

**PENGARUH WAKTU TERHADAP KADAR ISOEUGENOL
PADA ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN
PELARUT DIETILEN GLIKOL**

SKRIPSI

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

**oleh:
EKA WICAKSONO
0610923023-92**



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH WAKTU TERHADAP KADAR ISOEUGENOL PADA ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN PELARUT DIETILEN GLIKOL

oleh :

EKA WICAKSONO

0610923023-92

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Rurini Retnowati, MSi.
NIP. 19601209 198802 2 001

Drs. Suratmo, M.Sc.
NIP. 197707052003122001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : EKA WICAKSONO
NIM : 0610923023-92
Jurusan : KIMIA
Penulis skripsi berjudul :

PENGARUH WAKTU TERHADAP KADAR ISOEUGENOL PADA ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN PELARUT DIETILEN GLIKOL

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.
Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,.....

Yang menyatakan,

(EKA WICAKSONO)
NIM. 0610923023-92

PENGARUH WAKTU TERHADAP KADAR ISOEUGENOL PADA ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN PELARUT DIETILEN GLIKOL

ABSTRAK

Isoeugenol sebagai senyawa isomer dari eugenol dapat bermanfaat sebagai bahan baku industri parfum, zat perasa untuk makanan dan minuman, dan untuk mensintesis vanili. Pembuatan isoeugenol secara isomerisasi mempunyai nilai tinggi secara ekonomi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh waktu reaksi isomerisasi eugenol terhadap kadar isoeugenol serta untuk mengetahui komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol. Reaksi isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan basa NaOH dalam pelarut dietilen glikol pada temperatur 150°C dengan metoda refluks selama 3, 4, 5, dan 6 jam. Analisa terhadap hasil isomerisasi menggunakan KG-SM dan pada kromatogram menunjukkan adanya puncak-puncak eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol. Selain itu, hasil analisa tersebut menunjukkan bahwa waktu reaksi isomerisasi eugenol berpengaruh terhadap kadar isoeugenol. Kadar maksimum isoeugenol diperoleh pada waktu isomerisasi eugenol 5 jam dengan komposisi eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol berturut-turut sebesar 4,14%, 13,60%, dan 82,26%. Analisa hasil isomerisasi eugenol 3, 4, 5, dan 6 jam menggunakan statistika deskriptif mempunyai nilai rata-rata komposisi *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol sebesar 14,12% dan 69,65% serta% simpangan baku *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol sebesar $\pm 0,60$ dan $\pm 11,57$.

Kata kunci : *isomerisasi, eugenol, cis-isoeugenol, dan trans-isoeugenol*

**THE EFFECT OF EUGENOL ISOMERIZATION
REACTION TIME TOWARD THE ISOEUGENOL CONTEYN
IN THE EUGENOL ISOMERIZATION USING DIETHYLENE
GLYCOL AS A SOLVENT**

ABSTRACT

Isoeugenol as an isomer of eugenol compounds can be useful as a raw material for the perfume industry, matter of taste for food and beverages, and to synthesize vanillin. Making of isoeugenol with isomerization have high economic value. The aim of this research is to study the effect of eugenol isomerization reaction time on levels of isoeugenol and to know the component composition result from isomerization of eugenol. Eugenol isomerization reactions carried out using sodium hydroxide in diethylene glycol solvent at a temperature of 150°C with reflux method for 3, 4, 5, and 6 hours. Analysis of the results of isomerization using GC-MS and the chromatogram showed peaks of eugenol, *cis*-isoeugenol, and *trans*-isoeugenol. In addition, the analysis showed that reaction time of eugenol isomerization affect the levels of isoeugenol. Isoeugenol maximum levels obtained on isomerization time of eugenol 5 hours with the composition of eugenol, *cis*-isoeugenol, and *trans*-isoeugenol respectively 4.14%, 13.60%, and 82.26%. Analysis of the results of isomerization of eugenol 3, 4, 5, and 6 hours using descriptive statistics have an average rating composition of *cis*-isoeugenol and *trans*-isoeugenol at 14.12% and 69.65% and standard deviation *cis*-isoeugenol and *trans*-isoeugenol at \pm 0.60 and \pm 11.57.

Keyword: *isomerisasi, eugenol, cis-isoeugenol, dan trans-isoeugenol*

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat allah swt yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah Allah S.W.T, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan judul **Pengaruh Waktu Terhadap Kadar Isoeugenol Pada Isomerisasi Eugenol Menggunakan Pelarut Dietilen Glikol.**

Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dr. Rurini Retnowati, MSi. selaku Dosen Pembimbing I dan Drs.Suratmo.MSc selaku Dosen Pembimbing II atas segala bimbingan, pengarahan, kesabaran dan perhatian yang diberikan kepada penulis.
2. Ellya Indahyanti,S.Si dan Dr.Diah Mardiana,MS selaku Dosen Penasehat Akademik, atas nasehat dan semangat yang diberikan kepada penulis.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan MS., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, atas perhatian kepada penulis selama melaksanakan masa studi.
4. Prof.Dr.Ir.Chanif Mahdi,MS., Dr.Atkayah,Apt.Msc., Ir.Bambang Poerwadi,MS., Darjito,S.Si.,M.Si., selaku Dosen Pengaji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah tugas akhir.
5. Kedua orang tua, adik, dan seluruh keluarga yang selalu mendoakan, memberikan semangat dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya skripsi ini.
6. Sahabat dan semua pihak yang telah memberikan semangat, doa, dan bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran yang membangun dari pembaca dan semoga skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Februari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Eugenol	4
2.2 DEG (Dietilen Glikol)	4
2.3 Isomerisasi Eugenol	6
2.4 Isoeugenol	10
2.5 Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	11
2.6 Hipotesis	14
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	15
3.2.1 Alat Penelitian	15
3.2.2 Bahan Sampel	15
3.2.3 Bahan Kimia	15
3.3 Tahapan Penelitian	15
3.4 Prosedur Kerja	16

3.4.1 Preparasi MgSO ₄ anhidrat dari MgSO ₄ .7H ₂ O	16
3.4.2 Pembebasan molekul air dalam eugenol menggunakan MgSO ₄ anhidrat	16
3.4.3 Penentuan berat jenis eugenol	17
3.4.4 Isomerisasi eugenol dengan NaOH dengan variasi waktu 3, 4, 5, dan 6 jam	17
3.4.5 Analisa hasil isomerisasi dengan Kromatografi Gas - Spektrometer Massa (KG-SM)	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Basa (NaOH) menggunakan Pelarut Dietilen Glikol	19
4.2 Penentuan Waktu Optimum Reaksi Isomerisasi Eugenol	22
4.3 Analisa Hasil Isomerisasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
5.1 Kesimpulan	32
5.2 Saran	32
DAFTAR PUSTAKA	33
LAMPIRAN	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Molekul Eugenol	4
Gambar 2.2	Struktur Molekul Dietilen Glikol.....	5
Gambar 2.3	Tingkat Kebasaan dan Nukleofitas Ion atau Gugus Fungsi Senyawa	6
Gambar 2.4	Mekanisme Reaksi Pada Alkenil Benzena	7
Gambar 2.5	Mekanisme Reaksi Alilbenzena Menjadi Propenilbenzena.....	8
Gambar 2.6	Zat Antara Dalam Mekanisme Reaksi - Alilbenzena.....	8
Gambar 2.7.	Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol Menggunakan Basa.....	9
Gambar 2.8	Zat Antara Dianion Reaksi Isomerisasi Alilbenzena	9
Gambar 2.9	Usulan Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol.....	10
Gambar 2.10	Struktur Molekul <i>Cis</i> -Isoeugenol dan <i>Trans</i> - Isoeugenol.....	11
Gambar 4.1	Keasaman Alilbenzena, Eugenol, dan Ion Eugenolat.....	20
Gambar 4.2	Histogram Kadar Kelimpahan Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol.....	23
Gambar 4.3	Kestabilan Struktur <i>Cis</i> -Isoeugenol dan <i>Trans</i> - Isoeugenol.....	24
Gambar 4.4	Kromatogram Eugenol Standar	25
Gambar 4.5	Kromatogram Isoeugenol Standar	25
Gambar 4.6	Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 3 Jam.....	26
Gambar 4.7	Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 4 Jam	26
Gambar 4.8	Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 5 Jam.....	26
Gambar 4.9	Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 6 Jam.....	27
Gambar 4.10	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi Dengan Waktu Retensi 16,475.....	28

Gambar 4.11	Pola Fragmentasi Yang Disarankan Untuk Eugenol.....	29
Gambar 4.12	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi Dengan Waktu Retensi 18,196.....	30
Gambar 4.13	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi Dengan Waktu Retensi 19,996.....	30
Gambar 4.14	Pola Fragmentasi Yang Disarankan Untuk Isoeugenol	31



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Kadar Kelimpahan Komponen Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol	23
Tabel 4.2	Waktu Retensi Standar dan Komponen Hasil Isomerisasi	27



DAFTAR LAMPIRAN

L.1	Gambar Proses Refluks.....	37
L.2	Gambar Produk Hasil Isomerisasi	37
L.3	Diagram Alir Penelitian	38
L.3.1	Preparasi MgSO ₄ anhidrat.....	38
L.3.2	Pembebasan Molekul H ₂ O pada Eugenol Menggunakan MgSO ₄ .H ₂ O.....	38
L.3.3	Penentuan Berat Jenis Eugenol	39
L.3.4	Proses Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol	40
L.3.5	Analisis eugenol dan Isoeugenol Standar Menggunakan Kromatografi Gas – Spektrometer Massa	41
L.3.6	Analisis Hasil Isomerisasi Menggunakan Kromatografi Gas – Spektrometer Massa	41
L.4	Preparasi Larutan HCl 25%	41
L.5	Data Penimbangan MgSO ₄ anhidrat	41
L.5.1	Tabel Penimbangan MgSO ₄ sampai diperoleh Berat Konstan.....	41
L.5.2	Perhitungan Mol yang Lepas dari MgSO ₄ .7H ₂ O	42
L.6	Perhitungan Berat Jenis Eugenol Sebelum Isomerisasi	42
L.7	Perhitungan Mol Eugenol	43
L.8	Perhitungan Mol Dietilen Glikol pada Isomerisasi Eugenol Menggunakan NaOH.....	43
L.9	Perhitungan Massa NaOH yang dibutuhkan Reaksi Isomerisasi Eugenol Perbandingan Mol Eugenol : NaOH = 1:3	44
L.10	Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 25%	44
L.10.1	Perhitungan Pengenceran Larutan HCl 25% dari 37%	44
L.11	Uji Statistik Diskriptif terhadap Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Software SPSS	45
L.12	Kromatogram KG-SM Eugenol Standar.....	45
L.13	Kromatogram KG-SM Isoeugenol Standar.....	46
L.14	Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi dengan Variasi Waktu	46

L.14.1	Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 3 Jam.....	46
L.14.2	Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 4 Jam.....	47
L.14.3	Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 5 Jam.....	47
L.14.4	Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 6 Jam.....	47
L.15	Spektrum Massa Eugenol Standar Waktu Retensi 16,579	48
L.16	Spektrum Massa Isoeugenol Standar	48
L.16.1	Spektrum Massa Isoeugenol Standar Waktu Retensi 18,208	48
L.16.2	Spektrum Massa Isoeugenol Standar Waktu Retensi 19,992	48
L.17	Spektrum Hasil Isomerisasi	49
L.17.1	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 16,504	49
L.17.2	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 18,197	49
L.17.3	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 19,925	49
L.18	Spektrum Hasil Isomerisasi	49
L.18.1	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 16,491	49
L.18.2	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 18,203	50
L.18.3	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 19,940	50
L.19	Spektrum Hasil Isomerisasi	50
L.19.1	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 16,475	50
L.19.2	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 18,196	50
L.18.3	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 19,949	51
L.20	Spektrum Hasil Isomerisasi	51
L.20.1	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 16,486	51
L.20.2	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 18,195	51
L.20.3	Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 19,932	51

L.21 Pustaka Spektrum Massa Hasil Isomerisasi.....	52
L.21.1 Pustaka Spektrum Massa Eugenol	52
L.21.2 Pustaka Spektrum Massa <i>Cis</i> -Isougenol	52
L.21.3 Pustaka Spektrum Massa <i>Trans</i> -Isoeugenol	52



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) merupakan jenis tanaman penghasil minyak atsiri yang tumbuh subur di indonesia, sehingga mempunyai nilai ekonomi yang cukup tinggi serta mempunyai peluang pasar yang cukup baik. Komoditi minyak cengkeh indonesia secara garis besar masih dieksport keluar negeri dalam bentuk bahan mentah dan hanya sebagian kecil yang dieksport dalam bentuk senyawa eugenol (Busroni, 2000).

Eugenol merupakan komponen utama minyak cengkeh yang memberikan bau dan aroma yang khas pada minyak cengkeh. Eugenol murni merupakan cairan tidak berwarna, berbau keras, dan mempunyai rasa pedas (Considine dan Considine, 1982). Kebutuhan eugenol murni sebagian besar masih diimpor untuk memenuhi kebutuhan industri makanan, minuman, dan farmasi. Senyawa eugenol diproses lebih lanjut dapat menghasilkan senyawa isoeugenol yang mempunyai kegunaan lebih untuk dijual kembali dengan harga yang lebih tinggi, sehingga diperoleh nilai tambah serta keuntungan yang tidak sedikit bagi negara importir.

Pada tingkatan komersial, isoeugenol diproduksi melalui reaksi isomerisasi eugenol dalam larutan basa berlebih seperti NaOH atau KOH pada temperatur yang tinggi (Sharma, *et al.*, 2006). Isomerisasi adalah proses penataan ulang suatu molekul menjadi molekul baru dengan rumus empiris tetap (Fessenden dan Fessenden, 1992). Isoeugenol dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan parfum, perasa makanan dan minuman, dan untuk mensintesis vanili.

Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dalam kondisi basa diusulkan mirip dengan mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena menjadi propenilbenzena. Pada pengontrolan proses reaksi isomerisasi eugenol dapat memperhatikan beberapa faktor, seperti lama waktu reaksi isomerisasi, pereaksi, dan pelarut, sehingga produk (*cis*- dan *trans*-iseugenol) yang dihasilkan dapat maksimal (Kadarohman¹, 2010).

