

SINTESIS SINAMIL BENZOAT MELALUI REAKSI ESTERIFIKASI ANTARA BENZOIL KLORIDA DAN SINAMIL ALKOHOL HASIL REDUKSI SINAMALDEHIDA

SYNTHESIS OF CINNAMYL BENZOATE THROUGH ESTERIFICATION BETWEEN BENZOYL CHLORIDE AND CINNAMYL ALCOHOL FROM REDUCTION PRODUCT OF CINNAMALDEHYDE

Maghisya Tri Oktanni & C. Budimarwanti

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

e-mail: cornelia_budimarwanti@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa sinamil benzoat melalui reaksi esterifikasi antara asam asetat dengan sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehida. Penelitian ini dimulai dengan mereduksi sinamaldehida menjadi sinamil alkohol menggunakan reduktor NaBH_4 pada suhu kamar. Kemudian, hasil reduksi sinamaldehida direaksikan dengan benzoil klorida dan piridina pada suhu kamar selama 4 jam. Senyawa hasil reduksi sinamaldehida dan hasil reaksi esterifikasi diidentifikasi dengan menggunakan KLT, Spektrofotometer IR, dan spektrofotometer GC-MS. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa reduksi sinamaldehida menghasilkan cairan berwarna kuning jerami yang mengandung sinamil alkohol dengan kadar 81,31% dan rendemen 63,94%. Hasil reaksi esterifikasi antara benzoil klorida dan sinamil alkohol menghasilkan cairan coklat yang mengandung sinamil benzoat dengan kadar 12,44% dan rendemen 5,78%.

Kata kunci: reduksi, sinamil alkohol, esterifikasi, sinamil benzoat

Abstract

The purpose of the experiment was to synthesis cinnamyl benzoate through esterification reaction between benzoyl chloride and cinnamyl alcohol from reduction product of cinnamaldehyde. This research was started by reducing cinnamaldehyde to cinnamyl alcohol using NaBH_4 reductor at room temperature. Then, the reduction product of cinnamaldehyde reacted with benzoyl chloride through esterification reaction using pyridine at room temperature for 4

hours. The product of reduction and esterification was characterized by TLC, IR spectrometer, and GC-MS spectrometer. The result of this research shows that reduction of cinnamaldehyde produced yellow liquor that contain cinnamyl alcohol with content 81.31% and 63.94% random. The result of esterification reaction between benzoyl chloride and cinnamyl alcohol produce brown liquor that contain cinnamyl benzoate with content 12.44% and 5.78% random.

Key words: reduction, cinnamyl alcohol, esterification, cinnamyl benzoate.

PENDAHULUAN

Minyak atsiri atau yang dikenal sebagai minyak eteris (*aetheric oil*), adalah kelompok besar minyak nabati yang merupakan bahan dasar dari wangi-wangian atau minyak gosok. Dalam perdagangan minyak atsiri dikenal sebagai bibit minyak wangi [1]. Usaha untuk meningkatkan nilai tambah minyak atsiri yaitu dengan mengisolasi komponen-komponen penyusunnya dan kalau memungkinkan diubah menjadi turunannya yang lebih berguna. Salah satu golongan zat aktif tabir surya adalah senyawa turunan sinamat [2].

Sinamaldehida merupakan komponen utama minyak kayu manis [3]. Sinamaldehida merupakan senyawa yang memiliki gugus fungsi aldehida dan alkena terkonjugasi

cincin benzena. Penelitian Ping dkk. [4] menyebutkan bahwa minyak kayu manis memiliki efek antidiabetes pada tikus, sedangkan komponen yang terkandung dalam minyak kayu manis adalah sinamaldehida (42-75%), sinamil asetat, karyofilen, linalool, eugenol. Sinamaldehida yang terkandung dalam minyak kayu manis bermanfaat sebagai antidiabetes [5].

Sinamaldehida memiliki gugus fungsional aldehida, maka dapat dilakukan reaksi reduksi menggunakan reduktor, misalnya dengan NaBH_4 atau dengan LiAlH_4 menjadi sinamil alkohol. Terdapat 2 bentuk konformasi dari struktur sinamaldehida yaitu trans-sinamaldehida dan cis-sinamaldehida [6]. Sinamil alkohol merupakan

suatu senyawa organik yang memiliki gugus fungsi –OH dan apabila direaksikan dengan suatu asil halida dengan bantuan piridina melalui reaksi esterifikasi akan menghasilkan suatu senyawa ester [7]. Sinamil benzoat merupakan senyawa *antimycotic* yang disintesis dari reaksi esterifikasi antara benzoil klorida dengan sinamil alkohol dengan bantuan piridina dan hasilnya cairan berwarna oranye yang mempunyai titik didih 37°C [8].

