

**PENGARUH VARIASI MOL KATALIS KF/Al_2O_3 TERHADAP
KADAR ISOEUGENOL HASIL ISOMERISASI
MENGUNAKAN DIETILEN GLIKOL**

SKRIPSI

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

Oleh :

ADNANTA SORAYA DHIRGO SAPUTRIE

0610920001-92



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2011

PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH VARIASI MOL KATALIS KF/Al_2O_3 TERHADAP
KADAR ISOEUGENOL HASIL ISOMERISASI
MENGUNAKAN DIETILEN GLIKOL**

oleh :
ADNANTA SORAYA DHIRGO SAPUTRIE
0610920001-92

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

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

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

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

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Adnanta Soraya Dhirgo Saputrie
NIM : 0610920001-92
Jurusan : Kimia
Penulisan Skripsi berjudul :

PENGARUH VARIASI MOL KATALIS KF/Al_2O_3 TERHADAP
KADAR ISOEUGENOL HASIL ISOMERISASI
MENGUNAKAN 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 di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,.....
Yang menyatakan,

(Adnanta Soraya Dhirgo Saputrie)
NIM. 0610920001-92

PENGARUH VARIASI MOL KATALIS $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ TERHADAP KADAR ISOEUGENOL HASIL ISOMERISASI MENGUNAKAN DIETILEN GLIKOL

ABSTRAK

Isoeugenol merupakan senyawa yang mempunyai nilai ekonomis tinggi karena dapat digunakan sebagai dasar pembuatan parfum. Senyawa tersebut dapat diperoleh melalui reaksi isomerisasi eugenol. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi mol katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ terhadap kadar isoeugenol, serta untuk mengetahui komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol. Reaksi isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam pelarut dietilen glikol, pada temperatur $180\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Untuk mengetahui mol katalis optimum yang digunakan pada reaksi isomerisasi eugenol maka dilakukan dengan memvariasi mol eugenol dan katalis yaitu 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4. Analisis terhadap hasil isomerisasi dilakukan menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM) dan pada kromatogram menunjukkan adanya puncak-puncak eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol. Selain itu hasil analisis tersebut menunjukkan bahwa variasi mol katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ berpengaruh terhadap kadar isoeugenol. Kadar maksimum isoeugenol diperoleh pada variasi mol eugenol dan katalis 1:3 dengan komposisi eugenol, *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol berturut-turut 48,51%, 2,71%, dan 48,77%.

THE EFFECT OF VARIATION MOL CATALYST $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ TOWARDS THE YIELD OF ISOEUGENOL RESULT OF ISOMERIZATION PROCESS USING DIETHYLENE GLYCOL

ABSTRACT

Isoeugenol is a compound that have high economic value as it can be used as raw material in perfume synthesizing. These compounds can be obtained through eugenol isomerisation reaction. The purpose of this research is studying the influence of mol variation $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ catalyst $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ toward the isoeugenol yields and further on to investigate the composition of component result from the isoeugenol process. Eugenol isomerization reactions carried out using $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ catalyst in diethylene glycol as a solvent, at temperature $180\text{ }^\circ\text{C}$, 2 hours. To determine the optimum mole catalyst that used in the isomerization reaction is carried out by varying eugenol and catalyst mole 1:1, 1:2, 1:3 and 1:4. The results of isomerization were analyzed using Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) and the chromatogram's peaks showed of eugenol, *cis*-isoeugenol, and *trans*-isoeugenol. In addition, the analysis showed that the variation of mole catalyst $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ effect on isoeugenol yields. The maximum yields of isoeugenol was obtained on mol variation of eugenol and $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ at 1:3 which the compositions eugenol, *cis*-isoeugenol and *trans*-isoeugenol were 48.51%, 2.71%, and 48.77% respectively.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, berkah dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Variasi Mol Katalis KF/Al_2O_3 Terhadap Kadar Isoeugenol Hasil Isomerisasi Menggunakan Dietilen Glikol”. Penulisan skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Rurini Retnowati, M.Si dan M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.
3. Arie Srihardyastuti, S.Si.,M. Kes., Drs. M. Misbah Khunur, M.Si, Dr. Atikah, Apt.MSc, dan Dr. Diah Mardiana, MS, selaku dewan penguji yang telah memberikan banyak saran.
4. Prof. Dr. Ir. Chandrawati Cahyani, MS selaku Dosen Penasehat Akademik serta seluruh dosen kimia atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
5. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang yang tak terbatas hingga tugas akhir ini selesai.
6. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis juga menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, maka dari itu penulis harapkan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi ini.

Malang, Februari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
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	
2.1 Eugenol	4
2.2 Isoeugenol	4
2.3 Reaksi isomerisasi	6
2.4 Katalis	7
2.5 Katalis KF/Al_2O_3	9
2.6 Pelarut Polar Protik	10
2.7 <i>Freeze Drying</i>	10
2.8 Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa	11
2.9 Hipotesis	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Metode Penelitian	14
3.1.1 Waktu dan Tempat Penelitian	14
3.2 Alat dan Bahan	14

3.2.1 Alat-alat.....	14
3.2.2 Bahan Penelitian.....	14
3.3 Tahapan Penelitian.....	14
3.4 Cara Kerja Penelitian.....	15
3.4.1 Preparasi $MgSO_4$ anhidrat.....	15
3.4.2 Pembebasan H_2O pada Eugenol.....	15
3.4.3 Penentuan Berat Jenis Eugenol.....	15
3.4.4 Preparasi katalis KF/Al_2O_3	16
3.4.5 Isomerisasi Eugenol menggunakan variasi mol eugenol dan katalis 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4.....	16
3.4.6 Analisa Eugenol dan Isoeugenol Standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa.....	16
3.4.7 Analisa Hasil Isomerisasi menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa.....	17

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Reaksi Isomerisasi Eugenol menggunakan Katalis KF/Al_2O_3 dalam Pelarut Dietilen Glikol.....	18
4.2 Penentuan Mol Optimum pada Reaksi Isomerisasi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol.....	22
4.3 Analisa Hasil Isomerisasi Eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa.....	26

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	33
5.2 Saran.....	33

DAFTAR PUSTAKA	34
-----------------------------	----

LAMPIRAN	38
-----------------------	----

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 4.1	Kadar Komponen Hasil Reaksi Isomerisasi Eugenol .	23
Tabel 4.2	Perbandingan Mol KF dan Mol KOH dalam Katalis KF/Al ₂ O ₃	24
Tabel 4.3	Data % Area dan Waktu Retensi Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol pada Variasi Mol Katalis 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4 menggunakan KG-SM	28



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Stuktur Eugenol..... 4
Gambar 2.2	Struktur <i>cis</i> -Isoeugenol 5
Gambar 2.3	Stuktur <i>trans</i> -Isoeugenol 5
Gambar 2.4	Struktur Zat antara Dianion..... 6
Gambar 2.5	Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol..... 7
Gambar 2.6	Gambar Reaksi Aktivasi Zat A dan Zat B Tanpa dan dengan Katalis 7
Gambar 2.7	Mekanisme Reaksi Isomerisasi alilbenzena dengan KO-tBu dalam HO-tBu..... 9
Gambar 2.8	Pelepasan Molekul Air dari Permukaan Alumina . 9
Gambar 4.1	Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol 21
Gambar 4.2	Senyawa <i>trans</i> -Isoeugenol dan <i>cis</i> -Isoeugenol 22
Gambar 4.3	Grafik Hubungan Pengaruh Mol Eugenol dan Mol KOH terhadap Kadar Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol (%) 23
Gambar 4.4	Kromatogram KG-SM hasil isomerisasi Eugenol pada mol optimum 1:3..... 26
Gambar 4.5	Spektrum Massa Senyawa Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 16,735 menit, 18,404 menit, dan 20,135 menit 29
Gambar 4.6	Fragmentasi Isoeugenol..... 32
Gambar 4.7	Fragmentasi Eugenol..... 33

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
L.1 Diagram Alir Tahapan Kerja.....	39
L.1.1 Preparasi MgSO_4 anhidrat dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	40
L.1.2 Pembebasan H_2O pada Eugenol menggunakan MgSO_4 anhidrat	40
L.1.3 Penentuan Berat Jenis Eugenol	41
L.1.4 Analisa Eugenol dan Isoeugenol Standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-MS)	41
L.1.5 Preparasi Katalis Basa $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$	41
L.1.6 Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol	42
L.1.7 Analisa Isoeugenol Hasil Isomerisasi menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-MS)	43
L.2 Data Penimbangan MgSO_4 anhidrat	43
L.2.1 Tabel Penimbangan MgSO_4 sampai diperoleh berat konstan	43
L.2.2 Perhitungan Molekul Hidrat yang hilang setelah preparasi	43
L.3 Perhitungan Berat Jenis Eugenol sebelum Isomerisasi	44
L.4 Perhitungan Mol Eugenol dalam Minyak Cengkeh	44
L.5 Perhitungan Mol Dietilen Glikol pada Isomerisasi Eugenol menggunakan $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$	45
L.6 Reaksi Stoikiometri Pembuatan Katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$	45
L.6.1 Perhitungan Berat $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Perbandingan Mol Eugenol : Mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 1$	45
L.6.2 Perhitungan Berat $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Perbandingan Mol Eugenol : mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 2$	46
L.6.3 Perhitungan Berat $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Perbandingan Mol Eugenol : Mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 3$	46
L.6.4 Perhitungan Berat $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan	46

	Halaman
Perbandingan Mol Eugenol : Mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3 = 1 : 4$	47
L.7 Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 10% dari HCl 37% pada Isomerisasi Eugenol	48
L.8 Kromatogram KG-SM Eugenol Standar	48
L.9 Kromatogram KG-SM Isoeugenol Standar	48
L.10 Kromatogram KG-SM Eugenol dan Isoeugenol Standar ...	49
L.11 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol	49
L.11.1 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada variasi mol 1:1	49
L.11.2 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada variasi mol 1:2	49
L.11.3 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada variasi mol 1:3	49
L.11.4 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada variasi mol 1:4	50
L.12 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar	50
L.12.1 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 16,594 menit	50
L.12.2 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 18,267 menit	50
L.12.3 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 20,058 menit	50
L.13 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol	51
L.13.1 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 16,735 menit	51
L.13.2 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 18,404 menit	51
L.13.3 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 20,135 menit	51
L.14 Pustaka Spektrum Massa Hasil Isomerisasi Eugenol	52
L.14.1 Pustaka Spektrum Massa Eugenol	52
L.14.2 Pustaka Spektrum Massa <i>cis</i> -Isoeugenol	52
L.14.3 Pustaka Spektrum Massa <i>trans</i> -Isoeugenol	52
L.15 Gambar Proses Refluks	53
L.16 Gambar Hasil Isomerisasi Eugenol	54

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Isoeugenol merupakan isomer dari eugenol yang mempunyai gugus fungsi alil, fenol, dan eter (Hanum, 2008). Senyawa isoeugenol dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan parfum yang mempunyai nilai ekonomis tinggi dan dapat diperoleh melalui reaksi isomerisasi eugenol (Busroni, 2000). Reaksi isomerisasi tersebut merupakan reaksi dimana ikatan rangkap (posisi terisolasi) yang terdapat pada gugus alkenil bermigrasi ke posisi konjugasi (Kishore and Kannan, 2002).

Penelitian mengenai isomerisasi eugenol telah banyak dilakukan sebelumnya. Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu katalis basa dan jenis pelarut (Anonymous¹, 2009). Katalis basa yang digunakan dalam reaksi isomerisasi eugenol adalah katalis homogen dan heterogen. Reaksi isomerisasi eugenol menggunakan katalis KOH dilakukan dengan cara merefluknya dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 150 °C selama 6 jam menghasilkan kadar isoeugenol sebesar 57,5% (Sastrohamidjojo, 2004). Selain itu juga telah dilakukan reaksi isomerisasi eugenol pada temperatur 150 °C selama 6 jam dengan memvariasi mol eugenol dan katalis KOH dan menghasilkan isoeugenol maximum pada perbandingan mol eugenol dan KOH 1:3 dengan komposisi *trans*-isoeugenol sebesar 78,99 % dan *cis*-isoeugenol sebesar 16,51 % (Puspitasari, 2010). Selanjutnya isomerisasi eugenol menggunakan katalis basa NaOH dalam pelarut dietilen glikol pada temperatur 150 °C selama 5 jam juga menghasilkan kadar isoeugenol maksimum pada mol eugenol dan KOH 1:3 dengan komposisi *trans*-isoeugenol sebesar 85,24 % dan *cis*-isoeugenol sebesar 6,43 % (Al As'ad, 2010)

Reaksi isomerisasi eugenol juga dapat dilakukan menggunakan katalis heterogen misalnya KF/Al₂O₃. KF/Al₂O₃ merupakan katalis basa heterogen yang biasa digunakan untuk isomerisasi ikatan rangkap (Tsuji,1995). Alumina banyak digunakan sebagai pendukung katalis karena mempunyai luas permukaan yang besar. Semakin luas permukaan katalis, maka aktivitasnya semakin tinggi (Wibowo, 2007). Isomerisasi eugenol menggunakan KF/Al₂O₃ dalam pelarut etilen glikol pada temperatur 200 °C selama 1,5 jam

menghasilkan isoeugenol sebesar 78 % (Radhakrisna, 1990). Selanjutnya, hasil isomerisasi yang sama diperoleh ketika mereaksikan eugenol dengan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam etilen glikol pada temperatur 203 °C selama 1,3 jam (Thi, *et al*, 2009).

Berdasarkan uraian tersebut diatas maka dapat terlihat bahwa penggunaan katalis heterogen pada reaksi isomerisasi eugenol akan mempersingkat waktu isomerisasi dibandingkan dengan reaksi yang menggunakan katalis homogen. Selain itu, penggunaan katalis heterogen akan memudahkan proses pemisahan antara produk hasil isomerisasi dari katalis karena antara produk dan katalis berada pada fasa yang berbeda.

Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dengan berbagai macam pelarut telah dilakukan oleh Sharma (2005). Jenis pelarut yang digunakan dikategorikan sebagai pelarut polar protik (etanol, metanol, n-propanol, iso-propanol, n-butanol, iso-butanol dan n-heksanol), polar aprotik (DMSO dan asetonitril), dan non polar (benzena, toluena). Reaksi tersebut dilakukan menggunakan katalis $\text{RuCl}_3(\text{PPh}_3)_3$ dan $\text{RuCl}(\text{AsPh}_3)_2$. CH_3OH dan menunjukkan bahwa hasil isoeugenol maksimum (98 %) diperoleh dalam pelarut polar protik dengan katalis $\text{RuCl}_3(\text{PPh}_3)_3$.

Perbedaan kepolaran pada pelarut polar protik juga mempengaruhi produk reaksi isomerisasi eugenol. Penggunaan pelarut dietilen glikol yang bersifat polar protik yang relatif kurang polar ($\epsilon=3,18$) dibandingkan dengan etilen glikol ($\epsilon=41,4$) menghasilkan kadar isoeugenol lebih tinggi (Sastrohamidjojo (2004) dan Puspitasari (2010)). Hal ini disebabkan karena konstanta dielektrikum dietilen glikol lebih mendekati konstanta dielektrikum eugenol ($\epsilon=9,55$) daripada etilen glikol, sehingga eugenol mudah larut dalam dietilen glikol.

