

BAB III

METODOLOGI

3.1 Bahan-bahan

- Minyak cengkeh dari Tawangmangu
- Natrium hidroksida p.a.
- Petroleum eter p.a. (Fraksi I:40-60 C)
- Asam klorida 37 % p.a.
- Natrium sulfat anhidrida p.a.
- Etil iodida p.a.

3.2 Alat-alat

- Piknometer
- Pengaduk magnet
- Seperangkat alat refluks
- Seperangkat alat destilasi fraksinasi
- Seperangkat alat pH meter
- Seperangkat alat ekstraksi
- Seperangkat alat evaporator Buchi
- Seperangkat alat refraktometri ABBE



- Seperangkat alat Infra Merah Buck Scientific Inc M 500
- Seperangkat alat Kromatografi Gas Hewlett Packard 5890
- Seperangkat alat H NMR "JEOL-MY 60"
- Seperangkat alat GC - MS Shimadzu QP-5000

3.3 Cara Kerja

3.2.1 Redestilasi eugenol dari minyak bunga cengkeh

Sebanyak 500 mL minyak cengkeh dari Tawangmangu dimasukkan ke dalam labu kapasitas 1000 mL, yang dilengkapi dengan kolom vigreuk panjang 60 cm yang diselubungi kertas aluminium foil, pendingin lebeig dan adaptor dan penampung. Selanjutnya ditambahkan beberapa batu didih, dipanasi dengan mantel pemanas. Didestilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan dan kemudian destilat yang keluar ditentukan indeks bias dan massa jenis data pada tabel IV.1.

3.2.2 Isolasi eugenol dari minyak bunga cengkeh

Minyak cengkeh hasil destilasi sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer ditambahkan 600 mL larutan natrium hidroksida 4 N sambil diaduk, ditambah larutan asam klorida 37% sampai pH = 3 sambil tetap diaduk, terbentuk dua lapisan, lapisan atas (A1) dan lapisan bawah (B1). Lapisan atas dicuci dengan akuades sampai netral kemudian dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrida. Lapisan bawah (B1) diekstraksidua kali dengan petroleum eter terbentuk dua lapisan, lapisan atas (A2) dan lapisan bawah (B2), lapisan

eugenol (A1) dengan lapisan atas (A2) digabung kemudian petroleum eter diuapkan dengan evaporator Buchi. Residu di destilasi fraksinasi menggunakan kolom Vigreuxs 60 cm dengan pengurangan tekanan. Destilat ditampung diukur volume, indeks bias dan massa jenis. Dianalisis dengan kromatografi gas, spektroskopi infra merah dan spektroskopi H^1NMR . Semua analisis dilakukan terhadap Fraksi III pada data tabel.IV.2.

3.2.3 Sintesis etil eugenol dengan basa natrium hidroksida

Sebanyak 7,5 mL natrium hidroksida 0,1 M dan 50 mL akuadest dan 32 mL eugenol dimasukkan ke dalam erlenmeyer kapasitas 250 mL dan kemudian diaduk, 15 mL etil iodida diteteskan ke dalam campuran melalui corong tetes. Campuran dimasukkan kedalam labu ditambah batu didih kemudian direfluks pada suhu 60 C selama 3 jam. Hasil refluks didinginkan kemudian ditambah dengan 50 mL akuades dan diaduk. Lapisan atas (etil eugenol A1) dipisahkan dari lapisan bawah (B1). Lapisan bawah (B1) diekstraks dengan petroleum eter 30 mL terbentuk dua lapisan (A2 & B2). Etil eugenol dan lapisan atas (A1) digabung, kemudian dicuci dengan 6 mL natrium hidroksida 10%. Pencucian dilanjutkan dengan menggunakan akuades sampai netral, kemudian dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrida, disaring dan petroleum eter diuapkan dengan evaporator Buchi. Residunya didestilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan. Destilat yang diperoleh dianalisa dengan kromatografi gas, spektroskopi IR dan kromatografi gas-spektroskopi massa. Semua analisis dilakukan terhadap Fraksi III data pada tabel.IV.3