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa sinamil alkohol dari reduksi sinamaldehyda dengan menggunakan natrium borohidrida, dan mensintesis senyawa sinamil benzoat melalui reaksi esterifikasi senyawa sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehyda dengan benzoil klorida. Hasil reaksi reduksi sinamaldehyda dan reaksi esterifikasi yang diperoleh diidentifikasi dengan KLT, spektroskopi IR, spektroskopi GC-MS.

METODE PENELITIAN

Alat yang diperlukan adalah Spektrofotometer GC-MS Shimadzu QP-2010S, Spektrofotometer IR

Shimadzu 8201PC, Satu set alat refluks, Satu set alat KLT, Neraca analitik, Spatula, Aluminium foil, Kertas saring, Alat-alat gelas laboratorium. Bahan yang diperlukan adalah Sinamaldehyda p.a. Merck, Benzoil klorida Em.801804, Piridina p.a Merck, Etanol absoulut p.a. Merck, NaBH₄ p.a Merck, Dietil eter p.a. Merck, HCl p.a Merck, CH₂Cl₂ p.a. Merck, CaCl₂ p.a Merck, Akuades, Plat KLT Merck Si gel 60 GF₂₅₄.

Penelitian ini dilakukan melalui 2 tahap, yaitu sintesis sinamil alkohol dari reduksi sinamaldehyda menggunakan natrium borohidrida dan esterifikasi sinamil benzoat dari sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehyda dengan benzoil klorida.

Tahap pertama yaitu sintesis sinamil alkohol dari reduksi sinamaldehyda menggunakan natrium borohidrida. Sinamaldehyda sebanyak 10,56 gram (0,08 mol) dimasukkan dalam labu leher tiga 250 mL yang dilengkapi dengan *water bath* dan pengaduk magnet. Sebanyak 0,76 gram (0,02 mol) NaBH₄ dilarutkan dalam 40 mL

etanol absolut dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Campuran diaduk selama 40 menit menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu kamar. Kemudian campuran diasamkan dengan HCl 6 M disertai pengadukan sampai pH = 4,5. Campuran kemudian disaring sehingga didapatkan residu dan filtrat. Filtrat yang diperoleh kemudian diekstraksi tiga kali, masing-masing menggunakan CH₂Cl₂ sebanyak 15 mL. Fasa organik dikeringkan dengan CaCl₂ kemudian disaring. Filtrat disimpan untuk dilakukan karakterisasi.

Tahap kedua yaitu esterifikasi sinamil benzoat dari sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehyda dengan benzoil klorida. Sebanyak 2,03 gram (0,015 mol) hasil reduksi sinamaldehyda dan 2,11 gram (0,015 mol) benzoil klorida dimasukkan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, campuran diaduk selama 20 menit pada suhu kamar. Kemudian dimasukkan tetes demi tetes piridina sebanyak 5 mL, campuran direfluk selama 4 jam. Setelah refluk selesai, kemudian campuran tersebut

ditambahkan dietil eter 3 mL dan akuades 3 mL dan diekstraksi. Campuran tersebut akan membentuk 2 lapisan, Lapisan bagian atas diambil dan diekstraksi kembali dengan akuades 3 mL sebanyak 3 kali. Kemudian dimasukkan kedalam *rotary evaporator* dan setelah selesai hasilnya disimpan untuk di lakukan identifikasi.

HASIL DAN DISKUSI

Reaksi Reduksi Sinamaldehyda

Data hasil reaksi reduksi sinamaldehyda dengan menggunakan NaBH₄ disajikan pada Tabel 1 berikut

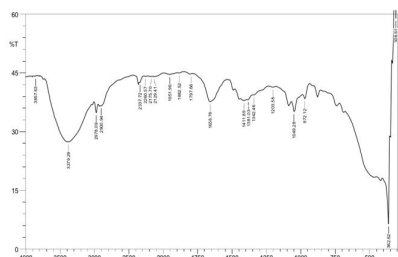
Tabel 1. Data Hasil Reduksi Sinamaldehyda

Bau	Harum
Warna	Kuning Jerami
Berat	8,43 gram
Wujud	Cair
Nilai Rf 1 (Noda Sinamaldehyda)	0,84
Nilai Rf 2 (Noda Hasil Reduksi Sinamaldehyda)	0,55

Dari data tersebut terdapat perbedaan nilai Rf sinamaldehyda yang lebih besar dari pada nilai Rf hasil reduksi sinamaldehyda karena berdasarkan kepolarannya senyawa

aldehida lebih non polar daripada senyawa alkohol. Senyawa yang lebih polar akan terikat pada fasa diam (plat KLT).

