



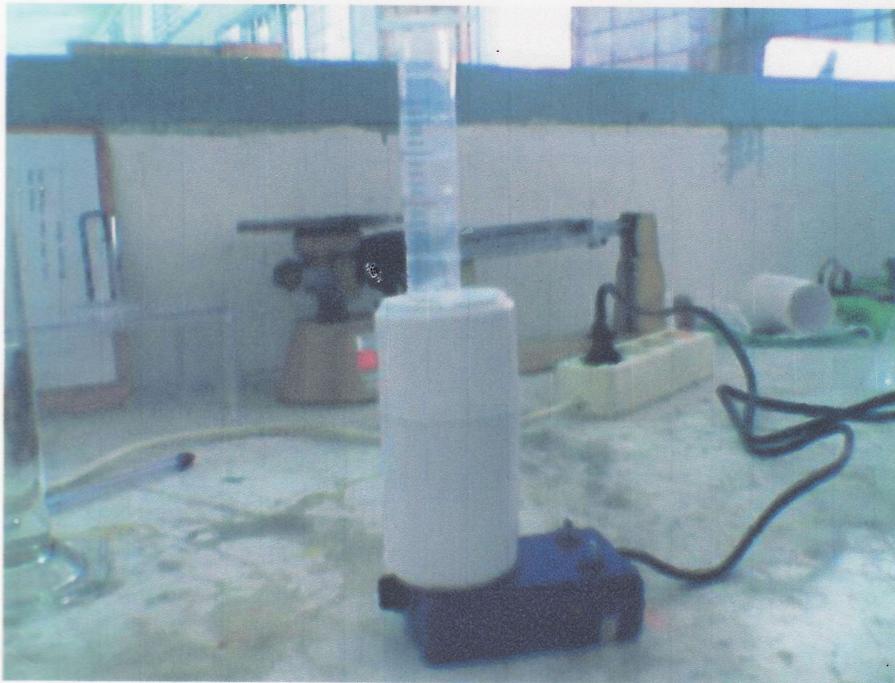
ISSN 0216-2393

GRADIEN

Vol. 6 No. 1 Januari 2010

JURNAL MIPA

B₁



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BENGKULU

Gradien	Vol. 6	No. 1	Hal. 500-559	Bengkulu, Januari 2010	ISSN 0216-2393
---------	--------	-------	--------------	---------------------------	----------------



ISSN 0216-2393

GRADIEN

Vol. 6 No. 1 Januari 2010

JURNAL MIPA

Cakupan Jurnal Ilmiah Gradien meliputi artikel ilmiah hasil penelitian dalam bidang Matematika, Fisika, Kimia dan Biologi. Jurnal ini terbit pertama kali pada tahun 2005 dengan frekuensi penerbitan dua kali setahun yaitu pada bulan januari dan juli.

Pembina

Dekan FMIPA Unib

Ketua Redaksi

Suhendra, S.Si, M.T

Sekretaris Redaksi

Eka Anggasa, S.Si, M.Si

Bendahara Redaksi

Supiyati, S.Si, M.Si

Anggota

Sipriadi, S.Si

Yulian Fauzi, S.Si, M.Si

Syamsul Bahri, S.Si, M.Si

Dewan Penyunting

Prof. Siti Salmah (Unand)

Prof. Dahyar Arbain (Unand)

Dr. Hilda Zulkifli, DEA (Unsri)

Dr. Gede Bayu Suparta (UGM)

Imam Rusmana, Ph.D (IPB)

Dr. Mudin Simanuhuruk (UNIB)

Dr. rer.nat. Totok Eka Suharto, MS (Unib)

Dr. Agus Martono MHP, DEA (Unib)

Choirul Muslim, Ph. D (Unib)

Dr. Sigit Nugroho (Unib)

Drs. Rida Samdara, M.S (Unib)

Alamat Redaksi :

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Bengkulu
Gedung T, Jl. W.R. Supratman 38371 Bengkulu Telp/Fax. (0736) 20919
www.gradienfmipaunib.wordpress.com



