

**STUDI PENGARUH PEMBERIAN KATALIS TRANSFER  
FASA TERHADAP REAKSI METILASI EUGENOL  
DAN REAKSI ADISI METIL EUGENOL  
DENGAN ASAM FORMAT**



**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Penyelesaian Program Sarjana Sains  
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Jember

Oleh :

**Bahriyatul Afiah**

NIM : 981810301035



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER**

Nopember, 2003

**MOTTO**

*“ Bacalah dengan menyebut nama Tuhanmu yang telah menciptakan”*

*(QS. Al Alaq : 1)*

*“Hai manusia, sembahlah Tuhanmu yang telah menciptakanmu dan orang-orang sebelum kamu” (QS. Al Baqarah : 21)*

*“Dan apabila dikatakan: “Berdirilah kamu, maka berdirilah”, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat”*

*(QS. Al Mujadalah : 11)*

## PERSEMBAHAN

- Sembah sujud dan puji syukur ke hadirat Allah SWT. *Hanya kepadaMu hamba menyembah dan hanya kepadaMu hamba minta pertolongan. Tunjukkanlah hamba jalan yang lurus* (QS. Al Fatihah : 5-6)
- Nabi Muhammad SAW, syafaatmu selalu aku rindukan.
- Bapak dan Ibu, terima kasih atas segala didikan, do'a, pengorbanan dan kasih sayang yang telah diberikan dengan ikhlas, jazakumullahu khoiron katsiro.
- Para Ustadz dan Guruku, terima kasih atas segala dorongan semangat, do'a dan ilmu yang ditularkan kepadaku.
- Kakakku Husnul dan keluarga serta adikku Bis, terima kasih atas kritikan, dorongan semangat, pengorbanan dan kebanggaan terhadapku.
- Keluarga Ahmad Salam, terima kasih telah memberikan dorongan semangat dan bantuan materi.
- Sepupu-sepupuku Dik (Nche, Lim, Ida) kejarlah impian kalian.
- Sahabat-sahabatku, Siti, Tanti dan Fikri terima kasih atas pengertian kalian, tetaplah menjadi sahabatku, semoga kalian bahagia.
- Teman-teman Kimia '98, "*terapkan ilmu kalian*", kebersamaan dan kekeluargaan yang terjalin akan tetap terjalin sampai akhir masa.
- Mas Fuad, terima kasih atas dorongan semangat, bantuan dan kesetiaan menemaniku.
- Grup Organik (mas Ndui, mas Jo) dan grup Biokimia (Mas Naqib) terima kasih telah membantu, menemaniku dan memberiku semangat, Mas Samsul dan Mas Budi terima kasih telah membantuku.
- Warga Riyadlus Sholihien (Shofi, Muslimah, Masuroh, Nurul, Aris, Dliya') kebersamaan dan kekeluargaan yang terjalin akan kuingat selalu.
- Lembaga Dakwah Kampus (LDK) dan PP. Riyadlus Sholihien tempatku mencari ilmu mengenal Allah dan Islam
- Almamaterku Universitas Jember, terima kasih untuk semua ilmu yang telah aku dapat.



**DEKLARASI**

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan September 2002 sampai dengan agustus 2003 di laboratorium Kimia Organik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Nopember 2003

Bahriyatul Afiyah





ABSTRAK

**Studi Pengaruh Pemberian Katalis Transfer Fasa terhadap Reaksi Metilasi Eugenol dan Reaksi Adisi Metileugenol dengan Asam Format**, Bahriyatul Afiyah, 981810301035, Skripsi, Agustus 2003, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Telah dilakukan reaksi metilasi eugenol dengan dimetilsulfat dengan perbandingan mol metil eugenol : mol dimetilsulfat adalah 1: 2, temperatur penangas minyak 200 °C, dengan variasi katalis transfer fasa 0,1 gram, 0,15 gram dan 0,2 gram dengan waktu refluks 5 jam (tanpa pengadukan). Setelah pelarut diuapkan hasil dianalisis dengan kromatografi gas, diperoleh rendemen metileugenol secara berturut-turut adalah 2,906%, 10,324% dan 25,257%. Reaksi adisi metileugenol dengan asam format 98% dengan perbandingan mol metileugenol dengan mol asam format adalah 1: 135, temperatur alat refluks modifikasi 170 °C, 220 °C, 270 °C dan 320 °C dengan waktu refluks 5 jam (tanpa pengadukan) dan jumlah katalis transfer fasa 0,1 gram dan 0,2 gram dan dianalisis dengan kromatografi gas menghasilkan senyawa ester format atau 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanilformat. Asam format sisa dihilangkan dengan larutan NaHCO<sub>3</sub> (Natrium bikarbonat) jenuh. Dari hasil analisis kromatografi gas diperoleh rendemen ester format dengan penambahan 0,1 gram katalis transfer fasa pada suhu alat refluks modifikasi 170 °C, 220 °C, 270 °C dan 320 °C secara berturut-turut adalah 5,093%, 4,307%, 3,841 % dan 2,272%. Dan rendemen ester format dengan penambahan 0,2 gram katalis transfer fasa pada suhualatrefluks modifikasi 170 °C, 220 °C, 270 °C dan 320 °C secara berturut-turut adalah 9,148%, 6,826%, 6,501 % dan 7,571 %.

**Kata Kunci** : eugenol, metileugenol, katalis transfer fasa, metilasi, adisi elektrofilik, ester format.

**HALAMAN PENGESAHAN**

Skripsi ini diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari : JUM'AT  
Tanggal : 21 NOV 2003  
Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**Tim Penguji**

Ketua

Drs. Busroni, MSi  
NIP. 131 945 805

Sekretaris

D. Setyawan P.H. SSi, MSi  
NIP. 132 085 807

Anggota I

Drs. Zulfikar, PhD  
NIP. 131 660 785

Anggota II

drh. Wuryanti Handayani, MSi  
NIP. 131 459 744

Mengesahkan,

Dekan FMIPA UNEJ



Ir. Sumadi MS  
NIP. 130 368 784



## KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi dengan judul **Studi Pengaruh Pemberian Katalis Transfer Fasa Terhadap Reaksi Metilasi Eugenol dan Reaksi Adisi Metileugenol dengan Asam Format.**

Skripsi ini ditulis untuk melengkapi salah satu syarat untuk mencapai derajat Kesarjanaan pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Pada kesempatan ini dengan tulus penulis menyampaikan penghargaan dan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Ir. Sumadi, MS selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember,
2. Bapak Drs. Busroni, MSi selaku Dosen Pembimbing Utama dan Bapak D. Setiawan P.H., SSi, MSi, selaku Dosen Pembimbing Anggota atas bantuan dan bimbingan selama penelitian dan penulisan skripsi ini,
3. Bapak Drs. Zulfikar, Ph. D dan Ibu drh. Wuri Handayani, MSi selaku Dosen Penguji atas kritik, saran dan bimbingannya dalam penulisan skripsi ini,
4. Staff dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam khususnya jurusan Kimia yang telah memberikan bimbingan dan ilmu selama studi berlangsung,
5. Pimpinan dan Staff Laboratorium Kimia Organik, Kimia Analitik, Dan kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas bantuan fasilitas dan bantuan selama penelitian berlangsung,
6. Nunung di Malang yang telah menunjukkan dan memberikan tempat untuk menginap selama analisis di laboratorium Kimia Organik Universitas Brawijaya, dan Aim serta Leti bersaudara di Yogyakarta yang telah menunjukkan dan memberikan tempat untuk menginap selama analisis di laboratorium Kimia Organik Universitas Gajah Mada,



7. Dan seluruh pihak terkait yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu yang telah membantu kami selama kegiatan penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, sehingga kritik, saran dan koreksi sangat penulis harapkan. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini memberikan sumbangan pemikiran di bidang Kimia Organik dan bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, Nopember 2003

Penulis



DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN DEKLARASI</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Eugenol .....	5
2.2 Reaksi Pembentukan Metileugenol .....	5
2.3 Katalis Transfer Fasa .....	7
2.4 Reaksi Adisi Alkena .....	8
2.5 Fenoksida .....	11
2.6. Esterifikasi .....	11
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	12
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	12
3.2 Alat dan Bahan .....	12

3.2.1 Alat .....	12
3.2.2 Bahan .....	12
3.3 Sistematika Penelitian .....	13
3.4 Prosedur kerja .....	13
3.4.1 Metilasi Eugenol .....	13
3.4.2 Isolasi Metileugenol .....	14
3.4.3 Reaksi Adisi Metileugenol dengan Asam Format .....	14
3.5 Gambar Alat .....	15
3.5.1 Gambar set alat refluks modifikasi .....	16
3.5.2 Gambar Alat refluks dengan penangas minyak .....	17
<b>BAB IV PEMBAHASAN</b> .....	18
4.1 Reaksi metilasi Eugenol .....	18
4.2 Isolasi Metileugenol .....	23
4.3 Reaksi Adisi Elektrofilik .....	26
<b>BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	36
5.1 Kesimpulan .....	36
5.2 Saran .....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	38
<b>LAMPIRAN</b>	



DAFTAR GAMBAR

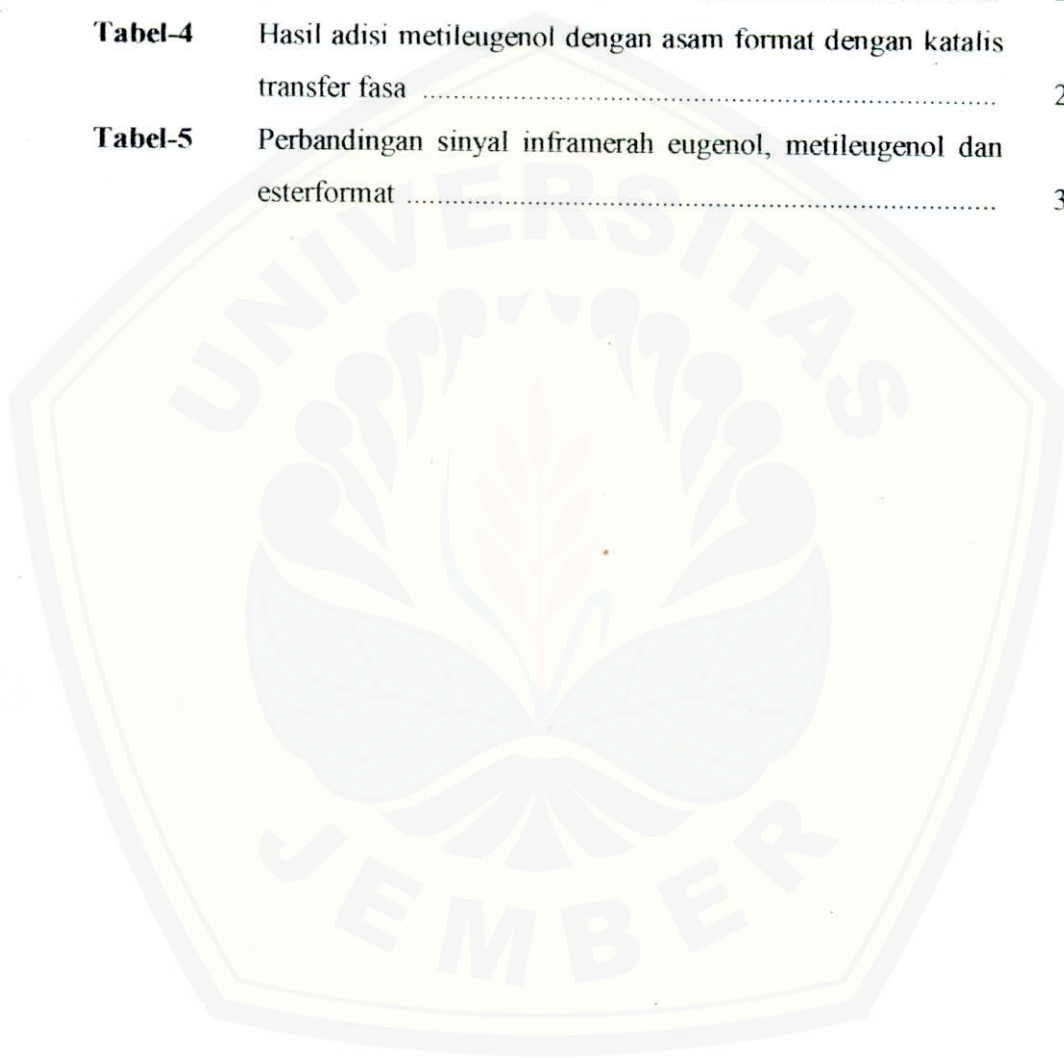
<b>Gambar 1</b>	Metileugenol dan Vanili .....	1
<b>Gambar 2</b>	Struktur Eugenol .....	5
<b>Gambar 3</b>	Reaksi Pembentukan eter Williamson dari senyawa fenol melalui mekanisme substitusi molekuler .....	6
<b>Gambar 4</b>	Mekanisme Reaksi Adisi Alkena .....	9
<b>Gambar 5</b>	Kemungkinan terbentuknya karbokation akibat serangan elektrofilik .....	10
<b>Gambar 6</b>	Sistematika Penelitian .....	13
<b>Gambar 7</b>	Skematik alat refluks modifikasi .....	16
<b>Gambar 8</b>	Set alat refluks dengan penangas minyak .....	17
<b>Gambar 9</b>	Mekanisme reaksi antara eugenol dengan natrium hidroksida .....	19
<b>Gambar 10</b>	Mekanisme reaksi metilasi dengan katalis transfer fasa .....	20
<b>Gambar 11</b>	Grafik pengaruh jumlah katalis terhadap rendemen metileugenol yang dihasilkan dari reaksi eugenol dengan DMS .....	22
<b>Gambar 12a</b>	Kromatogram isolasi metil eugenol .....	23
<b>Gambar 12b</b>	Spektra MS hasil reaksi metilasi eugenol dengan dimetil sulfat pada suhu alat 200 °C dengan waktu retensi 11,353 ..	23
<b>Gambar 13</b>	Fragmentasi metileugenol .....	24
<b>Gambar 14</b>	Kromatogram hasil adisi metileugenol dengan asam format dengan katalis transfer fasa 0,1 gram pada suhu alat 320 °C ..	26
<b>Gambar 15</b>	Kromatogram spiking hasil adisi metileugenol dengan asam format dengan katalis transfer fasa 0,1 gram pada suhu alat 320 °C dengan ester format standar .....	27
<b>Gambar 16</b>	Grafik pengaruh temperatur dan jumlah katalis transfer fasa terhadap rendemen esterformat yang dihasilkan .....	29
<b>Gambar 17</b>	mekanisme reaksi metileugenol dengan asam format dengan katalis transfer fasa .....	30

<b>Gambar 18</b>	Spektra IR dari hasil adisi metil eugenol dengan asam format pada suhu alat 320 °C dengan jumlah katalis 0,1 gram .....	31
<b>Gambar 19</b>	1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanil format .....	33
<b>Gambar 20a</b>	Hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada temperatur alat 220 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa ....	33
<b>Gambar 20b</b>	Spektrum spektrometri massa hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat 220 °C dengan jumlah katalis 0,1 gram .....	34
<b>Gambar 21</b>	Fragmentasi ion molekuler 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanil format.....	34



DAFTAR TABEL

<b>Tabel-1</b>	Proses reaksi metilasi eugenol dengan dimetil sulfat .....	14
<b>Tabel-2</b>	Proses reaksi adisimetil eugenol dengan asam format .....	15
<b>Tabel-3</b>	Hasil metilasi eugenol dengan dimetil sulfat dengan katalis transfer fasa .....	21
<b>Tabel-4</b>	Hasil adisi metileugenol dengan asam format dengan katalis transfer fasa .....	28
<b>Tabel-5</b>	Perbandingan sinyal inframerah eugenol, metileugenol dan esterformat .....	32





DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran-1a</b>	Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan DMS dengan jumlah katalis transfer fasa 0,1 gram .....	40
<b>Lampiran-1b</b>	Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan jumlah katalis 0,15 gram pada suhu penangan 200 °C .....	41
<b>Lampiran -1c</b>	Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan dimetil sulfat pada suhu alat refluks modifikasi 200 °C dengan jumlah katalis 0,2 gram .....	42
<b>Lampiran-2a</b>	Kromatogram isolasi metileugenol.....	43
<b>Lampiran-2b</b>	Spektra MS isolasi metileugenol .....	44
<b>Lampiran-3a</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 170 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa .....	45
<b>Lampiran-3b</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 170 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa .....	46
<b>Lampiran-3c</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 220 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa .....	47
<b>Lampiran-3d</b>	Kromatogram dan spektra spektrometri massa hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 220 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa .	48
<b>Lampiran-3e</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 270 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa .....	50
<b>Lampiran-3f</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 270 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa .....	51

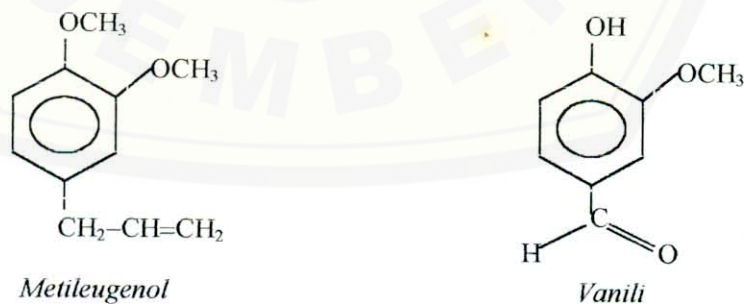
<b>Lampiran-3g</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 320 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa .....	52
<b>Lampiran-3h</b>	Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 320 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa .....	53
<b>Lampiran-4</b>	Kromatogram hasil spiking ester format standar dengan hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 320 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa .	54
<b>Lampiran-5</b>	Spektra inframerah hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu alat refluks modifikasi 320 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa .....	55
<b>Lampiran-6</b>	Spektra IR reaksi adisi metileugenol dengan asam format .....	56
<b>Lampiran-7</b>	Spektra IR metilasi eugenol fraksi III .....	57
<b>Lampiran-8</b>	Spektra IR isolasi eugenol fraksi III .....	58
<b>Lampiran-9</b>	Kromatogram eugenol .....	59
<b>Lampiran-10</b>	Hasil reaksi metilasi Eugenol dengan berbagai jumlah katalis transfer fasa .....	61
<b>Lampiran-11</b>	Kondisi operasi alat GC-MS .....	62
<b>Lampiran-12</b>	Kindisi operasi alat GC .....	63

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Minyak cengkeh merupakan salah satu minyak atsiri yang dihasilkan dari tanaman cengkeh. Penggunaan minyak cengkeh masih sangat terbatas, hanya sebagian dari minyak cengkeh yang diproses lebih lanjut menjadi bahan setengah jadi atau sebagai hasil akhir. Sedangkan sebagian besar diekspor dalam bentuk bahan mentah (Busroni, 1998). Minyak cengkeh dapat digunakan dalam bidang industri kimia dan farmasi. Kandungan utama dalam minyak cengkeh adalah senyawa fenolik yaitu eugenol, mencapai 70-93% (Ketaren, 1985). Eugenol mudah dipisahkan dari senyawa organik lainnya yang terkandung dalam minyak cengkeh. Dengan adanya gugus fenol, eugenol dapat membentuk garam eugenolat yang tidak larut dalam pelarut organik sehingga mudah diisolasi dan didapatkan dengan tehnik ekstraksi pelarut.

Eugenol dapat dipergunakan sebagai bahan dasar dalam industri, seperti industri kimia sebagai bahan dasar untuk menyusun berbagai macam persenyawaan (AAK, 1991), industri pangan, minyak wangi (parfum), obat-obatan (farmasi) sebagai bahan untuk pembuatan vanili sintetis, dan sebagai bahan peledak (Miele, 2001). Namun pemanfaatan dari eugenol sendiri masih sangat terbatas. Beberapa senyawa yang dapat diturunkan dari eugenol dengan kegunaan lebih luas misal metileugenol dan vanili (Sulistyowati, 1996).



Gambar 1. Metileugenol dan vanili





Eugenol merupakan salah satu senyawa alam yang menarik karena mengandung gugus fungsional yaitu alil (alkena), fenol dan eter (Sulistiyowati, 1999) yang mana gugus tersebut dapat mengalami berbagai macam reaksi, misal reaksi oksidasi, reduksi dan adisi. Banyak penelitian yang telah dilakukan untuk mendapatkan turunan eugenol antara lain dengan jalan isomerisasi, oksidasi, metilasi, brominasi dan lain-lain dengan tujuan untuk memanfaatkan eugenol secara lebih luas.

Jika dilihat dari strukturnya metileugenol dapat diubah menjadi senyawa-senyawa turunannya yang lebih bermanfaat. Senyawa tersebut diharapkan dapat digunakan secara langsung maupun sebagai bahan dasar untuk senyawa lain untuk obat-obatan. Senyawa metileugenol dapat digunakan sebagai penarik lalat buah, yang dapat digunakan dalam pengendalian hama (Anwar, 1994).

Dalam perkembangan ilmu kimia khususnya dalam reaksi kimia antar muka antar fasa dikenal adanya katalis transfer fasa. Reaksi-reaksi yang semula terjadi dalam dua fasa yang tidak saling bercampur, dapat dipercepat dan diperbesar dengan bantuan katalis transfer fasa. Penggunaan katalis transfer fasa dalam sintesis senyawa organik dapat dijumpai dalam berbagai reaksi reaktan dengan molekul kecil, sintesis polimer, modifikasi polimer (Mathias et al., 1986), substitusi, eliminasi, oksidasi dan adisi. Semua agen transfer berfungsi sebagai pentransfer dari pelarut air atau reaktan padat ke dalam fasa organik (Mathias et al., 1986).

Beberapa katalis transfer fasa yang digunakan adalah garam amina kuartener, eter mahkota, polietilenglikol (PEG) dan lain-lain (Cornils, 1996). Garam amina kuartener mempunyai kegunaan lebih umum daripada agen pentransfer lainnya. Gabungan ekor hidrokarbon yang panjang dan hidrofilik dengan kepala ion yang hidrofobik, mengakibatkan adanya dua tipe interaksi dengan zat-zat lain. Satu bagian dari molekul itu larut dalam pelarut organik yang nonpolar, sedangkan bagian lain larut dalam air (Fessenden, 1999) sehingga reaksi dapat terjadi baik dalam larutan organik maupun pada antar muka antar fasa. Sedangkan prinsip kerja eter mahkota adalah menyepit kation (ion logam) sehingga anion yang akan direaksikan ikut terbawa ke larutan organik (Cornils, 1996) dan bereaksi dengan spesies organik.

Penelitian-penelitian yang pernah dilakukan untuk memperoleh turunan eugenol pada umumnya belum menggunakan katalis transfer fasa. Katalis yang merupakan zat pemercepat terjadinya reaksi sangat berpengaruh pada kecepatan reaksi dan produk. Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Busroni (1998) reaksi metilasi eugenol dan adisi metil eugenol dengan asam format menghasilkan ester format tanpa menggunakan katalis transfer fasa.

Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh jumlah katalis transfer fasa terhadap reaksi metilasi eugenol dan reaksi adisi metileugenol dengan asam format, juga mempelajari pengaruh suhu terhadap hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format. Katalis transfer fasa yang digunakan pada penelitian ini adalah N-setil-N,N,N-trietil ammonium bromida yang merupakan garam amina kuartener.

### 1.2 Rumusan Masalah

Dari uraian latar belakang di atas permasalahan yang timbul adalah sebagai berikut:

1. bagaimana pengaruh variasi katalis transfer fasa terhadap sintesis metileugenol.
2. bagaimana pengaruh variasi suhu dan variasi katalis transfer fasa terhadap reaksi adisi metileugenol dengan asam format.

### 1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini lebih diarahkan pada studi pengaruh jumlah katalis transfer fasa yang ditambahkan pada reaksi. Untuk lebih menfokuskan pada tujuan penelitian tersebut maka perlu adanya pembatasan masalah. Variasi katalis untuk reaksi metilasi eugenol adalah 0,1 gram, 0,15 gram dan 0,2 gram. Dan variasi jumlah katalis pada reaksi adisi metil eugenol dengan asam format adalah 0,1 gram dan 0,2 gram. Reaksi metileugenol dengan asam format dilakukan pada suhu alat modifikasi 170 °C, 220 °C, 270 °C dan 320 °C dalam waktu refluks 5 jam (kontinu). Katalis transfer fasa yang digunakan adalah N-setil-N,N,N-trietil amonium bromida.



#### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh jumlah katalis transfer fasa terhadap hasil reaksi metilasi eugenol.
2. Mempelajari pengaruh suhu dan jumlah katalis transfer fasa terhadap hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memperoleh turunan senyawa eugenol yang optimal dan mempunyai nilai lebih mengingat pemanfaatannya masih sedikit. Dan menambah perbendaharaan data tentang sintesis turunan eugenol dengan reaksi metilasi dan adisinya dengan asam format menggunakan katalis transfer fasa garam amina kuartener dari senyawa eugenol, khususnya senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanil format sebagai bahan dasar pembuatan  $\alpha$ -metil DOPA (2-metil-3,4-dihidroksi fenil alanin) yang merupakan obat anti parkinson (Busroni, 1998).

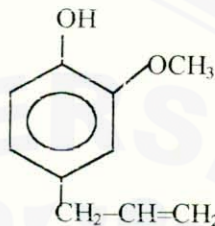
Mengingat metileugenol dan esternya sangat berguna dalam bidang obat-obatan, diharapkan keberhasilan penelitian ini akan berguna pula bagi pengembangan industri farmasi sebagai alternatif lain untuk pembuatan senyawa tersebut.



## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Eugenol

Eugenol,  $\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{OCH}_3)\text{OH}$  merupakan senyawa alam yang menarik karena mengandung beberapa gugus fungsional yaitu alil (alkena), fenol dan eter. Eugenol merupakan senyawa yang paling banyak terdapat dalam minyak cengkeh.



Gambar 2.1 Struktur eugenol

Dengan beberapa gugus fungsional yang dimiliki oleh eugenol sangat memungkinkan senyawa tersebut dapat dijadikan senyawa induk untuk berbagai senyawa. Sebagai turunan eugenol misal metileugenol, berfungsi sebagai "sex attractant" lalat buah *Docus dorsalis* (Soelistyowati, 1999). Senyawa ini banyak menarik perhatian ahli toksikologi karena strukturnya mirip senyawa yang bersifat karsinogenik seperti estragol dan safrol (Miele, 2001).

### 2.2 Reaksi Metilasi Eugenol

Metileugenol mempunyai nama lain eugenol metil eter. Eugenol merupakan senyawa fenolat oleh karena itu metileugenol dapat dibuat dengan cara seperti pembuatan metil fenil eter maupun alkil benzil eter. Reaksi ini dikenal dengan reaksi Williamson yang merupakan prosedur laboratorium yang serba bisa untuk mensintesis eter. Sintesis ini adalah suatu reaksi  $\text{S}_{\text{N}}2$  antara alkil halida dan suatu nukleofil ion alkoksida atau fenoksida (Fessenden, 1999).

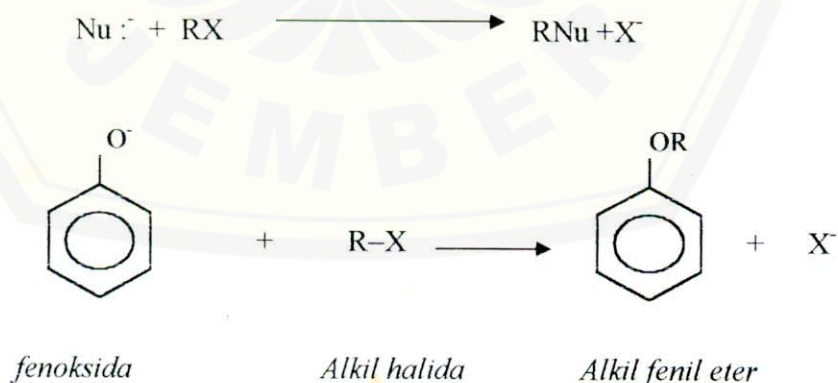


Reaksi  $S_N2$  berarti substitusi nukleofilik bimolekuler. Agar bereaksi pertamanya antar molekul reaktan harus saling bertabrakan. Kebanyakan tabrakan antara molekul itu tidak mengakibatkan suatu reaksi, molekul-molekul itu hanyalah terpental kembali. Agar bereaksi, molekul-molekul yang bertabrakan itu harus cukup mempunyai energi potensial agar terjadi pematangan ikatan, juga orientasi molekul-molekul itu satu terhadap yang lain (Fessenden, 1999).

Bila sebuah nukleofil menabrak sisi belakang suatu atom karbon tetrahedral yang terikat pada sebuah halogen, dua peristiwa terjadi sekaligus (1) suatu ikatan baru mulai terbentuk dan (2) ikatan C-X patah. Proses ini disebut proses setahap atau serentak. Ketika pereaksi diubah menjadi produk, mereka harus melalui ikatan antara transisi yang memiliki energi potensial tinggi, dibandingkan dengan energi pereaksi atau produk. Keadaan antara ini disebut sebagai keadaan transisi atau kompleks teraktifkan (Fessenden, 1999).

Keadaan transisi reaksi  $S_N2$  mencakup suatu rehibridisasi sementara dari atom karbon ujung. Dari  $sp^3$  ke  $sp^2$  dan akhirnya kembali ke  $sp^3$  lagi. Ketika nukleofil menyerang dari arah belakang molekul ketiga gugus yang terikat pada karbon berubah posisi menjadi rata dalam keadaan transisi, kemudian membalik ke sisi lain yang disebut dengan inversi konfigurasi.

Laju reaksi  $S_N2$  bergantung pada banyak variabel, beberapa diantaranya dibuat konsentrasi untuk eksperimen tertentu. Konsentrasi berbanding lurus dengan laju reaksi.



**Gambar 3.** Reaksi pembentukan eter Williamson dari senyawa fenol melalui mekanisme substitusi bimolekuler



Reaksi pada **Gambar 3.** di atas menunjukkan bahwa reaksi substitusi dapat terjadi dengan adanya nukleofil yang aktif. Pembentukan anion nukleofil ini dapat dikerjakan dengan mengubah fenol menjadi ion fenoksida melalui penambahan larutan NaOH. Ion fenoksida yang dihasilkan ini larut dalam air sedangkan alkil halida merupakan satu senyawa yang tidak larut dalam air oleh karena itu reaksi ini berjalan dengan sistem dua fasa yang tidak saling bercampur. Hal ini menyebabkan reaksi hanya terjadi pada bidang batas kedua fasa tersebut. Untuk meningkatkan efisiensi dapat dikerjakan dengan menggunakan bahan pengalkilasi yang reaktif seperti dimetil sulfat, metil bromida dan sebagainya.

Cara baru untuk reaksi pembentukan eter seperti tersebut diatas yaitu dengan bantuan katalis transfer fasa. Dalam hal ini katalis berfungsi untuk membawa ion fenoksida dari lapisan air kelapisan organik.

Menurut Weber dan Gokel (1978), proses pembuatan eter pada umumnya melalui sintesis eter Williamson. Pada proses ini umumnya akan terbentuk ion alkoksida, yang kurang baik kelarutannya ke dalam medium nonpolar. Maka dengan adanya katalis transfer fasa, larutan basa pekat yang digunakan akan menarik sejumlah kecil proton alkohol dan pasangan dari kation ammonium kuartener dengan anion alkoksida, kemudian larut dalam fasa organik yang mengandung elektrolit sehingga terjadi reaksi.

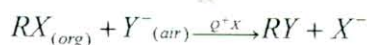
### 2.3 Katalis Transfer Fasa

Pada sintesis senyawa organik telah diterima adanya metode baru mengenai katalis yang disebut katalis transfer fasa. Katalis transfer fasa adalah katalis yang berfungsi memindahkan satu jenis ion dari satu fasa ke fasa lain yang saling tidak bercampur, katalis ini membantu reaksi dua fasa antara spesies ionik yang berada dalam fasa air dengan senyawa lain yang berada dalam fasa organik.

