

**SINTESIS SITRONELIL PROPIONAT MELALUI REAKSI
ESTERIFIKASI *FISCHER* ANTARA ASAM PROPIONAT
DAN SITRONELOL HASIL REDUKSI SITRONELEL**

**SYNTHESIS OF CITRONELLYL PROPIONATE THROUGH *FISCHER*
ESTERIFICATION REACTION BETWEEN PROPIONIC ACID
AND CITRONELLOL FROM REDUCTION PRODUCT OF
CITRONELLAL**

Tesia Aisyah Rahmania, C. Budimarwanti

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

cornelia_budimarwanti@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa sitronelol dari reduksi sitronelal menggunakan NaBH_4 dan mensintesis sitronelil propionat melalui reaksi esterifikasi *Fischer* antara asam propionat dan sitronelol hasil reduksi.

Penelitian ini dimulai dengan mereduksi sitronelal menjadi sitronelol menggunakan reduktor NaBH_4 dan pelarut etanol pada suhu 76°C selama 1 jam. Kemudian, hasil reduksi sitronelal direaksikan dengan asam propionat melalui reaksi esterifikasi *Fischer* menggunakan katalis asam sulfat pekat pada suhu 48°C selama 2 jam. Senyawa hasil reduksi sitronelal dan hasil esterifikasi *Fischer* diidentifikasi menggunakan KLT, spektrometer IR, dan spektrometer GC-MS.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa reduksi sitronelal menghasilkan sitronelol berupa cairan jernih tak berwarna dengan kemurnian 94,38% (rendemen 83,45%). Hasil reaksi esterifikasi *Fischer* antara asam propionat dengan sitronelol menghasilkan sitronelil propionat berupa cairan jernih tak berwarna dengan kemurnian 62,11% (rendemen 29,09%).

Kata kunci : reduksi, sitronelol, esterifikasi *Fischer*, sitronelil propionat.

Abstract

The purpose of the experiment were to get citronellol from reduction citronellal using NaBH_4 and citronellyl propionate through *fischer* esterification reaction between propionic acid and citronellol as reduction product.

This research was started by reducing citronellal to citronellol using NaBH_4 as a reductor and ethanol as a solvent at 76°C for 1 hour. Then, the reduction product of citronellal reacted with propionic acid through *Fischer* esterification reaction using concentrated H_2SO_4 as a catalyst at 48°C for 2 hours. Reduction product of citronellal and *Fischer* esterification product were characterized by TLC, IR spectrometer, and GC-MS spectrometer.

The result of this research shows that reduction of citronellal produced citronellol as clear liquid with 94.38% purity (83.45% yield). The result of *Fischer* esterification reaction between propionic acid and citronellol produced citronellyl propionate as clear liquid with 62.11% purity (29.09% yield).

Key words: reduction, citronellol, *Fischer* esterification, citronellyl propionate.

PENDAHULUAN

Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan maka banyak dihasilkan temuan-temuan baru melalui hasil eksperimen dan penelitian. Salah satu penelitian yang sedang banyak dilakukan yaitu penelitian tentang minyak atsiri.

Menurut Guenther [1] minyak atsiri adalah senyawa organik yang diperoleh dari hasil metabolit sekunder tanaman dimana komposisi kimia minyak atsiri tergantung pada jenis tumbuhan, daerah tempat tumbuh, iklim dan bagian yang diambil minyaknya. Salah satu contoh minyak atsiri adalah minyak sereh.

Senyawa utama penyusun minyak sereh adalah sitronelal, sitronelol dan geraniol [2]. Sastrohamidjojo [3] telah

melakukan perubahan sitronelal menjadi berbagai senyawa, salah satunya adalah mengubah sitronelal menjadi sitronelol melalui reaksi reduksi. Sitronelol memiliki rumus molekul $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$ (3,7-dimetil-6-okten-1-ol), dalam dunia perdagangan sitronelol dikenal dengan nama Rhodinol (campuran sitronelol dan geraniol) [4]. Sitronelol ini yang kemudian menjadi bahan dasar dalam sintesis ester untuk pembuatan *fragrance*.

Ester merupakan komponen terpenting dalam pembentukan minyak wangi dalam buah dan bunga [5]. Sitronelil propionat merupakan salah satu ester yang terbentuk dari reaksi antara sitronelol dan asam propionat yang biasa digunakan

sebagai bahan parfum untuk sabun dan detergen [6].

