

**STUDI REAKSI HIDROGENASI SITRONELAL DARI
MINYAK SEREH MENJADI MENTOL
MENGUNAKAN KATALIS
 $ZnBr_2/\gamma$ -ALUMINA**

SKRIPSI

Oleh:

SUHARDI ATMOKO BUDI SUSILO

0110920043-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

**STUDI REAKSI HIDROGENASI SITRONELAL DARI
MINYAK SEREH MENJADI MENTOL
MENGUNAKAN KATALIS
 $ZnBr_2/\gamma$ -ALUMINA**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

SUHARDI ATMOKO BUDI SUSILO

0110920043-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

LEMBAR PENGESAHAN TUGAS AKHIR

**STUDI REAKSI HIDROGENASI SITRONELAL DARI
MINYAK SEREH MENJADI MENTOL MENGGUNAKAN
KATALIS $ZnBr_2/\gamma$ -ALUMINA**

Oleh:
SUHARDI ATMOKO BUDI SUSILO
0110920043-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh
Sarjana Sains di Bidang Kimia

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

Drs. Warsito, MS
NIP. 131 471 106

M. Farid Rahman, S.Si, M.Si
NIP. 132 158 726

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

M. Farid Rahman, S.Si, M.Si
NIP. 132 158 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Suhardi Atmoko Budi Susilo

NIM : 0110920043-92

Jurusan : Kimia

Penulis Skripsi berjudul :

Studi Reaksi Hidrogenasi Sitronelal Dari Minyak Sereh Menjadi Mentol Menggunakan Katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi skripsi yang saya buat ini adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam Tugas Akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis ini terbukti hasil jiplakan dari karya orang lain, maka saya bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan segala kesadaran .

Malang, Agustus 2008

Yang Menyatakan,

(Suhardi Atmoko Budi Susilo)

NIM. 0110920043-92

STUDI REAKSI HIDROGENASI SITRONELAL DARI MINYAK SEREH MENJADI MENTOL MENGGUNAKAN KATALIS $ZnBr_2/\gamma$ -ALUMINA

ABSTRAK

$ZnBr_2/\gamma$ -alumina merupakan salah satu katalis heterogen yang memiliki keasaman yang tinggi. Suasana asam dibutuhkan untuk reaksi hidrogenasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur senyawa yang dihasilkan dari reaksi hidrogenasi fraksi sitronelal minyak seruh menggunakan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina serta mengetahui mekanisme pembentukan produknya. Reaksi dilakukan melalui 2 tahap, siklisasi dan hidrogenasi. Reaksi siklisasi dilakukan dengan merefluks 5 mL fraksi sitronelal dengan 1 gram katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina pada suhu 90-95 °C selama 4 jam dengan aliran gas N_2 . Reaksi hidrogenasi dilakukan dengan kondisi yang sama dengan reaksi siklisasi dengan gas H_2 menggantikan gas N_2 . Struktur senyawa produk dianalisa menggunakan instrument GC-MS. Produk yang dihasilkan berupa 12,79 % senyawa 3-metil pentanal yang dibentuk melalui pembentukan karbokation yang akan menghasilkan pemutusan ikatan tunggal karbon dan distabilkan dengan kehadiran hidrogen.

STUDY ON HYDROGENATION OF CITRONELLAL FROM CITRONELLA OIL TO PRODUCE MENTHOL USING ZnBr_2/γ -ALUMINA AS CATALYST

ABSTRACT

ZnBr_2/γ -Alumina is one of heterogeneous catalyst which has high acidity. The acid condition is needed for hydrogenation reaction. The research aimed to find out the product structure of hydrogenation reaction of citronellal from citronella oil using ZnBr_2/γ -alumina as catalyst and to investigate the mechanism of products forming. Reactions were done in two steps, cyclization and hydrogenation. The cyclization reaction was treated by reflux 5 mL of citronellal fraction with 1 gram ZnBr_2/γ -alumina at 90-95 °C for 4 h under N_2 condition. The hydrogenation was done as same as cyclization reaction under H_2 condition instead of N_2 . Structure of product was analyzed using GC-MS. The product reaction is 12.79 % of 3-metil pentanal, which was formed from carbocation that deliver cracked singular bond of carbon and stabilized by hydrogen.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah Robbil'alamin, Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmatnya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "STUDI REAKSI HIDROGENASI SITRONELAL DARI MINYAK SEREH MENJADI MENTOL MENGGUNAKAN KATALIS $ZnBr_2/\gamma$ -ALUMINA".

Selesainya tugas akhir ini juga berkat adanya bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Karena itu penulis sampaikan penghargaan dan ucapan terima kasih kepada :

1. Drs. Warsito, MS, selaku pembimbing I, yang telah banyak meluangkan waktu dan tenaga dalam proses pembuatan skripsi ini.
2. M. Farid Rahman, MSi, selaku pembimbing II dan Ketua Jurusan Kimia, terima kasih atas saran dan masukan yang diberikan kepada penulis.
3. Drs. Danar Purwonugroho, M. Si. selaku pembimbing Akademik, yang telah memberikan bimbingan selama studi penulis.
4. Ibu, bapak kakak dan adik penulis. Terima kasih atas segala perhatian, semangat dan do'a yang telah diberikan selama ini.
5. Bapak dan ibu dosen, seluruh karyawan dan laboran Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, atas ilmu dan bimbingannya selama ini kepada penulis.
6. Teman-teman Kimia khususnya Angkatan 2001, terima kasih atas kebersamaannya selama ini.
7. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, terima kasih atas segala dukungannya.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak walaupun penulis yakin bahwa skripsi ini masih jauh untuk dikatakan sempurna.

Malang, Agustus 2008

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
1.3. Batasan masalah	2
1.4. Tujuan Penelitian	2
1.5. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Minyak Sereh	4
2.2. Sitronelal	4
2.3. Mentol	5
2.4. Reaksi Hidrogenasi	6
2.5. Katalis Heterogen.....	7
2.6. Katalis Heterogen Berpengemban.....	9
2.7. Metode Identifikasi Senyawa Terpena.....	10
2.7.1. Kromatografi Gas.....	10
2.7.2. Kromatografi Gas-Spektrometri Massa	11
2.7.3. Spektrofotometri Inframerah (IR)	12
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	14
3.2.1. Bahan penelitian.....	14
3.2.2. Alat penelitian	14
3.3. Tahapan Penelitian	14
3.4. Cara Kerja Penelitian	15

3.4.1. Fraksinasi minyak sereh menggunakan distilasi fraksinasi vakum	15
3.4.2. Redistilasi fraksinasi fraksi II minyak Sereh	15
3.4.3. Reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina	16
3.4.4. Reaksi hidrogenasi produk reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina	17
3.5. Analisis Data	18
BAB IV PEMBAHASAN	
4.1. Fraksinasi Minyak Sereh Menggunakan Distilasi Fraksinasi Vakum	19
4.1.1 Karakterisasi Senyawa Penyusun Minyak Sereh.....	19
4.1.2 Distilasi Fraksinasi Vakum pada Minyak Sereh.....	20
4.2. Redistilasi Fraksinasi Fraksi II Minyak Sereh .	22
4.3. Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina	27
4.4. Reaksi Hidrogenasi Produk Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina.....	37
BAB V KESIMPULAN	
5.1. Kesimpulan	43
5.2. Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	47

DAFTAR GAMBAR

	Teks	Halaman
Gambar 2.1	Struktur molekul sitronelal.....	5
Gambar 2.2.	Struktur molekul mentol	6
Gambar 2.3.	Hidrogenasi Gugus Alkena	6
Gambar 2.4.	Bagan perubahan energi akibat adanya katalis	7
Gambar 4.1	Kromatogram Minyak Sereh.....	19
Gambar 4.2	Kromatogram GC fraksi II hasil destilasi fraksinasi dengan vakum.....	22
Gambar 4.3	Kromatogram GC fraksi II hasil redistilasi fraksinasi dengan vakum.....	23
Gambar 4.4	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 5,197 menit.....	23
Gambar 4.5	Mekanisme fragmentasi senyawa sitronelal....	24
Gambar 4.6	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 5,41 menit.....	25
Gambar 4.7	Mekanisme fragmentasi senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol	26
Gambar 4.8	Spektrum IR fraksi Sitronelal	27
Gambar 4.9	Kromatogram produk reaksi siklisasi	28
Gambar 4.10	Spektrum massa Puncak no. 7 dan 9 produk reaksi siklisasi	29
Gambar 4.11	Pola fragmentasi senyawa isopulegol	30
Gambar 4.12	Spektrum massa Puncak no. 17 produk reaksi siklisasi	31
Gambar 4.13	Pola fragmentasi senyawa 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol	32
Gambar 4.14	Spektrum IR produk reaksi siklisasi	33
Gambar 4.15	Mekanisme reaksi pembentukan sitronelal	34
Gambar 4.16	Mekanisme pembentukan 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol.....	36
Gambar 4.17	Kromatogram produk reaksi hidrogenasi.....	38
Gambar 4.18	Spektrum massa Puncak no. 1 produk reaksi hidrogenasi	39
Gambar 4.19	Mekanisme fragmentasi 3-metil-pentanal.....	39
Gambar 4.20	Spektrum IR Produk reaksi hidrogenasi	40

