

**STUDI PENGARUH PENAMBAHAN KATALIS NaOH PADA
SINTESIS POLI(EUGENOKSI ETANOL) DARI
POLIEUGENOL DAN ETILENA OKSIDA**

SKRIPSI

Oleh:
ASRI DWI WULANSARI
0710920007-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

**STUDI PENGARUH PENAMBAHAN KATALIS NaOH PADA
SINTESIS POLI(EUGENOKSI ETANOL) DARI
POLIEUGENOL DAN ETILENA OKSIDA**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

ASRI DWI WULANSARI

0710920007-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Studi Pengaruh Penambahan Katalis NaOH pada Sintesis Poli(eugenoksi etanol) dari Polieugenol dan Etilena Oksida

Oleh:
Asri Dwi Wulansari
0710920007-92

Setelah dipertahankan di depan majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Dr. Diah Mardiana, MS
NIP. 19630529 199103 2 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Asri Dwi Wulansari

NIM : 0710920007

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Studi Pengaruh Penambahan Katalis NaOH pada Sintesis Poli(eugenoksi etanol) dari Polieugenol dan Etilena Oksida

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi 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,

Yang menyatakan,

(Asri Dwi Wulansari)

NIM. 0710920007

STUDI PENGARUH PENAMBAHAN KATALIS NaOH PADA SINTESIS POLI(EUGENOKSI ETANOL) DARI POLIEUGENOL DAN ETILENA OKSIDA

ABSTRAK

Senyawa poli(eugenoksi etanol) dapat disintesis dari polieugenol dan etilena oksida. Pada penelitian ini, sintesis dilakukan dengan dan tanpa menggunakan katalis basa NaOH menggunakan teknik sintesis refluks selama 8 jam dengan penambahan gas N₂ dan 12 jam dengan penambahan CaO. Identifikasi produk hasil sintesis dilakukan dengan spektrofotometer FTIR dan ¹H-NMR, Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa poli(eugenoksi etanol) dapat disintesis melalui reaksi pembukaan cincin epoksida, baik dengan maupun tanpa penambahan katalis basa NaOH. Rendemen yang dihasilkan pada sintesis poli(eugenoksi-etanol) selama 8 jam berturut-turut untuk sintesis dengan dan tanpa katalis NaOH adalah 28,46% dan 22,31%. Adapun untuk waktu sintesis selama 12 jam, dengan menggunakan katalis diperoleh rendemen 31,54 % dan tanpa katalis sebesar 28,46 %.

STUDY OF INFLUENCE OF ADDITION NaOH CATALYST ON SYNTHESIS POLY(EUGENOKSI-ETHANOL) FROM POLYEUGENOL AND ETHYLENE OXIDE

ABSTRACT

Poly(eugenoksi-ethanol) could be synthesized using polyeugenol and ethylene oxide. In this research, the synthesis using reflux technique for 8 hours with the addition of N_2 gas and 12 hours with the addition of CaO has been done, with and without using NaOH as a catalyst. The product of synthesis was then identified using FTIR and 1H -NMR spectrophotometer. The result showed that poly(eugenoksi-ethanol) could be synthesized via epoxide ring-opening reaction, either with and without the addition of NaOH catalyst. The resulting yield of poly(eugenoksi-ethanol) synthesis for 8 hours, with and without NaOH catalyst were 28.46% and 22.31%, respectively. As for the synthesis 12 hours, it has 31.54% using NaOH catalyst and 28.46% without catalyst.

KATA PENGANTAR

Puji syukur yang tak terhingga penulis panjatkan kehadirat Allah SWT. atas rahmat dan kasih-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul: **Studi Pengaruh Penambahan Katalis NaOH pada Sintesis Poli(eugenoksi etanol) dari Polieugenol dan Etilena Oksida.**

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si selaku pembimbing I dan Dr. Diah Mardiana, MS selaku pembimbing II atas bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan skripsi.
2. Drs. Misbah Khunur, M.Si., Drs. Budi Kamulyan, M.Sc., Drs. Sutrisno, M.Si., dan Dr. Barlah Rumhayati, M.Si. selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah tugas akhir.
3. Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc., selaku dosen pembimbing akademik.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS. Selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu yang diberikan.
6. Karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala bantuan yang diberikan.
7. Kedua orang tua, kakak, adik yang selalu memberikan do'a, nasehat, bimbingan dan dukungan yang tak henti-hentinya.
8. Sahabat, Teman-teman Kimia UB dan teman-teman kos atas dukungan dan semangat yang diberikan selama ini.

Dengan segala keterbatasan, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak untuk perbaikan naskah skripsi ini sehingga dapat berguna bagi pembaca.

Malang, November 2011

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polieugenol	4
2.2 Etilena Oksida	5
2.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida	6
2.4 Spektrofotometri Infra Merah (IR).....	10
2.5 Spekrrofotometri Resonansi Magetik Inti Proton (¹ H-NMR)	11
2.6 Hipotesis	12

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Alat penelitian	13
3.2.2 Bahan penelitian	13
3.2.3 Bahan kimia	13
3.3 Tahapan Penelitian	13
3.4 Tahapan Kerja Penelitian	14

3.4.1 Sintesis pendahuluan senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis NaOH	14
3.4.2 Sintesis pendahuluan senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis NaOH.....	14
3.4.3 Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis NaOH	15
3.4.4 Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis NaOH	16
3.4.5 Identifikasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FTIR	16
3.4.6 Identifikasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FT/ ¹ H-NMR.....	17

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Pendahuluan	19
4.1.1 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) menggunakan katalis basa NaOH	19
4.1.2 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) tanpa menggunakan katalis basa NaOH	28
4.2 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) selama 8 jam dengan penambahan gas N ₂	33
4.2.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis basa NaOH.....	33
4.2.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis basa NaOH.....	35
4.3 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) selama 12 jam dengan penambahan CaO	36
4.3.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis basa NaOH.....	36
4.3.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis basa NaOH.....	39
4.4 Pengaruh adanya katalis pada hasil sintesis 8 jam dengan penambahan gas N ₂ dan 12 jam dengan penambahan CaO.....	40

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44

DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	47

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Polieugenol 4
Gambar 2.2	Struktur Etilena Oksida 6
Gambar 2.3	Reaksi pembukaan cincin oleh asam 7
Gambar 2.4	Reaksi pembukaan cincin epoksida oleh basa 8
Gambar 2.5	Reaksi epoksida dengan fenol 9
Gambar 4.1	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH 20
Gambar 4.2	Spektrum FTIR bahan dasar (polieugenol) 21
Gambar 4.3	Spektrum ¹ H-NMR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH 24
Gambar 4.4	Spektrum ¹ H-NMR polieugenol 25
Gambar 4.5	Struktur Poli(eugenoksi etanol) 26
Gambar 4.6	Mekanisme reaksi sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH ... 27
Gambar 4.7	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH 29
Gambar 4.8	Spektrum ¹ H-NMR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH 31
Gambar 4.9	Mekanisme reaksi sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH 32
Gambar 4.10	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam dengan katalis NaOH 34
Gambar 4.11	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam tanpa katalis NaOH 37
Gambar 4.12	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam dengan katalis NaOH 42
Gambar 4.13	Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam tanpa katalis NaOH 43
Gambar L.1.1	Proses Sintesis Poli(eugenoksi etanol) 47
Gambar L.1.2	Hasil Sintesis Poli(eugenoksi etanol) 47
Gambar L.6.1	Struktur Poli(eugenoksi etanol) 59
Gambar L.6.2	Spektrum ¹ H-NMR Poli(eugenoksi etanol) dengan ChemDraw Ultra pro Version 8.0 59

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH	17
Tabel 3.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH	18
Tabel 4.1 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH ..	22
Tabel 4.2 Interpretasi spektrum ¹ H-NMR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH	23
Tabel 4.3 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH ..	28
Tabel 4.4 Interpretasi ¹ H-NMR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH	30
Tabel 4.5 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam dengan katalis NaOH	33
Tabel 4.6 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam tanpa katalis NaOH	35
Tabel 4.7 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam dengan katalis NaOH..	38
Tabel 4.8 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam tanpa katalis NaOH ...	39
Tabel 4.9 Perbandingan hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) 8 jam dengan penambahan gas N ₂	41
Tabel 4.10 Perbandingan hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) 12 jam dengan penambahan CaO	41
Tabel L.4.1 Penimbangan massa MgSO ₄	54
Tabel L.5 Perhitungan rendemen poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis	58

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Sintesis Poli(eugenoksi etanol)	47
Lampiran 2 Diagram Alir Tahapan Penelitian	48
Lampiran 3 Pembuatan Reagen	54
Lampiran 4 Perhitungan	54
Lampiran 5 Rendemen Poli(eugenoksi etanol) Hasil Sintesis	58
Lampiran 6 Struktur dan Spektrum ¹ H-NMR Poli(eugenoksi etanol) Hasil Perhitungan dengan ChemDraw Ultra pro Version 8.0	59



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polieugenol merupakan senyawa hasil polimerisasi dari eugenol. Eugenol dapat dipolimerisasi dengan membuka gugus alil pada eugenol, yaitu dengan menggunakan berbagai katalis seperti H_2SO_4 (Handayani dan Wuryanti, 2001), katalis HNO_3 (Ngadiyana, 1996) serta katalis BF_3 -dietileter (Ulumudin *dkk.*, 2008). Rendemen yang paling banyak adalah polimerisasi eugenol dengan menggunakan katalis BF_3 -dietileter yaitu sekitar 70-80%. Polieugenol yang terbentuk dapat dimanfaatkan sebagai *starting material* untuk turunan dari polieugenol selain itu juga dapat dimanfaatkan sebagai *carrier* membran untuk ion-ion logam (Harimu *dkk.*, 2009).

Pada penelitian Ulumudin *dkk.* (2008), polieugenol digunakan sebagai bahan dasar untuk membuat asam poli(eugenoksi asetat). Modifikasi ini dilakukan untuk mengaktifkan gugus hidroksi yang ada pada polieugenol, yaitu untuk membuat senyawa *carrier* membran yang digunakan untuk pemisahan kation Cu^{2+} , Cd^{2+} , dan Cr^{2+} .

Pada penelitian ini, untuk mengaktifkan gugus dalam polieugenol, dilakukan sintesis turunan dari polieugenol yaitu poli(eugenoksi etanol). Senyawa poli(eugenoksi etanol) sebagai turunan polieugenol disintesis dengan mensubstitusi gugus eter pada polieugenol dengan etilena oksida. Etilena oksida merupakan senyawa eter siklik yang sederhana, gas atau cairan yang tidak berwarna yang berbau manis. Etilena oksida sangat reaktif karena rantai cincin dapat dibuka dengan mudah. Pembukaan cincin epoksida (etilena oksida) akan menghasilkan produk yang lebih stabil dan berenergi lebih rendah. Reaksi khas epoksida ialah reaksi pembukaan cincin, yang dapat berlangsung dengan baik pada suasana asam maupun basa. Reaksi ini disebut sebagai reaksi pemaksapisahan (*cleavage*) berkatalis asam atau berkatalis basa (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Hasil sintesis suatu senyawa organik dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor yang berpengaruh antara lain adalah waktu dan temperatur, konsentrasi reaktan, dan adanya katalis. Katalis

merupakan zat atau senyawa yang berfungsi untuk mempercepat jalannya reaksi yang bekerja dengan menurunkan energi aktivasi (Atkins, 1997). Katalis dapat menyediakan jalan reaksi alternatif dengan energi aktivasi yang lebih kecil melalui pembentukan intermediet reaktif di permukaan katalis, kemudian intermediet katalis ini akan saling berinteraksi membentuk produk (Atkins, 1997).

Katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah NaOH. Penggunaan NaOH akan memberikan suasana basa saat reaksi polieugenol dan etilena oksida terjadi. Kondisi basa akan memberikan keuntungan karena pembukaan cincin etilena oksida akan lebih mudah terjadi. Ullumudin *dkk.* (2008) menggunakan NaOH dengan jumlah berlebih dibandingkan polieugenol sehingga pembentukan garam natrium polieugenolat sebagai intermediet akan maksimal. Selanjutnya garam ini akan bereaksi dengan asam kloroasetat dan membentuk asam poli(eugenoksi asetat) dengan jumlah tinggi.

Identifikasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu dengan spektrofotometri FTIR dan spektrofotometri resonansi magnetik inti ($^1\text{H-NMR}$). Spektrofotometri FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa. Spektrofotometri $^1\text{H-NMR}$ paling bermanfaat untuk menentukan struktur molekul suatu senyawa. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan jumlah, jenis, dan lingkungan proton gugus fungsi yang terdapat pada kerangka karbon.

Penelitian ini mempelajari tentang pengaruh penambahan katalis yang digunakan untuk sintesis polieugenol menjadi poli(eugenoksi etanol) untuk menambah gugus alkil suatu senyawa agar lebih bersifat hidrofobik. Oleh sebab itu perlu dikaji metoda modifikasi polieugenol yang sesuai agar dihasilkan poli(eugenoksi etanol) dengan hasil yang maksimal.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Dapatkah senyawa poli(eugenoksi etanol) disintesis dari polieugenol dan etilena oksida dengan dan tanpa katalis NaOH ?
2. Bagaimana rendemen poli(eugenoksi etanol) yang dihasilkan pada kondisi dengan dan tanpa penambahan katalis NaOH pada refluks 8 jam dengan penambahan gas N_2 ?

3. Bagaimana rendemen poli(eugenoksi etanol) yang dihasilkan pada kondisi dengan dan tanpa penambahan katalis NaOH pada refluks 12 jam dengan penambahan CaO ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Polieugenol yang digunakan adalah polieugenol dari polimerisasi dengan katalis BF_3 -dietileter
2. Menambah gugus alkil pada polieugenol dengan etilena oksida
3. Lama refluks selama 8 jam dengan penambahan gas N_2
4. Lama refluks selama 12 jam dengan penambahan CaO pada pereaksi etilena oksida
5. Analisis struktur pada penambahan gugus alkil dan gugus fungsional pada hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) (hasil menggunakan spektrofotometri FTIR dan $^1\text{H-NMR}$).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mensintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dan etilena oksida dengan dan tanpa katalis NaOH
2. Menentukan rendemen poli(eugenoksi etanol) yang dihasilkan pada kondisi dengan dan tanpa penambahan katalis NaOH pada refluks 8 jam dengan penambahan gas N_2
3. Menentukan rendemen poli(eugenoksi etanol) yang dihasilkan pada kondisi dengan dan tanpa penambahan katalis NaOH pada refluks 12 jam dengan penambahan CaO

1.5 Manfaat

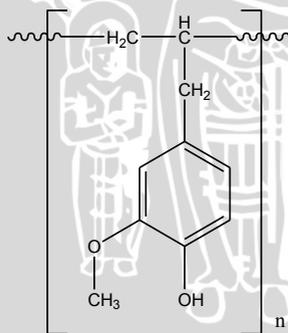
Manfaat dari penelitian ini adalah diperoleh metode untuk mensintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) melalui reaksi pembukaan cincin epoksida tanpa dan dengan katalis NaOH sehingga dapat digunakan sebagai landasan ilmiah bagi penelitian lebih lanjut atau sebagai bahan baku senyawa yang lebih berdaya guna.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

3.1 Polieugenol

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang molekul sederhana yang disebut dengan monomer (Stevens, 2001). Polieugenol merupakan hasil dari polimerisasi senyawa eugenol. Dalam penelitian Ulumudin *dkk.* (2008), proses polimerisasi eugenol merupakan proses polimerisasi adisi kationik, hal ini dikarenakan gugus vinil dari polieugenol mengalami reaksi adisi. Reaksi polimerisasi menggunakan katalis terjadi melalui tahapan: inisiasi, propagasi, dan terminasi.

Polimerisasi eugenol dapat dilakukan dengan membuka gugus alil pada eugenol, yaitu dengan mereaksikannya dengan katalis seperti dengan katalis H_2SO_4 pada penelitian Handayani dan Wuryanti (2001), katalis HNO_3 pada penelitian Ngadiyana (1996) serta katalis BF_3 -dietileter pada penelitian Ulumudin *dkk.* (2008) dan Djunaidi *dkk.* (2007). Rendemen yang paling banyak adalah polimerisasi eugenol dengan menggunakan katalis BF_3 -dietileter yaitu sekitar 70-80%. Secara fisik dapat dilihat bahwa polimer yang dihasilkan berwujud padat. Struktur molekul polieugenol ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Utami, 2008).



