

**SINTESIS 3,4-METILENDIOKSIFENIL-2-PROPANOL DARI SAFROL
PADA MINYAK LAWANG (*Cinnamomum cullilawan*, B1) MELALUI
REAKSI OKSIMERKURASI DEMERKURASI**



SKRIPSI

**Disusun untuk memenuhi salah satu persyaratan
memperoleh gelar sarjana**

oleh :

NOVITA INDRAYANI

NIM J2C 607 010

UNIVERSITAS DIPONEGORO	
FAKULTAS SAINS DAN MATEMATIKA	
NO. INVENTARIS :	007 / C / 12
TANGGAL :	5 . 7 . 2012
NO. NUMBER :	546 / Ind / 15

**Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Matematika
Universitas Diponegoro
2012**

HALAMAN PENGESAHAN

Lembar Pengesahan I

Judul Penelitian : Sintesis 3,4-Metilendioksifenil-2-Propanol dari Safrol pada Minyak Lawang (*Cinnamomum cullilawan, Bl*) Melalui Reaksi Oksimerkurasi Demerkurasi
Nama : Novita Indrayani
NIM : J2C 607 010

Telah diuji dan dinyatakan lulus pada ujian sarjana tanggal 27 April 2012.



Ketua Jurusan Kimia

Dr. Khairul Anam, M.Si

NIP. 19681104 199403 1 002

Semarang, 2 Mei 2012

Ketua Panitia Ujian Sarjana

Ngadiwiyana, S.Si, M.Si

NIP. 19690620 199903 1 002

HALAMAN PENGESAHAN

Lembar Pengesahan II

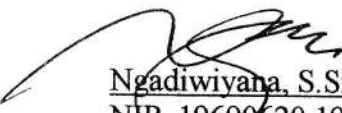
Judul Penelitian : Sintesis 3,4-Metilendioksifenil-2-Propanol dari Safrol pada Minyak Lawang (*Cinnamomum cullilawan, Bl*) Melalui Reaksi Oksimerkurasi Demerkurasi
Nama : Novita Indrayani
NIM : J2C 607 010


Telah diuji dan dinyatakan lulus pada ujian sarjana tanggal 27 April 2012.

Semarang, 2 Mei 2012

Pembimbing I

Pembimbing II


Ngadiwiyana, S.Si, M.Si
NIP. 19690620 199903 1 002


Ismiyarto, S.Si, M.Si
NIP. 19691011 199702 1 001

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, Sang Pencipta, dan Pemilik atas limpahan rahmat dan karunia yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis 3,4-metilendioksifenil-2-propanol dari Safrol pada Minyak Lawang (*Cinnamomum cullilawan*, Bl) melalui Reaksi Oksimerkurasi-Demerkurasi”.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi program Strata-1 di Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro Semarang.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak memperoleh bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang tulus dan mendalam kepada:

1. Bapak Ngadiwiyana, S.Si., M.Si., sebagai Dosen Pembimbing I yang telah banyak memberikan motivasi dan saran kepada penulis selama penelitian dan penulisan skripsi.
2. Bapak Ismiyanto, S.Si., M.Si., sebagai Dosen Pembimbing II yang telah banyak memberikan dukungan dan saran kepada penulis selama penelitian dan penulisan skripsi.
3. Seluruh Staff Pengajar Jurusan Kimia FSM UNDIP atas bimbingannya kepada penulis dalam menempuh mata kuliah selama ini.
4. Bapak, Ibu, dan saudara tersayang yang tak pernah berhenti untuk memberikan dukungan material dan spiritual bagi penulis.

5. Pinung Adi Kurniawan yang selalu memberikan doa, dorongan, dan semangat.
6. Aisyatul Kamilah dan Widayanti sebagai teman senasib sepenanggungan selama penelitian.
7. Teman-teman di Laboratorium Kimia Organik dan teman-teman angkatan 2007 atas kerjasamanya.
8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah membantu kelancaran penulis dalam menyusun skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih belum sempurna, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran demi perbaikan karya penulis di kemudian hari. Semoga karya ini dapat bermanfaat bagi kita semua serta perkembangan ilmu kimia.