Gambar 4.21	Mekanisme reaksi pembentukan 3-metil pentanal	41
Gambar 4.22	Mekanisme reaksi hidrogenasi isopulegol menjadi 2-isopropil-5-metil sikloheksanol	42
Gambar L.2.1	Rangkaian alat distilasi fraksinasi vakum	50
Gambar L.2.2	Rangkaian alat reaksi	50
Gambar L.2.3	Skema rangkaian alat reaksi katalitik.....	51
Gambar L.3.1.1	Kromatogram fraksi II hasil fraksinasi	52
Gambar L.3.1.2	Kromatogram fraksi II hasil redistilasi	52
Gambar L.3.2.1	Kromatogram minyak sereh.....	53
Gambar L.3.2.2	Kromatogram fraksi I fraksinasi minyak sereh	54
Gambar L.3.2.3	Kromatogram fraksi II fraksinasi minyak sereh	54
Gambar L.3.2.4	Kromatogram fraksi III fraksinasi minyak sereh	55
Gambar L.4.1	Kromatogram GC-MS minyak sereh	56
Gambar L.4.2	Spektrum massa senyawa pada puncak no 2 kromatogram GC-MS minyak sereh	57
Gambar L.4.3	Spektrum massa senyawa pada puncak no 3 kromatogram GC-MS minyak sereh	57
Gambar L.4.4	Spektrum massa senyawa pada puncak no 10 kromatogram GC-MS minyak sereh	57
Gambar L.4.5	Spektrum massa senyawa pada puncak no 14 kromatogram GC-MS minyak sereh	58
Gambar L.4.6	Kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi.....	58
Gambar L.4.7	Spektrum massa senyawa pada puncak no 1 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi.....	58
Gambar L.4.8	Spektrum massa senyawa pada puncak no 7 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi.....	59
Gambar L.4.9	Spektrum massa senyawa pada puncak no 8 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi.....	59

Gambar L.4.10	Spektrum massa senyawa pada puncak no 9 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi	59
Gambar L.4.11	Spektrum massa senyawa pada puncak no 17 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi	59
Gambar L.4.12	Kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi	60
Gambar L.4.13	Spektrum massa senyawa pada puncak no 1 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi	60
Gambar L.4.14	Spektrum massa senyawa pada puncak no 4 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi	61
Gambar L.4.15	Spektrum massa senyawa pada puncak no 6 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi	61
Gambar L.4.16	Spektrum massa senyawa pada puncak no 14 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi	61
Gambar L.5.1	Spektrum massa pustaka heksilen glikol	61
Gambar L.5.2	Spektrum massa pustaka 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol	62
Gambar L.5.3	Spektrum massa pustaka sitronelal	62
Gambar L.5.4	Spektrum massa pustaka trans-geraniol	62
Gambar L.5.5	Spektrum massa pustaka isopulegol	63
Gambar L.5.6	Spektrum massa pustaka 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol	63
Gambar L.5.7	Spektrum massa pustaka 3-metil pentanal	63
Gambar L.6.1	Spektrum IR fraksi Sitronelal	64
Gambar L.6.2	Spektrum IR produk reaksi siklisasi	64
Gambar L.6.2	Spektrum IR produk reaksi hidrogenasi	65

DAFTAR TABEL

	Teks	Halaman
Tabel 2.1	Titik Didih Komponen Utama Minyak sereh	4
Tabel 4.1	Tabulasi data Komponen Utama Minyak sereh	20
Tabel 4.2	Data Hasil Fraksinasi Minyak Sereh	21
Tabel 4.3	Data Analisa Hasil Fraksinasi Minyak Sereh.....	21
Tabel 4.4.	Data campuran reaksi siklisasi	29
Tabel 4.5.	Intrepretasi spektrum IR produk reaksi siklisasi	33
Tabel 4.6.	Data Perbandingan GC produk reaksi siklisasi dan produk reaksi hidrogenasi.....	38
Tabel 4.7.	Intrepretasi spektrum IR produk reaksi hidrogenasi	41
Tabel L.3.1.1	Data kromatogram fraksi II hasil fraksinasi	52
Tabel L.3.1.2	Data kromatogram fraksi II hasil redistilasi	52
Tabel L.3.2.1	Data kromatogram minyak sereh	53
Tabel L.3.2.2	Kromatogram fraksi I fraksinasi minyak sereh ..	54
Tabel L.3.2.3	Kromatogram fraksi II fraksinasi minyak sereh	55
Tabel L.3.2.4	Kromatogram fraksi III fraksinasi minyak sereh	55
Tabel L.4.1	Kromatogram GC-MS minyak sereh	56
Tabel L.4.2	Kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi ...	58
Tabel L.4.3	Data Kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi.....	60
Tabel L.7.1	Sifat fisik minyak sereh.....	65
Tabel L.7.2	Kondisi setiap distilasi fraksinasi minyak sereh	65
Tabel L.7.3	Sifat fisik tiap fraksi hasil distilasi fraksinasi minyak sereh	66
Tabel L.7.4	Kondisi dan sifat fisik tiap fraksi hasil redistilasi fraksi II.....	66

DAFTAR LAMPIRAN

	Teks	Hal
L.1	Diagram Alir Metode Penelitian	47
L.1.1	Fraksinasi minyak sereh dengan menggunakan distilasi fraksinasi vakum	47
L.1.2	Redistilasi fraksinasi fraksi II minyak sereh	48
L.1.3	Reaksi siklisasi dan hidrogenasi sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina	49
L.2	Gambar Rangkaian Alat	50
L.3	Kromatogram GC	51
L.3.1	Kromatogram Kromatografi Kolom Apiezon L	51
L.3.2	Kromatogram Kromatografi Gas Kolom HP 5	53
L.4	Gambar Kromatogram Kromatografi Gas dan Spektrum Massa	55
L.5	Pustaka Spektrum Massa	61
L.5.1	Pustaka senyawa heksilen glikol	61
L.5.2	Pustaka senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol	62
L.5.3	Pustaka senyawa sitronelal	62
L.5.4	Pustaka senyawa trans-geraniol	62
L.5.5	Pustaka senyawa isopulegol	63
L.5.6	Pustaka senyawa 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol	63
L.5.7	Pustaka senyawa 3-metil pentanal	63
L.6	Gambar Spektrum Spektrofotometri IR	64
L.7	Tabulasi Data Hasil Distilasi Fraksinasi Minyak sereh	65
L.8	Perhitungan	67

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Perkembangan ilmu farmasi beberapa tahun terakhir ini semakin meningkat dengan ditemukan beberapa senyawa obat. Salah satu senyawa obat yang digunakan dalam dunia farmasi dan sedang diteliti oleh para ahli adalah mentol. Mentol ini memiliki karakter bau peppermint dengan rasa segar dan dingin (Chuah, *et al*, 2001). Selain digunakan sebagai produk farmasi, mentol juga banyak dimanfaatkan untuk bahan kosmetik, parfum, pasta gigi, dan industri rokok (Lewis, 1998).

Sintesis senyawa mentol dapat dilakukan dari senyawa β -*pinene pulegone*, *pipertone*, *limonene*, dan *sitronellal* (Enberger and Hopp, 1998). Sitronelal merupakan komponen utama penyusun minyak sereh, yaitu sebesar 30-40 %. Komponen lain dari minyak sereh antara lain senyawa terpen dengan titik didih rendah, sitronelol, geraniol, dan seskuiterpen (Ketaren, 1990).

Sintesis mentol dari sitronelal dilakukan melalui dua tahap, yaitu pembentukan sitronelal menjadi isopulegol dan pembentukan mentol dari isopulegol. Pembentukan isopulegol dari sitronelal dilakukan melalui reaksi siklisasi. Sedangkan pembentukan isopulegol menjadi mentol dilakukan melalui reaksi hidrogenasi.

Reaksi hidrogenasi termasuk salah satu reaksi senyawa organik yang diharapkan menghasilkan produk selektif. Upaya tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan katalis. Pengembangan katalis pada proses tersebut sangat dibutuhkan karena katalis bekerja secara spesifik pada substrat yang sesuai, sehingga akan dihasilkan produk yang diinginkan (Handoko, 2003). Katalis yang sedang dikaji para peneliti untuk meningkatkan selektifitas produk adalah katalis heterogen berpengeman. Katalis jenis ini menggunakan logam transisi sebagai penyedia situs keasaman yang diimbangkan pada pengeman bahan alam seperti alumina atau silika (Anderson, 1981).

Hydrogenasi menggunakan katalis nikel yang dilakukan Priatmoko (1990) menghasilkan produk mentol sebesar 83,13%. Wang and Lu (1998) menggunakan katalis Ni/ γ -alumina pada reaksi katalitik untuk mengkonversi metana menjadi karbon dioksida. Katalis Ni/ γ -alumina juga telah mampu digunakan sebagai katalis reaksi hidrogenasi benzena (Molina and Poncelet, 2001). Penelitian Iftitah, *et al.*, (2004) melaporkan bahwa keberadaan ZnBr₂ yang diimbangkan pada γ -alumina dapat meningkatkan situs keasaman katalis karena di samping memiliki sisi asam Lewis juga memiliki sisi asam Bronsted dan reaksi berjalan optimum pada suhu 90 – 95 °C selama 4 jam untuk reaksi siklisasi sitronelal.

Dalam penelitian ini akan dilakukan reaksi hidrogenasi sitronelal dari minyak sereh menggunakan katalis ZnBr₂/ γ -alumina.

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan, yaitu

1. Senyawa apa yang dihasilkan dari reaksi hidrogenasi fraksi sitronelal dari minyak sereh menggunakan katalis ZnBr₂/ γ -alumina?
2. Bagaimana mekanisme reaksi hidrogenasi sitronelal?

1.3. Batasan Masalah

1. Katalis ZnBr₂/ γ -alumina yang digunakan berasal dari penelitian Iftitah (2004).
2. Fraksi sitronelal berasal dari hasil fraksinasi minyak sereh komersial toko Aneka Kimia Malang

1.4. Tujuan Penelitian

1. Menentukan senyawa apa yang dihasilkan dari reaksi hidrogenasi sitronelal dari minyak sereh menggunakan katalis ZnBr₂/ γ -alumina
2. Mengetahui mekanisme reaksi hidrogenasi sitronelal.