ISSN 0216-2393

GRADIEN

Vol. 6 No. 1 Januari 2010

JURNAL MIPA

DAFTAR ISI

Fisika

1. Studi Difusi Gas Radon Dari Dalam Tanah Di Kota Bengkulu Dengan Pencacah Geiger-Muller Dan Detektor Lr-115-Ii (*Rida Samdara*) 500-506
2. Pendugaan Metode Tomografi Tahanan Jenis Listrik Untuk Menganalisis Potensi Limbah Biomassa Sebagai Sumber Energi Alternatif (*Sehah*) 507-512
3. Rancang Bangun Elektrometer Metode Four Point Probe Berbasis Soc C8051f006 (*Riska Ekawita*) 513-517
4. Pengukuran Abrasivitas Batuan Untuk Studi Abrasi Pantai Barat Provinsi Bengkulu (*Muhammad Farid*) 518-524

Kimia

5. Studi Elektrosintesis Metana dari Polutan CO₂ (*Nesbah*) 525-528
6. Sintesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metoda Karbonansi (*Eka Angasa*)
7. Sintesis Metil Eugenol Sebagai Bahan Dasar Pembuatan Turunan Benzofenon Yang Berfungsi Sebagai Senyawa Tabir Surya (*Devi Ratnawati*) 532-536

Matematika

8. Pendugaan Model Regresi Dengan Metode Kuadrat Terkecil Parsial (*Nurul Astuty Yensi.B*)
9. Analisis Konsep "Rumah Tahan Gempa" Terhadap Struktur Pondasi Dan Sloof Di Kabupaten Bengkulu Utara Dan Bengkulu Tengah (*Muhammad Fauzi*) 542-547

Biologi

10. Jenis-Jenis Burung Liar Yang Berpotensi Sebagai Vektor Virus Avian Influenza Subtype H5ni Di Cagar Alam Air Rami I dan Cagar Alam Air Rami II Kabupaten Mukomuko Provinsi Bengkulu (*Jarulis*) 548-559



Sintesis Metil Eugenol Sebagai Bahan Dasar Pembuatan Turunan Benzofenon Yang Berfungsi Sebagai Senyawa Tabir Surya

Devi Ratnawati

Jurusan kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Bengkulu, Indonesia

Diterima 2 Januari 2010; Disetujui 9 Januari 2010

Abstrak - Penelitian ini dilakukan untuk mensintesis metil eugenol melalui reaksi esterifikasi antara eugenol dengan dimetil sulfat yang digunakan sekaligus sebagai pelarut. Pemurnian eugenol dilakukan dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, sedangkan reaksi esterifikasi eugenol dilakukan dengan penambahan 53,5 mL DMS. Campuran kemudian direfluks selama dua jam dengan penangas minyak. Hasil refluks kemudian didinginkan dan ditambah dengan 200 mL aquades. Lapisan bawah diekstrak menggunakan NaOH 10% sebanyak 15 mL sampai lapisan bawah bening dan dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrous. Destilat yang diperoleh dianalisa dengan GC-MS, IR dan ¹H-NMR. Hasil analisis hasil pemurnian eugenol menggunakan GC diketahui bahwa terdapat terdapat 3 puncak yang menunjukkan terdapat 3 komponen dengan 1 puncak utama pada waktu retensi (*t_R*) 9,490 menit dan kemurnian 96,98%. Komponen yang terdapat pada *t_R* 10,444 menit dan 10,914 menit diperkirakan merupakan senyawa non fenolat yang berupa kariofilen dan sesquiterpena yang masih tercampur bersama eugenol dengan kemurnian masing-masing 2,64% dan 0,37%. Hasil analisis metil eugenol dengan menggunakan GC-MS diketahui bahwa diperoleh dua puncak dengan puncak terbesar pada waktu retensi 10,300 menit dengan presentase kemurnian 99,46% yang merupakan senyawa metil eugenol. Sedangkan puncak pada waktu retensi 3,129 menit merupakan senyawa pelarut yang belum sempurna teruapkan saat evaporasi.