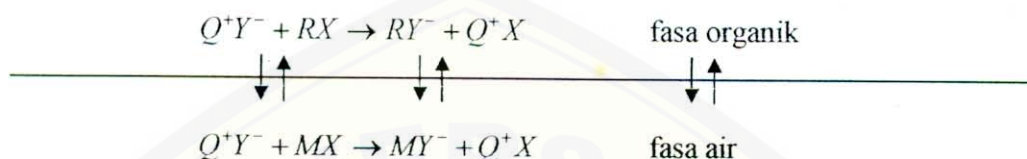
Katalis transfer fasa merupakan metode yang paling banyak dipergunakan untuk pelarutan senyawa yang tidak saling melarutkan, senyawa nonpolar dan ionik. Katalis ini secara luas dipergunakan dalam kimia organik karena efisien, mudah dan efektif. Katalis yang sering dipergunakan adalah garam ammonium kuartener, eter mahkota, poli(etilen glikol) [PEG] dan lain-lain (Cornils, 1996).



Mekanisme kerja katalis transfer fasa dapat dijelaskan sebagai berikut:



Katalis ditulis dalam bentuk  $Q^+X$ ,  $Y^-$  merupakan nukleofil yang berada dalam fasa organik. Antara fasa air dengan fasa organik merupakan dua fasa yang saling tidak bercampur. Dengan penambahan  $Q^+X$  mekanisme dituliskan sebagai berikut:

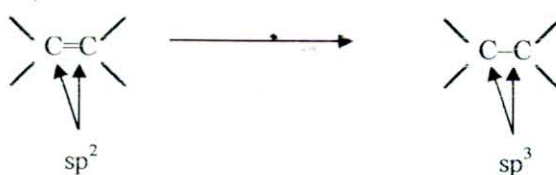


Dalam fasa air  $Q^+Y^-$  bereaksi dengan garam  $M^+X^-$  menghasilkan garam  $M^+Y^-$ .  $Q^+X^-$  mudah larut ke dalam fasa organik karena sifat dari lipofilik dari  $Q^+$  sehingga  $X^-$  dapat diekstraksi dari permukaan fasa air ke fasa organik. Pada fasa organik terjadi reaksi antara alkil halida ( $RX$ ) dengan  $Q^+Y^-$  sehingga terjadi reaksi yang diinginkan. Anion  $X^-$  yang terjadi dipindahkan lagi ke fasa air dalam bentuk  $Q^+X^-$ . Reaksi ini berjalan sebagai reaksi daur sampai berakhir.

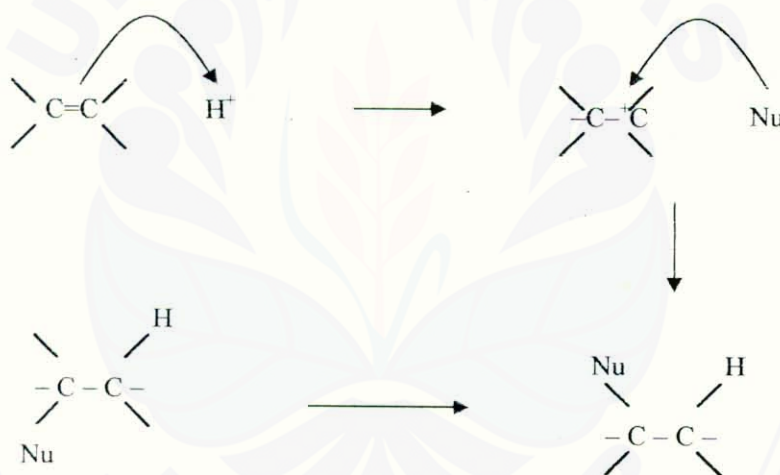
Dari mekanisme di atas terlihat bahwa kemampuan  $Q^+X^-$  sebagai katalis sangat bergantung pada kelarutan  $Q^+$  dalam fasa organik yang ditentukan oleh sifat lipofilik dari  $Q^+$ . Semakin panjang  $Q^+$  semakin besar pula sifat lipofilitasnya.

#### 2.4 Reaksi Adisi Alkena

Karakteristik utama senyawa tak jenuh ialah adisi pereaksi kepada ikatan-ikatan pi (Fessenden, 1999). Dalam tiap kasus, suatu pereaksi diadisikan kepada alkena, tanpa terlepasnya atom-atom. Dalam reaksi adisi suatu alkena, ikatan pi terputus dan pasangan elektronnya digunakan untuk membentuk dua ikatan sigma baru. Atom karbon  $sp^2$  direhibridisasi menjadi  $sp^3$ . Senyawa yang mengandung ikatan pi biasanya berenergi lebih tinggi dari pada senyawa yang sepadan yang hanya mengandung ikatan sigma, oleh karena itu suatu reaksi adisi biasanya bersifat eksoterm (Fessenden, 1999).



Ikatan rangkap karbon-karbon tidak diserang oleh nukleofil karena tidak memiliki atom karbon yang positif parsial untuk dapat menarik nukleofil. Namun elektron pi yang tak terlindung dalam ikatan rangkap karbon-karbon, akan menarik elektrofil seperti  $\text{H}^+$ . Banyak reaksi alkena diawali dengan suatu serangan elektrofil, suatu tahap reaksi yang menghasilkan sebuah karbokation itu diserang oleh sebuah nukleofil dan menghasilkan produk.

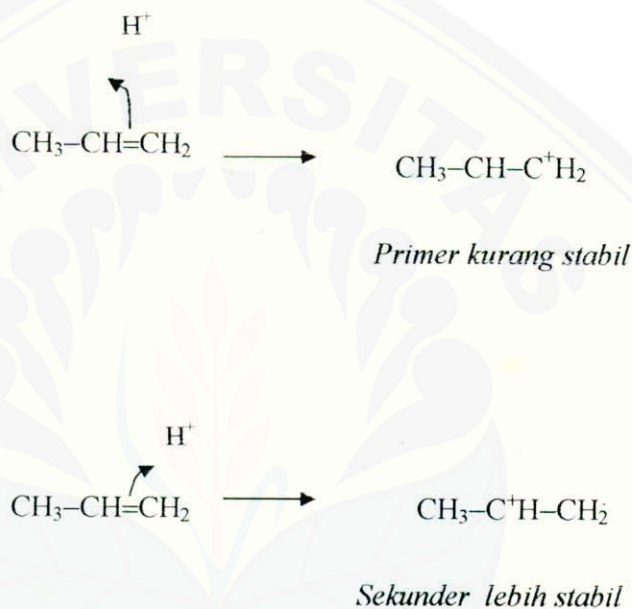


**Gambar 4.** Mekanisme reaksi adisi alkena

Reaksi adisi untuk alkena simetris akan diperoleh produk yang seragam. Sedangkan untuk alkena tidak simetris akan terdapat kemungkinan diperoleh dua produk yang berlainan. Dalam suatu adisi elektrofilik yang dapat menghasilkan dua produk, biasanya satu produk lebih melimpah dari pada produk yang lain. Dalam 1869, seorang ahli kimia Rusia Vladimir Markovnikov, merumuskan aturan empiris

berikut: dalam adisi HX kepada alkena tak simetris,  $H^+$  dari HX menuju ke karbon berikatan rangkap yang telah lebih banyak memiliki hidrogen.

Adisi HX kepada alkena dirujuk sebagai reaksi regioselektif, suatu reaksi dalam mana satu arah adisi kepada suatu alkena tak simetris lebih melimpah dari arah yang lain. Alasan selektifitas ini adalah bahwa jalur adisi dengan produk yang lebih melimpah menghasilkan karbokation antara yang lebih stabil dari dua karbokation antara yang mungkin.



**Gambar 5.** Kemungkinan terbentuknya karbokation akibat serangan elektrofilik

Hukum Markovnikov dapat dipelajari dari mekanisme reaksi adisi HX. Tahap I adalah pembentukan sebuah karbokation. Untuk kestabilan karbokation ialah tersier > sekunder > primer. Adisi suatu pereaksi ke dalam suatu alkena tak simetris berlangsung lewat karbokation yang lebih stabil. Inilah sebabnya berlaku aturan Markovnikov. Kemantapan karbokation juga dipengaruhi oleh hiperkonjugasi, terjadinya tebar ulang elektron yang dapat berlangsung dalam sistem tak jenuh. Hiperkonjugasi juga mengakibatkan lebih besarnya kemantapan termodinamik alkena yang ikatan rangkapnya tak di ujung (Sykes, 1989)



## 2.5 Fenoksida

Suatu fenoksida adalah garam suatu fenol, senyawa mana  $-OH$  terikat langsung pada cincin aromatik. Fenol merupakan asam yang jauh lebih kuat daripada alkohol. Ion fenoksida merupakan basa yang lebih lemah dari pada  $-OH$ , oleh karena itu fenoksida dapat dibuat dengan mengolah suatu fenol dengan  $NaOH$  dalam air.

Fenol bersifat asam dibandingkan dengan alkohol karena anion yang dihasilkan distabilkan oleh resonansi, dengan muatan negatifnya disebar (delokalisasi) oleh cincin aromatis. Fenoksida merupakan nukleofil yang baik. Penggunaan reagensia ini untuk reaksi dengan alkil halida dalam menghasilkan eter.

## 2.6 Esterifikasi

Suatu ester asam karboksilat adalah suatu senyawa yang mengandung gugus  $-CO_2R$  dengan R dapat berbentuk alkil maupun aril. Suatu ester dapat dibentuk dengan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dengan alkohol, suatu reaksi yang disebut dengan reaksi esterifikasi yang berkataliskan asam dan merupakan reaksi yang reversibel.

Laju esterifikasi suatu asam karboksilat bergantung terutama pada halangan sterik dalam alkohol dan asam karboksilatnya. Kuat asam dari asam karboksilat hanya menaikkan peranan kecil dalam laju pembentukan ester. Karena gugus karboksil bersifat polar dan tak terintangi, maka reaksinya tidak terlalu dipengaruhi oleh sisa molekul (Fessenden, 1999).

Sifat fisis asam karboksilat mencerminkan ikatan hidrogen yang kuat antara molekul-molekul asam karboksilat. Asam-asam yang berbobot molekul rendah larut dalam air maupun dalam pelarut organik (Fessenden, 1999).

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia FMIPA Universitas Jember. Pelaksanaan preparasi dan penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Organik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember, dan analisis hasil penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Organik jurusan kimia FMIPA Universitas Gajah Mada dan laboratorium Dasar Jurusan Kimia Universitas Brawijaya. Penelitian dilaksanakan mulai September 2002 sampai dengan Agustus 2003.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Kromatografi gas, Kromatografi Gas-spektroskopi massa (GC-MS), spektroskopi infra merah (IR), neraca analitik, set alat refluks, set alat refluks modifikasi dari *stainless steel*, sensor temperatur, peralatan gelas seperti erlenmeyer, gelas kimia, pipet ukur, pipet volum, pipet tetes, labu ukur, corong pisah, pengaduk magnet dan anak magnet, botol semprot, karet penghisap, pemanas listrik, botol reagen.

##### 3.2.2 Bahan

Aquades, Eugenol, Natrium hidroksida, dimetil sulfat, dietil eter, asam format, N-setil-N,N,N- trietil ammonium bromida, Natrium bikarbonat, natrium sulfat anhidrous.



### 3.3 Sistematika Penelitian

#### 1. Langkah pertama



#### 2. Langkah kedua



#### 3. Langkah ketiga



Gambar 6. Sistematika penelitian

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Metilasi Eugenol

Ke dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin bola dimasukkan 7,8 gram eugenol (hasil isolasi) dan tambahkan natrium hidroksida, 2 gram dalam 5 mL air ( $H_2O$ ), kemudian diaduk (menggunakan pengaduk magnet) sampai homogen ( $\pm 30$  menit). Kemudian dimasukkan 12,6 mL dimetil sulfat sambil terus dilakukan pengadukan dan ditambahkan N-setil-N,N,N-trietil amonium bromida (sebagai katalis transfer fasa) dengan variasi 0,1 gram, 0,15 gram dan 0,2 gram pada suhu penangas minyak  $200^\circ C$  dan waktu refluks selama 5 jam.

Hasil refluks didinginkan dan ditambahkan 200 mL  $H_2O$  (ke dalam corong pisah). Kemudian larutan diekstraksi dengan 50 mL dietil eter dengan tiga kali pengulangan masing-masing ditambahkan natrium hidroksida sampai netral, kemudian dicuci dengan air ( $H_2O$ ). Hasil metilasi eugenol ditambahkan dengan natrium sulfat anhidrous. Hasil di analisis dengan kromatografi gas.



**Tabel 1.** Proses reaksi metilasi eugenol dengan dimetil sulfat

eugenol		DMS		NaOH	KTF	Suhu
gram	mol	mL	mol	(gram/5 mL H <sub>2</sub> O)	(gram)	Penangas (°C)
7,8	0,0465	12,6	0,1	2	0,1	200
7,8	0,0465	12,6	0,1	2	0,15	200
7,8	0,0465	12,6	0,1	2	0,2	200

### 3.4.2 Isolasi Metileugenol dari Hasil Metilasi

Ke dalam corong pisah dimasukkan semua hasil metilasi eugenol dengan dimetil sulfat dan ditambah 2 gram natrium hidroksida dalam 5 mL air (H<sub>2</sub>O). Kemudian larutan diekstraksi dengan 5 mL dietil eter. Isolasi ini dilakukan berulang-ulang sampai warna larutan dengan pelarut air (fraksi polar) tidak berwarna (bening).

Fraksi nonpolar (metileugenol) ditambahkan dengan natrium sulfat anhidrous. Pelarut dietil eter diuapkan dengan evaporator Buchii.

### 3.4.3 Reaksi Adisi Metileugenol dengan Asam Format

Ke dalam labu modifikasi (reaktor *stainless steel*) yang dilengkapi dengan pendingin bola setinggi 1 meter masukkan 17,8 gram metileugenol (hasil isolasi dari reaksi metilasi eugenol) dan masukkan 20 mL asam format 98 % (0,5 mol) dan N-setil-N,N,N-trietil amonium bromida sebagai katalis transfer fasa dengan variasi 0,1 gram dan 0,2 gram. Kemudian dilakukan proses refluks selama 5 jam dengan variasi suhu alat refluks modifikasi 170 °C, 220 °C, 270 °C dan 320 °C.

Hasil dari proses adisi metileugenol dengan asam format dinetralkan dengan NaHCO<sub>3</sub> jenuh kemudian ditambahkan 5 mL dietil eter dengan tiga kali pengulangan. Campuran dimasukkan ke dalam corong pisah kemudian diekstraksi dengan dietil eter, fraksi nonpolar (ester format) ditambahkan dengan Natrium Sulfat anhidrous. Pelarut dietil eter diuapkan dengan evaporator Buchii.