1.5. Manfaat Penelitian

Diharapkan melalui penelitian ini dapat memberikan informasi ilmiah tentang pengembangan katalis ZnBr_2 yang diimbangkan pada γ -alumina sebagai katalis.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak Sereh

Minyak sereh adalah minyak atsiri yang diperoleh dari distilasi uap rumput sereh (*Citronella*). Ada dua tipe minyak sereh wangi, yaitu tipe *Ceylon* (Srilanka) dan tipe Jawa. Ditinjau dari komponennya, minyak sereh tipe Jawa memiliki nilai dan daya guna lebih banyak, karena minyak ini mengandung kurang lebih 85% total geraniol (termasuk 35% sitronelal), sedangkan minyak Ceylon mengandung 55% sampai 65% total geraniol (termasuk 7% sampai 15% sitronelal). Secara botani, berdasarkan perbedaan morfologis dan fisiologis tanaman sereh wangi dibedakan menjadi dua jenis, yaitu: Mahapengiri dan Lenabatu. Kegunaan jenis Mahapengiri adalah untuk bahan dasar pembuatan parfum, sedangkan jenis Lenabatu digunakan sebagai bahan dasar pembuatan obat nyamuk, parfum untuk sabun, desinfektan dan plitur (Guenther, 1950).

Menurut Guenther (1950), komposisi minyak sereh terdiri atas macam-macam terpen (fraksi dengan titik didih rendah); sitronelal; campuran sitronelol, geraniol, macam-macam alkohol dan ester; seskuiiterpen serta seskuiiterpen alkohol.

Berikut ini adalah tabel titik didih dari komponen-komponen utama minyak sereh (Guenther,1950):

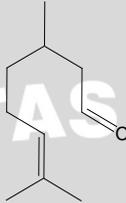
Tabel 2.1 Titik Didih Komponen Utama Minyak Sereh

No	Nama Senyawa	Titik Didih	
		760 mmHg	40 mmHg
1.	Sitronelal	206,93 °C	113,40 °C
2.	Sitronelol	224,42 °C	136,80 °C
3.	Geraniol	229,65 °C	139,80 °C

2.2. Sitronelal

Sitronelal mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{18}O$ memiliki berat molekul 154,25 merupakan senyawa golongan aldehida yang mengandung gugus tidak jenuh, tidak berwarna atau sedikit kuning,

mudah larut dalam air dan terurai dalam alkohol dan eter. Sitronelal memiliki nama 3,7-dimetil-6-okten-1-al, memiliki densitas 0.855-0.857 (20 °C) dan titik didih 204-208 °C (Budavari, 1989; Sax and Lewis, 1987). Struktur sitronelal seperti pada gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur molekul sitronelal (Budhavari, 1989).

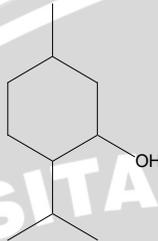
Sitronelal merupakan senyawa utama penyusun minyak yaitu sereh sebanyak 30-40%. Sitronelal dapat diisolasi dari minyak sereh dengan cara kimia dan cara fisika. Sastrohamidjojo (1981) pernah melakukan isolasi sitronelal dengan cara kimia, yaitu mereaksikan dengan natrium bisulfit (NaHSO_3) melalui reaksi adisi. Reaksi tersebut dihasilkan endapan putih dan dapat diisolasi dengan cara menambahkan larutan natrium karbonat (Na_2CO_3). Dengan cara ini hanya dihasilkan rendemen sebesar 16,4%. Pemisahan dengan cara fisika, yaitu dengan jalan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Berdasarkan analisa menggunakan kromatografi gas didapat hasil yang memiliki kemurnian tinggi sehingga dapat digunakan untuk reaksi lebih lanjut (Sastrohamidjojo, 1981).

2.3. Mentol

Mentol merupakan komponen utama penyusun minyak peppermint dapat diperoleh dari beberapa tanaman yang mengandung minyak atsiri. Tanaman *mentha arvensis* mengandung mentol sebanyak 70-80% sedangkan pada tanaman *mentha piperta* sebanyak 50% (Siegel-Maier, 1998).

Mentol merupakan senyawa berbentuk kristal yang tidak berwarna, memiliki rasa dan bau mint yang segar, berat molekulnya 156,27 dengan rumus molekul $\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{OH}$, larut dalam alkohol, kloroform, eter, dan sedikit larut dalam air. Memiliki titik leleh 41-43 °C dan titik didih 212 °C (Budavari, 1989; Sax and Lewis, 1987).

Mentol digunakan sebagai bahan dalam produk oral seperti pasta gigi, produk makanan, farmasi, rokok dan parfum (Lewis, 1998).

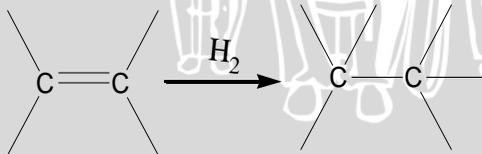


Gambar 2.2. Struktur molekul mentol (Budhavari, 1989).

Mentol memiliki tiga atom karbon asimetris pada cincin sikloheksana dan empat cermin isomer. Isomer 1-mentol yang dikenal di alam diasumsikan dengan nama mentol yang memiliki karakter bau pepermint dan sensasi segar. Isomer lain memiliki kesamaan tetapi tidak memiliki bau dan aksi segar yang identik dan sama seperti 1-mentol (Enberger and Hopp, 1998). Mentol dapat disintesis dari senyawa-senyawa bahan alam, antara lain *β-pinene pulegone*, *pipertone*, *limonene*, *sitronellal* dan *myrcene* (Enberger and Hopp, 1998).

2.4. Reaksi Hidrogenasi

Reaksi hidrogenasi adalah reaksi adisi alkena dengan penambahan gas hidrogen. Pada reaksi adisi pereaksi ditambahkan pada alkena tanpa melalui pelepasan atom-atom lain. Pada reaksi ini ikatan π terputus dan pasangan elektronnya digunakan untuk membentuk dua ikatan σ baru (Fessenden and Fessenden, 1992).



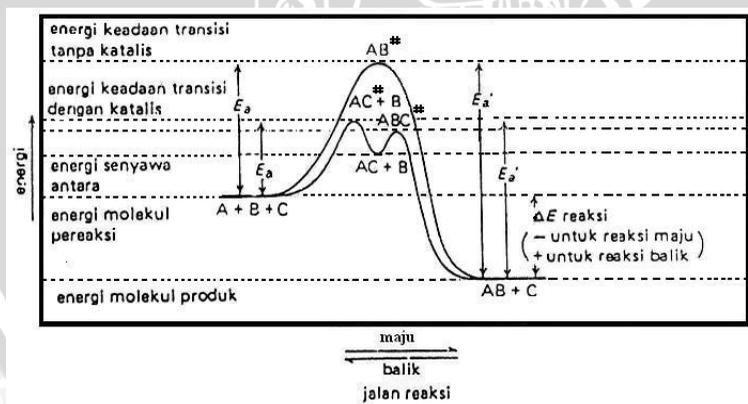
Gambar 2.3. Hidrogenasi Gugus Alkena (Fessenden and Fessenden, 1992).

Alkena dapat dihidrogenasi dengan mudah menggunakan berbagai macam katalis baik katalis homogen maupun katalis heterogen. Katalis yang biasanya digunakan adalah katalis logam-logam transisi misalnya palladium, platinum, rhodium, nikel (Fessenden and Fessenden, 1992).

Hidrogenasi isopulegol akan menghasilkan senyawa mentol. Priatmoko (1990) melakukan hidrogenasi isopulegol dengan menggunakan katalis nikel telah menghasilkan mentol dengan konversi sebanyak 83,13% pada suhu 75-100 °C selama 6 jam. Milone, *et al.*, (2000) menambahkan Ru pada katalis $ZnBr_2/SiO_2$ untuk menghidrogenasi isopulegol menjadi mentol pada suhu 70 °C dan telah menghasilkan senyawa mentol sebanyak 86%.

2.5. Katalis Heterogen

Katalis adalah suatu zat yang mempengaruhi laju suatu reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan zat pada reaksi tersebut. Berdasarkan konsep energi aktivasi katalis juga dapat didefinisikan sebagai zat yang dapat menurunkan energi aktivasi suatu reaksi kimia. Katalis efektif meningkatkan laju reaksi karena memungkinkan terjadinya mekanisme alternatif yang pada satu tahapannya memiliki energi aktivasi yang lebih rendah dibanding proses tak terkatalis (Smith, 1981).



Gambar 2.4. Bagan perubahan energi akibat adanya katalis (Smith, 1981).

Gambar 2.4. menunjukkan kurva energi potensial reaksi pada permukaan katalis menurut Ostwald, dimana katalis berfungsi untuk mempercepat terjadinya reaksi. AB^\ddagger adalah untuk keadaan transisi (kompleks teraktifkan) untuk reaksi yang tak terkatalis, AC^\ddagger dan ABC^\ddagger adalah keadaan transisi untuk reaksi yang berkatalis dan AC adalah senyawa antara (Smith, 1981).

Berdasarkan fase sistem agregasi reaktan dan produk dengan fase katalis, katalis dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen yaitu katalis yang berada pada fase yang sama dengan pereaksi dalam reaksi. Sedangkan katalis heterogen berada fase yang berbeda (Foger, 1984). Katalis heterogen yang umumnya dalam bentuk padat dewasa ini banyak digunakan di industri-industri karena pemisahan dan daur ulangnya yang lebih mudah daripada katalis homogen (Priyanto, 2001).

Katalis heterogen bekerja melalui kontak antara katalis dengan reaktan pada bidang batas antar lapis yakni pada bidang antar muka sehingga semakin luas permukaan, reaksi akan berlangsung semakin cepat (Foger, 1984). Untuk mempercepat reaksi dan menghasilkan produk yang selektif, reaksi hidrogenasi dikembangkan menjadi reaksi hidrogenasi katalitik. Priatmoko (1991) telah berhasil membuat mentol dari isopulegol dengan selektivitas 83,13% dengan menggunakan katalis nikel. Metode katalis berkembang menjadi katalis heterogen dengan mengadsorpsikan logam pada suatu pengemban untuk mewujudkan reaksi yang lebih selektif. Penggabungan logam Ru pada katalis $ZnBr_2/SiO_2$ telah berhasil mencapai reaksi selektif pada reaksi pembentukan mentol dengan konversi sebesar 86 % (Milone, *et al*, 2000).

