STUDI PENGARUH WAKTU REAKSI ISOMERISASI EUGENOL TERHADAP KADAR DAN KOMPONEN ISOEUGENOL MENGGUNAKAN KATALIS BASA HETEROGEN KF/Al₂O₃

SKRIPSI

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

> oleh: DYAH LESTARI 0610920017-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

STUDI PENGARUH WAKTU REAKSI ISOMERISASI EUGENOL TERHADAP KADAR DAN KOMPONEN ISOEUGENOL MENGGUNAKAN KATALIS BASA HETEROGEN KF/Al₂O₃

Oleh: **DYAH LESTARI** 0610920017-92

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Rurini Retnowati, M.Si. NIP. 19601209 198802 2 001

Drs. Suratmo, M.Sc. NIP. 19630706 19902 1 002

Mengetahui, Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijava

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

 Nama
 : DYAH LESTARI

 NIM
 : 0610920017-92

Jurusan : KIMIA

Penulis skripsi berjudul :

STUDI PENGARUH WAKTU REAKSI ISOMERISASI EUGENOL TERHADAP KADAR DAN KOMPONEN ISOEUGENOL MENGGUNAKAN KATALIS BASA HETEROGEN KF/Al₂O₃

Dengan ini menyatakan bahwa:

- 1. Isi dari skripsi yan 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 jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,
Yang menyatakan,
r ang menyatakan,

(DYAH LESTARI) NIM. 0610920017-92

STUDI PENGARUH WAKTU REAKSI ISOMERISASI EUGENOL TERHADAP KADAR DAN KOMPONEN ISOEUGENOL MENGGUNAKAN KATALIS BASA HETEROGEN KF/Al₂O₃

ABSTRAK

Eugenol sebagai komponen utama minyak cengkeh dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan senyawa isoeugenol yang dapat dimanfaatkan untuk vanili sintetis. Senyawa tersebut diperoleh melalui reaksi isomerisasi eugenol. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap kadar dan komponen isoeugenol hasil isomerisasi eugenol. Reaksi isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dalam pelarut dietilen glikol pada temperatur 180 °C. Penentuan waktu optimum isomerisasi eugenol dilakukan dengan variasi waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam. Analisis hasil isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM). Hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak eugenol, transisoeugenol dan cis-isoeugenol. Waktu optimum reaksi isomerisasi eugenol adalah 2 jam dengan komposisi eugenol, trans-isoeugenol, dan cis-isoeugenol berturut-turut sebesar 31,22 %, 61,78%, dan 6,99 %.

Kata kunci : isomerisasi eugenol, waktu reaksi, katalis heterogen

A STUDY ON THE INFLUENCE OF EUGENOL ISOMERIZATION REACTION'S TIME TOWARDS ISOEUGENOL YIELD AND ITS COMPONENTS BY USING HETEROGENEOUS BASE CATALYST KF/Al₂O₃

ABSTRACT

Eugenol as the major component of clove oil could be used as raw material to form isoeugenol compound which is mainly used to vanillin synthetic. This compound was obtained through the isomerization of eugenol. Therefore, this research was purposed to observe the influence of reaction time towards the isoeugenol yield and its components which is resulted from the eugenol isomerization process. Eugenol isomerization reaction was carried out using heterogeneous base catalyst KF/Al₂O₃ with dietilen glikol as a solvent under the temperature of 180 °C. The optimum time of eugenol isomerization was determined by variation of reaction time 1.5; 2; 2.5; and 3 hours. Product were analyzed by Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS). As a result showed the presence of eugenol, trans-isoeugenol and cis-isoeugenol peaks. The optimum reaction time of eugenol isomerization about 2 hours with composition of eugenol, trans-isoeugenol, and cis-isoeugenol was 31.22 %, 61.78 %, and 6.99 % respectively.

Keyword : eugenol isomerization, reaction's time, heterogeneous catalyst

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala limpahan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul 'Studi Pengaruh Waktu Reaksi Isomerisasi Eugenol terhadap Kadar dan Komponen Isoeugenol Menggunakan Katalis Basa Heterogen KF/Al₂O₃'. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Ungkapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

- 1. Dr. Rurini Retnowati, M.Si dan Drs. Suratmo, M.Sc selaku Dosen Pembimbing I dan II atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
- 2. Dr. Ani Mulyasuryani, MS. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan semangat dan masukan kepada penulis selama masa studi.
- 3. Dr. Sasangka Prasetyawan MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, staf pengajar, dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua bantuan yang diberikan.
- 4. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian, dan kasih sayang, serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
- 5. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMA	N JUDUL	i
HALAMA	N PENGESAHAN	ii
	N PERNYATAAN	iii
ABSTRAH	X	iv
		v
KATA PE	NGANTAR	vi
DAFTAR	ISI	vii
DAFTAR	GAMBAR	ix
DAFTAR	TABEL	xi
	LAMPIRAN	xii
BAB I PE	NDAHULUAN	1
1.1	Latar Belakang	1
1.1	Rumusan Masalah	3
1.3	Batasan Masalah	3
1.3	Tujuan Penelitian	4
1.5	Manfaat Penelitian	4
1.3	Wantati Tenentian	7
RAR II TI	NIAHAN PHETAKA	5
2.1	NJAUAN PUSTAKA Eugenol	
2.1 2.2		5
	Isoeugenol	5
2.3	KF/Al ₂ O ₃ Sebagai Katalis Basa	6
2.4	Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol	9
2.5	Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	15
2.6	Hipotesis	19
DAD III A	METODE PENELITIAN	•
BAB III N		20
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	20
3.2	Alat dan Bahan Penelitian	20
	3.2.1 Alat penelitian	20
	3.2.2 Bahan sampel	20
	3.2.3 Bahan penelitian	20
3.3	Tahapan Penelitian	21
3.4	Prosedur Penelitian	21
	3.4.1 Preparasi MgSO ₄ anhidrat dari MgSO ₄ .7H ₂ O	
	$MgSO_4.7H_2O$	21

	3.4.2 Pembebasan molekul H ₂ O pada eugenol	21
	3.4.3 Penentuan berat jenis eugenol	22
	3.4.4 Preparasi katalis heterogen KF/Al ₂ O ₃	22
	3.4.5 Analisis komponen dan kadar eugenol	
	menggunakan Kromatografi Gas-	
	Spektrometer Massa (KG-SM)	22
	3.4.6 Analisis komponen dan kadar isoeugenol	
	standar menggunakan Kromatografi Gas-	
	Spektrometer Massa (KG-SM)	23
	3.4.7 Isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol	24
	3.4.8 Analisis komponen dan kadar hasil	
	isomerisasi eugenol menggunakan	
	Kromatografi Gas-Spektrometer Massa	
	(KG-SM)	24
3.5	Analisis Data Manalisis Data Manalisi Data	25
BAB IV H	IASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1	Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Katalis	
	Heterogen KF/Al ₂ O ₃ Menggunakan Pelarut	
	Dietilen Glikol	26
4.2	Analisis Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	
	Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer	
	Massa (KG-SM)	31
4.3	Penentuan Waktu Optimum Reaksi Isomerisasi	
	Eugenol	42
BAB V K	ESIMPULAN DAN SARAN	46
5.1	Kesimpulan	46
5.2	Saran	46
DAFTAR	PUSTAKA	47
	000	
I AMPIRA	N .	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur molekul eugenol	5
Gambar 2.2	Struktur molekul:	
	a. trans-isoeugenol	6
	b. <i>cis</i> -isoeugenol	6
Gambar 2.3	Diagram fasa tekanan terhadap temperatur	9
Gambar 2.4	Reaksi isomerisasi eugenol dengan basa KOH	10
Gambar 2.5	Reaksi isomerisasi eugenol dan alilbenzena	12
Gambar 2.6	Mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena	13
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol	14
Gambar 2.8	Derajat keasaman hidrogen pada C_{α}	14
Gambar 2.9	Mekanisme pemberian atom H dari H ₂ O dan	
	pelarut etilen glikol	15
Gambar 2.10	Pola fragmentasi untuk senyawa eter aromatik	18
Gambar 2.11	Pola fragmentasi untuk senyawa toluena	18
Gambar 4.1	Reaksi KOH dan dietilen glikol	29
Gambar 4.2	Tahap pertama dan kedua mekanisme reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan basa KOH	29
Gambar 4.3	Tahap ketiga dan keempat mekanisme reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan basa KOH	30
Gambar 4.4	Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 1,5	
	jam	32
Gambar 4.5	Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2 jam	
		32
Gambar 4.6	Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2,5	
	jam	33
Gambar 4.7	Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi	
	isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 3 jam	
		33
Gambar 4.8	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
	eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit	35
Gambar 4.9	Pola fragmentasi yang disarankan untuk	
	eugenol	36

Gambar 4.10	Spektrum massa:	
	a. Komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,383 menit	37
	b. Komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,075 menit	37
Gambar 4.11	Pola fragmentasi yang disarankan untuk	38
Gambar 4.12	Spektrum massa: a. Eugenol dengan waktu retensi 16,579 menit	40
NE	b. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit	40
Gambar 4.13	Spektrum massa:	40
5	a. Isoeugenol standar dengan waktu retensi18,211 menitb. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu	41
	retensi 18,383 menit	41
	b. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu	41
Gambar 4.14	retensi 20,075 menit	41
Combon 115	pada temperatur 180 °C	43
Gambar 4.15	Kestabilan struktur cis-isoeugenol dan trans-isoeugenol	44

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat fisik eugenol	5
Tabel 2.2	Sifat fisik isoeugenol	6
Tabel 4.1	Data % area dan waktu retensi komponen hasil	
	isomerisasi eugenol pada variasi waktu refluk 1,5;	
	2; 2,5; dan 3 jam menggunakan KG-SM	34
Tabel 4.2	Data % area komponen hasil reaksi isomerisasi	
	eugenol	42



DAFTAR LAMPIRAN

L.1	Diagram Alir Tahapan Penelitian	52
L.2	Diagram Alir Penelitian	53
	L.2.1 Preparasi MgSO _a anhidrat dari MgSO ₄ .7H ₂ O	53
	L.2.2 Pembebasan molekul H ₂ O pada eugenol	
	menggunakan MgSO ₄ anhidrat	53
	L.2.3 Penentuan berat jenis eugenol	54
	L.2.4 Pembuatan katalis heterogen KF/Al ₂ O ₃	54
	L.2.5 Analisis komponen dan kadar eugenol	
	menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer	
	Massa (KG-SM)	55
	L.2.6 Analisis komponen dan kadar isoeugenol standar	
	menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer	
	Massa (KG-SM)	55
	L.2.7 Isomerisasi eugenol menggunakan katalis	
	heterogen KF/Al ₂ O ₃	56
	L.2.8 Analisis komponen dan kadar hasil reaksi	
	isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi	
	Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	57
L.3	Data Preparasi MgSO ₄ anhidrat	57
	L.3.1 Tabel penimbangan MgSO ₄ .(7-x)H ₂ O sampai	
	diperoleh massa konstan	57
	L.3.2 Perhitungan molekul hidrat yang hilang setelah	
	preparasi	57
L.4	Perhitungan Berat Jenis Eugenol	58
L.5	Perhitungan Mol Eugenol Minyak Cengkeh	59
L.6	Perhitungan Mol Katalis KF/Al ₂ O ₃	59
L.7	Perhitungan Massa KF dan Al ₂ O ₃ yang Diperlukan	
	dalam Pembuatan Katalis KF/Al ₂ O ₃	59
L.8	Perhitungan Mol Dietilen Glikol Dalam Reaksi	
	Isomerisasi Eugenol	60
L.9	Perhitungan Volume Larutan HCl 10 % dari HCl 37 %	61
L.10	Kromatogram Ionik Total KG-SM Eugenol	62
L.11	Kromatogram Ionik Total KG-SM Isoeugenol Standar	62
L.12	Kromatogram Ionik Total KG-SM Hasil Isomerisasi	
	Eugenol	63

	L.12.1	Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 1,5 jam	
			63
	L.12.2	Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2 jam	64
	L.12.3	Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2,5 jam	04
		watu reaksi 2,3 jain	65
	L.12.4	Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 3 jam	03
	71		66
L.13		m Massa Eugenol Reaktan dengan Waktu Retensi	(7
T 14	10,5/9 .	menitm Massa Isoeugenol Standar	67 67
L.14	L.14.1		07
	L.14.1	dengan waktu retensi 18,211 menit	67
	L.14.2		07
	2.11.2	dengan waktu retensi 19,988 menit	67
L.15	Spektru	m Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	
		Waktu Reaksi 1,5 Jam	68
	L.15.1		
		eugenol dengan waktu retensi 16,677 menit	68
	L.15.2		
		eugenol dengan waktu retensi 18,377 menit	68
	L.15.3	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
T 16	G 1.	eugenol dengan waktu retensi 20,080 menit	68
L.16		m Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	60
	_	Waktu Reaksi 2 Jam	69
	L.16.1		60
	I 16 2	eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit	69
	L.10.2	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,383 menit	69
	I 163	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	09
	L.10.5	eugenol dengan waktu retensi 20,075 menit	69
I. 17	Snektru	m Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	0)
2.17		Waktu Reaksi 2,5 Jam	70
		Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	, 0
		eugenol dengan waktu retensi 16,691 menit	70

	L.17.2	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
		eugenol dengan waktu retensi 18,387 menit	70
	L.17.3	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
		eugenol dengan waktu retensi 20,079 menit	70
L.18	Spektru	m Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	
	dengan	Waktu Reaksi 3 Jam	71
	L.16.1	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
		eugenol dengan waktu retensi 16,706 menit	71
	L.16.2	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
		eugenol dengan waktu retensi 18,387 menit	71
	L.16.3	Spektrum massa komponen hasil isomerisasi	
		eugenol dengan waktu retensi 20,079 menit	71
L.19	Pustaka	Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi	
	Eugeno	1	72
	L.19.1	Pustaka spektrum massa eugenol	72
	L.19.2	Pustaka spektrum massa cis-isoeugenol	72
	L.19.3	Pustaka spektrum massa trans-isoeugenol	72
L.20		nelitian	73
	L.20.1	Proses refluk	73
	L.20.2	Eugenol dan hasil isomerisasi eugenol	74

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Eugenol merupakan komponen utama minyak cengkeh dengan kadar 70-95 % (Nurdjannah, 2004). Eugenol dapat diubah menjadi bahan dasar pembuatan senyawa-senyawa yang lebih berdaya guna. Salah satu turunan dari eugenol adalah isoeugenol. Isoeugenol merupakan senyawa kimia yang banyak dimanfaatkan dalam industri parfum dan industri pemberi rasa makanan, serta minuman (Hanum, 2008).

Loupy dan Thach (1993) menyatakan bahwa isoeugenol dapat digunakan sebagai bahan baku vanili sintetis. Secara alami vanili diperoleh melalui suatu proses penyimpanan buah vanila yang membutuhkan waktu lama. Proses tersebut hanya menghasilkan 2-3 % vanili murni. Oleh karena itu perlu dicari suatu senyawa alternatif untuk pembuatan vanili sintetis. Salah satu senyawa tersebut adalah isoeugenol (Wibowo dkk., 2002).