Isomerisasi eugenol juga telah dilakukan oleh kadarohman¹ (2010) menggunakan basa (KOH) dengan pelarut etilena glikol pada

temperatur 150°C selama 6 jam, diperoleh kadar kelimpahan *cis*-isoeugenol sebesar 15,28%, *trans*-isoeugenol sebesar 70,96%, serta 2 metoksi 4 propilfenol sebesar 2,48%. Firdaus (2010) yang menggunakan basa (KOH) dengan pelarut dietilen glikol pada temperatur 150°C diperoleh waktu isomerisasi optimum 6 jam dan diperoleh kadar kelimpahan *cis*-isoeugenol 13,50% dan *trans*-isoeugenol 76,20%.

Pelarut dalam reaksi isomerisasi eugenol sebagai medium menghomogenkan eugenol dan basa NaOH. Etilen glikol memiliki konstanta dielektrikum ($\epsilon = 41,4$) (Spoight,1976), sehingga kurang menghomogenkan eugenol yang memiliki konstanta dielektrikum ($\epsilon = 9,55$). Syarat utama pelarut adalah menghomogenkan reaktan (eugenol). Pelarut yang mudah menghomogenkan eugenol adalah dietilen glikol karena dietilen glikol memiliki konstanta dielektrikum ($\epsilon = 3,18$) (Spoight,1976).

Etilena glikol lebih polar daripada dietilen glikol, dikarenakan konstanta dielektrikum etilena glikol ($\epsilon = 41,4$) dan dietilen glikol ($\epsilon = 3,182$) (Spoight, 1976). Penggunaan pelarut dietilen glikol dikarenakan merupakan pelarut polar protik, sehingga mampu untuk melakukan donor proton dengan melakukan ikatan hidrogen antara atom H pada C α dengan OH dari dietilen glikol, dengan terbentuknya ikatan hidrogen pada reaksi isomerisasi eugenol menyebabkan semakin polar pelarut yang akan digunakan, maka ikatan hidrogen yang terbentuk dan reaksi akan berjalan semakin lama, sehingga diduga dengan menggunakan pelarut dietilen glikol reaksi isomerisasi eugenol akan berlangsung lebih cepat.

Berdasarkan uraian di atas, maka menarik untuk dilakukan penelitian bagaimana pengaruh waktu isomerisasi eugenol yang menggunakan basa (NaOH) dengan pelarut dietilen glikol (polar protik) dengan menggunakan refluks pada temperatur 150°C dan produk dianalisis dengan KG-SM. Pemilihan basa (NaOH) bertujuan untuk proses solvasi Na $^+$ dan OH $^-$ lebih tinggi daripada menggunakan basa KOH dalam pelarut dietilen glikol yang menyebabkan meningkatnya karakter OH $^-$ yang digunakan untuk abstraksi H $^+$ pada fenil eugenol dan H $^+$ pada atom C α gugus alil, sehingga reaksi isomerisasi eugenol berlangsung lebih cepat dan pemilihan variasi waktu (3, 4, 5, dan 6 jam) bertujuan untuk mengetahui profil pembentukan kadar produk (*cis*- dan *trans*-

isoeugenol) dengan perbandingan bertambahnya waktu reaksi pengisomerisasian.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang yang telah diuraikan di atas, maka dapat dirumuskan masalah yang perlu dikaji yaitu:

1. Bagaimana pengaruh waktu isomerisasi terhadap kadar isoeugenol hasil isomerisasi menggunakan pelarut dietilen glikol?
2. Bagaimana kadar komponen hasil isomerisasi eugenol pada waktu optimum?

1.3 Batasan Masalah

Dalam penelitian ini, batasan dalam pembahasan masalah meliputi:

1. Reaksi isomerisasi eugenol dengan NaOH (1:3) menggunakan pelarut dietilen glikol dilakukan pada variasi waktu 3, 4, 5 dan 6 jam pada temperatur 150°C.
2. Analisis kadar produk isoeugenol hasil isomerisasi dengan menggunakan KG-SM.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini sesuai dengan perumusan masalah yang telah disebutkan di atas adalah:

1. Mengetahui pengaruh waktu terhadap reaksi isomerisasi eugenol.
2. Mengetahui kadar komponen hasil isomerisasi eugenol pada waktu optimum dan dianalisis dengan KG-SM.

1.5 Manfaat Penelitian

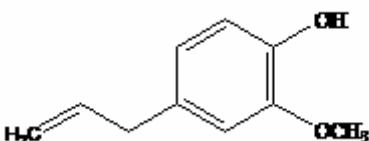
Hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah manfaat isoeugenol yang berbahan dasar eugenol dari minyak cengkeh untuk tujuan pembuatan senyawa-senyawa yang lebih berdaya guna.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Eugenol

Nurdjannah (2004) menyatakan bahwa kandungan eugenol sebagai komponen utama minyak cengkeh sebesar 87 %. Eugenol atau 4-alil-2-metoksifenol dan 1-hidroksi-2-metoksi-4-alilbenzen adalah senyawa hidrokarbon dengan rumus molekul $C_{10}H_{12}O_2$ dan mempunyai berat molekul 164,2 g/mol, dapat bereaksi dengan basa kuat seperti NaOH, KOH atau $Ca(OH)_3$. Struktur molekul eugenol ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Simpson dan Berryl, 2001).



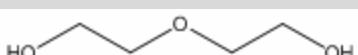
Gambar 2.1. Struktur Molekul Eugenol

Eugenol merupakan cairan kekuningan, berminyak, berubah warna menjadi coklat jika dibiarkan di udara bebas, berbau tajam, larut dalam alkohol, kloroform, eter, volatil, tapi sedikit larut dalam air, densitasnya 1,064 - 1,070 g/mL, titik didihnya 253,5°C, indeks bias pada suhu 20°C sebesar 1,54. Eugenol diperoleh dari ekstraksi minyak cengkeh dengan KOH dan pembebasan dengan asam. Eugenol bermanfaat untuk parfum, minyak atsiri, pengobatan, perasa, dan pembuatan isoeugenol untuk perusahaan vanili (Sax dan Lewis, 1987).

2.2.DEG (Dietilen Glikol)

Dietilen glikol merupakan senyawa diol dan mempunyai nama IUPAC (2-hidroksi etoksi)etan-2-ol dengan berat molekul 106,12, titik didih (760 mmHg) 245,8 °C, titik beku -6,5 °C, densitas

pada 20 °C 1,116 g/ml, dan viskositas pada 20 °C 36 cp. Struktur molekul dietilen glikol ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Sax dan Lewis, 1987).



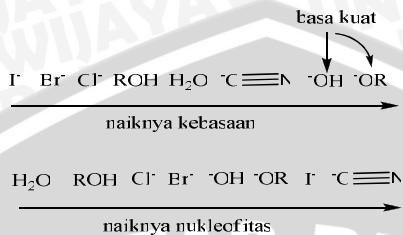
Gambar 2.2. Struktur Molekul Dietilen Glikol

Dietilen glikol digunakan sebagai bahan pelarut untuk resin, eugenol, minyak dan senyawa organik lain. Dietilen glikol merupakan bahan kimia intermediat yang berguna untuk memproduksi berbagai macam produk komersil dan industri seperti: lem, pelumas, bahan pelarut, campuran silikon dan plastik (Sax dan Lewis, 1987).

Dietilen glikol digunakan sebagai pelarut pada reaksi isomerisasi eugenol karena mempunyai konstanta dielektrik lebih kecil daripada H₂O, sehingga dapat melarutkan eugenol. Konstanta dielektrik pada temperatur 20 °C untuk dietilen glikol ($\epsilon = 3,182$) dan untuk H₂O ($\epsilon = 80,10$) (Spoight, 1976). Apabila menggunakan H₂O sebagai pelarut, H₂O tidak dapat menghomogenkan eugenol dengan NaOH karena eugenol tidak larut dalam air walaupun H₂O dapat dengan mudah melarutkan NaOH. Pelarut etilen glikol dapat melarutkan padatan NaOH dan menghomogenkan eugenol dengan NaOH. Pelarut etilen glikol mempunyai konstanta dielektrik ($\epsilon = 41,4$) (Lide, 1994), sehingga pelarut etilen glikol bisa digunakan sebagai pelarut untuk eugenol pada temperatur 150°C saat proses isomerisasi.

Pemilihan pelarut dapat mengubah urutan nukleofilisitas dalam suatu kelompok nukleofil, sehingga pelarut yang dapat mensolviasi suatu anion akan mengurangi nukleofilisitasnya karena mampu menstabilkan anion itu dan sebaliknya (Irawati, dkk., 2006).

Nukleofilisitas merupakan ukuran kemampuan pereaksi untuk menyebabkan reaksi substitusi. Kebasaan merupakan ukuran kemampuan pereaksi untuk menerima sebuah proton dalam sebuah reaksi asam basa. Tingkat kebasaan dan nukleofilisitas ion atau gugus fungsi senyawa ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Fessenden dan Fessenden, 1986).



Gambar 2.3. Tingkat Kebasaan Dan Nukleofilisitas Ion Atau Gugus Fungsi Senyawa

2.3. Isomerisasi Eugenol

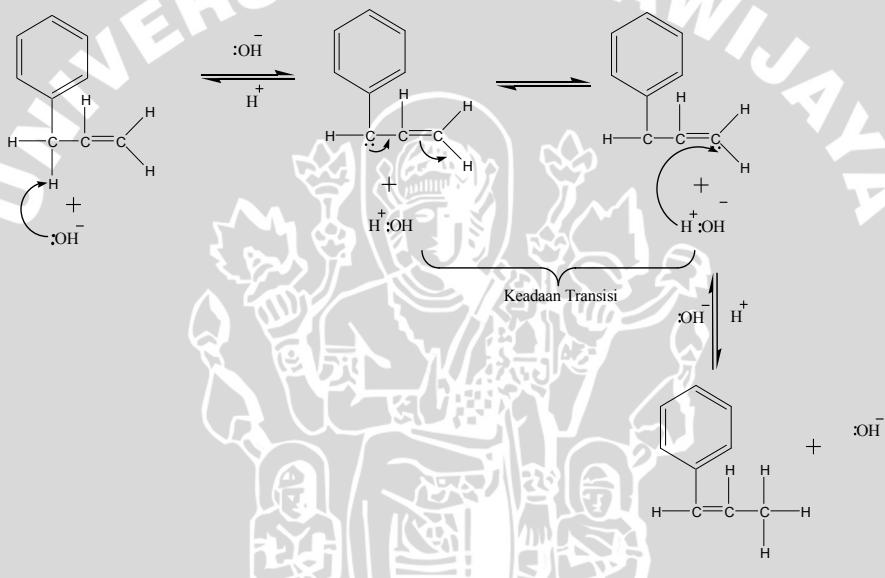
Isomer adalah suatu fenomena dimana suatu senyawa atau lebih mempunyai rumus molekul yang sama. Isomer dibagi menjadi dua golongan besar, yaitu : 1) Isomer struktur, yang dibagi menjadi isomer kerangka, isomer posisi dan isomer fungsional; dan 2) Isomer ruang, yang terdiri dari isomer geometris dan optis (Wingrove dan Caret, 1981).

Isomer kerangka adalah suatu fenomena dua senyawa atau lebih yang mempunyai rumus molekul sama tetapi kerangka karbon berbeda. Pada isomer posisi yang berbeda adalah posisi substituen, sedangkan pada isomer fungsional yang berbeda adalah letak gugus fungsinya (Wingrove dan Caret, 1981). Isomer ruang berkaitan dengan molekul-molekul yang mempunyai ikatan atom yang sama tetapi susunannya berbeda dalam ruang. Isomer geometris dibedakan menjadi isomer *cis* (bentuk perahu) dan isomer *trans* (bentuk kursi) (Wingrove dan Caret, 1981).

Pengkontrolan proses isomerisasi eugenol dapat memperhatikan beberapa faktor, seperti pelarut, pereaksi, temperatur, dan lama waktu reaksi isomerisasi, sehingga produk (*cis*- dan *trans*-isoeugenol) yang dihasilkan dapat maksimal (Kadarohman¹, 2010).

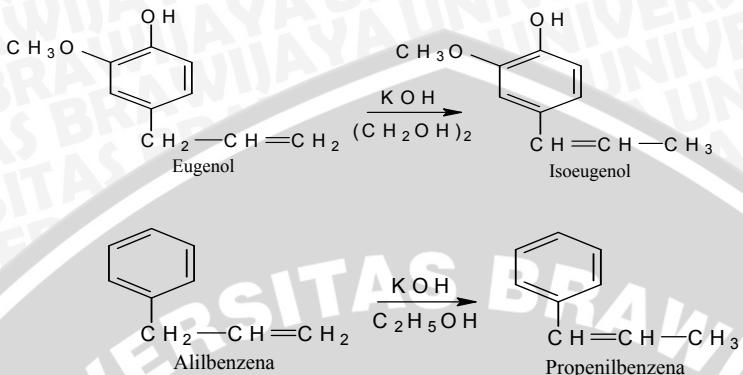
Mekanisme reaksi isomerisasi pada alkenil benzena dapat diusulkan mirip dengan reaksi isomerisasi eugenol, sehingga dapat menghasilkan beberapa tipe isomer, salah satu diantaranya adalah karena perpindahan ikatan rangkap ke rantai bagian dalam (Egloff, et al., 1942). Menurut Norman (1978) dan Sykes (1986), perpindahan ikatan rangkap tersebut dapat terjadi jika senyawa tersebut

direaksikan dengan basa kuat disertai pemanasan. Basa (OH^-) akan menyerang hidrogen- α , sehingga menyebabkan karbon- α kelebihan elektron (karbanion), yang selanjutnya akan berusaha mencapai bentuk yang stabil, yaitu dengan posisi ikatan rangkap terkonjugasi. Kesetimbangan reaksi akan bergerak ke kanan, sebab produk senyawa dengan sistem terkonjugasi bersifat lebih stabil dibandingkan dengan senyawa asal (dengan posisi ikatan rangkap terisolasi). Mekanisme reaksi isomerisasi dalam suasana basa tersebut disajikan pada gambar 2.4.