Penelitian mengenai isomerisasi eugenol telah banyak dilakukan tetapi belum memperhatikan faktor-faktor yang mempengaruhi isomerisasi eugenol. Berdasarkan uraian tersebut diatas maka pada penelitian ini dilakukan reaksi isomerisasi eugenol menggunakan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam pelarut polar protik yaitu dietilen glikol pada temperatur reaksi 180 °C selama 2 jam. Untuk memperoleh produk isoeugenol maksimum maka dilakukan penelitian pengaruh variasi mol eugenol dan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4. Produk hasil isomerisasi dianalisis menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian dari latar belakang di atas maka masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ terhadap kadar isoeugenol hasil isomerisasi menggunakan pelarut dietilen glikol ?
2. Bagaimana komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol pada mol katalis basa $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimum ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Eugenol yang digunakan sebagai reaktan berasal dari minyak cengkeh yang diperoleh dari produksi rakyat Wlingi Kabupaten Blitar.
2. Isomerisasi eugenol dilakukan pada variasi mol eugenol dan mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4, dalam pelarut dietilen glikol menggunakan refluks selama 2 jam pada temperatur reaksi 180°C .
3. Analisis komponen dan kadar hasil isomerisasi eugenol menggunakan kromatografi gas-spektroskopi massa (KG-MS).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh variasi mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ terhadap kadar isoeugenol hasil isomerisasi menggunakan pelarut dietilen glikol.
2. Menentukan komposisi komponen hasil isomerisasi eugenol pada mol optimum.

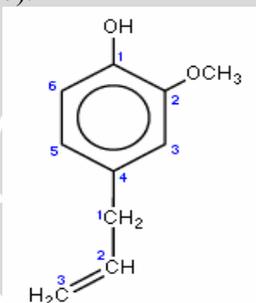
1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pengaruh variasi mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimum terhadap kadar maksimum hasil isomerisasi eugenol sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan parfum.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Eugenol

Eugenol ($C_{10}H_{12}O_2$), merupakan turunan guaiakol yang mendapat tambahan rantai alil, dikenal dengan nama IUPAC 2-metoksi-4-(2-propenil) fenol. Eugenol berupa cairan bening hingga kuning pucat, kental seperti minyak. Sumber alaminya dari minyak cengkeh. Senyawa ini terdapat pula pada pala, kulit manis, dan salam, aromanya menyegarkan dan pedas seperti bunga cengkeh kering, sehingga sering menjadi komponen untuk menyegarkan mulut (Sax dan Lewis, 1987).



Gambar 2.1 Struktur Eugenol

Eugenol mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{12}O_2$, berat molekul 164 g/mol. Senyawa ini mempunyai nama lain 1-alil-3-metoksi-4-hidroksi benzena atau 1-(3-metoksi-4-hidroksi-benzena)-1-propena dan sifat-sifat eugenol adalah sebagai berikut (Hanum, 2008) :

Titik didih _{1atm}	: 256° C
Titik leleh	: -9° C
Berat Jenis (20° C)	: 1,06 g/mol
Indeks bias (20° C)	: 1.5410
Kelarutan	: Eugenol sedikit larut dalam air namun mudah larut pada pelarut organik (alkohol, eter, kloroform, asam asetat).

2.2 Isoeugenol

Isoeugenol merupakan senyawa turunan eugenol, dan terdapat di dalam banyak minyak atsiri. Isoeugenol merupakan campuran dari isomer *cis* dan *trans*. Senyawa ini merupakan bahan dasar dalam

industri parfum, pemberi rasa pada makanan dan minuman. Oksidasi isoeugenol menghasilkan vanili. Isoeugenol mempunyai nama lain 2-metoksi-4-(1-propenil)fenol dengan rumus molekul $C_{10}H_{12}O_2$ dan berat molekul 164 g/mol (Hanum, 2008).

Isoeugenol mempunyai dua isomer, yaitu (Hanum, 2008):

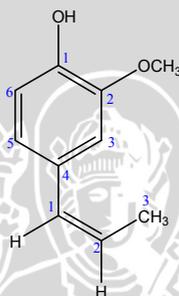
Isomer *cis*

Titik didih : 262-265° C

Berat Jenis (20° C) : 1,088 g/mol

Indeks Bias (20° C) : 1,5724

Isomer *cis*



Gambar 2.2 Struktur Isomer *cis* Isoeugenol

Isomer *trans*

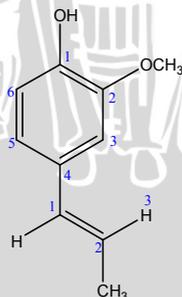
Titik didih : 271-274° C

Titik lebur : 33° C

Berat Jenis (20° C) : 1,087 g/mol

Indeks Bias (20° C) : 1,5778

Isomer *trans*



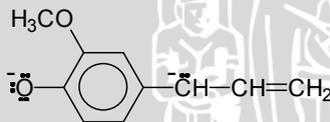
Gambar 2.3 Struktur Isomer *trans* Isoeugenol

2.3 Reaksi Isomerisasi

Senyawa dengan rumus molekul yang sama, tetapi berbeda sifat fisika atau kimianya, disebut isomer dan peristiwa perubahan ulang posisi atom karbon dan atom lainnya dalam suatu molekul, disebut isomerisasi. Molekul yang memiliki atom karbon dengan dua gugus berbeda pada ikatan rangkapnya dapat berada sebagai isomer *cis* dan *trans* (Pine, 2006).

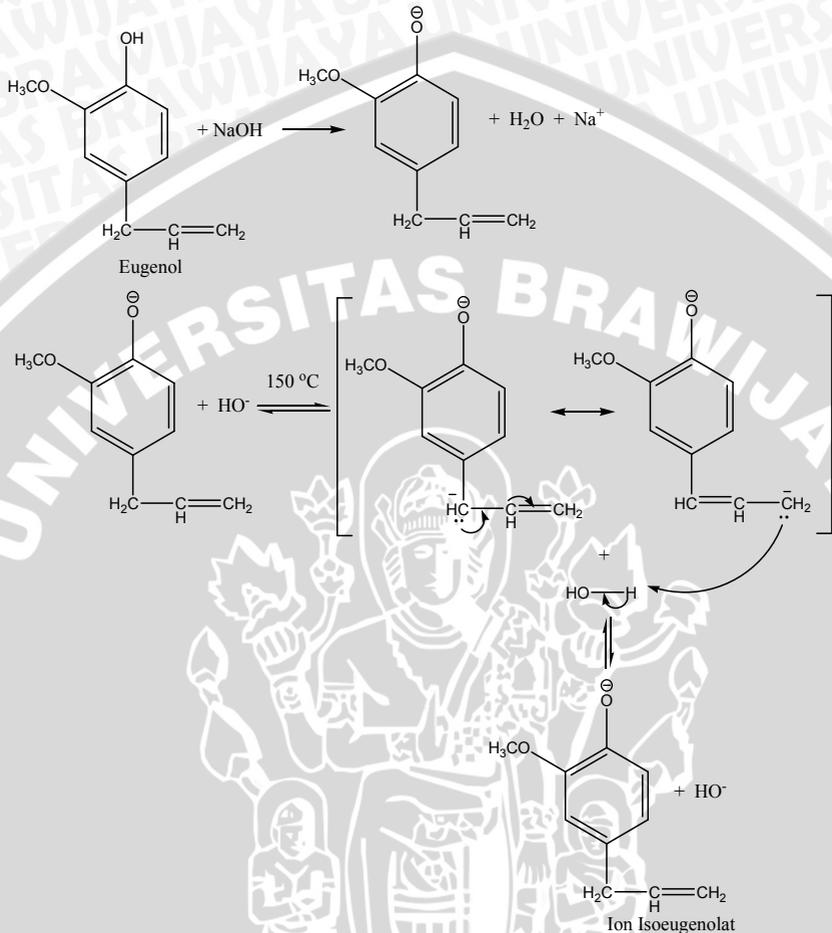
Reaksi isomerisasi secara umum dapat digunakan untuk mengubah semua senyawa alilbenzena seperti eugenol menjadi bentuk senyawa isomer propenilbenzena. Reaksi isomerisasi alilbenzena biasanya melibatkan pemanasan alilbenzena dan katalis anorganik menggunakan alat refluks dengan atau tanpa menggunakan pelarut. Setelah reaksi isomerisasi selesai, katalis dipisahkan menggunakan proses filtrasi, pelarut diuapkan menggunakan rotary evaporator penurun tekanan dan residu didistilasi untuk memisahkan dan memurnikan propilbenzena dari alilbenzena yang tidak bereaksi. Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu katalis basa dan jenis pelarut (Anonymous¹, 2009).

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



Gambar 2.4 Zat antara dianion

Mekanisme yang diusulkan oleh Sastrohamidjojo (1981) berdasarkan pemikiran atom H yang terikat pada atom O dan atom C_α terhadap alkena bermuatan relatif positif sehingga mudah diserang oleh ion ⁻OH (basa). Selanjutnya Sastrohamidjojo lebih lanjut menuliskan mekanisme reaksi isomerisasi eugenol pada gambar 2.5:

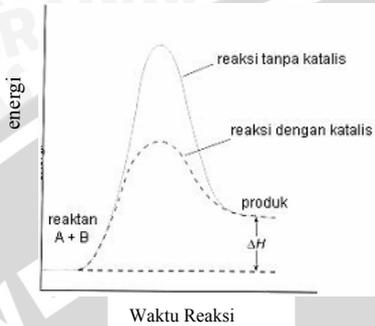


Gambar 2.5 Mekanisme Reaksi Isomerisasi eugenol

2.4 Katalis

Katalis adalah zat yang dapat meningkatkan laju reaksi tanpa dirinya mengalami perubahan kimia secara permanen. Katalis dapat bekerja dengan membentuk senyawa antara atau mengabsorpsi zat yang direaksikan. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan campuran reaksi untuk menghasilkan produk. Suatu reaksi yang menggunakan katalis disebut reaksi katalis dan prosesnya disebut katalisme. Katalis menyebabkan energi aktivasi

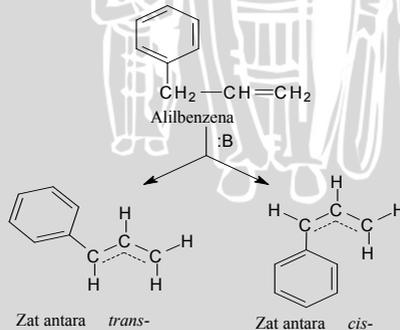
reaksi lebih rendah. Reaksi aktivasi zat A dan zat B tanpa dan dengan katalis ditunjukkan dengan Gambar 2.7 (Azizah, 2004):



Gambar 2.6 Gambar reaksi aktivasi zat A dan zat B tanpa dan dengan katalis (Azizah, 2004)

Suatu katalis mempunyai pengaruh dalam meningkatkan laju reaksi, hal ini dikarenakan pereaksi dan katalis membentuk senyawa yang bersifat sementara dan disebut senyawa antara (energi lebih kecil). Katalis mengubah mekanisme reaksi sehingga sekaligus merubah laju reaksi (Sykes, 1989).

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

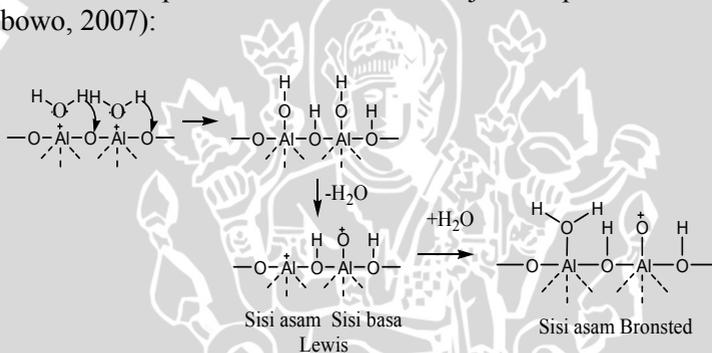


Gambar 2.7 Mekanisme reaksi isomerisasi alilbenzena dengan KO-tBu dalam HO-tBu pada temperatur 25° C melalui zat antara karbanion (Cram dan Ela,1966)

2.5 Katalis KF/Al₂O₃

KF/Al₂O₃ digunakan sebagai katalis basa untuk isomerisasi. KF yang teradsorpsi pada alumina dapat meningkatkan aktivitas katalis basa, karena KF-Alumina lebih kuat kebasaannya dibandingkan KF. KF mempunyai luas permukaan sebesar 1,3 m²/g (Berbriter, 1986).

KF/Al₂O₃ termasuk katalis heterogen. Keaktifan dan kereaktifan katalis heterogen ditentukan oleh beberapa faktor, antara lain adalah luas permukaan katalis padatan, volume dan besarnya pori serta distribusi sisi aktif. Alumina dan terutama γ -Alumina banyak digunakan sebagai pendukung katalis, karena selain memiliki luas permukaan yang besar (150-300 m²/g) juga memiliki sisi aktif yang bersifat asam dan basa. Sisi aktif ini dihasilkan dari pelepasan molekul air dari permukaan alumina ditunjukkan pada Gambar 2.8 (Wibowo, 2007):



Gambar 2.8 Pelepasan molekul air dari permukaan alumina

Preparasi pembuatan KF-Alumina dilakukan dengan melarutkan KF (20 g KF dalam 150 mL air) dan mencampurkannya dengan larutan Al₂O₃ (30 g berukuran 60-80 mesh). Campuran diaduk selama 30 menit, setelah itu dievaporasi untuk memisahkan sebagian besar air, sisa air yang belum terpisah dapat diuapkan dengan pemanasan pada suhu 140-150° C. Pemanasan dilakukan selama 6 jam pada temperatur dibawah vakum 5 mmHg, sehingga diperoleh padatan dengan massa 50 g (Berbriter, 1986). Reaksi pembuatan katalis KF/Al₂O₃ adalah sebagai berikut (Ono dan Baba, 1997):



Alumina dapat bercampur dengan NaOH membentuk β -natrium aluminat. β -natrium aluminat yang terbentuk pada alumina akan

memiliki lubang-lubang kationik, sehingga logam Na yang kemudian ditambahkan diperkirakan mengisi lubang-lubang kationik tersebut. Selanjutnya logam Na akan terionisasi dan elektron yang terlepas akan berpindah ke atom oksigen yang berada di dekat lubang kationik. Atom oksigen dengan muatan negatif lebih tinggi akan menghasilkan kemampuan donor elektron yang kuat (Wibowo, dkk., 2002).

2.6 Pelarut Polar Protik

Pelarut dapat dibedakan berdasarkan sifatnya, yaitu polar protik, polar aprotik dan non polar. Pemilihan pelarut dapat mengubah urutan nukleofilitas dalam suatu kelompok nukleofil, sehingga pelarut yang dapat mensolvasi suatu anion akan mengurangi nukleofilitasnya karena mampu menstabilkan anion itu dan sebaliknya (Pudjono, 2006).

