gambar 4.9, sedangkan identifikasi bilangan gelombang senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.6



**Gambar 4.9 :** Spektrum FT-IR senyawa metil-o-metoksibenzoat

**Tabel 4.6 :** Data bilangan gelombang pada spektrum FT-IR senyawa hasil sintesis

No.	Bilangan Gelombang	Gugus Fungsi
1	2852,52 - 2964,39 $\text{cm}^{-1}$	C-H $\text{sp}^3$ ulur
2	3010,67 $\text{cm}^{-1}$	C-H $\text{sp}^2$ ulur
3	1390,58 $\text{cm}^{-1}$	C=O ulur
4	1681,81 - 1728,10 $\text{cm}^{-1}$	C=C ulur
5	985,56 - 1091,63 $\text{cm}^{-1}$	C-O ulur

Berdasarkan spektrum IR yang diperoleh, tampak adanya beberapa puncak serapan, diantaranya puncak yang saling tumpang tindih pada bilangan gelombang antara  $2585,52\text{-}2964,39\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus C-H  $\text{sp}^3$ . Vibrasi ulur gugus C-H  $\text{sp}^2$  dari cincin aromatik ditunjukkan oleh adanya puncak di daerah  $3010,67\text{ cm}^{-1}$ . Gugus karbonil dari kelompok ester tampak pada puncak dengan bilangan gelombang  $1390,58\text{ cm}^{-1}$ . Keberadaan senyawa ester didukung juga oleh adanya serapan  $1681,81\text{ - }1728,10\text{ cm}^{-1}$  dari vibrasi ulur C-O [27].

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

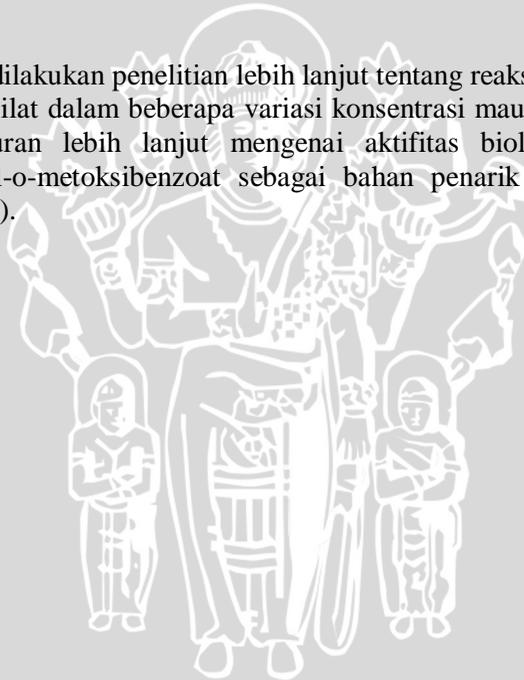
#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, disimpulkan bahwa:

1. Metil-o-metoksibenzoat dapat disintesis dengan metil salisilat melalui reaksi metilasi dengan mereaksikan DMS dengan penambahan katalis  $\text{NaOCH}_3$ .
2. identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM dan spektrofotometer FT-IR bahwa hasil metilasi metil salisilat dengan rendemen 87,03%.

#### **5.2. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang reaksi metilasi dari metil salisilat dalam beberapa variasi konsentrasi maupun suhu, serta penelusuran lebih lanjut mengenai aktifitas biologis dari senyawa metil-o-metoksibenzoat sebagai bahan penarik serangga hama (atraktan).