Gambar 2.1 Struktur Polieugenol

Hasil polimerisasi eugenol yang didapatkan dengan menggunakan katalis BF_3 -dietileter pada penelitian Djunaidi *dkk.*

(2007), memiliki sifat fisik yaitu berupa padatan amorf yang berwarna merah bata, memiliki berat molekul sebesar 9818,743 gram/mol. Polieugenol yang dihasilkan larut dalam metanol, kloroform, eter, benzene, dan tidak larut dalam karbon tetraklorida, heksana, dan kerosene (minyak tanah). Ngadiwiyan (2005) menyatakan bahwa polieugenol yang dihasilkan larut dalam aseton, etanol dan bezena akan tetapi tidak larut dalam air.

Dalam penelitian-penelitian sebelumnya, polieugenol yang berasal dari polimeriasi eugenol ini berfungsi sebagai ekstraktan selektif logam krom(III) (Djunaidi *dkk.*, 2007), bahan sintesis poli(metal tizol etil eugenoksi asetat) sebagai senyawa *carrier* membran untuk pemisahan kation Cu^{2+} , Cd^{2+} dan Cr^{3+} (Ulumudin *dkk.*, 2008), bahan sisntesis polieugenil oksiasetat sebagai pengemban untuk pemisahan ion logam berat (Harimu *dkk.*, 2009).

Pada penelitian Ulumudin *dkk.* (2008), dilakukan sintesis turunan polieugenol yaitu mereaksikan polieugenol dengan asam kloro asetat menggunakan katalis NaOH. Asam kloro asetat ini akan menyerang gugus hidroksi dari polieugenol sehingga lebih mengaktifkan gugus aktif dari polieugenol tersebut. Waktu yang diperlukan untuk proses refluk yaitu 2 jam. Sehingga dihasilkan senyawa asam poli(eugenoksi asetat) dengan rendemen 52,9% Sintesis turunan polieugenol juga dilakukan oleh Harimu *dkk.* (2009) yaitu dengan mereaksikan polieugenol dengan asam kloro asetat, akan tetapi waktu yang diperlukan untuk proses refluks kurang lebih 40 jam. Rendemen yang dihasikan adalah sebesar 68,9 %.

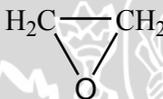
2.2 Etilena Oksida

Etilena oksida merupakan eter siklik dengan cincin segitiga dengan salah satu atom pembentuknya adalah oksigen (Fessenden dan Fessenden, 1982). Etilena oksida atau dalam tata nama IUPAC disebut sebagai oksirana termasuk golongan eter dan mempunyai sifat berbeda dengan sifat eter pada umumnya.

Etilena oksida atau disebut juga epoksida merupakan gas yang tidak berwarna, pada temperatur rendah (12°C) berupa cairan. Etilena oksida ini dapat larut dalam pelarut organik. Selain itu epoksida juga dapat bercampur dengan air. Etilena oksida memiliki berat molekul 44,05 g/mol, titik didihnya 10,73°C dan uapnya sangat mudah terbakar dan meledak (Sax dan Lewis, 1987). Senyawa ini

merupakan komponen yang kereaktifannya tinggi sehingga digunakan sebagai intermediet untuk banyak produk kimia. Reaksinya sangat eksotermis karena regangan dari cincin epoksida yang besar.

Suatu cincin etilena oksida tidak mempunyai sudut sp^3 sebesar 109° , sudut antar inti hanya 60° , sesuai cincin beranggota tiga. Orbital yang membentuk cincin tidak dapat mencapai tumpang tindih yang maksimal, oleh karena itu cincin epoksida mengalami regangan (*strained*). Adanya polaritas ikatan C-O dan tegangan cincin ini mengakibatkan reaktifitas etilena oksida lebih tinggi dibanding reaktifitas eter lainnya (Fessenden dan Fessenden, 1982). Struktur molekul etilena oksida ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Sax dan Lewis, 1987).



Gambar 2.2 Struktur Etilena Oksida

Dalam bukunya, Hard (2003) menyatakan bahwa etilena oksida atau dikenal juga dengan nama oksirana adalah eter siklik dengan cincin beranggota tiga yang mengandung satu atom oksigen. Sebagian besar etilena oksida digunakan sebagai bahan baku utama untuk pembuatan produk lain terutama etilena glikol, yang mempunyai kegunaan penting dalam industri. Selain itu, etilena oksida juga digunakan sebagai fumigant dalam gudang biji-bijian.

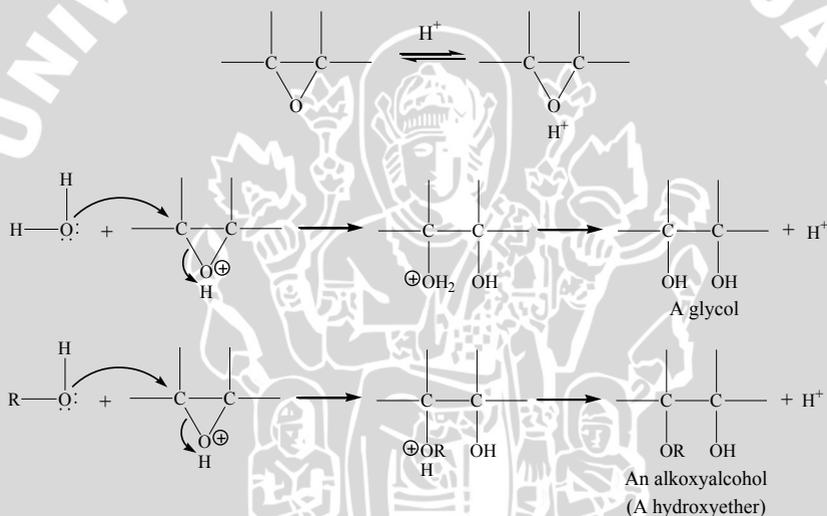
2.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Pada pembukaan cincin epoksida atau yang biasa disebut etilena oksida akan menghasilkan produk yang lebih stabil dan berenergi yang lebih rendah. Reaksi khas epoksida ialah reaksi pembukaan cincin, yang dapat langsung bereaksi baik pada suasana asam maupun basa. Reaksi ini disebut sebagai reaksi pemaksapisahan (*cleavage*) berkatalis asam atau berkatalis basa (Fessenden and Fessenden, 1982).

Epoksida dapat bereaksi dengan berbagai pereaksi seperti asam dan basa, sehingga epoksida mengalami penataan ulang untuk

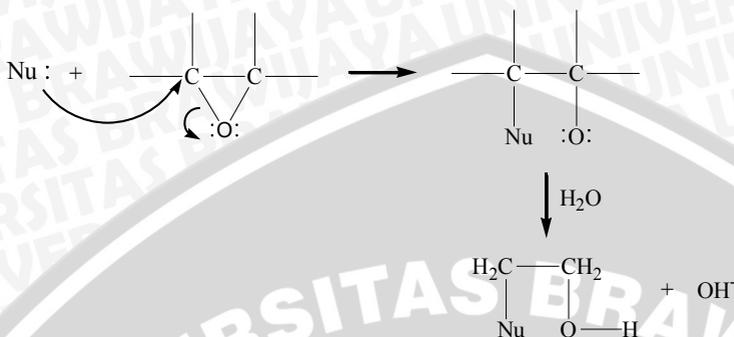
mendapatkan struktur yang lebih stabil. Reaksi penataan ulang senyawa epoksida biasanya terjadi jika dimungkinkan terbentuk zat antara yang lebih stabil berupa karbonil.

Pada pembukaan cincin epoksida atau pemaksapisahan berkatalis asam, epoksida akan diubah oleh asam ke dalam bentuk epoksida terprotonasi, yang kemudian dapat mengalami serangan oleh setiap nukleofilik dari reagen. Keistimewaan dari reaksi epoksida adalah pembentukan senyawa yang mengandung dua kelompok fungsional. Dengan demikian, reaksi dengan air akan menghasilkan suatu glikol, reaksi dengan alkohol akan menghasilkan senyawa eter dan alkohol (Morrison and Boyd, 1992).



Gambar 2.3 Reaksi pembukaan cincin oleh asam

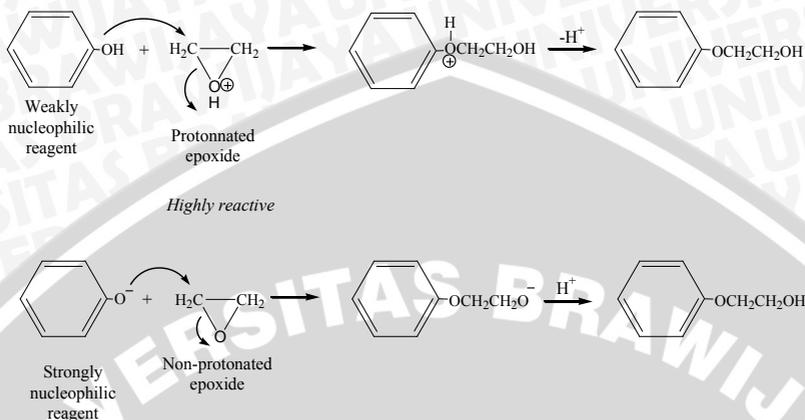
Reaksi pembukaan cincin epoksida juga dapat disebabkan oleh basa. Reaksi pembukaan cincin oleh basa dipandang sebagai reaksi adisi dan dilanjutkan dengan protonasi (Sastrohamidjojo dan Pranowo, 2009).



Gambar 2.4 Reaksi pembukaan cincin epoksida oleh basa

Reaksi pembukaan cincin epoksida oleh basa melalui dua tahap reaksi, yaitu pengikatan basa nukleofil pada cincin epoksida dan protonasi terhadap ion alkoksida yang dihasilkan dari tahap pertama. Dalam suasana asam, reaksi pembukaan cincin epoksida dapat berlangsung secara cepat. Produk yang dihasilkan adalah 1,2 diol atau glikol. Hidrolisis berkatalis asam terhadap epoksida jauh lebih cepat apabila dibandingkan dengan reaksi antara eter dan asam. Katalis asam bagi penataan ulang epoksida dapat berupa asam asetat, asam klorida, asam sulfat atau asam Lewis seperti BF₃, AlCl₃ dan MgBr₂ (Sastrohamidjojo dan Pranowo, 2009).

Tidak seperti eter biasa, epoksida dapat dipotong dalam kondisi basa. Reaktivitas yang lebih rendah dari epoksida yang tidak terprotonasi dikompensasikan lebih mendasar, reagen nukleofilik yang lebih kuat seperti alkoksida, fenoksida, amonia, dll. Dapat dilihat, misalnya, pada reaksi epoksida (etilena oksida) dengan fenol. Asam mengkatalisis reaksi dengan mengkonversi ke dalam epoksida yang sangat reaktif terprotonasi epoksida. Basa mengkatalisis reaksi fenol dengan mengkonversi ke dalam nukleofilik ion fenoksida yang lebih kuat (Morrison dan Boyd, 1992).



Gambar 2.5 Reaksi epoksida dengan fenol

Pemaksapisahan berkatalis basa, nukleofil akan menyerang karbon yang kurang terhalang (less-hindered), tepat seperti yang dinantikan dari suatu serangan S_N2. Karbon primer akan lebih mudah diserang oleh nukleofil dibandingkan dengan karbon sekunder dan tersier (primer > sekunder > tersier). Sedangkan dalam katalis asam, serangan terjadi pada karbon yang lebih terhalang karena karbon tersebut akan memiliki muatan parsial positif yang lebih besar (stabilitas karbokation : tersier > sekunder > primer). Serangan nukleofilik yang terjadi setelah protonasi, akan memiliki karbon yang lebih positif, meskipun karbon ini lebih terhalang. Sehingga untuk epoksida (etilena oksida) yang merupakan cincin segitiga yang memiliki karbon yang kurang terhalang akan mengalami reaksi pemaksapisahan yang baik pada suasana basa (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Pada penelitian Ready dan Jacobsen (2001), pembukaan cincin epoksida pada reaksi antara fenol dengan epoksida membutuhkan waktu selama 4 hingga 24 jam dengan kondisi suhu 4°C. Karena epoksida merupakan bahan kimia yang mudah menguap dan mempunyai titik didih pada temperatur yang rendah yaitu 10,4°C, sehingga pengkondisian reaksi dengan epoksida harus dibawah suhu titik didih tersebut agar epoksida tidak menguap saat direaksikan.

2.4 Spektrofotometri Infra Merah (IR)

Spektrofotometri inframerah adalah suatu metoda analisa yang didasarkan pada penyerapan sinar infra merah. Fungsi utama dari spektroskopi inframerah adalah untuk mengenali struktur molekul (gugus fungsional). Spektroskopi inframerah adalah spektrum dari persentasi transmitansi dengan panjang gelombang atau penurunan frekuensi. Tiap lekukan yang disebut gelombang atau puncak menunjukkan adsorpsi dari radiasi inframerah oleh cuplikan pada frekuensi tersebut (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Prinsip kerja dari spektrofotometer IR adalah sumber cahaya sinar memancarkan sinar inframerah pada semua panjang gelombang, cahaya dari sumber ini dipecah oleh sistem cermin dan menuju sel rujukan dan sel sampel. Setelah melewati kedua sel kemudian berkas cahaya tersebut berselang seling bergantian. Berkas selang seling itu terpecah menurut panjang gelombang. Detektor mengukur beda intensitas cahaya antara kedua macam berkas tersebut pada tiap-tiap panjang gelombang dan diteruskan menuju perekaman data (Ewing, 1985).

Informasi utama dari spektrum IR ini adalah memberikan keterangan tentang keberadaan gugus fungsi dalam molekul organik, antara lain: C-H, O-H, C=O, C-O-C, C=C, C-C, N-H yang mempunyai daerah vibrasi yang berbeda-beda (Sastrohamidjojo, 2001). Spektrofotometri inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa di daerah bilangan gelombang $4000\text{--}650\text{ cm}^{-1}$. Adanya gugus C=C sp^2 alkena mempunyai serapan pada daerah $1600\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ akibat vibrasi ulur, serapan =CH ulur muncul pada daerah $3020\text{--}3100\text{ cm}^{-1}$, dan serapan =CH tekuk pada daerah $880\text{--}995\text{ cm}^{-1}$. C-H sp^3 (alkena atau gugus alkil) mempunyai serapan pada daerah $2800\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$. Gugus -CH₃, -CH₂, dan -CH mempunyai serapan pada daerah ulur $2850\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ (kuat) dan pada daerah tekuk $1350\text{--}1470\text{ cm}^{-1}$ (lemah). Senyawa aldehyd ditandai dengan adanya pita serapan karbonil yang mempunyai dua pita uluran karakteristik (tepat di kanan pita CH alifatik) pada $2820\text{--}2900\text{ cm}^{-1}$. Gugus eter dari C-O-C mempunyai serapan pada daerah $1040\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$.

2.5 Spektrofotometri Resonansi Magnetik Inti Proton ($^1\text{H-NMR}$)

Spektrofotometri resonansi magnetik inti merupakan salah satu metode yang sangat bermanfaat untuk menentukan struktur molekul suatu senyawa. Cara ini memberikan keterangan mengenai struktur molekul dengan mengkaji sifat magnet atom-atom tertentu dalam molekul. Selain itu dapat menentukan jumlah inti proton dari tiap molekul senyawa yang berbeda dan memberikan informasi mengenai tipe lingkungan disekitar proton. Gabungan dari data spektrum inframerah dan NMR cukup tepat untuk menentukan struktur molekul dari senyawa yang belum diketahui (Pavia dkk, 1996).

Analisis senyawa dengan NMR didasarkan pada penyerapan energi oleh partikel yang dipusingkan dalam medan magnet yang kuat (Sastroamidjojo, 2001). Saat ini spektroskopi NMR telah menjadi alat yang paling efektif untuk menentukan struktur semua jenis senyawa. Pergeseran kimia dapat dianggap sebagai ciri bagian tertentu struktur. Dalam spektra $^1\text{H-NMR}$, intensitas sinyal terintegrasi sebanding dengan jumlah inti yang relevan dengan sinyalnya. Hal ini akan sangat membantu dalam penentuan struktur senyawa organik.

Metode spektroskopi NMR ini didasarkan pada penyerapan energi oleh partikel yang sedang berputar di dalam medan magnet yang kuat. Energi yang dipakai dalam pengukuran dengan metode ini berada pada frekuensi 300-600 MHz, yang bergantung pada jenis inti yang diukur (Silverstein *dkk.*, 2005). Di dalam medan magnet, inti aktif NMR (misalnya ^1H atau ^{13}C) menyerap pada frekuensi karakteristik suatu isotop. Frekuensi resonansi, energi absorpsi dan intensitas sinyal berbanding lurus dengan kekuatan medan magnet.