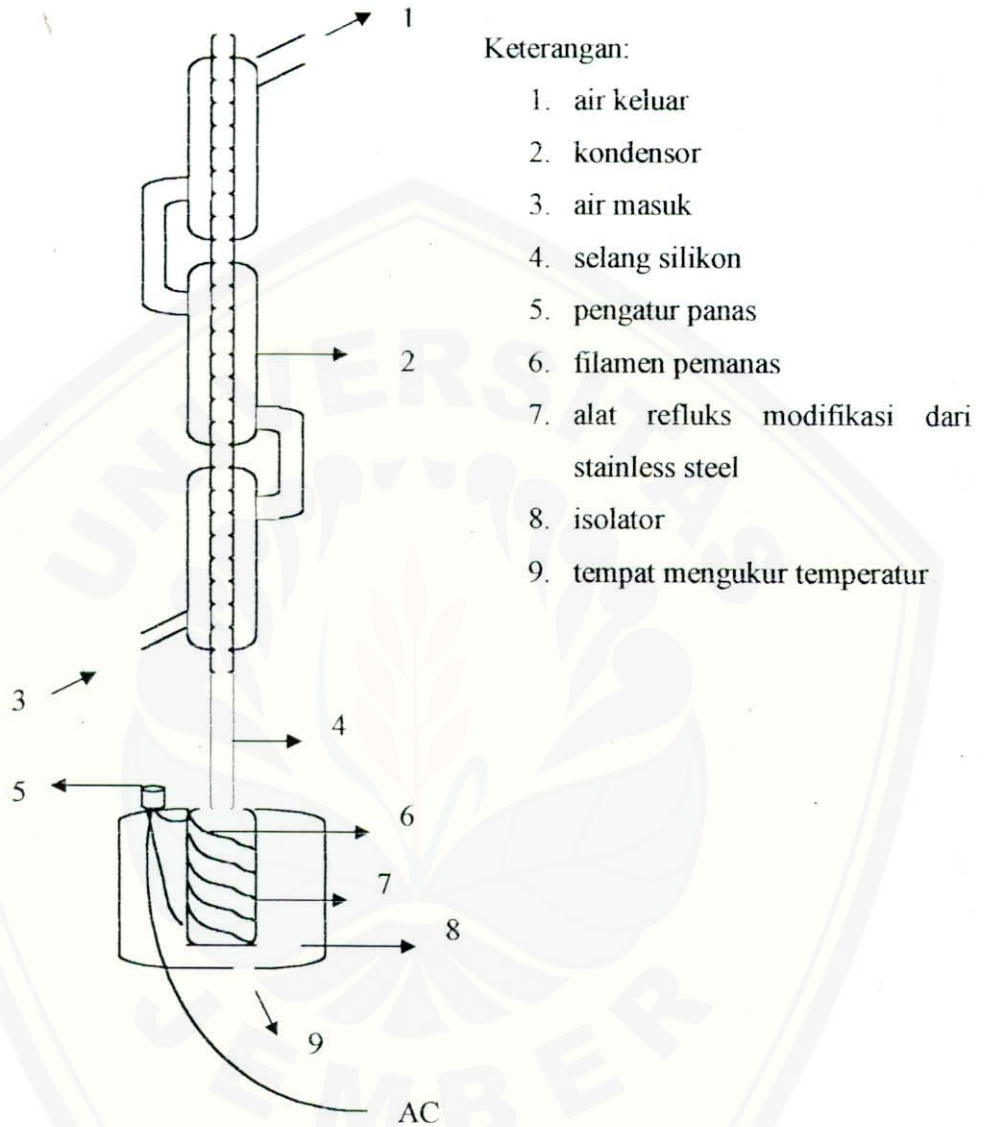
Hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format dianalisis dengan kromatografi gas (GC).

**Tabel 2.** Proses reaksi adisi metileugenol oleh asam format

Metileugenol	Asam format	KTF	Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ )
1,78 gram	20 mL	0,1 gram	170
1,78 gram	20 mL	0,2 gram	170
1,78 gram	20 mL	0,1 gram	220
1,78 gram	20 mL	0,2 gram	220
1,78 gram	20 mL	0,1 gram	270
1,78 gram	20 mL	0,2 gram	270
1,78 gram	20 mL	0,1 gram	320
1,78 gram	20 mL	0,2 gram	320

3.5 Gambar Alat

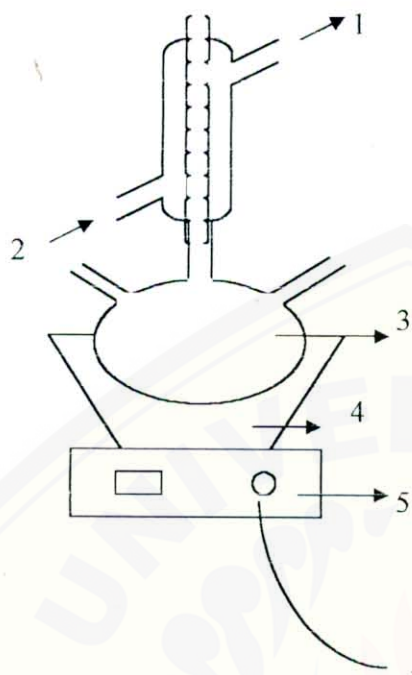
3.5.1 Gambar set alat Refluks Modifikasi



Gambar 7. Skematik alat refluks modifikasi



3.5.2 Gambar Alat refluks dengan penangas minyak



Keterangan :

1. air keluar
2. air masuk
3. labu alas bulat
4. penangas minyak
5. mantel pemanas listrik

**Gambar 8.** Set alat refluks dengan penangas minyak



## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Metileugenol disintesis dari reaksi metilasi eugenol pada suhu penangas  $200^{\circ}\text{C}$ , dari hasil analisis kromatografi gas diperoleh rendemen metileugenol dengan penambahan 0,1 gram, 0,15 gram dan 0,2 gram katalis transfer fasa secara berturut-turut adalah 2,906%, 10,324% dan 25,257%.
2. Reaksi adisi metileugenol dengan asam format menghasilkan senyawa ester format atau 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanil format, dari hasil analisis kromatografi gas diperoleh rendemen ester format pada penambahan 0,1 gram katalis transfer fasa pada suhu penangas  $170^{\circ}\text{C}$ ,  $220^{\circ}\text{C}$ ,  $270^{\circ}\text{C}$  dan  $320^{\circ}\text{C}$  secara berturut-turut adalah 5,093 %, 4,307 %, 3,841 % dan 2,272 %. Dan rendemen ester format pada penambahan 0,2 gram katalis transfer fasa pada suhu penangas  $170^{\circ}\text{C}$ ,  $220^{\circ}\text{C}$ ,  $270^{\circ}\text{C}$  dan  $320^{\circ}\text{C}$  secara berturut-turut adalah 9,148%, 6,826%, 6,501 % dan 7,571 %

### 5.2 Saran

Penelitian ini perlu diperbaiki lagi guna memberikan hasil yang lebih baik. Dalam isolasi metileugenol, disarankan agar juga menggunakan sifat fisika, misal perbedaan titik didih karena jika hanya menggunakan sifat kimia saja belum dapat menghasilkan metileugenol murni. Dan juga disarankan pula agar hasil tiap reaksi dianalisa terlebih dahulu, agar dapat dijadikan pertimbangan untuk tahap selanjutnya dan dapat memberikan hasil yang lebih baik.

Selain perbaikan-perbaikan di atas penelitian ini juga perlu dikembangkan lagi, sehingga diperlukan studi lanjut yang lebih meyakinkan baik secara teoritis maupun eksperimental agar memperoleh hasil yang optimum dalam penggunaan katalis transfer fasa. Dalam hal ini disarankan untuk mempelajari karakteristik garam amina kuartener terhadap temperatur.

Tambahan pula disarankan untuk menggunakan variasi suhu, dan variasi jumlah katalis transfer fasa yang lebih banyak agar didapatkan kondisi reaksi adisi metileugenol dengan asam format yang optimum. Dan juga disarankan agar waktu refluks lebih lama untuk mendapatkan hasil yang optimum.

Dan disarankan pula untuk mengadakan penelitian lanjutan untuk memperoleh senyawa-senyawa turunan ester format [1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanil format] dalam hal ini adalah  $\alpha$ -metil DOPA (2-metil-3,4-dihiraksi fenil alanin) yang merupakan obat anti parkinson.





DAFTAR PUSTAKA

- AAK.1991. *Petunjuk Bercocok Tanam Cengkeh*. Cetakan kedelapan. Kanisius. Yogyakarta
- Anwar, C. 1994. *The Inversion of Eugenol Into More Valuable Substances*. Disertasi. Universitas Gajah Mada
- Ault, A. 1967. *Problems in Organic Structure Determination*. McGraww-Hill Company
- Busroni. 1998. *Sintesis 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon Melalui Pembentukan Senyawa EsterFormat*. Tesis. UGM. Yogyakarta.
- Cornils, B, Hermann, A., W. 1996. *Applied Homogenous Catalysis with Organometallic Compounds*. Volume 2. Weinheim. Federal Republic of Germany
- Fessenden, R, J., Fessenden, J, S., 1999. *Kimia Organik*. Jilid I. Penterjemah: A.H. Pudjaatmaka. edisi ketiga. Erlangga. Jakarta
- Fessenden, R, J., Fessenden, J, S., 1999. *Kimia Organik*. Jilid II. Penterjemah: A.H. Pudjaatmaka. edisi ketiga. Erlangga. Jakarta
- Gokel, G, W., Weber, W, P. 1973. *Phase Transfer Catalysis. Part I: General Principle*. Journal of Chemical Education. 55. 350-354.
- Gokel, G, W., Weber, W, P. 1973. *Phase Transfer Catalysis. Part I: General Principle*. Journal of Chemical Education. 55. 429-433.
- Hidayati, S. 1995. *Sintesis Metil Eter dari 1,2-dihidroksi Benzena dengan sistem Katalis Transfer Fasa*. Tesis. F-MIPA. UGM. Yogyakarta.
- Ketaren, S. 1985. *Pengantar Tehnologi Minyak Atsiri*. Cetakan pertama. Balai Pustaka. Jakarta
- Laszlo, P. 1995. *Organic Reactions Simplicity And Logic*. John Wiley & Sons, Inc
- Mathias, L.J., Vaidya, R.A. 1986. *Inverse Phase Transfer Catalysis First Report of NewClass of Interfacial Reactions*. Jurnal American Chemical Society, Volume 108. Hal. 1093-1094.
- Mc Killop, A., Fiaud, J.C., Hug, R.P. 1974., *The Use of Phase Transfer Catalysis for The Synthesys of Phenol Eter*. Tetrahedron.

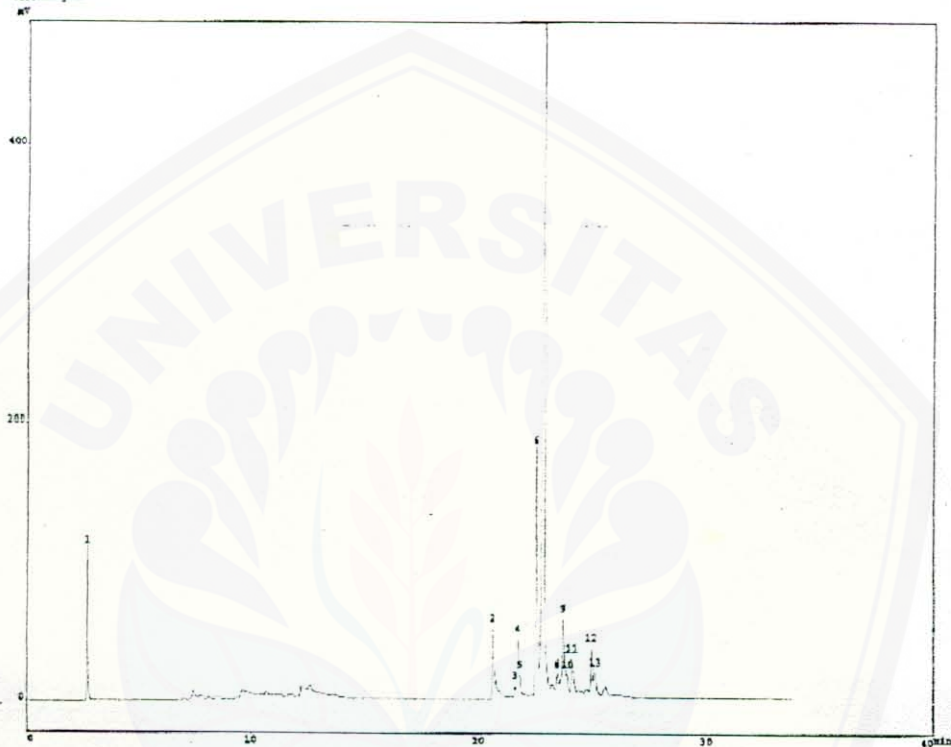
- Miele, M., 2001, *Methyl Eugenol in Ocimum basilium L. cv*, *Jurnal Agricultural Food Chemistry*, Volume 49, hal. 517-521
- Parker, S.P.1999. *Dictionary of Chemical Term*. Third Edition. McGraw-Hill
- Purwanto, B., Wahyuningsih, T.D. 1992. *Pembuatan Setil Trietil Ammonium Klorida sebagai Katalis Transfer Fasa*. Iap.pel. FMIPA. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta
- Soelistyowati, R.D. 1999. *Fenil-2-Propanon dari Oksidasi Selektif Hasil Adisi Eugenol*. Iap.pel. F-MIPA. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta
- Sykes, P.1989. *Pemuntun Mekanisme Reaksi Kimia Organik*. Penerjemah Hartomo, Sugiharjo, Broto, Suikartini. edisi keenam. Penerbit PT Gramedia. Jakarta
- Warren, S. 1994. *Sintesis Organik Pendekatan Diskoneksi*. Penerjemah Reksohadiprojo. Cetakan pertama. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta



Lampiran 1a. Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan DMS dengan jumlah katalis transfer fasa 0,1 gram

CLASS=610 SYS=1 CH=1 REPORT.NO=4 DATA=FKAS.D01 05/02/00 01:34:36  
 Sample : FIA, ME (1)  
 ID :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*