## DAFTAR PUSTAKA

- [1]Anonim<sup>3</sup>, 2008, **Gandapura**, <http://www.plantamor.com/index.php?plant=615>, diakses tanggal 10 Mei 2011
- [2]Harris, Ruslan, 1989, **Tanaman Minyak Atsiri**, PT. Penebar Swadaya, Jakarta, hal 38-39
- [3]Futwembun A., Matsjeh S., dan Jumina, 2001, **Sintesis 2'-Metoksi Flavon O-Hidroksi Asetofenon dengan Metil salisilat**, Universitas Gadjah Mada,
- [4]Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S., 1986, **Kimia Organik**, Alih Bahasa: A. H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
- [5]Retnowati, R. (2004). **Aktivitas Asam Oleat dan Turunannya Sebagai Zat Penarik Serangga *Sitophilus Oryzae L.* dan *TenerbrioMolitor L.***, desertasi S3 ITB, Bandung.
- [6]Parr, Martin J., Bruno M. D., Simmonds, Monique S. J., Kite, Geoffrey C., dan Credland, Peter F. (1998) **Influence Of Some Fatty Acids On Oviposition By The Bpuchid Beetle, *Callosobruchus maculatus***, school of Biological Science, Universityof London, london
- [7]Yuliani, Sri, 2006, **Cara Mudah Membuat Balsam Obat Gosok**, Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian Vol.28, No.6, [http://www.pustaka-deptan.go.id/publikasi/wr\\_286065.pdf](http://www.pustaka-deptan.go.id/publikasi/wr_286065.pdf), diakses tanggal 24 Mei 2011
- [8] Mauludi, Ludi, 2003, **Kelayakan Usaha Pengolahan Minyak Gandapura Di Kabupaten Wonosobo Jawa Tengah**, Buletin TRO Vol. XIV No. 2, Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat, <http://minyakatsiriindonesia.wordpress.com/minyak-gandapura/ludi-mauludi/>

- [9]Anonim<sup>2</sup>, 2010, **Deskripsi Minyak Gandapura**, [http://www.atsiri-indonesia.com/teknologi.php?id\\_news=62&detail\\_news=1&desk\\_news=deskripsi](http://www.atsiri-indonesia.com/teknologi.php?id_news=62&detail_news=1&desk_news=deskripsi), diakses tanggal 14 Mei 2011
- [10]Anonim<sup>1</sup>, 2010, **Tanaman Gandapura**, <http://books.google.co.id/books?id=R67XizGcyLEC&pg=PA89&lpg=PA89&dq=tanaman+gandapura&source>, diakses tanggal 24 Mei 2011
- [11]Anonim<sup>3</sup>, 2010, **Metil salisilat**, [http://id.wikipedia.org/wiki/Asam\\_salisilat](http://id.wikipedia.org/wiki/Asam_salisilat), diakses tanggal 10 Mei 2011
- [12]Millar, R. J. M.D. dan J. Bowman, M.D., 1961, **Oil Of Wintergreen (Methyl Salicylate) Poisoning Treated By Exchange Transfusion**, Canad. M. A. J., vol. 84, Winnipeg Children's Hospital and the Manitoba Clinic, Winnipeg, Man, <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC1939543/pdf/canmedaj00889-0025.pdf>
- [13]Ameen, O.M. and G. A. Olatunji, 2009, **The Preparation Of Methyl Benzoate And Methyl Salicylate On Silica Gel Column**, Department of Chemistry, University of Ilorin, PMB 1515, Ilorin, Nigeria, <http://www.akademik.unsri.ac.id/download/journal/files/academicjournals/Ameen%20and%20Olatunji.pdf>
- [14]Mohrig, J. R.; Hammond, C. N.; Morrill, T. C.; Neckers, D.C., 1998, **Synthesis of Salicylic Acid**, Experimental Organic Chemistry (AEM Handout). New York: Freeman, p. 32-36
- [15]Chan, Thomas YK, (1996), **Review : Potential Dangers From Topical Preparations Containing Methyl Salicylate**, Department of Clinical Pharmacology, The Chinese University of Hong, Kong, Prince of Wales Hospital, Shatin
- [16]Draganjac, (2004). [http://www.cas.astate.edu/draganjac/Oleic\\_acid.html](http://www.cas.astate.edu/draganjac/Oleic_acid.html)Hampel, Clifford A. , and Gessner Goodrich

Hawley, 1980, **Williamson Ether Synthesis**, Van Nostrand Reinhold, New York

[17]Durrant, P.J., 1950, **Organic Chemistry**, Longmans, London

[18]Sastrohamidjojo, H., 1991, **Spektroskopi**, Liberty, Yogyakarta

[19]Gritter, R.J., J.M.Bobbitt, A.E. Schwarting, 1991, **Pengantar Kromatografi**, Bandung, Penerbit ITB, Hal:13-15,17,34-35,42,44,45,48-49,79

[20]Fessenden, R.S., dan J.S. Fessenden, 1992, **Kimia Organik Edisi Ketiga**, Alih Bahasa: Aloysius H.P., Erlangga, Jakarta.