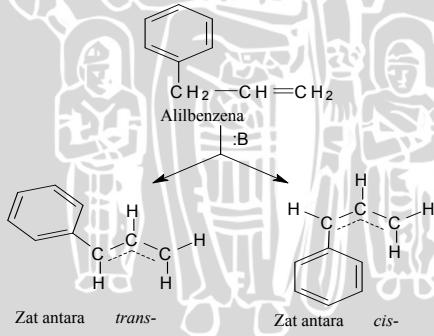
Gambar 2.4. Mekanisme Reaksi Isomerisasi Pada Alkenil Benzena

Wheland (1954) juga mengusulkan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol mirip dengan mekanisme reaksi alilbenzena menjadi propenilbenzena yang dapat disajikan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Mekanisme Reaksi Alilbenzena Menjadi Propenilbenzena

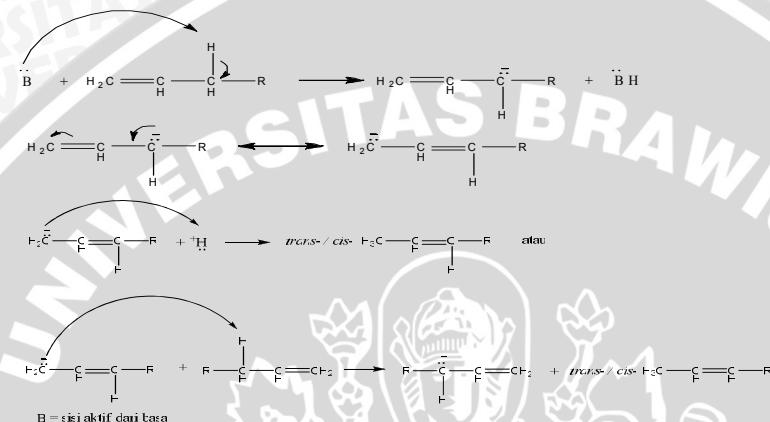
Cram dan Ela(1966) mengemukakan mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena dengan KO-tBu dalam HO-tBu pada temperatur 25°C melalui zat antara karbanion. Regangan (tolakan) ruang zat antara melalui zat antara karbanion *trans* yang lebih rendah dibandingkan dengan karbanion *cis*, menyebabkan *trans*-propenilbenzena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



Gambar 2.6. Zat Antara Dalam Mekanisme Reaksi Alilbenzena

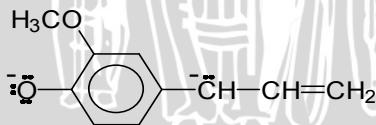
Terbentuknya karbanion sebagai zat antara pada reaksi isomerisasi alilbenzena telah dibuktikan secara eksperimen dengan melalui penandaan deuterium(D) (Isaacs,1974).

Wibowo dkk. (2002) menyatakan bahwa mekanisme reaksi isomerisasi berdasarkan pusat aktif yang mempunyai kemampuan donor dua elektron berlangsung melalui pembentukan karbanion. Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menggunakan basa ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol menggunakan Basa

Sastrohamidjojo (1981) dan Peterson, *et al.*, (1993) mengemukakan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dalam suasana basa yaitu melalui zat antara dianion yang berdasarkan pada mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena yang disajikan pada gambar 2.8.

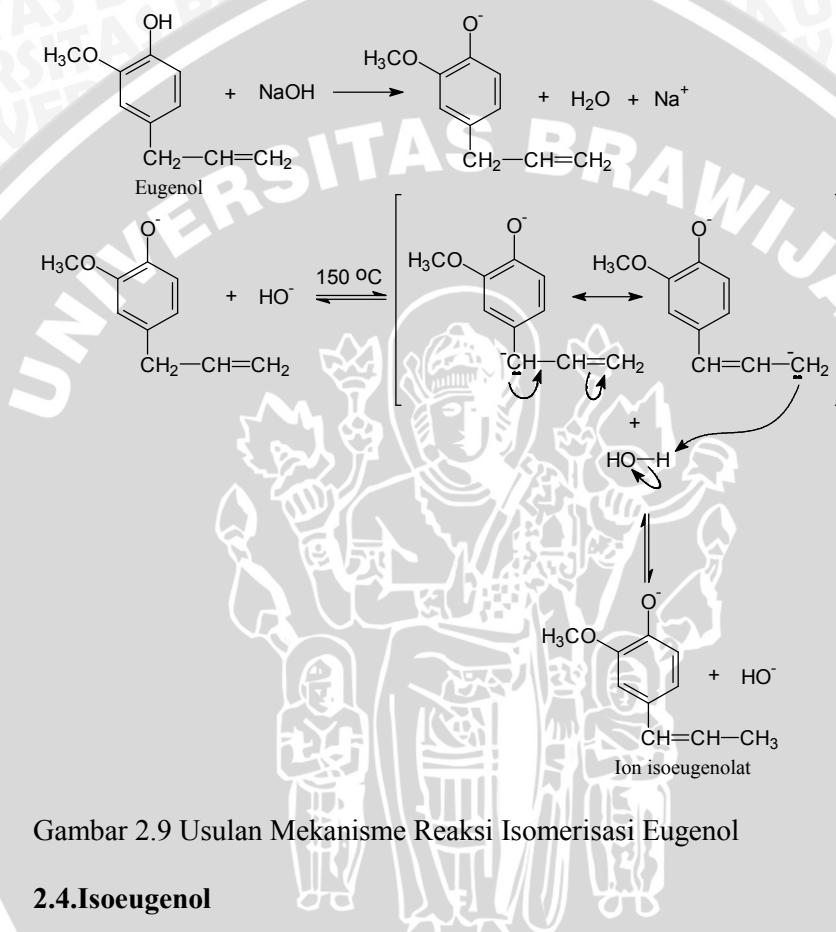


Gambar 2.8. Zat antara Dianion Reaksi Isomerisasi Alilbenzena

Mekanisme reaksi pada alilbenzena yang diusulkan berdasarkan atom H yang terikat pada atom O dan atom C terhadap alkena bermuatan positif, sehingga mudah diserang oleh ion

OH^- (basa).

Sastrohamidjojo (1981) lebih lanjut menuliskan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol yang dapat disajikan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Usulan Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol

2.4.Isoeugenol

Sebagian besar minyak daun cengkeh Indonesia diekspor dan sebagian kecil diolah menjadi eugenol. Di negara-negara pengimpor, minyak daun cengkeh Indonesia diolah menjadi beberapa produk turunannya seperti, eugenol, eugenol asetat, isoeugenol, vanilin dan etil vanilin yang mempunyai harga jual lebih tinggi. Isoeugenol sebagai produk derivat minyak daun cengkeh

banyak digunakan dalam industri flavor makanan dan minuman. Sebagai senyawa isomer dari eugenol, isoeugenol disintesis dari eugenol yang terdapat dalam minyak daun cengkeh melalui proses isomerisasi dan hidrolisis. Isomerisasi dilakukan dengan mereaksikan minyak daun cengkeh dengan Basa (NaOH) berlebih dalam kondisi suhu dan tekanan tinggi (Anonim³, 2010).

Isoeugenol atau 2-Metoksi-4-(1-propenyl) fenol dan 4-hydroxy-3-metoksi-1-propenylbenzena adalah senyawa hidrokarbon dengan rumus molekul $C_{10}H_{12}O_2$ dan mempunyai berat molekul 164,2g/mol (Anonim¹, 2010). Isoeugenol merupakan cairan berwarna kekuningan. Mempunyai titik lebur-10°C,titik didih 266-268°C, densitas: 1,082 g / mL pada 25° C, indeks bias pada suhu 20 sebesar 1,575. Isoeugenol komersial umumnya merupakan campuran dari isomer *cis*- dan *trans*-isoeugenol (Anonim², 2010). Struktur molekul *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol disajikan pada gambar 2.10.



Gambar 2.10.Struktur molekul *Cis*-Isoeugenol dan *Trans*-Isoeugenol

2.5.Kromatografi Gas-Spektrometer Massa(KG-SM)

Kromatografi Gas-Spektrometer Massa merupakan gabungan dua instrumen, yaitu alat kromatografi gas dan alat spektrometer massa (MS) berfungsi sebagai detektor untuk komponen yang dipisahkan oleh kromatografi gas. Kromatografi gas memisahkan senyawa campuran yang belum diketahui kemudian spektrometer massa mengidentifikasi senyawa tersebut (Pomeranz dan Melaon, 1994).

Prinsip pemisahan dengan kromatografi gas adalah pemisahan komponen yang dibawa oleh gas pembawa (fasa gerak) berdasarkan distribusi komponen senyawa tersebut secara diferensial diantara gas pembawa dan fasa diam di dalam kolom kromatografi. Fasa diam akan menahan komponen secara selektif berdasarkan koefisien distribusinya. Komponen-komponen ini kemudian meninggalkan kolom bersama aliran gas pembawa dan dicatat sebagai fungsi waktu oleh detektor (Mc.Nair dan Bonelli,1988). Jumlah peak dalam kromatogram menyatakan jumlah komponen senyawa dalam larutan cuplikan dan luas peak menyatakan kuantitas komponen dalam larutan cuplikan (Hendayana, 2006).

Kolom merupakan tempat terjadinya proses pemisahan campuran analit. Apabila molekul-molekul komponen berinteraksi secara lemah dengan fasa diam maka komponen tersebut akan bergerak lebih cepat meninggalkan fasa diam. Pemakaian kolom kapiler pada GC dengan panjang 30 meter dan diameter 0,25 mm memberikan hasil pemisahan yang lebih sempurna daripada kolom pak dengan panjang 1,5 meter dan diameter 2 mm. Hal ini terjadi karena kolom kapiler mempunyai ukuran sangat panjang sehingga resolusi akan semakin baik (Hendayana, 2006).

Beberapa faktor yang mempengaruhi resolusi adalah (Hendayana, 2006):

1. Selektifitas

Secara umum selektifitas dapat diartikan sebagai ukuran keterpilihan dua komponen campuran yang dipisahkan.

2. Retensi / Faktor kapasitas

Faktor kapasitas merupakan suatu ukuran kekuatan interaksi suatu komponen dengan fasa diam.

3. Efisiensi

Tingkat efisiensi pemisahan dengan kromatografi terlihat pada puncak-puncak kromatogram yang dihasilkan. Semakin lebar suatu puncak kromatogram, maka dapat dikatakan bahwa pemisahannya semakin kurang efisien.

Spektrometer massa merupakan detektor paling mutakhir dalam kromatografi gas. Detektor ini dihubungkan dengan *output* kromatografi gas (Fessenden dan Fessenden, 1992). Pada dasarnya

spektrometer massa adalah penguraian senyawa organik dan perekaman pola fragmentasi menurut massanya.

Pada spektrometer massa, molekul dalam keadaan gas bertekanan rendah ditembak dengan pancaran elektron berenergi tinggi (± 70 eV) dan diubah menjadi ion-ion bermuatan positif (ion molekul atau ion induk), yang dapat terfragmentasi menjadi ion-ion 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. Kation-kation yang terbentuk akan terdorong melalui suatu celah pemercepat oleh suatu medan elektrostatik. Laju kation akan semakin dipercepat oleh medan elektrostatik antara celah pemercepat pertama dan pemercepat kedua. Untuk memperoleh spektrum, medan magnet pada tabung analisis atau tegangan pemercepat antara celah pemercepat pertama dan kedua diubah-ubah. Dengan demikian, ion-ion secara berturut-turut menuju ke detektor sebagai fungsi massa per muatan (m/e) (Silverstein, *et al.*, 1986).

Karakterisasi komponen dilakukan dengan membandingkan spektrum massa senyawa yang diperoleh dengan spektrum massa yang terdapat dalam *library* yang disimpan dalam komputer di spektrometer massa (Sastrohamidjojo, 2004).

Keuntungan utama spektrometer massa sebagai metode analisis yaitu metode ini lebih sensitif dan spesifik untuk identifikasi senyawa yang tidak diketahui atau untuk menetapkan keberadaan senyawa tertentu. Hal ini disebabkan adanya pola fragmentasi yang khas sehingga dapat memberikan informasi mengenai bobot molekul dan rumus molekul. Puncak ion molekul penting dikenali karena memberikan bobot molekul senyawa yang diperiksa. Puncak paling kuat pada spektrum, disebut puncak dasar (*base peak*), dinyatakan dengan nilai 100% dan kekuatan puncak lain, termasuk puncak ion molekulnya dinyatakan sebagai kadar puncak dasar tersebut (Silverstein dan Morril, 1985).

2.6.Hipotesis

Senyawa isoeugenol dapat disintesis dengan bahan dasar eugenol dan basa natrium hidroksida melalui reaksi isomerisasi menggunakan refluks.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Brawijaya. Analisis dengan KG-SM di Laboratorium Kimia Organik. Waktu penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai Juli 2010.

3.2.Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Alat penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat refluks, pengaduk magnetik, corong tetes 100 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 10 mL, corong gelas, corong pisah 500 mL, pipet tetes, pH meter CG-820, gelas kimia 250 mL, mortar, gelas kimia 100 mL, desikator, cawan porselen, neraca analitik, termometer, batang pengaduk, botol sampel, gelas arloji, labu takar 50 mL, dan alat KG-SM QP-2010 merk shimadzu.

3.2.2.Bahan penelitian

Sampel penelitian adalah eugenol produksi masyarakat Wlingi Kabupaten Blitar.

3.2.3. Bahan kimia

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain magnesium sulfat heptahidrat p.a, natrium hidroksida p.a, dietilen glikol p.a, aquades, HCl 37% p.a, dan dietil eter p.a.

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi alat dan bahan penelitian.

2. Pembebasan molekul air dalam eugenol menggunakan $MgSO_4$ anhidrat
3. Penentuan berat jenis eugenol
4. Isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dengan $NaOH$.
5. Analisis hasil isomerisasi menggunakan KG-SM.

3.4.Prosedur Kerja

3.4.1.Preparasi $MgSO_4$ anhidrat dari $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

Preparasi $MgSO_4$ anhidrat dari $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ dilakukan melalui penggerusan 25 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ menggunakan mortar sampai $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ yang semula dalam bentuk butiran menjadi bentuk serbuk. Cawan porselen yang berisi $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ditimbang beratnya kemudian dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 24 jam. Setelah itu, cawan porselen dikeluarkan dan dimasukkan desikator terlebih dahulu sebelum ditimbang. Berdasarkan hasil penimbangan, diketahui perubahan berat $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ yang terjadi. Cawan porselen dimasukkan oven lagi selama 1 jam atau sampai berat $MgSO_4$ anhidrat konstan selama penimbangan (Lampiran L.5.1). $MgSO_4$ anhidrat disimpan di tempat yang tertutup atau disimpan dalam desikator. Skema kerja terlampir pada Lampiran L.3.1.

3.4.2.Pembekasan Molekul H_2O dalam Eugenol Menggunakan $MgSO_4$ Anhidrat

Pembekasan molekul air pada eugenol dilakukan sebelum proses isomerisasi. Eugenol sebanyak 8,4 mL dimasukkan kedalam gelas kimia kapasitas 250 mL. $MgSO_4$ anhidrat dimasukkan kedalam gelas kimia berisi eugenol secara perlahan sedikit demi sedikit sambil diamati terbentuk kumpulan serbuk $MgSO_4$ hidrat yang berarti telah menyerap molekul air. Penambahan $MgSO_4$ anhidrat dilakukan sampai tidak terbentuk kumpulan serbuk $MgSO_4$ anhidrat pada eugenol. Hal ini menunjukkan bahwa sudah tidak terdapat molekul air pada eugenol.