Interpretasi spektra NMR dilakukan berdasarkan sinyal-sinyal protonnya. Jumlah sinyal menerangkan jenis proton dalam setiap macam proton. Intensitas sinyal menerangkan jenis proton dalam molekul. Kedudukan sinyal menunjukkan lingkungan elektronik setiap macam proton. Intensitas sinyal menerangkan jumlah proton dan pembelahan sinyal menunjukkan lingkungan kimia disekitar proton (Sastroamidjojo, 2001).

2.6 Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah senyawa poli(eugenoksi etanol) dapat disintesis dari senyawa polieugenol dan etilena oksida dengan dan tanpa katalis natrium hidroksida. Rendemen poli(eugenoksi etanol) akan semakin tinggi dengan adanya katalis.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Brawijaya. Analisis dengan FTIR di Laboratorium Instrumen Kimia MIPA Universitas Brawijaya. Sedangkan analisis dengan $^1\text{H-NMR}$ dilakukan di Universitas Gadjah Mada. Waktu penelitian ini dilaksanakan selama 3 bulan.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, seperangkat alat refluks, pengaduk magnetik, labu ukur 100 mL, desikator, neraca analitik, kertas saring, pengaduk gelas, botol sampel, pH meter Schott Gerate CG 820, seperangkat alat Spektrofotometer SHIMADZU FTIR-8400S dan seperangkat alat Spektrofotometer JEOL-MY60 FT/ $^1\text{H-NMR}$ 60 MHz.

3.2.2 Bahan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah polieugenol hasil sintesis menggunakan katalis BF_3 -dietileter yang didapatkan dari hasil sintesis Cholid.

3.2.3 Bahan kimia

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, magnesium sulfat hidrat, natrium hidroksida (p.a.), etilena oksida (p.a.), kloroform (p.a.), dietil eter (p.a.), etanol (p.a.), aquades, asam sulfat 37% (p.a.), gas nitrogen, dan kalsium oksida (p.a.).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, antara lain:

1. Preparasi alat dan bahan
2. Sintesis pendahuluan

3. Identifikasi dan interpretasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FTIR dan $^1\text{H-NMR}$
4. Sintesis poli(eugenoksi etanol) menggunakan variasi penambahan katalis.
5. Identifikasi dan interpretasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FTIR

3.4 Tahapan Kerja Penelitian

3.4.1 Sintesis pendahuluan senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis NaOH

Sebanyak 0,5 gram polieugenol dilarutkan dalam etanol 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga 500 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnetic dan termometer. Ditambahkan 100 mL larutan NaOH $3,048 \times 10^{-2}$ M (0,003048 mol) sedikit demi sedikit dan diaduk selama 30 menit. Larutan dikondisikan pada temperatur 4°C dengan cara merendam labu alas bulat dalam *ice bath*. Setelah larutan telah terkondisi, ditambahkan etilena oksida 1 mL (0,0182 mol) dan tetap dilakukan pengadukkan. Pada pengadukan 4 jam pertama dikondisikan temperatur 4°C , jam ke 5 hingga 24 dinaikkan temperaturnya perlahan-lahan hingga temperatur kamar. Kemudian campuran diekstraksi sebanyak 3 kali menggunakan kloroform sebanyak 25 mL dan dipisahkan kedua fasa. Fasa organik ditampung dalam gelas kimia 100 mL dan molekul air yang masih tersisa dihilangkan dengan MgSO_4 anhidrat dan disaring. Pelarut diuapkan menggunakan gas N_2 . Produk ditimbang dan dihitung rendemennya. Produk diidentifikasi dengan FTIR dan $^1\text{H-NMR}$.

3.4.2 Sintesis pendahuluan senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis NaOH

Sebanyak 0,5 gram polieugenol dilarutkan dalam etanol 10 mL, kemudian dimasukkan ke labu alas bulat leher tiga 100 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnetik dan termometer. Larutan diaduk dan dikondisikan pada temperatur 4°C dengan cara merendam labu alas bulat dalam *ice bath*. Setelah larutan telah terkondisi, ditambahkan etilena oksida 1 mL (0,0182 mol) dan tetap diaduk. Pengadukan campuran dilakukan selama 24 jam serta dengan

menaikkan temperatur perlahan-lahan. Pada pengadukan 4 jam pertama dikondisikan temperatur 4 °C, jam ke 5 hingga 24 dinaikkan temperaturnya perlahan-lahan hingga mencapai temperatur kamar. Campuran ditambahkan kloroform sebanyak 11 mL dan diaduk. Campuran diekstraksi sebanyak 3 kali menggunakan aquades sebanyak 20 mL dan dipisahkan kedua fasa. Fasa organik ditampung dalam gelas kimia 100 mL dan molekul air yang masih tersisa dihilangkan dengan MgSO₄ anhidrat dan disaring. Pelarut diuapkan menggunakan gas N₂. Produk ditimbang dan dihitung rendemennya. Produk diidentifikasi dengan FTIR dan ¹H-NMR.

3.4.3 Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis

Sebanyak 0,5 gram polieugenol dilarutkan dalam etanol 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga 500 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnetik, kondensor refluks dan termometer. Ditambahkan 100 mL larutan NaOH 3,048 x 10⁻² M (0,003048 mol) sedikit demi sedikit dan diaduk selama 30 menit. Larutan dikondisikan pada temperatur 4°C dengan cara merendam labu alas bulat dalam *ice bath*. Setelah larutan telah terkondisi, ditambahkan etilena oksida 1 mL (0,0182 mol) dan tetap dilakukan pengadukkan. Sebelum dan saat etilena oksida ditambahkan, dilakukan pengaliran gas N₂. Pada pengadukan 4 jam pertama dikondisikan temperatur 4 °C, jam ke 5 hingga 8 dinaikkan temperaturnya perlahan-lahan hingga temperatur kamar. Campuran diasamkan dengan HCl 1 M hingga pH 7, kemudian diekstraksi sebanyak 3 kali menggunakan dietileter sebanyak 25 mL dan dipisahkan kedua fasa. Fasa organik ditampung dalam gelas kimia 100 mL dan molekul air yang masih tersisa dihilangkan dengan MgSO₄ anhidrat dan disaring. Pelarut diuapkan menggunakan gas N₂. Produk ditimbang dan dihitung rendemennya. Produk diidentifikasi dengan FTIR.

Sintesis poli(eugenoksi etanol) diulangi dengan waktu 12 jam tetapi tanpa pengaliran gas N₂. Perlakuan terhadap etilena oksida adalah dengan cara menambah 1 g CaO sebelum direaksikan agar meminimalkan keberadaan gugus karbonil. Adanya gugus karbonil pada bilangan gelombang 1724,24 cm⁻¹ diidentifikasi dengan cara membandingkan spektrum FTIR hasil sintesis pendahuluan.

3.4.4 Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis

Sebanyak 0,5 gram polieugenol dilarutkan dalam etanol 10 mL, kemudian dimasukkan ke labu alas bulat leher tiga 100 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnetik, kondensor refluks dan termometer. Larutan diaduk dan dikondisikan pada temperatur 4 °C dengan cara merendam labu alas bulat dalam *ice bath*. Setelah larutan telah terkondisi, ditambahkan etilena oksida 1 mL (0,0182 mol) dan tetap diaduk. Sebelum dan saat etilena oksida ditambahkan, dilakukan pengaliran gas N₂. Pengadukan campuran dilakukan selama 8 jam serta dengan menaikkan temperatur perlahan-lahan. Pada pengadukan 4 jam pertama dikondisikan temperatur 4 °C, jam ke 5 hingga 8 dinaikkan temperaturnya perlahan-lahan hingga mencapai temperatur kamar. Campuran ditambahkan dietileter sebanyak 11 mL dan diaduk. Campuran diekstraksi sebanyak 3 kali menggunakan aquades sebanyak 20 mL dan dipisahkan kedua fasa. Fasa organik ditampung dalam gelas kimia 100 mL dan molekul air yang masih tersisa dihilangkan dengan MgSO₄ anhidrat dan disaring. Pelarut diuapkan menggunakan gas N₂. Produk ditimbang dan dihitung rendemennya. Produk diidentifikasi dengan FTIR.

Sintesis poli(eugenoksi etanol) diulangi dengan waktu 12 jam tetapi tanpa pengaliran gas N₂. Perlakuan terhadap etilena oksida adalah dengan cara menambah 1 g CaO sebelum direaksikan agar meminimalkan keberadaan gugus karbonil. Adanya gugus karbonil pada bilangan gelombang 1724,24 cm⁻¹ diidentifikasi dengan cara membandingkan spektrum FTIR hasil sintesis pendahuluan.

3.4.5 Identifikasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FTIR

Identifikasi dengan FTIR dilakukan pada poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis dengan dan tanpa katalis NaOH. Sampel dioleskan diatas NaCl *window* dan diratakan, Selanjutnya NaCl *window* yang mengandung sampel poli(eugenoksi etanol) diletakkan di antara dua celah yang dilewati berkas sinar inframerah dan dibuat spektrumnya pada rentang panjang gelombang 4000cm⁻¹ – 400cm⁻¹.

3.4.6 Identifikasi poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FT/¹H-NMR

Sebagai pendukung hasil analisis FTIR, identifikasi juga dilakukan dengan spektrofotometri ¹H-NMR dilakukan pada poli(eugenoksi etanol) dengan dan tanpa katalis NaOH. Sampel hasil sintesis diambil 10 mg dan dimasukkan kedalam tabung cuplikan yang berupa tabung gelas kecil. Ditambahkan pelarut CDCl₃ sebanyak 0,3-0,5 mL ke dalam cuplikan dan sejumlah kecil tetrametisilen (TMS) sebagai standar internal. Selanjutnya tempat cuplikan dipusingkan pada alat spektrofotometer ¹H-NMR pada frekuensi 60 MHz.

Tabel 3.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH

Waktu	Pelarut untuk ekstraksi	Penanganan reagen	Penambahan HCl hingga pH 7	identifikasi
24 jam	kloroform	-	tidak	FTIR dan ¹ H-NMR
8 jam	dietileter	dialirkan N ₂ sebelum dan saat ditambahkan dalam reaksi	ya	FTIR
12 jam	dietileter	ditambahkan CaO sebelum direaksikan	ya	FTIR

Tabel 3.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH

Waktu	Pelarut untuk ekstraksi	Penanganan reagen	Identifikasi
24 jam	kloroform	-	FTIR dan ¹ H-NMR
8 jam	dietileter	dialirkan N ₂ sebelum dan saat ditambahkan dalam reaksi	FTIR
12 jam	dietileter	ditambahkan CaO sebelum direaksikan	FTIR



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Pendahuluan

Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dilakukan melalui reaksi pembukaan cincin epoksida dari bahan dasar polieugenol dan etilena oksida. Penelitian ini dilakukan dengan dua kondisi yaitu dengan menggunakan penambahan katalis NaOH, dilarutkan dalam campuran etanol dengan air dan tanpa menggunakan katalis NaOH.

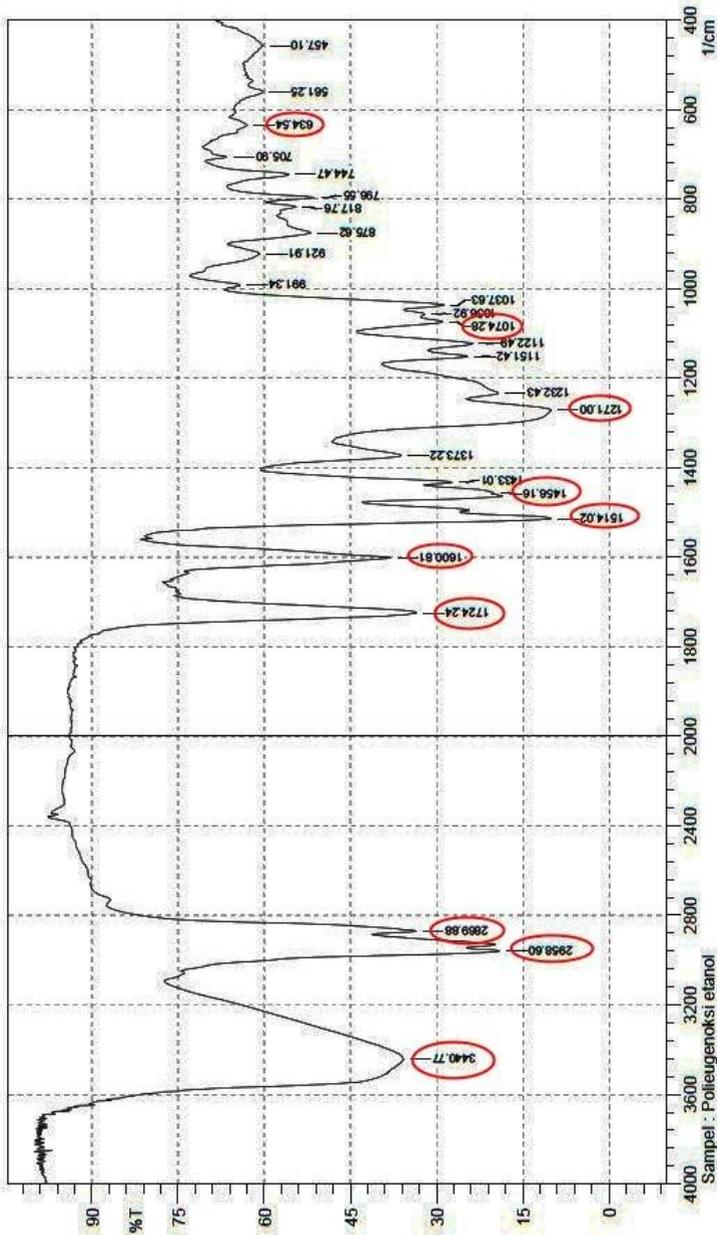
4.1.1 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) menggunakan katalis NaOH

Hasil sintesis menggunakan katalis NaOH diperoleh poli(eugenoksi etanol) berbentuk gel, kental, berwarna coklat jingga dengan rendemen 43,08 % (perhitungan pada Lampiran 5).

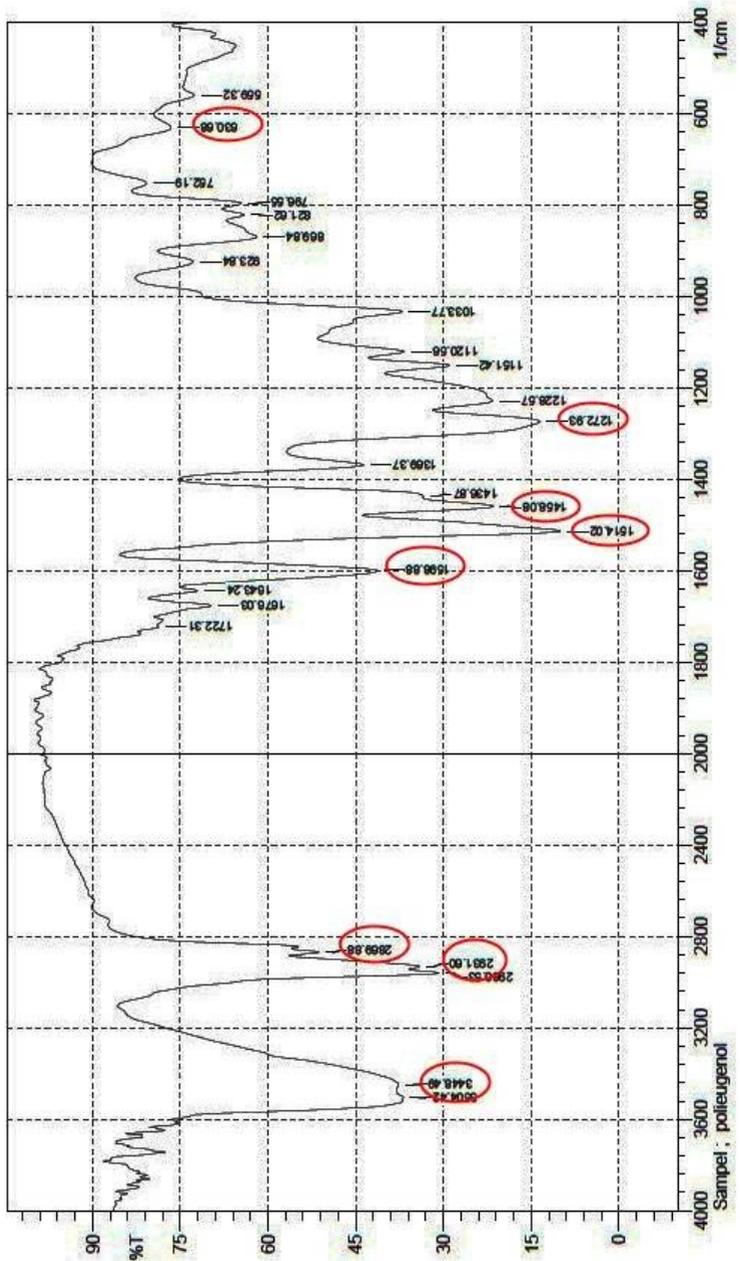
Hasil sintesis diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan $^1\text{H-NMR}$. Interpretasi spektra IR memberikan informasi jenis dan lingkungan gugus fungsi dalam senyawa poli(eugenoksi etanol). Hal ini didukung dengan spektra $^1\text{H-NMR}$ yang menunjukkan jumlah, jenis dan lingkungan proton gugus fungsi yang terdapat pada kerangka karbon poli(eugenoksi etanol).

Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis diduga sebagai senyawa poli(eugenoksi etanol) yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan spektrum polieugenol sebagai bahan dasar ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Interpretasi spektrum FTIR pada Gambar 4.1 dibandingkan dengan spektrum Gambar 4.2 diberikan pada Tabel 4.1 untuk membandingkan bilangan gelombang polieugenol sebagai bahan dasar dan poli(eugenoksi etanol) sebagai hasil sintesis.



Gambar 4.1 Spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH



Gambar 4.2 Spektrum FTIR bahan dasar (polieugenol)

Interpretasi spektrum FTIR pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 diberikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	
	Polieugenol	Poli(eugenoksi etanol)
hidroksil (-OH)	3521,78 dan 3448,49	3440,77
karbon jenuh	2960,53 dan 2869,88	2958,60 dan 2869,88
karbonil (C=O)		1724,24
aromatik	1598,88 dan 1514,02	1600,81 dan 1514,02
metilen(-CH ₂)	1458,08	1456,16
metoksi (-O-CH ₃)	1272,93	1271,00
alkohol primer (-CH ₂ -OH)		1078,28
hidroksi dari fenol	630,68	634,54

Berdasarkan hasil analisis pada Tabel 4.1, puncak pada bilangan gelombang 3440,77 cm⁻¹ terlihat tajam dan lebar, ditimbulkan oleh getaran ulur gugus hidroksil (-OH). Puncak tajam pada bilangan gelombang 2958,60 cm⁻¹ merupakan puncak dari -CH₂ ulur dan diperkuat oleh puncak sedang pada bilangan gelombang 1373,22 cm⁻¹. Sedangkan puncak dari -CH ulur ditunjukkan pada bilangan gelombang 2869,88 cm⁻¹ dengan puncak yang tajam. Puncak tajam 1600,81 cm⁻¹ dan 1514,02 cm⁻¹ merupakan regangan C=C alkena yang terkonjugasi pada cincin aromatik. Gugus dari alkohol primer ditunjukkan dengan terbentuknya puncak pada bilangan gelombang 1078,28 cm⁻¹. Sedangkan O-H tekuk dari fenol ditunjukkan pada bilangan gelombang 634,54 cm⁻¹. Selain itu juga terdapat puncak pada bilangan gelombang 1724,24 cm⁻¹ yang merupakan gugus karbonil. Berdasarkan analisis tersebut diketahui bahwa senyawa poli(eugenoksi etanol) telah terbentuk, ditandai dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang 1078,28 cm⁻¹. Meskipun masih

terdeteksi adanya gugus karbonil dalam senyawa hasil sintesis. Gugus karbonil yang terdeteksi dimungkinkan karena adanya CO₂ yang tercampur dengan etilena oksida. Gugus karbonil yang terbentuk bukan merupakan gugus karbonil dari senyawa asam karboksilat sebab gugus hidroksil senyawa asam karboksilat memiliki bentuk serapan yang melebar, sedangkan hasil pada spektrum FTIR memiliki bentuk serapan gugus hidroksil dari senyawa alkohol.

Selain identifikasi menggunakan FTIR, dilakukan identifikasi dengan ¹H-NMR. Spektrum ¹H-NMR poli(eugenoksi etanol) 24 jam dengan katalis NaOH dapat dilihat pada Gambar 4.3, sedangkan spektrum ¹H-NMR polieugenol dapat dilihat pada Gambar 4.4.

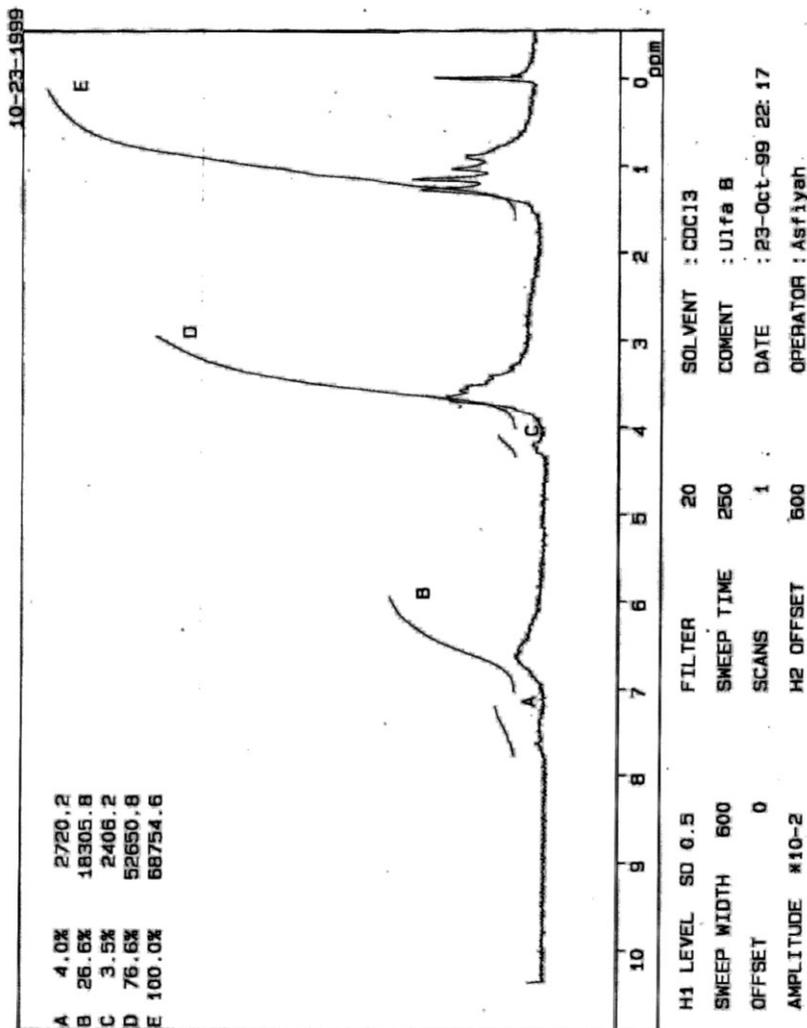
Interpretasi spektrum NMR pada Gambar 4.3 menunjukkan adanya 5 sinyal yang diduga terdapat 5 lingkungan proton berbeda dalam senyawa. Interpretasi spektrum ¹H-NMR dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Interpretasi spektrum ¹H-NMR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH

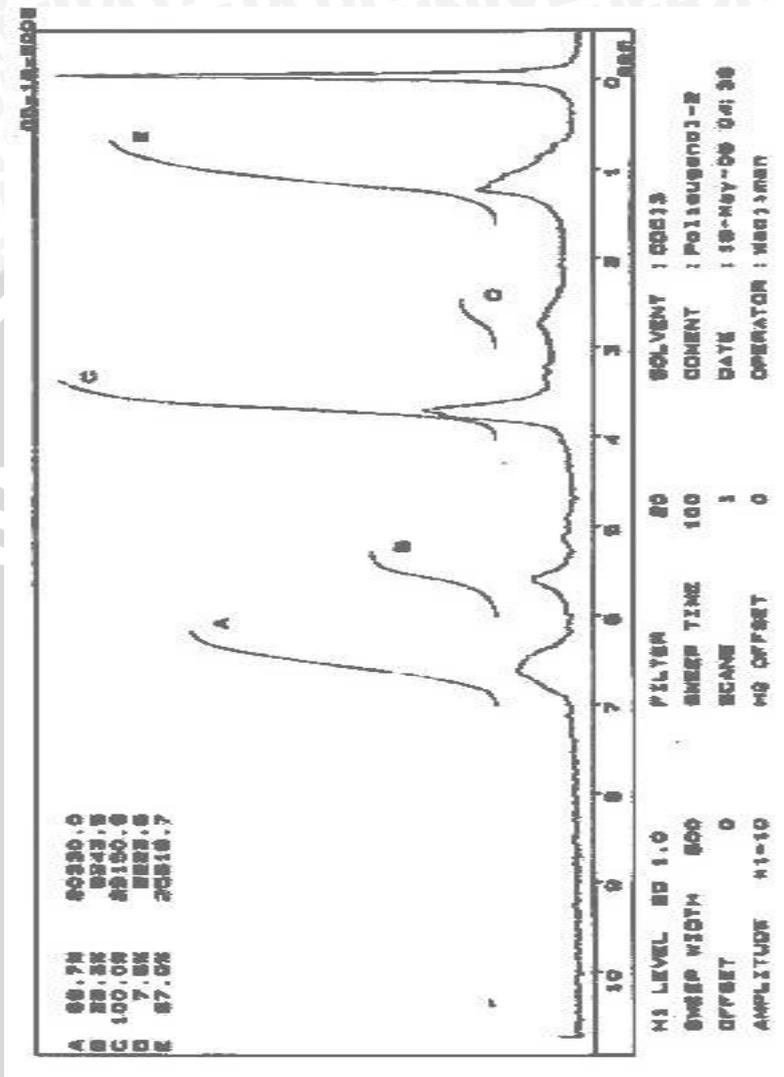
Pergeseran kimia δ (ppm)	Hasil Integrasi	Pembelahan Sinyal	Keterangan
6,5-7	3H	multiplet	-C ₆ H ₃ -
4,13	2H	triplet	-OCH ₂ -
3,95	2H	triplet	-CH ₂ -OH
3,73	3H	singlet	-OCH ₃
0,7-1,5	1H	multiplet	-CH-

Hasil analisis ¹H-NMR menunjukkan bahwa telah terbentuk senyawa poli(eugenoksi etanol). Ini dapat dilihat dari spektra ¹H-NMR (polieugenoksi etanol) (Gambar 4.3) dengan spektra ¹H-NMR polieugenol (Gambar 4.4). Terjadinya poli(eugenoksi etanol) ditunjukkan dengan terbentuknya spektra baru pada pergeseran kimia $\delta = 4,13$ ppm *triplet* dan $\delta = 3,95$ ppm *triplet*. Pergeseran kimia 4,13 ppm menunjukkan adanya gugus -OCH₂- pada polieugenol dan pergeseran kimia 3,95 ppm menunjukkan adanya gugus -CH₂-OH. Sehingga dari hasil analisis menggunakan ¹H-NMR dapat dinyatakan bahwa sudah terbentuk -CH₂-CH₂-OH pada polieugenol. Analisis ¹H-NMR hasil penelitian ini dibandingkan dengan hasil analisis

struktur senyawa poli(eugenoksi etanol) dari perhitungan teoritis (CS. ChemNMR pro Version 8, ChemDraw Ultra 8.0) yang dapat dilihat pada lampiran dan mempunyai karakter yang hampir sama.



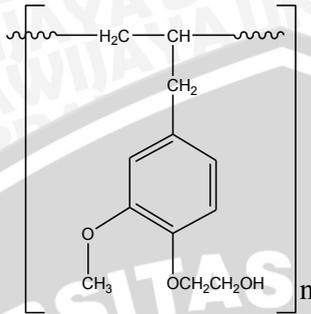
Gambar 4.3 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH



(Kartikawati, 2007)

Gambar 4.4 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ polieugenol

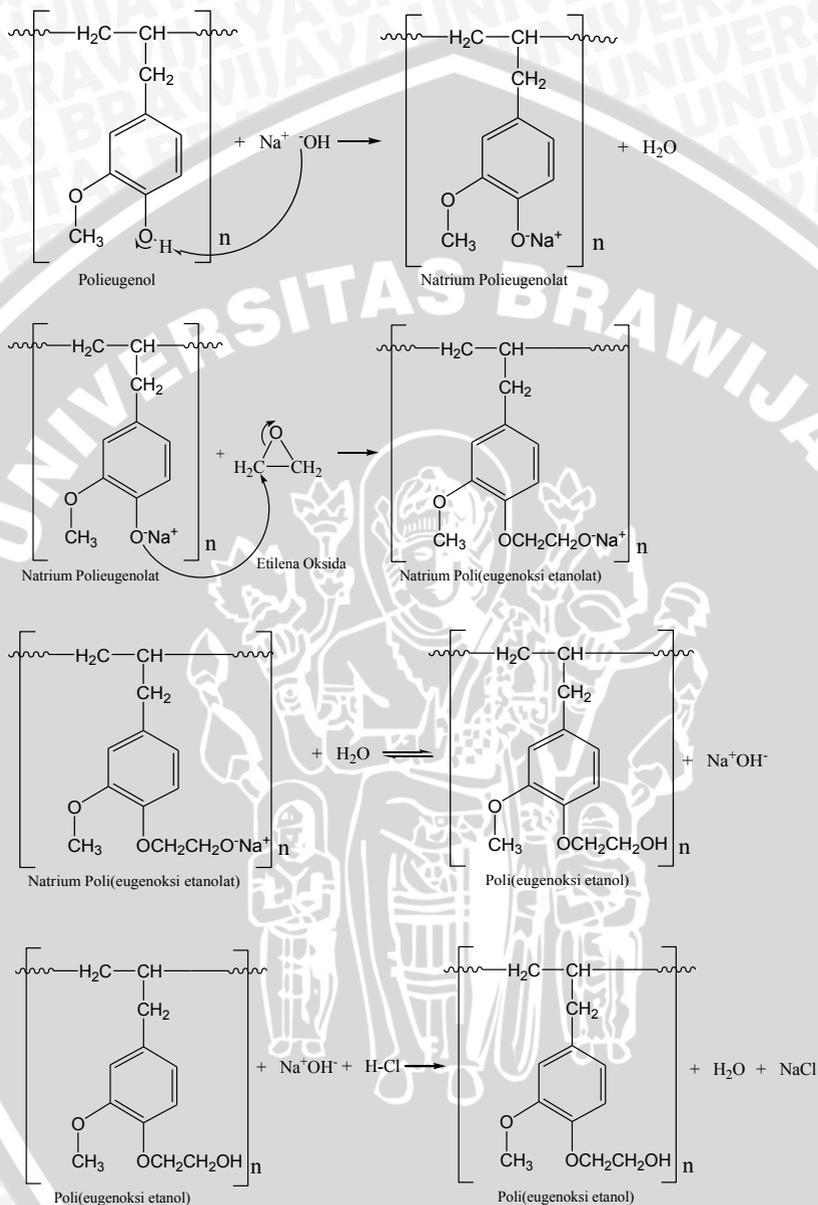
Berdasarkan analisis spektrum FTIR dan $^1\text{H-NMR}$ dapat diperkirakan bahwa dari hasil sintesis adalah senyawa poli(eugenoksi etanol) dengan struktur pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Struktur Poli(eugenoksi etanol)

Mekanisme reaksi yang terjadi pada reaksi sintesis poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dan etilena oksida dengan penambahan katalis NaOH dijelaskan pada Gambar 4.6.

Mekanisme reaksi sintesis poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dan etilena oksida dengan katalis NaOH pada Gambar 4.5 diawali oleh polieugenol yang bereaksi dengan natrium hidroksida yaitu diserangnya atom H^+ yang berada pada gugus fenil dari polieugenol oleh OH^- dari NaOH. Hal ini dikarenakan gugus OH^- yang berada pada polieugenol lebih bersifat asam, sehingga H^+ dari fenil polieugenol mudah diserang oleh OH^- dari NaOH. Hasil dari reaksi tersebut adalah natrium polieugenolat dan air. Natrium polieugenolat selanjutnya bereaksi dengan etilena oksida. Ion fenoksida dari natrium polieugenolat akan mengadisi etilena oksida dengan menyerang gugus metilen yang terdapat pada etilena oksida sehingga etilena oksida akan mengalami pembukaan cincin epoksida. Tahap terakhir adalah reaksi protonasi yaitu H^+ yang terdapat pada H_2O akan menggantikan Na^+ karena pada reaksi protonasi ini terjadi donor proton dari H_2O sehingga terbentuk senyawa poli(eugenoksi etanol). Terbentuknya poli(eugenoksi etanol) ini kurang stabil karena polieugenoksi etanol) masih terdapat dalam suasana basa sehingga dapat kembali lagi dalam bentuk natrium poli(eugenoksi etanolat). Oleh karena itu diperlukan pengasaman yaitu dengan penambahan HCl untuk menghilangkan suasana basa agar poli(eugenoksi etanol) dapat terbentuk kembali. Atom H^+ dari HCl akan menyerang OH^- sehingga akan terbentuk H_2O , sedangkan atom Na^+ akan menyerang Cl^- sehingga akan membentuk NaCl. Dalam suasana netral ini poli(eugenoksi etanol) akan stabil.