Isoeugenol merupakan senyawa isomer dari eugenol. Salah satu cara untuk menghasilkan isomer dari senyawa tertentu adalah dengan cara reaksi isomerisasi. Isomerisasi adalah proses penataan ulang suatu molekul menjadi molekul baru dengan rumus empiris tetap (Hanum, 2008). Penggunaan eugenol sebagai bahan awal untuk vanili sintetis didasarkan atas dua tahapan reaksi, yaitu isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dan oksidasi isoeugenol menjadi vanili (Suwarso dkk., 2002). Isomerisasi eugenol merupakan reaksi dimana ikatan rangkap (posisi terisolasi) yang terdapat pada gugus alkenil bermigrasi ke posisi konjugasi (Kishore dan Kannan, 2004). Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol mirip dengan mekanisme reaksi alilbenzena menjadi propenil benzena, yaitu melalui pembentukan intermediet karbanion (Wheland, 1954).

Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap reaksi isomerisasi antara lain katalis, pelarut dan waktu reaksi (Sharma, *et al.*, 2006). Pada umumnya, katalis yang banyak digunakan dalam reaksi isomerisasi eugenol adalah katalis basa homogen yaitu KOH, sedangkan pelarutnya adalah etilen glikol yang dikondisikan pada temperatur tinggi (Kishore dan Kannan, 2004). Eugenol direfluk dengan basa KOH dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan isoeugenol dengan persentase hasil

trans-isoeugenol 70,96 % dan cis-isoeugenol 15,28 % (Kadarohman dan Muchalal, 2009). Penggunaan basa KOH untuk isomerisasi eugenol juga dilakukan oleh Firdaus (2010). Isomerisasi tersebut dilakukan dalam pelarut dietilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan isoeugenol dengan persentase hasil trans-isoeugenol 76,19 % dan cis-isoeugenol 13,50 %. Proses katalisis homogen telah terbukti dapat membantu reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol, akan tetapi proses pemisahan antara katalis dengan produk sulit dilakukan karena keduanya mempunyai fasa yang sama sehingga untuk memudahkan proses pemisahan, maka dapat digunakan proses katalisis heterogen. Salah satu keuntungan dalam menggunakan katalis heterogen yaitu pemisahan antara katalis dengan produk menjadi lebih mudah. Hal ini dikarenakan antara katalis dengan produk memiliki fasa yang berbeda, yaitu katalis berfasa padat, sedangkan produk berfasa cair (Andriayani, 2005).

Salah satu katalis heterogen yang digunakan dalam isomerisasi ikatan rangkap yaitu KF/Al₂O₃ (Peng, *et al.*, 2010). Beberapa penelitian menunjukkan penggunaan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ untuk isomerisasi eugenol, yaitu Radhakrisna *et al.* (1990) melakukan isomerisasi eugenol dengan katalis basa KF/Al₂O₃ dalam etilen glikol pada temperatur 200 °C selama 1,5 jam menghasilkan isoeugenol dengan persentase hasil total sebesar 78 %, sedangkan Thi *et al.* (2009) juga melakukan isomerisasi eugenol dengan katalis basa KF/Al₂O₃ dalam etilen glikol pada temperatur 203 °C selama 1,3 jam menghasilkan *trans*-isoeugenol 67 % dan *cis*-isoeugenol 11 %. Hal tersebut menunjukkan alternatif penggunaan katalis heterogen dalam reaksi isomerisasi eugenol dapat menghasilkan waktu yang lebih cepat jika dibandingkan dengan reaksi isomerisasi menggunakan katalis homogen.

Sharma *et al.* (2006) telah melakukan reaksi isomerisasi eugenol dalam berbagai jenis pelarut. Jenis pelarut dibagi menjadi tiga jenis, yaitu polar protik (etanol dan isopropanol), polar aprotik (DMSO dan asetonitril) dan non polar (THF dan toluena). Reaksi isomerisasi eugenol tersebut menggunakan katalis RuCl₂(PPh₃)₃ dan persentase isoeugenol maksimum (99,8 %) diperoleh dalam pelarut polar protik. Perbedaan kepolaran pada pelarut polar protik berpengaruh terhadap produk reaksi isomerisasi eugenol. Penggunaan pelarut dietilen glikol (polar protik) yang bersifat relatif

kurang polar (ε = 3,182) jika dibandingkan dengan etilen glikol (ε = 41,4) menghasilkan produk isomerisasi yang lebih besar (Spoight, 1976). Selain itu, titik didih dietilen glikol relatif lebih tinggi (245,8 °C) jika dibandingkan dengan titik didih etilen glikol (198 °C) sehingga pada saat reaksi isomerisasi eugenol berlangsung pada temperatur yang tinggi pelarut dietilen glikol tidak akan menguap (Sax dan Lewis, 1987).

Waktu reaksi berpengaruh terhadap reaksi isomerisasi (Leody, 1992). Waktu reaksi tersebut mempengaruhi laju pembentukan produk isomerisasi. Semakin tinggi laju pembentukan produk, maka waktu reaksi akan semakin cepat. Berdasarkan uraian tersebut, maka menarik dilakukan penelitian mengenai pengaruh waktu reaksi isomerisasi eugenol terhadap kadar dan komponen isoeugenol (hasil isomerisasi) menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dalam pelarut polar protik yaitu dietilen glikol.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang dapat dirumuskan beberapa masalah yaitu:

- 1.Bagaimana pengaruh waktu reaksi isomerisasi eugenol terhadap kadar dan komponen isoeugenol menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃?
- 2. Berapakah komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol pada waktu optimum?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

- 1.Eugenol yang digunakan sebagai reaktan berasal dari minyak cengkeh yang diperoleh dari produksi rakyat Wlingi Kabupaten Blitar
- 2.Reaksi isomerisasi eugenol menggunakan pelarut dietilen glikol dilakukan pada waktu reaksi 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam pada temperatur 180 °C
- 3.Analisis komponen dan kadar hasil reaksi isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- 1.Mengetahui pengaruh waktu reaksi isomerisasi eugenol terhadap kadar dan komponen isoeugenol menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃
- 2. Mengetahui komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol pada waktu optimum.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

- 1.Memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh waktu reaksi terhadap kadar dan komponen isoeugenol menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃
- 2. Isoeugenol sebagai hasil reaksi isomerisasi eugenol dapat dimanfaatkan secara efisien untuk pembuatan senyawa yang lebih berdaya guna, misalnya sebagai bahan dasar pembuatan vanili.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Eugenol

Eugenol merupakan senyawa penyusun utama minyak cengkeh dengan kadar 70-95 %. Komponen lain dari minyak cengkeh yaitu 17 % eugenol asetat dan 12-15 % β-kariofilen (Nurdjannah, 2004). Eugenol dikenal dengan nama IUPAC 1-hidroksi-2-metoksi-4-alilbenzena atau 4-alil-2-metoksifenol. Eugenol merupakan suatu zat berwujud minyak yang mudah menguap, berwarna kekuningan (bening) dan apabila berinteraksi dengan udara, maka warnanya menjadi coklat (Parker, 1984). Menurut Sax dan Lewis (1987) eugenol beraroma pedas, mudah terbakar, larut dalam alkohol, kloroform, eter, dan sedikit larut dalam air. Sifat fisik eugenol disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat fisik eugenol

No.	Karakteristik	Nilai
1.	Berat Jenis (25 °C)	1,053-1,064
2.	Indeks Bias (20 °C)	1,538-1,542
3.	Titik Didih	250-255 °C
4.	Titik Leleh	-9,2 °C
5.	Berat Molekul	164,20 g/mol

Eugenol digunakan sebagai bahan baku pembuatan senyawa isoeugenol yang dapat dimanfaatkan untuk sintesis vanili (pemberi rasa dan aroma). Selain itu, eugenol juga bersifat sebagai antiseptik, anestetik lokal dan stimulan (Nurdjannah, 2004). Stuktur molekul eugenol disajikan pada Gambar 4.1 (Bulan, 2004).

Gambar 2.1 Struktur molekul eugenol

2.2 Isoeugenol

Isoeugenol merupakan senyawa turunan dari eugenol dan dikenal dengan nama IUPAC 1-hidroksi-2-metoksi-4-

propenilbenzena atau 2-metoksi-4-propenilfenol. Isoeugenol merupakan suatu zat berwujud minyak, berwarna kuning pucat (bening), mudah terbakar, dan mempunyai aroma pedas. Isoeugenol dapat larut dalam alkohol, eter, pelarut organik lainnya, dan sedikit larut dalam air (Sax dan Lewis, 1987). Sifat fisik isoeugenol disajikan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sifat fisik isoeugenol

No.	Karakteristik	Nilai	
1.	Berat Jenis (25 °C)	1,079-1,085	
2.	Indeks Bias (20 °C)	1,572-1,577	
2	Titik Didih	Cis: 262-265 °C	
3.	TILK DIGIII	Trans: 271-274 °C	
4.	Titik Leleh	19 °C	Y A
5.	Berat Molekul	164,20 g/mol	-

Senyawa isoeugenol dapat dengan mudah diperoleh dari reaksi isomerisasi eugenol dengan cara mereaksikan eugenol dan KOH dalam etilen glikol (Purwono dkk., 2003). Reaksi katalisis isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol menghasilkan campuran isomer *cis* dan isomer *trans*. Isomer *trans* lebih stabil dan terbentuk pada temperatur rendah, sedangkan isomer *cis* kurang stabil dan terbentuk pada temperatur yang lebih tinggi (Wibowo dkk., 2002).

Isoeugenol sebagai turunan eugenol dapat dimanfaatkan untuk pembuatan parfum, vanili, dan pemberi rasa (Sax dan Lewis, 1987). Stuktur molekul isoeugenol disajikan pada Gambar 2.2 (Khisore dan Kannan, 2004).

Gambar 2.2 Struktur molekul: a. *trans*-isoeugenol b. *cis*-isoeugenol

2.3 KF/Al₂O₃ Sebagai Katalis Basa

Katalis merupakan suatu senyawa selain reaktan dan produk, yang ditambahkan pada suatu sistem reaksi sehingga reaksi lebih

cepat mencapai keadaan kesetimbangan kimianya. Katalis dapat mempercepat reaksi dengan memberikan suatu mekanisme alternatif yang berbeda dengan mekanisme reaksi tanpa katalis (Hanum, 2008).

Efektivitas suatu katalis dapat dilihat dari beberapa parameter, antara lain (Setyawan dan Handoko, 2003):

- 1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan
- 2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi, sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin
- 3.Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula
- 4. *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang bereaksi
- 5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

Berdasarkan fasanya, katalis dapat digolongkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan substratnya, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan substratnya (Soesanto, 2006). Katalis heterogen mempunyai beberapa keuntungan, yaitu daya tahan yang tinggi terhadap temperatur reaksi sehingga dapat dioperasikan pada berbagai kondisi, tidak memerlukan proses yang panjang untuk memisahkan katalis dari produk dan potensi hilangnya katalis rendah (Andriayani, 2005).

 KF/Al_2O_3 merupakan katalis heterogen yang digunakan dalam reaksi isomerisasi ikatan rangkap (Peng, *et al.*, 2010). Kalium fluorida yang direaksikan dengan alumina dapat digunakan sebagai pereaksi atau *reagen* basa (Clark, *et al.*, 1992). Analisis menggunakan Difraksi Sinar-X menunjukkan adanya K_3AlF_6 dan KOH dalam katalis KF/Al_2O_3 . Hasil tersebut menunjukkan bahwa KF bereaksi dengan Al_2O_3 dan H_2O untuk membentuk K_3AlF_6 dan KOH (Ono dan Baba, 1997). Reaksi disajikan pada persamaan 2.1.

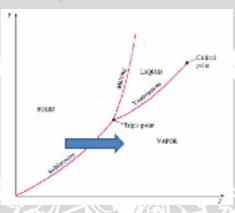
12 KF +
$$Al_2O_3$$
 + 3 $H_2O \longrightarrow 2 K_3AlF_6 + 6 KOH$ (2.1)

Menurut Peng *et al.* (2010), untuk mengetahui spesi aktif (K₃AlF₆ atau KOH) dalam katalis KF/Al₂O₃ adalah dengan cara senyawa

K₃AlF₆ murni digunakan sebagai katalis untuk mensintesis dietil karbonat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa aktivitas katalis K₃AlF₆ murni sangat rendah sehingga K₃AlF₆ bukan merupakan spesi aktif utama dalam katalis KF/Al₂O₃. Selanjutnya, untuk mengetahui apakah KOH merupakan spesi aktif dalam katalis KF/Al₂O₃ adalah dengan cara senyawa KOH didukung pada Al₂O₃ dan digunakan sebagai katalis untuk mensintesis dietil karbonat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa aktivitas katalis KOH/Al₂O₃ sangat tinggi jika dibandingkan dengan K₃AlF₆ murni sehingga senyawa KOH dimungkinkan merupakan spesi aktif dalam katalis KF/Al₂O₃.

Proses pembuatan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ meliputi empat tahap. Tahap pertama kalium fluorida dan alumina masingmasing dilarutkan dalam aquades dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 5 menit. Tahap kedua larutan kalium fluorida dituang ke dalam larutan alumina dan diaduk selama 30-45 menit. Tahap ketiga larutan campuran dibekukan dalam pendingin. Tahap keempat penghilangan aquades dari larutan campuran dengan cara dimasukkan ke dalam pengering beku (*freeze dryer*) selama 3 hari. Selanjutnya padatan yang telah kering disimpan dalam desikator vakum (Wipf, 2005).

Proses pengeringan beku (freeze drying) merupakan proses pengeringan air dari suatu produk yang telah dibekukan terlebih dahulu. Proses tersebut melalui sublimasi dimana air diuapkan dari fasa padat menuju fasa gas tanpa melalui fasa cair (Labconco, 2010). Pengeringan terjadi pada tekanan yang rendah, yaitu 6,1 milibar dan pada temperatur dibawah titik tripel air, yaitu 0°C. Proses pengeringan terdiri dari 3 proses utama, yaitu proses pembekuan, pengeringan primer dan pengeringan sekunder. Sampel yang akan dikeringkan harus dalam keadaan cukup beku karena air dalam sampel tersebut akan diubah dari fasa padat menuju fasa gas. Proses selanjutnya adalah sublimasi atau pengeringan primer. Pengeringan primer merupakan proses perubahan zat dari fasa padat menuju fasa gas. Proses tersebut disajikan pada Gambar 2.3. Pada proses diperlukan persediaan pengeringan primer panas berkelanjutan. Energi panas yang dibutuhkan untuk perubahan zat dari fasa padat menuju fasa gas adalah 2840 kJ/kg. Energi panas sebagai media sublimasi diperoleh dengan menggunakan pemanas elektrik, pemanas microwave dan panas matahari. Proses selanjutnya adalah pengeringan sekunder. Proses tersebut merupakan tahap akhir dari proses pengeringan beku (*freeze dryer*) dimana kandungan air yang tersisa pada celah-celah es kristal (fasa padat) tersublimasi. Proses pendukung lainnya adalah proses penangkapan uap air yang bertujuan agar gas yang mengandung uap air tidak masuk ke dalam pompa vakum yang dapat menyebabkan kerusakan pada pompa vakum (Yulianto dkk., 2010)



Gambar 2.3 Diagram fasa tekanan terhadap temperatur

2.4 Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol

Isomerisasi adalah proses penataan ulang suatu molekul menjadi molekul baru dengan rumus empiris yang tetap (Hanum, 2008). Secara umum reaksi isomerisasi dapat digunakan untuk mengubah senyawa alilbenzena, seperti eugenol menjadi bentuk senyawa isomer propenilbenzena. Reaksi isomerisasi alilbenzena biasanya melibatkan pemanasan alilbenzena dan katalis, baik homogen maupun heterogen menggunakan metode refluk dengan atau tanpa menggunakan pelarut. Setelah reaksi isomerisasi berakhir, maka katalis (heterogen) dapat dipisahkan dengan menggunakan proses filtrasi, sedangkan pelarut diuapkan menggunakan rotari evaporator penurun tekanan dan residu didistilasi untuk memisahkan dan memurnikan propenilbenzena dari alilbenzena yang tidak bereaksi. Reaksi isomerisasi alilbenzena selalu membentuk campuran isomer cis- dan trans-propenilbenzena dengan perbandingan 30:70. Trans-propenilbenzena lebih stabil daripada cis-propenilbenzena. Pada pembentukan isomer propenilbenzena, jika perbandingan waktu reaksi isomerisasi semakin lama maka pembentukan isomer transpropenilbenzena akan meningkat jika dibandingkan dengan isomer *cis*-propenilbenzena (Anonymous¹, 2010). Menurut Sharma *et al.* (2006), pembentukan isomer dalam reaksi isomerisasi dipengaruhi oleh katalis, pelarut dan temperatur.