Semarang, 2012

Penulis

RINGKASAN

Indonesia termasuk salah satu negara penghasil utama minyak atsiri di dunia. Salah satu contohnya adalah minyak lawang. Sejauh ini penggunaan minyak lawang di dalam negeri masih terbatas untuk obat gosok, obat kuat, penghilang rasa sakit seperti sakit tulang dan rematik. Selebihnya minyak lawang masih diekspor keluar negeri berupa bahan mentah dengan harga yang sangat rendah. Penelitian ini merupakan upaya meningkatkan nilai guna dari minyak lawang dengan memanfaatkan salah satu kandungan utamanya yaitu safrol. Safrol dapat diubah menjadi 3,4-metilendioksifenil-2-propanol yang merupakan senyawa antara inhibitor protease untuk mencegah infeksi dari virus HIV.

Safrol dapat diisolasi dari minyak lawang perdagangan dengan cara redistilasi dan ekstraksi menggunakan NaOH. Safrol yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR dan GC-MS. Sintesis 3,4-metilendioksifenil-2-propanol dilakukan melalui reaksi oksimerkurasi demerkurasi menggunakan $(\text{Hg}(\text{O}_2\text{CCH}_3)_2)\text{-NaBH}_4$. Produk sintesis kemudian dianalisis menggunakan GC-MS.

Safrol yang diperoleh berupa cairan minyak kekuningan berbau khas dengan rendemen 22,22%. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan FTIR memperlihatkan vibrasi C=C pada $1612,49\text{ cm}^{-1}$, C-H alifatis stretch pada $2978,09\text{ cm}^{-1}$, vibrasi C-H (aromatik) pada $3078,39\text{ cm}^{-1}$, vibrasi C-H bend pada $1442,75\text{ cm}^{-1}$, dan vibrasi C-O-C pada $1041,56\text{ cm}^{-1}$. Hal ini juga diperkuat oleh data MS yang menunjukkan adanya ion molekuler dengan $M^+ = 162$ yang merupakan puncak dasar sekaligus berat molekul dari safrol dengan pola fragmentasi m/z 162; 135; 105; 77; 63; 51; 39. Produk reaksi adisi safrol dihasilkan dengan rendemen 29,84% dan pada data MS yang menunjukkan ion molekuler dengan $M^+ = 180$ yang merupakan ion molekul senyawa 3,4-metilendioksifenil-2-propanol dengan pola fragmentasi m/z 180; 135; 106; 77; 63; 51; 39

SUMMARY

Indonesia is among the major countries producing essential oils in the world. One example is the cullilawan oil. So far the use of cullilawan oil in the country is still limited for liniment, tonic, pain relievers such as bone pain and rheumatism. The most cullilawan oil are exported abroad as raw material at very low price. This study is an attempt to increase the value of cullilawan oil by utilizing one of its main content is safrol. Safrol can be converted into 3,4-metilendioxyphenil-2-propanol a compound of protease inhibitors to prevent the infection from the HIV virus.

Safrol was isolated from market oil by redistillation and extraction using NaOH. Safrole obtained were characterized using FTIR spectrophotometer and GC-MS. Synthesis 3,4-metilendioxyphenil-2-propanol is done through oximercuration-demercuration using $(\text{Hg}(\text{O}_2\text{CCH}_3)_2)\text{-NaBH}_4$. The syntesis product was analized using FTIR spectrophotometer and GC-MS.

Safrole obtained was a liquid with a distinctive-smelling yellow oil yield 22.22% rendement. FTIR analysis showed C=C vibration on 1612.49 cm^{-1} , C-H alifatic strech on 2978.09 cm^{-1} , C-H vibration (aromatic) on 3078.39 cm^{-1} , bending vibration from C-H on $1442,75\text{ cm}^{-1}$, and C-O-C stretching absorbance on 1041.56 cm^{-1} . These evidences were strongly proved by MS data which showed ion moleculer with $M^+ = 162$ that indicated base peak and molecule weight from safrole with fragmentation pattern m/z 162; 135; 105; 77; 63; 51; 39. The addition of safrole had typical characteristic with 29,84% rendement and ion moleculer $M^+ = 180$ proved that was ion molecule of 3,4-methylenedioxyphenyl-2-propanol with fragmentation pattern m/z 180; 135; 106; 77; 63; 51; 39