Berdasarkan uraian di atas maka penelitian ini dilakukan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi senyawa sitronelil propionat melalui reaksi esterifikasi antara sitronelol dan asam propionat dengan bantuan katalis asam sulfat. Sitronelol yang digunakan berasal dari hasil reduksi sitronelal dengan suatu reduktor yaitu NaBH_4 , sedangkan asam yang digunakan berupa asam propionat.

METODE PENELITIAN

Alat

Peralatan gelas, satu set alat refluks, pH-meter, mortir dan stamper, neraca analitik, aluminium foil, KLT, Spektrometer FTIR NICOLET AVATAR 360 IR, Spektrometer GC-MS QP SHIMADZU.

Bahan

Sitronelal p.a Merck, asam propionat p.a Merck, Etanol p.a Merck, NaBH_4 p.a Merck, Na_2SO_4 anhidrat p.a Merck, n-heksana p.a Merck, kloroform p.a Merck, H_2SO_4 pekat p.a Merck, HCl 20% dan akuades.

Prosedur Kerja

Reduksi Sitronelal dengan NaBH_4

Prosedur ini merupakan adaptasi dari penelitian Mustikowati dkk [7]. Ke dalam labu leher tiga yang telah dilengkapi seperangkat alat refluks dimasukkan 1,26 gram (0,033 mol) NaBH_4 dan 14 mL etanol. Campuran diaduk, kemudian ditambahkan 10,3 gram (0,067 mol) sitronelal (perbandingan mol sitronelal dan NaBH_4 2:1) dan direfluks selama 1 jam pada suhu 76°C . Setelah refluks selesai, campuran didinginkan dan ditambah akuades sebanyak 14 mL kemudian diaduk selama 30 menit dan ditambahkan HCl 20% hingga pH 2. Campuran reaksi diaduk dalam suhu 30°C selama 15 menit. Hasil refluks dimasukkan dalam corong pisah untuk memisahkan fasa organik dengan fasa airnya. Fasa organik yang diperoleh ditambah dengan Na_2SO_4 anhidrat, lalu disaring dan diidentifikasi dengan KLT, spektrometer IR, dan GC-MS. Produk reduksi sitronelal kemudian direaksikan dengan asam propionat.

Reaksi Esterifikasi

Prosedur ini merupakan adaptasi dari penelitian Budhiasih [8]. Sebanyak 0,8129 g (0,011 mol) asam propionat dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan ditambahkan 1 tetes asam sulfat pekat. Campuran diaduk selama 15 menit. Selama pengadukan, ditambahkan sebanyak 1,656 g hasil reduksi sitronelal lalu diaduk selama 2 jam pada suhu 48°C. Hasil esterifikasi ditambahkan dengan Na₂SO₄ anhidrat, ditimbang dan diidentifikasi dengan KLT, spektrometer IR, dan GC-MS.

HASIL DAN DISKUSI

Reduksi Sitronelal Menjadi Sitronelol dengan NaBH₄

Proses reduksi sitronelal menjadi sitronelol dilakukan untuk mereduksi gugus fungsi aldehida pada senyawa sitronelal menjadi gugus alkohol menggunakan reduktor NaBH₄ dan pelarut etanol. Hasil reduksi sitronelal memiliki berat 9,2584 gram, berwujud cairan jernih tak berwarna dan berbau harum.

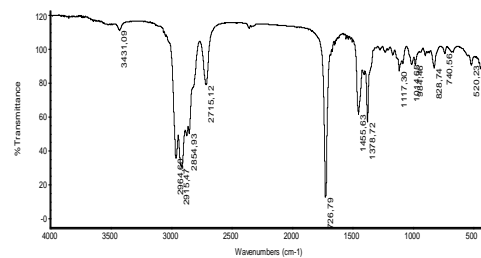
Identifikasi dengan KLT

Senyawa hasil reduksi diidentifikasi dengan KLT menggunakan eluen kloroform : n-

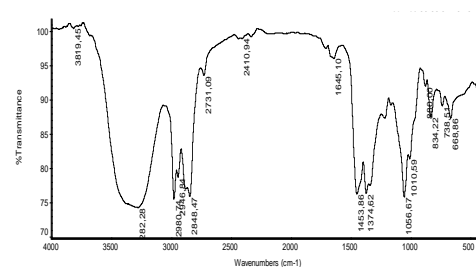
heksana (1 : 2). Faktor retensi (Rf) sitronelal adalah 0,78, sedangkan senyawa hasil reduksi sebesar 0,42 dengan jarak tempuh 5 cm. Senyawa sitronelal memiliki tingkat kepolaran lebih rendah dibandingkan dengan sitronelol sehingga sitronelal memiliki harga Rf lebih tinggi.