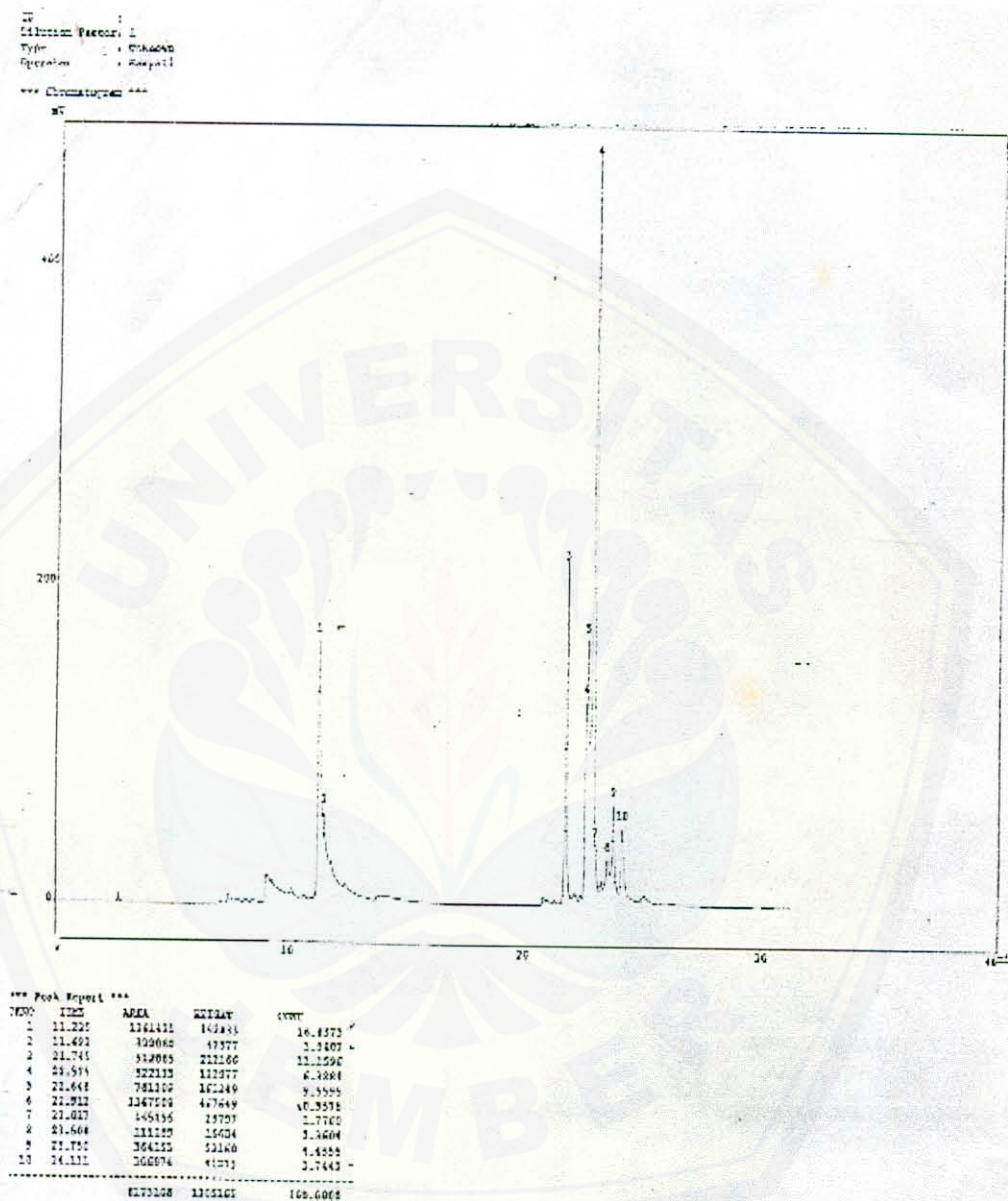


\*\*\* Peak Report \*\*\*

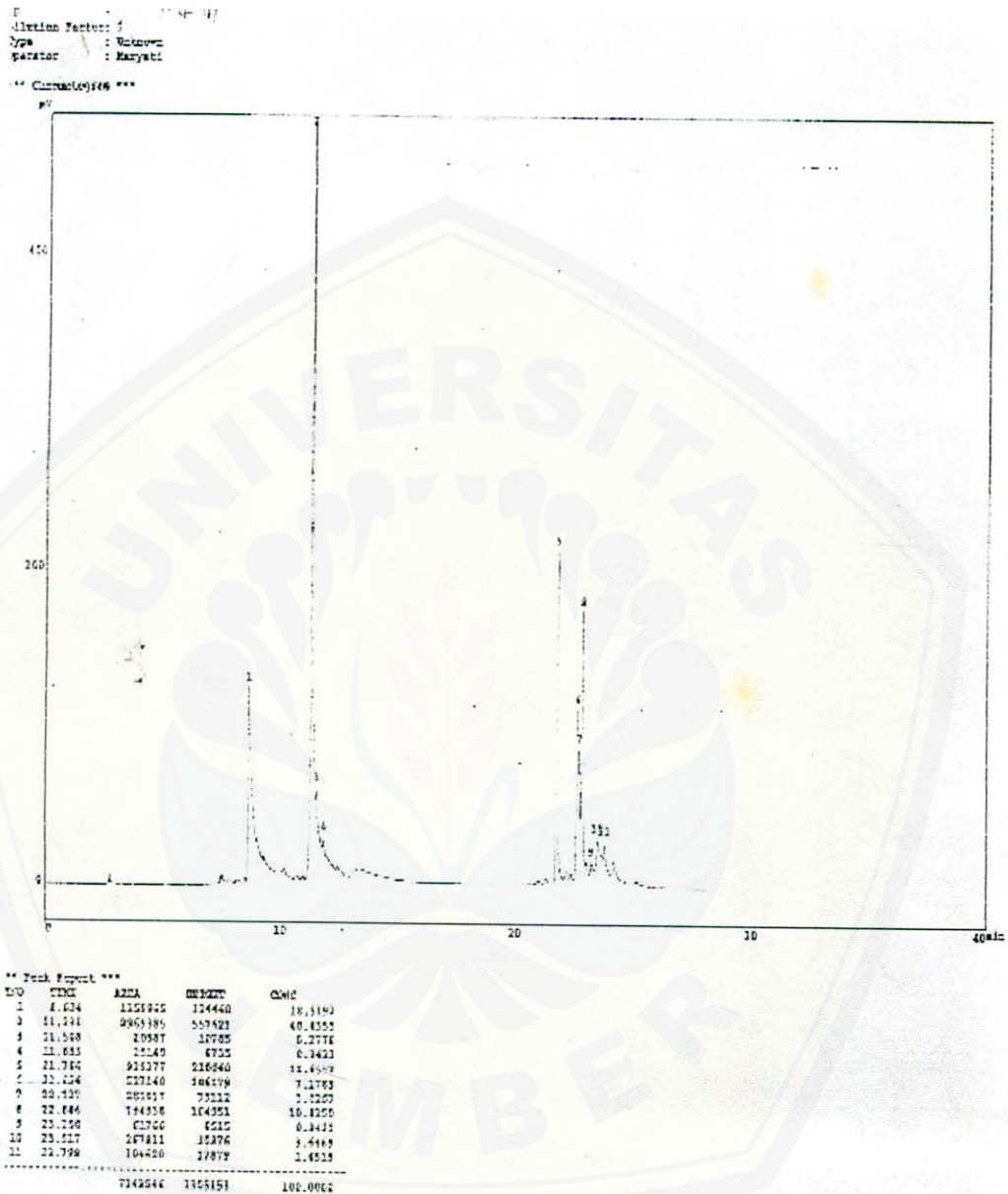
PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CGR%
1	2.713	298390	112617	4.8567
2	20.621	302333	49245	4.3208
3	21.600	26440	671	0.4203
4	21.716	211348	39486	3.4399
5	21.842	46218	12925	0.7521
6	22.594	808352	177753	14.4500
7	22.894	1425918	497410	55.7611
8	23.478	215523	10355	1.4603
9	23.737	346142	50909	5.6339
10	23.913	61558	10932	1.0081
11	24.234	162412	23535	2.4677
12	24.879	178146	10951	2.4995
13	25.150	91540	12946	1.4902
		6143524	1035435	100.0000



Lampiran 1b. Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan jumlah katalis 0,15 gram pada temperatur penangas 200 °C

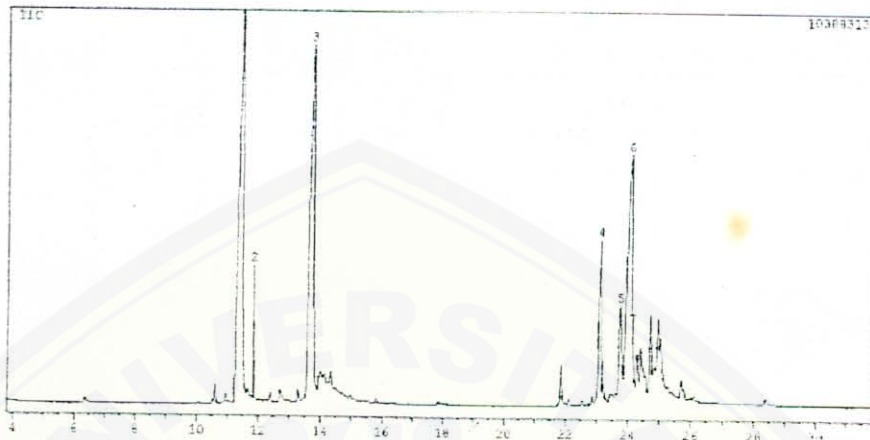


Lampiran 1c. Kromatogram hasil metilasi eugenol dengan dimetil sulfat pada suhu penangas 200 °C dengan jumlah katalis transferfasa 0,2 gram



Lampiran 2a. Kromatogram isolasi metil eugenol

CLASS=5000 \*\*\* Report No. = 1 Date : FIA1.D01 03/07/11 11:16:12  
 Sample : ME ISO, FIA  
 Operator : POY  
 Method File Name : FIA.MET



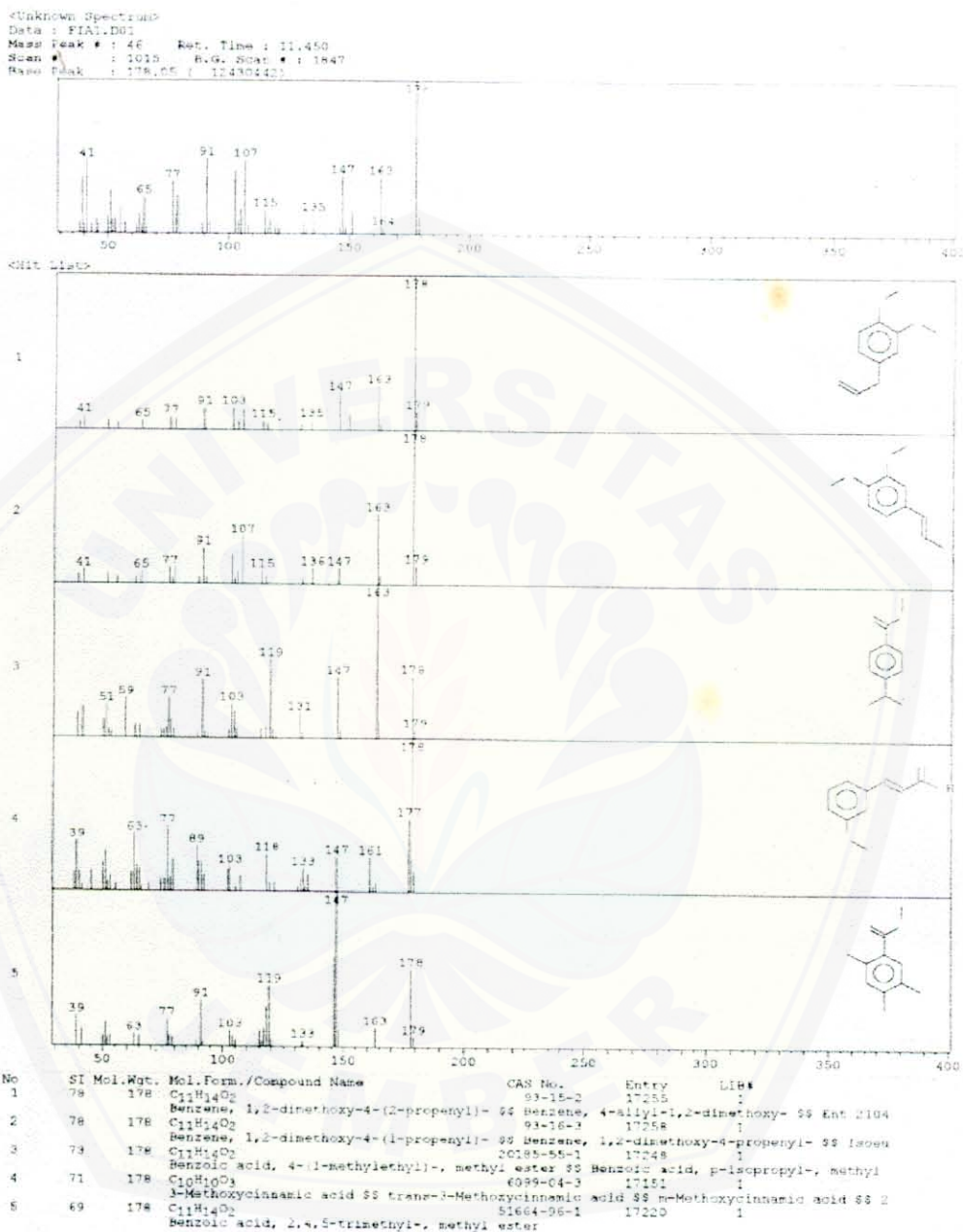
Date : FIA1.D01 03/07/11 11:16:12  
 Sample : ME ISO, FIA  
 Operator : POY  
 Method File Name : FIA.MET

\*\*\*\* Peak Report \*\*\*\*

PKNO	R.Time	S.Time	F.Time	Area	Height	A/H(sec)	SK	%Total	Mean
1	11.446	11.217	11.550	915506801	108332842	9.125		37.01	
2	11.842	11.550	11.500	71920602	34160308	2.105	V	2.91	
3	13.746	11.900	13.633	618642559	67033283	7.108		25.01	
4	21.128	23.017	23.175	189010761	36657112	4.889		7.64	
5	21.759	23.692	23.850	86542812	17669815	5.012		1.58	
6	24.185	25.850	24.142	567787547	57388179	4.832		22.95	
7	24.167	24.142	24.182	22212975	11564778	1.916	V	0.90	
Total				2472654137				100.00	



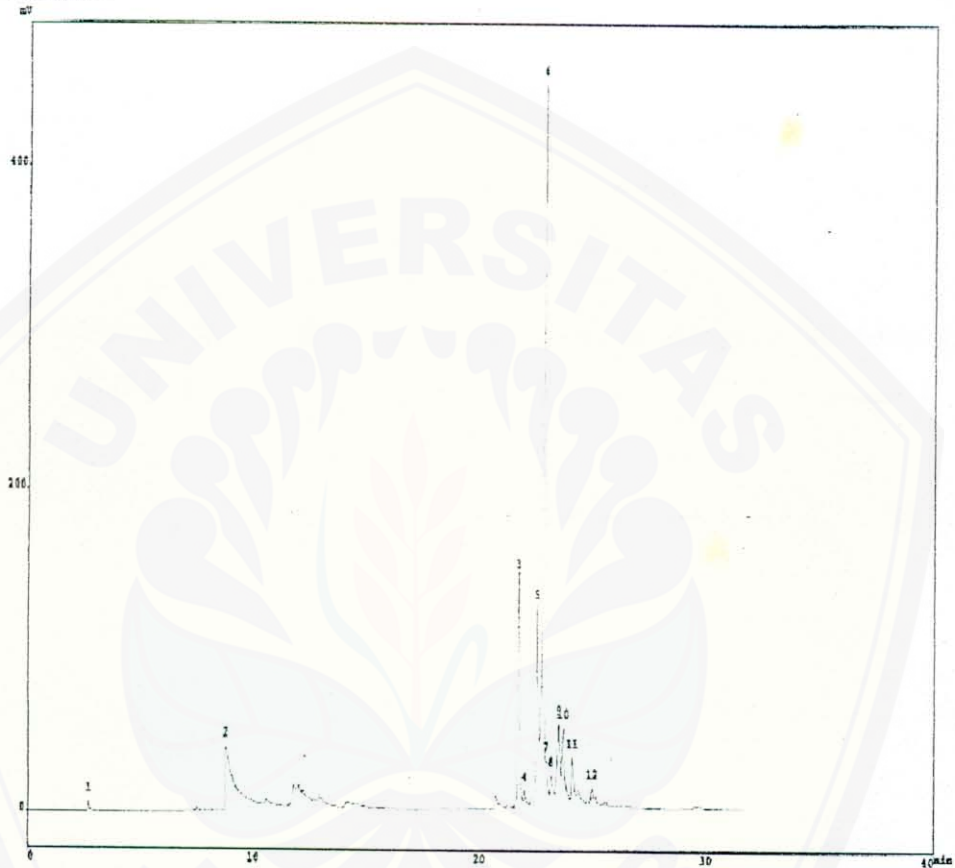
Lampiran 2b. Spektra MS isolasi metileugenol



**Lampiran 3a.** Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 170 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa

CLASS=C10 SYS=1 CQ=1 REPORT.NQ=5 DATA=PIA4.D01 08/06/00 01:11:50  
 Sample : FIA.170.0.1  
 ID :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*



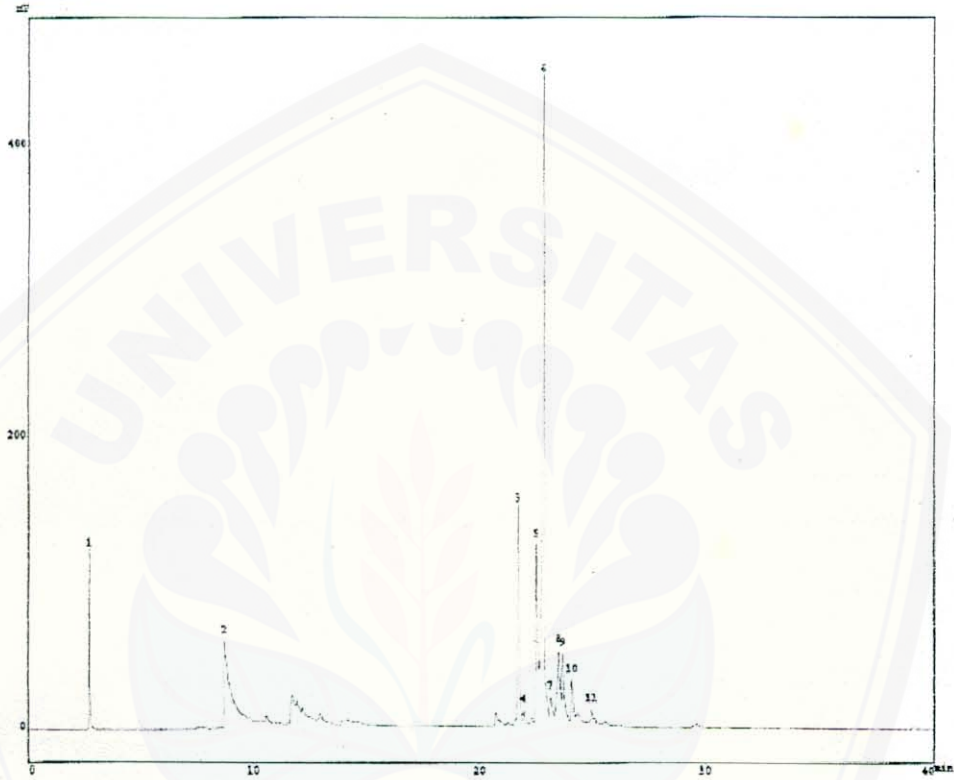
\*\*\* Peak Report \*\*\*

NO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.716	16686	5684	0.2714
2	8.781	519199	38150	4.4561
3	21.704	622987	141946	10.1465
4	21.982	35078	7281	0.5713
5	22.528	794323	121609	12.9370
6	22.859	2923895	452963	47.6205
7	22.967	133006	29401	2.1663
8	23.185	226686	10395	2.0033
9	23.323	448563	48757	7.3057
10	23.789	321128	43873	3.2901
11	24.115	260851	21183	2.6198
12	24.982	57930	7431	0.6112
-----		619936	932714	100.0000