Pada umumnya, isomerisasi eugenol terjadi dalam media homogen menggunakan KOH dan pelarut etilen glikol yang dikondisikan pada temperatur tinggi (Khisore dan Kannan, 2004). Eugenol direfluk dengan basa KOH dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan *trans*-isoeugenol 70,96 % dan *cis*-isoeugenol 15,28 % (Kadarohman dan Muchalal 2010). Reaksi isomerisasi menggunakan basa kuat (KOH) disertai pemanasan disajikan pada Gambar 2.4

Gambar 2.4 Reaksi isomerisasi eugenol dengan basa KOH

Penggunaan basa KOH untuk isomerisasi eugenol juga dilakukan oleh Firdaus (2010). Isomerisasi tersebut dilakukan dalam pelarut dietilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan isoeugenol dengan persentase hasil *trans*-isoeugenol 76,19 % dan *cis*-isoeugenol 13,50 %.

Pelarut dalam reaksi isomerisasi eugenol berfungsi sebagai media reaksi antara eugenol dan katalis basa. Sharma *et al.* (2006) telah melakukan reaksi isomerisasi eugenol dalam berbagai jenis pelarut. Jenis pelarut dibagi menjadi tiga jenis, yaitu polar protik (etanol dan isopropanol), polar aprotik (DMSO dan asetonitril) dan non polar (THF dan toluena). Reaksi isomerisasi eugenol tersebut menggunakan katalis RuCl₂(PPh₃)₃ dan persentase isoeugenol maksimum (99,8 %) diperoleh dalam pelarut polar protik.

Perbedaan kepolaran pada pelarut polar protik berpengaruh terhadap produk reaksi isomerisasi eugenol. Penggunaan pelarut

dietilen glikol (polar protik) yang bersifat relatif kurang polar (ϵ = 3,182) jika dibandingkan dengan etilen glikol (ϵ = 41,4) menghasilkan produk isomerisasi yang lebih besar (Spoight, 1976). Hal ini dikarenakan dietilen glikol dapat menghomogenkan eugenol (ϵ = 9,55) dengan mudah. Selain itu, titik didih dietilen glikol relatif lebih tinggi (245,8 °C) jika dibandingkan dengan titik didih etilen glikol (198 °C) sehingga pada saat reaksi isomerisasi eugenol berlangsung pada temperatur yang tinggi pelarut dietilen glikol tidak akan menguap (Sax dan Lewis, 1987).

Proses katalisis homogen telah terbukti dapat membantu reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol, akan tetapi proses pemisahan antara katalis dengan produk sulit dilakukan karena keduanya mempunyai fasa yang sama sehingga untuk memudahkan proses pemisahan, maka dapat digunakan proses katalisis heterogen. 2005). Beberapa penelitian lain menunjukkan (Andriayani, penggunaan katalis heterogen untuk isomerisasi eugenol, vaitu Cerveny et al. (1987) melakukan proses isomerisasi eugenol dengan menggunakan perbandingan mol katalis rhodium triklorida (RhCl₃) dan eugenol sebesar 5 mikromol : 10 milimol. Reaksi ini menggunakan pemanasan refluks selama 7 jam pada suhu 143 °C menghasilkan persentase hasil isoeugenol sebesar 98 %. Radhakrisna et al. (1990) melakukan isomerisasi eugenol dengan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dalam etilen glikol pada temperatur 200 °C selama 1,5 jam menghasilkan isoeugenol sebesar 78 %, sedangkan Thi et al. (2009) juga melakukan isomerisasi eugenol dengan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dalam etilen glikol pada temperatur 203 °C 1,3 jam menghasilkan trans-isoeugenol 67 % dan cisisoeugenol 11 %.

Laju suatu reaksi kimia bertambah dengan naiknya temperatur. Kenaikan 10 °C akan melipatgandakan dua atau tiga laju suatu reaksi. Hal ini dikarenakan persentase tabrakan yang mengakibatkan reaksi kimia menjadi lebih besar sehingga molekul-molekul akan memiliki kecepatan yang besar dan mempunyai energi yang cukup untuk bereaksi sehingga waktu reaksi akan menjadi lebih cepat (Keenan dkk., 1984).

Penelitian yang dilakukan oleh Kadarohman dan Muchalal (2009) menunjukkan bahwa adanya H₂O pada jumlah tertentu dalam campuran reaksi isomerisasi eugenol akan menurunkan persentase produk isomerisasi eugenol. Isomerisasi eugenol tersebut dilakukan

dengan merefluk eugenol dengan katalis basa KOH dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan bahwa adanya 2 mL H₂O dalam reaksi isomerisasi eugenol menghasilkan produk *trans*-isoeugenol 59,04 % dan eugenol sebesar 19,48 %, sedangkan produk hasil isomerisasi eugenol dengan adanya H₂O kurang dari 2 mL menghasilkan *trans*-isoeugenol 73,37 % dan eugenol 1,95 %.

Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol mirip dengan eaksi alilbenzena menjadi propenil benzena (Wheland, 1954). Reaksi tersebut disajikan pada Gambar 2.5.

$$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \text{H}_3\text{CO} \\ \\ \text{CH}_2 \\ \text{CH}_2 \\ \text{Eugenol} \\ \\ \text{Eugenol} \\ \\ \text{Isoeugenol} \\ \\ \text{Isoeugenol} \\ \\ \text{Isoeugenol} \\ \\ \text{Alilbenzena} \\ \\ \text{Propenilbenzena} \\ \end{array}$$

Gambar 2.5 Reaksi isomerisasi eugenol dan alilbenzena

Cram dan Ela (1966) mengemukakan bahwa mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena dengan KO-tBu dalam HO-tBu pada suhu 25 °C melalui zat antara karbanion. Tolakan ruang zat antara (intermediet) karbanion *trans* yang lebih rendah dibandingkan dengan karbanion *cis* sehingga menyebabkan *trans*-propenilbenzena yang dihasilkan lebih banyak daripada *cis*-propenilbenzena.

Mekanisme reaksi isomerisasi pada alilbenzena menghasilkan beberapa tipe isomer, salah satu diantaranya adalah karena perpindahan ikatan rangkap ke rantai alil bagian dalam. Menurut Norman (1978) dan Sykes (1986), perpindahan ikatan rangkap tersebut dapat terjadi jika senyawa alilbenzena direaksikan dengan basa kuat disertai pemanasan. Basa (OH) akan menyerang atom H_{α} yang terikat pada atom C_{α} . Hal ini menyebabkan atom C_{α} kelebihan elektron dan membentuk karbanion yang selanjutnya akan berusaha mencapai bentuk yang stabil, yaitu beresonansi ke posisi ikatan

rangkap terkonjugasi. Kesetimbangan reaksi akan bergeser ke kanan, karena produk dengan sistem terkonjugasi bersifat lebih stabil dibandingkan dengan senyawa asal (posisi ikatan rangkap terisolasi). Mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena dalam suasana basa disajikan pada Gambar 2.6.

Gambar 2.6 Mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena

Sastrohamidjojo (1981) lebih lanjut menuliskan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol seperti berikut:

$$H_3CO$$
 H_3CO
 H_3C

Gambar 2.7 Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol

Proses abstraksi atom H oleh ion OH dipengaruhi oleh tingkat keasaman atom H tersebut. Apabila atom H semakin asam, maka ion OH akan semakin mudah untuk mengabstraksi atom H. Derajat keasaman hidrogen pada C_{α} alilbenzena, eugenol dan ion eugenolat yang tersaji pada Gambar 2.8 adalah $H^1 > H^2$, $H^3 > H^1$, $H^3 >>> H^2$, $H^2 >>> H^4$. Dengan demikian urutan keasaman $H^3 > H^1 > H^2 > H^4$ (Kadarohman dan Muchalal, 2009).

Gambar 2.8 Derajat keasaman hidrogen pada C_{α}

Menurut Kadarohman dan Muchalal (2009), terdapat dua sumber yang dapat memberikan atom hidrogen yang relatif bermuatan positif yaitu H₂O yang terbentuk pada saat reaksi antara eugenol dengan basa dan etilen glikol yang berfungsi sebagai pelarut. Mekanisme tersebut disajikan pada Gambar 2.9.

Gambar 2.9 Mekanisme pemberian atom H dari H₂O dan pelarut etilen glikol

2.5 Kromatografi Gas-Spektrometri Massa

Kromatografi gas-spektrometer massa merupakan gabungan antara dua komponen yaitu kromatografi gas (KG) dan spektrometer massa (SM). Kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel, sedangkan spektrometer massa berfungsi sebagai detektor yang efektif untuk menganalisis masing-masing komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas (Willard, et al., 1988).

Prinsip pemisahan dengan menggunakan kromatografi gas adalah pemisahan suatu senyawa atau komponen yang dibawa oleh gas pembawa (fasa gerak) berdasarkan perbedaan distribusi molekulmolekul komponen tersebut diantara dua fasa yaitu fasa gerak dan fasa diam di dalam kolom kromatografi (Hendayana, 2006). Fasa diam akan menahan komponen secara selektif berdasarkan perbedaan koefisien distribusinya (Mc. Nair dan Bonelli, 1988). Komponen dalam sampel terdeteksi sebagai kromatogram oleh detektor, yaitu grafik dengan sumbu-x adalah waktu retensi dan sumbu-y adalah respon detektor. Informasi yang diberikan oleh kromatogram menunjukkan waktu keluar dari masing-masing senyawa dari kolom kromatografi dengan luas puncak kromatogram (Gritter *et al.*, 1991).

Pemilihan sistem dalam KG didasarkan pada beberapa hal, yakni gas pembawa, jenis detektor, jenis kolom dan fase diam, serta kondisi temperatur untuk proses pemisahan (Gritter et al., 1991). Gas N₂, H₂ dan He merupakan gas pembawa yang bersifat inert dan biasa digunakan dalam KG. Berdasarkan karakteristik ketiga gas tersebut, gas H₂ (35 cm/detik) dan He (25 cm/detik) memberikan efisiensi dan resolusi yang baik pada kecepatan alir yang tinggi dibandingkan N₂ (10 cm/detik), namun gas H₂ mudah meledak jika kontak dengan udara sehingga gas He lebih banyak digunakan. Pemilihan gas didasarkan pada cuplikan yang dianalisis dan jenis detektor yang digunakan. Detektor berfungsi sebagai pendeteksi komponenkomponen yang telah dipisahkan dari kolom secara terus-menerus, cepat, akurat, dan dapat dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi. Fungsi umumnya mengubah sifat-sifat molekul dari senyawa organik menjadi arus listrik kemudian arus listrik tersebut diteruskan ke rekorder untuk menghasilkan kromatogram. Detektor berdasarkan sifat dasar komponen yang akan dipisahkan. Jenis detektor KG meliputi detektor daya hantar panas, ionisasi nyala, penangkap elektron, fotometri nyala, nyala alkali, dan spektroskopi massa (Mc. Nair dan Bonelli, 1988).

Kolom merupakan tempat berlangsungnya proses pemisahan komponen yang terkandung dalam sampel. Apabila molekul-molekul komponen berinteraksi secara lemah dengan fasa diam maka komponen tersebut akan bergerak lebih cepat meninggalkan fasa diam. Di dalam kolom terdapat fasa diam berupa cairan, wax, atau padatan dengan titik didih rendah. Jenis kolom yang sering digunakan dalam KG yaitu kolom pak (packed column) dan kolom terbuka (turbular column). Kolom pak terbuat dari stainlees steel atau gelas dengan garis tengah 3-6 mm dan panjang 1-5 m. Kolom jenis ini lebih sering digunakan untuk tujuan preparatif karena dapat menampung jumlah cuplikan yang banyak. Kolom terbuka sering disebut sebagai kolom kapiler dengan diameter antara 0,1-0,7 mm dan panjangnya berkisar antara 15-100 m. Semakin panjang suatu kolom maka efisiensinya semakin besar dan perbedaan waktu retensi antara komponen satu dengan komponen lainnya semakin besar pula sehingga meningkatkan selektivitas (Hendayana, 2006).

Pengukuran dengan kromatografi gas dapat dilakukan dengan dua mode operasional, yaitu mode isotermal dan mode program temperatur. Pada mode isotermal, temperatur dijaga tetap

selama pengukuran., sedangkan dengan mode program temperatur, temperatur dapat diprogram, misalnya pada awal kondisi temperatur 40 °C dan di akhir temperaturnya 150 °C dengan kenaikan temperatur 5 °C per menit (Hendayana, 2006).

Spektrometri massa didasarkan pada penguraian suatu senyawa organik dan perekaman pola fragmentasi berdasarkan perbandingan massanya (Silverstein, et al., 2005). Molekul-molekul organik ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi dan diubah menjadi ion-ion bermuatan positif (ion molekul atau ion induk), yang dapat terfragmentasi menjadi ion-ion yang lebih kecil (ion-ion pecahan atau ion-ion anak). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation (M \rightarrow M⁺). Ion molekul terfragmentasi menjadi sepasang pecahan atau fragmen berupa radikal dan ion, atau molekul kecil netral dan radikal kation (Silverstein, dkk., 1986). Fragmentasi ion molekuler dapat terjadi apabila energi yang digunakan untuk menumbuk besar yaitu 70 eV (Sastrohamidjojo, 1991). Pecahnya suatu molekul atau ion induk menjadi fragmenfragmen akan bergantung pada kerangka karbon dan gugus fungsional yang terdapat dalam molekul tersebut (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Spektrum massa merupakan data keluaran dari spektrometer massa dalam bentuk grafik grafik hubungan antara massa fragmen ion yang bermuatan positif dan kelimpahan relatif fragmen ion tersebut yang diperoleh dari tembakan elektron berenergi tinggi terhadap suatu molekul (Sastrohamidjojo, 1991). Spektrum massa terdiri atas puncak-puncak yang menyatakan suatu fragmen molekul dari senyawa tertentu. Intensitas puncak akan sebanding dengan kelimpahan relatif fragmen-fragmen tersebut. Puncak tertinggi dalam spektrum disebut puncak dasar dan diberi nilai intensitas sebesar 100% (Silverstein, *et al.*, 2005). Karakterisasi komponen dilakukan dengan membandingkan spektra massa senyawa yang diperoleh dengan spektra massa yang terdapat dalam pustaka yang disimpan dalam komputer di spektrometer massa (Sastrohamidjojo, 2004).