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN I	ii
HALAMAN PENGESAHAN II	iii
KATA PENGANTAR	iv
RINGKASAN	vi
SUMMARY	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Tujuan Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
II.1. Minyak Lawang	4
II.2. Safrol.....	5
II.3. Reaksi Adisi	7
II.4. Spektrofotometer FTIR.....	9
II.5. Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (GC-MS).....	11
BAB III METODE PENELITIAN	13
III.1. Bahan dan Alat	13

III.1.1. Bahan	13
III.1.2. Alat	13
III.2. Prosedur Kerja	14
III.2.1 Redistilasi Minyak Lawang Perdagangan	14
III.2.2. Isolasi Safrol dari Minyak Lawang	14
III.2.3. Reaksi Adisi Safrol dengan Oksimerkuasi-Demerkurasi	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
IV.1. Redistilasi Minyak Lawang Perdagangan	16
IV.2. Isolasi Safrol dari Minyak Lawang	17
IV.3. Reaksi Adisi Safrol dengan Oksimerkurasi-Demerkurasi.....	20
BAB V PENUTUP	24
V.1. Kesimpulan	24
V.2. Saran	24
DAFTAR PUSTAKA	25
LAMPIRAN	27

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Korelasi gugus fungsional dalam spektra FTIR	11
Tabel IV.1 Data Hasil Distilasi Fraksinasi Minyak Lawang Perdagangan	17
Tabel VI.2 Data Spektra FTIR Safrol	19

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1. Struktur Safrol.....	6
Gambar II.2. Reaksi Oksimerkurasi-Demerkurasi	8
Gambar II.3. Reaksi Dissosiasi Merkuriium (II) Asetat.....	8
Gambar II.4. Reaksi Serangan Elektrofilik	8
Gambar II.5 Reaksi Serangan H ₂ O dan Pelepasan Proton	9
Gambar IV.1 Reaksi NaOH dengan Eugenol	18
Gambar IV.2 Spektra FTIR Senyawa Safrol	19
Gambar IV.3 Kromatogram GC Senyawa Safrol	19
Gambar IV.4 Spektogram Massa Senyawa Safrol	20
Gambar IV.5 Reaksi Oksimerkurasi	21
Gambar IV.6 Reaksi Demerkurasi	22
Gambar IV.7 Kromatogram GC Senyawa Safril Alkohol	22
Gambar IV.8 Spektogram Massa Senyawa Safril Alkohol	22

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Gambar Rangkaian Distilasi Fraksinasi dengan Pengurangan Tekanan.....	27
LAMPIRAN B. Gambar Sistem Refluks	28
LAMPIRAN C. Gambar Hasil Reaksi	29
LAMPIRAN D. Perhitungan Rendemen Hasil	30
LAMPIRAN E. Pola Fragmentasi Safrol	31
LAMPIRAN F. Pola Fragmentasi 3,4-Metilendioksifenil-2-Propanol	32
LAMPIRAN G. Skema Kerja Sintesis	33

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Kulilawang merupakan jenis tumbuhan yang selama ini sudah digunakan oleh masyarakat lokal Papua sebagai obat tradisional. Bagian yang dimanfaatkan dari tumbuhan ini adalah kulit yang diekstraksi untuk menghasilkan minyak. Minyak lawang merupakan salah satu minyak atsiri di Indonesia yang dapat diperoleh dari kulit tanaman Kulilawang (*Cinnamomum culilawan* Bl.) dengan cara distilasi uap (Sohilait dkk., 2001). Beberapa penelitian etnobotani pada masyarakat lokal Papua memberikan informasi bahwa minyak lawang biasa digunakan untuk sakit tulang dan obat kuat (Howay dkk., 2003).

Komponen minyak lawang adalah eugenol (40-50%), safrol (30-40%), dan senyawa lain dalam jumlah kecil seperti sinamaldehyd, linalool, kamfer dan benzil benzoat (Sohilait dkk., 2001). Sejauh ini penelitian pada eugenol telah banyak dilakukan sedangkan safrol belum banyak dilakukan penelitian. Oleh karena itu perlu penelitian khusus mengenai safrol.