Dalam mempelajari kinerja katalis heterogen, perlu diperhatikan beberapa tahapan proses yang terjadi. Tahapan –tahapan yang terjadi adalah (Agustine, 1996) :

Tahap 1. Transfer reaktan ke permukaan katalis

Molekul reaktan melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair padat sebelum bertemu dengan situs aktif agar dapat teradsorpsi dan teraktifkan.

Tahap 2. Adsorpsi molekul reaktan pada permukaan katalis

Molekul reaktan terlebih dahulu mengalami peregangan molekul pada permukaan adsorben katalis sampai terjadi disosiasi ikatan.

Pada tahap ini terjadi fraksi penutupan permukaan katalis karena teradsorpsinya molekul reaktan.

Tahap 3. Reaksi molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan katalis menghasilkan produk

Tahap 4. Desorpsi molekul produk reaksi dari permukaan katalis. Molekul produk kembali bermigrasi melewati bidang antar muka cair-padat meninggalkan permukaan katalis.

Tahap 5. Transfer produk reaksi ke fase cair

Pada akhir tahapan reaksi, produk dalam fase cair, dan katalis teregenerasi kembali tanpa mengalami perubahan.

2.6. Katalis Heterogen Berpengemban

Salah satu bentuk katalis padat yang sering dipakai adalah katalis logam transisi dengan pengemban di mana material katalis aktif didispersikan melalui permukaan padatan (Priyanto, 2001). Salah satu alasan digunakan pengemban pada penggunaan katalis logam karena katalis logam merupakan bahan yang mahal dan akan meningkatkan luas permukaan katalis. Beberapa material yang dapat digunakan sebagai pengemban bagi komponen aktif logam di antaranya alumina, silika, titania, karbon, dan silika alumina (Tanabe, 1970). Alumina dipercaya menjadi salah satu pengemban terbaik sebab dari luas permukaannya dan kekuatan mekaniknya yang tinggi (Priyanto, 2001). Silika digunakan untuk katalis yang tidak sangat aktif karena keasaman silika sangat rendah sehingga tidak dapat seaktif alumina. Di sisi lain silika-alumina terlalu asam sehingga sangat dominan di dalam pembentukan kokas yang menyebabkan katalis cepat terdeaktivasi. Di antara banyak macam pengemban di dalam sintesis katalis γ -alumina merupakan oksida yang paling sering digunakan (Tanabe, 1970).

γ -alumina memiliki dua tipe asam, baik asam Lewis maupun asam Bronsted. Situs asam Lewis pada permukaan alumina diperlihatkan oleh atom aluminium yang kekurangan pasangan elektron, sedangkan situs asam Bronsted adalah situs asam Lewis (aluminium) yang menyerap air. Atom oksigen berperan sebagai situs basa yang menyediakan pasangan elektron bebas (Tanabe, 1970). Spesies alumina dibedakan berdasarkan komposisi kimia dan struktur kristalnya. Alumina yang paling sering digunakan sebagai

pengembangan adalah alumina transisi khususnya γ -alumina. Material ini mempunyai luas permukaan $150 - 400 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori $0,5 - 1 \text{ cm}^3/\text{g}$ dan radius pori rata-rata $3 - 12 \text{ nm}$.

Penggunaan γ -alumina telah digunakan dalam pengembangan logam pada reaksi organik. Wang dan Lu (1998) menggunakan katalis nikel yang diimbangkan pada γ -alumina dalam reaksi pembentukan metana dari karbondioksida. Katalis Ni/ γ -alumina juga dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi hidrogenasi benzena (Molina and Poncelet, 2001). Iftitah, *et al.*, (2004) dalam penelitiannya melaporkan bahwa keberadaan γ -alumina sebagai pengembangan dalam katalis ZnBr_2 dapat meningkatkan keasaman katalis tersebut. Karakteristik katalis ZnBr_2/γ -alumina, antara lain memiliki kadar Zn sebanyak 3,41 %, luas permukaan sebesar 99,97 m^2/gram , volume pori 0,15 mL/g, dan rata-rata jari-jari pori 27,74 Å.

2.7. Metode Identifikasi Senyawa Terpena

2.7.1. Kromatografi Gas

Kromatografi gas merupakan satu metode pemisahan senyawa-senyawa di mana fase diam cair didistribusikan pada padatan pendukung dengan fase gerak gas. Pemisahan komponen terjadi secara partisi diantara dua fase (Gritter, *et al.*, 1991).

Alat kromatografi gas mempunyai empat bagian utama, yaitu kolom yang berupa pipa kolom yang panjang, biasanya terbuat dari logam. Kolom ini dikemas dengan fase diam disalutkan sebagai film pada permukaan logam bagian dalam. Pemanas disediakan untuk memanaskan kolom secara bertahap mulai $50 \text{ }^\circ\text{C}$ sampai $350 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan laju baku. Tabung gas yang terdiri atas gas pembawa yang inert seperti nitrogen dan argon. Pemisahan pada kolom tergantung pada kecepatan alir gas yang terkendali. Alat pendeteksi dipisahkan untuk mengukur senyawa ketika dibawa fase gerak ketika melewati kolom (Harborne, 1987).

Pada pemisahan dengan kromatografi gas, cuplikan harus dalam bentuk fase gas. Cuplikan dengan fase gas dapat dimasukkan secara langsung, tetapi kebanyakan senyawa organik berbentuk cairan dan padatan. Dengan demikian senyawa yang berbentuk cairan atau padatan terlebih dahulu harus diuapkan. Hal ini membutuhkan pemanasan sebelum masuk ke dalam kolom.

Pemanasan tersebut berada dalam tempat injeksi (Satrohamidjojo, 1991).

Hasil kromatografi gas dinyatakan dengan parameter waktu retensi (t_R), yaitu waktu yang diperlukan untuk mengelusi komponen dari kolom (Gritter, et al., 1991).

Kromatografi gas mempunyai peranan penting dalam analisis senyawa organik. Metode ini mampu memisahkan campuran senyawa dan memberikan informasi analitik baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dapat dilakukan dengan menggunakan waktu retensi, dimana identifikasi dilakukan dengan membandingkan waktu retensi komponen dengan waktu retensi dari senyawa standar pada kondisi operasi yang sama. Analisis kuantitatif dilakukan dengan cara pengukuran puncak (Bonelli and Mc Nair, 1988).

2.7.2. Kromatografi Gas –Spektrometri Massa

Kromatografi gas-spektrometri massa adalah perpaduan dua instrumen analisis dengan teknik yang berbeda, yaitu alat kromatografi gas dan spektrometri massa. Teknik terpadu ini pada prinsipnya merupakan penggabungan teknik pemisahan selektif dan teknik analisis spesifik. GC difungsikan untuk pemisahan senyawa-senyawa organik maupun anorganik. Sedangkan MS akan memberikan data spesifik mengenai bermacam-macam senyawa yang telah dipisahkan oleh kromatografi (Mulja, 1994).

Metode identifikasi yang paling efektif hingga saat ini untuk golongan senyawa-senyawa organik volatil adalah gabungan alat kromatografi gas (GC) dengan spektroskopi massa (MS) yang lebih sering dikenal dengan GC-MS (Harborne, 1987).

Prinsip pemisahan dengan kromatografi gas adalah komponen dibawa gas pembawa (fase gerak) melalui kolom, terbagi di antara gas pembawa dan pelarut (fase diam). Pelarut akan menahan komponen secara selektif berdasarkan koefisien distribusinya. Komponen-komponen ini kemudian akan meninggalkan kolom bersama aliran gas pembawa dan dicatat sebagai fungsi waktu oleh detektor (Shriner, 1980).

Dalam spektrometri massa molekul-molekul organik ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion yang

bermuatan positif yang bertenaga tinggi (ion-ion molekuler atau ion-ion induk), yang dapat dipecah menjadi ion-ion yang lebih kecil (ion-ion pecahan atau ion-ion anak). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation. Ion molekuler tersebut biasanya menjadi sepasang pecahan atau fragmen, yang dapat berupa radikal dan ion, atau molekul yang kecil dan radikal kation. Kemudian ion-ion ini melewati suatu medan magnet dan dibelokkan sesuai dengan rasio massa terhadap muatan ion (m/z) yang menghasilkan suatu kromatogram spektra massa masing-masing komponen dalam sampel (Shriner, 1980).

Dalam alat GC-MS, spektrometer mampu menganalisis sampel yang jumlahnya sangat kecil dan menghasilkan data yang berguna mengenai struktur dan identitas senyawa organik. Jika efluen dari kromatografi gas diarahkan ke spektrometer massa, maka informasi mengenai struktur untuk masing-masing puncak pada kromatogram dapat diperoleh. Cuplikan disuntikkan ke dalam kromatografi gas dan terkromatografi sehingga semua komponennya terpisah. Spektrum massa diukur secara otomatis pada selang waktu tertentu atau pada maksimum atau tengah-tengah puncak ketika keluar dari kolom. Kemudian data disimpan di dalam komputer, selanjutnya dapat diperoleh hasil kromatogram disertai integrasi semua puncak. Di samping itu kita dapat memperoleh spektrum massa masing-masing komponen (Gritter, *et al.*, 1991).