Hasil Spektrum IR senyawa hasil reduksi sinamaldehyde ditunjukkan pada Gambar 1 berikut ini



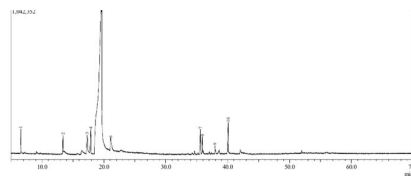
Gambar 1. Spektrum IR Senyawa Hasil Reduksi Sinamaldehyde

Analisis hasil spektrum IR senyawa sinamaldehyde dan senyawa hasil reduksi sinamaldehyde dapat dilihat pada Tabel 2 berikut

Tabel 2. Daerah serapan senyawa hasil reduksi sinamaldehyde pada spektrum IR

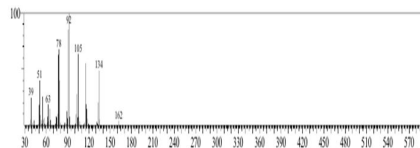
Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		Gugus Fungsi
Sinamaldehyde	Hasil Reduksi Sinamaldehyde	
2816,64 dan 2743,56 (lemah)	-	C-H aldehida
1492,70	1411,89	C=C aromatik
1625,43	1658,78	C=C alkana
-	3379,29 (melebar)	O-H alkohol
3059,76	3857,63	=C-H aromatik
-	2900,94 dan 2978,09	C-H alkana
1676,56 (kuat)	-	C=O karbonil

Hasil kromatogram senyawa hasil reduksi sinamaldehyde ditunjukkan pada Gambar 2 berikut



Gambar 2. Kromatogram GC Senyawa Hasil Reduksi Sinamaldehyde

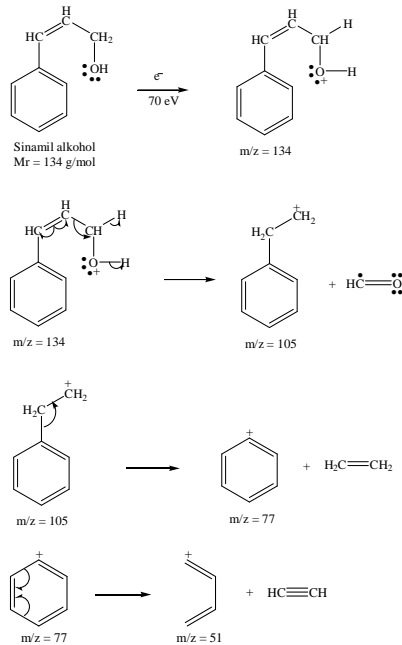
Berdasarkan kromatogram GC, senyawa hasil reduksi sinamaldehyde ditunjukkan pada puncak ke-5 dengan waktu retensi 19,585 menit dengan kadar 81,31%. Kemudian fragmentasi senyawa sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehyde ditunjukkan spektrum massa pada Gambar 3 berikut ini



Gambar 3. Spektrum massa puncak ke-5 Senyawa Sinamil Alkohol Hasil Reduksi Sinamaldehyde

Puncak ke-5 dalam spektrum massa ini adalah senyawa sinamil alkohol dengan M^+ 134. *Base peak* dari spektrum tersebut yaitu 92 karena distabilkan oleh elektron yang beresonansi pada cincin benzena.

Fragmentasi Senyawa Sinamil Alkohol sebagai berikut



Esterifikasi Senyawa Hasil Reduksi Sinamaldehida dengan Benzoil Klorida

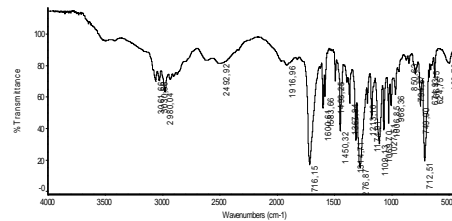
Data hasil esterifikasi antara senyawa hasil reduksi sinamaldehida dengan benzoil klorida tersaji dalam table 3 berikut

Tabel 3. Data Hasil Esterifikasi Antara Senyawa Hasil Reduksi Sinamaldehida dengan Benzoil Klorida

Bau	Menyengat
Warna	Cokelat
Berat	1,66 gram
Wujud	Cair
Nilai Rf 1 (Noda Hasil Esterifikasi)	0,76
Nilai Rf 2 (Noda Hasil Reduksi Sinamaldehida)	0,3

Dari data tersebut terdapat perbedaan nilai Rf hasil esterifikasi yang lebih besar dari pada nilai Rf senyawa hasil reduksi sinamaldehida karena berdasarkan kepolarannya senyawa alkohol lebih polar daripada senyawa ester.