Pola fragmentasi pada setiap senyawa adalah spesifik dan khas. Pola fragmentasi untuk beberapa senyawa adalah (Silverstein, *et al.*, 2005):

1. Eter aromatik

Puncak ion molekular pada eter aromatik tampak sangat jelas. Pemutusan utama terjadi pada ikatan β terhadap

cincin benzena. Ion yang terbentuk pertama kali dapat terdekomposisi lebih lanjut menjadi fragmen-fragmen. Misalnya fragmentasi yang terjadi pada senyawa anisol (C₇H₈O). Pemutusan radikal –CH₃ menghasilkan m/z 93 dan pemutusan –CO lebih lanjut menghasilkan m/z 65. Puncak karakteristik dari aromatik dimungkinkan muncul pada m/z 78 dan 77 (Silverstein, *et al.*, 2005)

1.
$$CH_3$$
 CH_3 CH_4 CH_5 CH_5

Gambar 2.10 Pola fragmentasi untuk senyawa eter aromatik

2. Hidrokarbon aromatik

Spektra massa dari senyawa hidrokarbon menunjukkan puncak ion molekular yang sangat kuat. Fragmentasi suatu gugus alkil yang terikat pada cincin akan teriadi pada posisi benzilik benzena membentuk ion fragmen dengan rumus $C_7H_7^+$ (m/z 91). Pada spektra massa senyawa toluena, kehilangan sebuah atom hidrogen dari ion molekular akan menghasilkan puncak yang kuat pada m/z 91 (karbokation benzilik). Karbokation benzilik tersebut akan mengalami penataan ulang untuk membentuk ion tropilium. Puncak yang sering teramati adalah pada m/z 65 yang dihasilkan dari eliminasi molekul asetilen netral dari ion tropilium (Pavia, et al., 1992).

Gambar 2.11 Pola fragmentasi untuk senyawa toluena

2.6 Hipotesis

Senyawa isoeugenol dapat disintesis dari bahan dasar eugenol, katalis basa heterogen KF/Al_2O_3 dan pelarut dietilen glikol melalui reaksi isomerisasi dimana semakin lama waktu reaksi, maka semakin banyak isoeugenol yang terbentuk, akan tetapi waktu reaksi akan mencapai optimum pada waktu tertentu.



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan mulai bulan Juni 2010 sampai Desember 2010. Isomerisasi eugenol dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Brawijaya Malang, analisis komponen dan kadar hasil reaksi isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa dilaksanakan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Universitas Brawijaya Malang dan proses penguapan air dari katalis KF/Al₂O₃ menggunakan alat pengering beku (*Freeze Dryer*) dilaksanakan di Laboratorium Nutrisi dan Makanan Ternak Jurusan Nutrisi dan Makanan Ternak Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat KG-SM GCMS-QP 2010 SHIMADZU, seperangkat alat pengering beku (*Freeze Dryer*) LEYBOLD, pH meter CG-820, seperangkat alat refluk, penangas minyak, gelas kimia 100 mL dan 250 mL, batang pengaduk, termometer 200 °C, corong pisah 500 mL, pipet ukur 1 mL dan 10 mL, corong gelas, pipet tetes, corong tetes 100 mL, labu ukur 100 mL, gelas ukur 100 mL, gelas arloji, mortar, cawan porselain, piknometer 1 mL, desikator, oven, neraca analitik, botol sampel 3 mL dan 5 mL, kertas saring, pengaduk magnet, dan alumunium foil.

3.2.2 Bahan sampel

Bahan sampel untuk penelitian ini adalah eugenol dari minyak cengkeh yang diperoleh dari produksi rakyat Wlingi Kabupaten Blitar.

3.2.3 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain eugenol, padatan kalium fluorida p.a, padatan alumina, asam klorida 37 % p.a, toluen p.a, magnesium sulfat heptahidrat p.a, dietilen glikol p.a, aquades dan aquadem.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Preparasi alat dan bahan penelitian
- 2. Preparasi MgSO₄ anhidrat dari MgSO₄. 7H₂O
- 3.Pembebasan molekul H₂O pada eugenol menggunakan MgSO₄ anhidrat
- 4. Penentuan berat jenis eugenol
- 5. Pembuatan katalis heterogen KF/Al₂O₃
- 6. Analisis kadar dan komponen eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)
- 7. Analisis kadar dan komponen isoeugenol standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)
- 8. Isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol
- 9. Analisis kadar dan komponen hasil reaksi isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi MgSO₄ anhidrat dari MgSO₄.7H₂O

Preparasi MgSO₄ anhidrat dari MgSO₄.7H₂O dilakukan melalui penggerusan MgSO₄.7H₂O sebanyak 20 g menggunakan mortar hingga berbentuk serbuk halus. MgSO₄.7H₂O yang berbentuk serbuk halus tersebut dipindahkan ke dalam cawan porselain dan ditimbang massanya, kemudian dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 24 jam. Selanjutnya, cawan porselain yang berisi MgSO₄.7H₂O dikeluarkan dan dimasukkan ke dalam desikator terlebih dahulu sebelum dilakukan penimbangan. Berdasarkan hasil penimbangan, diketahui perubahan massa MgSO₄.7H₂O. Cawan porselain yang berisi MgSO₄.7H₂O dimasukkan kembali ke dalam oven selama 1 jam atau sampai perubahan massa MgSO₄.7H₂O konstan saat penimbangan. Selanjutnya, MgSO₄ anhidrat disimpan dalam desikator.

3.4.2 Pembebasan molekul H_2O pada eugenol menggunakan $MgSO_4$ anhidrat

Eugenol sebanyak 10~mL dimasukkan ke dalam gelas kimia kapasitas 250~mL, kemudian $MgSO_4$ anhidrat ditambahkan ke dalam eugenol tersebut dengan cara sedikit demi sedikit sambil diamati

kumpulan serbuk $MgSO_4$ hidrat. Penambahan $MgSO_4$ anhidrat dilakukan sampai tidak terbentuk kumpulan serbuk $MgSO_4$ hidrat pada eugenol. Hal ini menunjukkan bahwa sudah tidak terdapat molekul H_2O pada eugenol.

3.4.3 Penentuan berat jenis eugenol

Penentuan berat jenis eugenol dilakukan dengan menggunakan piknometer kapasitas $1\,$ mL melalui penimbangan. Piknometer kosong mula-mula ditimbang, kemudian eugenol bebas H_2O dimasukkan ke dalam piknometer, dikeringkan bagian luar piknometer dan ditimbang kembali sebagai massa piknometer dan eugenol. Massa eugenol diperoleh dari selisih massa piknometer dan eugenol dengan massa piknometer awal, sedangkan berat jenis eugenol diperoleh dengan membagi massa eugenol dengan volume eugenol dalam piknometer yaitu $1\,$ mL. Persamaan untuk mencari berat jenis yaitu :

 $BJ = \frac{Massa Eugenol}{Volume Eugenol}$

3.4.4 Preparasi katalis heterogen KF/Al₂O₃

Kalium fluorida (KF) sebanyak 3,48 g (0,06 mol) dilarutkan dalam 25 mL aquadem, sedangkan alumina (Al₂O₃) sebanyak 0,5202 g (0,0051 mol) ditambah 10 mL aquadem dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 menit. Selanjutnya, larutan KF dituang ke dalam larutan Al₂O₃ dan diaduk menggunakan pegaduk magnet selama 30-45 menit. Campuran antara KF dan Al₂O₃ dibekukan dalam pendingin kemudian aquadem diuapkan dari campuran dengan cara dimasukkan ke dalam pengering beku (*freeze dryer*). Padatan yang telah kering disimpan dalam desikator yakum.

3.4.5 Analisis komponen dan kadar eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Eugenol sebanyak 0,2 µL diinjeksikan masing-masing dengan menggunakan *syringe* mikro melalui septum pada instrumen KG-SM GCMS-QP 2010 SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis Kolom : Rtx-Wax (fasa diam : 100 % polietilen glikol)

Panjang Kolom : 30 meter

Temperatur Kolom : 125-250 °C (5 °C/menit)

Temperatur Injektor : 250 °C
Temperatur Detektor : 250 °C
Gas Pembawa : Helium
Aliran Gas : 1,2 mL/menit
Waktu awal : 2 menit
Waktu akhir : 40 menit

Data berupa kromatrogram ionik total KG-SM dan spektrum massa eugenol reaktan disertai dengan data pustaka WILEY7.LIB yang berisi tabulasi kemungkinan struktur senyawa tersebut. Selanjutnya adalah interpretasi spektrum massa melalui fragmentasi yang mungkin dialami oleh masing-masing senyawa penyusun eugenol dengan pendekatan kesamaan pola fragmentasi yang paling mendekati data pustaka WILEY7.LIB.

3.4.6 Analisis komponen dan kadar isoeugenol standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Isoeugenol standar sebanyak 0,2 µL diinjeksikan masingmasing dengan menggunakan *syringe* mikro melalui septum pada instrumen KG-SM GCMS-QP 2010 SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis Kolom : Rtx-Wax (fasa diam : 100

% polietilen glikol)

Panjang Kolom : 30 meter

Temperatur Kolom : 125-250 °C (5 °C/menit)

Temperatur Injektor : 250 °C | : 250 °C | : 250 °C | : Helium | : 1,2 mL/menit

Waktu awal
Waktu akhir

2 menit
2 menit
3 da menit

Data berupa kromatrogram ionik total KG-SM dan spektrum massa isoeugenol standar disertai dengan data pustaka WILEY7.LIB yang berisi tabulasi kemungkinan struktur senyawa tersebut. Selanjutnya adalah interpretasi spektrum massa melalui fragmentasi yang mungkin dialami oleh masing-masing senyawa penyusun

isoeugenol standar dengan pendekatan kesamaan pola fragmentasi yang paling mendekati data pustaka WILEY7.LIB.

3.4.7 Isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol

Katalis KF/Al₂O₃ sebanyak 4,26 g (0,0297 mol) dan 40 mL dietilen glikol (0,4207 mol) dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnet, termometer 200 °C, kondensor dan penangas minyak, kemudian dilakukan pengadukan. Selanjutnya, eugenol sebanyak 1,28 g (0,0099 mol) dimasukkan ke dalam campuran dengan cara tetes demi tetes melalui corong tetes kapasitas 100 mL dan direfluk pada temperatur 180 °C dengan waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam. Perhitungan waktu dimulai saat eugenol diteteskan ke dalam campuran antara pelarut dietilen glikol dan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ pada temperatur 180 °C. Campuran didinginkan, disaring dan filtrat ditampung menggunakan gelas kimia kapasitas 250 mL. Filtrat ditambah 50 mL aquades, kemudian ditambah larutan HCl 10 % dengan cara sedikit demi sedikit hingga pH 7. Selanjutnya, campuran diekstraksi dengan 15 mL toluen menggunakan corong pisah kapasitas 500 mL sebanyak tiga kali dan dipisahkan fasa organiknya. Fasa organik dicuci dengan aquades hingga fasa airnya bersifat netral dan dikeringkan dengan MgSO₄ anhidrat. Sisa toluen yang terdapat pada fasa organik diuapkan dengan gas N2 dan ditimbang hingga masanya konstan.

3.4.8 Analisis komponen dan kadar hasil isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Sampel hasil isomerisasi sebanyak 0,2 μ L selama 1,5;2;2,5; dan 3 jam masing-masing diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* mikro melalui septum pada instrumen KG-SM GCMS-QP 2010 SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis Kolom : Rtx-Wax (fasa diam : 100

% polietilen glikol)

Panjang Kolom : 30 meter

Temperatur Kolom : 125-250 °C (5 °C/menit)

Temperatur Injektor : 250 °C
Temperatur Detektor : 250 °C
Gas Pembawa : Helium

Aliran Gas : 1,2 mL/menit
Waktu awal : 2 menit
Waktu akhir : 40 menit

Data berupa kromatrogram ionik total KG-SM dan spektrum massa hasil isomerisasi eugenol disertai dengan data pustaka WILEY7.LIB yang berisi tabulasi kemungkinan struktur senyawa tersebut. Selanjutnya adalah interpretasi spektrum massa melalui fragmentasi yang mungkin dialami oleh masing-masing senyawa penyusun hasil isomerisasi eugenol dengan pendekatan kesamaan pola fragmentasi yang paling mendekati data pustaka WILEY7.LIB.

3.5 Analisis Data

Hasil analisis Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM) digunakan untuk mengetahui kadar dan komponen hasil isomerisasi eugenol, sedangkan pengaruh waktu reaksi terhadap kadar isoeugenol (hasil isomerisasi eugenol) dapat diketahui melalui grafik hubungan antara waktu reaksi terhadap % area (kadar) yang diperoleh dari kromatogram ionik total hasil analisis menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Katalis Basa Heterogen KF/Al₂O₃ Menggunakan Pelarut Dietilen Glikol

Eugenol merupakan senyawa penyusun utama minyak cengkeh dengan kadar 70-95 %. Eugenol dapat diubah menjadi senyawa yang lebih berdaya guna, yaitu isoeugenol yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan vanili sintetis. Senyawa tersebut diperoleh melalui reaksi isomerisasi eugenol. Untuk mengetahui profil dan pengaruh waktu reaksi terhadap kadar isoeugenol yang dihasilkan dari reaksi isomerisasi eugenol maka dilakukan variasi waktu reaksi isomerisasi. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam berupa cairan kental yang berwarna coklat tua pekat. Hasil tersebut menunjukkan perbedaan warna jika dibandingkan dengan warna eugenol sebelum isomerisasi (kuning pucat). Gambar eugenol sebelum isomerisasi dan hasil isomerisasi eugenol disajikan pada Lampiran L.20.2.

Pada proses reaksi isomerisasi eugenol, katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dan dietilen glikol dipanaskan dan diaduk menggunakan pengaduk magnet. Dietilen glikol ($\varepsilon = 3,182$) merupakan pelarut polar protik yang bersifat relatif kurang polar terhadap eugenol (ε = 9,55) sehingga dietilen glikol dapat menghomogenkan eugenol dengan mudah. Oleh karena itu, dietilen glikol berperan sebagai media reaksi antara eugenol dan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃. Selain itu, dietilen glikol memiliki titik didih yang tinggi yaitu 245,8 °C sehingga pada saat reaksi isomerisasi berlangsung tidak akan menguap. Hal ini dikarenakan temperatur yang digunakan pada reaksi isomerisasi eugenol cukup tinggi vaitu 180 °C. Pemilihan temperatur reaksi isomerisasi eugenol sebesar 180 °C didasarkan atas penelitian yang dilakukan oleh Radhakrisna et. al (1990) mengenai isomerisasi eugenol dengan menggunakan katalis heterogen KF/Al₂O₃ pada temperatur 200 °C. Penggunaan temperatur 200 °C menimbulkan masalah, yaitu temperaturnya tidak tetap sehingga temperatur diturunkan menjadi 180 °C. Hal ini dikarenakan pada reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dibutuhkan kondisi temperatur yang tetap. Selanjutnya, eugenol diteteskan dengan cara sedikit demi sedikit ke dalam campuran (katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ dan dietilen glikol) dan direfluk dengan waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam pada temperatur 180 °C. Perhitungan waktu dimulai pada saat eugenol diteteskan ke dalam campuran antara pelarut dietilen glikol dan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃ pada 180 °C. Proses refluk dimaksudkan untuk memberi kesempatan cairan refluk dan atau uap refluk untuk mengadakan kontak ulang dalam kolom refluk (kondensor). Selain itu, proses refluk dilakukan untuk menyempurnakan reaksi isomerisasi dan menaikkan probabilitas tumbukan antar molekul sehingga dapat meningkatkan pembentukan produk.