Safrol merupakan minyak tidak berwarna atau sedikit kekuningan pada temperatur kamar, tetapi berbentuk kristal berwarna putih pada temperatur rendah (Guenter, 1990). Safrol memiliki karakteristik yaitu berbau tajam, bau sasafras dan rasa pedas, titik didih $234,5^{\circ}\text{C}$, titik bekunya -20°C untuk menjadi kristal dan meleleh pada 12°C , densitasnya 1,108, dan jika dipanaskan hingga 280°C tidak terdekomposisi. Tidak larut dalam air, larut dalam alkohol, kloroform, dan eter

(Budavaris, 1989). Safrol memiliki nama IUPAC yaitu 4-alil-1,2-metilendioksibenzena. Safrol dapat diperoleh dari isolasi minyak lawang dengan cara ekstraksi menggunakan larutan NaOH untuk memisahkan safrol dan eugenol. NaOH akan bereaksi dengan eugenol membentuk garam eugenolat sehingga eugenol dan safrol dapat dipisahkan (Nurhasanah, 2002).

Struktur safrol memiliki gugus fungsi yaitu metilendioksi, fenil, dan alil (Sastrohamidjojo, 2005), sehingga sangat memungkinkan untuk dapat diubah menjadi senyawa lain yang lebih berguna salah satunya dengan mengubah gugus alil pada safrol menjadi gugus alkohol yaitu senyawa 3,4-metilendioksifenil-2-propanol. French (1995) telah melakukan perubahan gugus alil pada safrol menjadi gugus alkohol melalui reaksi isomerisasi safrol dilanjutkan adisi HBr, HCOOH dalam H_2O_2 . Dalam proses ini tahapan reaksi cukup panjang sehingga perlu dicari alternatif lain salah satunya dengan adisi menggunakan merkuri asetat ($Hg(O_2CCH_3)_2$) dan natrium borohidrida ($NaBH_4$) atau biasa disebut dengan oksimerkurasi-demerkurasi.

Dalam penelitian ini akan dilakukan konversi gugus alkena dari gugus alil pada safrol menjadi gugus alkohol melalui reaksi oksimerkuasi demerkurasi (Kartashov dkk, 1998). Reagen yang digunakan dalam reaksi adisi ini adalah merkuri asetat ($Hg(O_2CCH_3)_2$) dan natrium borohidrida ($NaBH_4$) dengan perbandingan persentase komposisi berbeda yang dilakukan Kartasov. Metode ini dipilih karena memberikan hasil yang lebih efektif meskipun metode ini cukup lama dan rumit.

Senyawa 3,4-metilendioksifenil-2-propanol dapat direaksikan lebih lanjut dengan reaksi oksidasi menjadi safrol keton. Oksidator yang dapat digunakan adalah piridinium klorokromat (PCC) dalam pelarut CH_2Cl_2 (Beihoffer et al, 2005); (Singh and Vandana, 2006); dan (Ansari, 2009), dan piridinium dikromat (PDC) (Corey and Schmidt, 2006). senyawa 3,4-metilendioksifenil-2-propanon yang merupakan senyawa antara dalam pembuatan obat anti-HIV (Wang dkk. 2003).

I.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Memperoleh safrol dari minyak lawang
2. Memperoleh 3,4-metilendioksifenil-2-propanol dari safrol melalui reaksi adisi menggunakan merkurium asetat ($\text{Hg}(\text{O}_2\text{CCH}_3)_2$) dan natrium borohidrida (NaBH_4).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Minyak Lawang

Minyak lawang atau *Cinnamomum cullilawan* merupakan salah satu minyak atsiri yang diperoleh dari hasil distilasi tanaman kulilawang. Tanaman kulilawang (*Cinnamomum cullilawan* Bl.) termasuk dalam famili lauraceae yang tumbuh liar di hutan, memiliki ciri-ciri yaitu daun berlendir, kayu berwarna putih dan rapuh (Sastrohamidjojo, 2005). Bagian yang dimanfaatkan dari tumbuhan ini adalah kulit yang diekstraksi untuk menghasilkan minyak (Trianto dan Susanti, 2007).