3.4.3.Penentuan Berat Jenis Eugenol

Penentuan berat jenis eugenol dilakukan dengan menggunakan piknometer 1 mL melalui penimbangan. Piknometer kosong mulanya ditimbang kemudian eugenol bebas H₂O dimasukkan dalam piknometer sampai penuh dan ditimbang kembali sebagai berat piknometer dan eugenol. Berat eugenol diperoleh dari selisih berat piknometer dan eugenol dengan berat piknometer awal, sedangkan berat jenis eugenol dapat diperoleh dengan membagi berat eugenol dengan volume eugenol dalam piknometer yaitu 1 mL. Persamaan untuk mencari berat jenis yaitu :

$$\text{Berat jenis eugenol} = \frac{\text{berat eugenol (gram)}}{\text{volume eugenol (mL)}}$$

3.4.4.Isomerisasi eugenol dengan NaOH dengan variasi waktu 3, 4, 5, dan 6 jam

Sebanyak 7,75 g (0,1938 mol) NaOH dan 67,8 mL (0,713 mol) dietilen glikol dimasukkan kedalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnetik, kondensor refluks, dan termometer. Campuran diaduk dan dipanaskan hingga semua basa NaOH larut. Setelah itu, 8,4 mL eugenol (0,0646 mol) ditambahkan menggunakan corong tetes kapasitas 100 mL sedikit demi sedikit kedalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL dan campuran diaduk serta dipanaskan selama 5 jam dengan penangas minyak dengan temperatur reaksi 150°C. Campuran ditinggikan pada temperatur ruang kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia kapasitas 250 mL. Campuran yang terbentuk ditambah 100 mL aquades, kemudian diasamkan dengan HCl 25% sedikit demi sedikit sampai pH = 2-3. Selanjutnya, campuran diekstraksi dengan 3 kali 15 mL dietileter menggunakan corong pisah kapasitas 500 mL untuk tiap kali proses ekstraksi dan dipisahkan fasa organiknya. Fasa organik dicuci dengan 10 mL aquades untuk setiap kali pencucian hingga fasa air sama dengan pH aquadest (pH = 5,67) dan dihilangkan molekul air yang masih tersisa dengan MgSO₄ anhidrat. Sisa pelarut dietileter yang terdapat pada fasa organik diuapkan dengan mengalirkan gas N₂ dan ditimbang

hingga beratnya konstan. Diulangi prosedur diatas dengan melakukan pemvariasian waktu 3, 4, dan 6 jam.

3.4.5. Analisis hasil isomerisasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Sebanyak 0,2 μ L sampel hasil isomerisasi 3, 4, 5, dan 6 jam diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* mikro pada instrumen KG-SM QP-2010 SHIMADZU dengan kondisi sebagai berikut:

Jenis kolom	: RTX-Wax (polietilen glikol)
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: MS
Temperatur kolom	: 125-250 ($5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$)
Temperatur detektor	: 250 $^{\circ}\text{C}$
Temperatur injektor	: 250 $^{\circ}\text{C}$
Gas pembawa	: He
Waktu awal	: 5 menit
Waktu akhir	: 40 menit
Kecepatan aliran	: 1,2 mL/menit

Data berupa kromatogram dan spektrum massa dimana kromatogram digunakan untuk menentukan jumlah dan kadar komponen hasil isomerisasi eugenol sedangkan spektrum massa digunakan untuk menentukan jenis atau struktur komponen hasil isomerisasi eugenol.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Basa NaOH Menggunakan Pelarut Dietilen Glikol

Isomerisasi adalah proses penataan ulang suatu molekul menjadi molekul baru dengan rumus empiris tetap (Fessenden dan Fessenden, 1992). Reaksi isomerisasi eugenol dengan basa NaOH menggunakan pelarut dietilen glikol menghasilkan isoeugenol yang berupa cairan kental berwarna coklat kemerahan.

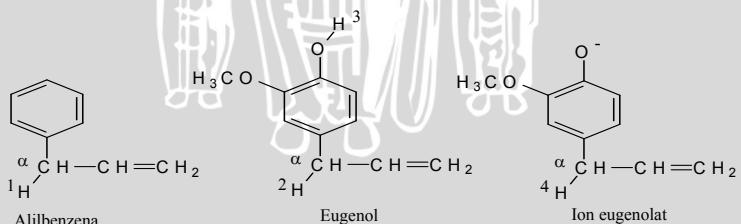
Proses isomerisasi eugenol, 7,75 g NaOH (0,1935 mol) dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 mL dan ditambahkan 67,8 mL dietilen glikol (0,713 mol) kemudian diaduk menggunakan stirer magnetik dan dipanaskan menggunakan refluks hingga semua basa NaOH larut. Pemilihan dietilen glikol berperan sebagai menghomogenkan antara eugenol dan basa NaOH agar dapat bereaksi. 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 150°C.

Selanjutnya, campuran ditambahkan 8,4 mL eugenol (setara dengan 0,0646 mol eugenol) dengan menggunakan corong tetes kapasitas 100 mL dan direfluks dengan variasi waktu 3, 4, 5, dan 6 jam pada temperatur 150°C. Pemvariasian waktu isomerisasi dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap kadar produk (*cis*- dan *trans*-iseugenol) yang dihasilkan. Refluk dilakukan untuk menaikkan probabilitas tumbukan antar molekul seimbang dengan naiknya energi kinetik yang disebabkan oleh kenaikan temperatur.

Hasil refluks didinginkan pada temperatur ruang dan dimasukkan gelas kimia kapasitas 250 mL dan ditambahkan 100 mL aquades untuk mengencerkan larutan campuran serta dilakukan penambahan HCl 25% sampai pH 2-3. Penggunaan larutan HCl 25% sebagai reaksi hidrolisis untuk membebaskan senyawa isoeugenol dari ion Na⁺ serta semakin asam HCl (pH 2-3) maka pembentukan isoeugenol dapat meningkat karena kemampuan untuk melepas ion H⁺ semakin besar. Selanjutnya larutan campuran diekstraksi menggunakan dietil eter untuk memisahkan sisa NaOH dan NaCl

yang terbentuk saat reaksi isomerisasi terdapat dalam fasa air dan isoeugenol yang terbentuk dari reaksi isomerisasi dan sisa eugenol yang tidak bereaksi dalam larutan terdapat pada fasa organik. Kemudian fasa organik dan fasa air dipisahkan dan dilakukan pencucian fasa organik dengan aquades hingga fasa air bersifat netral (pH aquades = 5,67) untuk menghilangkan sisa asam dan pelarut dietil eter dalam fasa organik. Molekul air yang masih terdapat di dalam fasa organik dibebaskan dengan menggunakan MgSO_4 anhidrat. MgSO_4 anhidrat dihasilkan dari dehidrasi $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ melalui pemanasan pada temperatur 120°C selama 24 jam atau hingga diperoleh berat konstan. MgSO_4 anhidrat berfungsi sebagai bahan penyerap air karena kapasitas MgSO_4 adalah 7 molekul hidrat. Penambahan MgSO_4 anhidrat dilakukan pada fasa organik hingga MgSO_4 anhidrat yang ditambahkan tidak terbentuk kumpulan serbuk MgSO_4 anhidrat. Hal ini merupakan parameter fisik sudah terikatnya molekul air yang ada dalam fasa organik, setelah itu residu MgSO_4 hidrat dipisahkan dari filtratnya (fasa organik). Fasa organik yang telah dihilangkan sisa airnya dialiri gas N_2 hingga massa larutan konstan yang bertujuan untuk menguapkan semua pelarut yang tersisa dalam larutan.

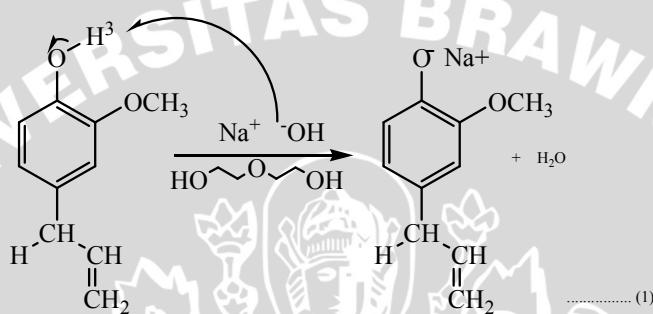
Menurut Kadarohman¹ (2010), keasaman hidrogen pada α -alilbenzena, eugenol, dan ion eugenolat adalah $\text{H}^1 > \text{H}^2$, $\text{H}^3 > \text{H}^1$, $\text{H}^3 >>> \text{H}^2$, $\text{H}^2 >>> \text{H}^4$, sehingga urutan keasaman $\text{H}^3 > \text{H}^1 > \text{H}^2 > \text{H}^4$ yang ditunjukkan oleh Gambar 4.1. Keasaman H^3 lebih tinggi daripada H^1 , H^2 , dan H^4 yang disebabkan adanya atom O yang bersifat elektronegatif, sehingga akan menaikkan keasamannya (Sykes, 1986).



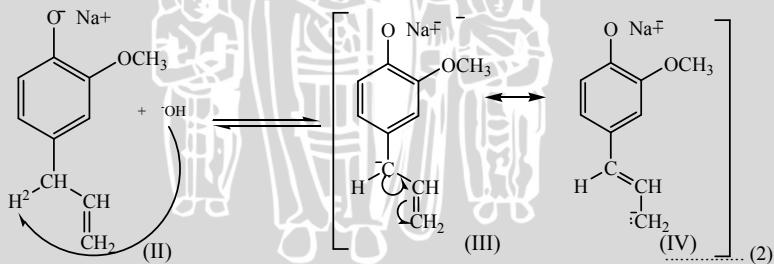
Gambar 4.1 Keasaman Alilbenzena, Eugenol, dan Ion Eugenolat

Pada uraian diatas, dapat diusulkan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol menggunakan basa NaOH dalam pelarut dietilen glikol yang diduga mirip mekanisme reaksi yang diusulkan oleh Sastrohamidjojo (1981) disajikan pada persamaan 1 sampai 4:

1. Gugus OH dari basa NaOH akan menyerang atom H³ yang bersifat lebih asam, sehingga membentuk ion eugenolat.

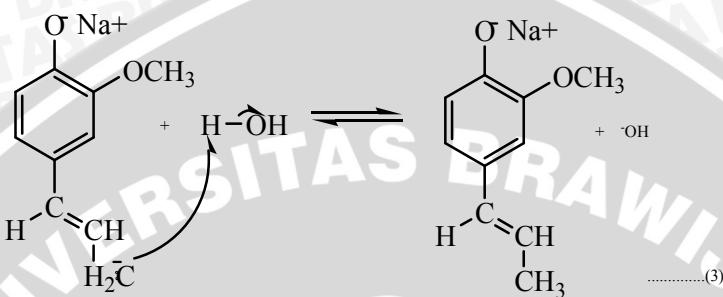


2. Kemudian gugus OH dari basa NaOH juga menyerang atom H² pada karbon alilik atau benzilik, sehingga terbentuk karbanion alilik yang ditunjukkan bentuk kanonik III dan diikuti struktur resonansi yang akan membentuk karbanion yang stabil yang ditunjukkan bentuk kanonik IV.

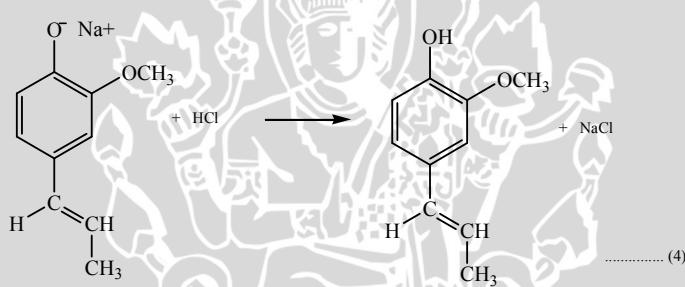


3. Pada persamaan 3 terjadi pemasukan kembali proton (H⁺) oleh H₂O pada posisi karbanion stabil (bentuk kanonik IV). Menurut Kadarohman¹ (2010), berdasarkan reaksi isomerisasi yang digunakan ada sumber yang dapat

memberikan atom hidrogen yang relatif bermuatan positif, yaitu H₂O yang terbentuk pada saat reaksi antara eugenol dengan basa NaOH.



4. Pada bentuk kanonik IV terjadi pembentukan isoeugenol.



Pada dasarnya, prinsip proses pembuatan isoeugenol merupakan reaksi isomerisasi yang sebenarnya hanya menggeser posisi ikatan rangkap pada grup alkenil ke posisi konjugasi pada cincin benzena (Sharma, *et al.*, 2006).

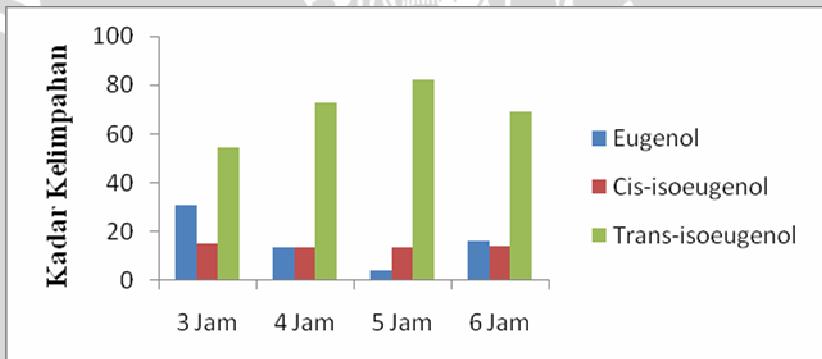
4.2. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Isomerisasi Eugenol

Isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol ini dilakukan pemvariasian waktu (3, 4, 5, dan 6 jam) yang bertujuan untuk mengetahui waktu optimum reaksi isomerisasi. Penentuan waktu optimum isomerisasi eugenol berdasarkan kromatogram KG-SM hasil isomerisasi eugenol pada berbagai variasi waktu reaksi selama 3, 4, 5, dan 6 jam. Grafik hubungan antara waktu isomerisasi dengan

kadar kelimpahan hasil isomerisasi pada temperatur 150°C dapat disajikan pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.3.