Gambar 4.6 Mekanisme reaksi sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH

4.1.2 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) tanpa menggunakan katalis NaOH

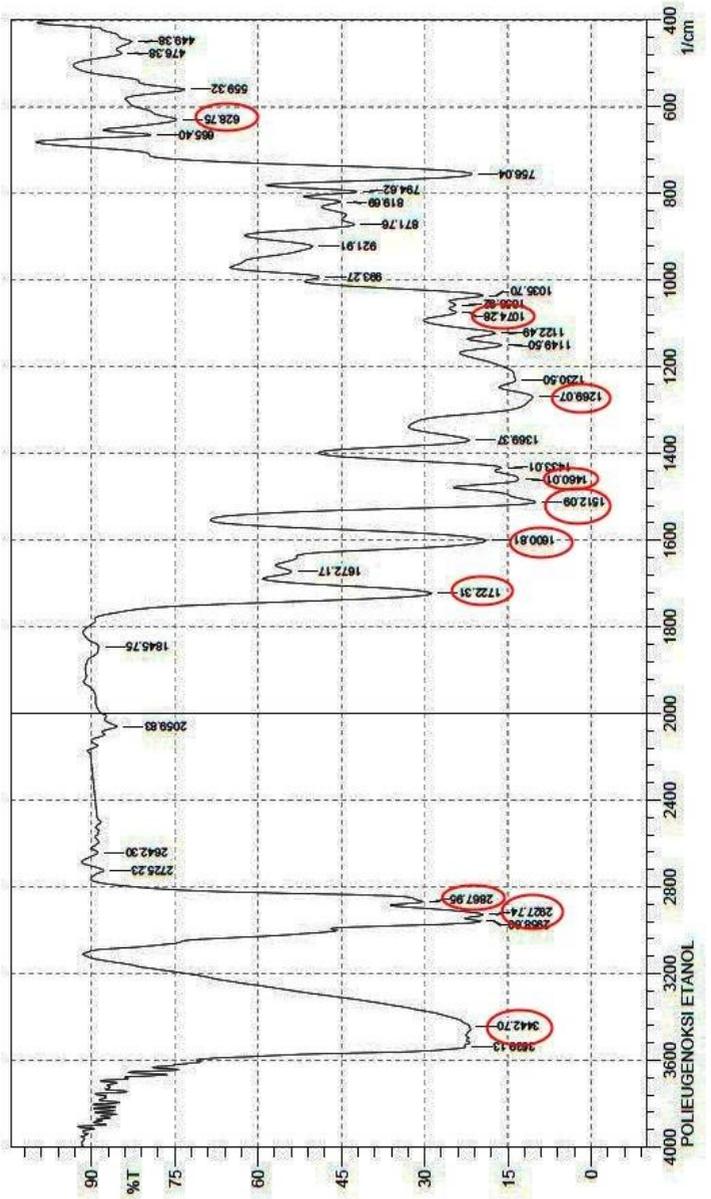
Seperti halnya pada sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan menggunakan katalis NaOH, diperoleh poli(eugenoksi etanol) berbentuk gel, kental, berwarna coklat jingga dengan rendemen 36,92 % (perhitungan pada Lampira 5).

Hasil identifikasi spektrofotometer FTIR terhadap produk sintesis diduga sebagai produk sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) ditunjukkan pada Gambar 4.7.

Interpretasi spektrum FTIR pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.2 diberikan pada Tabel 4.3 yang akan membandingkan bilangan gelombang polieugenol sebagai bahan dasar dan poli(eugenoksi etanol) sebagai hasil sintesis.

Tabel 4.3 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
	Polieugenol	Poli(eugenoksi etanol)
hidroksil (-OH)	3521,78 dan 3448,49	3442,70
karbon jenuh	2960,53 dan 2869,88	2927,74 dan 2867,95
karbonil (C=O)		1722,31
aromatik	1598,88 dan 1514,02	1600,81 dan 1512,09
metilen(-CH ₂)	1458,08	1460,01
metoksi	1272,93	1269,07
alkohol primer (-CH ₂ -OH)		1074,28
hidroksi dari fenol	630,68	628,75



Gambar 4.7 Spektrum FTIR sintesis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH

Berdasarkan Tabel 4.3, interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) memiliki pola serapan yang hampir sama dengan polieugenol, yang membedakannya adalah munculnya serapan pada panjang gelombang 1074,28 cm^{-1} yaitu serapan dari alkohol primer Sedangkan O-H tekuk dari fenol ditunjukkan pada bilangan gelombang 628,75 cm^{-1} . Selain itu juga terdapat serapan pada bilangan gelombang 1722,31 cm^{-1} yang merupakan gugus karbonil. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui bahwa senyawa poli(eugenoksi etanol) juga telah terbentuk. Akan tetapi juga terdapat gugus karbonil yang ada dalam senyawa hasil sintesis.

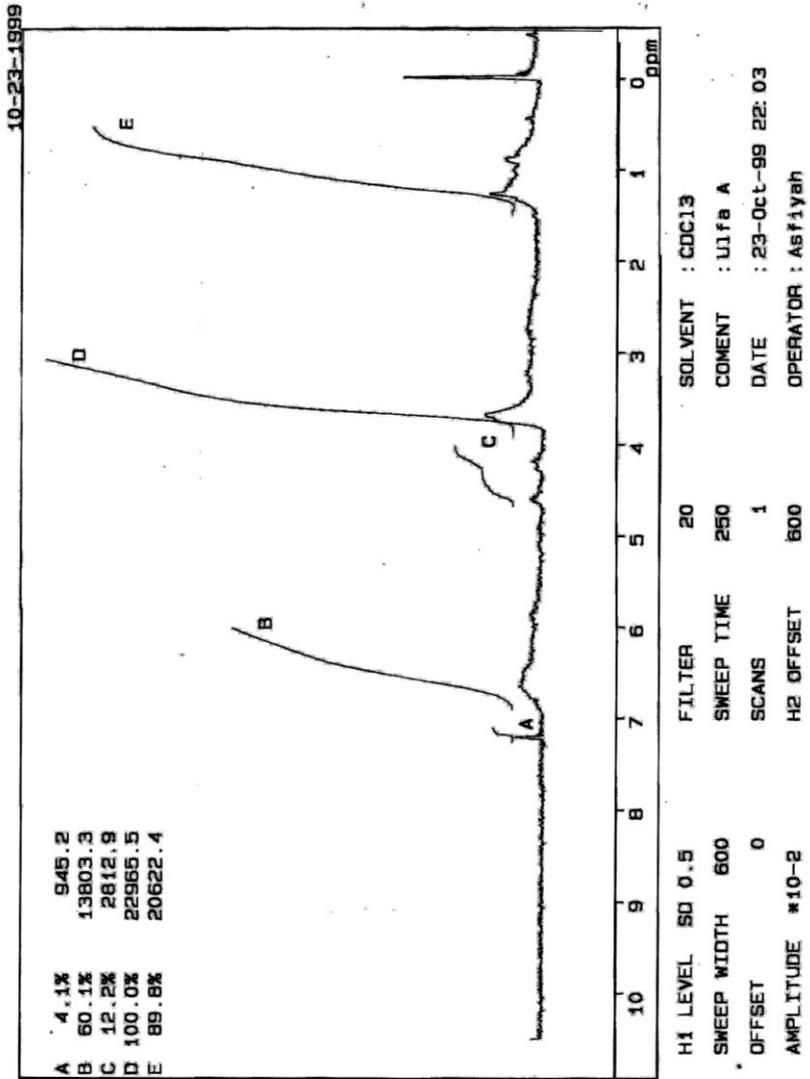
Identifikasi menggunakan spektrum $^1\text{H-NMR}$ poli(eugenoksi etanol) ditunjukkan pada Gambar 4.8.

Pada interpretasi spektrum $^1\text{H-NMR}$ poli(eugenoksi etanol) menunjukkan adanya 5 sinyal yang dimungkinkan terdapat 5 lingkungan proton. Interpretasi spektrum $^1\text{H-NMR}$ dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Interpretasi $^1\text{H-NMR}$ poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam dengan katalis NaOH

Pergeseran kimia δ (ppm)	Hasil Integrasi	Pembelahan Sinyal	Keterangan
6,5-7	3H	multiplet	-C ₆ H ₃ -
4,13	2H	triplet	-OCH ₂ -
3,95	2H	triplet	-CH ₂ -OH
3,73	3H	singlet	-OCH ₃
0,5-1,5	1H	multiplet	-CH-

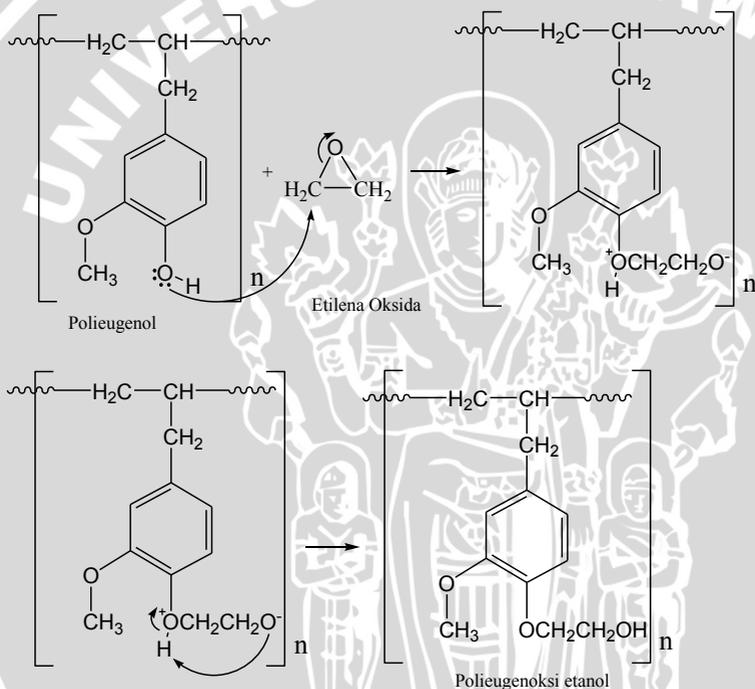
Hasil interpretasi spektrum poli(eugenoksi etanol) pada Tabel 4.4 mirip dengan spektrum hasil sintesis dengan katalis NaOH pada Tabel 4.2, yaitu telah terbentuk serapan pada pergeseran kimia $\delta = 4,13$ ppm *triplet* dan $\delta = 3,95$ ppm *triplet* yang menunjukkan telah terbentuk -CH₂-CH₂-OH pada polieugenol. Sehingga dapat dinyatakan bahwa hasil sintesis tanpa penambahan katalis NaOH merupakan senyawa poli(eugenoksi etanol).



Gambar 4.8 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 24 jam tanpa katalis NaOH

Adapun mekanisme reaksi yang terjadi pada reaksi sintesis poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dan etilena oksida tanpa penambahan katalis NaOH diberikan pada Gambar 4.9.

Mekanisme reaksi sintesis poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dan etilena oksida tanpa katalis NaOH diawali dengan adisi ion fenoksida dari polieugenol ke etilena oksida sehingga terjadi pembukaan cincin epoksida dari etilena oksida yang akan terbentuk zat antara yang belum stabil. Atom H yang berikatan dengan atom O yang bermuatan positif (kekurangan elektron) akan diserang oleh atom O yang bermuatan negatif (kelebihan elektron) sehingga terbentuk senyawa poli(eugenoksi etanol).



Gambar 4.9 Mekanisme reaksi sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH

4.2 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) selama 8 jam dengan penambahan gas N₂

Pada sintesis ini dilakukan upaya menghilangkan gugus C=O yang dimungkinkan mengalami reaksi dengan etilena oksida, sehingga sebelum direaksikan dengan polieugenol terlebih dahulu gas CO₂ dihilangkan dari etilena oksida. Cara yang dilakukan adalah dengan mengalirkan gas N₂ ke dalam labu refluks sebelum dan saat penambahan etilena oksida. Dalam hal ini diduga CO₂ akan terdorong keluar bersama N₂ dari labu refluks. Sehingga CO₂ tidak akan mempengaruhi sintesis poli(eugenoksi etanol).

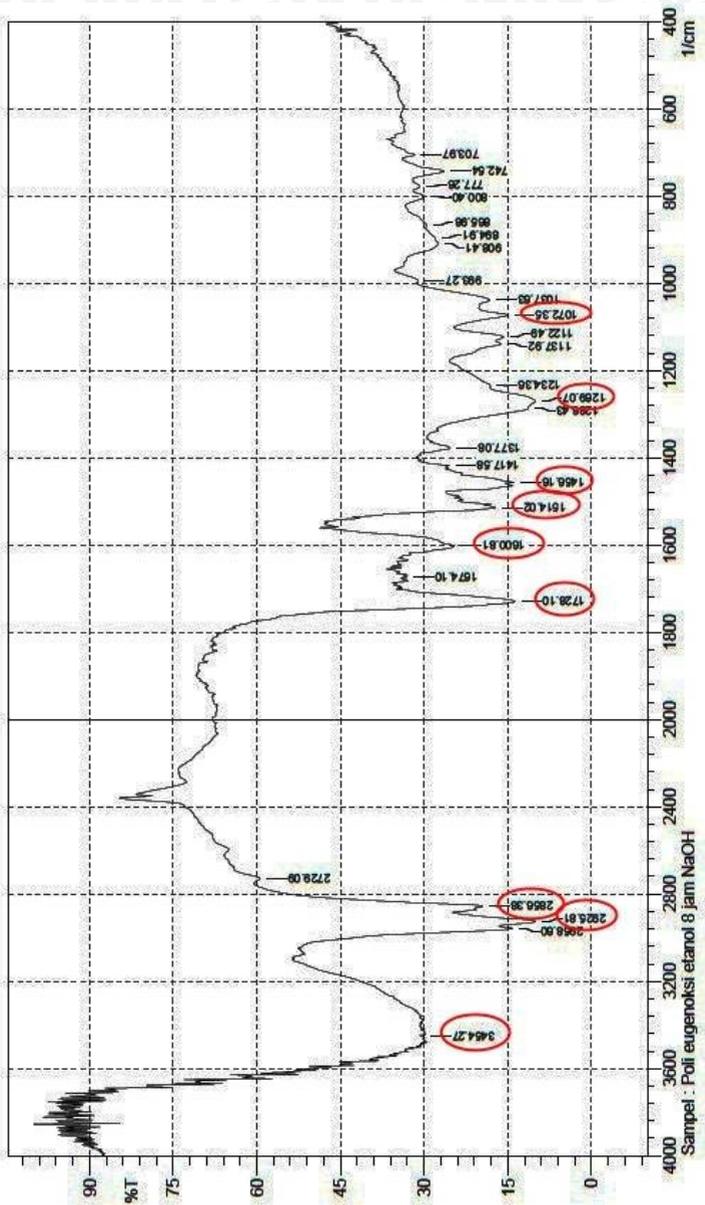
4.2.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH

Pada hasil sintesis 8 jam menggunakan katalis NaOH dengan penambahan gas N₂ diperoleh poli(eugenoksi etanol) yang berbentuk gel, kental, berwarna coklat jingga, dengan rendemen 28,46 % (perhitungan pada Lampira 5).

Analisis spektrofotometri FTIR terhadap hasil sintesis menunjukkan produk dimungkinkan yang sebagai senyawa poli(eugenoksi etanol) sesuai spektrum pada Gambar 4.10.