2.7.3. Spektrofotometri Inframerah (IR)

Spektrofotometri inframerah dapat digunakan untuk mengkarakterisasi struktur senyawa dengan mengetahui gugus-gugus fungsi yang terkandung dalam senyawa tersebut. Penyerapan radiasi inframerah oleh suatu senyawa organik didasarkan pada perbedaan energi vibrasi dalam molekul. Atom-atom yang terikat secara kovalen dalam molekul mengalami vibrasi seperti halnya dua bola yang terikat oleh suatu pegas. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo vibrasi atom-atom yang terikat itu. Jadi molekul ini ada dalam keadaan vibrasi tereksitasi (Fessenden and Fessenden, 1992).

Suatu ikatan dalam molekul senyawa dapat mengalami dua macam vibrasi sederhana, yaitu vibrasi rentangan (*stretching*

vibration) dan vibrasi tekukan (*bending vibration*). Vibrasi rentangan terdiri dari rentangan simetri dan asimetri sedangkan vibrasi tekukan terdiri dari tekukan dalam dan luar bidang. Kedua vibrasi tersebut disebut vibrasi fundamental yang timbul dari eksitasi elektron dari keadaan dasar (*ground state*) menuju energi tereksitasi. Vibrasi lain yang timbul adalah *overtone* yang menghasilkan serapan lemah sesuai dengan kelipatan untuk frekuensi fundamentalnya (Silverstein, *et al.*, 1986).

Spektra inframerah merupakan metode yang berguna untuk menentukan gugus senyawa dalam senyawa organik maupun anorganik. Salah satu pita yang khas adalah pita yang disebabkan oleh modus rentangan karbonil pada daerah $1820-1640\text{ cm}^{-1}$, pada alkena rentangan C=C terdapat pada daerah $1675-1665\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan yang khas juga terdapat dalam rentangan -OH pada alkohol yaitu serapan lebar pada daerah $3650-3200\text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, *et al.*, 1986).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya dan Universitas Gadjah Mada Yogyakarta pada bulan Agustus 2007 sampai Januari 2008.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berderajat pro analis (kecuali disebutkan lain) yaitu minyak sereh komersial dari toko “Aneka Kimia” Malang, katalis $\text{ZnBr}_2/\gamma\text{-alumina}$, gas hidrogen, dan gas nitrogen.

3.2.2. Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan: Seperangkat alat gelas, seperangkat alat distilasi fraksinasi vakum, seperangkat alat refluks, piknometer 2 mL, pengaduk, seperangkat alat GC HP 5890, seperangkat alat GC-MS Shimadzu QP-5000 dan seperangkat alat spektrofotometer infra merah JASCO FT-IR 5300.

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 2 tahap secara berkesinambungan dengan rincian sebagai berikut:

- a. Fraksinasi minyak sereh menggunakan distilasi fraksinasi vakum
- b. Redistilasi fraksinasi fraksi II minyak sereh
- c. Reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis $\text{ZnBr}_2/\gamma\text{-alumina}$
- d. Reaksi hidrogenasi produk reaksi siklisasi sitronelal $\text{ZnBr}_2/\gamma\text{-alumina}$

3.4. Cara Kerja Penelitian

3.4.1. Fraksinasi minyak sereh menggunakan distilasi fraksinasi vakum

Sebanyak 100 mL minyak sereh dimasukkan dalam labu alas bulat. Dilakukan distilasi fraksinasi vakum pada tekanan 40 mmHg. Destilat dikelompokkan menjadi 3 fraksi. Tiap fraksi dibedakan berdasarkan temperatur cairan. Fraksi yang diperoleh selanjutnya diuji menggunakan kromatografi gas dengan kondisi sebagai berikut:

Merk : GC HP 5890

Kolom : HP 5

Suhu kolom :

Awal : 150 °C

Akhir : 280 °C

Kenaikan : 7,5 °C

Waktu awal : 2 menit

Detektor : FID

Gas pembawa : He

Suhu detektor : 300 °C

Suhu injektor : 270 °C

Volume injeksi : 0,1µL

Keberadaan senyawa sitronelal dapat diketahui dari data GC dan dibandingkan dengan data analisa GC dan GC-MS untuk minyak sereh.

3.4.2. Redistilasi fraksinasi fraksi II minyak sereh

Fraksi yang mengandung sitronelal terbesar dicampur dan dilakukan redistilasi fraksinasi. Redistilasi dilakukan pada kondisi yang sama pada saat fraksinasi awal minyak sereh, yaitu dengan tekanan sebesar 40 mmHg.

Selanjutnya pada fraksi yang memiliki kandungan sitronelal terbesar, dilakukan identifikasi kandungan sitronelalnya menggunakan kromatografi gas pada kondisi sebagai berikut :

Merk : GC HP 5890
Kolom : Apiezon L
Suhu kolom :
 Awal : 175 °C
 Akhir : 250 °C
 Kenaikan : 7,5 °C
Waktu awal : 1 menit
Detektor : TCD
Gas pembawa : He
Suhu detektor : 200 °C
Suhu injektor : 200 °C
Volume injeksi : 0,1µL

Untuk memperkuat data keberadaan gugus fungsi yang ada pada campuran fraksi digunakan analisa spektroskopi inframerah.

3.4.3. Reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina

Sebanyak 5 mL sitronelal dari hasil fraksinasi dimasukkan dalam labu alas bulat leher dua 100 mL yang dihubungkan dengan kondensor, aliran gas nitrogen, dan termometer. Satu gram katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina ditambahkan dalam labu alas bulat. Dilakukan refluks pada suhu 90-95 °C pada tekanan atmosfer dengan mengalirkan gas nitrogen selama 4 jam. Diidentifikasi hasil reaksi siklisasi sitronelal dengan menggunakan GC-MS dengan kondisi sebagai berikut:

Merk : GC-MS Shimadzu QP 5000
Jenis pengionan: EI (*Electron Impack*)
Suhu injektor : 280 °C
Kolom : CP SIL 5 EB
 Panjang : 25 m,
 Diameter : 0,25 mm.
Suhu kolom :
 Awal : 70 °C
 Akhir : 270 °C
 Kenaikan : 10 °C

Suhu detektor : 300 °C
Gas pembawa : He
Volume injeksi : 0,1 μL

Hasil yang diperoleh berupa kromatogram GC yang berguna dalam penentuan struktur senyawa tersebut.

Untuk memperkuat data keberadaan gugus fungsi yang ada pada produk reaksi digunakan analisa spektroskopi inframerah.

3.4.4. Reaksi hidrogenasi produk reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis ZnBr₂/γ-alumina

Hasil reaksi siklisasi dilanjutkan refluks dengan mengganti aliran gas nitrogen dengan aliran gas hidrogen pada suhu 90 – 95 °C pada tekanan atmosfer.

Hasil reaksi dilakukan karakterisasi senyawa penyusun menggunakan GC-MS. Sebanyak 0,1 μL senyawa hasil reaksi diinjeksikan pada injektor GC-MS dengan kondisi dan tipe alat sebagai berikut :

Merk : GC-MS Shimadzu QP 5000
Jenis pengionan: EI (*Electron Impact*)
Suhu injektor : 280 °C
Kolom : CP SIL 5 EB
 Panjang : 25 m,
 Diameter : 0,25 mm.
Suhu kolom :
 Awal : 70 °C
 Akhir : 270 °C
 Kenaikan : 10 °C
Suhu detektor : 300 °C
Gas pembawa : He
Volume injeksi : 0,1 μL

Untuk memperkuat data keberadaan gugus fungsi yang ada pada produk reaksi digunakan analisa spektroskopi inframerah.

3.5. Analisa Data

Analisa data dilakukan pada data kromatogram dan spektrum massa GC-MS serta spektra IR. Kromatogram dan spektrum massa dianalisis secara diskriptif untuk menentukan senyawa yang dihasilkan dari reaksi berdasarkan waktu retensi senyawa pada kromatogram GC dan pola fragmentasi senyawa pada spektrum massa (MS) yang dibandingkan data pustaka WILEY 7. Selain itu dari data kromatogram GC dapat diketahui kandungan senyawa tersebut berdasarkan persentase area dari setiap puncak pada kromatogram GC. Spektra IR dianalisa secara diskriptif untuk menentukan gugus fungsi pada senyawa produk reaksi. Data spektra IR ini digunakan untuk memperkuat dugaan senyawa dari hasil analisa GC-MS.

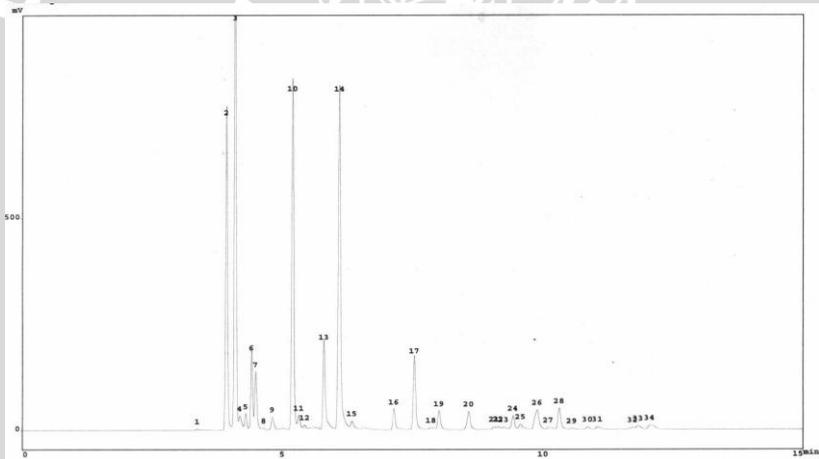


BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Fraksinasi Minyak Sereh Menggunakan Distilasi Fraksinasi Vakum

4.1.1. Karakterisasi Senyawa Penyusun Minyak Sereh

Minyak sereh yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak sereh komersial yang berasal dari toko Aneka Kimia Malang. Minyak sereh mengandung komponen minyak atsiri antara lain geraniol, sitrionelol, dan sitrionelal. Sitrionelal merupakan komponen utama minyak sereh. Hal ini ditunjukkan dengan hasil analisa GC-MS minyak sereh. Kromatogram minyak sereh dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kromatogram Minyak Sereh

Berdasarkan Gambar 4.1, dapat dilihat terdapat empat komponen utama minyak sereh yang ditunjukkan oleh empat puncak utama yang memiliki intensitas yang besar, yaitu puncak no. 2, 3, 10, dan 14. berdasarkan spektrum massa senyawa pada puncak-puncak tersebut dapat ditentukan struktur senyawa komponen utama penyusun minyak sereh.