Tabel 4.1 Kadar Kelimpahan Komponen Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol

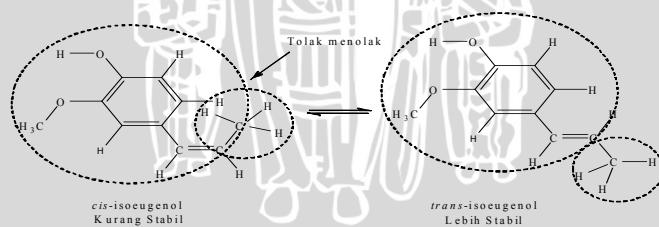
No.	Komponen Hasil Reaksi Isomerisasi	Waktu Reaksi (jam)			
		3	4	5	6
		%	%	%	%
1.	Eugenol	30,71	13,59	4,14	16,49
2.	Cis-isoeugenol	14,93	13,72	13,60	14,23
3.	Trans-isoeugenol	54,36	72,69	82,26	69,29
4.	Total Isoeugenol	69,29	86,41	95,86	83,52



Gambar 4.2 Histogram Kadar Kelimpahan Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol

Berdasarkan Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa terjadi kenaikan kadar kelimpahan produk (iseoxygenol) pada waktu isomerisasi 5 jam 86,41% menjadi 95,86% dan terjadi penurunan kadar kelimpahan produk (isoxygenol) 95,86% menjadi 83,52% pada waktu isomerisasi 6 jam, sedangkan pada eugenol waktu isomerisasi 5 jam terjadi penurunan kadar kelimpahan 13,59% menjadi 4,14% dan terjadi kenaikan kadar kelimpahan eugenol 4,14% menjadi 16,49% pada waktu isomerisasi 6 jam. Hal ini menunjukkan waktu optimum reaksi dari reaksi isomerisasi eugenol menjadi isooxygenol

adalah 5 jam. Waktu reaksi isomerisasi 5 jam terjadi peningkatan kadar produk isomerisasi (*cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol) seiring dengan berkurangnya kadar reaktan (eugenol). Hal ini disebabkan waktu pemanasan refluks selama 5 jam sudah optimal atau sudah mencapai titik puncak pembentukan untuk mengisomerisasi eugenol menjadi isoeugenol, sehingga penambahan waktu pemanasan refluks 6 jam tidak meningkatkan pembentukan isoeugenol. Menurut Cerveny, *et al.*, (1987) menyatakan semakin lama waktu pemanasan pada reaksi isomerisasi maka akan semakin banyak isoeugenol yang terbentuk, akan tetapi waktu pemanasan akan mencapai optimal pada waktu atau suhu pemanasan tertentu. Pada profil produk isoeugenol yang terbentuk pada Gambar 4.2, dapat dilihat kadar kelimpahan *cis*-isoeugenol yang relatif konstan dan kadar kelimpahan *trans*-isoeugenol yang semakin meningkat hingga waktu isomerisasi 5 jam. Hal ini dikarenakan regangan (tolakan) ruang zat antara melalui zat antara karbanion *trans*- yang lebih rendah dibandingkan dengan karbanion *cis*-, menyebabkan *trans*-isoeugenol yang dihasilkan lebih banyak daripada *cis*-isoeugenol. Selain itu, bentuk geometri *cis*-isoeugenol yang relatif tidak stabil dan *trans*-isoeugenol yang stabil akan mempunyai pengaruh dalam perbedaan kestabilan produk, sehingga bentuk *cis*-isoeugenol selalu berusaha berubah menjadi bentuk *trans*-isoeugenol (Kadarohman², 2010). Pada sistem reaksi kimia akan cenderung menuju ke keadaan yang paling stabil (*trans*-isoeugenol) (Sykes, 1986).

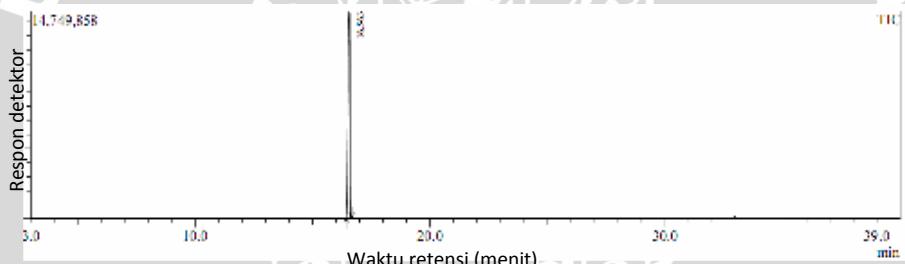


Gambar 4.3. Kestabilan Struktur *Cis*-Isoeugenol Dan *Trans*-Isoeugenol

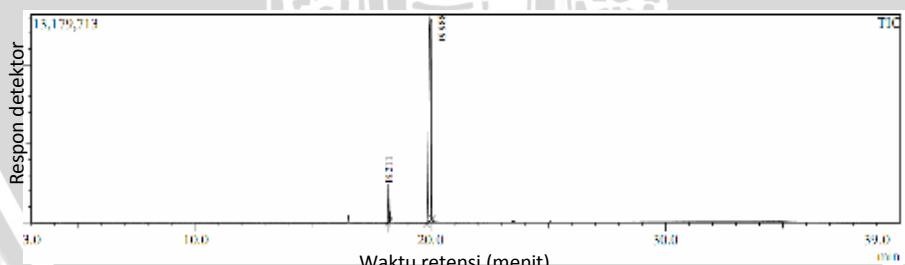
Pada waktu isomerisasi 6 jam terjadi penurunan kadar kelimpahan total isoeugenol dari 95,86% menjadi 83,52%. Penurunan kadar kelimpahan isoeugenol ini dikarenakan terjadi kesetimbangan antara isoeugenol dan eugenol, sehingga tambahan waktu isomerisasi tidak akan mempengaruhi reaksi. Leody (1992) menyatakan reaksi isomerisasi eugenol merupakan reaksi dapat balik (reversible).

4.3. Analisis Hasil Isomerisasi Dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

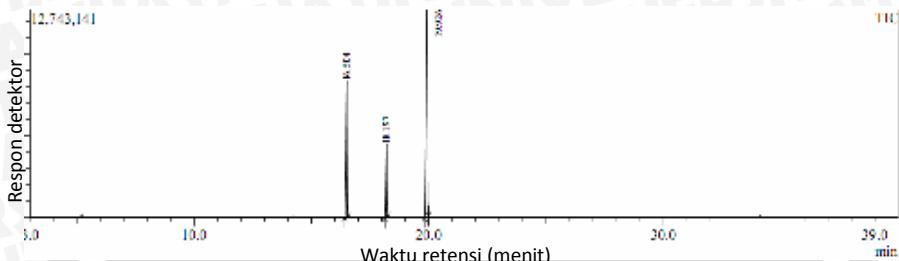
Komponen hasil isomerisasi eugenol dianalisis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa (KG-SM) yang bertujuan untuk mengetahui komponen hasil isomerisasi secara kualitatif dan kuantitatif.



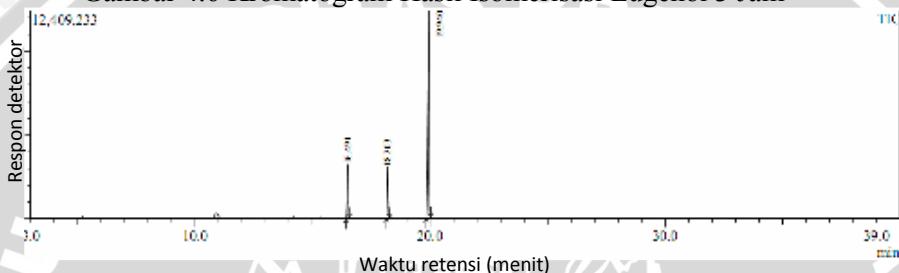
Gambar 4.4 Kromatogram Eugenol Standar



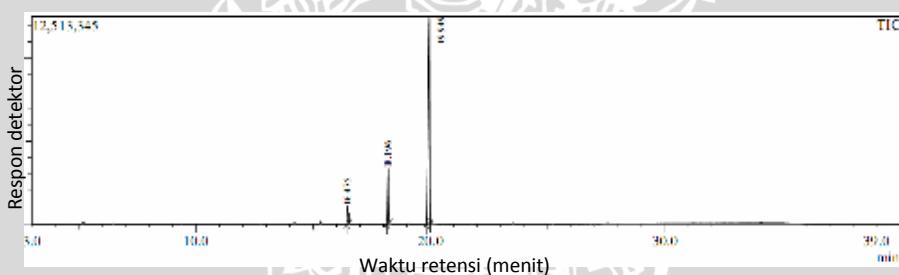
Gambar 4.5 Kromatogram Isoeugenol Standar



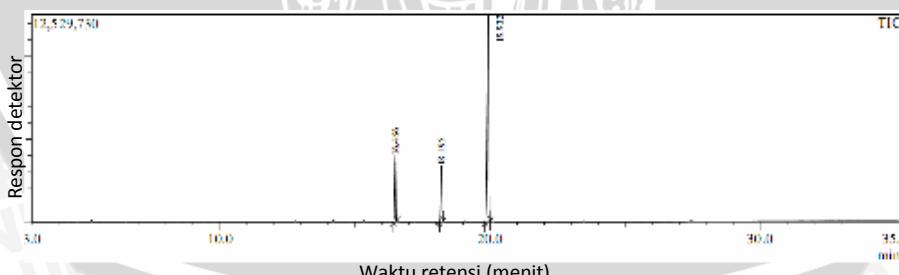
Gambar 4.6 Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 3 Jam



Gambar 4.7 Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 4 Jam



Gambar 4.8 Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 5 Jam



Gambar 4.9 Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol 6 Jam

Tabel 4.2 Waktu Retensi Standar dan Komponen Hasil Isomerisasi

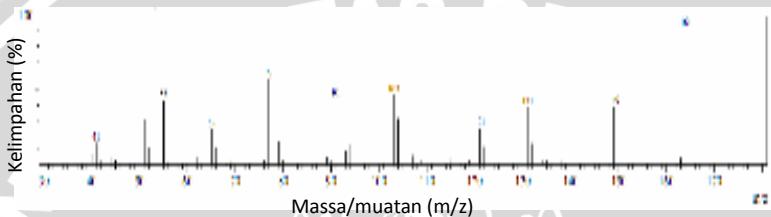
Komponen Hasil Isomerisasi	Waktu Retensi (t_r)				
	Standar	3 Jam	4 Jam	5 Jam	6 Jam
Eugenol	16,579	16,504	16,491	16,475	16,486
<i>Cis</i> -isoeugenol	18,211	18,179	18,203	18,196	18,195
<i>Trans</i> -isoeugenol	19,988	19,926	19,940	19,949	19,932

Berdasarkan Tabel 4.2 dapat dibandingkan kromatogram waktu retensi komponen hasil isomerisasi 5 jam dengan kromatogram waktu retensi senyawa standar yaitu eugenol dan isoeugenol. Waktu retensi adalah waktu yang dipergunakan oleh senyawa untuk bergerak melalui kolom menuju detektor (Sastrohamidjojo, 2002), sehingga dapat disimpulkan waktu retensi = 16,475, waktu retensi = 18,196, dan waktu retensi = 19,949 pada hasil isomerisasi 5 jam merupakan eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol. Perbedaan waktu retensi komponen hasil isomerisasi diakibatkan perbedaan titik didih eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol. Menurut literatur (Anonymous¹, 2009) titik didih eugenol = 250-255°C , titik didih *cis*- isoeugenol 262-265°C, dan titik didih *trans*-isoeugenol = 271-274°C. Menurut Sastrohamidjojo (2002), perbedaan waktu retensi dipengaruhi oleh titik didih senyawa, dimana senyawa yang mempunyai titik didih rendah akan lebih cepat terelusi dari kolom kromatografi dibandingkan senyawa yang mempunyai titik didih tinggi. Selain itu, waktu retensi suatu senyawa juga dipengaruhi oleh sifat kepolaran senyawa tersebut dimana senyawa yang mempunyai kepolaran yang lebih rendah akan terelusi lebih cepat dari kolom, sehingga waktu retensinya lebih pendek. Eugenol memiliki tingkat kepolaran lebih rendah jika dibandingkan dengan *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol, kolom yang berisi polietilen glikol bersifat polar, sehingga yang keluar terlebih dahulu berturut-turut adalah eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol.

Pada kromatogram KG-SM hasil isomerisasi eugenol 5 jam terdapat 3 puncak komponen senyawa yang memiliki kadar atau % area lebih dari 1% dengan masing-masing waktu retensi 16,475,

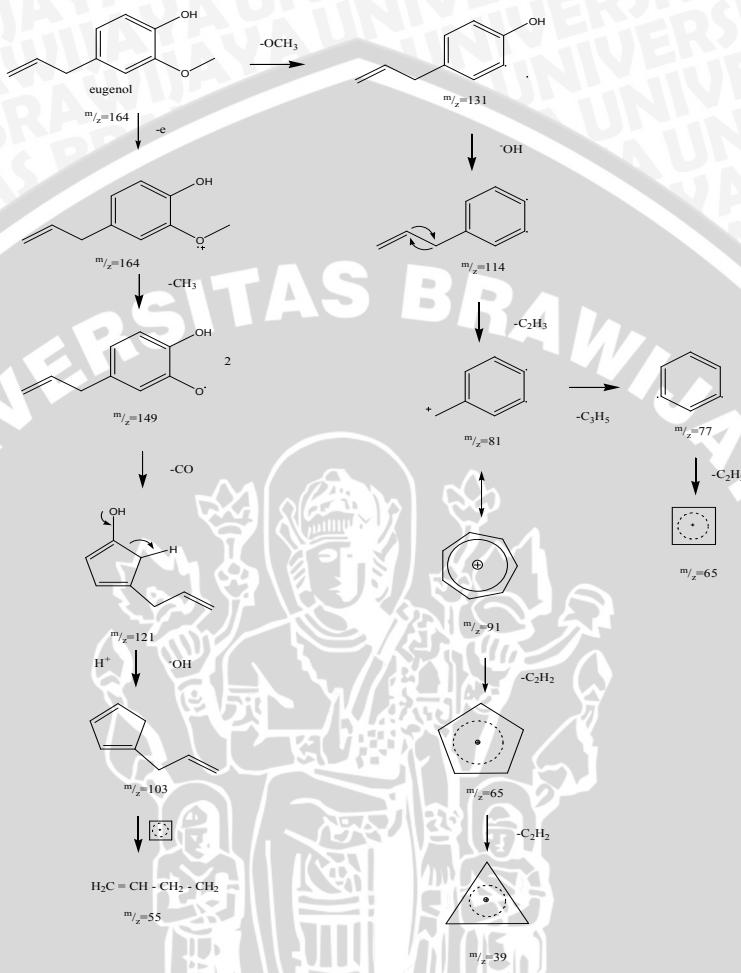
waktu retensi = 18,196, dan waktu retensi = 19,949. Kemudian masing-masing puncak pada kromatogram dipindai sehingga diperoleh spektrum massa yang digunakan untuk dianalisis pola fragmentasinya.