[21]Vogel, 1989, **Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry**, 5<sup>th</sup> ed., Longman Group UK Limited, England.

[22]Pine,S.H., J.B.Hendrickson, D.I.Cram, G.S.Hammond, 1988, **Kimia Organik**, Jilid 1,Penerbit ITB, Bandung

[23]Furniss, B.S., A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, 1989, **Vogel's Textbook Of Practical Organic Chemistry**, John Willey and Sons, New York, Hal:156,199,204,362

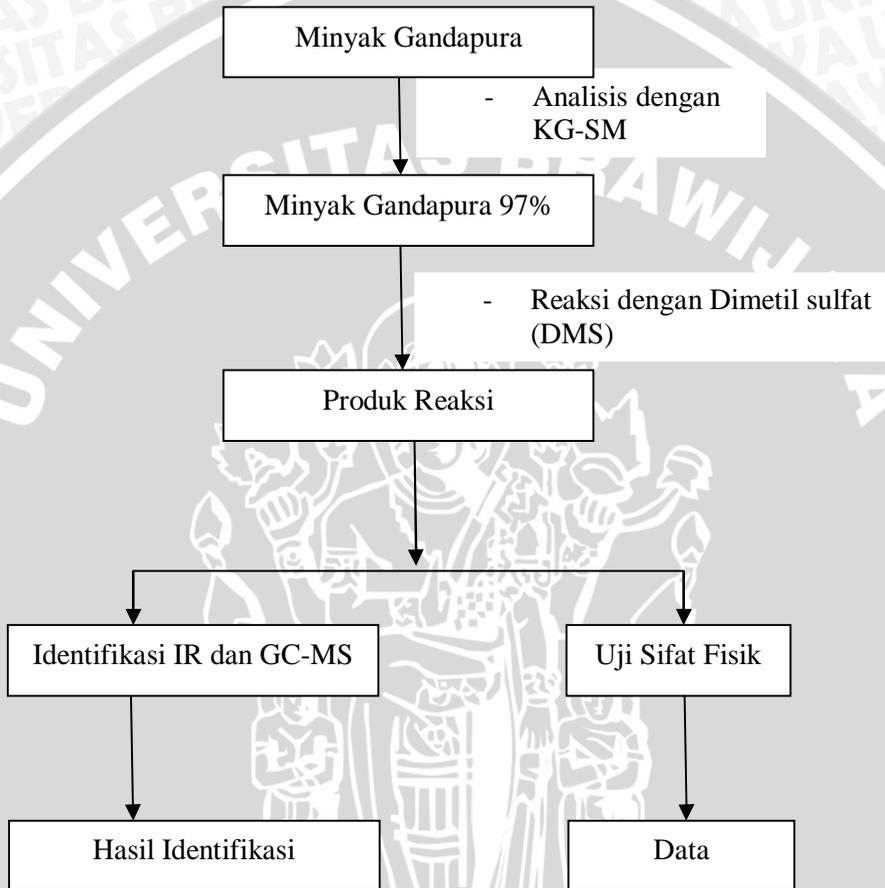
[24]Douglas, F., 2010. **GC/MS Analysis. Scientific Testimony: an Online Journal.**

[25]Hendayana, S., 1994, **Kimia Analitik Instrumen**, edisi kesatu, IKIP Semarang Press, Semarang

[26]Silverstein, R.M., Bassler, G.C. Morrill, t.c., 1986., **Penyidikan Spektrometri Senyawa Organik**, edisi keempat, diterjemahkan oleh: Hartono A.J., dan A.V., Purba, Erlangga, Jakarta