Pelarut yang bersifat polar (untuk menstabilkan zat antara secara umum) dan protik (untuk melarutkan gugus lepas secara khususnya) meliputi air dan alkohol. Pelarut protik dapat berperan sebagai donor proton, sehingga dapat mengadakan ikatan hidrogen. Semakin polar pelarut yang digunakan, akan semakin kuat ikatan hidrogen yang terbentuk (Pudjono, 2006).

2.7 Freeze Drying

Freeze drying adalah alat yang dapat menguapkan pelarut air maupun pelarut lain dari suatu produk yang dibekukan dengan cara sublimasi, yaitu pengubahan secara langsung produk beku menjadi gas tanpa melalui fasa cair terlebih dahulu. Keuntungan dari pemakaian alat ini adalah produk yang telah dipisahkan airnya dapat disimpan pada temperatur ruang (Labconco, 2010).

Proses *freeze drying* terdiri dari tiga tahap, yaitu pembekuan awal, pengeringan utama, dan pengeringan kedua. Produk yang akan dipisahkan pelarutnya menggunakan *freeze dryer* harus dibekukan terlebih dahulu karena *freeze dryer* merubah fasa es produk menjadi fasa gas. Temperatur akhir produk beku mempengaruhi kemampuan sukses tidaknya pengeringan produk (Labconco, 2010).

Pengeringan utama membutuhkan pengaturan kondisi produk dan *ice collector*. Kondisi produk harus memenuhi syarat yaitu es dapat dipisahkan dari produk beku menjadi produk kering dengan

cara sublimasi. Kecepatan sublimasi es dari produk beku tergantung pada *ice collector*. Tekanan uap berhubungan dengan temperatur, sehingga dibutuhkan temperatur produk lebih tinggi daripada temperatur *ice collector* (Labconco, 2010).

Proses pengeringan kedua dapat berlangsung setelah proses pengeringan utama lengkap. Sejumlah es pada proses pengeringan utama telah disublimasi, tetapi ikatan kelembaban masih ada dalam produk (sekitar 7-8 %), sehingga produk membutuhkan pengeringan lebih lanjut pada temperatur lebih rendah untuk menghilangkan sisa kandungan kelembaban. Proses ini dinamakan desorpsi isothermal karena ikatan air diadsorpsi dari produk (Labconco, 2010).

2.8 Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa

Kromatografi gas merupakan metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponennya diantara fasa gerak dan fasa diam. Fasa gerak berupa gas yang stabil sedangkan fasa diam bisa zat padat atau zat cair yang sukar menguap. Cuplikan dalam bentuk uap dibawa oleh aliran gas ke dalam kolom pemisah, hasil pemisahan dapat dianalisis dari kromatogram. Kromatogram adalah kurva yang diperoleh dari pengukuran kromatografi. Alat yang digunakan untuk percobaan ini disebut kromatograf. Jumlah peak (puncak) menunjukkan jumlah komponen yang terdapat dalam cuplikan, sedang luas peak menunjukkan konsentrasi komponen (Hendayana, 1994).

Prinsip kerja alat kromatografi gas yaitu sampel diinjeksikan ke dalam injektor, sampel dibawa oleh gas pembawa masuk ke dalam kolom yang berisi fasa diam. Fasa diam memiliki sifat dapat berinteraksi dengan komponen-komponen dalam sampel, sehingga dapat menghambat laju alir masing-masing komponen. Besarnya hambatan untuk masing-masing komponen berbeda, sehingga keluarnya sampel di ujung kolom tidak bersamaan. 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 (Hendayana, 2006). Komponen yang keluar dari kolom dilewatkan ke detektor, signal dari detektor dikirim melalui amplifier dan dicatat sebagai kromatogram (Hanum, 2008).

Kromatografi Gas – Spektrometri Massa merupakan gabungan dua instrumen yaitu kromatograf 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).

Dalam sebuah spektrometer, suatu sampel dalam keadaan gas dibombardir dengan elektron yang berenergi cukup untuk mengalahkan potensial ionisasi pertama senyawa itu. Tabrakan antara sebuah molekul dan salah satu elektron berenergi tinggi menyebabkan lepasnya sebuah elektron dari molekul itu dan terbentuknya suatu ion yang tidak stabil dan pecah menjadi fragmen kecil (Fessenden dan Fessenden, 1986). Molekul-molekul yang ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion bermuatan positif berenergi tinggi dikenal sebagai ion molekuler atau ion induk. Ion molekuler ini dapat pecah menjadi ion-ion lebih kecil (disebut ion-ion pecahan atau ion-ion anak). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation. Ion molekuler M terurai menjadi sepasang pecahan atau fragmen berupa radikal dan ion molekuler kecil serta radikal kation. Fragmentasi ion molekuler dapat terjadi bila energi yang digunakan untuk menumbuk besar yaitu 70 eV (Sastrohamidjojo, 1991).

Kamar pengionan dalam spektrometer massa (serta instrumen keseluruhan) dijaga agar tetap dalam keadaan vakum untuk meminimalkan tabrakan dan reaksi antara radikal dan molekul udara. Di dalam kamar pengionan, sampel melewati suatu aliran elektron berenergi tinggi, yang menyebabkan ionisasi beberapa molekul contoh menjadi ion-ion molekul (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Ion-ion molekul, ion-ion pecahan dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh pembelokan dalam medan magnet yang dapat diubah sesuai dengan massa dan muatan dan menimbulkan arus (arus ion) pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatif dan massa/muatan (m/z). Pembelokan ion-ion tersebut akan menghasilkan spektrum massa sebagai hasil akhir analisis menggunakan spektrometer massa. Suatu spektrum massa menyatakan massa-massa fragmen ion positif terhadap konsentrasi relatif puncak tertinggi dari spektrum disebut puncak dasar yang dinyatakan dengan persentase puncak dasar (Fessenden dan Fessenden, 1986).

2.9 Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah senyawa isoeugenol dapat disintesis dengan bahan dasar eugenol dan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ melalui reaksi isomerisasi menggunakan pelarut dietilen glikol.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

3.1.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya dari Juni sampai Desember 2010. Pemisahan pelarut dari katalis menggunakan *freeze dryer* dilakukan di Laboratorium Nutrisi dan Makanan Ternak, Jurusan Nutrisi dan Makanan Ternak, Fakultas Peternakan, Universitas Brawijaya. Analisis komponen dan kadar hasil isomerisasi eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM) dilaksanakan di Laboratorium Instrumen, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat – alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: alat gelas, piknometer kapasitas 1 mL, neraca analitik, corong tetes kapasitas 100 mL, botol timbang, corong pisah kapasitas 500 mL, penangas minyak, termometer 200 °C, seperangkat alat refluks, desikator, oven, mortar, cawan porselen, pengaduk magnet, batang pengaduk, gelas arloji, botol sampel, aluminium foil, kertas saring, pH meter CG-820, GCMS-QP 2010 S merk Shimadzu, *freeze dryer* merk Leybold.

3.2.2 Bahan penelitian

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : eugenol, Al_2O_3 dan KF p.a, HCl 37% p.a, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a, dietilen glikol p.a, toluen p.a, aquades, aquadem.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini terdiri atas :

1. Preparasi MgSO_4 anhidrat dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
2. Pembebasan molekul H_2O pada eugenol menggunakan MgSO_4 anhidrat
3. Penentuan berat jenis eugenol
4. Analisis eugenol dan isoeugenol standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

5. Pembuatan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$
6. Isomerisasi eugenol minyak cengkeh menggunakan variasi mol eugenol : mol katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4 menggunakan refluks
7. Analisis hasil isomerisasi (isoeugenol) menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi MgSO_4 anhidrat dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Preparasi MgSO_4 anhidrat dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilakukan melalui penggerusan 25 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ menggunakan mortar hingga $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang semula dalam bentuk butiran menjadi serbuk. Serbuk $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ selanjutnya dimasukkan dalam cawan porselen dan dipanaskan dalam oven pada temperatur 120°C selama 24 jam. Setelah itu, serbuk dimasukkan dalam desikator terlebih dahulu sebelum ditimbang. Hasil penimbangan dapat menunjukkan perubahan massa $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Serbuk MgSO_4 dimasukkan kembali dalam oven selama 1 jam, dimasukkan dalam desikator kembali dan ditimbang. Prosedur diulangi sampai diperoleh massa MgSO_4 anhidrat konstan (Data penimbangan massa MgSO_4 anhidrat disajikan pada Lampiran L.2). Selanjutnya, MgSO_4 anhidrat disimpan dalam desikator.

3.4.2 Pembebasan Molekul H_2O pada Eugenol menggunakan MgSO_4 anhidrat

Eugenol berupa cairan bening kekuning-kuningan sebanyak 10 mL dimasukkan dalam gelas kimia kapasitas 250 mL, kemudian ditambahkan MgSO_4 anhidrat sedikit demi sedikit sambil diamati butiran serbuk MgSO_4 hidrat. Penambahan MgSO_4 hidrat dilakukan sampai tidak terbentuk butiran 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 menggunakan piknometer kapasitas 1 mL melalui penimbangan. Piknometer kosong mula-mula ditimbang, kemudian eugenol bebas H_2O dimasukkan 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 dapat diperoleh dengan membagi massa eugenol dengan volume eugenol dalam piknometer yaitu 1 mL. Penentuan berat jenis eugenol dijelaskan pada lampiran L.3, dan persamaan untuk mencari berat jenis yaitu:

$$BJ = \frac{\text{Berat eugenol (g)}}{\text{Volume eugenol (1 mL)}}$$

3.4.4 Preparasi Katalis KF/Al₂O₃

11,6 g KF dilarutkan dalam 25 mL aqua demineral. Setelah itu, larutan KF dituangkan ke dalam larutan Al₂O₃ (1,7034 g) dengan pengadukan selama ± 45 menit. Campuran dibekukan sebelum dilakukan pemisahan H₂O menggunakan *freeze dryer*. Padatan yang telah kering disimpan dalam desikator. Preparasi katalis KF/Al₂O₃ dijelaskan pada Lampiran L.1.5.

3.4.5 Isomerisasi Eugenol Minyak Cengkeh dengan Variasi Mol Eugenol dan Mol KF/Al₂O₃ 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4 menggunakan refluks

1,41 g KF/Al₂O₃ dan 40 mL (0,421 mol) dietilen glikol dimasukkan ke dalam labu alas bulat kapasitas 100 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnet, kondensor refluks, corong tetes dan termometer. Campuran dipanaskan dan diaduk menggunakan pengaduk magnet sebelum ditambahkan 1,63 g (0,01 mol) eugenol menggunakan corong tetes sedikit demi sedikit. Campuran didinginkan pada temperatur ruang, ditambah 50 mL aquades dan diasamkan dengan HCl 10 % sampai pH = 7. Campuran diekstrak sebanyak 3 kali, masing-masing menggunakan 15 mL toluen dan dipisahkan antara fasa organik dan fasa air. Fasa organik digabung, dicuci dengan 10 mL aquades untuk setiap kali pencucian hingga fasa air bersifat netral. Molekul air yang tersisa dipisahkan menggunakan MgSO₄ anhidrat dan disaring. Pelarut yang masih tersisa diuapkan dengan cara mengalirkan gas N₂ pada hasil isomerisasi. Isoeugenol hasil isomerisasi dianalisis menggunakan KG-SM. Prosedur yang sama dilakukan pada variasi mol eugenol : mol KF/Al₂O₃ = 1:2, 1:3 dan 1:4.

3.4.6 Analisis Eugenol dan Isoeugenol Standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

Sampel eugenol dan isoeugenol standar masing-masing sebanyak 0,2 μL diinjeksikan menggunakan *syringe* mikro pada instrumen KG-SM. Data berupa kromatogram total ionik (TIC) KG-SM dan spektrum massa digunakan untuk menentukan kadar komponen produk hasil isomerisasi berupa senyawa eugenol dan isoeugenol. Selanjutnya dilakukan interpretasi spektrum massa melalui fragmentasi yang terjadi pada masing-masing senyawa hasil isomerisasi dengan pola fragmentasi yang paling mendekati data pustaka WILEY7.LIB. Senyawa dengan pola fragmentasi yang paling mendekati spektrum massa data pustaka WILEY7.LIB merupakan senyawa yang dikarakterisasi.

Pada penelitian ini digunakan instrumen KG-SM QP-2010 merk Shimadzu untuk analisis senyawa eugenol dan isoeugenol standar dengan kondisi operasional alat sebagai berikut :

Jenis kolom	: RTX-Wax (polietilen glikol)
Panjang kolom	: 30 m
Temperatur kolom	: 125° - 250°C (5 °C/menit)
Temperatur injektor	: 250 °C
Temperatur detektor	: 250 °C
Waktu awal	: 5 menit
Waktu akhir	: 40 menit
Gas pembawa	: Helium
Aliran Gas	: 1,2 mL/menit
Detektor	: MS

3.4.7 Analisis Hasil Isomerisasi (Isoeugenol) menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

Sampel hasil isomerisasi sebanyak 0,2 μL diinjeksikan menggunakan *syringe* mikro pada instrumen KG-SM. Kondisi operasional alat yang digunakan sama dengan 3.4.6. Hasil yang diperoleh berupa kromatogram total ionik dan spektrum massa. Selanjutnya kromatogram total ionik dan spektrum massa hasil isomerisasi (isoeugenol) dibandingkan dengan kromatogram dan spektrum massa eugenol dan isoeugenol standar.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol menggunakan Katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam Pelarut Dietilen Glikol

Isomerisasi merupakan peristiwa perubahan ulang posisi atom karbon dan atom lainnya dalam suatu molekul. Isomerisasi eugenol menghasilkan isoeugenol. Isoeugenol yang diperoleh berupa cairan kental berwarna coklat kemerahan.

Reaksi isomerisasi eugenol dilakukan dengan cara refluks yang berfungsi untuk menyempurnakan reaksi sehingga meningkatkan tumbukan antar molekul. Hasil refluks didinginkan pada temperatur ruang dan ditambah 50 mL aquades serta ditambah HCl 10 % tetes demi tetes sampai pH=7 untuk menghidrolisis kalium isoeugenolat menjadi isoeugenol dan garam KCl. Garam KCl terlarut dalam air dan pH yang terbaca adalah pH KCl, sehingga saat pH larutan=7 dimungkinkan semua ion K^+ sudah dilepaskan dan membentuk KCl. Selanjutnya larutan hasil pengasaman tersebut diekstrak dengan toluen untuk memisahkan senyawa isoeugenol dari sisa-sisa KCl yang terbentuk pada waktu pengasaman. Senyawa isoeugenol berada pada fasa organik dan KCl larut pada fasa air.