Berikut ini taksonomi dari tanaman kulilawang yaitu :

Kingdom	: Plantae
Division	: Magnoliophyta (Flowering plants)
Class	: Magnoliopsida (Dicotyledons)
Order	: Laurales
Family	: Lauraceae
Genus	: Cinnamon
Species	: <i>Cinnamomun culilawan Blume</i>

(Guenter, 1990)

Minyak lawang mengandung beberapa komponen yaitu eugenol, metil eugenol, terpenoil dan safrol (Sastrohamidjojo, 2005). Dua komponen utama yaitu eugenol (40-50%) dan safrol (30-40%) , kedua komponen utama ini mempunyai

gugus alil yang telah dikonversikan menjadi senyawa keton (Anwar, 1994). Senyawa bahan aktif pada minyak lawang yang dimungkinkan dapat berperan sebagai bahan obat adalah eugenol dan safrol (Sastrohamidjojo, 2005).

Minyak lawang memiliki sifat-sifat sebagai berikut : berat jenis pada 15 °C adalah 1,06; putaran optiknya $-0^{\circ} 54'$; indeks bias pada 20° 1,534, dan memiliki karakteristik bau cengkeh dan pala, dan dapat dipastikan bahwa minyak yang berasal dari kulit beberapa spesies *Cinnamomum* memiliki kadar safrol yang bervariasi. Minyak lawang dapat digunakan di dalam parfum dan flavor bersama-sama dengan minyak pala dan cengkeh (Guenther, 1990). Selain itu, minyak lawang biasa digunakan untuk sakit tulang dan obat kuat (mengembalikan stamina) oleh masyarakat Papua (Howay dkk., 2003). Minyak lawang juga dimanfaatkan oleh masyarakat Tandia di Wasior, Kabupaten Teluk Wondama dengan cara membakar bagian kulitnya untuk dijadikan sebagai minyak gosok (Worabai dkk., 2001).

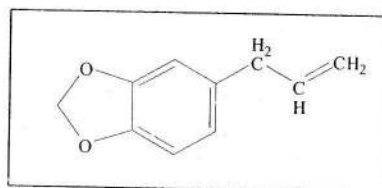
II.2 Safrol

Safrol merupakan minyak tidak berwarna dan sedikit kekuningan pada temperatur kamar, tetapi berbentuk kristal berwarna putih pada temperatur rendah (Guenther, 1990). Safrol memiliki karakteristik yaitu berbau tajam, bau sasafras dan rasa pedas, titik didih 234,5°C, titik bekunya -20°C dan meleleh pada 12°C, densitasnya 1,108, dan jika dipanaskan hingga 280°C tidak terdekomposisi. Tidak larut dalam air, larut dalam alkohol, kloroform, dan eter. Struktur safrol memiliki kemiripan dengan eugenol yaitu keduanya mempunyai gugus alil sehingga mudah

untuk disintesis menjadi senyawa-senyawa derivatnya (Sastrohamidjojo, 2004). Safrol jika dipanaskan dengan potasium hidroksida akan terbentuk isosafrol yang lebih beracun dari safrol. Safrol tahan reduksi terhadap sodium, namun isosafrol mudah direduksi menjadi dihidro-safrol. Jika safrol dioksidasi dengan asam kromat maka akan terbentuk piperonal atau heliotropin dan asam piperonilik yang memiliki nilai ekonomi yang lebih besar.

Safrol dapat diperoleh dari isolasi minyak lawang dengan cara ekstraksi menggunakan larutan NaOH untuk memisahkan safrol dengan eugenol. Eugenol akan bereaksi dengan NaOH membentuk garam eugenolat, sehingga dapat terpisah dengan safrolnya. Selanjutnya larutan yang mengandung safrol dimurnikan dengan redistilasi pengurangan tekanan (Sastrohamidjojo, 2004). Safrol digunakan secara luas dalam bidang farmasi seperti obat mulut, pasta gigi dan pengharum sabun serta digunakan untuk penyegar minuman tertentu. Safrol dapat juga diubah menjadi isosafrol kemudian menjadi piperonal (heliotropin) (Sastrohamidjojo, 2005).