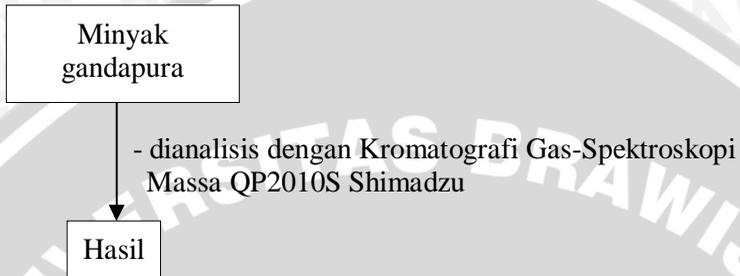
## LAMPIRAN

### L.1. Diagram Alir Penelitian



## L.2.Tahapan Kerja

### L.2.1.Analisis Komponen Utama Minyak Gandapura Menggunakan KG-SM



### L.2.2.Identifikasi Komponen Utama Minyak Gandapura Menggunakan Spektrofotometer FT-IR



### L.2.3.Sintesis metil-o-metoksibenzoat melalui reaaaksi metilasi

Minyak Gandapura  
(4,5mL, 0,025 mol)

- Dimasukkan ke dalam labu lasa bulat leher tiga 100 mL
- Ditambahkan logam Natrium (0,5 g 0,025 mol)
- Dimasukan kedalam larutan methanol 8 mL
- Di tetes demi tetes dimetil sulfat (DMS) 13,7 mL selama 1 jam
- Di refluks selama 1 jam dengan penangas air
- Di saring dengan pompa hisap