Hasil analisis spektrometer massa terhadap komponen senyawa dengan waktu retensi 16,475 pada hasil isomerisasi eugenol menghasilkan spektrum massa pada Gambar 4.10.



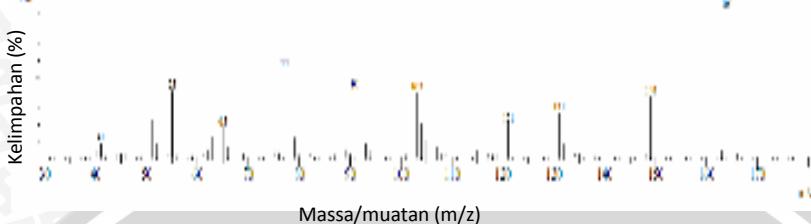
Gambar 4.10 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi dengan Waktu Retensi 16,475

Spektrum massa pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya puncak m/z 39,55,65,77,91,103,121,131,149,164. Puncak-puncak tersebut mempunyai kemiripan dengan puncak pola fragmentasi eugenol pada pustaka Wiley7.Lib. Puncak ion molekul pada $m/z = M^+ = 164$. Puncak $m/z = 149$ terjadi akibat pemutusan CH_3 dari puncak ion molekul yang dilanjutkan dengan pemutusan CO menghasilkan puncak $m/z = 121$, lalu dilanjutkan pelepasan H_2O menghasilkan puncak $m/z = 103$, yang terurai lebih lanjut menghasilkan puncak $m/z = 55$. Puncak $m/z = 131$ terjadi akibat pelepasan OCH_3 dari puncak ion molekul yang kemudian terjadi pemutusan $-\text{OH}$ dan $-\text{C}_2\text{H}_3$, dan C_3H_5 menghasilkan puncak $m/z = 91$ yang kemudian terjadi pemutusan C_2H_2 menghasilkan puncak $m/z = 65$ yang dilanjutkan pemutusan C_2H_2 membentuk puncak $m/z = 39$. Selain itu pada puncak $m/z = 131$ juga terjadi pemutusan $-\text{OH}$ dan C_5H_8 menghasilkan puncak $m/z = 77$. Kemungkinan pola fragmentasi eugenol ditunjukkan pada Gambar 4.11.

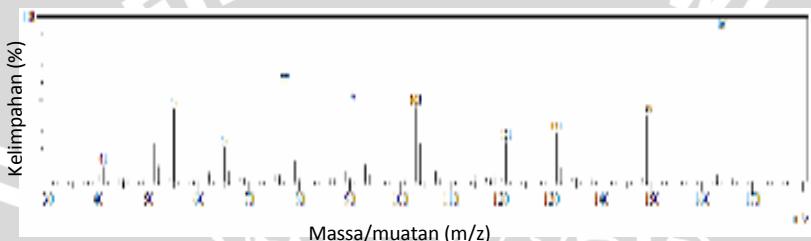


Gambar 4.11 Pola Fragmentasi yang disarankan untuk Eugenol

Hasil analisis spktrometer massa terhadap senyawa dengan waktu retensi 18,196 dan 19,949 pada hasil isomerisasi menghasilkan spektrum massa pada Gambar 4.12 dan Gambar 4.13.



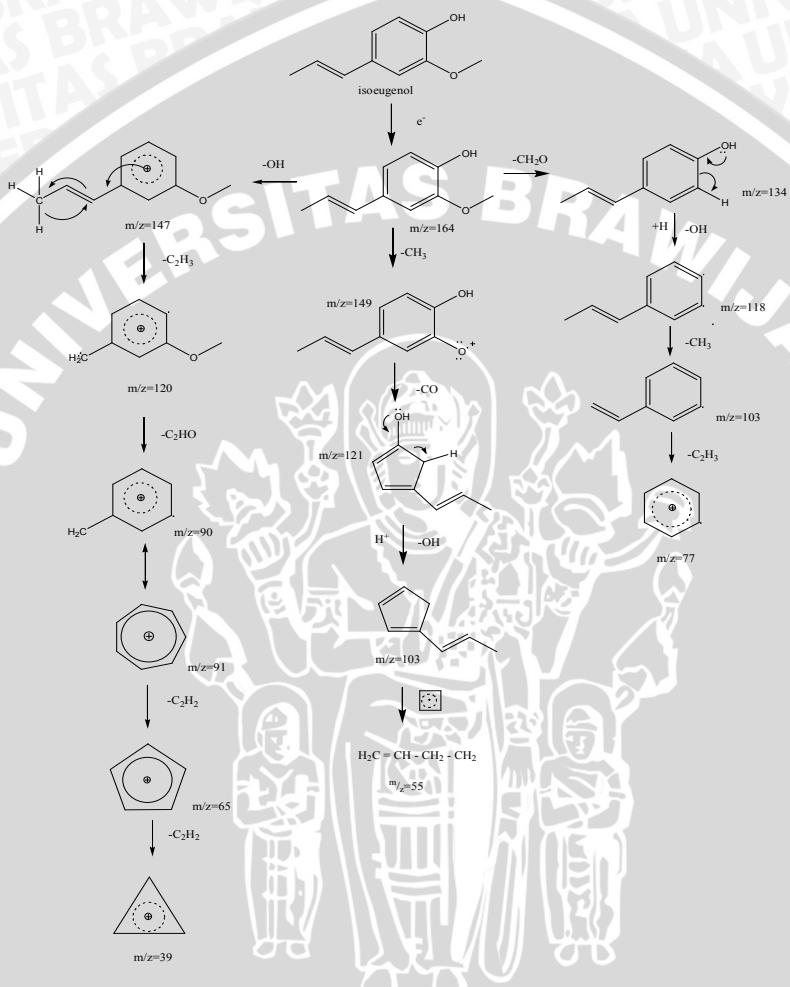
Gambar 4.12 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi dengan Waktu Retensi 18,196



Gambar 4.13 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi dengan Waktu Retensi 19,996

Spektrum massa pada Gambar 4.12 dan 4.13 menunjukkan adanya puncak m/z 39, 55, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149, 164. Puncak-puncak tersebut mempunyai kemiripan dengan puncak pola fragmentasi isoeugenol pada pustaka Wiley7.Lib. Pemutusan pertama terjadi pada ikatan CH_2O menghasilkan puncak $m/z = 134$ yang kemudian terjadi pemutusan berturut-turut yaitu pemutusan $-\text{OH}$ dan CH_3 menghasilkan puncak $m/z = 103$ dilanjutkan pelepasan C_2H_3 menghasilkan puncak $m/z = 77$ yang merupakan puncak khas dari senyawa benzena. Puncak $m/z = 149$ dihasilkan pemutusan CH_3 dari puncak ion molekul yang kemudian terjadi pemutusan CO menghasilkan puncak $m/z = 121$ yang diteruskan dengan pelepasan H_2O menghasilkan puncak $m/z = 103$ lalu terurai lebih lanjut menghasilkan puncak $m/z = 55$. Selain itu pada puncak ion molekul terjadi pemutusan berturut-turut yaitu $-\text{OH}$ dan C_2H_3 menghasilkan puncak $m/z = 120$ lalu pemutusan C_2HO menghasilkan puncak $m/z = 91$ yang kemudian pelepasan C_2H_2 menghasilkan puncak $m/z = 65$ lalu dilanjutkan pelepasan C_2H_2 menghasilkan puncak $m/z = 39$.

Kemungkinan pola fragmentasi isoeugenol ditunjukkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Pola Fragmentasi yang disarankan untuk Isoeugenol

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Reaksi isomerisasi eugenol menjadi produk (*cis* – dan *trans*-isoeugenol) dengan menggunakan NaOH pada temperatur 150°C dipengaruhi pengontrolan waktu isomerisasi. Waktu optimum reaksi isomerisasi eugenol menggunakan NaOH pada temperatur 150°C adalah 5 jam.
2. Waktu optimum isomerisasi 5 jam diperoleh kadar hasil 3 komponen utama yaitu eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol berturut-turut sebesar 4,14%, 13,60%, dan 82,26%. Analisis hasil isomerisasi eugenol 3, 4, 5, dan 6 jam menggunakan statistika deskriptif mempunyai nilai rata-rata komposisi *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol sebesar 14,12% dan 69,65% serta simpangan baku *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol sebesar $\pm 0,60$ dan $\pm 11,57$.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian tentang laju reaksi isomerisasi eugenol pada temperatur 150°C menggunakan basa NaOH dengan pelarut dietilen glikol, sehingga dapat diketahui laju pembentukan *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim¹, 2010, **Isoeugenol**, http://www.lookchem.com/ISO_EUGENOL, diakses tanggal 4 april 2010.
- Anonim², 2010, **Isoeugenol**, <http://chemicalland21.com/specialtychem/perchem/ISOEUGENOL.htm>, diakses tanggal 15 april 2010.
- Anonim³, 2010, **BB Pascapanen Publikasi**, <http://www.pustakadeptan.go.id/publikasi/wr305083>, diakses tanggal 15 april 2010.
- Anonymous¹, 2009, **The Isomerization**, www.designer-drug.com, diakses tanggal 1 April 2009
- Busroni, 2000, **Sintesis 1-(3,4 dimetoksi fenil)-2-propanon Turunan Eugenol Melalui Pembentukan Senyawa 1-(3,4 dimetoksi fenil)-2-propanil Format pada Temperature 250-300°C**, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember, Jember.
- Cerveny, L., A.Krejcikova, A.Marhoul and V.Ruzicka,1987, **Isomerization of Eugenol to Isoeugenol**, Kinetics Studies. React. Kinet. Catal. Lett. 33,471-6.
- Considine, D.M. and G.D. Considine,1982, **Food and Food Production Encyclopedia**, Van Nortand Reinhold Co., New York.
- Cram, D.J. and S.W.Ela, 1966, **Electrophilic Substitution at Saturated Carbon**. XXX. Behavior of Phenylallylic anions and Theirs Conjugate Acid, J. Am. Chem. Soc., 88, 5791-5802.
- Egloff,G., G.Hulla and V.I.Komasewsky, 1942, **Isomerization of Pure Hydrocarbons**, Reinhold Publishing Co., New York.
- Firdaus,A.P.E., 2010, **Pengaruh Waktu Reaksi Isomerisasi Eugenol Menggunakan Preaksi KOH Terhadap Rasio**

Kadar Eugenol dan Isoeugenol, Skripsi, FMIPA UB, Malang.

- Fessenden, R.J. dan J.S. Fessenden, 1986, **Kimia Organik**, Jilid 1, Edisi ketiga, Alih bahasa A.H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- Fessenden, R.J. dan J.S. Fessenden, 1992, **Kimia Organik**, Jilid 2, Alih Bahasa A.H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- Hendayana, S., 2006, **Kimia Pemisahan**, PT. Remaja Rosdakarya, Bandung.
- Irawati,T., Pudjono dan Supardjan, 2006, **Sintesis 2,5Dibenzilidin Siklopantanon dari Benzaldehid dan Siklopantanon dengan Variasi Pelarut**, Fakultas Farmasi UGM, Jogjakarta.
- Issacs, N.S., 1974, **Reactive Intermediates in Organic Chemistry**, John Willey & Sons, London.
- Kadarohman¹,A., 2010, **Mekanisme Reaksi Isoeugenol**, www.edupreneur.upi.com,diakses tanggal 15 april 2010.
- Kadarohman²,A., 2010, **Kinetika Reaksi Isomerisasi Isoeugenol**, www.edupreneur.upi.com, diakses tanggal 15 april 2010.
- Lide,D.R., 1994, **CRC Handbook of Chemistry and Physics 75th edition**,CRC Press,Inc.,USA.
- Leody, 1992, **Mempelajari Pembuatan Isoeugenol dari Minyak Daun Cengkeh**,Skripsi,FATETA, IPB, Bogor.
- Nurdjannah, N., 2004, **Diversifikasi Penggunaan Cengkeh**, Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian, Vol. 3 No. 2, pp 61-70.
- Norman,R.O.C., 1978, **Principles of Organic Synthesis**,2nd edition, Chapman and Hall, London.
- Peterson,T.H., J.H.Bryan and T.A. Keevil, 1993, **A Kinetic Study of Isomerization of Isoeugenol**, J.Chem.Ed,70,A96-A98.

Pomeranz, Y. and C.C.Melaon, 1994, **Food Analysis Theory And Practice**, Chapman And Hall Advision Of International Thomson Publishing Inc., New York.

Sastrohamidjojo, H., 1981, **A Study of Some Indonesian Essential Oils**, Disertasi, FMIPA UGM, Yogyakarta.

Sastrohamidjojo, 2002, **Kromatografi**, Edisi kedua, Penerbit Liberty, Yogyakarta.

Sastrohamidjojo, H., 2004, **Kimia Minyak Atsiri**, Gadjah Mada University Press Yogyakarta.

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

Simpson and B.Berry, 2001, **Economic Botany 3rd Edition**, Mc.Graw Hill, New York.

Silverstein, B. and Morrill, 1985, **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, John Wiley & Son, New York.

Silverstein,R.M., G.C.Bassler dan T.C.Morril, 1986, **Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik**, Alih Bahasa: Hartono,A.J.,dkk, Penerbit Erlangga, Jakarta.

Sharma, S.K.,V.K. Srivastava and Jasra, 2006, **Selective Double Bond Isomerization Of Allyl Phenyl Ethers Catalyzed By Ruthenium Metal Complexes**, J.Mol.Catal.Chem 245, 200–209.

Spoight, J.G., 1976, **Lange's Handbook of Chemistry 16 Edition**, Mc. Grow Hill Inc., New York.

Sykes,P., 1986, **A Guidebook To Mechanism In Organic Chemistry**, Longman Group Ltd., New York.

Wibowo, W., W.P. Suwarso, T. Utari dan H. Purwaningsih, 2002, **Aplikasi Reaksi Katalisis Heterogen untuk Pembuatan**

Vanili Sintetik (3-hidroksi-2-metoksifenol) Minyak Cengkeh, Makara Sains, Vol.6, No.3.