Lampiran 3b. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 170 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa

CLASS-G16 STD-1 Ch1 REPORT.FO-6 DATA=FIAS.D01 06/00/00 02:46:16  
 Sample : FIA,170.0.2  
 In :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*



\*\*\* Peak Report \*\*\*

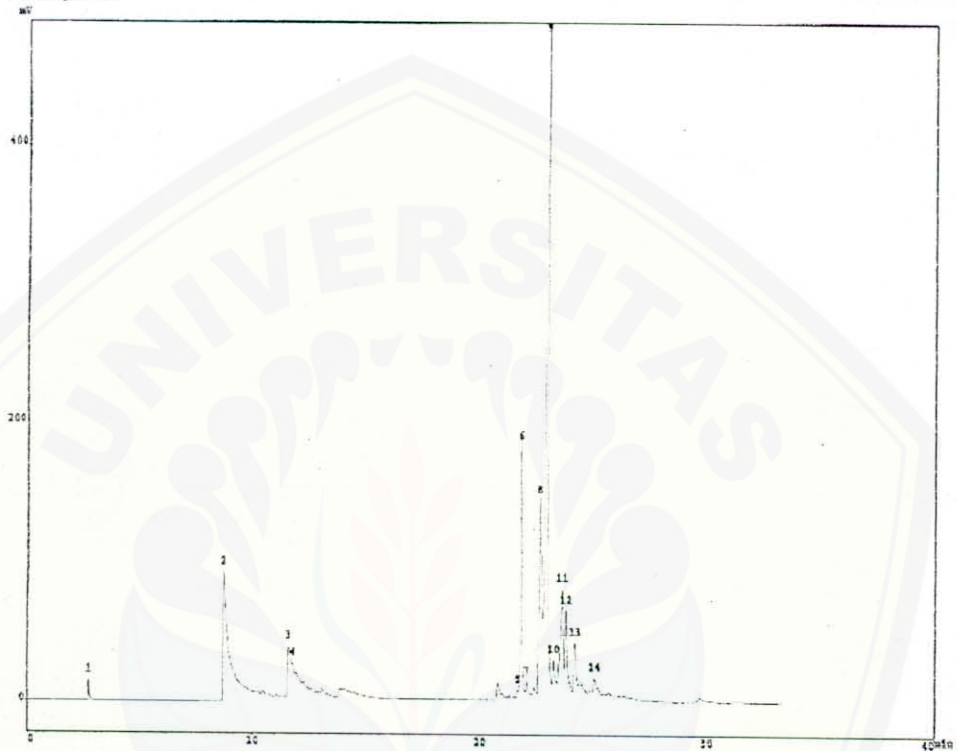
PKNO	TIME	AREA	BRIGHT	CONC
1	2.705	308533	329025	4.5334
2	4.707	225136	58550	13.1187
3	21.714	437891	147329	9.3666
4	21.929	36472	7435	0.5358
5	22.541	794908	122930	11.6747
6	22.473	3052738	444873	45.4224
7	23.193	338702	16885	1.8902
8	23.541	461299	46336	6.7750
9	23.726	330221	46014	4.7810
10	24.128	164096	24617	2.4594
11	24.997	16820	7264	0.5408
		4808800	1654027	100.0000



Lampiran 3c. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 220 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa

CLASS-CRIO SYS-1 Ch11 REPORT.ND-9 DATA-PIAS.D01 06/08/08 02:40:16  
 Sample : FIA\_220.C2  
 IN  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*

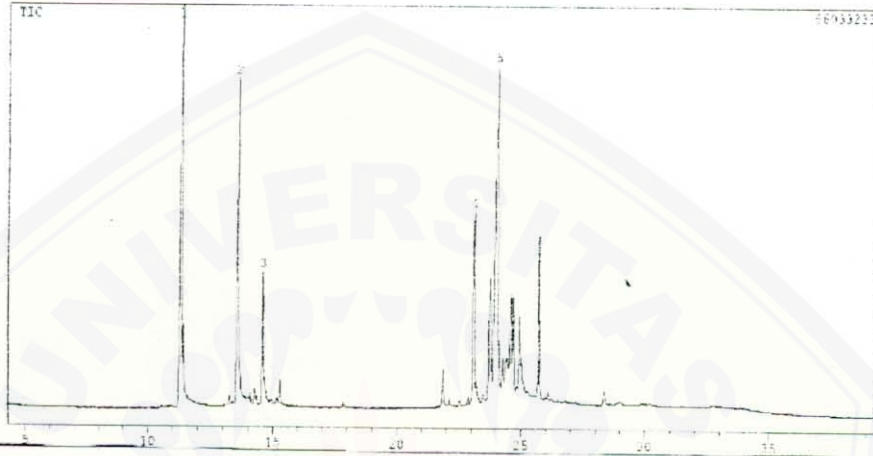


\*\*\* Peak Report \*\*\*

PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.752	42726	24422	0.4401
2	8.703	1130342	90349	11.6364
3	11.742	387345	32961	3.9433
4	11.742	40542	22547	0.4365
5	22.650	18232	4566	0.2167
6	22.778	215554	183269	9.4950
7	22.056	88281	8948	0.3551
8	22.612	1063155	140272	12.2324
9	22.859	1431966	489316	41.7855
10	23.253	170940	23154	1.5667
11	23.418	659059	72546	7.5824
12	23.796	190282	57977	4.4502
13	24.194	204652	32939	2.2545
14	25.072	43424	8609	0.5043
-----		8591902	1172784	100.0000

**Lampiran 3d.** Kromatogram dan spektra spektrometri massa hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 220 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa

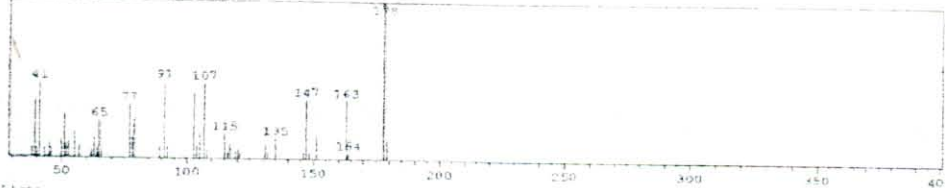
CLASS-5000 \*\*\* Report No. - 1 Data : FIAD.D01 03/07/11 11:54:53  
 Sample : 220 : 0.2, FIA  
 Operator : SOY  
 Method File Name : FIA.MET



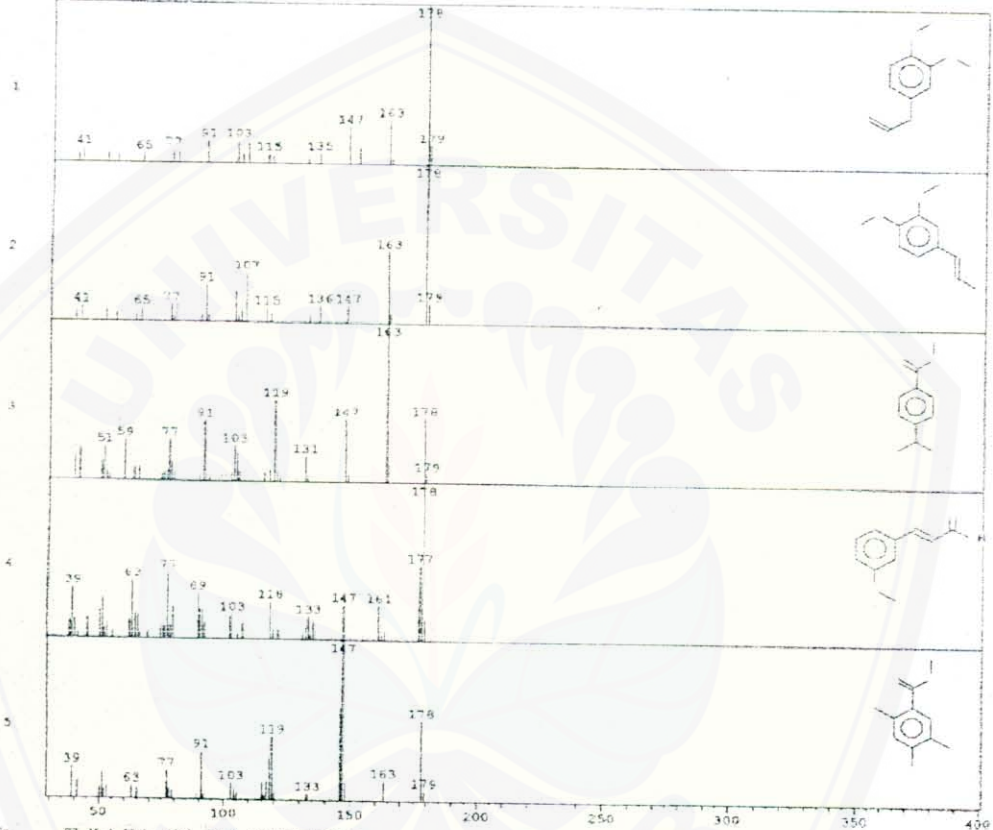
Data : FIAD.D01 03/07/11 11:54:53  
 Sample : 220 : 0.2, FIA  
 Operator : SOY  
 Method File Name : FIA.MET

PKNO	Retention	Start - End	Area	Molecular Weight	MS	Relative Area
1	11.252	11.252 - 11.470	323.44177	56934256	2.270	0.15
2	13.713	13.713 - 13.875	20588825	41141501	4.760	15.00
3	14.608	14.550 - 14.657	55518635	18524261	2.997	8.29
4	23.114	23.033 - 23.175	114298225	27616090	4.139	11.05
5	24.056	23.893 - 24.198	335771355	44824813	7.041	32.38
Total			1034526630			100.00

<Unknown Specimens>  
 Data : F1A1.D01  
 Mass Peak # : 46 Ret. Time : 11.450  
 Scan # : 1015 P.G. Scan # : 1047  
 Base Peak : 178.05 / 124304431



<Hit List>



No	SI	Mol.Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	78	176	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> Benzene, 1,2-dimethoxy-4-(2-propenyl)-	93-15-2	17255	1
2	76	176	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> Benzene, 4-allyl-1,2-dimethoxy-	93-16-1	17258	1
3	73	178	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> Benzene, 1,2-dimethoxy-4-(1-propenyl)-	20165-55-1	17248	1
4	71	178	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub> 3-Methoxycinnamic acid	6999-04-3	17151	1
5	69	178	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> Benzene, 2,4,5-trimethyl-, methyl ester	51664-96-1	17220	1

Library Name

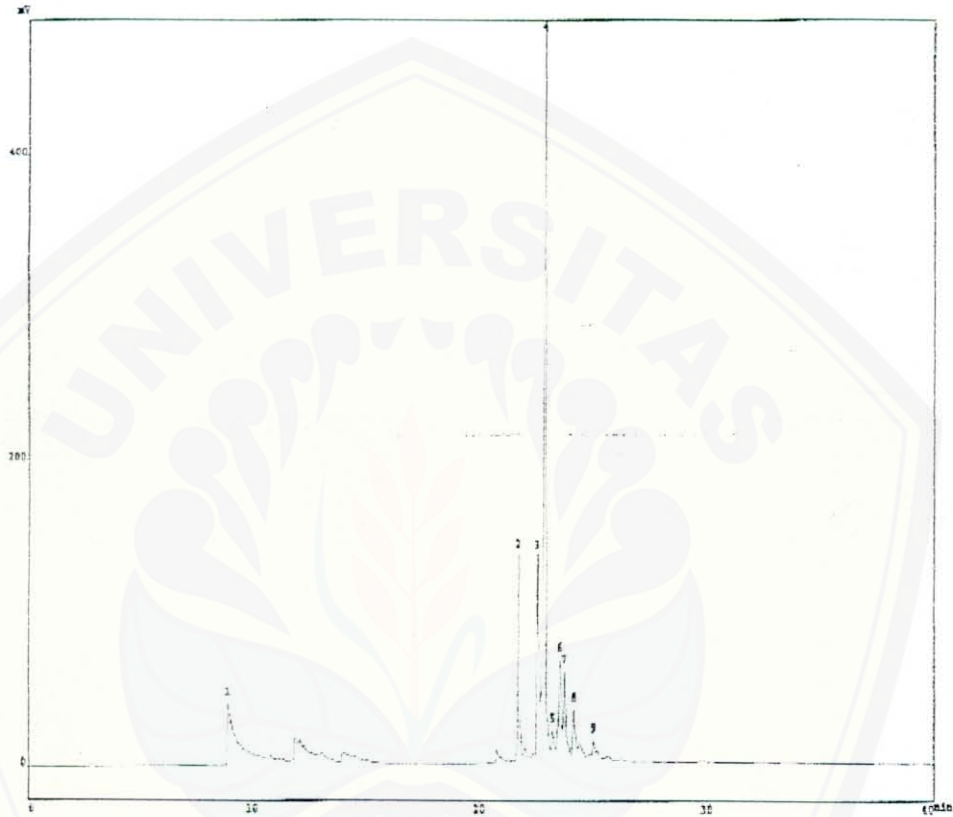
(1) NIST02.LIB



Lampiran 3e. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 270 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa

CLASS-CALD SYS-1 Ch-1 REPORT.RD-7 DATA-F2A6.B01 80/00/00 01:17:18  
 Sample : Fla. 270101  
 ID :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*



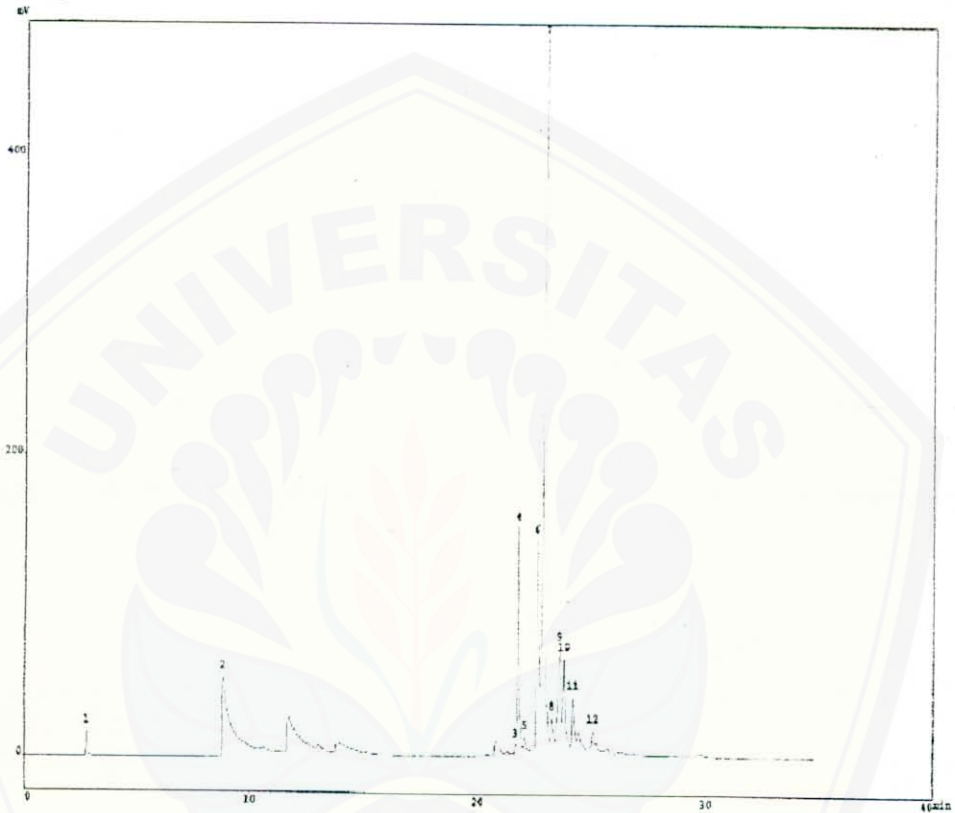
\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONT
1	10.524	535366	37836	8.8235
2	21.740	645853	133451	4.4640
3	22.596	834540	132146	12.5424
4	22.937	3342629	478450	56.7015
5	23.261	128290	16337	1.4930
6	23.666	545216	61284	8.1230
7	23.787	386461	57796	5.7073
8	24.201	174288	27414	2.6131
9	25.080	64230	8612	1.6616
-----		665682	359416	100.0000