Safrol memiliki nama IUPAC yaitu 4-alil-1,2-metilendioksibenzena, termasuk senyawa yang menarik karena mengandung gugus fungsi yaitu metilendioksi, fenil, dan alil. Mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{10}O_2$, berat molekul 162,10 dan merupakan metilen eter dari alil pirokatesin. Struktur kimia safrol adalah sebagai berikut :



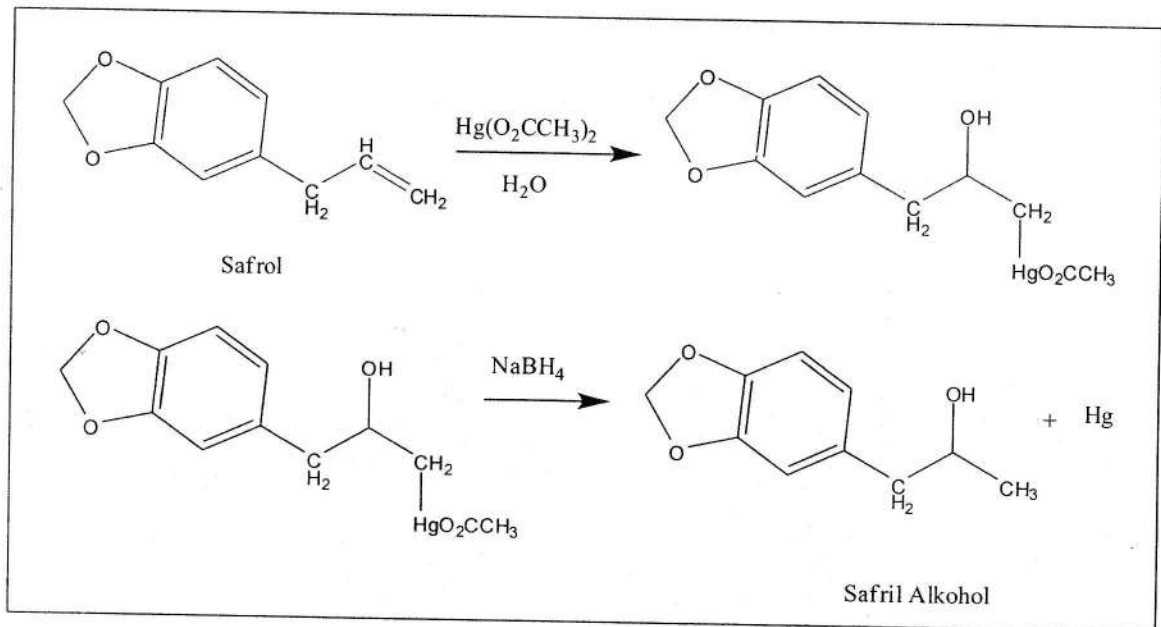
Gambar II.1 Safrol

II.3 Reaksi Adisi

Reaksi adisi adalah suatu reaksi dimana ikatan pi terputus dan pasangan elektronnya digunakan untuk membentuk dua ikatan sigma baru. Dalam tiap kasus, atom karbon sp^2 di rehibridisasi menjadi sp^3 . Senyawa yang mengandung ikatan pi biasanya berenergi lebih tinggi daripada senyawa yang sepadan yang hanya mengandung ikatan sigma. Oleh karena itu suatu reaksi adisi biasanya eksoterm.

Pada umumnya, ikatan rangkap karbon-karbon tidak diserang oleh nukleofil karena tak memiliki atom karbon yang positif parsial untuk dapat menarik nukleofil. Namun elektron pi yang tak terlindungi oleh ikatan karbon-karbon akan menarik elektrofil (E^+) seperti H^+ . Oleh karena itu banyak reaksi alkena dan alkuna diawali dengan suatu serangan elektrofil yaitu suatu tahap reaksi yang menghasilkan sebuah karbokation. Kemudian karbokation itu diserang oleh sebuah nukleofil dan menghasilkan produk.

Merkurium asetat dan air mengadisi alkena dalam suatu reaksi yang disebut oksimerkurasi. Reaksi ini berlangsung tanpa penataan ulang. Produk oksimerkurasi biasanya direduksi dengan natrium borohidrida yang disebut demerkurasi yang menghasilkan alkohol. Reaksi oksimerkurasi-demerkurasi biasanya menghasilkan alkohol dengan rendemen yang lebih baik daripada adisi air dengan H_2SO_4 (Fesenden dan Fessenden, 1997).