Hasil analisa struktur senyawa komponen utama penyusun minyak sereh dapat ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Tabulasi data Komponen Utama Minyak Sereh

Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Kandungan	Senyawa
2	3,955	13,58 %	Heksilen glikol
3	4,100	21,30 %	2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol
10	5,197	16,03 %	Sitronelal
14	6,093	19,045 %	Trans-geraniol

4.1.2. Distilasi Fraksinasi Vakum pada Minyak Sereh

Isolasi sitronelal dari minyak sereh dilakukan dengan menggunakan destilasi fraksinasi vakum. Metode ini digunakan karena pada tekanan 760 mmHg, komponen-komponen utama penyusun minyak sereh memiliki titik didih yang tinggi dan berdekatan yaitu antara 205 -230 °C. Penggunaan tekanan di bawah 760 mmHg dilakukan untuk menurunkan titik didih senyawa minyak atsiri yang sebagian besar berkisar di atas 200 °C. Penurunan titik didih ini bertujuan agar tidak terjadi kerusakan senyawa akibat pemanasan pada suhu tinggi.

Pada penelitian ini distilasi fraksinasi dengan vakum tercapai sampai tekanan 40 mmHg. Pemanasan dilakukan perlahan-lahan dan bertahap dengan mengamati kenaikan suhu dalam sistem yang terbaca pada termometer. Destilat pertama sebagai fraksi I ditampung mulai awal menetes hingga tercapai suhu konstan kemudian mengalami penurunan. Tetesan pertama destilat terjadi pada temperatur 70 °C. Kemudian tetesan selanjutnya ditampung pada labu jantung selanjutnya sebagai fraksi II mulai terjadi kenaikan suhu cairan kembali hingga tercapai suhu konstan yaitu pada temperatur 116 °C. Fraksi III ditampung pada labu jantung selanjutnya pada temperatur 128 °C. Kemudian ketiga fraksi tersebut diukur volumenya.

Tabel 4.2 Data Hasil Fraksinasi Minyak Sereh

Fraksi	Suhu(°C), Tekanan40 mmHg	Volume(mL)
I	70 – 116	15
II	116 – 128	28
III	128 – 140	21
Residu	>140	36

Fraksi I, II, dan III masing-masing dianalisis dengan menggunakan GC untuk mengetahui kandungan sitronelal di dalamnya. Berdasarkan hasil perbandingan waktu retensi sitronelal pada minyak sereh yaitu pada 5,197 menit maka waktu retensi senyawa sitronelal pada fraksi I adalah 5,230 menit, pada fraksi II adalah 5,225 menit, dan sitronelal pada fraksi III adalah 5,208 menit. Hasil analisa ditampilkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data Analisa Hasil Fraksinasi Minyak Sereh

Fraksi	Kandungan senyawa (%)			
	A	B	C	D
I	43,5	19,29	7,87	-
II	-	30,45	42,58	3,54
II	-	14,64	2,05	41,81

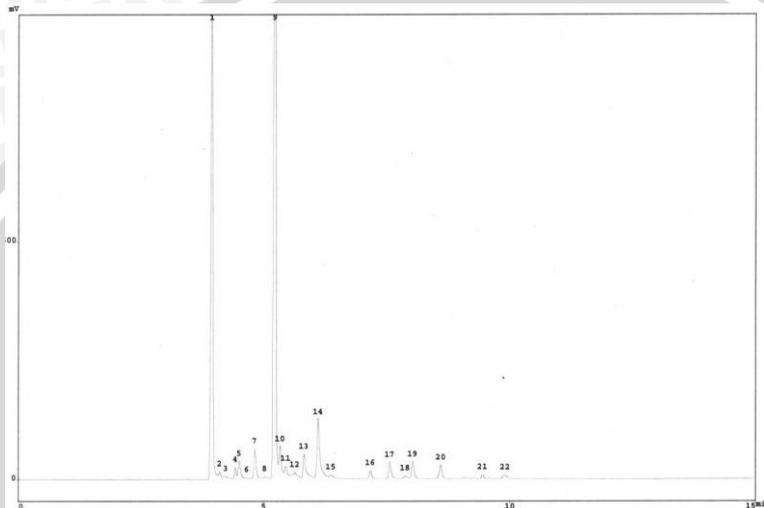
Keterangan :

A = Heksilen glikol, B = 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol, C = Sitronelal, dan D = Trans Geraniol

Fraksinasi dilakukan berulang-ulang agar diperoleh jumlah sampel yang cukup. Keboleh ulangan hasil fraksinasi diketahui dengan mengukur sifat fisik yaitu indeks bias dan densitas untuk setiap fraksi yang dihasilkan dari data yang diperoleh pada lampiran Tabel L.7.3 dapat dilihat bahwa fraksi kedua dari beberapa kali distilasi fraksinasi memiliki kesamaan sifat fisik.

Fraksi II dengan kandungan sitronelal terbesar, yakni sebesar 42,58 % dipilih untuk digunakan sebagai sampel pada penelitian. Kromatogram GC untuk fraksi II ditunjukkan pada Gambar 4.2. dan kromatogram untuk fraksi I dan III ditampilkan pada lampiran L.3.2. Gambar L.3.2.2 dan Gambar L.3.2.4.

Puncak no. 9 diduga sebagai puncak sitronelal dengan waktu retensi $t_R = 5,225$ menit dengan kandungan 42,58 %. Fraksi sitronelal memiliki berat jenis sebesar 0,89 g/mL dan indeks bias 1,4461.



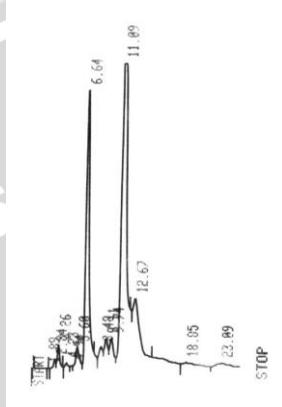
Gambar 4.2 Kromatogram GC fraksi II hasil destilasi fraksinasi vakum

4.2. Redistilasi Fraksinasi Fraksi II Minyak Sereh

Kandungan sitronelal pada fraksi II masih rendah yaitu sebesar 42,58 % dan masih ada komponen lain dengan kandungan tinggi, maka dilakukan redistilasi fraksinasi vakum. Metode ini dipilih karena beberapa komponen penyusun dari minyak sereh merupakan senyawa yang memiliki banyak kemiripan sifat fisik karena termasuk minyak atsiri golongan terpenoid. Salah satu sifat yang membedakan adalah perbedaan titik didih, sehingga dengan metode distilasi dapat dipisahkan komponen-komponen penyusunnya.

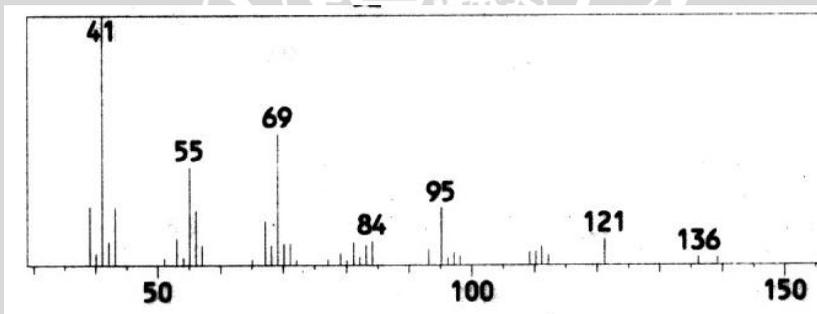
Redistilasi dilakukan dengan melakukan distilasi fraksinasi vakum pada fraksi dua yang telah dicampurkan. Redistilasi ini dilakukan dengan kondisi yang sama pada distilasi fraksinasi minyak sereh. Dari redistilasi ini diperoleh dua fraksi.

Fraksi II hasil redistilasi dianalisis dengan menggunakan GC untuk mengetahui kandungan sitronelal di dalamnya. Kromatogram GC untuk fraksi II ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kromatogram GC kolom apiezon L hasil redistilasi fraksinasi vakum

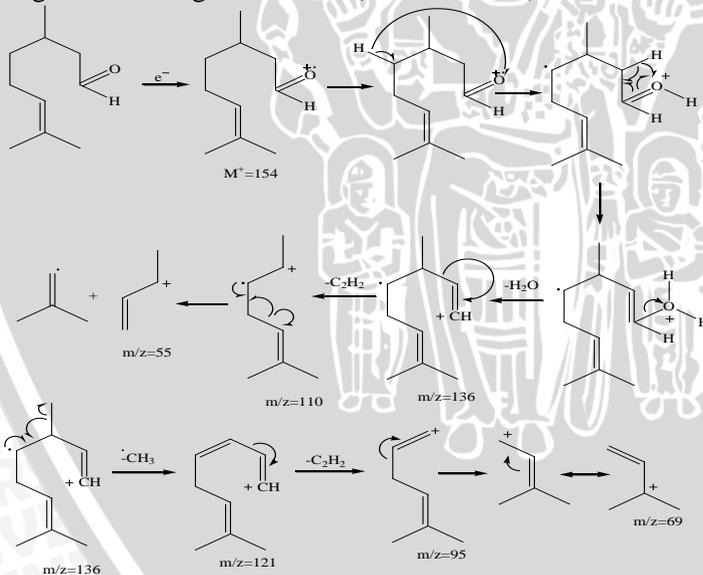
Hasil analisis spektroskopi massa terhadap senyawa dengan waktu retensi 8,67 menit menghasilkan spektrum massa seperti yang disajikan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 5,197 menit

Spektrum massa pada waktu retensi 8,67 menit mempunyai kemiripan pola fragmentasi dengan spektrum massa sitronelal pada pustaka WILEY7.LIB (Lampiran L.5.3). Gambar 4.5 menggambarkan pola fragmentasi sitronelal.