Lampiran 3f. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 270<sup>0</sup> C dan 0,2 gram katalis transfer fasa

CLASS=MS STD-1 CH-1 REPORT.MW=8 DATA=FIAT.D01 09/00/00 02:02:50  
 Sample : Fla. 270/02  
 ID :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*



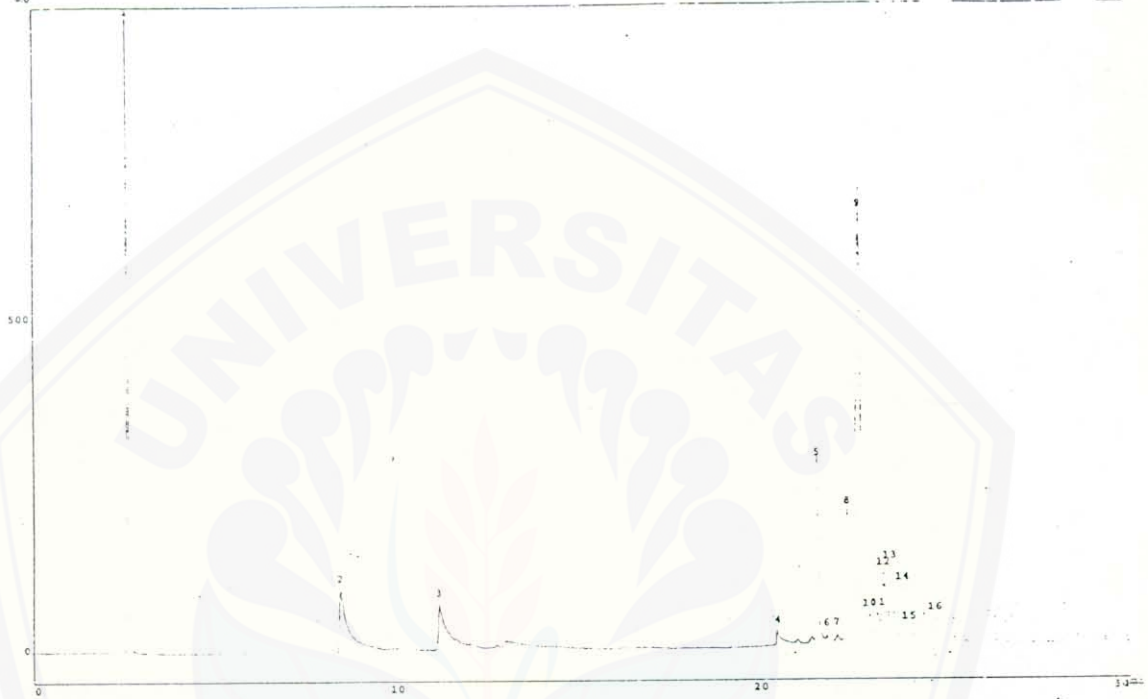
\*\*\* Peak Report \*\*\*

PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.777	48570	15895	0.6509
2	8.409	764242	50165	10.2410
3	21.050	21181	5005	0.2438
4	21.745	702356	150077	9.4217
5	22.057	47668	8414	0.6284
6	22.681	520378	158507	12.3332
7	22.845	3590223	489789	48.1100
8	23.252	147165	19393	1.9726
9	23.484	588351	64825	7.8842
10	23.785	398449	57860	5.3396
11	24.266	246597	38280	2.5685
12	25.055	47325	9424	0.9343
-----				
		7462544	1019444	100.0086

Lampiran 3g. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 320 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa

C:\Program Files\Agilent\ChemStation\Bin\MSDCHEM.D  
 Sample : FIA: 000002 sample  
 ID :  
 Dilution Factor : 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Karyati

Chromatogram



\*\*\* Peak Report \*\*\*

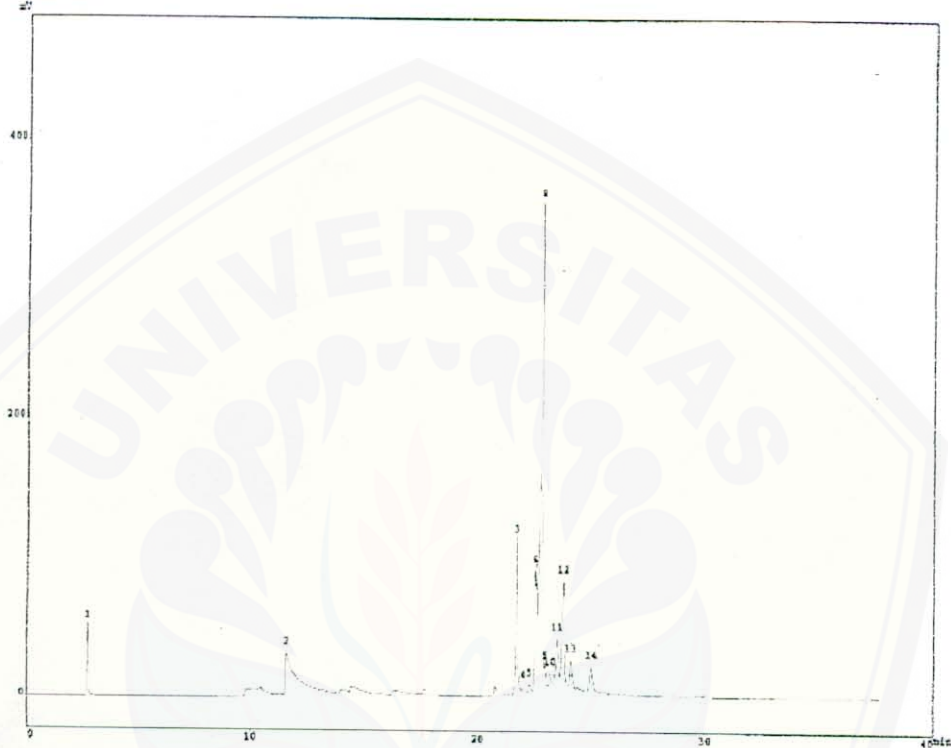
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	7.649	3213236	1068139	19.2858
2	8.445	1163324	52759	6.9822
3	11.128	760120	64824	4.6823
4	20.461	89551	15737	0.5377
5	21.524	1053968	272542	5.1754
6	21.767	53630	11179	0.3219
7	22.042	69700	13019	0.4142
8	22.330	1749624	195059	7.5025
9	22.485	6085720	669974	34.5443
10	22.933	71814	38437	1.2713
11	23.150	263385	39277	1.5808
12	23.297	641375	78494	3.9493
13	23.473	91219	107863	3.4781
14	23.814	40541	74511	2.4352
15	23.983	104937	15225	0.4298
16	24.467	33358	29776	2.0368
-----		16661184	2813502	100.0000



Lampiran 3h. Kromatogram hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 320 °C dan 0,2 gram katalis transfer fasa

CLASS-CRIS SYS:1 C:\1 REPORT\_NO=11 DATA\FIA10.DOS 05/06/00 01:15:14  
 Sample : Fia. 320.02  
 IN  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Operator : Maryati

\*\*\* CHROMATOGRAM \*\*\*



\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HIGHT	CONC
1	2.720	163041	52633	2.7610
2	11.541	326627	24068	5.5304
3	21.711	555117	113777	5.6532
4	22.018	30073	5089	0.5026
5	22.287	57215	6534	0.5697
6	22.516	345020	87475	6.1858
7	22.557	285982	83780	4.8142
8	22.842	2648632	350503	44.8852
9	22.961	120827	16080	2.0476
10	23.158	25483	32787	1.5859
11	23.825	338496	14906	2.7933
12	23.785	688569	77601	10.3137
13	24.126	144786	20680	2.4516
14	25.020	144388	17888	2.4889
		5500894	807392	106.0280

Lampiran-4. Kromatogram hasil spiking hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 320 °C dan 0,1 gram katalis transfer

```

CLASS: FID  SV: 1  Ch: 1  REPORT NO: 10  DATE: 01/25/01  00:00:00  0116142
Sample      :   Fk. Eugenol sample: spiking katalis format
ID          :
Dilution Factor: 1
Type       :   Unknown
Operator   :   Nasyati
    
```

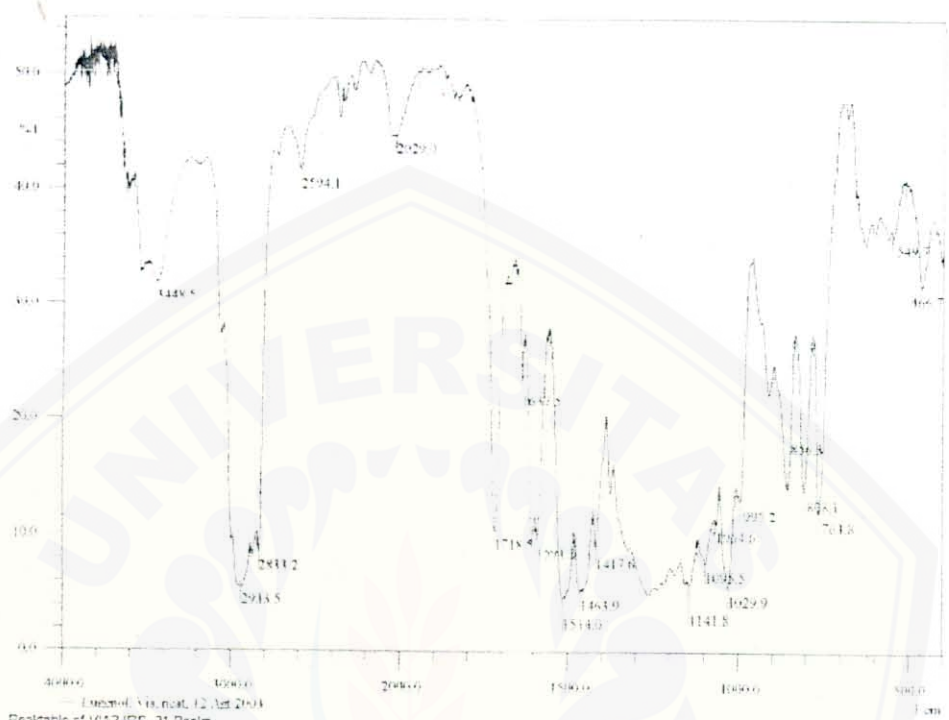
\*\*\* Chromatogram \*\*\*



\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.433	3866034	1070069	25.7577
2	8.495	770244	58565	5.1311
3	11.131	454929	59041	4.3634
4	12.200	362654	15618	2.4005
5	17.657	158631	20051	1.0582
6	20.472	79611	15462	0.5304
7	21.522	809612	200105	5.1941
8	21.783	45142	8861	0.2874
9	22.064	58292	9935	0.3884
10	22.346	1078920	168089	7.1884
11	22.647	4703237	601904	11.3356
12	22.953	147052	25828	0.9797
13	23.318	739176	80165	4.9248
14	23.487	801777	97289	5.1419
15	23.845	315861	60113	2.1046
16	24.033	91626	11509	0.6105
17	24.655	329339	27891	2.1942
-----				
		15009249	2531175	100.0000

Lampiran 5. Spektra inframerah hasil reaksi adisi metileugenol dengan asam format pada suhu penangas 320 °C dan 0,1 gram katalis transfer fasa

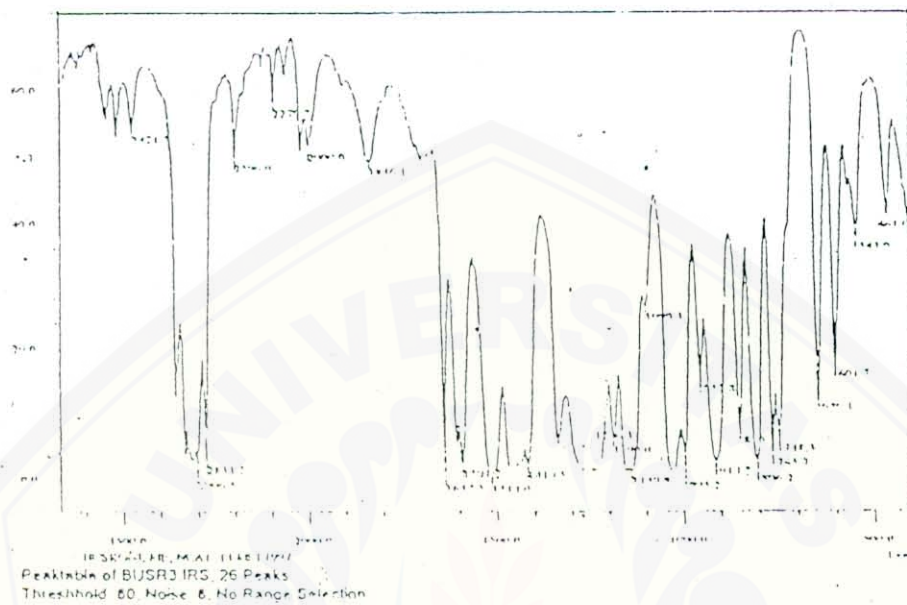


— Energi: Via.net.12.1st.2103  
 Peaktable of VIA3 IRS, 21 Peaks  
 Threshold 80 Noise 3 No Range Selection

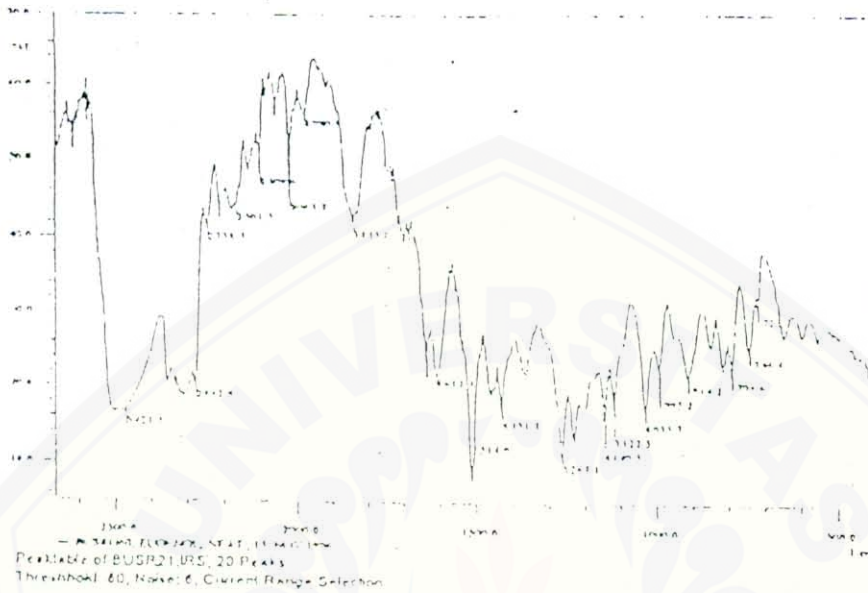
No	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	466.7	31.586
2	549.7	36.103
3	763.6	11.688
4	808.1	13.831
5	856.3	14.064
6	996.2	12.906
7	1029.9	5.488
8	1064.6	11.099
9	1095.5	7.605
10	1141.8	5.111
11	1417.6	8.711
12	1463.9	5.131
13	1514.0	4.525
14	1591.2	9.549
15	1637.5	22.748
16	1718.5	10.353
17	2029.0	44.680
18	2564.1	41.587
19	2833.2	8.406
20	2933.5	5.507
21	3448.5	31.757