Kata Kunci : Metil eugenol, eugenol, destilasi fraksinasi

1. Pendahuluan

Metil eugenol merupakan derivat yang paling sederhana dari eugenol, senyawa ini dapat diperoleh melalui reaksi metilasi pada gugus hidroksi dari eugenol. Metil eugenol dikembangkan di bidang pertanian sebagai senyawa penarik seks serangga, bahan baku pembuatan obat-obatan, parfum dan penyedap rasa. Seperti halnya eugenol, metil eugenol dapat juga diubah menjadi senyawa lain melalui reaksi-reaksi kimia tertentu. Adanya cincin benzena pada metil eugenol memungkinkan senyawa ini diubah menjadi senyawa turunan benzofenon yang berfungsi sebagai tabir surya (1).

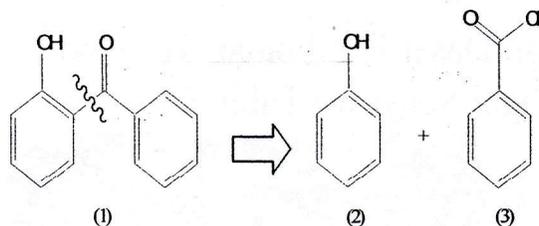
Senyawa tabir surya merupakan senyawa yang dapat melindungi kulit manusia dari kerusakan akibat radiasi sinar ultraviolet, seperti penuaan dini pada kulit, pigmentasi, eritema dan kanker. Senyawa tabir surya umumnya mempunyai inti benzena tersubstitusi pada

posisi *orto* atau *para* dan terkonjugasi dengan gugus karbonil. Beberapa senyawa organik yang banyak digunakan sebagai bahan tabir surya saat ini adalah asam *p*-aminobenzoat (PABA), oktil salisilat, benzofenon, dan senyawa-senyawa turunan sinamat (2).

Penggunaan beberapa senyawa anorganik sebagai senyawa tabir surya, misalnya ZnO, MgO, CaCO₃ dan titanium oksida (TiO₂) mempunyai resiko alergi yang tinggi dan berbahaya bagi kulit (3). Oleh karena itu perlu lebih dikembangkan senyawa tabir surya yang berasal dari senyawa-senyawa organik sehingga lebih alami dan aman untuk digunakan.

Mengingat begitu luas manfaat senyawa turunan benzofenon, maka sangat diperlukan untuk dapat menemukan jalur dan metode yang tepat untuk sintesis senyawa turunan benzofenon. Melalui analisis retrosintesis senyawa turunan benzofenon dapat diperoleh melalui jalur

berikut ini :



Dari hasil retrosintesis di atas diketahui bahwa untuk mensintesis senyawa turunan aril benzoat dibutuhkan bahan awal dengan karakteristik senyawa fenol, yaitu senyawa yang memiliki gugus hidroksi terikat langsung pada cincin aromatik. Telah diketahui bahwa banyak ditemukan senyawa fenolik alami seperti asam salisilat, **eugenol**, dan vanilin yang ketersediaannya melimpah di Indonesia. Senyawa-senyawa yang mengandung gugus fenolik tersebut diharapkan dapat diubah menjadi senyawa yang lebih bermanfaat seperti turunan benzofenon (4).

Eugenol termasuk senyawa alam yang menarik karena memiliki cincin aromatis dengan beberapa gugus fungsional, yaitu alil, metoksi dan hidroksi. Ditinjau dari strukturnya, eugenol dapat dipandang dari dua sisi yaitu sisi gugus alil dan sisi gugus katekol. Dengan demikian, pada prinsipnya eugenol dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan senyawa-senyawa yang berdaya guna lebih tinggi.

Melalui reaksi asilasi Friedel-Crafts terhadap eugenol dan benzoil klorida menggunakan katalis $AlCl_3$ diperkirakan akan dihasilkan dua produk yaitu *o*-benzoil eugenol dan eugenil benzoat. Kedua produk ini terbentuk karena eugenol sebagai asam dibasis dapat mengalami penyerangan pada dua tempat yaitu pada cincin aromatik dan pada gugus hidroksi. Sehingga terbentuknya eugenil benzoat akan mengurangi rendemen *o*-benzoil eugenol yang diharapkan dapat digunakan sebagai senyawa tabir surya.