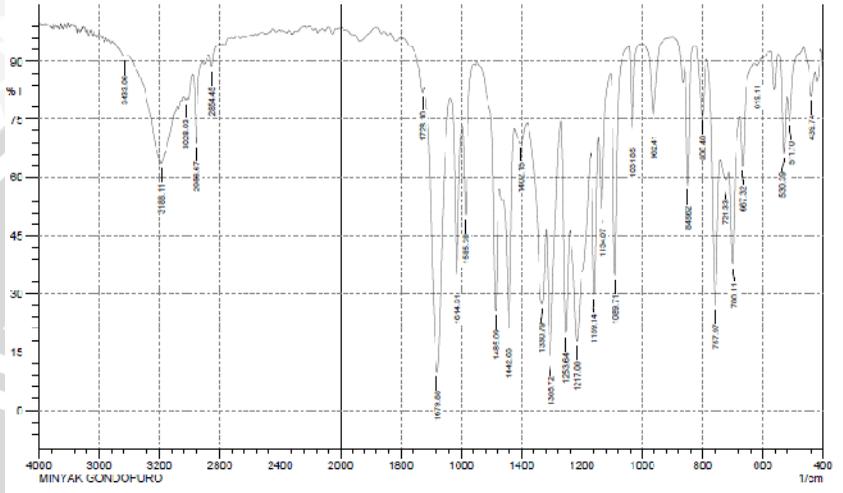
Filtrat

- Di identifikasi deangan IR dan KG-SM

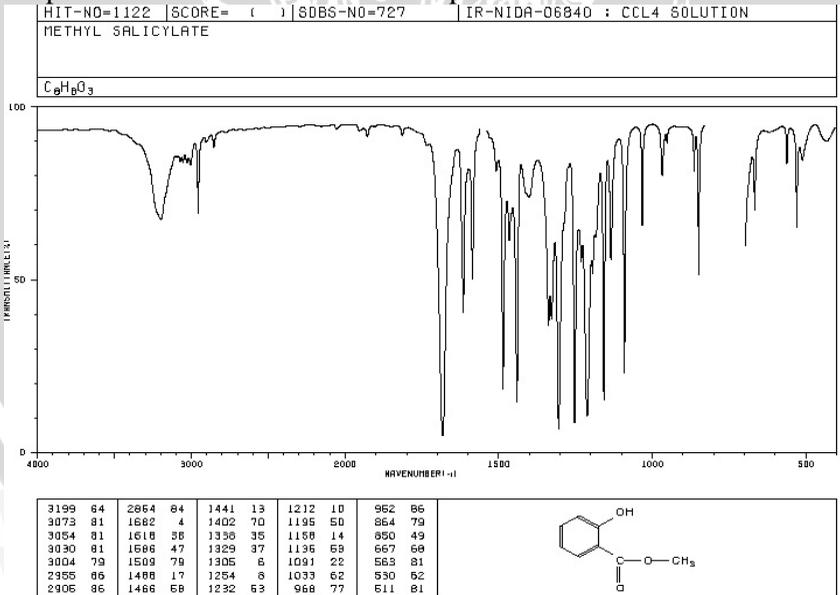
Hasil

### L.3.Spektrum FT-IR komponen penyusun minyak gandapura sesuai dengan spektrum berdasarkan pustaka SDBS

#### a. Spektrum FT-IR komponen penyusun minyak gandapura

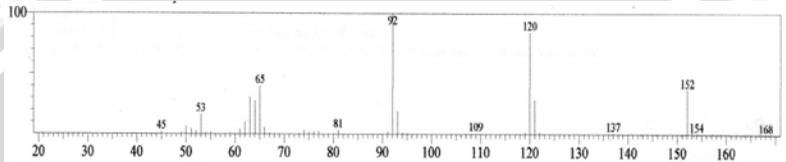


#### b. Spektrum FT-IR metil salisilat dari pustaka SDBS



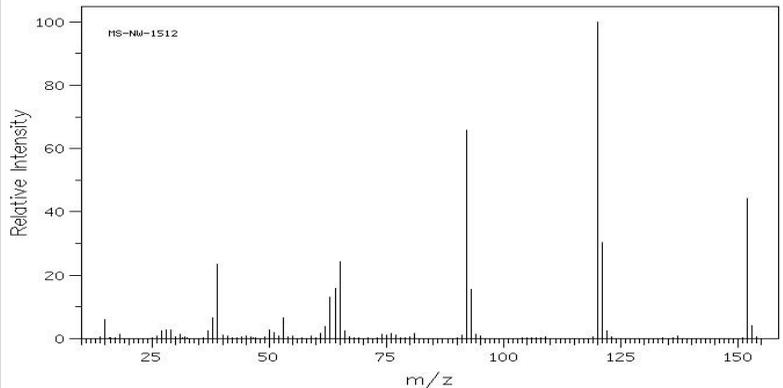
### L.3.1. Spektra massa komponen penyusun minyak gandapura sesuai dengan spektra massa berdasarkan pustaka SDBS

- a. Spektra massa komponen penyusun minyak gandapura dengan waktu retensi 11,089 menit



- b. Spektra massa metil salisilat berdasarkan pustaka SDBS

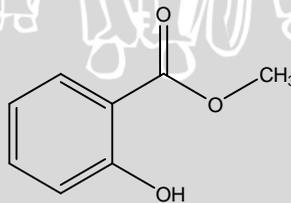
MS-NW-1512                      SDBS NO.    727  
methyl salicylate  
C8H8O3                              (Mass of molecular ion:    152)