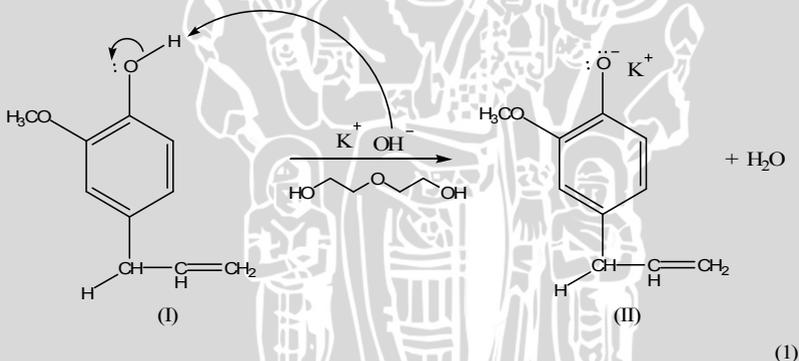
Pencucian fasa organik menggunakan aquades sampai pH pada fasa air sama dengan pH aquades bertujuan untuk memisahkan sisa HCl dan KCl dalam fasa organik. Selanjutnya sisa air dalam fasa organik dipisahkan dengan MgSO_4 anhidrat. MgSO_4 anhidrat merupakan *drying agent* yang bersifat inert dan netral, selain itu MgSO_4 anhidrat mempunyai kapasitas hidrat sebanyak 7 sehingga dapat banyak menyerap air. Sisa toluen yang masih ada pada fasa organik diuapkan dengan cara mengalirkan gas N_2 . Gas N_2 mempunyai tekanan uap rendah dan menyebabkan tekanan uap pada fasa organik menjadi rendah pula sehingga dapat menguapkan pelarut yang terdapat pada fasa organik. Penguapan terjadi jika tekanan uap di dalam fasa organik lebih kecil atau sama dengan tekanan uap diluar, sehingga dapat menguapkan pelarut dengan titik didih rendah.

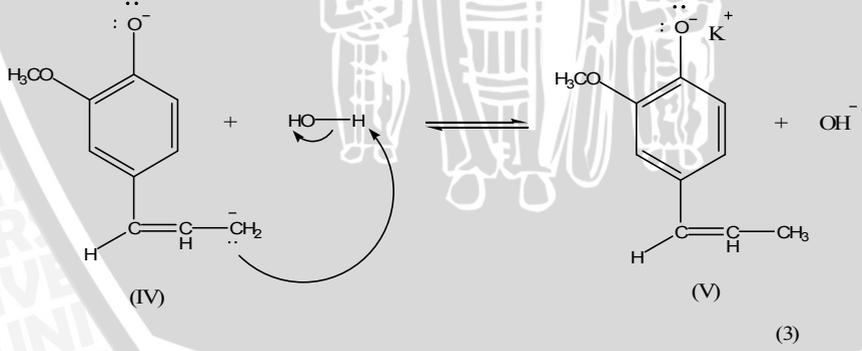
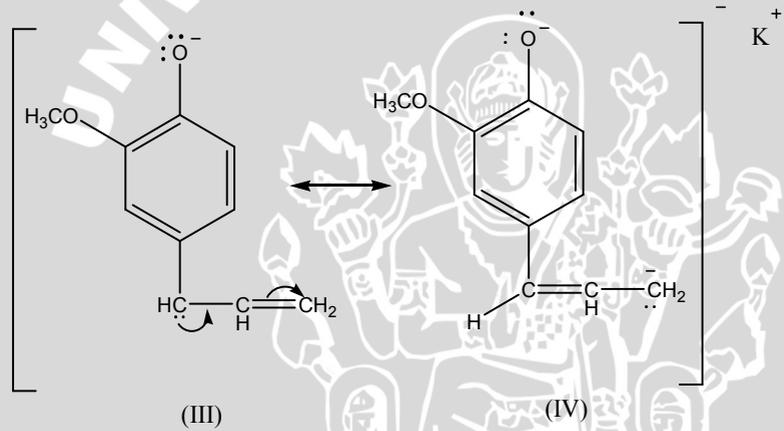
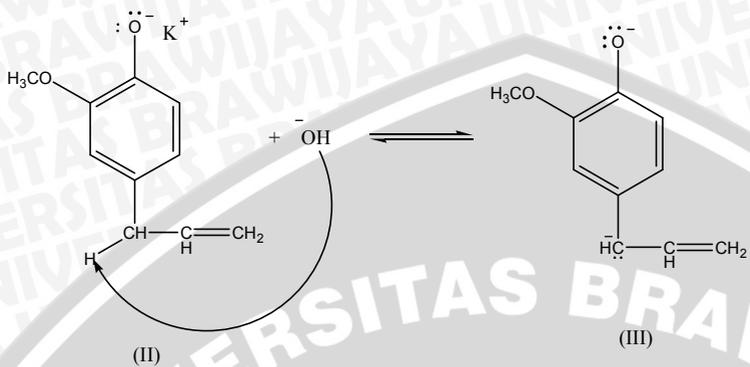
Penggunaan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada reaksi isomerisasi eugenol akan mempersingkat waktu isomerisasi dibandingkan dengan reaksi isomerisasi menggunakan katalis KOH atau NaOH. Selain itu,

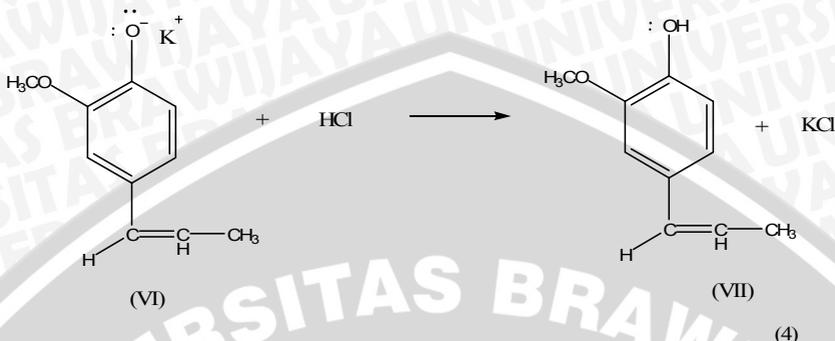
penggunaan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ akan memudahkan proses pemisahan antara produk hasil isomerisasi dari katalis karena antara produk dan katalis berada pada fasa yang berbeda.

Proses pelarutan/solvasi pada reaksi isomerisasi eugenol menggunakan pelarut dietilen glikol. Dietilen glikol mempunyai konstanta dielektrikum sebesar 3,182 dan eugenol mempunyai konstanta dielektrikum sebesar 9,55, sehingga eugenol dapat larut dalam pelarut dietilen glikol. Reaksi isomerisasi eugenol dilakukan pada suhu $180\text{ }^\circ\text{C}$ dan memerlukan pelarut yang mempunyai titik didih tinggi seperti dietilen glikol ($248,5\text{ }^\circ\text{C}$) sehingga pelarut tidak menguap ketika reaksi isomerisasi eugenol berlangsung.

Pada saat pembuatan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ diduga terbentuk KOH (berdasarkan persamaan reaksi ditunjukkan pada Lampiran L.6), sehingga pada mekanisme reaksi isomerisasi eugenol yang diduga berperan sebagai katalis adalah KOH . Maka mekanisme reaksi eugenol menjadi isoeugenol menggunakan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam pelarut dietilen glikol mengikuti mekanisme Sastrohamidjojo (1981) melalui empat tahapan seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1:







Gambar 4.1 Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol

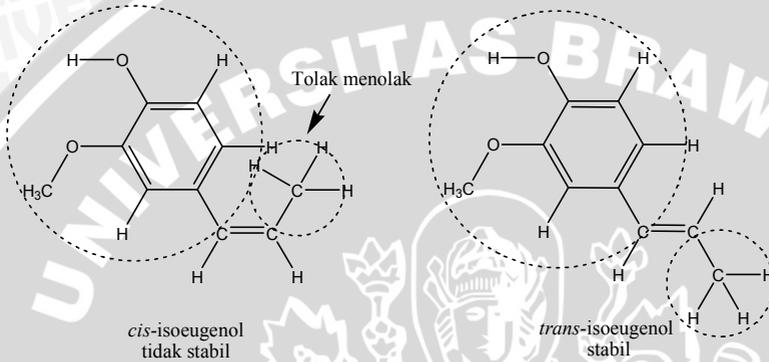
Pada tahap (1) atom H yang terikat pada atom O gugus fenil eugenol diserang oleh ion OH^- dari KOH membentuk ion eugenolat. Atom H yang terikat pada atom O gugus fenil eugenol relatif bermuatan positif sehingga mudah diserang ion OH^- .

Atom H yang terikat pada atom O gugus fenil eugenol dan atom C_α terhadap alkena bermuatan relatif positif, maka atom H tersebut akan mudah diserang oleh ion OH^- . Oleh karena itu pada reaksi isomerisasi eugenol, ion OH^- pertama kali akan menyerang atom H yang terikat pada atom O gugus fenil eugenol terlebih dahulu, lalu ion OH^- menyerang atom H pada atom C_α , seperti yang dapat dilihat pada tahap 2. Proton benzenik dalam metil eugenol dan eugenol kurang bersifat asam dibandingkan dengan proton dalam alilbenzena (Anwar, 1994).

Pada tahap (2) OH^- dari KOH menyerang H pada C_α sehingga akan terbentuk karbanion yang akan mengalami resonansi struktur, dimana pada resonansi tersebut, elektron pada atom C_α akan berpindah membentuk ikatan rangkap pada atom C tetangga (C_β), sedangkan ikatan rangkap pada C_β dan C_γ akan terputus membentuk ikatan tunggal, dan sepasang elektron akan berpindah ke atom C_γ , akibatnya C_γ kelebihan elektron sehingga bermuatan negatif. Resonansi ini terjadi untuk membentuk karbanion yang lebih stabil.

Pada tahap (3) atom C_γ yang bermuatan negatif akan mengabstraksi atom H sehingga terbentuk ion kalium isoeugenolat. Selanjutnya pada tahap (4), atom H^+ yang terdapat pada HCl dapat menggantikan K^+ karena pada reaksi ini terjadi donor proton dari HCl sehingga terbentuk senyawa isoeugenol dan KCl.

Pada reaksi isomerisasi eugenol, pembentukan *trans*-isoeugenol lebih banyak terbentuk daripada *cis*-isoeugenol. Hal ini dikarenakan tolakan ruang zat antara karbanion *trans* yang lebih rendah dibandingkan dengan karbanion *cis*, menyebabkan *trans*-isoeugenol yang dihasilkan lebih banyak daripada *cis*-isoeugenol. Senyawa *trans*-isoeugenol dan *cis*-isoeugenol ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Senyawa *trans*-isoeugenol dan *cis*-isoeugenol

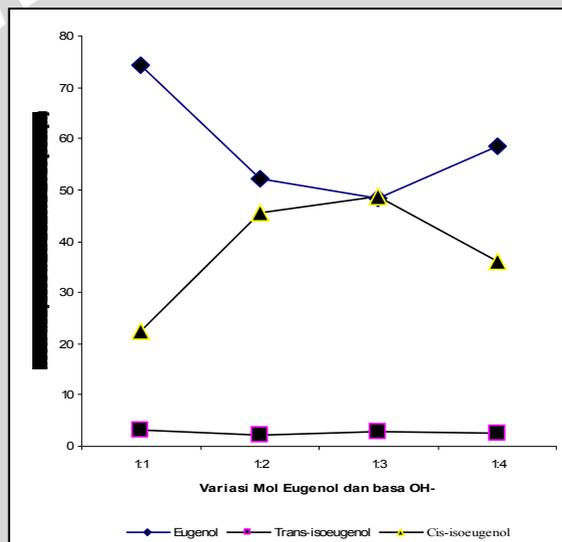
4.2 Penentuan Mol Optimum pada Reaksi Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol

Pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh mol katalis terhadap isoeugenol hasil isomerisasi, dilakukan variasi mol eugenol dan mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4, sehingga diperoleh kadar isoeugenol maksimum pada perbandingan mol eugenol dan mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimum.

Profil kadar (% area) komponen hasil isomerisasi eugenol pada tiap variasi mol eugenol dan katalis ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan grafik hubungan variasi mol eugenol dan katalis terhadap % area kadar komponen hasil isomerisasi eugenol disajikan pada Gambar 4.5.

Tabel 4.1 Kadar komponen hasil reaksi isomerisasi Eugenol

Komponen Hasil Isomerisasi	Variasi mol eugenol : mol KF/Al ₂ O ₃			
	1:1	1:2	1:3	1:4
	Kadar (%)	Kadar (%)	Kadar (%)	Kadar (%)
Eugenol	74,35	52,32	48,51	58,53
<i>cis</i> -Isoeugenol	3,26	2,20	2,71	2,64
<i>trans</i> -Isoeugenol	22,39	45,48	48,77	36,01



Gambar 4.3 Grafik hubungan pengaruh mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ terhadap kadar komponen hasil isomerisasi eugenol (%)

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.3, dapat diketahui bahwa kadar *trans*-isoeugenol mula-mula mengalami kenaikan pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:1, 1:2, dan 1:3 dengan kadar masing-masing 22,39 %, 45,48 % dan 48,77 % kemudian mengalami penurunan kadar pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:4 yaitu pada 36,01 %. Hal ini berkebalikan dengan kadar eugenol yang mula-mula mengalami

penurunan pada perbandingan mol eugenol dan mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, dan 1:3 dengan kadar masing-masing 74,35 %, 52,32 %, dan 48,51 % kemudian mengalami kenaikan kadar pada perbandingan mol eugenol dan mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ 1:4 yaitu pada 58,53 %. Sedangkan untuk *cis*-isoeugenol, diperoleh kadar yang relatif konstan pada variasi mol eugenol dan mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4 yaitu 3,26 %, 2,20 %, 2,71 % dan 2,64 %. Berdasarkan data yang diperoleh, menunjukkan bahwa perbandingan mol eugenol dan mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ optimum pada 1:3.

Pada reaksi pembuatan katalis $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ (disajikan pada Lampiran L.6) diduga terbentuk KOH. Mol KOH dapat dianalogkan dengan mol KF, hubungan keduanya dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Perbandingan Mol KF dan Mol KOH dalam Katalis $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$

Mol KF	Mol KOH
2 mol	1 mol
4 mol	2 mol
6 mol	3 mol
8 mol	4 mol

Dari grafik pada Gambar 4.3, dapat diketahui bahwa kadar isoeugenol maksimum diperoleh pada perbandingan mol eugenol dan katalis 1:3. Berdasarkan Tabel 4.2, dapat diketahui bahwa 3 mol KOH analog dengan 6 mol KF, sehingga dapat dikatakan bahwa dalam katalis $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ yang dipreparasi dari 6 mol KF terdapat 3 mol KOH.

Mol optimum pada reaksi isomerisasi diperoleh pada perbandingan mol eugenol dan mol $\text{KF/Al}_2\text{O}_3$ 1:3, hal ini disebabkan karena semua basa telah bereaksi dengan eugenol membentuk isoeugenol. Mekanisme reaksi isomerisasi eugenol pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa minimal basa OH^- yang dibutuhkan adalah 2 mol, namun 2 mol basa belum cukup untuk menghasilkan isoeugenol secara maksimum. Hal ini terbukti dari kadar isoeugenol hasil isomerisasi yang diperoleh maksimum pada mol eugenol dan

KF/Al₂O₃ optimum 1:3. Peningkatan kadar *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol terlihat pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:1, 1:2 dan 1:3. Hal ini terjadi karena adanya peningkatan gugus hidroksil (OH) dalam larutan yang mengabstraksi atom H pada gugus OH yang terikat pada gugus fenil eugenol membentuk ion isoeugenolat dan H₂O.