Analisis dengan spektrometer IR

Spektrum inframerah senyawa sitronelal tersaji pada Gambar 1 dan spektrum inframerah senyawa hasil reduksi sitronelal pada Gambar 2 berikut:



Gambar 1. Spektrum Inframerah Senyawa Sitronelal



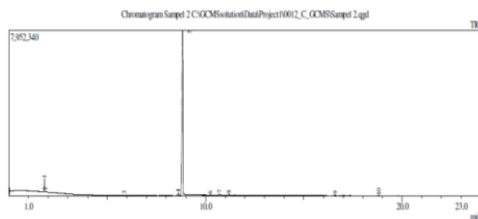
Gambar 2. Spektrum Inframerah Senyawa Hasil Reduksi Sitronelal

Spektrum inframerah dari senyawa sitronelal dan senyawa hasil dari reduksi sitronelal dapat diketahui adanya perbedaan serapan gugus

fungsi yang muncul pada kedua spektrum tersebut yang menunjukkan telah terbentuknya suatu senyawa alkohol dengan hilangnya serapan gugus fungsi C=O aldehida ($1726,79\text{ cm}^{-1}$) dan C-H aldehida ($2715,12\text{ cm}^{-1}$) pada spektrum sitronelal. Sedangkan pada spektrum hasil reduksi sitronelal terdapat serapan gugus fungsi -OH ($3282,28\text{ cm}^{-1}$).

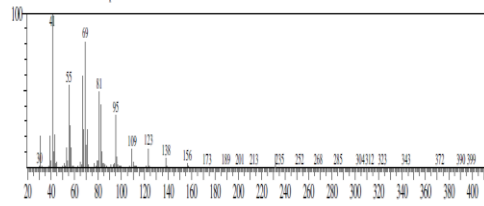
Identifikasi menggunakan GC-MS

Kromatogram GC senyawa hasil reduksi sitronelal dapat dilihat pada Gambar 3 berikut:

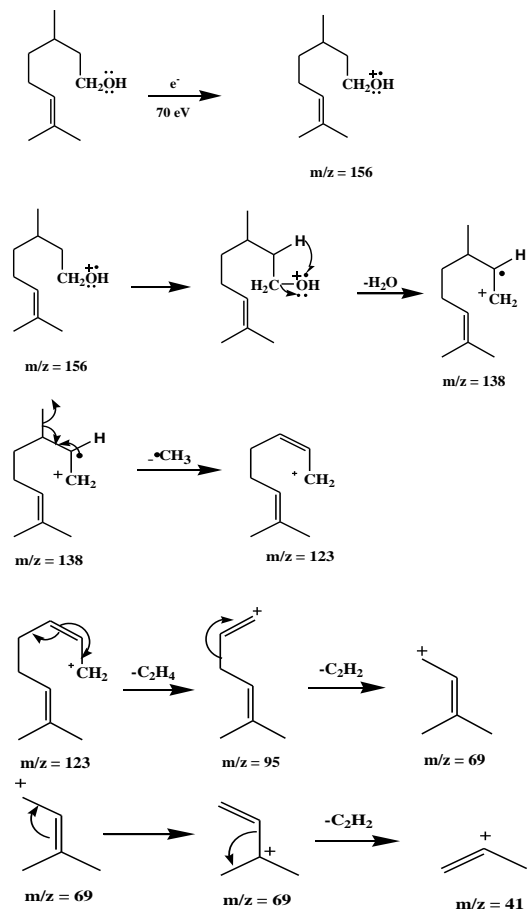


Gambar 3. Kromatogram GC Senyawa Hasil Reduksi Sitronelal

Senyawa hasil reduksi memiliki kemurnian sebesar 94,38% dan waktu retensi 8,837 menit yang merupakan puncak dari senyawa sitronelol. Massa atom relatif dan fragmentasi senyawa hasil reduksi sitronelal diketahui dari spektrum massa dan fragmentasi yang terjadi seperti pada Gambar 4 dan 5 berikut:



Gambar 4. Spektrum Massa Puncak Ke-5 dengan Rt 8,837 menit Hasil Reaksi Reduksi Sitronelal



Gambar 5. Fragmentasi GC-MS Hasil Reduksi Sitronelal

Pada penelitian ini diperoleh massa campuran hasil reduksi sebanyak 9,2584 gram. Rendemen sitronelol yang dihasilkan adalah 83,45%.