- c. Struktur Metil salisilat

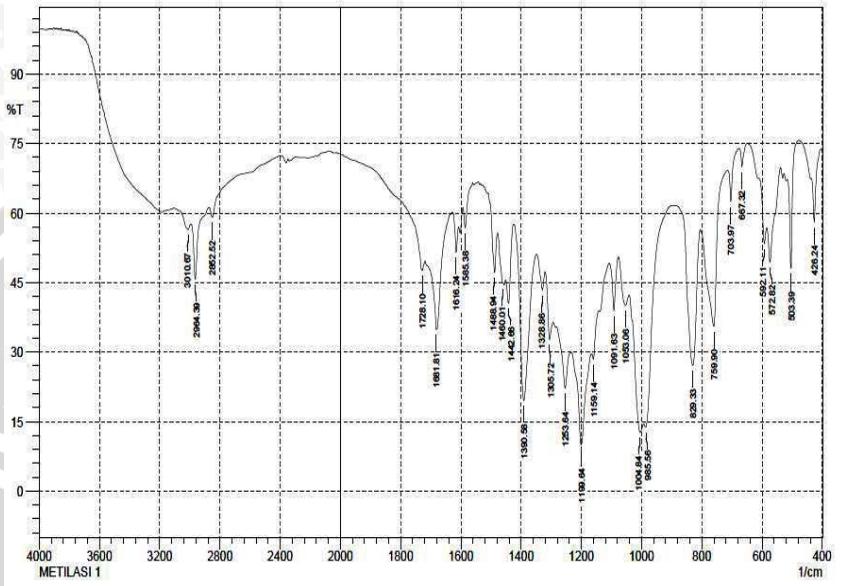
Berat Molekul : 152

Rumus Molekul :  $C_8H_8O_3$

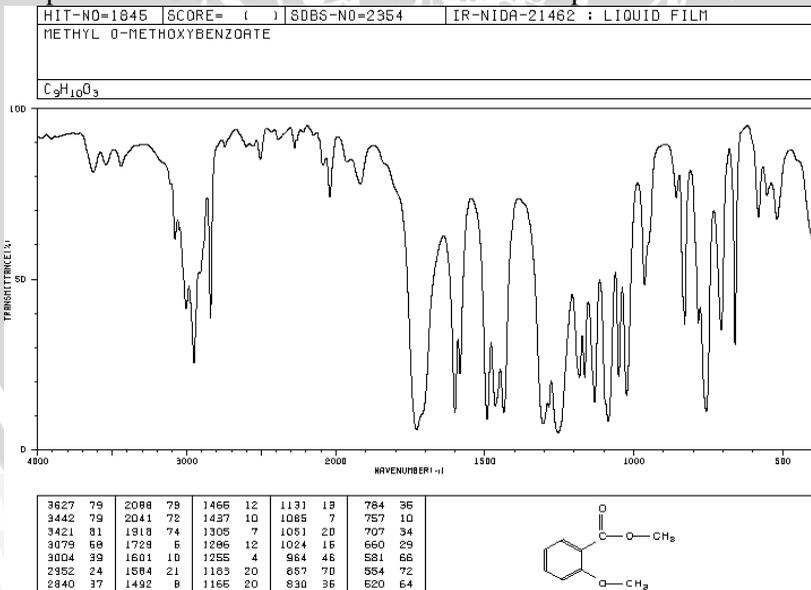


### L.3.2. Spektrum FT-IR Senyawa Hasil Sintesis

#### a. Spektrum FT-IR senyawa hasil sintesis metil-o-metoksibenzoat

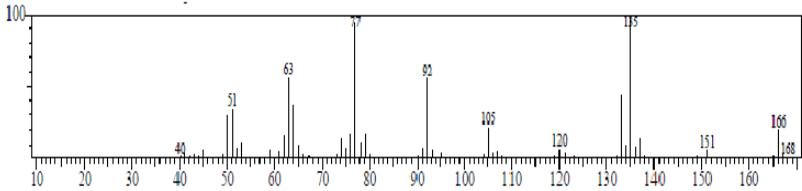


#### b. Spektrum FT-IR metil-o-metoksibenzoat dari pustaka SDBS

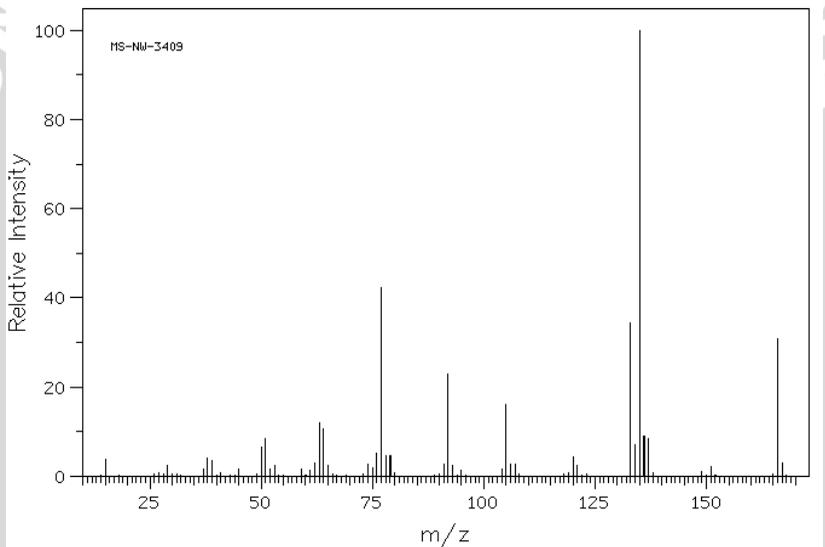


### L.3.3. Spektra massa Senyawa Hasil Sintesis

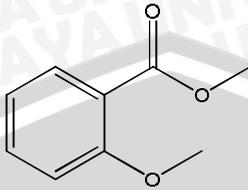
- a. Spektra massa komponen penyusun senyawa hasil sintesis dengan waktu retensi 20,30 menit



- b. Spektra massa metil-o-metoksibenzoat berdasarkan pustaka SDBS



Berat Molekul : 166  
Rumus Molekul :  $C_9H_{10}O_3$   
Nama Komponen : Metil-o-metoksibenzoat



#### L.4.Perhitungan Senyawa Hasil Sintesis

##### L.4.1.Perhitungan Massa bahan yang digunakan untuk sintesis

a. metil salisilat

$$0,025 \text{ Mol } C_8H_8O_3 = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$\text{massa} = 0,025 \text{ Mol } C_8H_8O_3 \times Mr$$

$$= 0,025 \text{ Mol } C_8H_8O_3 \times 152$$

$$0,025 \text{ Mol } C_8H_8O_3 = 3,8 \text{ gram}$$

b. minyak gandapura

$$\text{massa minyak gandapura} = \frac{100\%}{\text{kadar GC-MS}} \times \text{massa } C_8H_8O_3$$

$$= \frac{100\%}{97\%} \times 3,8 \text{ gram}$$

$$= 3,92 \text{ gram}$$

c. Dimetilsulfat