Hasil refluk didinginkan pada temperatur ruang dan disaring menggunakan kertas saring. Penyaringan dilakukan untuk memisahkan hasil refluk dari katalis basa heterogen KF/Al₂O₃. Selanjutnya, hasil refluk ditambah aquades dan diukur pH larutannya, serta dilakukan penambahan larutan HCl 10 % dengan cara sedikit demi sedikit sampai pH 7. Penambahan larutan HCl 10 % berfungsi untuk menghidrolisis isoeugenolat menjadi isoeugenol dan garam KCl. Penambahan larutan HCl 10 % sampai pH 7 dikarenakan pada pH tersebut semua ion K⁺ sudah dilepaskan dari isoeugenolat sehingga ion K⁺ bereaksi dengan ion Cl⁻ membentuk garam KCl yang bersifat netral. Pemisahan isoeugenolat dari ion K⁺ dapat meningkat karena adanya ion H⁺ dalam larutan yang kemudian diabstraksi oleh isoeugenolat untuk membentuk senyawa isoeugenol. Selanjutnya campuran diekstraksi dengan toluen sebanyak tiga kali dan dipisahkan fasa organiknya. Proses ini dilakukan untuk memisahkan fasa organik (isoeugenol) dengan garam KCl yang terbentuk pada saat reaksi hidrolisis. Fasa organik diektraksi dengan aquades hingga fasa airnya bersifat netral. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan sisa asam dalam larutan. Selanjutnya fasa organik ditambah MgSO₄ anhidrat hasil dari preparasi MgSO₄.7H₂O (perhitungan terlampir pada Lampiran L.3). MgSO₄ anhidrat berfungsi untuk mengikat molekul air yang terdapat dalam fasa organik. MgSO₄ anhidrat digunakan karena senyawa tersebut bersifat inert, netral, dan mempunyai kapasitas hidrat yang tinggi karena mampu mengikat hingga 7 molekul hidrat yang terdapat dalam sampel. MgSO₄ anhidrat diperoleh dari pemanasan MgSO₄.7H₂O pada temperatur 120 °C selama 24 jam, kemudian dilakukan pemanasan berulang pada temperatur 120 °C selama 1 jam, hingga diperoleh massa tetap. MgSO₄ anhidrat ditambahkan ke dalam fasa organik hingga tidak terbentuk kumpulan serbuk MgSO₄ hidrat. Hal

tersebut merupakan indikasi telah terikatnya semua molekul air yang terdapat dalam fasa organik. Selanjutnya residu MgSO₄ hidrat dipisahkan dari fasa organik dengan proses penyaringan. Fasa organik yang telah terbebas dari air dialiri gas N₂ untuk menguapkan seluruh pelarut (toluen) hingga massa larutan konstan. Gas N₂ dapat menguapkan pelarut toluen dikarenakan gas tersebut mempunyai temperatur yang rendah yaitu -195,8 °C sehingga tekanan uapnya juga rendah. Jika fasa organik yang mengandung pelarut toluen dialiri gas N₂, maka tekanan uap dalam fasa organik tersebut lebih rendah jika dibandingkan dengan tekanan udara luar, akibatnya toluen dapat menguap. Proses penguapan terjadi jika tekanan di dalam sistem lebih rendah atau sama dengan tekanan lingkungan. Setelah dilakukan reaksi isomerisasi terhadap eugenol minyak cengkeh, perubahan komponen penyusun eugenol secara kualitatif dan kuantitatif dapat diketahui melalui analisis hasil isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).

Pada proses reaksi isomerisasi eugenol, katalis yang digunakan adalah KF/Al₂O₃ yang merupakan katalis basa heterogen. Penggunaan katalis heterogen pada reaksi isomerisasi eugenol memberikan proses pemisahan yang lebih mudah antara produk dengan katalis jika dibandingkan dengan katalis homogen. Hal ini dikarenakan antara produk dengan katalis mempunyai fasa yang berbeda, katalis berfasa padat, sedangkan produk berfasa cair. Kalium fluorida jika direaksikan dengan alumina dan H₂O akan menghasilkan senyawa K₃AlF₆ dan KOH. Reaksi tersebut disajikan pada persamaa 4.1.

$$12 \text{ KF} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{ H}_2\text{O} \longrightarrow 2 \text{ K}_3\text{AlF}_6 + 6 \text{ KOH}$$
 (4.1)

Al₂O₃ berfungsi untuk menghasilkan basa KOH. Senyawa KOH yang dihasilkan dari reaksi antara KF dengan Al₂O₃ dan H₂O bertindak sebagai basa kuat yang kemudian tersolvasi dalam pelarut dietilen glikol. Dietilen glikol merupakan pelarut polar protik yang dapat melepas proton sehingga mudah mensolvasi basa KOH. Selain itu, dietilen glikol juga berperan sebagai media reaksi antara eugenol dan KOH. KOH tersolvasi dalam pelarut dietilen glikol (Gambar 4.1) sehingga dihasilkan ion OH⁻ sebagai basa dalam mekanisme reaksi isomerisasi eugenol.

Gambar 4.1 Reaksi KOH dan dietilen glikol

Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol menggunakan basa KOH yang dihasilkan dari reaksi antara KF dengan Al₂O₃ dan H₂O, serta pelarut dietilen glikol diduga oleh Sastrohamidjojo (1981) sesuai dengan persamaan 1 sampai 4 yang disajikan pada Gambar 4.2 dan Gambar 4.3.

$$H_{3}CO \longrightarrow H_{3}CO \longrightarrow H_{3}CO \longrightarrow H_{2}O$$

$$Eugenol \qquad Kalium Eugenolat$$

$$H_{3}CO \longrightarrow H_{3}CO \longrightarrow H_{3}$$

Gambar 4.2 Tahap pertama dan kedua mekanisme reaksi isomerisasi eugenol dengan basa KOH

Atom H yang terikat pada atom O diserang oleh ion OH sebagai basa kuat yang dihasilkan dari proses solvasi KOH dalam pelarut dietilen glikol. Serangan ion OH pada atom H dipengaruhi oleh tingkat keasaman atom H tersebut. Apabila atom H semakin asam, maka ion OH akan semakin mudah untuk mengabstraksi atom H. Pada gugus fenil eugenol, atom O yang mengikat atom H bersifat sangat elektronegatif sehingga tingkat keasaman pada atom H juga relatif tinggi (Gambar 2.7). Pada tahap pertama ini dihasilkan kalium eugenolat. Selain itu, ion OH dari KOH juga menyerang atom H

yang terikat pada atom C_{α} sehingga menyebabkan atom C_{α} kelebihan elektron dan membentuk karbanion yang tidak stabil. Karbanion yang tidak stabil tersebut akan berusaha mencapai bentuk yang stabil, yaitu dengan beresonansi membentuk posisi ikatan rangkap terkonjugasi. Pada proses resonansi, elektron pada atom C_{α} akan berpindah ke atom C tetangga yaitu atom C_{β} sehingga membentuk ikatan rangkap, sedangkan ikatan rangkap pada C_{β} dan C_{γ} terputus membentuk ikatan tunggal dan sepasang elektron berpindah ke atom C_{γ} . Akibatnya atom C_{γ} kelebihan elektron sehingga bermuatan negatif. Pada tahap kedua ini dihasilkan karbanion yang stabil.

$$H_3CO$$
 H_3CO
 H_3C

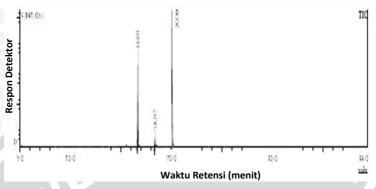
Gambar 4.3 Tahap ketiga dan keempat mekanisme reaksi isomerisasi eugenol dengan basa KOH

Pada tahap ketiga, atom C_{γ} yang bermuatan negatif akan mengabstraksi atom H yang berasal dari H_2O (terbentuk pada saat reaksi antara eugenol dengan ion OH^-) sehingga terbentuk kalium isoeugenolat. Pada tahap akhir reaksi isomerisasi eugenol, atom O yang terikat pada benzena mengabstraksi atom H dari HCl sehingga menghasilkan senyawa isoeugenol dan garam KCl.

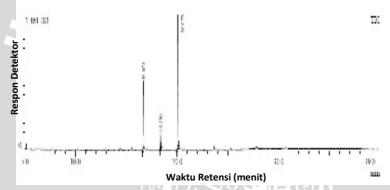
4.2 Analisis Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Hasil isomerisasi eugenol minyak cengkeh dianalisis menggunakan KG-SM untuk mengetahui kadar dan komponennya. Hasil analisis KG-SM menghasilkan kromatogram berupa TIC (*Total Ionic Chromatogram*) dan spektrum massa. TIC digunakan untuk menentukan profil komponen hasil isomerisasi eugenol, sedangkan spektrum massa digunakan untuk menentukan struktur senyawa penyusun hasil isomerisasi eugenol. Analisis KG-SM ini menggunakan kolom Rtx-Wax yang mengandung fasa diam 100 % polietilen glikol yang bersifat polar (Restek, 2010).

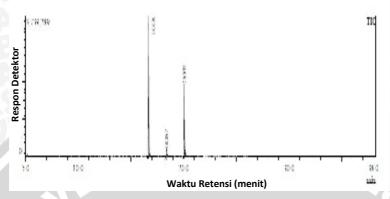
Masing-masing puncak pada kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dipindai sehingga dihasilkan spektrum massa dan diinterpretasi pola fragmentasinya. Spektrum massa merupakan data keluaran dari spektrometer massa dalam bentuk grafik hubungan antara massa fragmen ion yang bermuatan positif dan kelimpahan relatif fragmen ion tersebut (Sastrohamidjojo, 1991). Kelimpahan menunjukkan jumlah relatif fragmen ion dalam senyawa serta kestabilan relatif fragmen ion tersebut dalam ruang pengion spektrometer massa. Fragmen ion yang kurang stabil dengan segera akan mengalami pemecahan pada ruang pengion dan kemungkinan terdeteksi pada detektor semakin kecil sehingga kelimpahannya pada spektrum massa menjadi kecil.



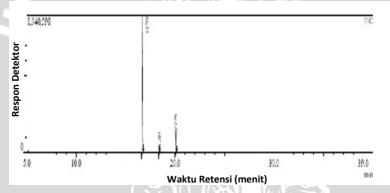
Gambar 4.4 Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 1,5 jam



Gambar 4.5 Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2 jam



Gambar 4.6 Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2,5 jam



Gambar 4.7 Kromatogram ionik total KG-SM hasil reaksi isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 3 jam

Hasil analisis menggunakan KG-SM dengan kolom Rtx-Wax menunjukkan kromatogram ionik total dengan tiga puncak senyawa terbesar dalam sampel hasil isomerisasi eugenol (% area > 1). Kromatogram KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam disajikan pada Gambar 4.4, Gambar 4.5, Gambar 4.6 dan Gambar 4.7.

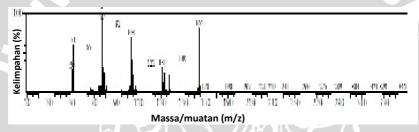
Tabel 4.1 Data % area dan waktu retensi komponen hasil isomerisasi eugenol dengan variasi waktu reaksi 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam menggunakan KG-SM

No.	Waktu Reaksi (jam)	Puncak	Waktu Retensi (menit)	% Area
	1,5	1	16,677	37,55
1.		2	18,377	6,96
		3	20,080	55,49
	2	1	16,675	31,22
2.		2	18,383	6,99
		3	18,383	61,78
	2,5	1	16,691	62,37
3.		$\sqrt{2}$	18,387	3,64
		3	20,079	33,63
	3	7 1	16,706	86,29
4.		2	18,387	1,18
		3	20,079	12,53

Urutan puncak komponen pada kromatogram ionik total dipengaruhi oleh interaksi komponen tersebut dengan fasa diam yang dalam kolom kromatografi gas. Kolom Rtx-Wax mempunyai fasa diam yang bersifat polar (Restek, 2010), sehingga komponen hasil reaksi isomerisasi eugenol yang bersifat polar akan tertahan pada kolom karena interaksinya yang sangat kuat dengan fasa diam, sedangkan komponen yang bersifat non polar akan keluar terlebih dahulu dari kolom karena interaksinya yang lemah dengan fasa diam (Hendayana, 2006). Menurut Sax dan Lewis (1987), titik didih eugenol 250-255 °C, titik didih cis-isoeugenol 262-265 °C, sedangkan titik didih trans-isoeugenol 271-274 °C. Titik didih eugenol<cis-isoeugenol<trans-isoeugenol sehingga senyawa yang mempunyai titik didih tinggi, yaitu trans-isoeugenol akan semakin lama terelusi dalam kolom dan menghasilkan waktu retensi yang semakin lama pula. Berdasarkan Gambar 4.4, Gambar 4.5, Gambar 4.6 dan Gambar 4.7, puncak 1, 2, dan 3 diduga berturut-turut adalah senyawa eugenol, cis-isoeugenol, dan trans-isoeugenol. Kadar (% area) komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam disajikan pada Tabel 4.1. Kadar tertinggi dari senyawa yang diduga trans-isoeugenol dan cisisoeugenol diperoleh pada waktu reaksi selama 2 jam berturut-turut sebesar 61,78 % dan 6,99 %.

Pada rangkaian alat instrumen KG-SM, spektrometer massa bertindak sebagai detektor yang mendeteksi lebih lanjut senyawa hasil isomerisasi eugenol yang terelusi dari kolom kromatografi gas. Masing-masing puncak pada kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dipindai sehingga dihasilkan spektrum massa dan diinterpretasi pola fragmentasinya.

Hasil analisis spektrometer massa terhadap hasil isomerisasi eugenol pada waktu reaksi selama 2 jam dengan waktu retensi 16,675 menit (Tabel 4.1) menghasilkan spektrum massa pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit

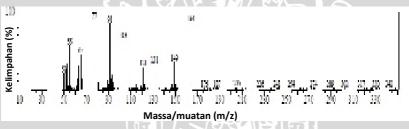


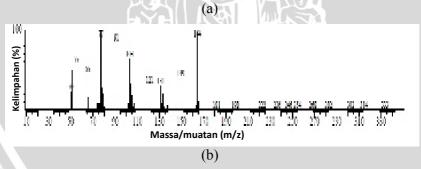
Gambar 4.9 Pola fragmentasi yang disarankan untuk eugenol

Spektrum massa pada Gambar 4.8 menunjukkan adanya puncak 51, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149, dan 164. Puncak m/z 134 dihasilkan dari pelesasan –OCH₂ pada puncak ion m/z 164, kemudian terjadi pelepasan –H sehingga dihasilkan puncak m/z 133. Puncak m/z 133 terjadi pelepasan secara berturut-turut, yaitu pelepasan –OH, -C₂H₃, dan –CH₂ sehingga dihasilkan puncak m/z 77

yang kemudian terurai lebih lanjut menghasilkan puncak m/z 51. Puncak m/z 91 yang dihasilkan dari pelepasan —C₂H₃ beresonansi membentuk ion tropilium. Puncak m/z 65 dihasilkan dari pelepasan — C₂H₂ pada ion trolipium. Puncak m/z 149 dihasilkan dari pelepasan — CH₃ pada puncak ion m/z 164, kemudian terjadi pelepasan —CO sehingga dihasilkan puncak m/z 121. Selain itu, puncak 149 terjadi pelepasan secara berturut-turut, yaitu pemutusan —OH dan —CO sehingga dihasilkan puncak m/z 103. Puncak m/z 103 terurai lebih lanjut menghasilkan puncak m/z 55. Data pustaka WILEY7.LIB menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai kemiripan dengan pola fragmentasi senyawa eugenol (Lampiran L.19.1). Pola fragmentasi yang disarankan dari senyawa tersebut disajikan pada Gambar 4.9.