Dari penjelasan tersebut dapat diketahui bahwa penggunaan katalis berlebih meningkatkan pembentukan isoeugenol karena semakin banyak penambahan katalis maka konsentrasi gugus hidroksil (OH) semakin kuat dan jumlah ion isoeugenolat yang terbentuk semakin banyak. Ion isoeugenolat yang terbentuk akan bereaksi dengan HCl dan menghasilkan senyawa isoeugenol. Pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:1, mol OH⁻ yang dibutuhkan untuk menghasilkan isoeugenol masih kurang sehingga kadar isoeugenol yang dihasilkan sedikit dan pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:2 kadar isoeugenol bertambah. Dua mol OH⁻ cukup untuk menghasilkan isoeugenol tetapi kadar isoeugenol belum maksimum, kadar isoeugenol masih meningkat pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:3. Namun, pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:4 terjadi penurunan kadar isoeugenol.

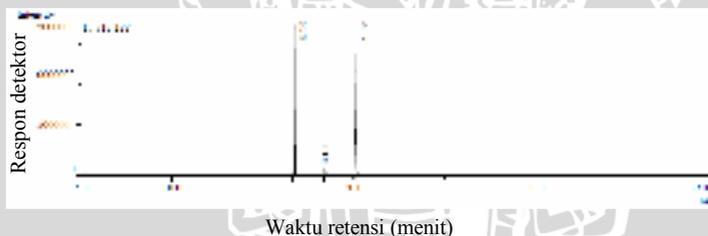
Isomerisasi eugenol pernah dilakukan sebelumnya oleh Puspitasari (2010). Kadar isoeugenol maksimum diperoleh pada perbandingan mol eugenol dan mol KOH optimum 1:3 dan pada penelitian ini juga diperoleh kadar hasil isomerisasi eugenol maksimum pada perbandingan mol eugenol dan mol KOH optimum 1:3.

Penurunan kadar isoeugenol pada perbandingan mol eugenol dan mol KF/Al₂O₃ 1:4 diduga karena terbentuk H₂O saat reaksi isomerisasi berlangsung. Reaksi eugenol dan KF/Al₂O₃ menghasilkan ion eugenolat dan H₂O, sehingga pemakaian katalis KF/Al₂O₃ yang berlebih menghasilkan H₂O yang berlebih pula. Adanya H₂O dalam larutan menyebabkan katalis sulit bereaksi dengan eugenol karena KF/Al₂O₃ lebih cenderung larut dalam H₂O daripada dietilen glikol, sehingga katalis tidak dapat bereaksi dengan eugenol yang larut dalam dietilen glikol dan menyebabkan kadar isoeugenol menurun.

Penelitian yang mempelajari tentang pengaruh H₂O pada reaksi isomerisasi eugenol pernah dilakukan sebelumnya. Dalam penelitian tersebut dinyatakan bahwa pada isomerisasi eugenol dengan perbandingan mol eugenol dan KOH 1:3 menggunakan pelarut etilen glikol pada temperatur refluks 150°C selama enam jam, menghasilkan 2 mL H₂O dalam reaksi isomerisasi. Produk *trans*-isoeugenol yang terbentuk 59,04%. Sedangkan produk hasil isomerisasi eugenol dengan adanya H₂O kurang dari 2 mL menghasilkan *trans*-isoeugenol 73,37%. Hal ini membuktikan bahwa adanya H₂O dalam proses reaksi isomerisasi dapat menghambat pembentukan isoeugenol (Kadarohman dan Muchlal, 2009)

4.3 Analisis Hasil Isomerisasi Eugenol menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa

Analisis komponen hasil isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa (KG-SM). Hasil analisis dengan KG-SM menghasilkan kromatogram seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada Mol Optimum 1:3

Kromatogram pada Gambar 4.4 menunjukkan adanya tiga puncak dengan waktu retensi masing-masing 16,735 menit, 18,404 menit, dan 20,135 menit. Urutan puncak komponen yang muncul pada kromatogram dipengaruhi oleh interaksi komponen hasil isomerisasi dengan fasa diam pada kolom Rtx-Wax.

Fasa diam pada kolom Rtx-Wax adalah polietilen glikol yang bersifat polar, sehingga hasil isomerisasi eugenol yang juga bersifat polar tertahan lebih kuat pada fasa diam dibandingkan dengan hasil

isomerisasi eugenol yang bersifat non polar. Senyawa yang bersifat non polar akan keluar terlebih dahulu dari kolom karena interaksinya yang lemah dengan fasa diam. Eugenol mempunyai tingkat kepolaran lebih rendah (momen dipol = 0,537) jika dibandingkan dengan *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol (momen dipol = 0,559). Sehingga, senyawa yang tertahan lebih lama dalam kolom adalah isoeugenol dan senyawa yang terelusi terlebih dahulu adalah eugenol.

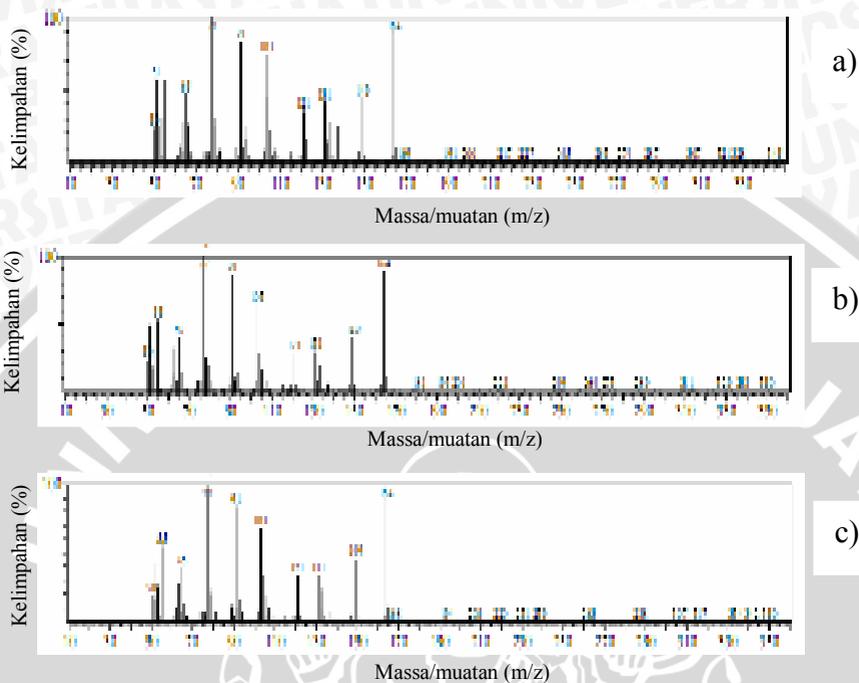
Selain dari tingkat kepolaran senyawa yang dianalisis, urutan puncak dalam kromatogram juga ditentukan oleh titik didih dari senyawa yang akan dianalisis. Menurut Hanum (2008), titik didih eugenol sebesar 256 °C, titik didih *cis*-isoeugenol 262-265 °C dan titik didih *trans*-isoeugenol sebesar 271-274 °C. Senyawa yang mempunyai titik didih tinggi akan lebih lama terelusi dalam kolom, sehingga memberikan t_R yang lama pula. Senyawa eugenol akan keluar lebih dahulu dari kolom, selanjutnya senyawa *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol. Sehingga, puncak pertama dengan waktu retensi 16,735 menit memungkinkan puncak senyawa eugenol dan puncak kedua dan ketiga dengan waktu retensi 18,404 menit, dan 20,135 menit memungkinkan senyawa *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol. Hasil analisis menggunakan KG menunjukkan tiga puncak senyawa terbesar dalam sampel hasil isomerisasi eugenol dan memiliki kadar atau % area lebih dari 1% seperti yang disajikan pada Tabel 4.3.

Masing-masing puncak dari KG hasil isomerisasi eugenol dipindai sehingga dihasilkan spektrum massa. Spektrum massa yang diperoleh diinterpretasi pola fragmentasinya. 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.

Tabel 4.3 Data % area dan waktu retensi komponen hasil isomerisasi eugenol pada variasi mol katalis 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4 menggunakan KG-SM

No	Variasi Mol	Puncak	Waktu Retensi (menit)	% Area
1	1:1	1	16,536	74,35
		2	18,192	3,26
		3	19,899	22,39
2	1:2	1	16,779	52,32
		2	18,443	2,20
		3	20,181	45,48
3	1:3	1	16,735	48,51
		2	18,404	2,71
		3	20,135	48,77
4	1:4	1	16,706	58,53
		2	18,395	2,64
		3	20,096	36,01

Pada rangkaian instrumen KG-SM, spektrometer massa (SM) mendeteksi lebih lanjut senyawa hasil isomerisasi yang terelusi dari KG sesuai dengan urutan waktu retensi, sehingga diperoleh data keluaran berupa spektrum massa dari setiap senyawa. Spektrum massa dari 3 puncak senyawa dalam sampel hasil isomerisasi menunjukkan adanya puncak m/z sama = 50, 51, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149, 164 dengan berat molekul 164 g/mol dan intensitas puncak yang sedikit berbeda, spektrum massa KG-SM hasil isomerisasi eugenol disajikan pada Gambar 4.5.



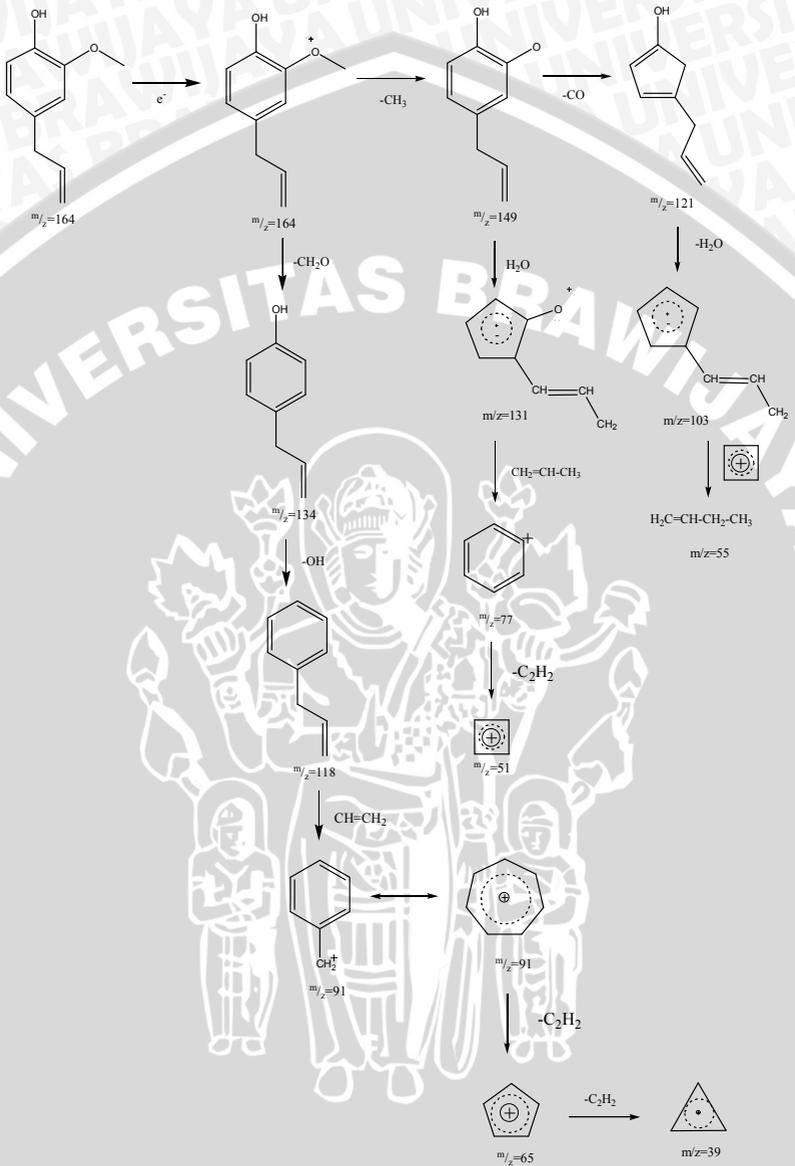
Gambar 4.5 Spektrum massa senyawa hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,735 menit (a), 18,404 menit (b), dan 20,135 menit (c).

Berdasarkan spektrum massa senyawa hasil isomerisasi pada Gambar 4.5, ketiga spektrum memiliki puncak m/z yang sama. Hal ini dikarenakan eugenol, *cis*-isoeugenol, dan *trans*-isoeugenol memiliki berat molekul, rumus molekul, dan gugus fungsi yang sama, sehingga akan muncul puncak-puncak m/z yang sama. Selain itu dalam spektrum massa tersebut didapatkan intensitas puncak m/z yang sedikit berbeda dikarenakan eugenol dan isoeugenol memiliki perbedaan struktur ikatan rangkap di rantai alilnya, sedangkan perbedaan *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol terletak pada struktur geometriknya sehingga akan memiliki kestabilan fragmen-fragmen yang berbeda.