$$0,025 \text{ Mol } C_6H_6O = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$\text{massa} = 0,025 \text{ Mol } (CH_3)_2SO_4 \times Mr$$

$$= 0,025 \text{ Mol } (CH_3)_2SO_4 \times 126.13$$

$$= 3,15 \text{ gram}$$

##### L.4.2.Penentuan Massa Teoritis Senyawa Hasil Sintesis



Mol minyak gandapura mula-mula = 0,025 mol

Mol Dimetil sulfat mula-mula = 0,025 mol

Mol  $C_9H_{10}O_3$  yang terbentuk = 0,025 mol

$$\text{Massa } C_9H_{10}O_3 = \text{mol } C_9H_{10}O_3 \times \text{BM } C_9H_{10}O_3$$

$$= 0.025 \text{ mol} \times 166 \text{ g/mL} = 4,15 \text{ gram}$$

### L.4.3.Perhitungan Persen Hasil (Efisiensi) Senyawa Hasil Sintesis

$$\text{Efisiensi (\%)} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

Massa Senyawa Hasil Sintesis yang terbentuk = 3,612 gram

$$\begin{aligned}\text{Efisiensi (\%)} &= \frac{3,612 \text{ gram}}{4,15 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 87,03 \%\end{aligned}$$

### L.5.Uji Sifat Fisik

#### L.5.1.Perhitungan Berat Jenis

Sampel	Piknometer (kosong)	Piknometer (sampel)
Berat (gram)	2,24	4,60

Berat Piknometer 2 mL (kosong) = 2,24 gram

Berat Piknometer + sampel = 4,60 gram

Volume Piknometer = 2 mL

$$\text{Berat Jenis} = \frac{\text{Berat Piknometer + sampel} - \text{Berat Piknometer 2 mL (kosong)}}{\text{Volume Piknometer}}$$

$$= \frac{4,60 \text{ gram} - 2,24 \text{ gram}}{2 \text{ mL}}$$

$$= 1,18 \text{ g/mL}$$

## L.8.Foto Setting Alat Penelitian

### L.8.1.Foto setting alat sintesis antara metil salisilat dan DMS