Tabel 4.5 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam dengan katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	
	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis pendahuluan)	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis)
hidroksil (-OH)	3440,77	3454,27
karbon jenuh	2958,60 dan 2869,88	2925,81 dan 2856,38
karbonil (C=O)	1724,24	1728,10
aromatik	1600,81 dan 1514,02	1600,81 dan 1514,02
metilen(-CH ₂)	1456,16	1456,16
metoksi (-O-CH ₃)	1271,00	1269,07
alkohol primer (-CH ₂ -OH)	1078,28	1072,35
hidroksi dari fenol	634,54	



Gambar 4.10 Spektrum FTIR sintesis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam dengan katalis NaOH

Interpretasi spektrum FTIR sesuai Gambar 4.10 diberikan pada Tabel 4.5. Bila dibandingkan spektrum pada Gambar 4.10 memiliki puncak serapan yang mirip dengan spektrum pada Gambar 4.1, yaitu terbentuknya gugus dari alkohol primer ditunjukkan dengan terbentuknya serapan pada bilangan gelombang $1072,35\text{ cm}^{-1}$. Puncak serapan pada bilangan gelombang $630,68\text{ cm}^{-1}$, berasal dari vibrasi tekuk O-H dari fenol. Munculnya alkohol primer diikuti dengan hilangnya serapan $630,68\text{ cm}^{-1}$. Hal ini menandakan tergantikannya gugus -OH pada fenol dengan etilena oksida. Selain itu juga terdapat serapan gugus karbonil pada bilangan gelombang $1728,10\text{ cm}^{-1}$. Terbentuknya serapan pada bilangan gelombang $1728,10\text{ cm}^{-1}$ menandakan masih terdapat CO_2 didalam hasil sintesis.

4.2.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH

Hasil sintesis 8 jam tanpa menggunakan katalis NaOH dengan penambahan gas N_2 diperoleh poli(eugenoksi etanol) yang berbentuk gel, kental, berwarna coklat jingga, dengan rendemen 22,31 % (perhitungan pada Lampira 5).

Hasil analisis spektrofotometer FTIR terhadap produk sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) ditunjukkan pada Gambar 4.11. Tabel 4.6 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam tanpa katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis pendahuluan)	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis)
hidroksil (-OH)	3442,70	3525,63
karbon jenuh	2927,74 dan 2867,95	2929,67 dan 2866,02
karbonil (C=O)	1722,31	1724,24
aromatik	1600,81 dan 1512,09	1602,74 dan 1514,02
metilen(- CH_2)	1460,01	1460,01
metoksi	1272,93	1271,00
alkohol primer (- CH_2 -OH)	1074,28	1072,35
hidroksi dari fenol	628,75	632,61

Hasil interpretasi spektrum FTIR berdasarkan Gambar 4.11 diberikan pada Tabel 4.6. Hasil ini menunjukkan bahwa terdapat puncak serapan yang mirip dengan Gambar 4.7 yaitu terbentuknya gugus alkohol primer yang timbul pada bilangan gelombang 1072,35 cm^{-1} . Puncak serapan pada bilangan gelombang 628,75 cm^{-1} berasal dari vibrasi tekuk O-H senyawa fenol. Selain itu juga terdapat serapan gugus karbonil pada bilangan gelombang 1724,24 cm^{-1} . Pada sintesis ini masih terdapat CO_2 yang mempengaruhi hasil sintesis.

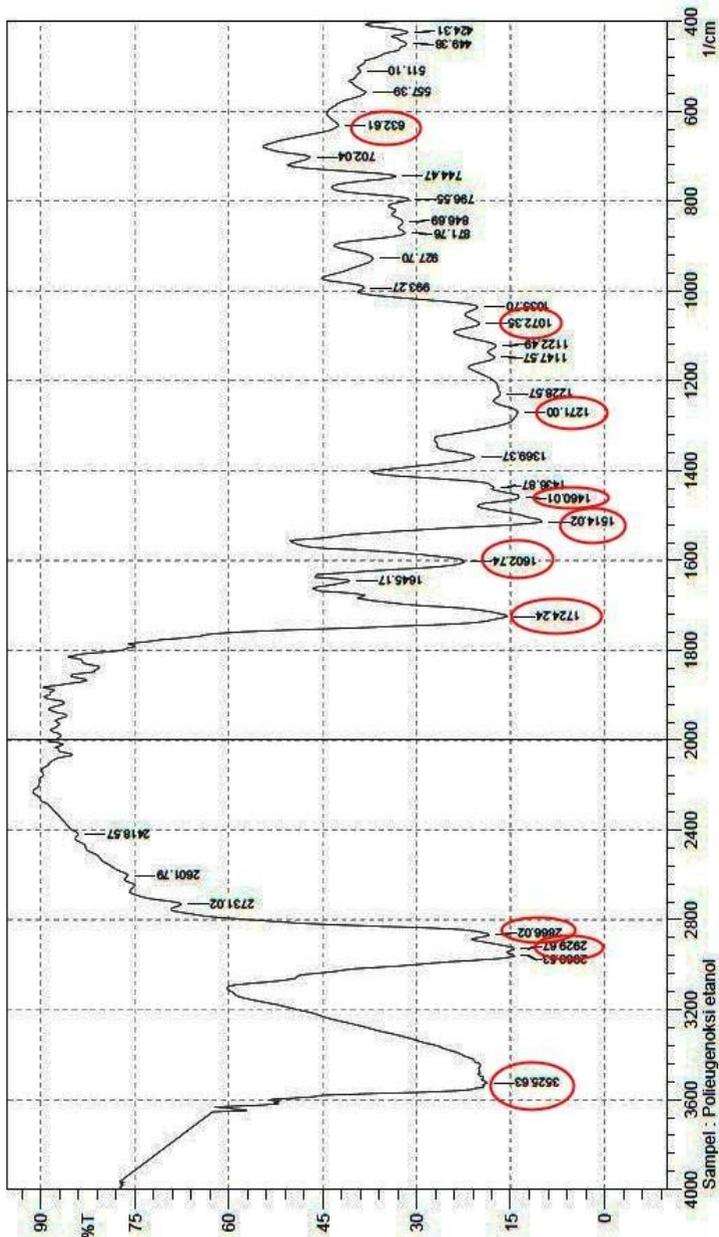
4.3 Sintesis Poli(eugenoksi etanol) selama 12 jam dengan penambahan CaO

Upaya penghilangan CO_2 dalam etilena oksida dengan mengalirkan gas N_2 ke dalam labu refluks belum sepenuhnya berhasil karena masih terdapat serapan $\text{C}=\text{O}$ pada spektrum FTIR yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 1728,10 cm^{-1} . Oleh karena itu dilakukan upaya lain yaitu penambahan CaO sebelum etilena oksida direaksikan dengan polieugenol. Penambahan CaO pada etilena oksida dimaksudkan agar CO_2 yang terdapat didalam etilena oksida bereaksi dengan CaO, sehingga CO_2 tidak mempengaruhi hasil sintesis.

4.3.1 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH

Pada sintesis poli(eugenoksi etanol) 12 jam dengan penambahan CaO didapatkan rendemen 31,54 % (perhitungan pada Lampiran 5).

Hasil analisis spektrofotometer FTIR terhadap produk sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) ditunjukkan pada Gambar 4.12. Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) pada Gambar 4.12 diberikan pada Tabel 4.7.



Gambar 4.11 Spektrum FTIR sintesis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 8 jam tanpa katalis NaOH

Tabel 4.7 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam dengan katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	
	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis pendahuluan)	Poli(eugenoksi etanol)
hidroksil (-OH)	3440,77	3460,06
karbon jenuh	2958,60 dan 2869,88	2931,60 dan 2869,88
karbonil (C=O)	1724,24	1720,39
aromatik	1600,81 dan 1514,02	1587,31 dan 1512,09
metilen(-CH ₂)	1456,16	1458,08
metoksi (-O-CH ₃)	1271,00	1263,29
alkohol primer (-CH ₂ -OH)	1078,28	1078,13
hidroksi dari fenol	634,54	619,11

Hasil analisis pada Tabel 4.7, spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) didapatkan puncak serapan yang mirip dengan Gambar 4.1. yaitu terbentuknya gugus dari alkohol primer ditunjukkan dengan terbentuknya serapan pada bilangan gelombang 1078,13cm⁻¹. Sedangkan O-H tekuk dari fenol ditunjukkan pada serapan 619,11 cm⁻¹. Munculnya alkohol primer diikuti dengan hilangnya serapan 619,11 cm⁻¹. Hal ini menandakan tergantikannya gugus -OH pada fenol dengan etilena oksida. Selain itu juga terdapat serapan pada bilangan gelombang 1720,39 cm⁻¹ yang merupakan gugus karbonil. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui bahwa senyawa poli(eugenoksi etanol) telah terbentuk.

Pada sintesis poli(eugenoksi etanol) 12 jam dengan NaOH, serapan gugus karboksil mengalami penurunan yaitu dengan serapan gugus karbonil yang sangat kecil. Hal ini dikarenakan adanya upaya penghilangan CO₂ pada etilena oksida sebelum direaksikan dengan polieugenol yaitu dengan menambahkan CaO dalam etilena oksida sebelum direaksikan, CO₂ didalam etilena oksida akan bereaksi dengan CaO menghasilkan CaCO₃. Sehingga etilena oksida yang akan digunakan bebas dari CO₂. Perlakuan tersebut menjadikan hasil sintesis yang didapatkan lebih murni.

4.3.2 Sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH

Adapun pada hasil sintesis 12 jam tanpa menggunakan katalis NaOH dengan penambahan CaO diperoleh poli(eugenoksi etanol) yang berbentuk gel, kental, berwarna coklat jingga, dengan rendemen 28,46 % (perhitungan pada Lampira 5).

Adapun spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam tanpa menggunakan katalis ditunjukkan pada Gambar 4.13, dengan interpretasi pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Interpretasi spektrum FTIR poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam tanpa katalis NaOH

Gugus Karakteristik	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
	Poli(eugenoksi etanol) (sintesis pendahuluan)	Poli(eugenoksi etanol)
hidroksil (-OH)	3442,70	3519,85
karbon jenuh	2927,74 dan 2867,95	2927,74 dan 2867,95
karbonil (C=O)	1722,31	1722,31
aromatik	1600,81 dan 1512,09	1598,88 dan 1514,02
metilen(-CH ₂)	1460,01	1460,01
metoksi	1272,93	1272,93
alkohol primer (-CH ₂ -OH)	1074,28	1074,28
hidroksi dari fenol	628,75	632,61

Berdasarkan hasil interpretasi pada Tabel 4.8, diperoleh puncak serapan yang mengindikasikan terbentuknya gugus alkohol primer pada bilangan gelombang 1074,28 cm^{-1} . Pada spektrum FTIR produk sintesis 12 jam terbentuk puncak vibrasi tekuk O-H dari fenol pada bilangan gelombang 632,61 cm^{-1} serta gugus karbonil pada bilangan gelombang 1722,31 cm^{-1} yang memiliki serapan sangat kecil. Hal ini dapat diketahui bahwa senyawa poli(eugenoksi etanol) telah terbentuk.

Pada sintesis poli(eugenoksi etanol) 12 jam tanpa NaOH, serapan gugus karboksil mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan

adanya upaya penghilangan CO_2 pada etilena oksida sebelum direaksikan dengan polieugenol yaitu dengan penambahan CaO .

4.4 Pengaruh adanya katalis pada hasil sintesis 8 jam dengan penambahan gas N_2 dan 12 jam dengan penambahan CaO

Berdasarkan hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) 8 jam dengan penambahan gas N_2 dengan dan tanpa katalis NaOH pada Tabel 4.9, dapat dilihat perbedaannya. Rendemen yang di dapat dari hasil sintesis keduanya berbeda, 28,46 % untuk sintesis menggunakan katalis NaOH dan 22,31 % untuk sintesis tanpa menggunakan katalis NaOH . Hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH memiliki rendemen yang lebih banyak dibandingkan dengan sintesis poli(eugenoksi etanol) tanpa katalis NaOH . Selain itu dapat dilihat dari spektrum FTIR pada tiap kondisi, pada poli(eugenoksi etanol) dengan katalis NaOH muncul serapan C-OH dari gugus alkohol primer lebih tinggi dibandingkan poli(eugenoksi etanol) tanpa penambahan katalis. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi alkohol primer yang terbentuk lebih besar. Selain itu ditandai dengan hilangnya serapan gugus $-\text{OH}$ dari fenol

Demikian pula halnya, pada sintesis 12 jam dengan penambahan CaO terjadi perbedaan yang sama yaitu rendemen 31,54 % untuk sintesis dengan katalis NaOH dan 28,46 % untuk sintesis tanpa katalis NaOH . Tinggi puncak serapan C-OH pada gugus alkohol primer juga berbeda. Terbentuknya puncak serapan C-OH pada gugus alkohol primer yang lebih tinggi menandakan bahwa terbentuknya rantai alkil lebih banyak. Hal ini dapat ditunjukkan pada Tabel 4.10.

Polieugenol merupakan basa Lewis. Pengaruh adanya katalis NaOH menjadikan tingkat nukleofilitas ion fenoksida dari polieugenol berbeda. Pada polieugenol tanpa penambahan katalis NaOH , ion fenoksida dari polieugenol merupakan nukleofil netral. Sedangkan sintesis poli(eugenoksi etanol) dengan penambahan katalis NaOH , polieugenol diubah terlebih dahulu menjadi natrium polieugenolat. Sehingga menjadikan ion fenoksida dari natrium polieugenolat sebagai nukleofil ionik. Bila dibandingkan keduanya, nukleofil ionik lebih reaktif dalam menyerang etilena oksida, ikatan O^-Na^+ mudah untuk bereaksi dan menyerang etilena oksida. Sedangkan ikatan O-H pada polieugenol lebih stabil sehingga sulit

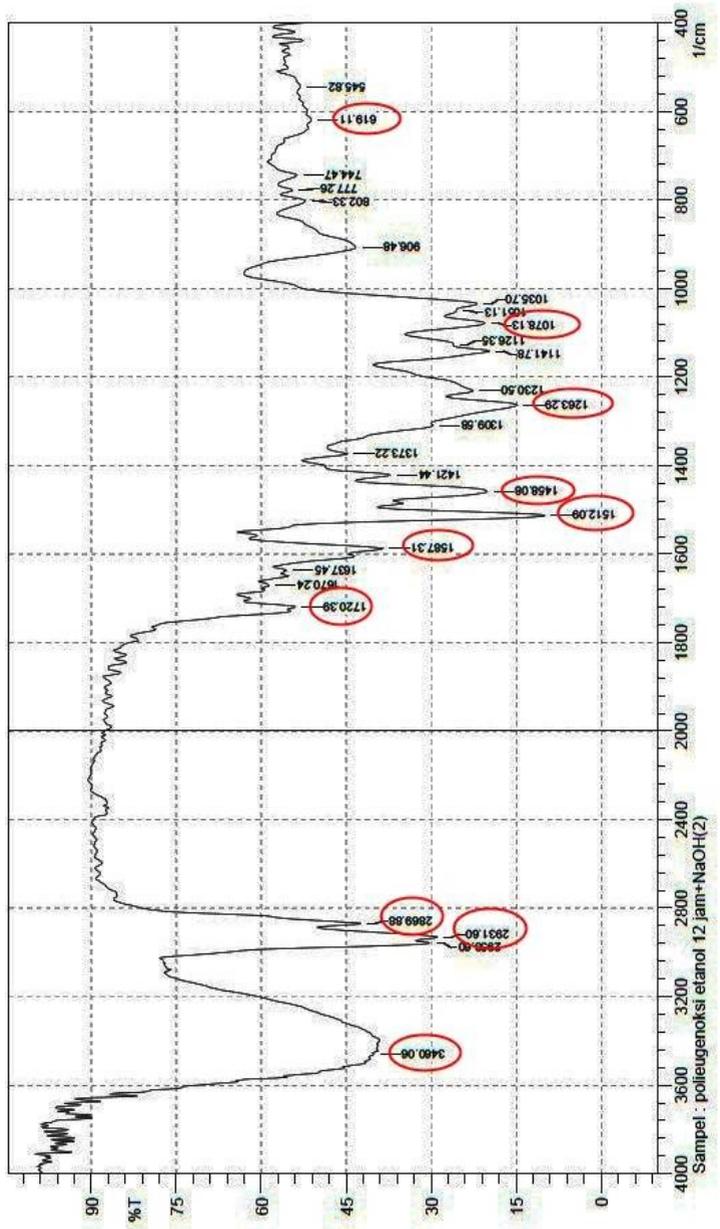
untuk bereaksi. Oleh karena itu, reaksi dengan menggunakan katalis akan lebih cepat dan ketercapaian terbentuknya produk akan lebih besar.