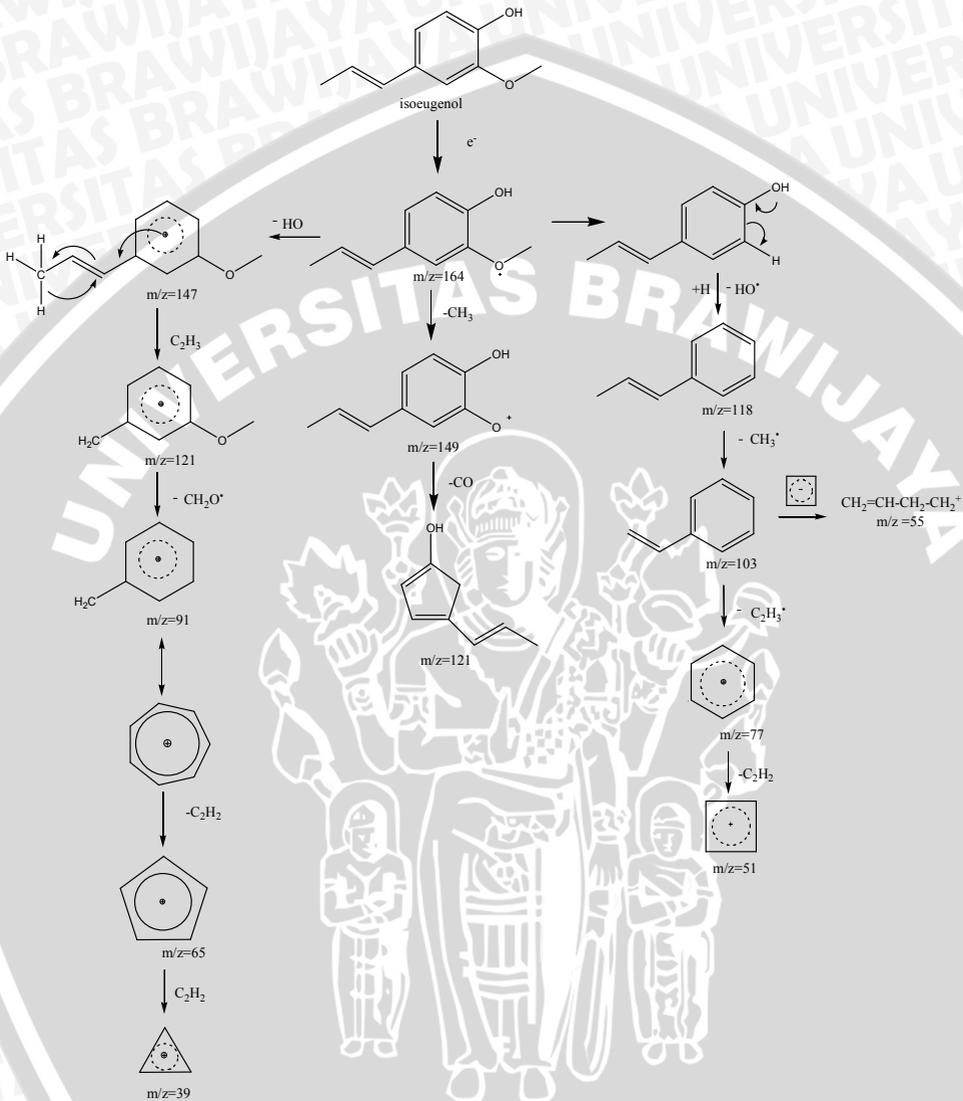
Spektrum massa senyawa hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 16,735 menit (Gambar 4.5 a) menunjukkan adanya puncak $m/z= 50, 51, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149, 164$ dengan berat molekul 164. Puncak ion molekul pada $m/z = M^+ = 164$ terlihat jelas

dan sekaligus merupakan puncak dasar. Fregmentasi eugenol dapat dijelaskan sebagai berikut: Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 dan menghasilkan fragmen pada puncak $m/z=149$, lepasnya CO akan menghasilkan puncak pada $m/z=121$, dilanjutkan dengan pemutusan H_2O menghasilkan puncak pada $m/z=103$. Pada puncak $m/z=149$ terjadi pemutusan H_2O menghasilkan puncak $m/z=131$, yang diteruskan dengan pemutusan $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$ menghasilkan siklopentana dengan puncak $m/z=77$. Selanjutnya pemutusan C_2H_2 menghasilkan $m/z=51$. Pada puncak $m/z=164$ dapat terjadi pemutusan OCH_2 , OH dan $\text{CH}=\text{CH}_2$ menghasilkan puncak $m/z=91$ dilanjutkan pembentukan siklopentana dengan puncak $m/z=65$, Setelah itu C_2H_2 membentuk senyawa siklopropana dengan puncak $m/z=39$. Puncak-puncak tersebut merupakan pola fragmentasi yang khas dari senyawa eugenol yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.

Selain senyawa eugenol, analisis KG-SM hasil isomerisasi juga menunjukkan adanya senyawa isoeugenol dengan spektrum massa yang memiliki puncak $m/z = 164$, puncak ini sama dengan senyawa eugenol karena berat molekul eugenol dan isoeugenol sama namun antara keduanya memiliki pola fragmentasi yang berbeda. Spektrum massa senyawa hasil isomerisasi eugenol dengan waktu retensi 18,404 menit dan 20,135 menit ditunjukkan oleh Gambar 4.5 (b) dan (c). Spektrum massa tersebut menunjukkan adanya puncak $m/z = 51$, 55, 65, 77, 91, 103, 121, 131, 149 dan 164. Puncak ion molekul pada $m/z=M^+=164$ merupakan puncak dasar yang stabil. Fragmentasi isoeugenol berawal dari pemecahan $-\text{CH}_3$ menghasilkan puncak $m/z=149$ dilanjutkan pemecahan $-\text{CO}$ menghasilkan puncak $m/z=121$. Selain itu pada puncak $m/z=164$ dapat terjadi pemecahan OCH_2 , OH dan CH_3 menghasilkan puncak $m/z=103$ dan pemutusan $\text{CH}=\text{CH}$ menghasilkan puncak $m/z=77$ yang merupakan puncak khas dari senyawa benzena. Dari puncak $m/z=77$ dapat terjadi pemutusan C_2H_2 dan menghasilkan puncak $m/z=51$. Sedangkan dari puncak $m/z=103$ dapat terjadi pemutusan siklobutana menghasilkan $m/z=55$. Puncak dengan $m/z=164$ apabila terjadi pemutusan OH , $\text{CH}=\text{CH}_2$ akan menghasilkan puncak dengan $m/z=121$. Pemecahan selanjutnya melepaskan OCH_2 menghasilkan $m/z=91$ terurai lebih lanjut dengan pemutusan $\text{HC}\equiv\text{CH}$ menghasilkan puncak dengan $m/z=65$. Setelah itu C_2H_2 membentuk senyawa siklopropana dengan puncak $m/z=39$. Puncak-puncak tersebut merupakan pola fragmentasi yang khas dari senyawa isoeugenol yang ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.6 Fragmentasi Eugenol



Gambar 4.7 Fragmentasi Isoeugenol

Berdasarkan pola hasil fragmentasi pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7, diduga senyawa yang terdapat pada sampel hasil isomerisasi adalah senyawa eugenol dan senyawa isoeugenol. Hal ini dapat ditentukan dengan membandingkan spektrum massa dari pustaka WILEY7 (Lampiran L.14) sebagai acuan untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam suatu sampel. Jika dibandingkan antara spektrum massa hasil isomerisasi dengan pustaka WILEY7 memiliki kemiripan puncak-puncak pada $m/z=50$, $m/z=51$, $m/z=55$, $m/z=65$, $m/z=77$, $m/z=91$, $m/z=103$, $m/z=121$, $m/z=131$, $m/z=149$, dan $m/z=164$, sedangkan pada pustaka WILEY7 terdapat puncak-puncak pada $m/z=51$, $m/z=65$, $m/z=77$, $m/z=91$, $m/z=103$, $m/z=121$, $m/z=131$, $m/z=149$, $m/z=164$. Dari puncak-puncak tersebut terbukti bahwa spektrum massa hasil isomerisasi memiliki kemiripan puncak dengan pustaka WILEY7.



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

1. Kadar isoeugenol hasil isomerisasi eugenol dipengaruhi oleh jumlah mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan kadar isoeugenol maksimum diperoleh pada perbandingan mol eugenol dan katalis 1:3.
2. Komposisi senyawa hasil reaksi isomerisasi eugenol pada perbandingan mol eugenol dan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1:3 yaitu eugenol, *cis*-isoeugenol dan *trans*-isoeugenol berturut-turut adalah 45,51%, 2,71%, dan 48,77%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang jumlah H_2O yang proporsional dalam reaksi isomerisasi eugenol sehingga dapat meningkatkan persentase hasil isomerisasi eugenol dan faktor-faktor yang mempengaruhi produk *trans*-isoeugenol dominan.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous¹, 2009. **The Isomerisation**. www.designer-drug.com, tanggal akses : 26 April 2009
- Al As'ad, C. 2010. **Pengaruh Variasi Jumlah Mol NaOH terhadap Kadar Isoeugenol pada Isomerisasi Eugenol Menggunakan Dietilen Glikol**. Draft Skripsi FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang
- Anwar, C. 1994. **The Conversion Of Eugenol Into More Valuable Substances**. Dissertation. Gadjah Mada University. Yogyakarta
- Azizah, U. 2004. **Laju Reaksi**. Direktorat Pendidikan Menengah Kejuruan Departemen Pendidikan Nasional. Jakarta. www.Kimia Laju Reaksi. Pdf
- Berbreiter, D. E. and J. L. James. 1986. **Michael Addition of Nitroalkanes to α,β - Unsaturated Carbonyl Compound Using KF/Basic Alumina**. *Departement Of Chemistry Texas A & M University Collage Station*
- Boulanger, L. 1997. **Observatuion on Variations in Electrical Conductivity of Pure Demineralised Water : Modification of Conductivity by Low-Frequency Alternating Electruic Fields, International Committee for Research and Study O Environmental Factor**. Universite Libre de Bruxelles
- Busroni. 2000. **Sintesis 1-(3,4 Dimetoksi Fenil)-2-Propanon Turunan Eugenol Melalui Pembentukan Senyawa 1-(3,4 Dimetoksi Fenil)-2-Propanil Format pada Suhu 250-300° C**. Staf Pengajar Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember
- Cotton, F. A. dan G. Wilkinson. 1989. **Kimia Organik Dasar**. Alih Bahasa : Sahati Suharto. UI-Press. Jakarta
- Cram, D. J. and S. W. Ela. 1966. **“Electrophilic Substitution at Saturated Carbon. XXX. 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
- Hanum, F. 2008. **Isomerisasi Eugenol Menjadi Isoeugenol Menggunakan Katalis Mg-Al Hidrotalsit**. FMIPA UI. Depok
- Hendayana, S. 1994. **Kimia Analitik Instrumen**. edisi 1. IKIP Semarang Press. Semarang
- Hendayana, S. 2006. **Kimia Pemisahan**. PT. Remaja Pustaka, Bandung
- Kadarohman, A. dan M. Muchalal. 2009. **Mekanisme Reaksi Isomerisasi Eugenol**. Tesis. Program Pascasarjana UGM. Yogyakarta
- Kishore, D. and S. Kannan. 2002. **Isomerization of Eugenol and Safrole Over MgAl Hydrotalcite, a Solid Base Catalyst**. *Green Chemistry*. Vol 4. 607-10
- Labconco Corporation. 2010. **A Guide To Freeze Drying for the Laboratory**. www.labconco.com. tanggal akses : 22 Desember 2010
- Lestari, D. E. dan S. B. Utomo. 2007. **Karakteristik Kinerja Resin Penukar Ion Pada Siste Air Bebas Mineral (GCA) RSG-GAS**. Pusat Reaktor serba Guna Batan. Banten
- Ono, Y. and T. Baba. 1997. **Selective Reactions Over solid Base Catalyst**. Elsevier. *Catalysis Today* (38) 321-337
- Pine, S. H., J. B. Hendrickson, D. J. Cram, dan G.S. Hammond. 2006. **Kimia Organik 2**. terbitan ke-4. ITB, Bandung
- Peterson, T. H., J. H. Bryan, and T. A. Keevil. 1993. "A Kinetic Study of the Isomerization of Eugenol". *Journal Chemistry Education* 70. A96-A98
- Pudjono, Supardjan, dan T. Irawati. 2006. **Sintesis 2,5-Dibenzilidinsiklopentanon dari Benzaldehid dan Siklopentanon dengan Variasi Pelarut**. Fakultas Farmasi Universitas Gadjad Mada. Yogyakarta

- Puspitasari, R. 2010. **Pengaruh Jumlah Mol Kalium Hidroksida terhadap Kadar Isoeugenol dan Eugenol pada Reaksi Isomerisasi Eugenol.** Skripsi FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang
- Radhakrisna, A. S., S. K. Suri, K. R. K. Prasad Rao, K. Sivaprakash, and B. B. Singh. 1990. **Potassium Fluoride on Alumina-A Versatile Reagen for Isomerization of Olefines,** *Synthetic Community*, 20:345-8
- Sastrohamidjojo, H. 1981. **A Study of Some Indonesian Essential Oils.** Disertasi. FMIPA UGM. Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H. 2004. **Kimia Minyak Atsiri.** Gajah 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
- Sharma, S. K., K. S. Vivek. and V. J. Rakesh. 2005. **Selective Double Bond Isomerization Of Allyl Phenyl Ethers Catalyzed By Ruthenium Metal Complexes.** *Journal of Molecular Catalisys Chemistry* (245) 200-9
- Sykes, P. 1989. **Penuntun Mekanisme Reaksi Kimia Organik.** edisi keenam. Alih Bahasa: A. J. Hartomo. PT Gramedia. Jakarta
- Thi, X. T. L., T. To Lam, T. Ngoc Le. and F. Duus. 2009. **Fast and Green Microwave – Assisted Conversion of Essential Oil Allilbenzenes into the Corresponding Aldehydes via Alkene Isomerization and Subsequent pottasium Permanganate Promote Oxiative Alkene Group Cleavage.** *Journal Molecules*. 14.3411-24
- Tsuji, H., H. Kabashima, H. Kita. and H. Hattori. 1995. **Thermal Activation Of KF/Alumina Catalyst For Double Bond Isomerization and Michael Addition.** *Reaction Kinetic Catalisys Letter* 56, No. 2, 363-9

Wibowo, W. 2007. **Studi Reaksi Konversi Katalis 2-Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis γ - Al_2O_3 .** Departemen Kimia Fakultas MIPA. UI. Depok. *Chemistry Reaction Engineering & Catalysis* 2(2-3).56-61

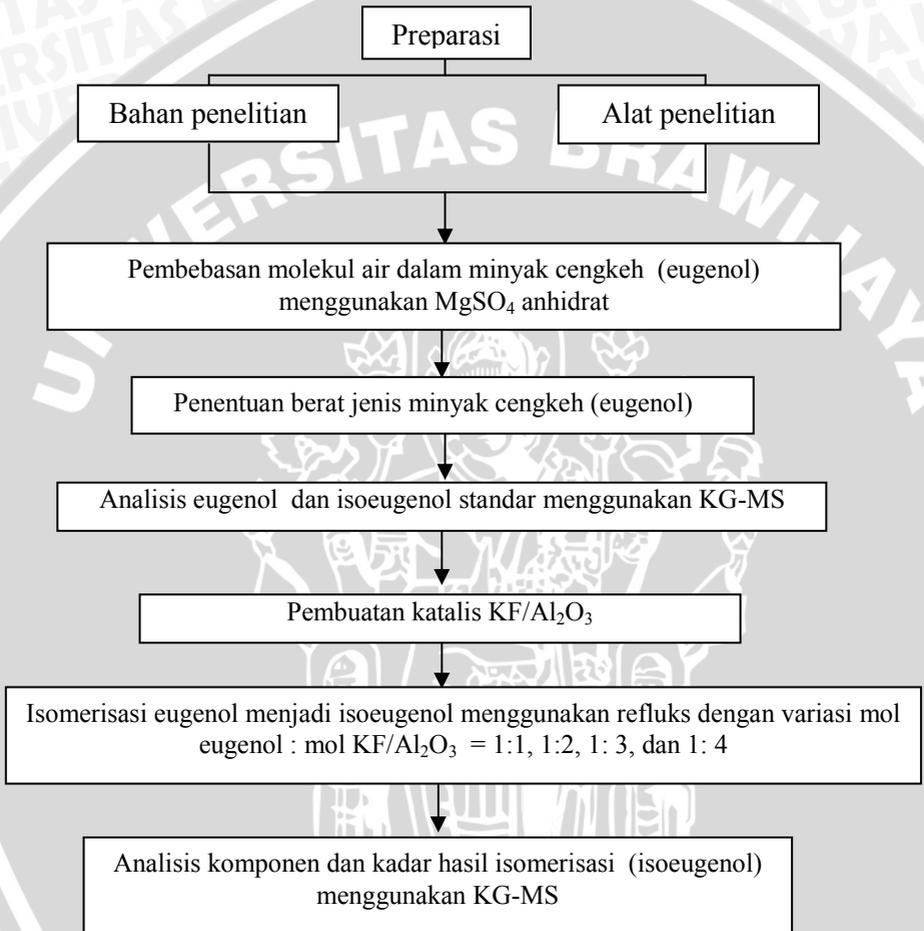
Wibowo, W., W. P. Suwarso, T. Utari. dan H. Purwaningsih. 2002. **Aplikasi Reaksi Katalisis Heterogen Untuk Pembuatan Vanili Sintetik (3-Hidroksi-2 Metoksibenzaldehida) Dari Eugenol (4-Alil-2-Metoksifenol) Minyak Cengkeh.** FMIPA UI. Jakarta