Guna meningkatkan rendemen produk, maka dalam penelitian ini akan dilakukan terlebih dahulu metilasi terhadap gugus hidroksi dari eugenol, sehingga penyerangan nukleofil hanya terjadi pada cincin aromatik. Melalui reaksi asilasi Friedel-Crafts terhadap metil eugenol dan benzoil klorida menggunakan katalis $AlCl_3$ diharapkan akan menghasilkan turunan metil eugenol yaitu *o*-benzoil metil eugenol yang mempunyai inti benzena

terkonjugasi dengan gugus karbonil. *orto*-benzoil metil eugenol mempunyai struktur yang mirip dengan benzofenon, oleh karena itu produk ini diharapkan dapat digunakan sebagai senyawa tabir surya.

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah diperoleh metode sintesis metil eugenol dengan rendemen yang tinggi, menggunakan bahan dasar eugenol yang merupakan minyak atsiri daun cengkeh *Eugenia caryophylla*.

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis metil eugenol yang merupakan bahan dasar untuk pembuatan senyawa turunan benzofenon yang dapat dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya organik

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan

Eugenol kotor, dimetil sulfat (DMS), benzoil klorida, aluminium klorida, natrium hidroksida, metilen klorida, dietil eter, natrium sulfat anhidrous, $NaHCO_3$, batu didih, kertas saring dan aquades.

Alat yang digunakan

Peralatan yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, alat refluks, timbangan analitik, sejumlah peralatan gelas, spektrofotometer Inframerah (FTIR, Shimadzu-8201 PC), Kromatografi Gas dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (GC-MS, Shimadzu QP-5000).

Pemurnian eugenol

Ditimbang sebanyak 100 gram eugenol kotor, kemudian dimasukkan ke dalam labu leher 3 yang dilengkapi dengan kolom Vigreux dan dilakukan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Destilat yang diperoleh ditimbang dan diperiksa kemurniannya dengan kromatografi gas.

Sintesis metil eugenol

Ke dalam gelas beker berkapasitas 500 mL dimasukkan 80 gram eugenol hasil redestilasi dan 18 gram (0,45 mol)

NaOH yang telah dilarutkan dalam 200 mL air dan diaduk kemudian didiamkan sehingga timbul 2 lapisan. Lapisan bawah dipisahkan dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga bervolume 500 mL yang dilengkapi dengan pengaduk magnet dan pendingin bola, kemudian diaduk dengan penambahan 53,5 mL DMS bertetes-tetes. Setelah DMS habis, campuran direfluks selama dua jam dengan penangas minyak. Hasil refluks kemudian didinginkan dan ditambah dengan 200 mL aquades. Campuran dipindah ke dalam corong pisah dan didiamkan beberapa saat hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas dipisahkan, lapisan bawah diekstrak menggunakan NaOH 10% sebanyak 15 mL sampai lapisan bawah bening dan dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrous. Destilat yang diperoleh dianalisa dengan GC, IR dan $^1\text{H-NMR}$.

3. Hasil Dan Pembahasan

Pemurnian eugenol

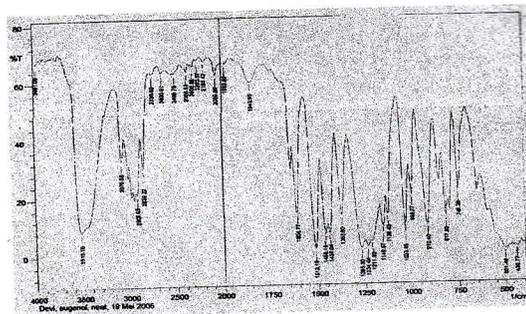
Pemurnian terhadap eugenol dengan cara distilasi fraksinasi pengurangan tekanan bertujuan untuk menjaga agar komponen atau senyawa yang terdapat dalam eugenol tidak rusak akibat panas yang tinggi. Eugenol hasil redestilasi berwarna kuning pucat yang diperoleh pada fraksi III sebanyak 52,2 mL pada suhu 100-103°C dan tekanan 4 mmHg.

Tabel 2. Hasil pemurnian eugenol kotor.