Tabel 4.9 Perbandingan hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) 8 jam dengan penambahan gas N₂

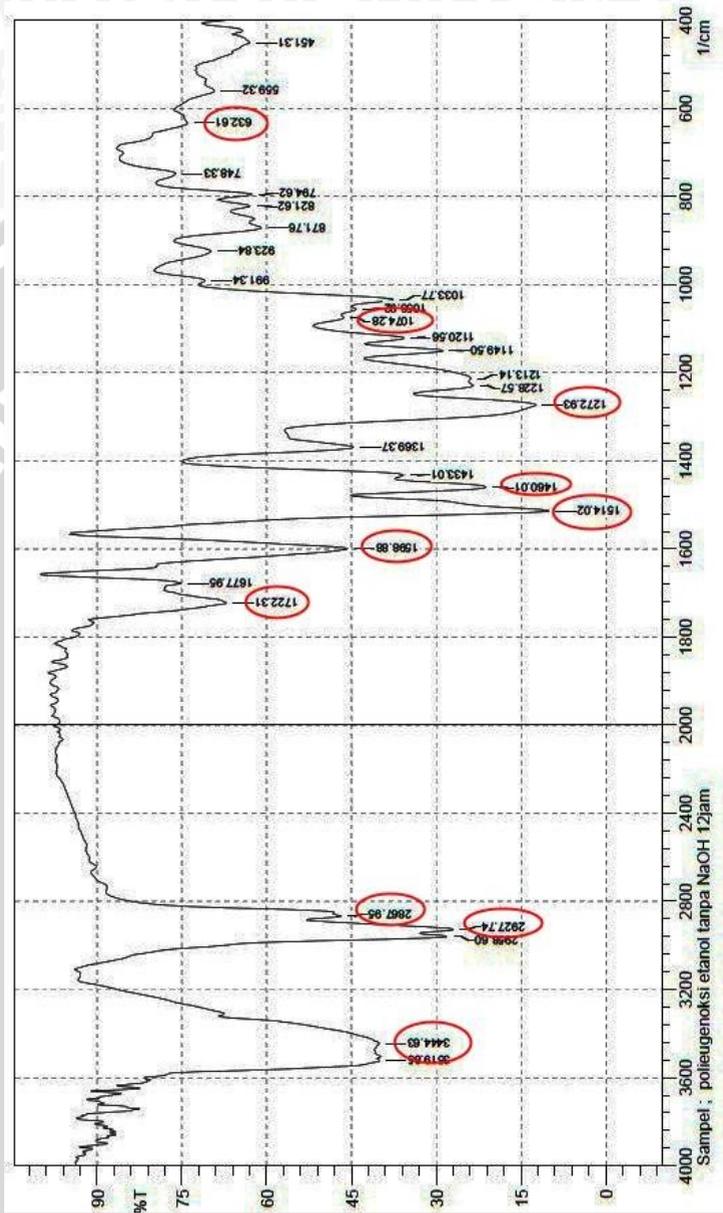
Poli(eugenoksi etanol)	Rendemen (%)	Puncak serapan gugus alkohol primer	Puncak serapan gugus -OH dari fenol
Dengan NaOH	28,46	tinggi	Hilang
Tanpa NaOH	22,31	sedang	Ada

Tabel 4.10 Perbandingan hasil sintesis poli(eugenoksi etanol) 12 jam dengan penambahan CaO

Poli(eugenoksi etanol)	Rendemen (%)	Puncak serapan gugus alkohol primer	Puncak serapan gugus -OH dari fenol
Dengan NaOH	31,54	tinggi	hampir hilang
Tanpa NaOH	28,46	sedang	Ada



Gambar 4.12 Spektrum FTIR sintesis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam dengan katalis NaOH



Gambar 4.13 Spektrum FTIR sintesis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis selama 12 jam tanpa katalis NaOH

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Senyawa poli(eugenoksi etanol) dapat disintesis melalui reaksi pembukaan cincin epoksida dengan bahan dasar polieugenol dan etilena oksida sebagai pereaksi dengan dan tanpa menggunakan katalis NaOH.
2. Rendemen poli(eugenoksi etanol) sintesis 8 jam dengan penambahan gas N₂ yang dihasilkan sebesar 28,46% untuk sintesis dengan penambahan katalis NaOH dan 22,31% untuk sintesis tanpa penambahan katalis NaOH.
3. Rendemen poli(eugenoksi etanol) sintesis 12 jam dengan penambahan CaO yang dihasilkan sebesar 31,54 % untuk sintesis dengan penambahan katalis NaOH dan 28,46 % untuk sintesis tanpa penambahan katalis NaOH.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka saran yang dapat diberikan adalah perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh waktu pada sintesis poli(eugenoksi etanol) untuk mengetahui waktu optimum yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil yang maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Atkins, P.W., 1997, Kimia Fisik Jilid 2, Edisi keempat, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Djunaidi, M.C., Retno A.L., Pratama J.W., Dwi Siswanta, Jumina, 2007, Sintesis Polieugenol Sebagai Ekstraktan Selektif Logam Krom(III), *J.Alchemy*, Vol.6, No.1
- Ewing, G.W., 1985, Instrumental Method of Chemical Analysis, Mc. Graw Hill Book, Inc., Singapore
- Fessenden, R.J., and J.S. Fessenden, 1982, Kimia Organik Edisi 3 Jilid 1, Alih Bahasa A. H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
- Handayani, Wuryanti, 2001, Sintesis Polieugenol dengan Katalis Asam Sulfat, *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol.2 No.2, 103-110
- Hard, Harold, Leslie E. Craine, David J. Hart, 2003, Kimia Organik : Suatu Kuliah Singkat, Alih Bahasa: Suminarti Setiati Achmadi, Ed.11, Erlangga, Jakarta
- Harimu, L., S. Matsjeh, D.Siswanta, S.J. Santosa, 2009, Synthesis of Polyeugenyl Oxyacetic Acid as a Carrier to Separate Heavy Metal Ion Fe(III), Cr(III), Cu(III), Ni(III), Co(III), and Pb(III) that Using Solvent Extraction Method, *Indo. J. Chem.*, 9 (2), 261-266
- Kartikawati, N. G., 2007, Pemisahan Logam Berat Dengan Polieugenol Sebagai Carrier Menggunakan Teknik BLM (Bulk Liquid Membrane), Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNDIP, Hal. 26-34.
- Morrison, R.T. and N.Boyd,1992 ,Organic Chemistry, Prentice Hall, Boston
- Ngadiyana, 1996, Polimerisasi Eugenol dengan Katalis Asam Nitrat Pekat, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta

Ngadiwiyana. 2005, Polimerisasi Eugenol dengan Katalis Asam Sulfat Pekat, *JKSA*, Volume VIII No.2

Ready, J.M. and E.N. Jacobsen, 2001, Highly Active Oligometric (salen)Co Catalysts for Asymmetric Epoxide Ring-Opening Reactions, *J. Am. Chem. Soc.*, 123, 2687-2688

Sastrohamidjojo, H. dan H.D. Pranowo, 2009, Sintesis Senyawa Organik, Penerbit Erlangga, Jakarta

Sastrohamidjojo, H., 2001, Kromatografi, Penerbit Liberty, Yogyakarta

Sax, N. I., and Lewis, R. J., 1987, *Hewley's Condensed Chemical Dictionary* 11th Edition, Van Nostrand Reinhold Co., New York

Silverstein, R.M., F.X. Webster, D.J. Kiemle, 2005, *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, Seventh Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York

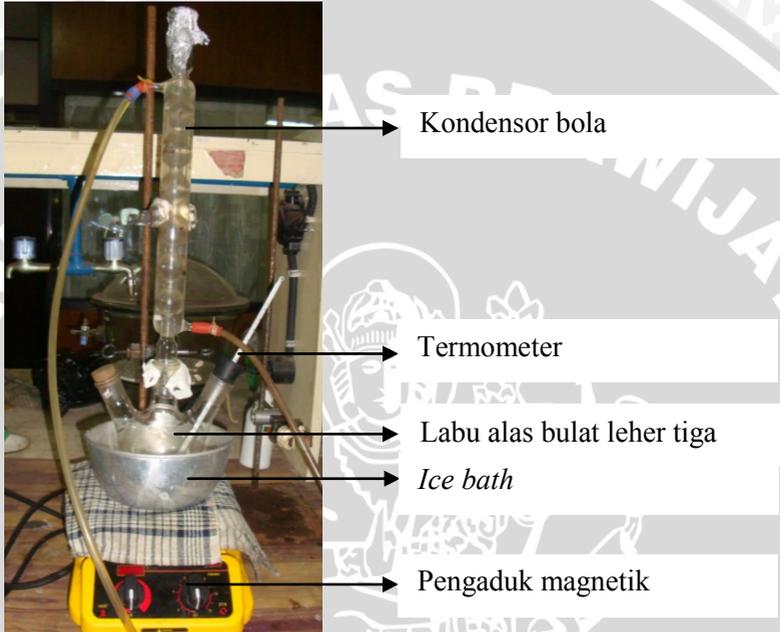
Stevens, M.P., 2001, *Kimia Polimer*, Alih Bahasa Iis Sopyan, Pradnya Paramita, Jakarta

Ulumudin, I., M. Cholid Djunaidi, dan Khabibi, 2008, Pemisahan Kation Cu^{2+} , Cd^{2+} Dan Cr^{3+} Menggunakan Senyawa *Carrier* Poli(Metil Tiazol Etil Eugenoksi Asetat) Hasil Sintesis dengan Teknik BLM (*Bulk Liquid Membrane*), *Jurnal Penelitian, Kimia Analitik Jurusan Kimia Universitas Diponegoro*, Semarang

Utami, T.W., 2008, *Recovery Ion Logam Cu^{2+} , Cd^{2+} dan Cr^{3+} dengan Polieugenoksi Asetil Tiopen Metanolat (PEATM) Sebagai Carrier Menggunakan Teknik Membran Cair Ruah (BLM)*, eprints undip, Semarang

LAMPIRAN

Lampiran 1 Sintesis Poli(eugenoksi etanol)



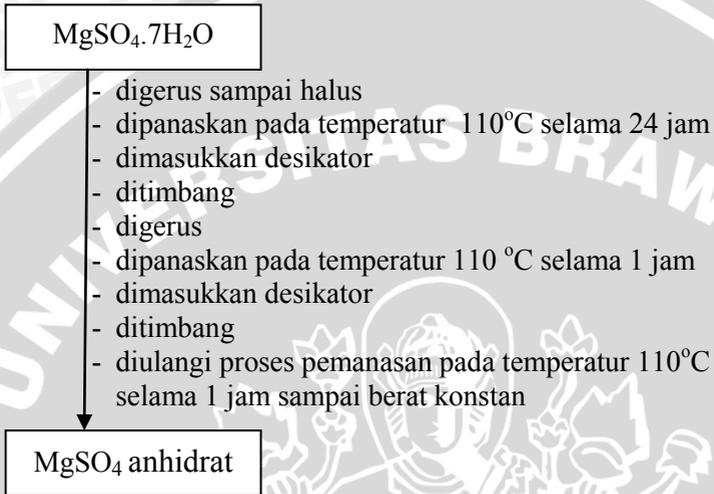
Gambar L.1.1 Proses Sintesis Poli(eugenoksi etanol)



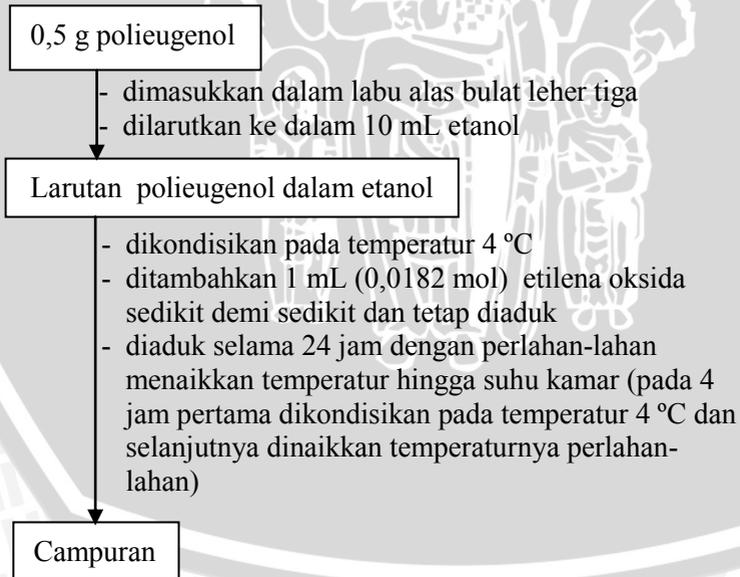
Gambar L.1.2 Hasil Sintesis Poli(eugenoksi etanol)

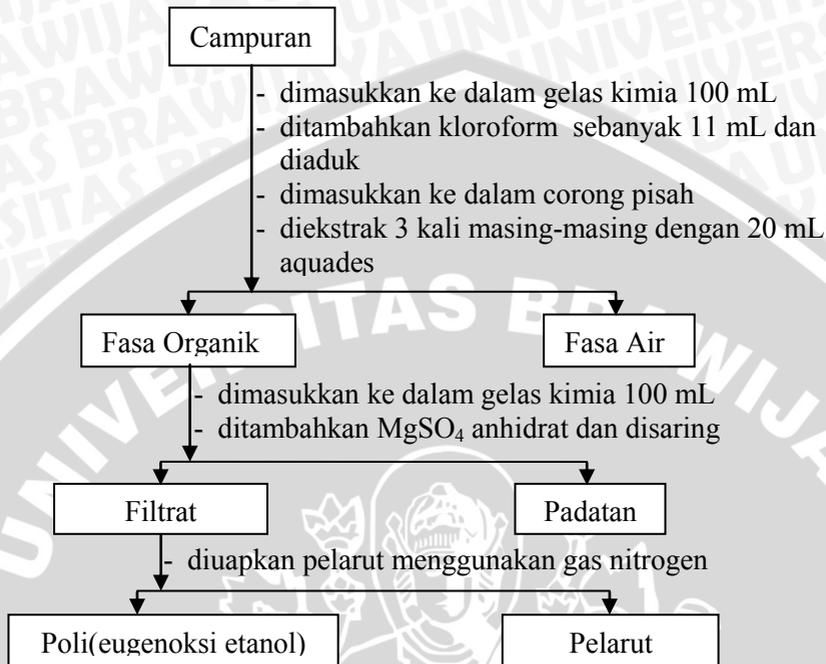
Lampiran 2
Diagram Alir Tahapan Penelitian

L.2.1 Preparasi MgSO_4 anhidrat

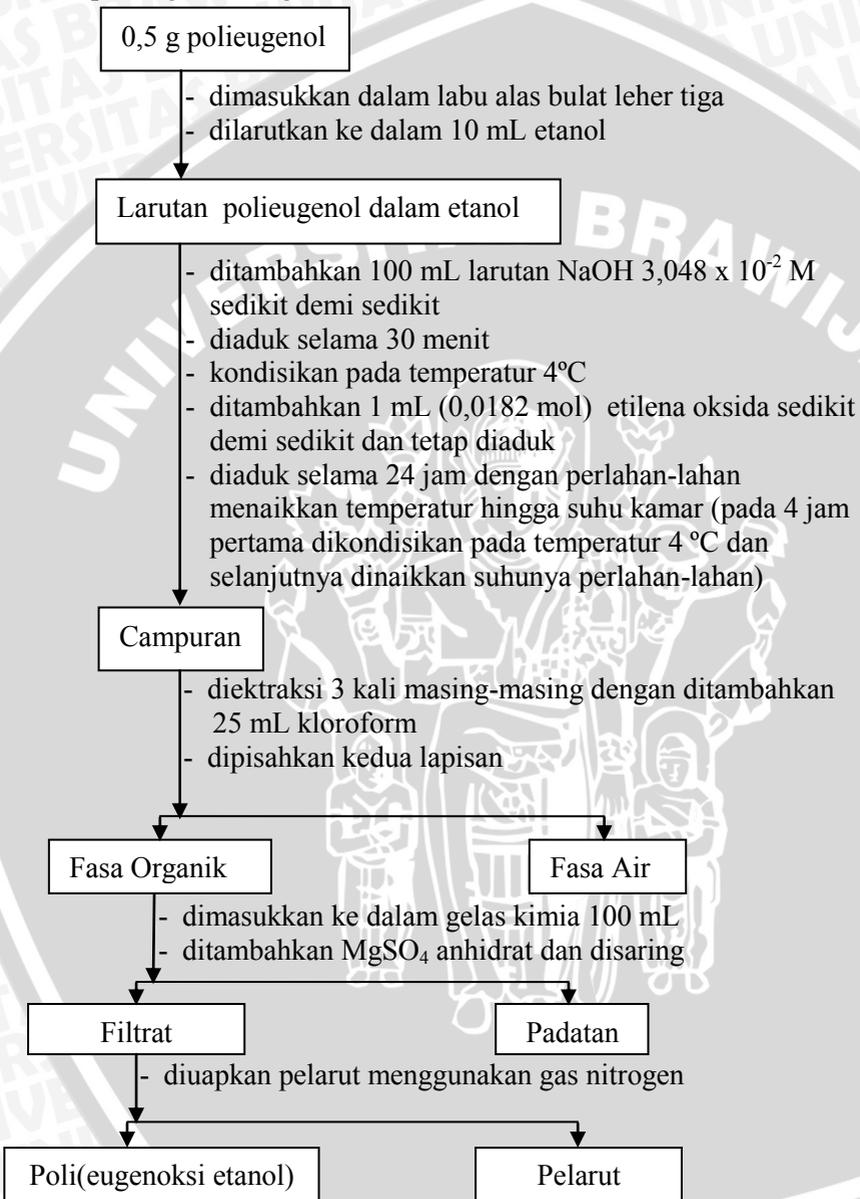


L.2.2 Sintesis pendahuluan poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis NaOH