Willard, H. H., L. L. Merrit, J. A. Dean. and F. A. Sattle. 1988. **Instrumental Methods of Analysis.** Wadsworth Publishing Company. California



LAMPIRAN

L.1 Diagram Alir Tahapan Kerja



L.1.1 Preparasi MgSO_4 anhidrat dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

- digerus menggunakan mortar sampai berbentuk serbuk
- dimasukkan dalam cawan porselen
- dipanaskan dalam oven pada temperatur 120°C selama 24 jam
- dikeluarkan cawan porselen dari oven dan dimasukkan dalam desikator
- ditimbang menggunakan neraca analitik
- dimasukkan kembali dalam oven pada temperatur 120°C selama 1 jam
- dikeluarkan cawan porselen dari oven dan dimasukkan dalam desikator
- ditimbang dan diulangi prosedur pemanasan serbuk MgSO_4 selama 1 jam sampai diperoleh massa MgSO_4 konstan
- disimpan dalam desikator

MgSO_4 anhidrat

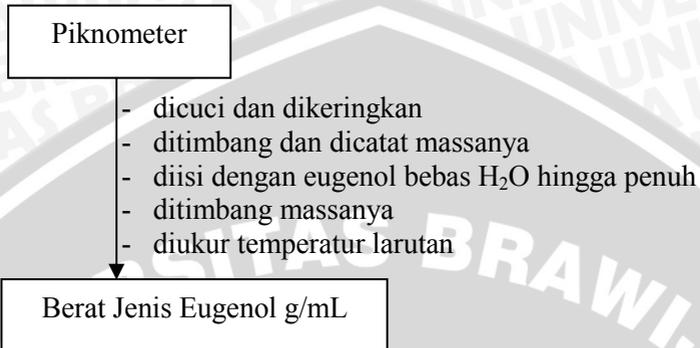
L.1.2 Pembebasan H_2O pada Eugenol menggunakan MgSO_4 anhidrat

Eugenol

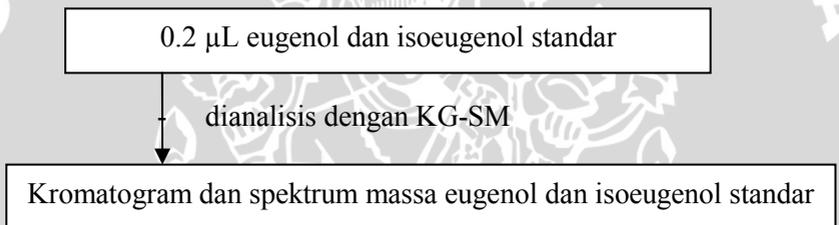
- dimasukkan dalam gelas kimia 250 mL
- ditambah MgSO_4 anhidrat sedikit demi sedikit
- diamati terbentuknya butiran serbuk MgSO_4 dalam eugenol
- didiamkan dan disaring dengan kertas saring

Eugenol Bebas H_2O

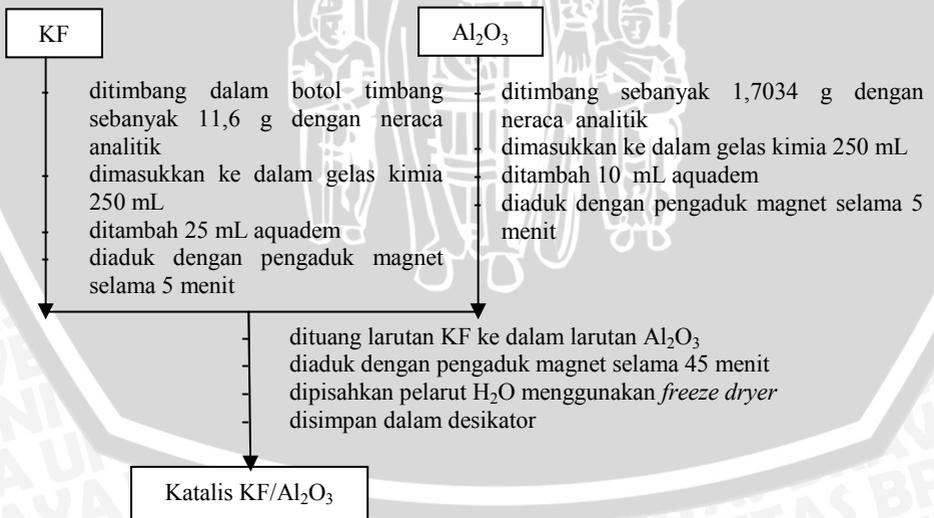
L.1.3 Penentuan Berat Jenis Eugenol



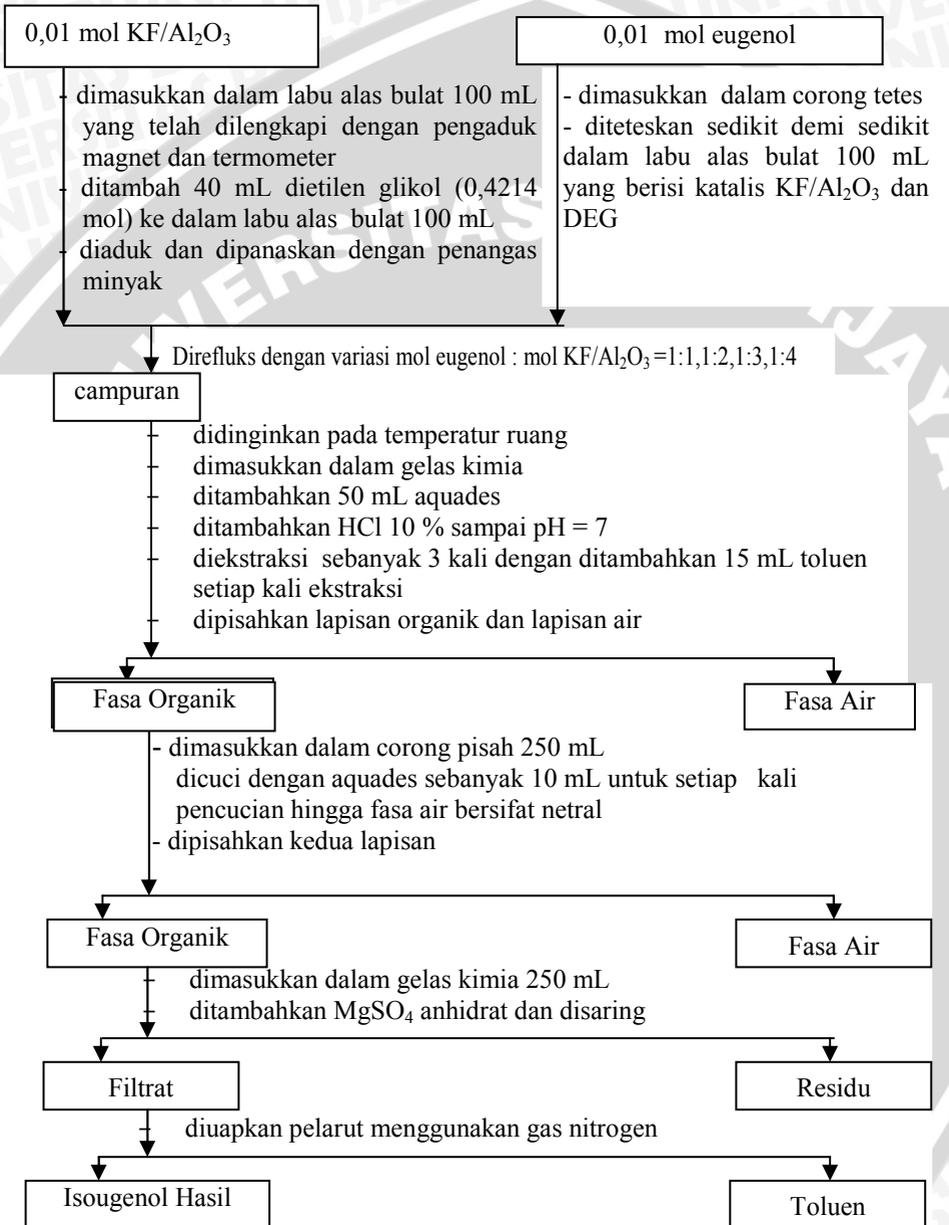
L.1.4 Analisis Eugenol dan Isoeugenol Standar menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)



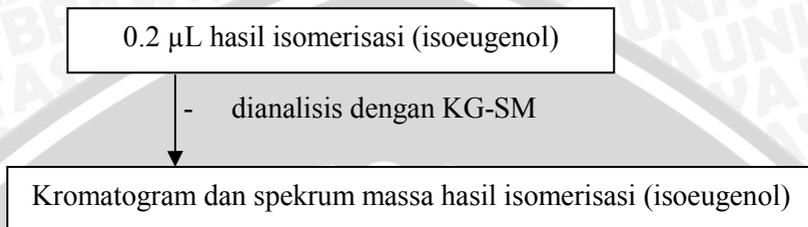
L.1.5 Preparasi Katalis KF/Al₂O₃



L.1.6 Isomerisasi Eugenol menjadi Isoeugenol



L.1.7 Analisis Isoeugenol Hasil Isomerisasi menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)



L.2 Data Penimbangan $MgSO_4$ anhidrat

L.2.1 Tabel Penimbangan $MgSO_4$ sampai diperoleh Massa Konstan

No	Penimbangan	Massa $MgSO_4$
1	Awal	25 g
2	Setelah dipanaskan 24 jam pada temperatur $120^\circ C$	14,23 g
3	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur $120^\circ C$	13,97 g
4	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur $120^\circ C$	13,12 g
5	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur $120^\circ C$	12,75 g
6	Setelah dipanaskan 1 jam pada temperatur $120^\circ C$	12,55 g

L.2.2 Perhitungan Molekul Hidrat yang Hilang Setelah Preparasi

Reaksi :



$X = \Sigma$ molekul hidrat yang hilang

$$\text{Massa } MgSO_4 \cdot 7H_2O = 25 \text{ g}$$

$$\text{Massa } MgSO_4 \cdot (7-x)H_2O = 12,55 \text{ g}$$

$$\text{Massa } x H_2O = 12,45 \text{ g}$$

$$\text{Mr } MgSO_4 \cdot 7H_2O = 246 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr } 7H_2O = 126 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } 7\text{H}_2\text{O} &= \frac{126 \text{ g/mol}}{246 \text{ g/mol}} \times 25 \text{ g} \\ &= 12,80 \text{ g} \\ \text{Mol x H}_2\text{O} &= \frac{12,45 \text{ g}}{12,80 \text{ g}} \times 7 \text{ mol} \\ &= 6,81 \text{ mol} \end{aligned}$$

L.3

Perhitungan Berat Jenis Eugenol

Temperatur pengukuran = 27 °C

Volume eugenol = 1 mL

Massa piknometer + eugenol = 6,46 g

Massa piknometer = 5,16 g

Massa eugenol = 1,30 g

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

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

= 1,30 g/mL

L.4

Perhitungan Mol Eugenol

Berat Jenis Eugenol = 1,30 g/mL

Volume Eugenol = 1,26 mL

Massa Eugenol = 1,30 g/mL x 1,26 mL x 97,10 %

= 1,6278 g

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

= $\frac{1,6278 \text{ g}}{164,20 \text{ g/mol}}$

= 9,913 x 10⁻³ mol

= 0,009913 mol

= 0,01 mol

L.5 Perhitungan Mol Dietilen Glikol pada Isomerisasi Eugenol

menggunakan KF/Al_2O_3

Berat Jenis Dietilen glikol = 1,115 g/ml

Volume Dietilen glikol = 40 mL

Massa Dietilen glikol = 1,115 g/mL x 40 mL

= 44,6 g

Mr Dietilen glikol = 106 g/mol

Mol Dietilen Glikol = $\frac{\text{Massa DEG}}{\text{Mr DEG}}$

= $\frac{44,6 \text{ g}}{106 \text{ g/mol}}$

= 0,42076 mol

L.6 Reaksi Stoikiometri Pembuatan Katalis KF/Al_2O_3



L.6.1 Perhitungan Massa KF/Al_2O_3 yang diperlukan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Mol Eugenol : Mol $KF/Al_2O_3 = 1 : 1$

Reaksi yang terjadi sama dengan reaksi pada L.6, sehingga dapat diketahui bahwa:

Mol KOH = 0,01 mol

Massa KOH = mol KOH x Mr KOH

= 0,01 mol x 56 g/mol

= 0,56 g

Mol K_3AlF_6 = $3,3 \cdot 10^{-3}$ mol

Massa K_3AlF_6 = mol K_3AlF_6 x Mr K_3AlF_6

= $3,3 \cdot 10^{-3}$ mol x 258 g/mol

= 0,8514 g

Mol KF = 0,02 mol

Massa KF = mol KF x Mr KF

= 0,02 mol x 58 g/mol

= 1,16 g

Mol Al_2O_3 = $1,7 \cdot 10^{-3}$ mol

Massa Al_2O_3 = mol Al_2O_3 x Mr Al_2O_3

= $1,7 \cdot 10^{-3}$ mol x 102 g/mol

= 0,1734 g

L.6.2 Perhitungan Massa $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang diperlukan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Mol Eugenol : Mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 2$

Reaksi yang terjadi sama dengan reaksi pada L.6, sehingga dapat diketahui bahwa:

$$\begin{aligned}\text{Mol KOH} &= 0.02 \text{ mol} \\ \text{Massa KOH} &= \text{mol KOH} \times \text{Mr KOH} \\ &= 0,02 \text{ mol} \times 56 \text{ g/mol} \\ &= 1,12 \text{ g} \\ \text{Mol K}_3\text{AlF}_6 &= 6,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ \text{Massa K}_3\text{AlF}_6 &= \text{mol K}_3\text{AlF}_6 \times \text{Mr K}_3\text{AlF}_6 \\ &= 6,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 258 \text{ g/mol} \\ &= 1,7028 \text{ g} \\ \text{Mol KF} &= 0,04 \text{ mol} \\ \text{Massa KF} &= \text{mol KF} \times \text{Mr KF} \\ &= 0,04 \text{ mol} \times 58 \text{ g/mol} \\ &= 2,32 \text{ g} \\ \text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= 3,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ \text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3 \\ &= 3,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 102 \text{ g/mol} \\ &= 0,3366 \text{ g}\end{aligned}$$

L.6.3 Perhitungan Massa $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang diperlukan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Mol Eugenol : Mol $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 3$