Fragmentasi sitronelal dimulai dengan pembentukan ion molekul yang terjadi akibat penembakan elektron pada pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh atom oksigen. Puncak ion molekuler $M^+ = 154$ tidak muncul menunjukkan sifatnya yang kurang stabil atau mudah mengalami fragmentasi menjadi puncak ion-ion dengan m/z yang lebih rendah. Selanjutnya terjadi penataulangan Mc.Lafferty yang kemudian diikuti lepasnya molekul netral H_2O ($M-18$) menghasilkan puncak fragmen ion pada $m/z = 136$. Puncak fragmen ion dengan $m/z = 110$ terbentuk dari $m/z = 136$ yang melepaskan gugus C_2H_2 . Puncak fragmen ion dengan $m/z = 55$ terbentuk dari $m/z = 110$ dengan cara melepaskan gugus C_4H_8 . Puncak fragmen dengan $m/z = 121$ terbentuk melalui penataulangan Mc Lafferty kembali yaitu dengan melepaskan gugus CH_3 dari $m/z 136$ yang selanjutnya diikuti dengan lepasnya gugus C_2H_2 ($m/z 121 - C_2H_2$) untuk membentuk fragmen ion dengan $m/z = 95$. Puncak fragmen ion dengan $m/z = 69$ terbentuk dengan lepasnya gugus C_2H_2 dari fragmen ion $m/z = 95$. Puncak ion dengan $m/z = 41$ merupakan puncak dasar yang diperoleh dengan melepaskan gugus C_2H_4 dari fragmen ion dengan $m/z = 69$ ($m/z 69 - C_2H_4$).

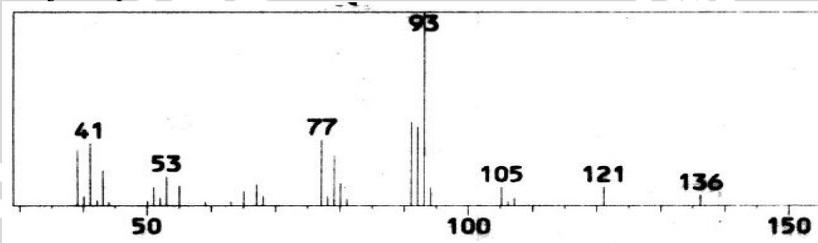


Gambar 4.5 Mekanisme fragmentasi senyawa sitronelal

Berdasarkan kromatogram GC Gambar 4.3, kandungan sitronelal meningkat menjadi 66,62% dibandingkan kromatogram GC Gambar 4.2.

Selain puncak dengan waktu retensi 8,67 menit, fraksi sitronelal masih mengandung puncak dengan intensitas tinggi pada waktu retensi 5,41 sebesar 26,54%.

Hasil analisis spektroskopi massa terhadap senyawa dengan waktu retensi 5,41 menit menghasilkan spektrum massa seperti yang disajikan pada Gambar 4.6.

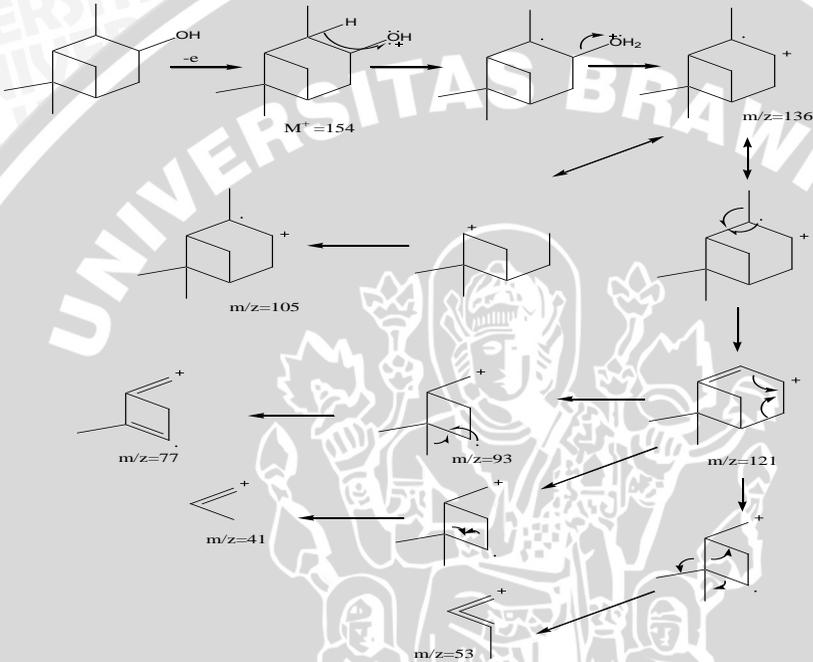


Gambar 4.6 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 5,41 menit

Spektrum massa pada waktu retensi 5,41 menit mempunyai kemiripan pola fragmentasi dengan spektrum massa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol pada pustaka WILEY7.LIB (Lampiran L.5.2). Gambar 4.7 menggambarkan pola fragmentasi 2,6,6-Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol.

Fragmentasi senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol diawali dengan pembentukan ion molekul akibat penembakan elektron pada gugus OH. Fragmen ion molekul tidak stabil sehingga pada spektrum massa puncak yang menunjukkan fragmen ion molekul tidak muncul. Fragmen ion dengan $m/z = 136$ berasal dari fragmentasi ion molekul yang mengalami pelepasan H_2O . Fragmen ini melepaskan C_2H_5 menghasilkan fragmen dengan puncak $m/z = 105$. Fragmen dengan $m/z = 136$ ini juga bisa menghasilkan fragmen dengan $m/z = 121$, yaitu dengan mengalami pemutusan metil. Fragmen ini akan menghasilkan fragmen dengan $m/z = 93$ setelah mengalami pemecahan gugus C_2H_4 . Fragmen dengan $m/z = 93$ ini merupakan ion fragmen yang stabil. Hal ini ditunjukkan dengan

kelimpahan puncak yang besar. Fragmen ini dapat mengalami tiga macam pemecahan, yaitu melepaskan metil menghasilkan fragmen $m/z = 77$, melepaskan C_3H_4 menghasilkan fragmen dengan $m/z = 53$, melepaskan C_4H_4 menghasilkan fragmen dengan $m/z = 41$. mekanisme fragmentasi senyawa tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.7.

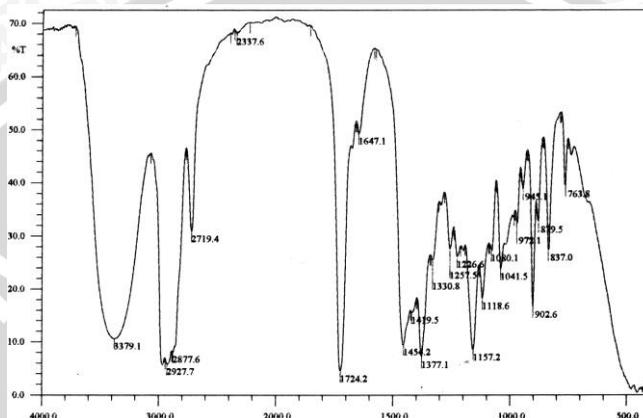


Gambar 4.7 Mekanisme fragmentasi senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol

Keberadaan sitronelal dalam hasil distilasi dan redistilasi ini didukung dengan adanya data spektrum IR. Spektrum IR fraksi sitronelal ini dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Berdasarkan Gambar 4.8, tampak fraksi sitronelal mempunyai beberapa serapan khas yang menunjukkan keberadaan sitronelal yaitu serapan tajam pada $1724,2 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan gugus karbonil dan serapan alkena pada $1647,1 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu sitronelal yang memiliki rantai jenuh memunculkan serapan pada daerah $2970,2$ dan $2927,7 \text{ cm}^{-1}$. Serapan ini juga memperkuat

keberadaan senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol pada fraksi sitronelal. Hal ini juga ditunjukkan dengan adanya serapan khas alkohol yaitu serapan tajam pada daerah $3375,2 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.8 Spektrum IR fraksi Sitronelal

Berdasarkan analisa data spektrum IR di atas, maka dapat dipastikan bahwa fraksi tersebut mengandung sitronelal dan 2,6,6-Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol.

4.3. Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis ZnBr_2/γ -alumina

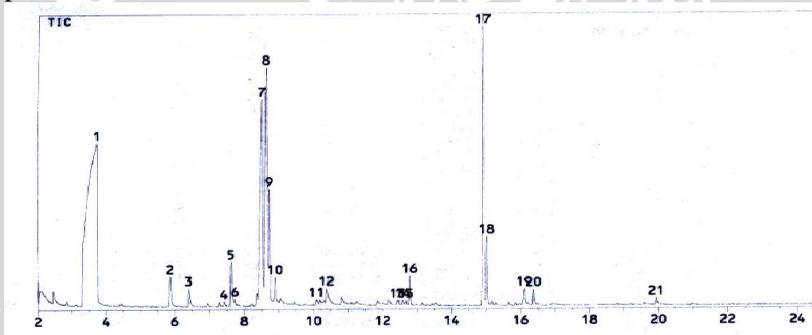
Reaksi siklisasi dalam penelitian ini menggunakan katalis ZnBr_2/γ -alumina. Katalis ini merupakan katalis heterogen karena katalis ini berbentuk padatan sedangkan substrat fraksi sitronelal merupakan cairan. Katalis ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan katalis homogen karena memiliki bidang permukaan aktif lebih besar daripada yang dimiliki oleh katalis homogen.