Wingrove, A.S. and R.L. Caret, 1981, **Organic Chemistry**, Harper and Row Publisher, New York.

Wheland, G.W., 1954, **Advanced Organic Chemistry**, 2nd Edition., John Wiley & Sons Ins., New York.



LAMPIRAN

L.1 Gambar Proses Refluks



L.2 Gambar Produk Hasil Isomerisasi



L.3 Diagam Alir Penelitian

L.3.1 Preparasi MgSO₄ anhidrat

MgSO₄.7H₂O

- digerus menggunakan mortar sebanyak 25 g sampai berbentuk serbuk
- dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 24 jam
- dikeluarkan cawan porselen dalam oven dan dimasukkan dalam desikator
- ditimbang menggunakan neraca analitik
- dimasukkan kembali kedalam oven pada temperatur 120 °C
- dikeluarkan cawan porselen dan dimasukkan ke dalam desikator
- ditimbang dan diulangi prosedur pemanasan serbuk MgSO₄ selama 1 jam sampai diperoleh massa MgSO₄ konstan
- disimpan dalam desikator

MgSO₄ anhidrat

L.3.2 Pembebasan Molekul H₂O pada Eugenol Menggunakan MgSO₄ anhidrat

Eugenol

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

Eugenol bebas H₂O

L.3.3 Penentuan Berat Jenis Eugenol

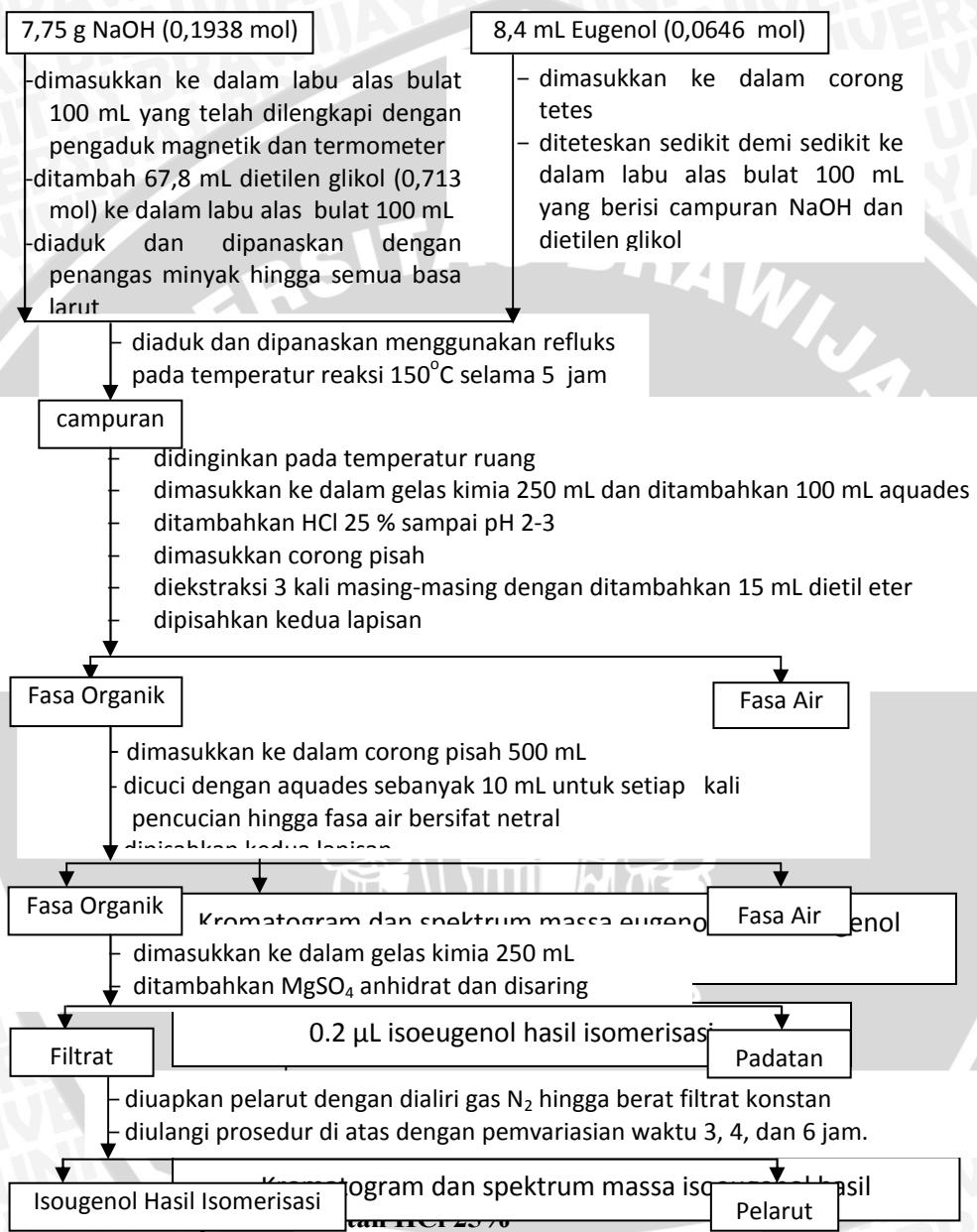
Piknometer

- dicuci dan dikeringkan
- ditimbang dan dicatat massanya
- diisi dengan eugenol bebas H₂O hingga penuh
- ditimbang massanya
- diukur temperatur larutan

Berat jenis eugenol (g/mL)



L.3.4 Proses Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol



- dipipet sebanyak 33,8 mL
- dimasukkan ke dalam labu takar kapasitas 50 mL
- ditambah aquades hingga tanda batas

Larutan HCl 25%

L.5 Data Penimbangan MgSO₄.anhidrat

L.5.1 Tabel Penimbangan MgSO₄ sampai diperoleh Berat Konstan

No.	Perlakuan	Massa MgSO ₄
1.	Awal	25 g
2.	Setelah pemanasan selama 24 jam	14,23 g
3.	Setelah pemanasan 1 jam	13,97 g
4.	Setelah pemanasan 1 jam	13,12 g
5.	Setelah pemanasan 1 jam	12,75 g
6.	Setelah pemanasan 1 jam	12,55 g
7.	Setelah pemanasan 1 jam	12,55 g

L.5.2. Perhitungan Mol H₂O yang lepas dari MgSO₄.7H₂O

Reaksi :



x = Σ hidrat yang hilang

$$\text{Massa MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 25 \text{ g}$$

$$\text{Massa MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O} = 12,55 \text{ g}$$

$$\text{Massa } x \text{ H}_2\text{O} = 12,45 \text{ g}$$

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

$$\text{Mr } 7\text{H}_2\text{O} = 126 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa } 7\text{H}_2\text{O} = \frac{126 \text{ g/mol}}{246 \text{ g/mol}} \times 25 \text{ g} = 12,80 \text{ g}$$

$$\text{Mol } x \text{ H}_2\text{O} = \frac{12,45 \text{ g}}{12,80 \text{ g}} \times 7 \text{ mol} = 6,81 \text{ mol}$$

L.6 Perhitungan Berat Jenis Eugenol Sebelum Isomerisasi

Temperatur pengukuran	= 27 °C
Volume eugenol	= 1 mL
Berat piknometer + eugenol	= 6,46 g
Berat piknometer	= 5,16 g
Berat eugenol	= 1,30 g

$$\begin{aligned}\text{Berat jenis eugenol} &= \frac{\text{Berat eugenol}}{\text{Volume eugenol}} \\ &= \frac{1,30 \text{ g}}{1 \text{ mL}} \\ &= 1,30 \text{ g/mL}\end{aligned}$$

L.7 Perhitungan Mol Eugenol

$$\begin{aligned}\text{Berat jenis eugenol} &= 1,30 \text{ g/mL} \\ \text{Volume eugenol} &= 8,4 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat eugenol} &= \text{Berat jenis} \times \text{volume} \times \% \text{ area KG eugenol} \\ &= 1,30 \text{ g/mL} \times 8,4 \text{ mL} \times 97,10 \% \\ &= 10,92 \text{ g} \times 97,10 \% \\ &= 10,6 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{Berat molekul (BM) eugenol} = 164,20 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol eugenol} &= \frac{\text{Berat Eugenol}}{\text{BM Eugenol}} \\ &= \frac{10,6 \text{ g}}{164,20 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0646 \text{ mol}\end{aligned}$$

L.8 Perhitungan Mol Dietilen glikol pada Isomerisasi Eugenol Menggunakan NaOH

Berat jenis dietilen glikol = 1,115 g/mL

$$\begin{aligned}
 \text{Volume dietilen glikol} &= 67,8 \text{ mL} \\
 \text{Berat dietilen glikol} &= \text{Berat jenis} \times \text{Volume} \\
 &= 1,115 \text{ g/mL} \times 67,8 \text{ mL} \\
 &= 75,597 \text{ g} \\
 \text{Berat molekul (BM) dietilen glikol} &= 106,12 \text{ g/mol} \\
 \text{mol dietilen glikol} &= \frac{\text{Berat dietilen glikol}}{\text{BM dietilen glikol}} \\
 &= \frac{75,597 \text{ g}}{106,12 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,713 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

L.9 Perhitungan Massa NaOH yang Dibutuhkan Reaksi Isomerisasi Eugenol Perbandingan Mol Eugenol : NaOH = 1:3

Perbandingan mol Eugenol : mol NaOH = 1:3

$$\begin{aligned}
 \text{mol NaOH} &= \frac{3}{1} \times \text{mol Eugenol} \\
 &= \frac{3}{1} \times 0,0646 \text{ mol} \\
 &= 0,1938 \text{ mol} \\
 \text{BM NaOH} &= 40 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{BM NaOH} \\
 &= 0,1938 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\
 &= 7,75 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.10 Perhitungan Pembuatan larutan HCl 25%

L.10.1 Perhitungan Pengenceran larutan HCl 25% dari larutan HCl 37%

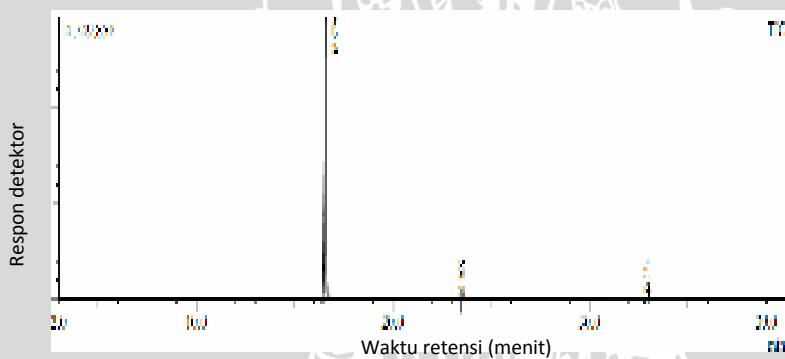
$$\begin{aligned}
 C_{\text{HCl } 37\%} \times V_{\text{HCl } 37\%} &= C_{\text{HCl } 25\%} \times V_{\text{HCl } 25\%} \\
 37\% \times V_{\text{HCl } 37\%} &= 25\% \times 50 \text{ mL} \\
 V_{\text{HCl } 37\%} &= \frac{0,25 \times 50 \text{ mL}}{0,37} \\
 &= 33,8 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

L.11 Uji Statistik Diskriptif terhadap Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Software SPSS

Descriptive Statistic

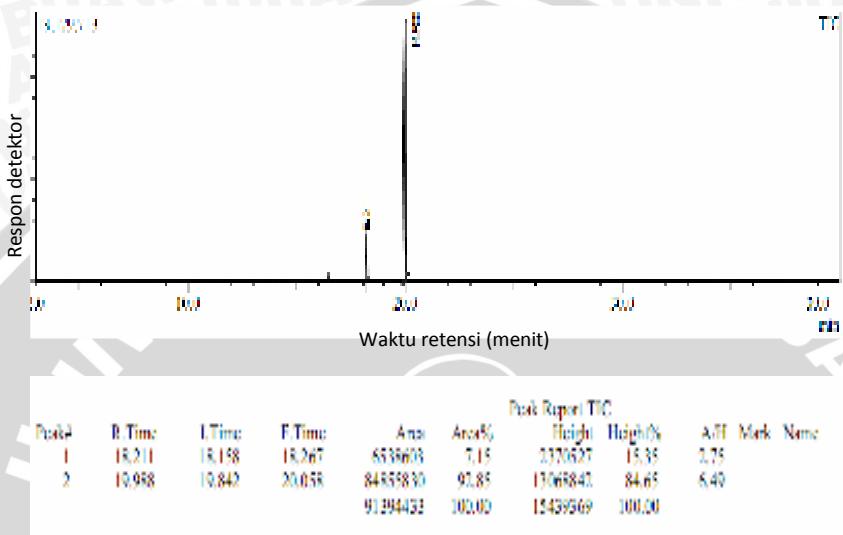
Komponen Hasil Isomerisasi	N	Mean	Std. Deviation
Eugenol	4	16.2325	± 10.99812
Cis-isoeugenol	4	14.1200	± 0.60514
Trans-isoeugenol	4	69.6500	± 11.57825
Valid N (listwise)	4		

L.12 Kromatogram KG-SM Eugenol Standar



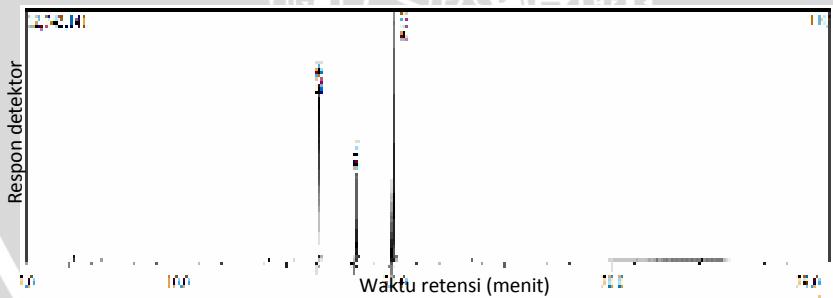
Peak#	R.Time	L.Time	E.Time	Area		Height		A/H	Mark	Name
				Abs	Abs%	Heights	Heights%			
1	16.279	16.425	16.717	56403570	99.37	14525196	99.07	5.94		
2	23.309	23.459	23.507	158640	0.18	53955	0.37	2.94		
3	32.334	32.858	33.017	706590	0.45	82.92	0.56	4.75		