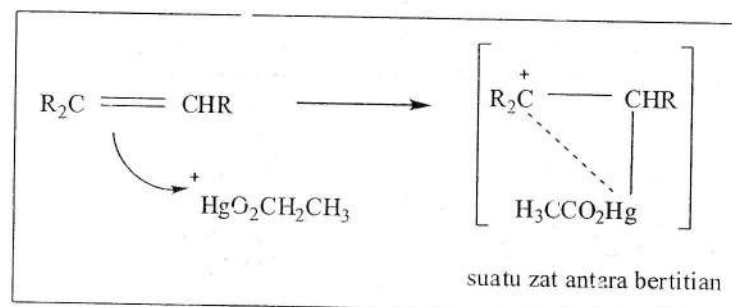


Gambar II.2 Reaksi oksimerkurasi-demerkurasi

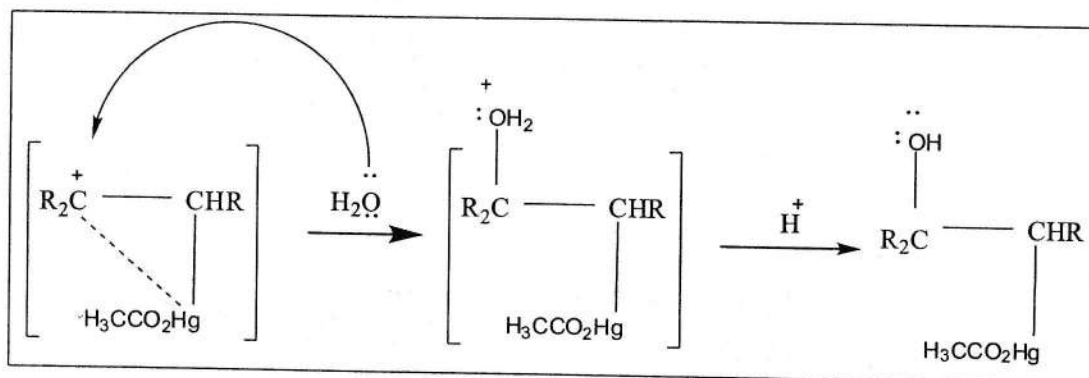
Adisi dimulai dengan serangan elektofilik HgO_2CCH_3 yang diikuti serangan nukleofilik H_2O . Karena tak terjadi penataan ulang, zat antara yang terbentuk oleh serangan elektofilik kiranya bukan suatu karbokation sejati. Di pihak lain karena aturan Markovnikov dipatuhi, zat antara itu memiliki karakter karbokation sekedarnya. Kedua fakta ini dapat dijelaskan dengan mempostulatkan suatu ion bertitian atau ion siklik, sebagai suatu zat antara.



Gambar II.3 Reaksi Disosiasi merkuri (II) asetat :



Gambar II.4 Reaksi serangan elektofilik



Gambar II.5 Reaksi serangan H_2O dan pelepasan proton

Reaksi zat antara sangat mirip dengan reaksi karbokation. Perbedaannya adalah bahwa Hg terikat secara parsial pada tiap karbon ikatan rangkap dan tak dapat terjadi penataan ulang. Karbon yang lebih positif dalam zat bertitik (karbon yang diserang H_2O) dapat diramalkan oleh pengetahuan akan kestabilan karbokation (tersier > sekunder > primer). Stereoselektivitas dalam reaksi adisi ikatan rangkap tergantung pada orientasi dari atom atau gugus yang akan ditambahkan pada ikatan rangkap tersebut. Kedua gugus tersebut dapat menyerang pada sisi yang sama ataupun berlawanan sehingga diperoleh produk *syn* atau *anti adisi* (Carey, 2003).

II.4 Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Spektrofotometer FTIR merupakan spektrofotometer yang berhubungan dengan daerah inframerah dari spektrum elektromagnetik. Seperti halnya semua teknik spektrofotometer, spektrofotometer ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu komponen dan untuk menyelidiki komposisi dari suatu sampel. Spektrofotometer FTIR dapat digunakan untuk mendeteksi gugus

fungsional, dimana tiap gugus fungsional memiliki daerah absorpsi tertentu yang khas.