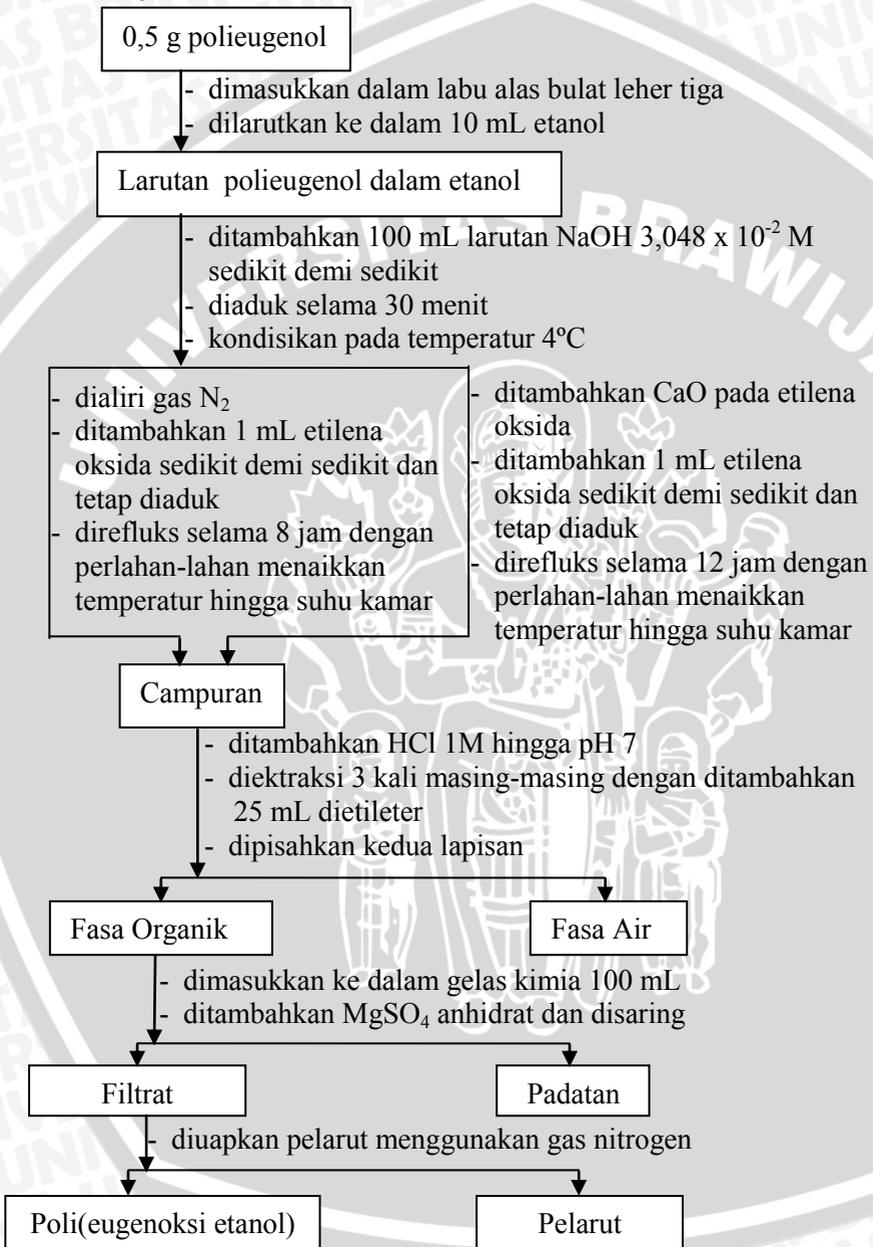
L.2.3 Sintesis pendahuluan senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis NaOH



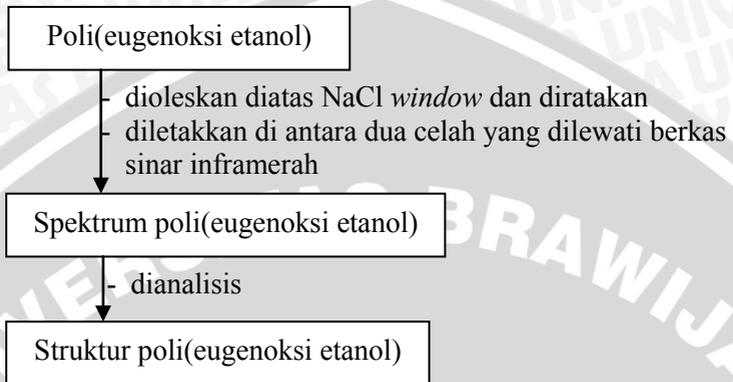
L.2.4 Sintesis poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol tanpa katalis NaOH



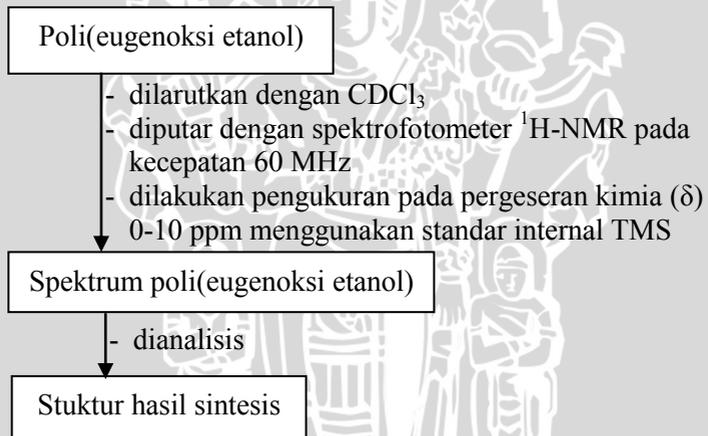
L.2.5 Sintesis senyawa poli(eugenoksi etanol) dari polieugenol dengan katalis NaOH



L2.6 Analisis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FTIR

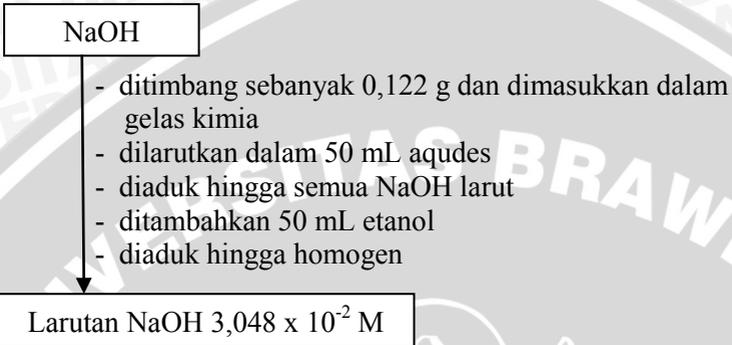


L.2.7 Analisis poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis menggunakan FT/¹H-NMR

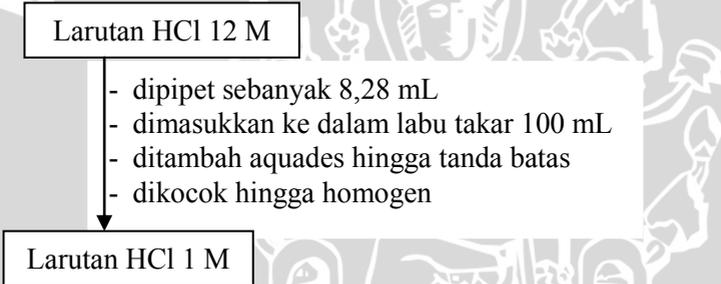


Lampiran 3
Pembuatan Reagen

L.3.1 Pembuatan Larutan NaOH $3,048 \times 10^{-2}$ M



L.2.2 Pembuatan Larutan HCl 1 M



Lampiran 4
Perhitungan

L.4.1. Perhitungan mol H₂O yang lepas dari MgSO₄·7H₂O

Tabel L.4.1. Penimbangan massa MgSO₄

No.	Perlakuan	Massa MgSO ₄
1.	Awal	20 g
2.	Setelah pemanasan selama 24 jam	10,29 g
3.	Setelah pemanasan selama 1 jam	10,25 g
4.	Setelah pemanasan selama 1 jam	10,20 g
5.	Setelah pemanasan selama 1 jam	12,20 g
6.	Setelah pemanasan selama 1 jam	12,20 g

Reaksi :

$x = \Sigma$ hidrat yang hilang

$$\text{Massa MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 20 \text{ g}$$

$$\text{Massa MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O} = 10,20 \text{ g}$$

$$\text{Massa } x \text{ H}_2\text{O} = 9,80$$

$$\text{Mr MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 246 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr } x \text{ H}_2\text{O} = (x)18 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol } x \text{ H}_2\text{O} = \text{mol MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O}$$

$$\frac{\text{Massa } (x)\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr } (x)\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{9,80 \text{ g} / \text{mol}}{(x)18 \text{ g} / \text{mol}} = \frac{10,20 \text{ g}}{246 - 18(x) \text{ g} / \text{mol}}$$

$$\frac{9,80 \text{ g}}{(x)18 \text{ g} / \text{mol}} = \frac{10,20 \text{ g}}{246 - 18(x) \text{ g} / \text{mol}}$$

$$2410,80 - 176,4(x) = 360(x)$$

$$2410,80 = 360(x) + 176,4(x)$$

$$2410,80 = 536,4(x)$$

$$x = \frac{2410,80}{536,4} = 4,49 \approx 4$$

$$\text{Jadi nilai } x = 4, \text{ maka MgSO}_4 \text{ yang diperoleh yaitu :}$$

$$\text{MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O} = \text{MgSO}_4 \cdot (7-4)\text{H}_2\text{O}$$

$$= \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$$

L4.2 Perhitungan mol Polieugenol

$$\text{Berat molekuler polieugenol} = 9852 \text{ g/mol}$$

$$\text{mol polieugenol} = \frac{\text{Berat Polieugenol}}{\text{Mr Polieugenol}}$$

$$= \frac{0,5 \text{ g}}{9852 \text{ g/mol}}$$

$$= 5,08 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

L.4.3 Perhitungan Berat NaOH yang Digunakan dalam Sintesis Poli(eugenoksi etanol)

Reaksi :



$$\text{mol NaOH} = \frac{60}{1} \text{ mol Polieugenol}$$

$$= \frac{60}{1} \times 5,08 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$= 3,045 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Berat NaOH} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 3,045 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 0,122 \text{ g}$$

L.4.4 Perhitungan mol Etilena Oksida pada Sintesis Poli(eugenoksi etanol)

Berat jenis dietilen glikol = 0,89 g/mL

Reaksi :



$$\text{mol Etilena Oksida} = \frac{60}{1} \text{ mol Polieugenol}$$

$$= \frac{60}{1} \times 5,08 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$= 3,045 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Konsentrasi Etilena Oksida 90%

$$= \frac{\text{Kadar asam} \times \text{massa jenis}}{\text{Mr HCl}} \times \frac{1000\text{mL}}{1 \text{ L}}$$

$$= \frac{0,90 \times 0,89 \text{ g/mL}}{44 \text{ g/mol}} \times \frac{1000\text{mL}}{1 \text{ L}}$$

$$= 18,20 \text{ mol/L}$$

$$= 18,20 \text{ M}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume Etilena Oksida} &= \frac{\text{moletilenoksida}}{\text{Konsentraietilenaoksida}} \\
 &= \frac{0,003045\text{mol}}{18,20\text{M}} \\
 &= 1,673 \times 10^{-4}\text{L} \\
 &= 0,167 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

L.4.5 Perhitungan Pengenceran larutan HCl 1 M dari larutan HCl 12 M

$$\text{Massa jenis HCl} = 1,19 \text{ g/mL}$$

$$\text{Mr HCl} = 36,86 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{M HCl } 37\% &= \frac{\text{Kadar asam} \times \text{massa jenis}}{\text{Mr HCl}} \times \frac{1000\text{mL}}{1 \text{ L}} \\
 &= \frac{0,37 \times 1,19\text{g/mL}}{36,86 \text{ g/mol}} \times \frac{1000\text{mL}}{1 \text{ L}} \\
 &= 12,08 \text{ mol/L} \\
 &= 12,08 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 C_{\text{HCl } 12 \text{ M}} \times V_{\text{HCl } 12 \text{ M}} &= C_{\text{HCl } 1 \text{ M}} \times V_{\text{HCl } 1 \text{ M}} \\
 12,08 \text{ M} \times V_{\text{HCl } 12 \text{ M}} &= 1 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\
 V_{\text{HCl } 12 \text{ M}} &= \frac{1 \text{ M} \times 100\text{mL}}{12,08\text{M}} \\
 &= 8,28 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Lampiran 5

Rendemen Poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis

Tabel L.5 Perhitungan rendemen poli(eugenoksi etanol) hasil sintesis

Waktu	Polieugenol	Etilena oksida	Massa sampel	Massa Poli(eugenoksi etanol)	Rendemen (%)
24 jam +NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,56 g	43,08
24 jam -NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,48 g	36,92
8 jam +NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,37 g	28,46
8 jam -NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,29 g	22,31
12jam +NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,41 g	31,54
12jam -NaOH	0,5 g	0,8 g	1,3 g	0,37 g	28,46

Rendemen (%)

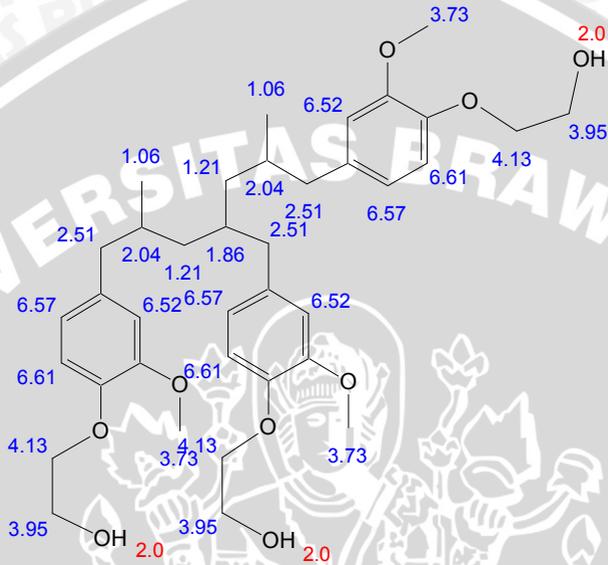
$$= \frac{\text{Massa Poli(eugen oksii etanol)}}{\text{Massa polieugenol + massa etilenaoksida}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,56\text{g}}{0,5\text{g} + 0,8\text{g}} \times 100\%$$

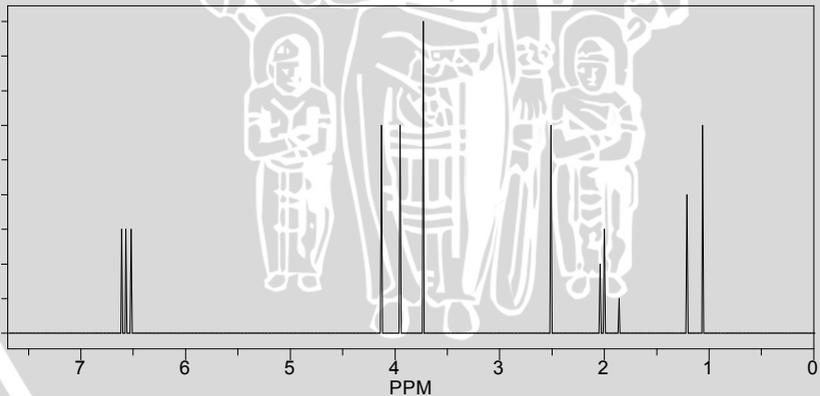
$$= 43,08\%$$

Lampiran 6

Struktur dan Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Poli(eugenoksi etanol) Hasil Perhitungan dengan ChemDraw Ultra pro Version 8.0



Gambar L.6.1 Struktur Poli(eugenoksi etanol)



Gambar L.6.2 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Poli(eugenoksi etanol) dengan ChemDraw Ultra pro Version 8.0