L.13 Kromatogram KG-SM Isoeugenol Standar

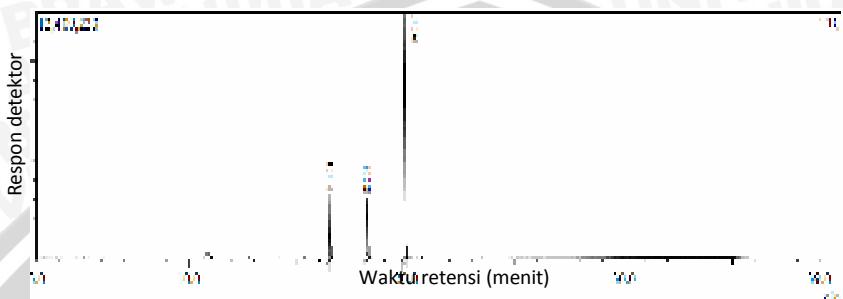


L.14 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi dengan Variasi Waktu

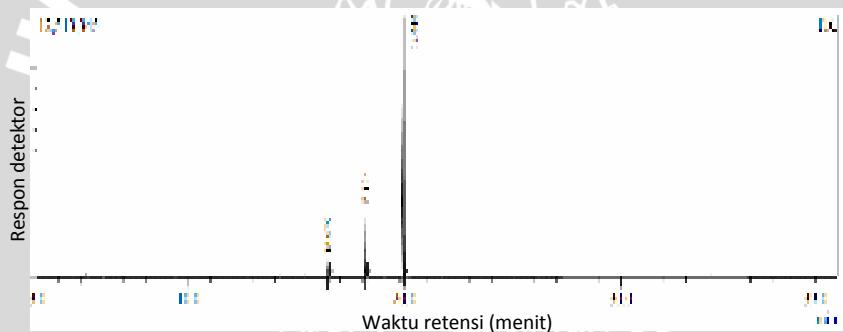
L.14.1 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 3 Jam



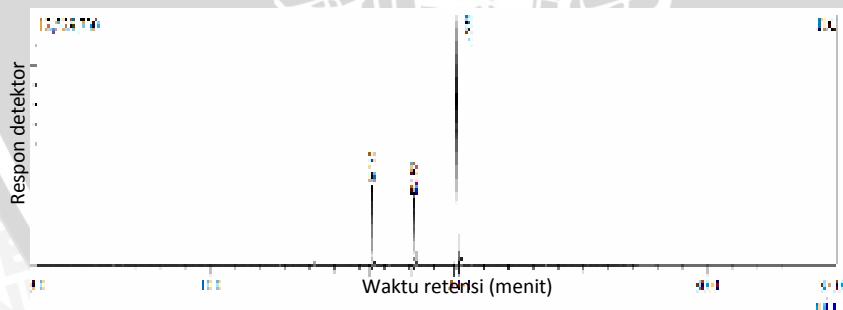
L.14.2 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 4 Jam



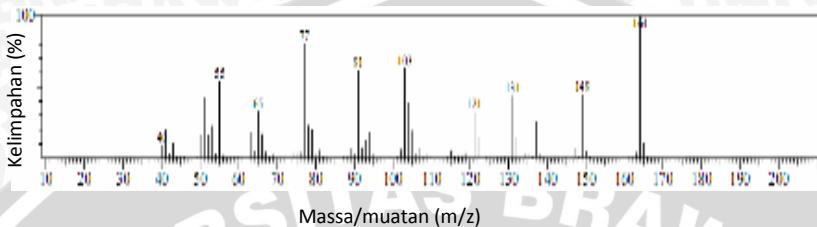
L.14.3 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 5 Jam



L.14.4 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi 6 Jam

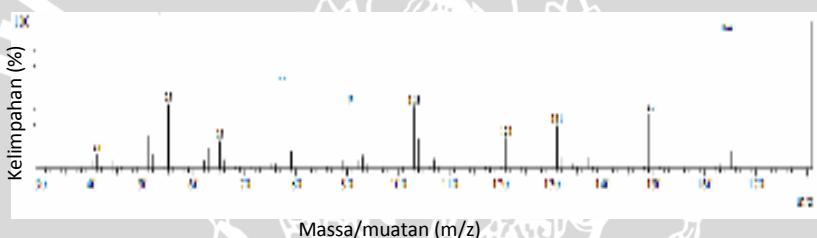


L.15 Spektrum Massa Eugenol standar dengan Waktu Retensi 16,579

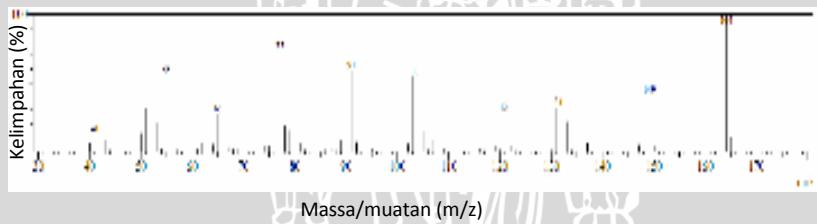


L.16 Spektrum Massa Isoeugenol Standar

L.16.1 Spektrum Massa Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 18,208

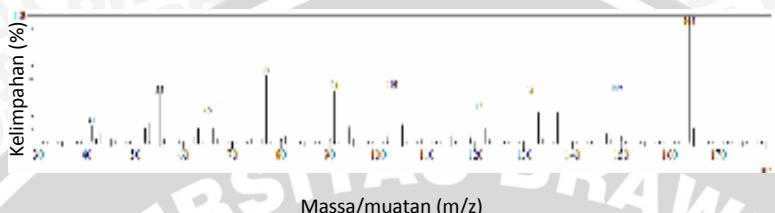


L.16.2 Spektrum Massa Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 19,992

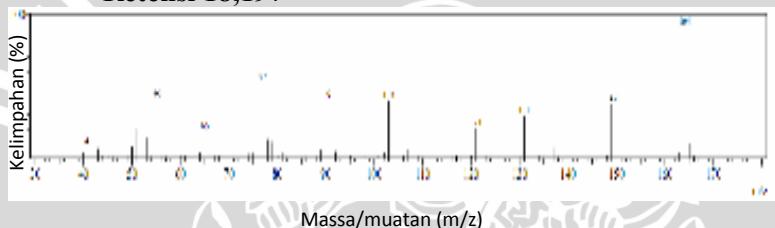


L.17 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi

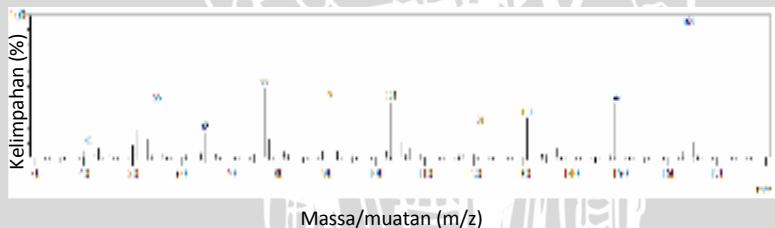
L.17.1 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 16,504



L.17.2 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 18,197

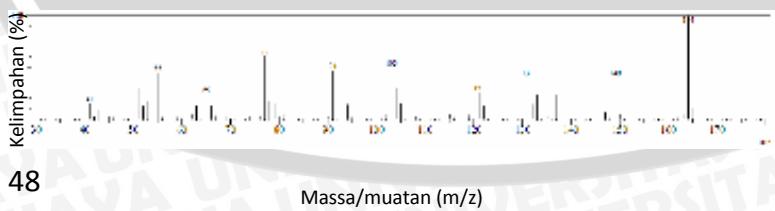


L.17.3 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 3 Jam dengan Waktu Retensi 19,925

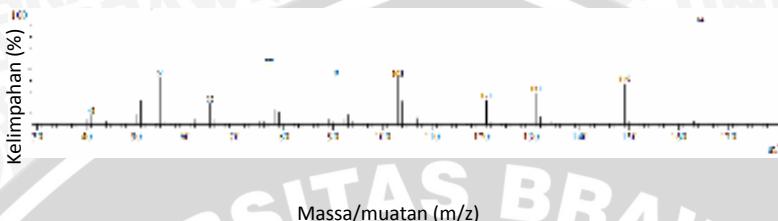


L.18 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi

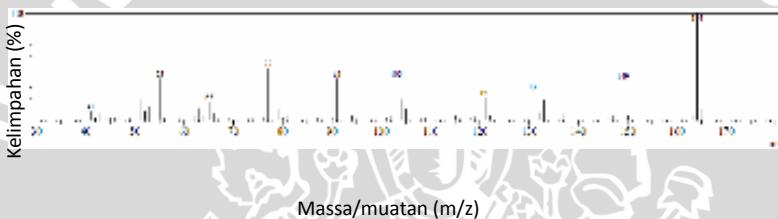
L.18.1 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 16,491



L.18.2 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 18,203

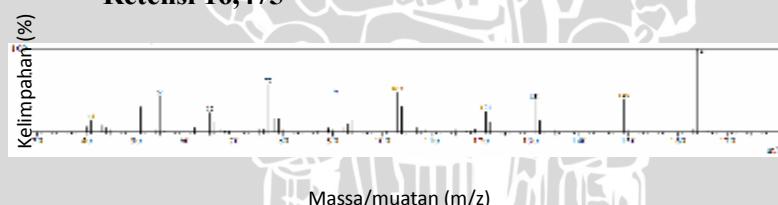


L.18.3 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 4 Jam dengan Waktu Retensi 19,940

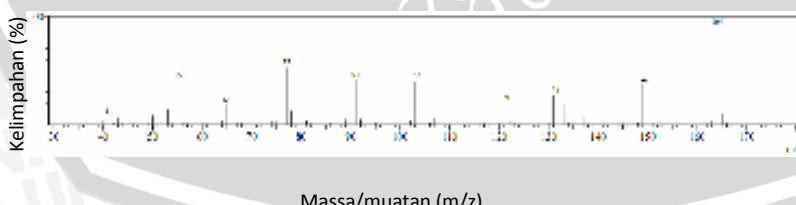


L.19 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi

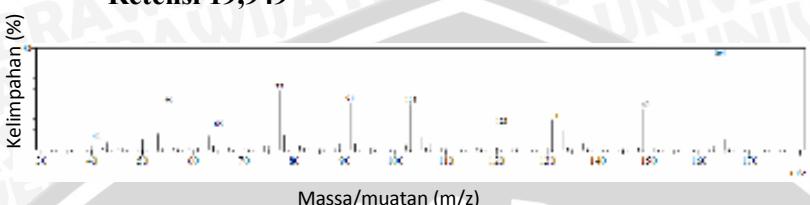
L.19.1 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 16,475



L.19.2 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 18,196

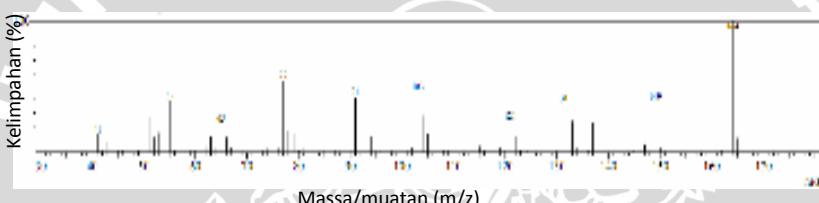


L.19.3 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 5 Jam dengan Waktu Retensi 19,949

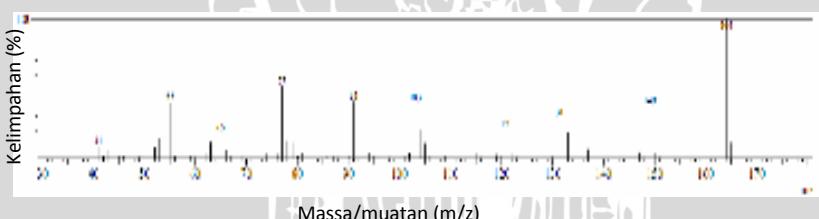


L.20 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi

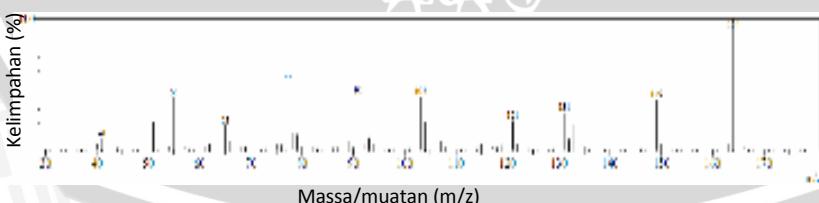
L.20.1 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 16,486



L.20.2 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 18,195

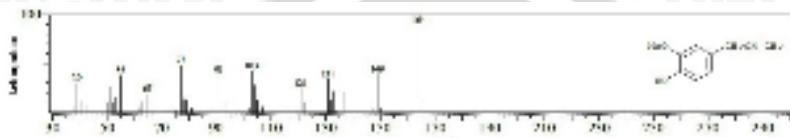


L.20.3 Spektrum Massa Hasil Isomerisasi 6 Jam dengan Waktu Retensi 19,932



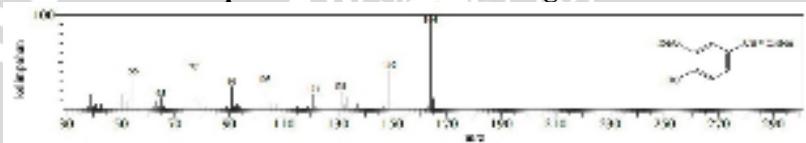
L.21 Pustaka Spektrum Massa Hasil Isomerisasi

L.21.1 Pustaka Spektrum Massa Eugenol



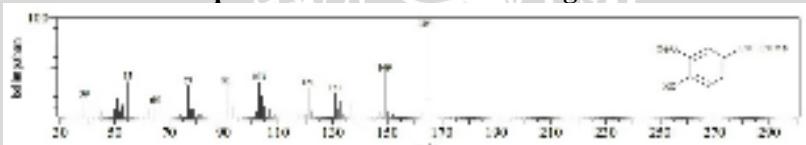
Berat molekul : 164
Rumus Molekul : C₁₀H₁₂O₂
Nama : Eugenol
Pustaka : WILEY7LIB

L.21.2 Pustaka Spektrum Massa *Cis*-Isoeugenol



Berat molekul : 164
Rumus Molekul : C₁₀H₁₂O₂
Nama : *Cis*-Isoeugenol
Pustaka : WILEY7LIB

L.21.3 Pustaka Spektrum Massa *Trans*-Isoeugenol



Berat molekul : 164
Rumus Molekul : C₁₀H₁₂O₂
Nama : *Trans*-Isoeugenol
Pustaka : WILEY7LIB