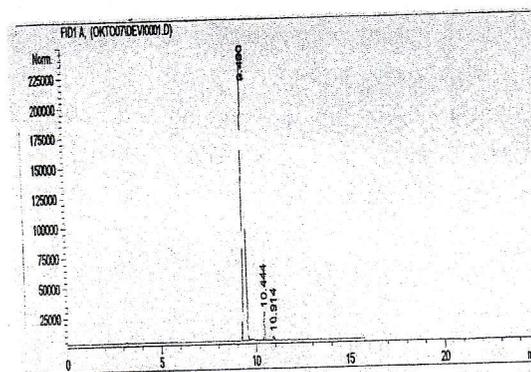
Berat eugenol (gr)	Frakasi	Suhu (°C)	Tekanan (mmHg)	Berat destilat (gr)	Volume destilat (mL)
100	I	96-98	4	5,36	3,5
	II	98-100	4	7,06	4,6
	III	100-103	4	80,20	52,2

Fraksi III yang didapat kemudian dianalisa dengan spektrofotometer infra merah dan kromatografi gas untuk menentukan kemurniannya. Dari analisis spektrum IR (Gambar 1) terlihat adanya gugus-gugus fungsional sebagai berikut : pita serapan yang melebar pada daerah 3518,16 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus -OH, sedangkan pita serapan tajam pada frekuensi antara 3100-3000 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan =C-H (sp^2 -s) yang diperkuat oleh pita serapan pada 1604,77 cm^{-1} dari gugus C=C. Sedangkan pada frekuensi 1512,19 cm^{-1} dan 1458,18 cm^{-1} menunjukkan bahwa ikatan rangkap tersebut berasal dari

inti aromatik. Pita serapan pada 995,27-910,40 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan -CH=CH₂.



Gambar 1. Spektrum infra merah hasil pemurnian eugenol kotor.

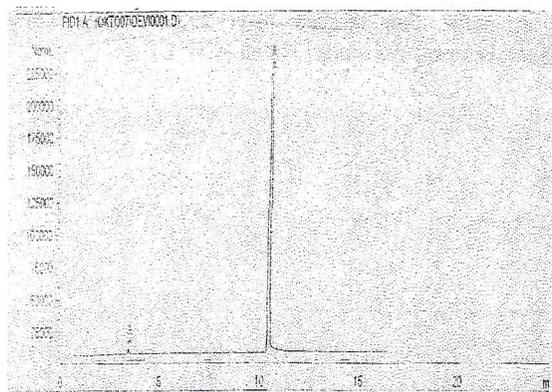


Gambar 2. Kromatogram fraksi III pemurnian eugenol kotor hasil redestilasi.

Berdasarkan kromatogram hasil redestilasi terdapat 3 puncak yang menunjukkan terdapat 3 komponen dengan 1 puncak utama pada waktu retensi (t_R) 9,490 menit dan kemurnian 96,98%. Hal ini didasarkan oleh penelitian Sudaryanti (5), bahwa komponen eugenol pada analisis dengan kromatografi gas muncul pada t_R 9,27 menit. Sedangkan komponen yang terdapat pada t_R 10,444 menit dan 10,914 menit diperkirakan merupakan senyawa non fenolat yang berupa kariofilen dan sesquiterpena yang masih tercampur bersama eugenol dengan kemurnian masing-masing 2,64% dan 0,37%.

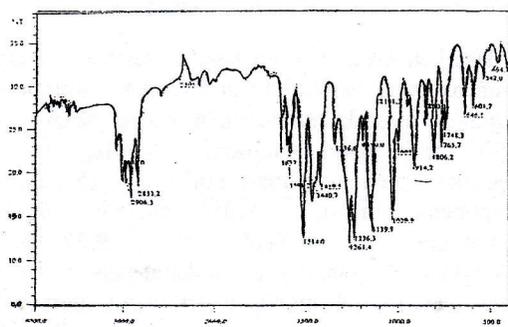
Sintesis Metil Eugenol

Berdasarkan hasil analisis kromatografi gas diperoleh dua puncak dengan puncak terbesar pada waktu retensi 10,300 menit dengan presentase kemurnian 99,46% yang merupakan senyawa metil eugenol. Sedangkan puncak pada waktu retensi 3,129 menit merupakan senyawa pelarut yang belum sempurna teruapkan saat evaporasi.