Sintesis Sitronelil Propionat

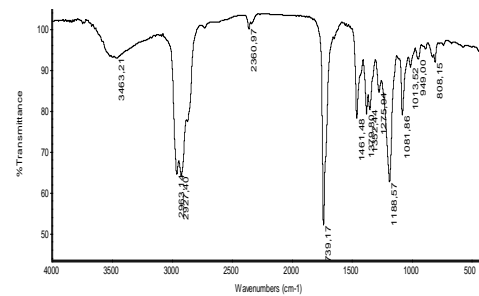
Sitronelol yang dihasilkan dari reaksi reduksi ditambahkan dengan asam propionat menggunakan katalis asam sulfat pekat. Hasil reaksi esterifikasi diperoleh 0,993 gram berwujud cairan jernih tak berwarna dan berbau harum.

Identifikasi dengan KLT

Senyawa hasil reaksi esterifikasi diidentifikasi dengan KLT menggunakan eluen kloroform : n-heksana (1 : 2). Rf untuk sitronelol adalah 0,39, sedangkan untuk senyawa hasil esterifikasi sebesar 0,81 dengan jarak tempuh 5,3 cm. Senyawa sitronelil propionat memiliki tingkat kepolaran lebih rendah dibandingkan dengan sitronelol sehingga sitronelil propionat memiliki harga Rf lebih tinggi. Senyawa sitronelol akan terikat lebih kuat pada plat KLT yang bersifat polar.

Analisis dengan spektroskopi FTIR

Spektrum inframerah senyawa hasil esterifikasi tersaji pada Gambar 6 berikut:

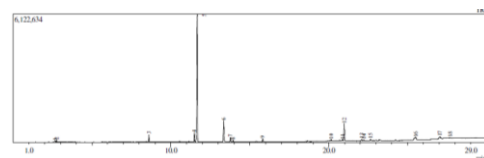


Gambar 6. Spektrum Inframerah Senyawa Hasil Esterifikasi

Spektrum inframerah senyawa hasil esterifikasi masih menunjukkan adanya serapan gugus alkohol ($-OH$) dengan intensitas lebih kecil, serapan ini merupakan serapan gugus ($-OH$) dari sisa sitronelol yaitu pada daerah $3282,28\text{ cm}^{-1}$ dan senyawa ester yang ditandai dengan adanya serapan gugus fungsi karbonil ($C=O$) pada daerah $1739,17\text{ cm}^{-1}$ serta terdapat serapan gugus fungsi $C-O-C$ pada daerah $1188,57\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada daerah serapan $2927,40\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus $C-H$ alkana.

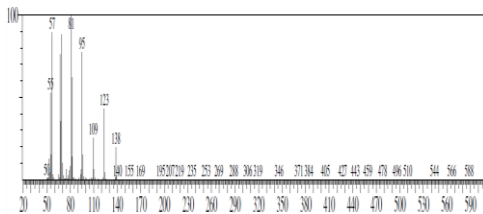
Identifikasi menggunakan GC-MS

Kromatogram GC senyawa hasil esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 7 berikut:

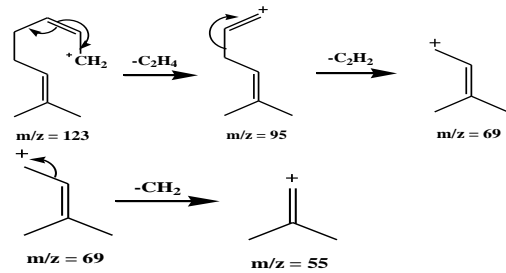
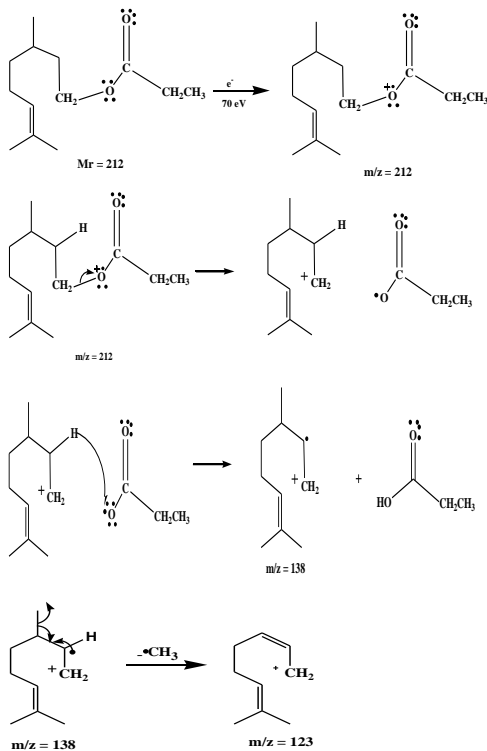


Gambar 7. Kromatogram GC Senyawa Hasil Esterifikasi

Senyawa hasil esterifikasi memiliki kemurnian sebesar 62,11% dan waktu retensi 11,671 menit merupakan puncak dari senyawa sitronelil propionat. Massa atom relatif dan fragmentasi senyawa hasil esterifikasi diketahui dari spektrum massa seperti pada Gambar 8 dan 9 berikut:



Gambar 8. Spektrum Massa Puncak Ke-5 dengan Rt 11,671 menit Hasil Reaksi Esterifikasi



Gambar 9. Fragmentasi GC-MS Hasil Esterifikasi Fischer Antara Sitronelol dan Asam Propionat

Reaksi esterifikasi ini mendapatkan massa campuran sebanyak 0,993 gram. Rendemen sitronelil propionat yang dihasilkan adalah 29,09%.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil reduksi diperoleh senyawa target sitronelol dengan kemurnian 94,39% dan rendemen sebesar 83,45%. Sedangkan pada sintesis esterifikasi Fischer diperoleh senyawa target ester sitronelil propionat dengan kemurnian 62,11% dan rendemen sebesar 29,09%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ibu C. Budimarwanti, M.Si selaku Pembimbing Penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

1. Guenther, E. (2006). *Minyak Atsiri*. Jilid 1. Penerjemah: Ketaren S. Jakarta: Peneliti UI Press.
2. Endah Sayekti, Imelda H.S, Titin A. Z. (2015). Reaksi Substitusi Gugus Hidroksi Pada Sitronelol dengan Klorida Menggunakan Campuran Amonium Klorida dan Asam Sulfat. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia*,11(2),Hlm.135-146.
3. Sastrohamidjojo, H. (1981) . A Study of Some Indonesian Essential Oils, *Disertasi*, FMIPA UGM, Yogyakarta.
4. Kaniawati, D., A. Kadorohman, G. Dwiyantri. (2004). *Konversi Sitronelal Hasil Isolasi Minyak Sereh Wangi menjadi Sitronelol dan Isopulegol*. Seminar Nasional Penelitian dan Pendidikan Kimia. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia.
5. Carey, A. Francis. (2000). *Organic Chemistry 4th. Ed.* United States: McGraw Hill Companies.
6. Kadarohman, A. (2006). Minyak Atsiri Sebagai Teaching Material Dalam Proses Pembelajaran Kimia. *Jurnal Pengajaran MIPA*,8(2),Hlm. 58-71.
7. Mustikowati, Kusoro S, Kusuma. (2013). Transformasi Sitronelal menjadi Sitronelol dengan Menggunakan Reduktor NaBH_4 dan Hidrogenasi TerkatalisNi/Zeolit Beta. *Indonesian Journal of Chemical Science*,1,Hlm. 81-86.
8. Budhiasih. (2010). Sintesis Sitronelil Asetat dari Sitronelol dengan Anhidrida Asetat. *Skripsi*. FMIPA UM: Malang.

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Pembimbing 1 pada tanggal 13 April 2016



C. Budimarwanti, M. Si
NIP. 19660330 199002 2 001

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Penguji Utama pada tanggal 11 April 2016



Prof. Dr. Hj. Indyah Sulistyono, MS
NIP. 19510406 198503 2 001