Daerah spektra yang terdiri dari vibrasi ulur ikatan tunggal dan vibrasi tekuk dari sistem molekul disebut daerah sidik jari. Daerah spektra ini disebut sidik jari karena pada daerah ini setiap molekul mempunyai spektra yang berbeda dan spesifik. Oleh sebab itu spektra serapan yang dihasilkan merupakan gabungan atau hasil dari berbagai interaksi ini dan bergantung pada struktur keseluruhan. Metode Spektroskopi inframerah dapat digunakan untuk penentuan gugus fungsional struktur, khususnya senyawa organik dan juga untuk analisis kuantitatif, seperti penentuan kadar pencemar udara (Khopkar, 1990). Penggunaan spektrum inframerah pada bidang kimia hampir menggunakan daerah dari $650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ($15,4 - 2,5\text{ }\mu\text{m}$). Daerah dengan frekuensi lebih rendah 650 cm^{-1} disebut inframerah jauh dan daerah dengan frekuensi lebih tinggi dari 4000 cm^{-1} disebut inframerah dekat. Inframerah jauh dikaitkan dengan perubahan-perubahan rotasi dalam molekul. Inframerah dekat terutama menunjukkan serapan-serapan "*harmonic overtones*" dari vibrasi pokok yang terdapat pada daerah "normal".

Menurut Hendayana (1994), atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergerak). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat dimisalkan sebagai dua bola yang dihubungkan oleh suatu pegas. Bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul – molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi.

Pengabsorbsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer FTIR, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi / panjang gelombang. Tabel berikut merupakan daftar korelasi gugus fungsi dalam spektrofotometer inframerah.

Tabel II.1 Korelasi gugus fungsional dalam spektra FTIR (Sastrohamidjojo, 2001)

Jenis vibrasi	Frekuensi (cm ⁻¹)	Intensitas
C-H alkana (<i>stretch</i>)	3000-2850	Tajam
-CH ₃ (<i>bending</i>)	1450-1375	Sedang
-CH ₂ (<i>bending</i>)	1465	Sedang
Alkena (<i>stretch</i>)	3100-3000	Sedang
(kel, bidang)	1000-650	Tajam
Alkuna (<i>stretch</i>)	3300	Tajam
Aromatik (<i>stretch</i>)	3150-3050	Tajam
(kel, bidang)	900-690	Tajam
Aldehida	2900-2800	Lemah
	2800-2700	Lemah
C=C Alkena	1650-1600	Sedang-Lemah
Aromatik	1600-1475	Sedang-Lemah
C=O Aldehida	1740-1720	Tajam
Keton	1725-1705	Tajam
Asam karboksilat	1725-1700	Tajam
Ester	1750-1730	Tajam
C-O Alkohol, eter, ester, asam karboksilat, anhidrida	1300-1000	Tajam
O-H Alkohol, fenol		
Bebas	3650-3600	Sedang
Ikatan H	3500-3200	Sedang
Asam karboksilat	3400-2400	Sedang

II.5 Kromatografi Gas - Spektroskopi Massa (GC-MS)

Kromatografi gas (GC) merupakan suatu metode pemisahan komponen campuran dimana cuplikan di antara dua fasa, yaitu gas sebagai fasa gerak yang membawa cuplikan dan fasa diam yang menahan cuplikan secara selektif. Syarat

suatu cuplikan dapat dianalisis dengan GC adalah derivatnya harus bersifat volatil. Senyawa dipisahkan berdasarkan distribusi diantara fasa diam dengan adsorpsi maupun partisi. Perbedaan distribusi senyawa ditentukan oleh besar kecilnya massa molekul, kepolaran senyawa, titik didih, dan kuat lemah interaksi dengan fasa diamnya (Khopkar, 1990).

Spektrometer massa adalah suatu instrumen yang dapat menyeleksi molekul-molekul gas bermuatan berdasarkan massa atau beratnya. Dalam spektrometer massa, senyawa organik ditembak dengan berkas elektron dari molekul menghasilkan radikal kation dan proses ini dapat dinyatakan sebagai $M \rightarrow M^+$. Ion molekuler M^+ biasanya terurai menjadi sepasang fragmen yang dapat berupa radikal dan ion atau molekul kecil dan radikal kation. Hanya ion positif saja yang dicatat oleh detektor (Sastrohamidjojo, 2001).

Alat spektrometer massa yang digunakan terdiri dari sistem masukan, sumber ion, penganalisis massa, detektor, pengolahan sinyal, dan pembacaan. Gabungan kromatografi gas dan spektrometer massa disebut GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) (Hendayana, 1994)