Reaksi yang terjadi sama dengan reaksi pada L.6, sehingga dapat diketahui bahwa:

$$\begin{aligned}\text{Mol KOH} &= 0.03 \text{ mol} \\ \text{Massa KOH} &= \text{mol KOH} \times \text{Mr KOH} \\ &= 0,03 \text{ mol} \times 56 \text{ g/mol} \\ &= 1,68 \text{ g} \\ \text{Mol K}_3\text{AlF}_6 &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa K}_3\text{AlF}_6 &= \text{mol K}_3\text{AlF}_6 \times \text{Mr K}_3\text{AlF}_6 \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 258 \text{ g/mol} \\ &= 2,58 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol KF} &= 0,06 \text{ mol} \\
 \text{Massa KF} &= \text{mol KF} \times \text{Mr KF} \\
 &= 0,06 \text{ mol} \times 58 \text{ g/mol} \\
 &= 3,48 \text{ g} \\
 \text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= 5 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\
 \text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3 \\
 &= 5 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 102 \text{ g/mol} \\
 &= 0,51 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.6.4 Perhitungan Massa KF/Al₂O₃ yang diperlukan dalam Reaksi Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Mol Eugenol : Mol KF/Al₂O₃ = 1 : 4

Reaksi yang terjadi sama dengan reaksi pada L.6, sehingga dapat diketahui bahwa:

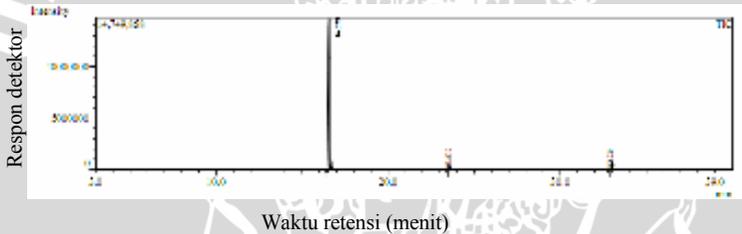
$$\begin{aligned}
 \text{Mol KOH} &= 0.04 \text{ mol} \\
 \text{Massa KOH} &= \text{mol KOH} \times \text{Mr KOH} \\
 &= 0,04 \text{ mol} \times 56 \text{ g/mol} \\
 &= 2,24 \text{ g} \\
 \text{Mol K}_3\text{AlF}_6 &= 0,0133 \text{ mol} \\
 \text{Massa K}_3\text{AlF}_6 &= \text{mol K}_3\text{AlF}_6 \times \text{Mr K}_3\text{AlF}_6 \\
 &= 0,0133 \text{ mol} \times 258 \text{ g/mol} \\
 &= 3,4314 \text{ g} \\
 \text{Mol KF} &= 0,08 \text{ mol} \\
 \text{Massa KF} &= \text{mol KF} \times \text{Mr KF} \\
 &= 0,08 \text{ mol} \times 58 \text{ g/mol} \\
 &= 4,64 \text{ g} \\
 \text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= 6,7 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\
 \text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3 \\
 &= 6,7 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 102 \text{ g/mol} \\
 &= 0,6834 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.7 Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 10% dari HCl 37% pada Isomerisasi Eugenol

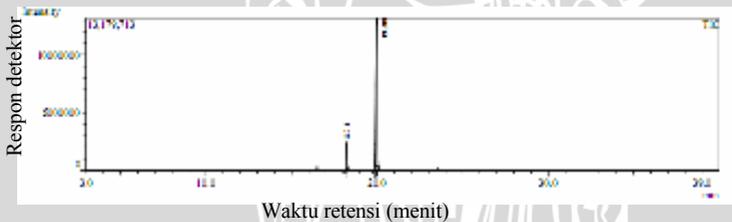
$$\begin{aligned}
 C_{\text{HCl I}} &= 37\% \\
 C_{\text{HCl II}} &= 10\% \\
 C_{\text{HCl I}} \times V_{\text{HCl I}} &= C_{\text{HCl II}} \times V_{\text{HCl II}} \\
 37\% \times V_{\text{HCl I}} &= 10\% \times 100 \text{ mL} \\
 V_{\text{HCl I}} &= \frac{10\% \times 100 \text{ mL}}{37\%} \\
 &= 27,03 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan HCl 10% dibuat dengan cara memipet 27,03 mL HCl 37% lalu memasukkannya dalam labu takar 100 mL dan menambahkan aquades hingga tanda batas.

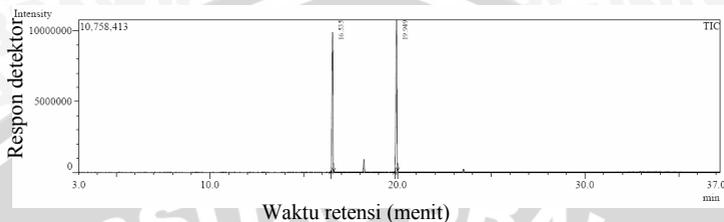
L.8 Kromatogram KG-SM Eugenol Standar



L.9 Kromatogram KG-SM Isougenol Standar

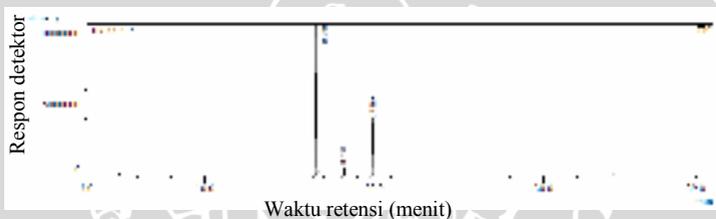


L.10 Kromatogram KG-SM Campuran Eugenol dan Isoeugenol Standar

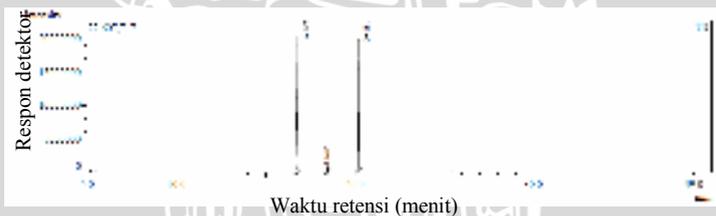


L.11 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol

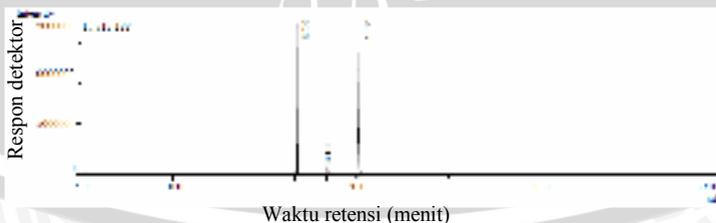
L.11.1 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada Variasi mol 1:1



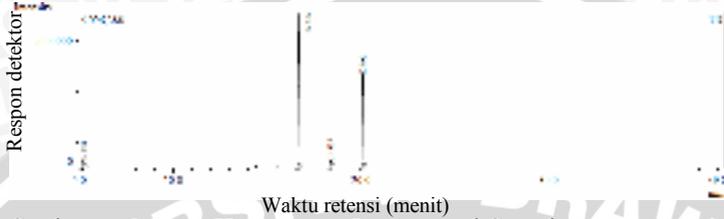
L.11.2 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada Variasi mol 1:2



L.11.3 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada Variasi mol 1:3

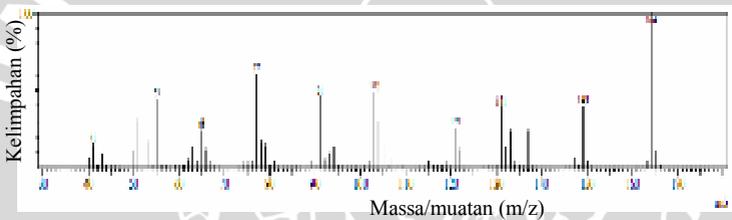


L.11.4 Kromatogram KG-SM Hasil Isomerisasi Eugenol pada Variasi mol 1:4

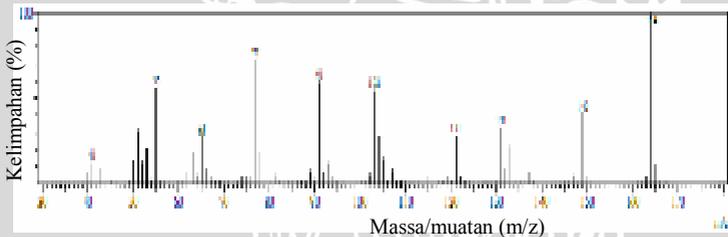


L.12 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar

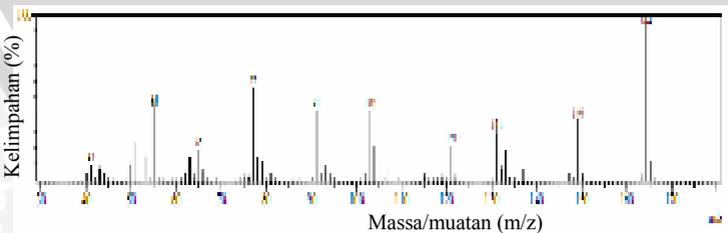
L.12.1 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 16,592 menit



L.12.2 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 18,267 menit

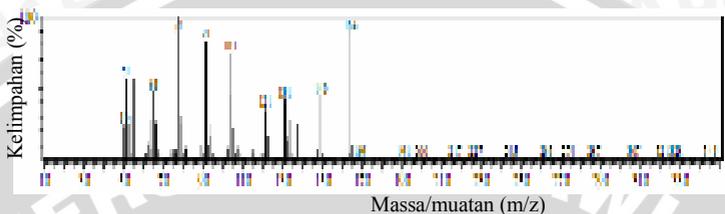


L.12.3 Spektrum Massa Komponen Isoeugenol Standar dengan Waktu Retensi 20,058 menit

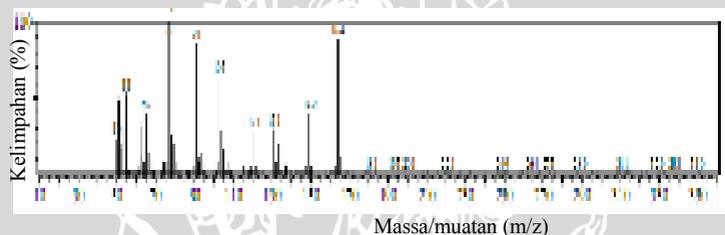


L.13 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol

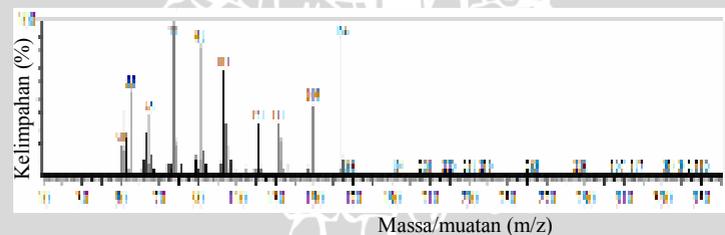
L.13.1 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 16,735 menit



L.13.2 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 18,404 menit

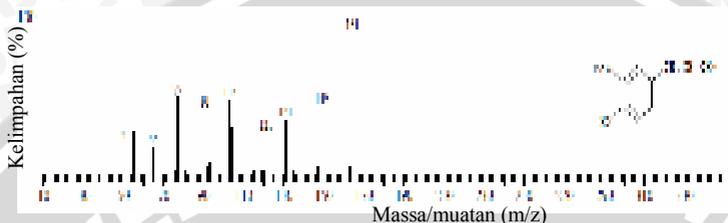


L.13.3 Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol dengan Waktu Retensi 20,135 menit



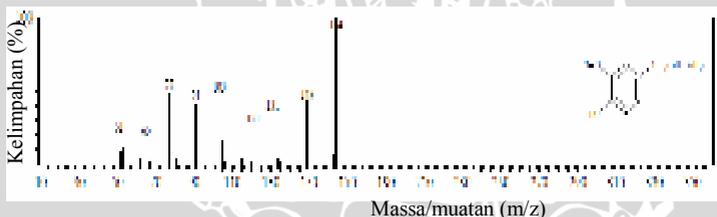
L.14 Pustaka Spektrum Massa Komponen Hasil Isomerisasi Eugenol

L.14.1 Pustaka Spektrum Massa Eugenol



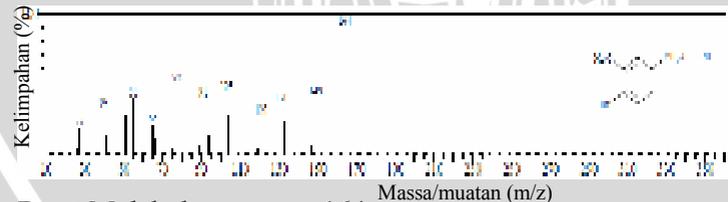
Berat Molekul : 164
Rumus Molekul : $C_{10}H_{12}O_2$
Nama Komponen : Eugenol
Pustaka : WILEY 7.LIB

L.14.2 Pustaka Spektrum Massa *cis*-Isoeugenol



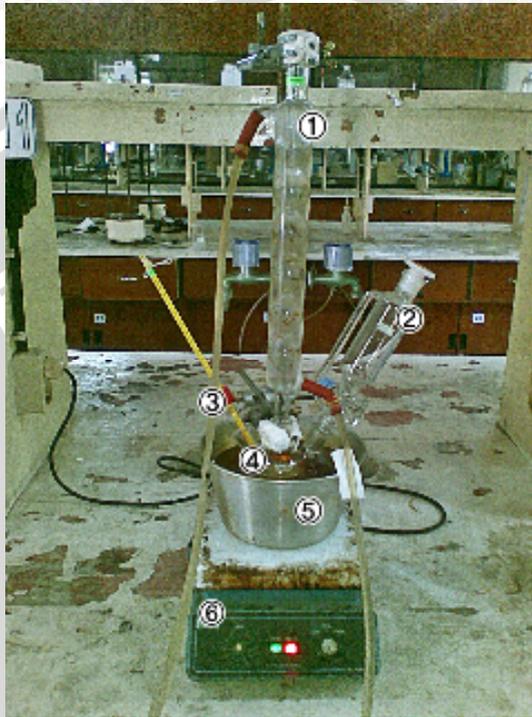
Berat Molekul : 164
Rumus Molekul : $C_{10}H_{12}O_2$
Nama Komponen : *cis*-isoeugenol
Pustaka : WILEY 7.LIB

L.14.3 Pustaka Spektrum Massa *trans*-Isoeugenol



Berat Molekul : 164
Rumus Molekul : $C_{10}H_{12}O_2$
Nama Komponen : *trans*-isoeugenol
Pustaka : WILEY 7.LIB

L.15 Gambar Proses Refluks



Keterangan :

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

L.16 Gambar Hasil Isomerisasi Eugenol



a

b

c

d

Keterangan :

- a) Hasil isomerisasi eugenol pada variasi mol eugenol dan katalis 1:1
- b) Hasil isomerisasi eugenol pada variasi mol eugenol dan katalis 1:2
- c) Hasil isomerisasi eugenol pada variasi mol eugenol dan katalis 1:3
- d) Hasil isomerisasi eugenol pada variasi mol eugenol dan katalis 1:4