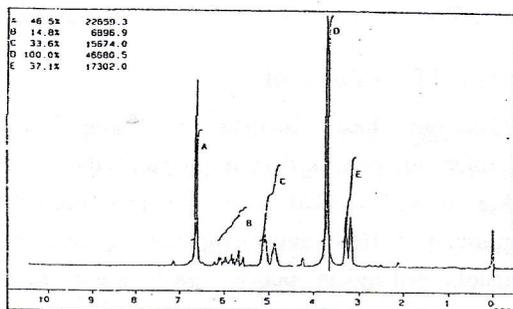


Gambar 3. Kromatogram hasil metilasi eugenol.

Dari analisis spektrum IR (Gambar 4) menunjukkan adanya gugus-gugus fungsional sebagai berikut : pita serapan tajam pada 3100-3000 cm^{-1} merupakan serapan dari ikatan C-H ($\text{sp}^2\text{-s}$) yang diperkuat oleh serapan pada 1637,5 cm^{-1} dari gugus C=C , sedangkan pada frekuensi 1594,2 cm^{-1} dan 1514 cm^{-1} menunjukkan bahwa ikatan rangkap tersebut berasal dari inti aromatik. Serapan pada 850,5-748,3 cm^{-1} menunjukkan gugus aromatik tersebut 1,2,4 trisubstitusi. Untuk serapan karakteristik terdapat pada daerah 1300-1000 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus eter (C-O-C).

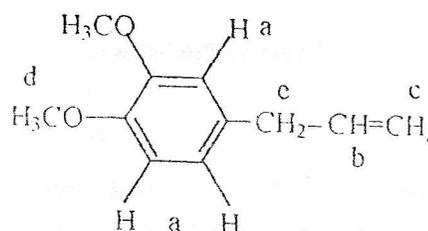


Gambar 4. Spektrum inframerah metil eugenol.

Gambar 5. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ metil eugenol.Tabel 3. Serapan pokok $^1\text{H-NMR}$ metil eugenol.

Jenis proton	Pergeseran kimia	Kenampakan	Intensitas proton relatif	Keterangan gugus
A	6,4-6,9	Singlet	3H	H-aromatik
B	5,6-6,4	Multiplet	1H	-CH=
C	4,9-5,3	Doblet	2H	=CH_2
D	3,7-3,9	Singlet	6H	-OCH_3
E	3,3-3,5	doblet	2H	$\text{-CH}_2\text{-}$

Berdasarkan hasil analisis dengan spektrofotometer Infra merah dan $^1\text{H-NMR}$, maka dapat disimpulkan bahwa struktur dari metil eugenol adalah sebagai berikut :



Gambar 6. Struktur metil eugenol.

4. Kesimpulan

Pemurnian eugenol dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan didapat eugenol dengan persentase kemurnian 96,98%.

Sintesis metil eugenol dari bahan dasar eugenol diperoleh dengan presentase kemurnian 99,46%

Daftar Pustaka

- [1] Ratnawati, D.2008. *Sintesis Senyawa Tabir Surya Organik Turunan Benzofenon dari Eugenol Fraksi Minyak Atsiri Daun Cengkeh Eugenia caryophylla Melalui Reaksi Asilasi Friedel-Crafts*, Laporan penelitian Dosen muda. FMIPA UNIB, Bengkulu.
- [2] Finnen, M.J.1987. *Skin Metabolism by Oxidation and Conjugation*, J. Pharmacol Skin, Vol 1, 163-169
- [3] Hendersons, M. 1997. *Sun-Care Chemical Proves Toxic in Lab Test*, The Sunday Times (London), p.15, 3 Juni 2005.

- [4] Ratnawati, D. 2005. *Mempelajari Sintesis Turunan Benzofenon Melalui Reaksi Penataan Ulang Fries Dari Senyawa para-Tersier-Butilfenilbenzoat dan para-Klorofenilbenzoat*, Tesis, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- [5] Sudaryanti. 1996. *Mempelajari reaksi antara metil eugenol dan benzoil klorida dengan katalis $AlCl_3$* , Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.