Lampiran 6. Spektra IR metilasi eugenol fraksi III (Busroni, 1998)



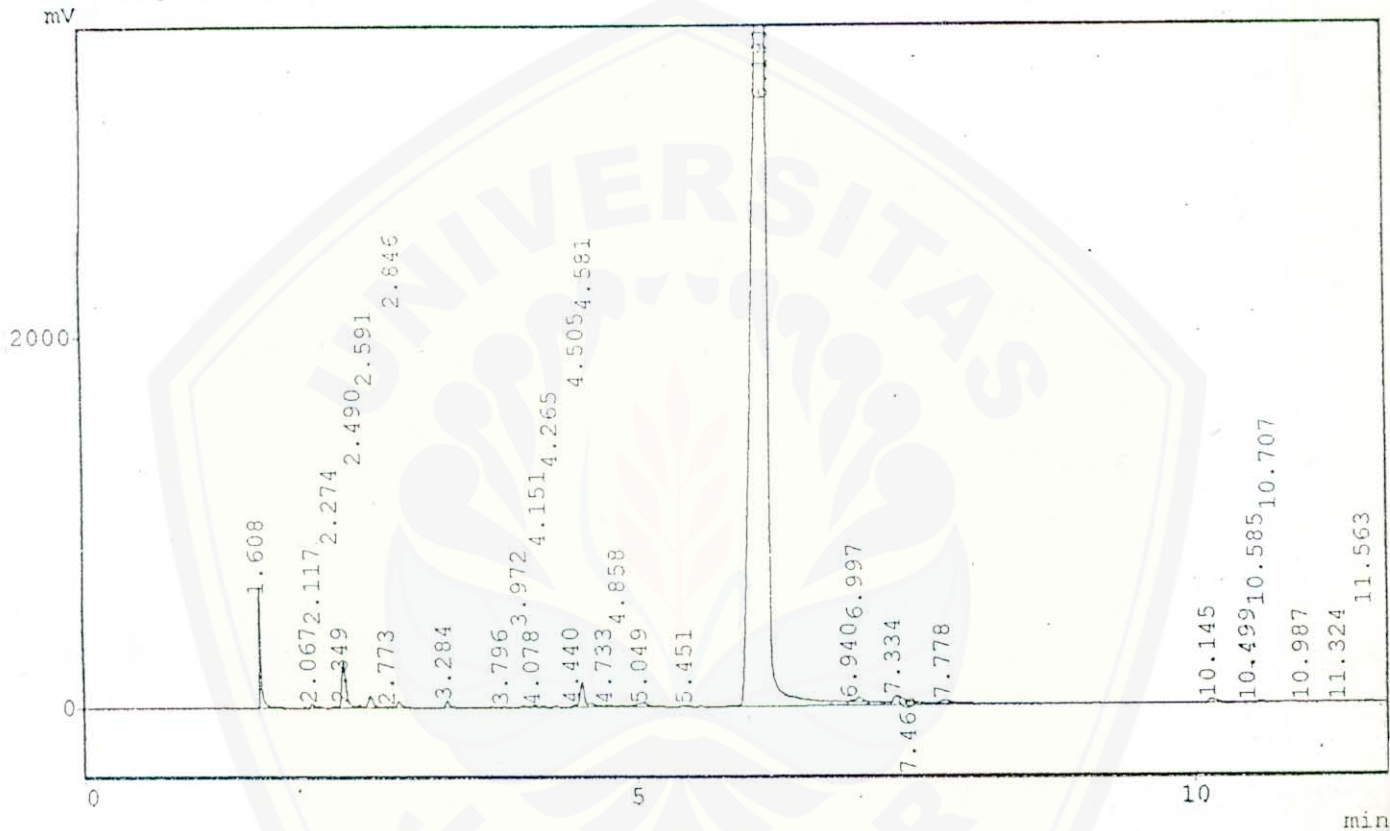
Lampiran 7. Spektra IR isolasi eugenol fraksi III (Busroni, 1998)



Lampiran 8. Kromatogram eugenol (hasil isolasi eugenol fraksi III (Busroni, 1998))

CLASS-GC10 Ver.=1.61 SYS=1 Ch=1 REPORT.NO=1 DATA=M-I.D01 03/04/30 08:08:38  
 Sample : Eugenol-Unej  
 ID :  
 Dilution Factor: 1  
 Type : Unknown  
 Detector : WEID  
 Operator : PARLAN

\*\*\* Chromatogram \*\*\* Filename:M-I.C01

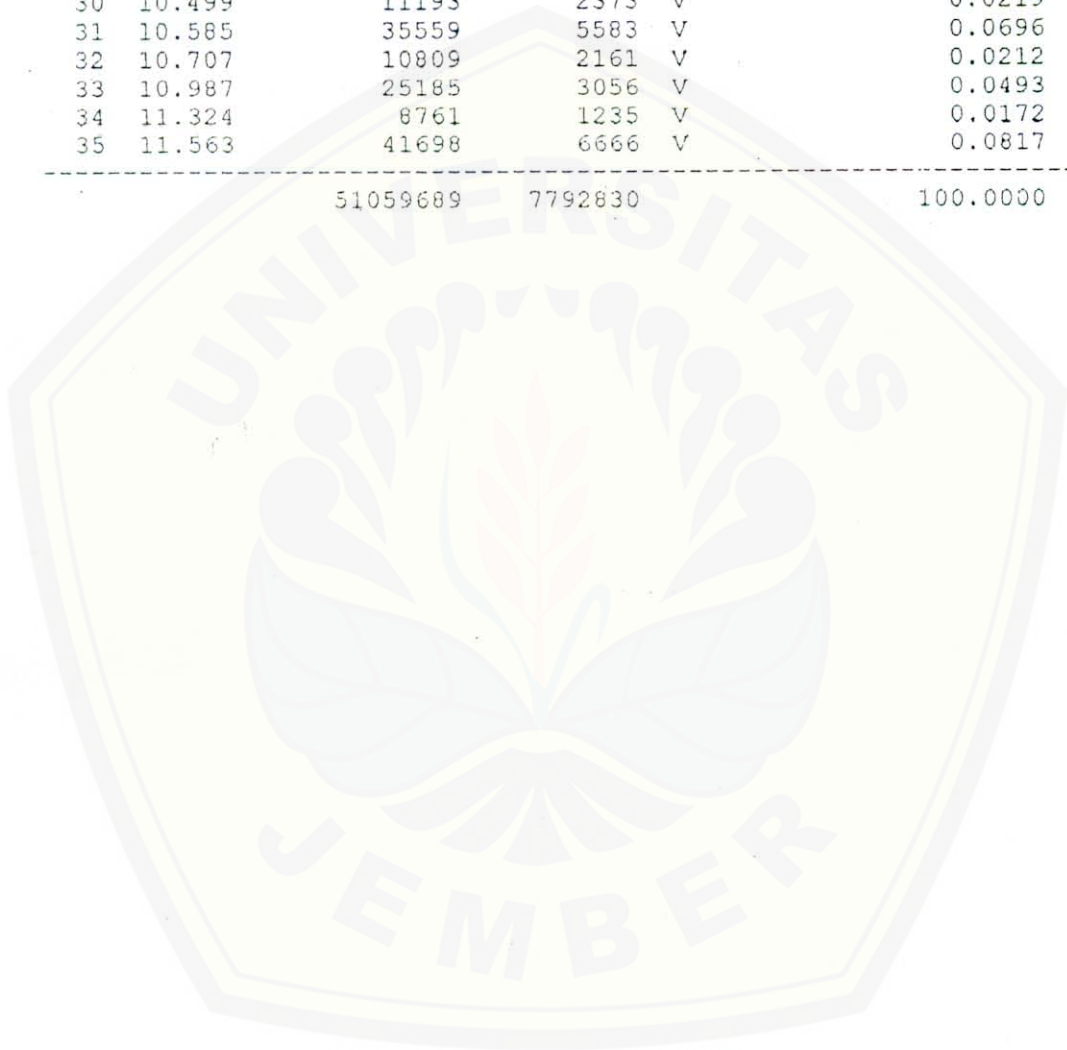


\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	1.608	732441	654899	S		1.4345	
2	2.067	43175	20456	TV		0.0846	
3	2.117	24118	8457	TV		0.0472	
4	2.274	9555	4297	T		0.0187	
5	2.349	725498	250918	SV		1.4209	
6	2.490	23603	10937	T		0.0462	
7	2.591	216472	64842	SV		0.4240	
8	2.773	17610	6518	V		0.0345	
9	2.846	118299	35401	SV		0.2317	
10	3.284	89795	33972	SV		0.1759	
11	3.796	8776	4355			0.0172	
12	3.972	26326	9516	V		0.0516	
13	4.078	28251	11766	V		0.0553	
14	4.151	17498	6789	V		0.0343	
15	4.265	14842	5576	V		0.0291	
16	4.440	29759	14951	V		0.0583	
17	4.505	349919	135973	V		0.6853	
18	4.581	92546	20736	V		0.1812	
19	4.733	45778	11417	V		0.0897	
20	4.858	18470	6057	V		0.0362	
21	5.049	174828	21611	V		0.3424	
22	5.451	12259	4677	V		0.0240	

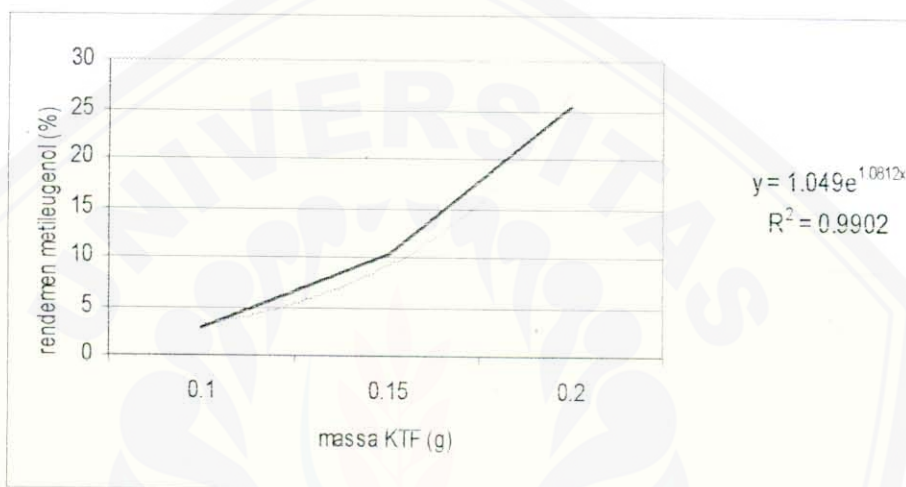


23	6.191	47509512	6311318 S	93.0471
24	6.940	25073	9547 T	0.0491
25	6.997	101294	22984 TV	0.1984
26	7.334	195600	35415 TV	0.3831
27	7.466	54267	12280 TV	0.1063
28	7.778	113708	15808 T	0.2227
29	10.145	107215	20285	0.2100
30	10.499	11193	2373 V	0.0219
31	10.585	35559	5583 V	0.0696
32	10.707	10809	2161 V	0.0212
33	10.987	25185	3056 V	0.0493
34	11.324	8761	1235 V	0.0172
35	11.563	41698	6666 V	0.0817
		51059689	7792830	100.0000



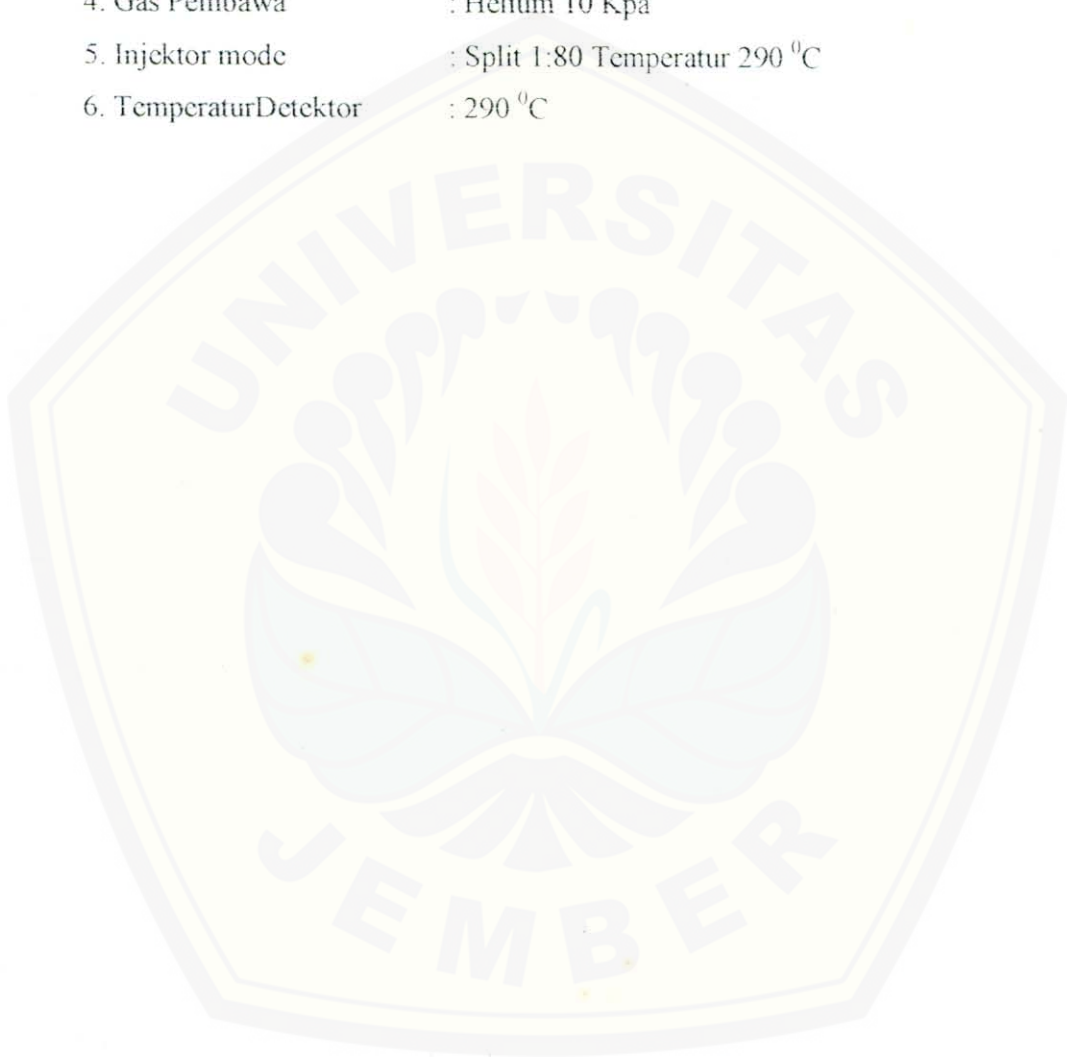
**Lampiran 9.** Hasil reaksi metilasi eugenol dengan berbagai jumlah katalis transfer fasa

Katalis transfer fasa (g)	Rendemen metileugenol (%)
0,1	2,906
0,15	10,324
0,2	25,257



**Lampiran 10.** Kondisi operasi alat GC-MS

1. Jenis pengion : EI (Elektron Impack)
2. Jenis kolom : CP Sil. CB Panjang 25 meter
3. Temperatur kolom : 90 °C (5'/10<sup>0</sup>/menit) s/d 280 °C
4. Gas Pembawa : Helium 10 Kpa
5. Injektor mode : Split 1:80 Temperatur 290 °C
6. TemperaturDetektor : 290 °C





**Lampiran II. Kondisi operasi alat GC**

1. Suhu injektor : 250 °C
2. Suhu kolom : 130 °C/menit-225 °C (10 °C/menit)
3. Suhu Detektor : 260 °C
4. Kolom : CPB-20
5. Panjang kolom : 25 meter
6. Diameter kolom : 0,25 cm
7. Gas Pembawa : N<sub>2</sub> (HP)
8. Sampel injeksi : 0,2 µL