Hasil analisis spektrometer massa terhadap hasil isomerisasi eugenol pada waktu reaksi selama 2 jam dengan waktu retensi 18,383 menit dan 20,075 menit (Tabel 4.1) menghasilkan spektrum massa pada Gambar 4.10.

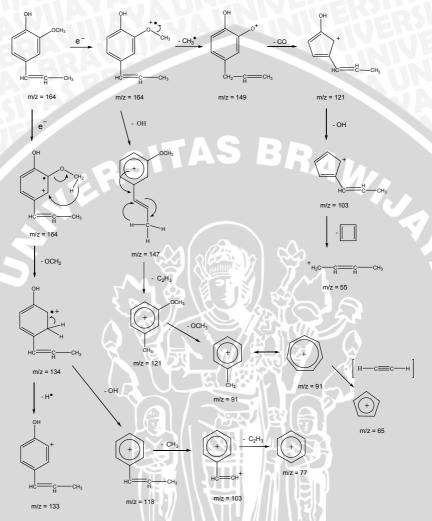




Gambar 4.10 Spektrum massa:

a. Komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,383 menit

b. Komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,075 menit

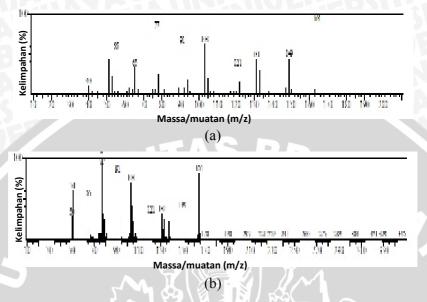


Gambar 4.11 Pola fragmentasi yang disarankan untuk isoeugenol

Spektrum massa pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya puncak 51, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149, dan 164. Puncak m/z 134 dihasilkan dari pelesasan –OCH₂ pada puncak ion m/z 164, kemudian terjadi pelepasan –H sehingga dihasilkan puncak m/z 133. Selain itu, puncak m/z 134 mengalami pelepasan –OH sehingga dihasilkan puncak m/z 118. Puncak m/z 118 terjadi pelepasan secara berturut-turut, yaitu pelepasan –CH₃ dan –C₂H₃ sehingga dihasilkan

puncak m/z 77. Puncak m/z 149 dihasilkan dari pelepasan –CH₃ pada puncak ion m/z 164, kemudian pada puncak m/z 149 terjadi pelepasan secara berturut-turut, yaitu pelepasan -CO dan -OH sehingga dihasilkan puncak m/z 103. Puncak m/z 103 tersebut terurai lebih lanjut menghasilkan puncak m/z 55. Puncak m/z 147 dihasilkan dari pelepasan -OH pada puncak ion m/z 164, kemudian pada 147 teriadi pelepasan secara berturut-turut, yaitu puncak m/z pelepasan -C₂H₃ dan -OCH₃ sehingga dihasilkan puncak m/z 91. Selanjutnya, puncak m/z 91 beresonansi membentuk ion tropilium. Puncak m/z 65 dihasilkan dari pelepasan -C₂H₂ pada ion tropilium. Data pustaka WILEY7.LIB menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai kemiripan dengan pola fragmentasi senyawa cisisoeugenol dan trans-isoeugenol (Lampiran L.19.2 dan L.19.3). Pola fragmentasi yang disarankan dari senyawa tersebut disajikan pada Gambar 4 11

Identifikasi puncak kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol juga dilakukan melalui analisis kualitatif, yaitu dengan membandingkan spektrum massa hasil isomerisasi eugenol dengan isoeugenol standar dan eugenol. Apabila kedua spektrum massa tersebut identik, maka tiap-tiap puncak dapat diidentifikasi pada kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol. Spektrum massa eugenol dan hasil isomerisasi eugenol pada waktu reaksi selama 2 jam disajikan pada Gambar 4.12.

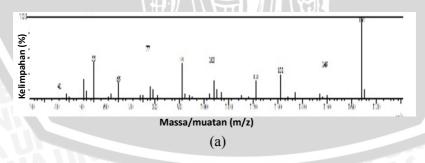


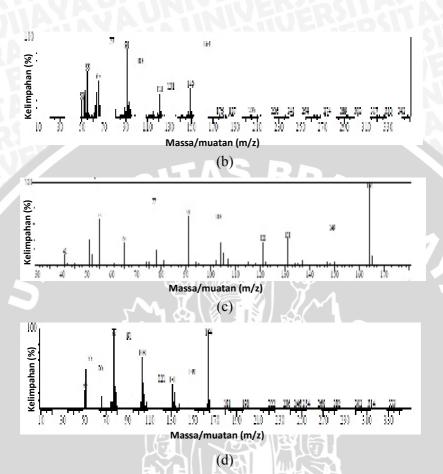
Gambar 4.12 Spektrum massa:

a. Eugenol dengan waktu retensi 16,579 menit b.Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit

Berdasarkan Gambar 4.12 dapat diketahui bahwa spektrum massa hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit identik dengan spektrum massa eugenol dengan waktu retensi 16,579 menit. Dengan demikian dapat ditegaskan bahwa puncak dengan waktu retensi 16,675 menit merupakan eugenol.

Spektrum massa isoeugenol standar dan hasil isomerisasi eugenol pada waktu reaksi 2 jam disajikan pada Gambar 4.13.





Gambar 4.13 Spektrum massa:

- a. Isoeugenol standar dengan waktu retensi 18,211 menit
- b. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,383 menit
- c. Isoeugenol standar dengan waktu retensi 19,988
- d. Hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20.075 menit.

Berdasarkan Gambar 4.13 dapat diketahui bahwa spektrum massa hasil isomerisasi eugenol pada waktu retensi 18,383 menit identik dengan spektrum massa isoeugenol standar pada waktu retensi 18,211 menit, sedangkan spektrum massa hasil isomerisasi eugenol pada waktu 20,075 menit identik dengan spektrum massa isoeugenol standar pada waktu retensi 19,988 menit. Dengan demikian dapat ditegaskan bahwa hasil isomerisasi eugenol pada waktu retensi 18,383 menit dan 20,075 menit merupakan isoeugenol.

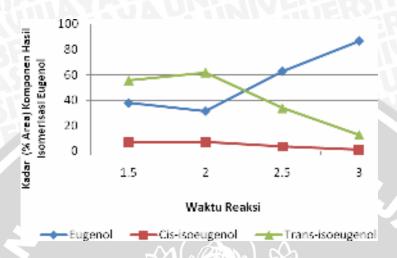
4.3 Penentuan Waktu Optimum Isomerisasi Eugenol

Penentuan waktu optimum isomerisasi eugenol dilakukan berdasarkan analisis data kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol pada berbagai waktu reaksi selama 1,5; 2; 2,5; dan 3 jam. Profil kadar (% area) komponen hasil isomerisasi eugenol pada tiap waktu reaksi ditunjukkan melalui grafik hubungan waktu reaksi terhadap % area komponen hasil isomerisasi eugenol pada temperatur 180 °C seperti yang disajikan pada Gambar 4.14 dan Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data % area komponen hasil reaksi isomerisasi eugenol

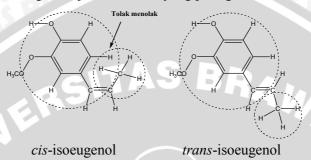
	Komponen	人人はっ	Waktu Reaksi (jam)		
No.	Hasil Reaksi	1,5	2	2,5	3
	Isomerisasi	% Area	% Area	% Area	% Area
1.	Eugenol	37,55	31,22	62,73	86,29
2.	Cis-isoeugenol	6,96	6,99	3,64	1,18
3.	Trans-isoeugenol	55,49	61,78	33,63	12,53

Grafik yang tersaji pada Gambar 4.14 menunjukkan adanya pengaruh waktu reaksi terhadap kadar (% area) komponen hasil isomerisasi eugenol pada temperatur 180 °C. Hal tersebut ditunjukkan dengan profil kadar senyawa yang diduga *trans*-isoeugenol dan *cis*-isoeugenol yang mula-mula mengalami kenaikan kemudian mengalami penurunan, serta profil kadar eugenol yang mula-mula mengalami penurunan kemudian mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya waktu reaksi.



Gambar 4.14 Grafik hubungan waktu reaksi terhadap % area komponen hasil isomerisasi eugenol pada temperatur 180 °C

Berdasarkan grafik yang disajikan pada Gambar 4.14 dapat diketahui bahwa pada waktu reaksi selama 1,5 dan 2 jam terjadi kenaikan kadar senyawa trans-isoeugenol yaitu dari 55,49 % menjadi 61,78 % dan juga cis-isoeugenol yaitu dari 6,96 % menjadi 6,99 %, sedangkan pada senyawa eugenol terjadi penurunan kadar yaitu dari 37,55 % menjadi 31,22 %. Namun, pada waktu reaksi selama 2,5 dan 3 jam terjadi penurunan kadar produk isomerisasi baik transisoeugenol maupun cis-isoeugenol yang diikuti dengan kenaikan kadar eugenol. Hal ini menunjukkan bahwa waktu reaksi optimum dari reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol adalah 2 jam. Waktu reaksi 2 jam merupakan waktu optimum dimana energi pemanasan dengan temperatur 180 °C dapat membantu reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol. Hal tersebut ditunjukkan dengan meningkatnya kadar produk isomerisasi (trans-isoeugenol dan cis-isoeugenol) seiring dengan berkurangnya kadar reaktan (eugenol). Profil kadar senyawa trans-isoeugenol cenderung meningkat kemudian mengalami penurunan, sedangkan profil kadar senyawa cis-isoeugenol relatif konstan. Hal ini dikarenakan tolakan ruang zat antara karbanion (gugus alil dan fenol) pada transisoeugenol lebih rendah dibandingkan dengan karbanion cisisoeugenol sehingga menyebabkan trans-isoeugenol yang dihasilkan lebih banyak daripada *cis*-isoeugenol. Selain itu, bentuk geometri *trans*-isoeugenol lebih stabil dibandingkan dengan bentuk *cis*-isoeugenol. Sykes (1986) menyatakan bahwa di dalam reaksi kimia akan cenderung menuju ke keadaan yang paling stabil.



Gambar 4.15 Kestabilan struktur cis-isoeugenol dan trans-isoeugenol

semakin lama waktu reaksi umumnya, menggunakan metode refluk, maka produk yang terbentuk juga semakin meningkat. Hal ini dikarenakan pemanasan refluk akan meningkatkan tumbukan antar molekul reaktan sehingga probabilitas pembentukan produk juga meningkat seperti yang terjadi pada waktu reaksi selama 2 jam. Waktu reaksi selama 2 jam adalah waktu optimum reaksi isomerisasi eugenol dimana pada waktu tersebut merupakan titik puncak pembentukan isoeugenol. Namun, pada waktu reaksi selama 2,5 dan 3 jam terjadi penurunan kadar produk isomerisasi baik trans-isoeugenol maupun cis-isoeugenol. Hal ini dikarenakan setelah produk terbentuk secara optimum, maka dengan adanya pemanasan lebih lanjut menyebabkan tumbukan antar molekul terjadi secara terus-menerus sehingga diduga produk transisoeugenol dan cis-isoeugenol yang telah terbentuk menjadi tidak stabil dan mengurai kembali menjadi eugenol. Oleh karena itu, perpanjangan waktu reaksi selama 2,5 dan 3 jam tidak meningkatkan pembentukan isoeugenol. Cerveny et al. (1987) menyatakan bahwa semakin lama waktu pemanasan pada reaksi isomerisasi, maka semakin banyak isoeugenol yang terbentuk, akan tetapi waktu pemanasan akan mencapai optimum pada waktu pemanasan tertentu.

Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol merupakan reaksi kesetimbangan atau reaksi dapat balik. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.14 dimana kadar eugenol mengalami kenaikan pada waktu reaksi 2,5 jam dan 3 jam, yaitu dari 31,22 % menjadi 62,73 %

dan 86,29 %. Peningkatan kadar eugenol diduga karena adanya H₂O dalam sistem reaksi isomerisasi eugenol. Adanya H₂O pada jumlah tertentu dalam campuran reaksi isomerisasi eugenol menurunkan persentase produk isomerisasi eugenol. Berdasarkan penelitian Kadarohman dan Muchalal (2009) mengenai pengaruh H₂O pada hasil reaksi isomerisasi eugenol menggunakan KOH dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menyatakan bahwa adanya 2 mL H₂O dalam reaksi isomerisasi eugenol menghasilkan produk trans-isoeugenol 59,04 % dan eugenol sebesar 19,48 %, sedangkan produk hasil isomerisasi eugenol dengan adanya H₂O kurang dari 2 mL menghasilkan trans-isoeugenol 73,37 % dan eugenol 1,95 %. Adanya H₂O yang terdapat dalam sistem reaksi isomerisasi eugenol menyebabkan lebih tertariknya ion OH yang berfungsi sebagai basa ke H₂O daripada ke pelarut dietilen glikol sehingga atom H yang terikat pada atom O pada gugus fenil eugenol akan sulit untuk diabstraksi oleh ion OH akibatnya persentase isoeugenol rendah.

Pada penelitian ini, temperatur yang digunakan untuk reaksi isomerisasi eugenol sebesar 180 °C. Pada temperatur tersebut diperoleh waktu optimum selama 2 jam, sedangkan temperatur yang digunakan oleh Firdaus (2010) sebesar 150 °C dan diperoleh waktu optimum selama 6 jam dalam pelarut yang sama, yaitu dietilen glikol. Waktu optimum reaksi isomerisasi eugenol yang diperoleh menggunakan temperatur 180 °C lebih cepat jika dibandingkan dengan menggunakan temperatur 150 °C. Hal ini dikarenakan laju suatu reaksi kimia bertambah dengan naiknya temperatur. Menurut Keenan dkk. (1984), kenaikan 10 °C akan melipatgandakan dua atau tiga laju suatu reaksi. Hal ini dikarenakan persentase tabrakan yang mengakibatkan reaksi kimia menjadi lebih besar sehingga molekulmolekul akan memiliki kecepatan yang besar dan mempunyai energi yang cukup untuk bereaksi sehingga waktu reaksi akan menjadi lebih cepat.

BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN

4.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

- 1. Waktu reaksi yang digunakan dalam reaksi isomerisasi eugenol berpengaruh terhadap kadar dan komponen produknya, yaitu isoeugenol. Kadar optimum isoeugenol diperoleh pada waktu reaksi selama 2 jam
- 2.Komposisi komponen hasil reaksi isomerisasi eugenol pada waktu reaksi optimum yaitu eugenol, *trans*-isoeugenol, dan *cis*-isoeugenol dengan kadar berturut-turut sebesar 31,22 %, 61,78 %, dan 6,99 %.

4.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh temperatur terhadap laju reaksi pembentukan isoeugenol dengan menggunakan katalis basa heterogen KF/Al₂O₃.