Hasil Spektrum IR senyawa hasil esterifikasi ditunjukkan pada Gambar 4 berikut



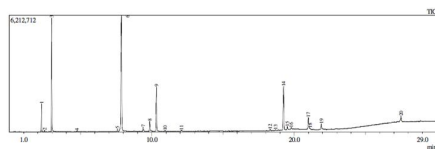
Gambar 4. Spektrum IR Senyawa Hasil Esterifikasi

Analisis hasil spektrum IR senyawa hasil esterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4 berikut

Tabel 4. Daerah serapan senyawa hasil esterifikasi pada spektrum IR

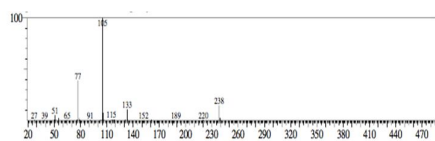
Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
1276,87	C-O-C
1716,15	C=O Karbonil
1450,32	C=C Aromatik
1600,61	C=C Alkena
3030,56 dan 3061,66	=C-H Aromatik
2980,04	C-H Alkana

Hasil kromatogram senyawa hasil esterifikasi ditunjukkan pada Gambar 5 berikut



Gambar 5. Kromatogram GC Senyawa Hasil Esterifikasi

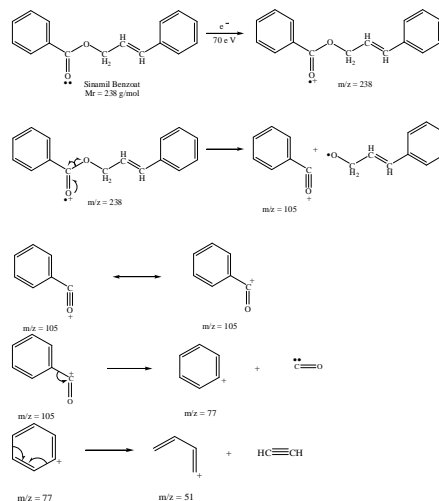
Berdasarkan kromatogram GC, senyawa hasil esterifikasi ditunjukkan pada puncak ke-14 dengan waktu retensi 19,249 menit dengan kemurnian 12,44%. Kemudian fragmentasi senyawa hasil esterifikasi massa pada Gambar 6 berikut ini



Gambar 6. Spektrum Massa Puncak ke-14 Senyawa Hasil Esterifikasi

Puncak ke-14 dalam spektrum massa ini adalah senyawa sinamil benzoat dengan Mr 238 g/mol. *Base peak* dari spektrum tersebut yaitu 105 karena terdapat C benzilik yaitu C positif yang terikat langsung pada cincin benzena.

Fragmentasi senyawa sinamil benzoat sebagai berikut



SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa reaksi reduksi sinamaldehida dengan menggunakan reduktor NaBH_4 telah berhasil dilaksanakan dengan menghasilkan senyawa berwarna kuning jerami dan berbau harum yang mengandung sinamil alkohol dengan kadar 81,31% dan rendemen sebesar 63,94%.

Reaksi esterifikasi antara benzoil klorida dan sinamil alkohol hasil reduksi sinamaldehida telah berhasil dilakukan karena menghasilkan senyawa ester yang berwarna cokelat dan berbau menyengat yang mengandung sinamil benzoat dengan kadar

12,44% dan rendemen sebesar 5,78%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ibu C. Budimarwanti, M.Si atas segala saran, bantuan, dan masukkan selama penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ruslan Harris. (1987). *Tanaman Minyak Atsiri*. Semarang: Penerbit Swadaya. p.1
- [2] Finnen, M.J. (1987). Skin Metabolism by Oxidation and Conjugation. *J. Pharmacol. Skin*. 1(1). 130-131.
- [3] Guenther, E. (1990). *Minyak Atsiri jilid II*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia. p.1
- [4] Ping, H., Guijun Z, & Guixing R. (2010). Antidiabetic Effects of Cinnamon Oil in Diabetic KK-Ay Mice. *Food and Chemical Toxicology*. 48(1). 2344–2349.
- [5] Nor B.A. Prasetya dan Ngadiwiyana. (2006). Identifikasi Senyawa Penyusun Minyak Kulit Batang Kayu Manis (*Cinnamomum cassia*) Menggunakan GC-MS. *JSKA*. 9(1). 1-4.
- [6] Egawa, Toru, *et al.* (2008). Molecular Structure of Trans-Cinnamaldehyde as Determined by Gas Electron Diffraction Aided by DFT Calculation. *Journal of Molecular Structure*, 892(1-3). 158-162.
- [7] Fessenden, J. Ralph & Joan S. Fessenden. (1986). *Kimia Organik*. Alih Bahasa Pudjatmaka, A.H. Jilid 2. Edisi 3. Jakarta : Erlangga. p.87
- [8] Tomohide Koga, *et al.* (1993). Synthesis and Antimycotic of Cinnamyl Benzoate. *Journal of Fermentation and Bioengineering*. 76(5). 524-526