DAFTAR PUSTAKA

- Andriayani, 2005, Senyawa Heteropolyacid dan Garam-Garamnya Sebagai Katalis Pada Sistem Heterogen Dalam Pelarut Organik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Sumatera Utara, Sumatera Utara
- Anonymous¹, 2010, **The Isomerization of Safrole : A Review**, http://www.lycaeum.org/rhodium/chemistry/isomerizafrole.html, diakses tanggal 15 April 2010
- Bulan, R., 2004, **Reaksi Asetilasi Eugenol dan Oksidasi Metil Iso Eugenol**, USU Digital Library, Sumatra Utara
- Cerveny, L., A. Krejcikova, A. Marhoul and V. Ruzicka, 1987, **Isomerization of Eugenol to Isoeugenol**, Reaction Kinetic Catalysis Letter, 33(2):471-476
- Clark, J. H., A.P. Kybett and D.J Macquarrie, 1992, Supported Reagent (Preparation, Analysis and Applications), VCH Publishers, Inc., London
- Cram, D.J. and S.W. Ela, 1966, Electrophilic Substitution at Saturated Carbon-Behavior of Phenylallylic anions and Theirs Conyugate Acids, Journal American Chemistry Society, 88:5791-5802.
- Fessenden, R.J. dan J.S. Fessenden, 1986, **Kimia Organik**, Jilid 2, Alih bahasa A.H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
- Firdaus, A.P.E., 2010, **Pengaruh Waktu Reaksi Isomerisasi Eugenol Menggunakan Pereaksi KOH terhadap Rasio Kadar Eugenol dan Isoeugenol**, Skripsi Fakultas MIPA,
 Universitas Brawijaya, Malang
- Gritter, R.J., J.M. Bobbit dan A.E. Schwarting, 1991, **Pengantar Kromatografi**, Edisi Kedua, Penerjemah: Padmawinata K., ITB, Bandung

- Hanum, F., 2008, **Reaksi Katalisis Isomerisasi Eugenol Menjadi Isoeugenol Menggunakan Katalis Mg-Al Hidrotalsit**,
 Skripsi Fakultas MIPA, Universitas Indonesia, Jakarta
- Hendayana, S., 2006, **Kimia Pemisahan**, PT. Remaja Rosdakarya, Bandung
- Kadarohman, A. dan M. Muchalal, 2009, **Kinetika Reaksi Isomerisasi**<u>Eugenol,</u>

 http://edupreneur.upi.edu/media.php?module=abs&ki_id=68,

 diakses 26 Maret 2009
- Kadarohman, A. dan M. Muchalal, 2009, Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol, http://edupreneur.upi.edu/media.php?module=abs&ki_id=68, diakses 26 Maret 2009
- Keenan, C.W., D.C. Kleinfelter dan J.H. Wood, 1984, Ilmu Kimia Untuk Universitas, Edisi keenam, Jilid 1, Erlangga, Jakarta
- Khisore, D. and S. Kannan, 2004, **Double Bond Migration of Eugenol Over As Synthesized Hydrotalcites And Their Modified Forms**, Applied Catalysis A: General 270:227–235
- Labconco, 2010, A Guide To Freeze Drying for The Laboratory, Labconco Corporation, Missouri
- Leody, 1992, **Mempelajari Pembuatan Isoeugenol dari Minyak Daun Cengkeh**, Skripsi Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- Loupy, A. and L.N. Thach, 1993, **Base-Catalysed Isomerization of Eugenol: Solvent-Free Conditions and Microwzve Activation**, Synthetic Communications, 23(18):2571-2577
- Mc. Nair, H.M. dan E.J. Bonelli, 1988, **Dasar Kromatografi Gas**, Penerbit ITB, Bandung
- Norman, R.O.C., 1978, **Principles of Organic Synthesis**, Second Edition, Chapman and Hall, London

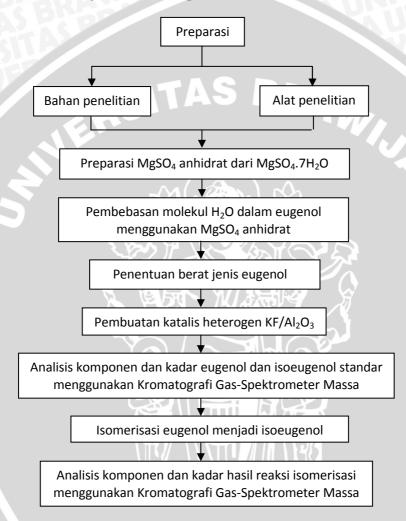
- Nurdjannah, N., 2004, **Diversifikasi Penggunaan Cengkeh**, Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian, 3(2):61-70
- Ono, Y and T. Baba, 1997, **Selective Reactions Over Solid Base** Catalysts, Catalysis Today, 38:321-337
- Parker, S.P., 1984, **Mc Graw-Hill Dictionary of Chemistry**, Mc Graw-Hill Book Co., New York
- Pavia, D.L., G. M. Lampan and G.S. Kriz, 1996, Introduction To Spectroscopy/A Guide For Students of Organic Chemistry, Second Edition, Saunders College Publishing, USA
- Peng, Q., B. Yang, C. Yi and S. Qi, 2010, Characterization of KF/γ-Al₂O₃ Catalyst for the Synthesis of Diethyl Carbonate by Transesterification of Ethylene Carbonate, Catalysis Letter, 137:232-238
- Purwono, B., R. D. Soelistyowati dan Mudasir, 2003, **Kajian Reaksi Asam Lewis pada Isoeugenol dan Isoeugenol Asetat**,
 Indonesian Journal of Chemistry, 3(1):1-6
- Radhakrishna, A.S., S.K. Suri, K.R.K. Prasad Rao, K. Sivaprakash and B.B. Singh, 1990, **Potassium Flouride on Alumina-A Versatile Reagent for Isomerization of Olefines**, Synthetic Communications, 20:345-348
- Restek, 2010, **Restek RTX-5**, http://www.labplanet.com/restek-rtx-wax-30m-0-25mm-0-25um-10253.html, tanggal akses: 8 Desember 2010
- Sastrohamidjojo, H., 1981, **A Study of Some Indonesian Essential Oils**, Disertasi, FMIPA UGM, Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H., 2004, **Kimia Minyak Atsiri**, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H., 1991, **Spektroskopi**, Edisi II, Penerbit Liberty, Yogyakarta

- Sax, N.I. and R.J. Lewis, 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, 11th ed., Van Nostran Reinhold Co., New York
- Setyawan, D. dan P. Handoko, 2003, Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton, Jurnal Ilmu Dasar, 4(2):71
- Sharma, S.K., V.K. Srivastava and R.K. Jasra, 2006, Selective Double Bond of Allyl Phenyl Ethers Catalyzed By Ruthenium Metal Complexes, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 245:200–209
- Silverstein, R.M., G.C. Bassler dan T.C. Moril, 1986, **Penyidikan Spektroskopi Senyawa Organik**, Edisi Keempat, Alih Bahasa Hartomo, Erlangga, Jakarta
- Silverstein, R.M., F.X. Webster and D.J. Kiemle, 2005, Spectrometric Identification of Organic Compound, Seventh Edition, John Willey and Sons, Inc., New York
- Soesanto, H., 2006, **Pembuatan Isoeugenol dari Eugenol dengan Pemanasan Gelombang Mikro**, Skripsi Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- Spoight, J.G., 1976, Lange's Handbook of Chemistry 16th Edition, Mc. Grow Hill Inc., New York
- Suwarso, W.P., S. Tony dan W. Hendra, 2002, Reaksi Penata Ulang Sigmatropik Hidrogen [1,3] secara Termal dan Reaksi Penataan Ulang Prototropik [1,3] yang Dikatalisis oleh Katalis *Trans*fer Fasa (PTC), [18]-Crown Ether-6: Semi Sintesis Vanili dari Eugenol, Makara Sains, 6(1)
- Sykes, P., 1986, **A Guidebook To Mechanism In Organic**Chemistry, Longman Group, Ltd., New York
- Thi, X.T.L., T.T. Lam, T.N. Le and F. Duus, 2009, Fast and Green Microwave-Assisted Conversion of Essential Oil Allylbenzenes into the Corresponding Aldehydes via Alkene Isomerization and Subsequent Potassium

- Permanganate Promoted Oxidative Alkene Group Cleavage, Molekul, 14:3411-3424
- Wheland, G.W., 1954, **Advanced Organic Chemistry**, Second Edition, John Wiley & Sons Inc., New York
- Wibowo, W., W.P Suwarso, T. Utari dan H. Purwaningsih, 2002, Aplikasi Reaksi Katalisis Heterogen Untuk Pembuatan Vanili Sintetik (3-Hidroksi-2-Metoksibenzaldehida) dari Eugenol (4-Allil-2-Metoksifenol), Makara Sains, 6(3)
- Willard, H.H., L.L. Merrit, J.A. Dean and F. A. Settle. 1988. Instrumental Methods of Analysis, Wadsworth Publishing Company, California
- Wipf, P., 2005, Handbook of Reagent for Organic Synthesis (Reagent for High-Throughput Solid Phase and Solution-Phase Organic Synthesis), John Wiley and Sons, Ltd., England
- Yulianto, M., M.I. Alhamid dan Nasruddin, 2010, Mass Diffusivity Pada Pengeringan Beku Vakum Aloevera Akibat Variasi Temperatur Pemanas (Posisi Atas dan Posisi Bawah) dari Panas Buang Kondenser, Seminar Nasional Tahunan Teknik Mesin (SNTTM) ke-9, Palembang

LAMPIRAN

L.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian



L.2 Diagram Alir Penelitian

L.2.1 Preparasi MgSO_a anhidrat dari MgSO₄.7H₂O

$MgSO_4.7H_2O$

- dimasukkan ke dalam mortar sebanyak 20 g
- digerus sampai berbentuk serbuk halus
- dipindahkan ke dalam cawan porselain
- dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 24 jam
- dikeluarkan cawan porselain yang berisi MgSO₄.7H₂O dan dimasukkan ke dalam desikator
 - ditimbang menggunakan neraca analitik
- dimasukkan kembali ke dalam oven pada temperatur 120 °C selama 1 jam
- dikeluarkan cawan porselain yang berisi MgSO₄.7H₂O dan dimasukkan ke dalam desikator
- ditimbang menggunakan neraca analitik
- diulangi prosedur pemanasan serbuk MgSO₄.7H₂O selama 1 jam sampai diperoleh massa yang konstan disimpan dalam desikator

MgSO₄ anhidrat

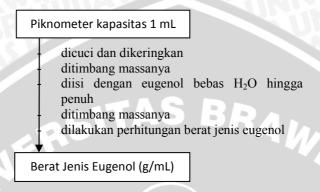
L.2.2 Pembebasan molekul H₂O pada eugenol menggunakan MgSO₄ anhidrat

Eugenol

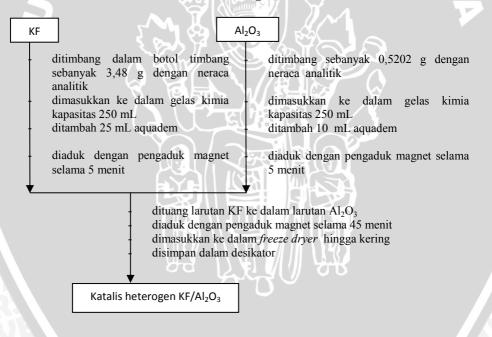
- dimasukkan ke dalam gelas kimia kapasitas 250 mL sebanyak 10 mL
- ditambah MgSO₄ anhidrat sedikit demi sedikit hingga tidak terjadi kumpulan serbuk
- diamati terbentuknya kumpulan serbuk MgSO₄ pada eugenol
- didiamkan
 - disaring dengan kertas saring

Eugenol Bebas Molekul H₂O

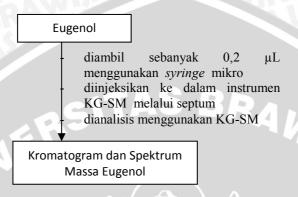
L.2.3 Penentuan berat jenis eugenol



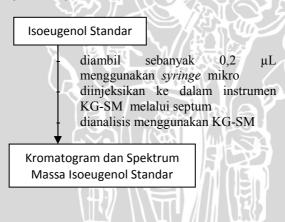
L.2.4 Pembuatan katalis heterogen KF/Al₂O₃



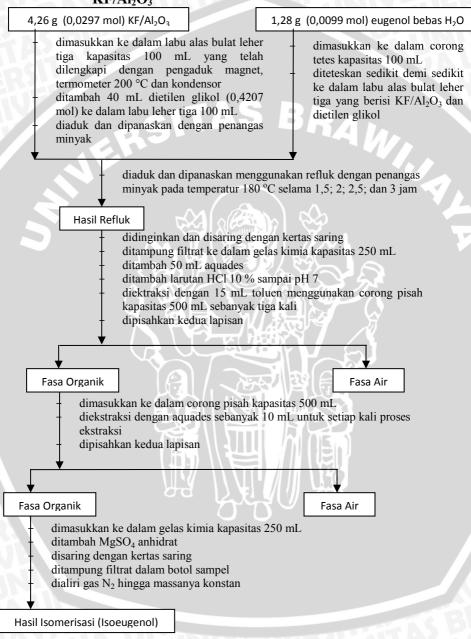
L.2.5 Analisis komponen dan kadar eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)



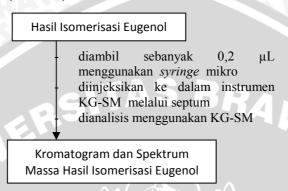
L.2.6 Analisis komponen dan kadar isoeugenol standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)



L.2.7 Isomerisasi eugenol menggunakan katalis heterogen KF/Al_2O_3



L.2.8 Analisis komponen dan kadar kasil isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)



L.3 Data Preparasi MgSO₄ anhidrat

L.3.1 Tabel penimbangan MgSO₄.(7-x)H₂O sampai diperoleh massa konstan

No.	Penimbangan	Massa MgSO ₄ .(7-x)H ₂ O (g)
1.	Awal	20 /
2.	Setelah dipanaskan 24 jam pada temperatur 120 °C	10,35
3.	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur 120 °C	10,14
4.	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur 120 °C	10,14
5.	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur 120 °C	10,14

L.3.2 Perhitungan molekul hidrat yang hilang setelah preparasi

Reaksi:

$$MgSO_4.7H_2O \longrightarrow MgSO_4.(7-x)H_2O + x H_2O$$

dimana x = jumlah molekul hidrat yang hilang

Massa MgSO₄.7H₂O = 20 g Massa MgSO₄.(7-x)H₂O = 10,14 g

$$\begin{aligned} \text{Massa xH}_2\text{O} &= \text{massa MgSO}_4.7\text{H}_2\text{O} - \text{massa MgSO}_4.(7\text{-x})\text{H}_2\text{O} \\ &= 20 \text{ g} - 10,14 \text{ g} = 9,86 \text{ g} \\ \text{Mr MgSO}_4 &= 120 \text{ g/mol} \\ \text{Mr xH}_2\text{O} &= (x)18 \text{ g/mol} \\ \text{Mol MgSO}_4.(7\text{-x})\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Massa MgSO}_4.(7\text{-}x)\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr MgSO}_4.(7\text{-}x)\text{H}_2\text{O}} \\ &= \frac{10,14g}{120g/mol + (7-x)18g/mol} \\ \text{Mol xH}_2\text{O} &= \frac{\text{Massa (x)H}_2\text{O}}{\text{Mr (x)H}_2\text{O}} = \frac{9,86g}{(x)18g/mol} \\ \text{x} &= \frac{\text{Mol (x)H}_2\text{O}}{\text{Mol MgSO}_4.(7\text{-x})\text{H}_2\text{O}} \end{aligned}$$

$$= \frac{9,86g}{(x)18g/mol} \times \frac{120 + (7 - x)18g/mol}{10,14g}$$

$$= \frac{9,86(246 - 18x)}{182,52(x)} \Rightarrow 182,52(x) = 2425,56 - 177,48(x)$$

$$= 360(x) = 2425,56$$

$$x = 6.74 \approx 7$$

Jadi, nilai x = 7, maka MgSO₄ yang diperoleh, yaitu:

 $MgSO_4.(7-7) H_2O$ = $MgSO_4.(7-7)H_2O$ = $MgSO_4$ anhidrat

L.4 Perhitungan Berat Jenis Eugenol

Volume minyak cengkeh
Massa piknometer + eugenol
Massa piknometer

Massa eugenol

= 1 mL
= 6,46 g
= 5,16 g
= 1,30 g

Massa jenis eugenol =
$$\frac{\text{Massa Eugenol}}{\text{Volume Eugenol}}$$

= $\frac{1,30 \text{ g}}{\text{Massa Eugenol}}$

$$= \frac{1,30 \text{ g}}{1 \text{ mL}}$$
$$= 1,30 \text{ g/mL}$$

L.5 Perhitungan Mol Eugenol Minyak Cengkeh

Massa jenis eugenol = 1,30 g/mL Volume eugenol = 1,260 mL

Massa eugenol = Massa jenis eugenol × volume eugenol

× % area eugenol

= $1,30 \text{ g/mL} \times 1,260 \text{ mL} \times 97,10 \%$

= 1,6276 g

Mol eugenol = $\frac{\text{Massa Eugenol}}{\text{Massa Eugenol}}$

Mr Eugenol

 $= \frac{1,6276 \, g}{164,20 \, g/mol}$

= 0,0099 mol

L.6 Perhitungan Mol Katalis KF/Al₂O₃

Perbandingan mol eugenol : mol $KF/Al_2O_3 = 1:3$

Mol KF/Al₂O₃ = $\frac{3}{1}$ x mol eugenol = $\frac{3}{1}$ x 0,0099 mol

= 0.0297 mol

L.7 Perhitungan Massa KF dan Al₂O₃ yang Diperlukan dalam Pembuatan Katalis KF/Al₂O₃

Reaksi:

$$12 \text{ KF} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{ H}_2\text{O} \longrightarrow 2 \text{ K}_3\text{AlF}_6 + 6 \text{ KOH}$$

• Perbandingan mol eugenol: katalis $KF/Al_2O_3 = 1:3$

Mol KF yang dibutuhkan $= \frac{0.12 \text{mol}}{6} \times 3$

= 0.06 mol

Massa KF = mol KF x BM KF

= 0.06 mol x 58 g/mol

= 3,48 g

Mol Al₂O₃ yang dibutuhkan = $\frac{0.01 \text{ mol}}{6} \times 3$

= 0.0051 mol

Massa Al₂O₃ = mol Al₂O₃ x BM Al₂O₃

= 0.0051 mol x 102 g/mol

= 0,5202 g

Mol K₃AlF₆

 $= \frac{0.02 \text{ mol}}{6} \times 3$

= 0.01 mol

Massa K₃AlF₆

 $= mol K_3AlF_6 \times BM K_3AlF_6$

= 0.01 mol x 258 g/mol

= 2,58 g

Mol KOH

 $=\frac{0.06 \text{ mol}}{6} \times 3$

= 0.03 mol

Massa KOH

= mol KOH x BM KOH

= 0.03 mol x 56 g/mol

= 1,68 g

Jadi, untuk setiap pembuatan katalis KF/Al $_2$ O $_3$ diperlukan 3,48 g KF; dan 0,5202 g Al $_2$ O $_3$

L.8 Perhitungan Mol Dietilen glikol dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol

Massa jenis dietilen glikol = 1,115 g/mLVolume dietilen glikol = 40 mL Massa dietilen glikol = Massa jenis \times Volume

 $= 1.115 \text{ g/mL} \times 40 \text{ mL}$

= 44,6 g

Massa molekul dietilen glikol = 106 g/mol

Mol dietilen glikol $= \frac{\text{Massa dietilen glikol}}{\text{Mr dietilen glikol}}$

$$= \frac{44.6 \text{ g}}{106 \text{ g/mol}}$$
$$= 0.4207 \text{ mol}$$

L.9. Perhitungan Volume Larutan HCl 10 % dari HCl 37 %

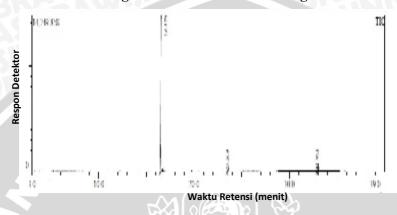
 $C_{HCl\,37\,\%}\,x\,\,V_{HCl\,37\,\%}$ 37 % $x\,\,V_{HCl\,37\%}$

V_{HCl 37 %} yang dibutuhkan

 $= C_{\text{HCl }10} \% \text{ x V}_{\text{HCL }10} \%$ = 10 % x 100 mL $= \frac{10 \% \text{ x } 100 \text{ mL}}{37 \%}$ = 27,03 mL

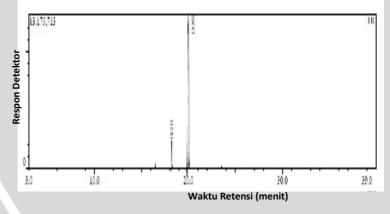
Jadi, HCl 37 % diambil sebanyak 27,03 mL menggunakan gelas ukur kapasitas 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar kapasitas 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.10 Kromatogran Ionik Total KG-SM Eugenol



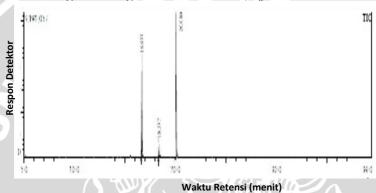
	Ani Roper TIC										
Market 1	1: Time	Time	II Inne	Area	Area%	Heght	Heightiv	ATL M	ark harre		
L	16,579	16.425	16.717	86413570	99.37	14535126	99.07	1.04			
1	23.40	25.450	75.967	150M0	0.10	1993	0.77	2.94			
3	32,934	32,858	33.017	300889 8845/104	0.45	82192 14871573	0.55	4.75			

L.11 Kromatogram Ionik Total KG-SM Isoeugenol Standar



						Peak Pepar 11			
Fald	K.Line	Him	F.Time	Asa	AsaX	Bright.	Bank %	A.H. Mark Mane	
1	18.711	18.118	18.787	A518003	2.13	28(0)27	15.35	235	
1	19,988	19.842	20,058	84805130	92.25	130(8842	84,65	6.48	
				91394133	100.00	1909169	100.00		

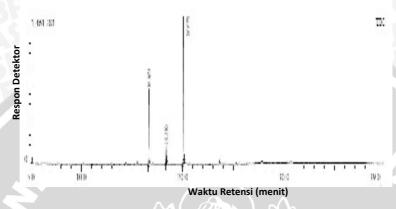
- L.12 Kromatogram Ionik Total KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol
- L.12.1 Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 1,5 jam



						Ank Report T	C		
No. of	li Trne	Time	If Inne	Area	Area%	Height	Heightis	AHLE	dark hane
	16,677	16,608	16,758	6214738	37.55	2365,256	33,65	2.74	
1	18,577	19/317	190490	1151662	6.95	120601	2.0	2.68	
3	20,080	20,000	20.167	9184093	35.49	3167180	34.04	1.90	
				18551322	100.00	3881093	190 00		

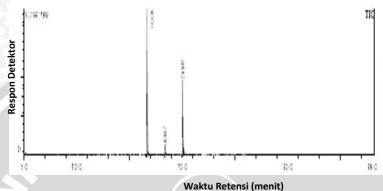


L.12.2 Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2 jam



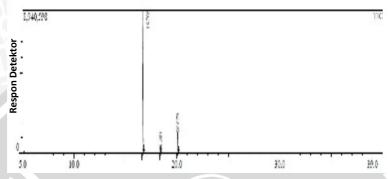
				Peak Report 110							
	Peak	R.Tine	Hine	F.Time	Jan	Ave 5	Blight	Blight.	AH Mak Mane		
	1	10.675	10.017	18,742	2007019	11.72	70000	31.37	2.07		
	1	18,383	18342	19,442	448484	6.99	174815	7,46	2.56		
	3	30.075	70,008	20 150	3883347	61.78	1400282	61.18	2.78		
					6413350	100,00	2346122	100.00			

L.12.3 Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 2,5 jam



		Peak Report TIC							
fleate.	R Time	11me	/ Time	Artes	A180%	leretr.	Herrich.	A/II Mad	Name
1	16.691	16.617	16,775	10043172	62.73	3719347	0.67	2.51	
2	10.187	18 111	18.442	08.7846	1.64	706990	1.55	2.81	
3	20.079	21.008	20.158	5384847 16011865	33.63 100.00	1919430 3000347	32.79 100.00	2.81	

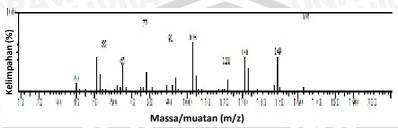
L.12.4 Kromatogram ionik total KG-SM hasil isomerisasi eugenol dengan waktu reaksi 3 jam



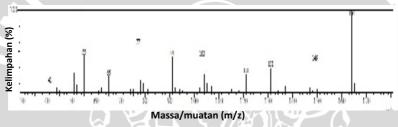
Waktu Retensi (menit)

			Perk Report TIC							
Market .	: Trine	Time	III firme	A DAT	Area%	Height	Heghtia	A111 1	lank Name	
L	16,706	16.617	16,775	14082675	36.29	8900 [45	\$6.39	1.70		
1	18, 807	190990	18/4/2	100000	1.13	19783	1.79	2.46		
3	20,079	20.017	20.150	349/817	12.53	1269675	1231	1.75		
				2.900017	100 00	10/17/80	193.00			

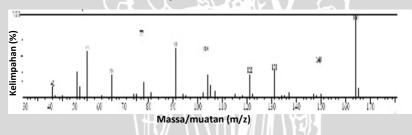
L.13 Spektrum Massa Eugenol dengan Waktu Retensi 16,579 menit



- L.14 Spektrum Massa Isoeugenol Standar
- L.14.1 Spektrum massa komponen isoeugenol standar dengan waktu retensi 18,211 menit

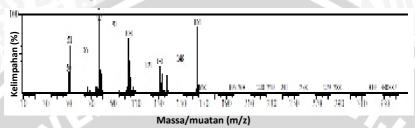


L.14.2 Spektrum massa komponen isoeugenol standar dengan waktu retensi 19,988 menit

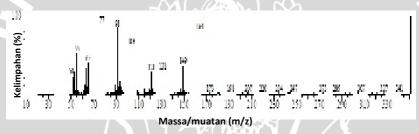


L.15 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Reaksi 1,5 Jam

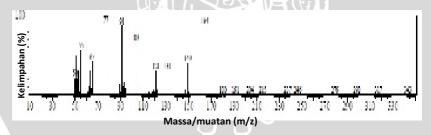
L.15.1 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,677 menit



L.15.2 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,377 menit

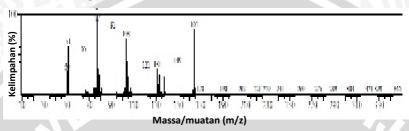


L.15.3 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,080 menit

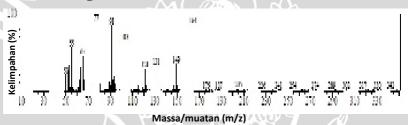


L.16 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Reaksi 2 Jam

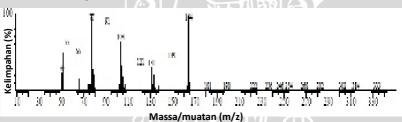
L.16.1 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,675 menit



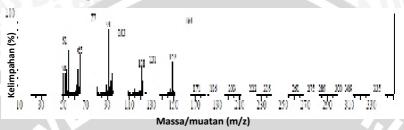
L.16.2 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,383 menit



L.16.3 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,075 menit



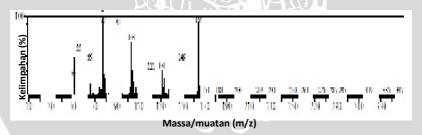
- L.17 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Reaksi 2,5 Jam
- L.17.1 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,691 menit



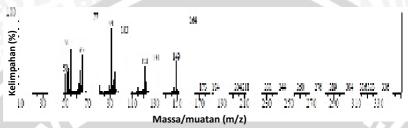
L.17.2 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,387 menit



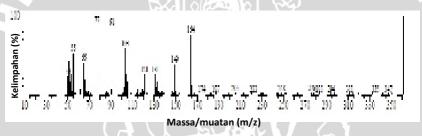
L.17.3 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,079 menit



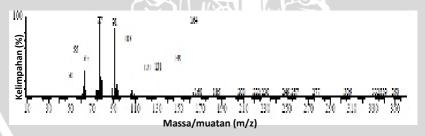
- L.18 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Reaksi 3 Jam
- L.18.1 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,706 menit



L.18.2 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,387 menit

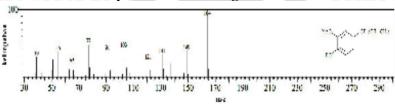


L.18.3 Spektrum massa komponen hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 20,079 menit



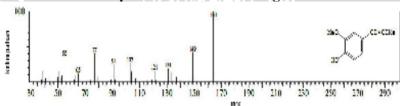
L.19 Pustaka Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol

L.19.1 Pustaka spektrum massa eugenol



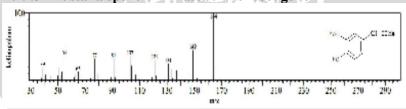
 $\begin{array}{lll} Berat \ molekul & : 164 \\ Rumus \ Molekul & : C_{10}H_{12}O_2 \\ Nama \ Komponen & : eugenol \\ Pustaka & : WILEY7.LIB \end{array}$

L.19.2 Pustaka spektrum massa cis-isoeugenol



Berat molekul : 164 Rumus Molekul : C₁₀H₁₂O₂ Nama Komponen : cis-isoeugenol Pustaka : WILEY7.LIB

L.19.3 Pustaka spektrum massa trans-isoeugenol

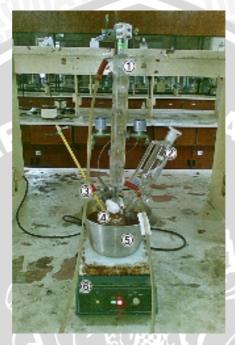


 $\begin{array}{ll} Berat \ molekul & : 164 \\ Rumus \ Molekul & : C_{10}H_{12}O_2 \end{array}$

Nama Komponen : trans-isoeugenol Pustaka : WILEY7.LIB

L.20 Foto Penelitian

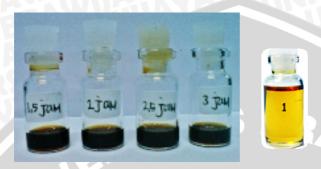
L.20.1 Proses refluk



Keterangan:

- 1. Kondensor
- 2. Corong tetes kapasitas 100 mL
- 3. Termometer
- 4. Labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL
- 5. Penangas minyak
- 6. Pemanas

L.20.2 Eugenol dan hasil isomerisasi eugenol



Keterangan:

1 : Eugenol sebelum reaksi isomerisasi