Digunakan katalis ZnBr_2/γ -alumina karena katalis ini memiliki keasaman yang sangat besar. Keasaman diberikan oleh keberadaan logam Zn. Sebagai transisi golongan IIB, Zn yang memiliki nomor atom 30 memiliki orbital kosong pada orbital 4d. Keasaman ini ditambah dengan keberadaan γ -alumina. γ -alumina merupakan pengemban dan memiliki sisi-sisi asam, baik asam lewis

maupun asam bronsted yang berupa gugus oksigen pada senyawa γ -alumina.

Reaksi siklisasi ini dilakukan dengan merefluks 5 mL fraksi sitronelal pada suhu 90-95 °C. Pada labu alas bulat, ditambahkan 1 gram katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina dan aliran gas N_2 . Fungsi aliran gas nitrogen adalah untuk menghilangkan gas oksigen yang dapat menghambat terjadinya reaksi katalitik. Setelah dilakukan refluks selama 4 jam, produk dicuplik 0,3 mL. Cuplikan produk reaksi siklisasi ini memiliki massa 0,268 gram.

Cuplikan reaksi siklisasi ini dilakukan karakterisasi untuk menentukan struktur dan kemurnian senyawa yang terdapat dalam campuran. Data GC menunjukkan kemurnian senyawa produk reaksi siklisasi, sedangkan dari data spektrum massa dapat ditentukan struktur senyawa-senyawa yang terbentuk dari reaksi siklisasi. Kromatogram GC campuran produk reaksi siklisasi dapat dilihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Kromatogram produk reaksi siklisasi

Kromatogram GC Gambar 4.9 menunjukkan kandungan komponen senyawa hasil reaksi siklisasi yang memiliki 4 puncak dengan intensitas tinggi, yaitu pada puncak no. 7, 8, 9 dan 15. Senyawa pada tiap-tiap puncak ditentukan melalui data spektrum massa pada masing-masing puncak tersebut. Data kandungan senyawa pada campuran produk reaksi siklisasi dapat dilihat pada Tabel 4.4.

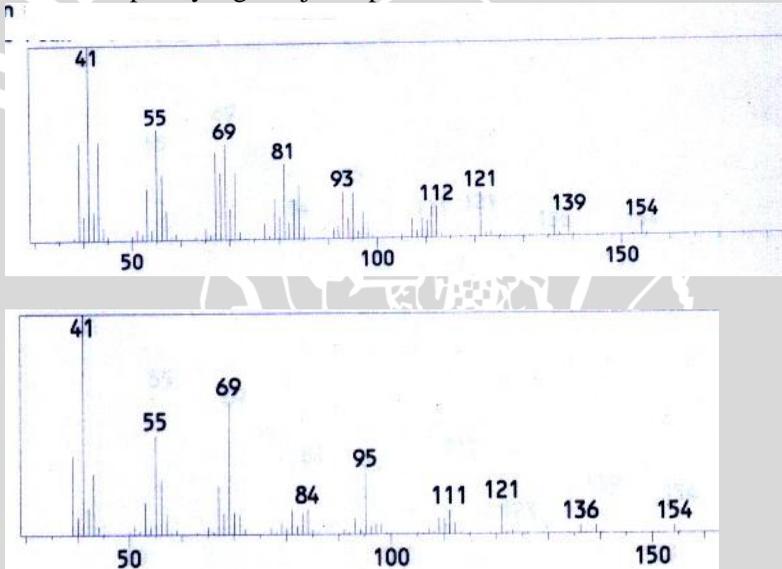
Berdasarkan Tabel 4.4, produk hasil reaksi siklisasi adalah isopulegol. Keberadaan senyawa sitronelal pada campuran

menunjukkan sisa sitronelal yang belum bereaksi dengan penggunaan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina.

Tabel 4.4. Data campuran reaksi siklisasi

Puncak	T_R (Menit)	% area	Senyawa
7	8,533	14,49 %	Isopulegol
8	8,667	13,99 %	Sitronelal
9	8,742	3,94 %	Isopulegol
17	14,958	11,99 %	2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

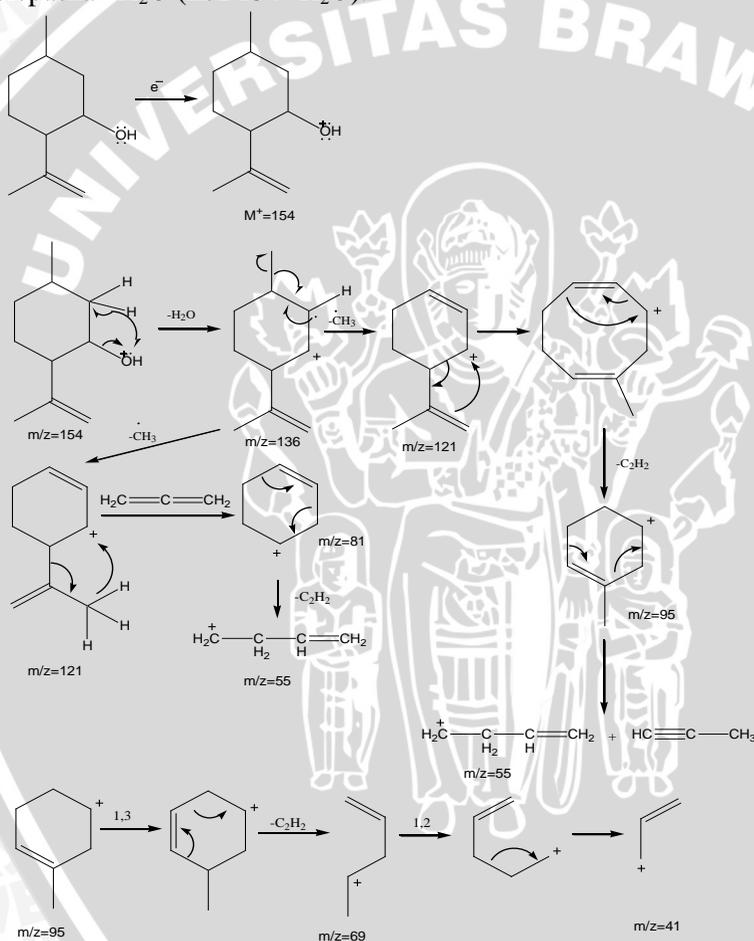
Puncak no 7 dan 9 pada waktu retensi 8,533 menit dan 8,742 menit memberikan spektrum massa yang sama dengan kelimpahan berbeda seperti yang disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Spektrum massa Puncak no. 7 dan 9 produk reaksi siklisasi

Spektrum massa pada Puncak no. 7 dengan waktu retensi 8,533 menit dan Puncak no. 9 dengan waktu retensi 8,742 menit mempunyai kemiripan pola fragmentasi dengan spektrum massa isopulegol pada pustaka WILEY7.LIB(Lampiran L.5.5). Gambar 4.11 menggambarkan pola fragmentasi isopulegol.

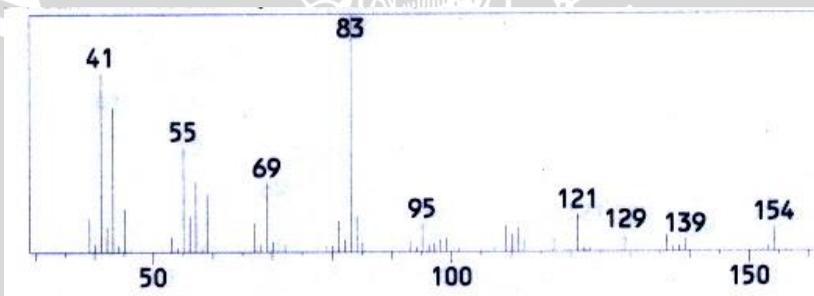
Puncak ion molekuler $M^+ = 154$ muncul dan terlihat sangat kecil menunjukkan sifatnya yang kurang stabil atau mudah mengalami fragmentasi menjadi puncak ion-ion dengan m/z yang lebih rendah. Puncak dasar muncul pada $m/z = 41$ dan puncak-puncak lain muncul pada $m/z = 136, 121, 95, 81, 69$ dan 55 . Puncak dasar $m/z = 41$ terbentuk melalui penataulangan Mc.Lafferty. Puncak dengan $m/z = 136$ terbentuk dari puncak $m/z = 154$ dengan melepaskan H_2O ($m/z 154 - H_2O$).



Gambar 4.11 Pola fragmentasi senyawa isopulegol

Puncak fragmentasi dengan $m/z = 121$ terbentuk dengan cara melepaskan gugus metil (m/z 136- CH_3) kemudian diikuti dengan lepasnya gugus C_2H_2 membentuk puncak dengan $m/z = 95$. Puncak fragmentasi dengan $m/z = 55$ terbentuk dengan cara melepaskan gugus C_3H_4 (m/z 95- C_3H_4). Puncak fragmentasi $m/z = 81$ terbentuk dengan cara melepaskan gugus C_3H_4 dari puncak fragmen dengan $m/z = 121$ (m/z 121- C_3H_4), sedangkan puncak fragmen 89 terbentuk dari puncak fragmen 95 dengan cara pergeseran 1,3 kemudian diikuti dengan lepasnya gugus C_2H_2 (m/z 95- C_2H_2) dan akhirnya terbentuk puncak dasar $m/z = 41$ dengan cara melepaskan gugus C_2H_4 dari fragmen $m/z = 69$ melalui pergeseran 1,2.

Puncak no. 17 pada kromatogram GC produk reaksi siklisasi dengan waktu retensi 14,958 menit dengan prosentase 11,99% merupakan senyawa baru yang terbentuk. Puncak ini memberikan spektrum massa pada gambar 4.12.

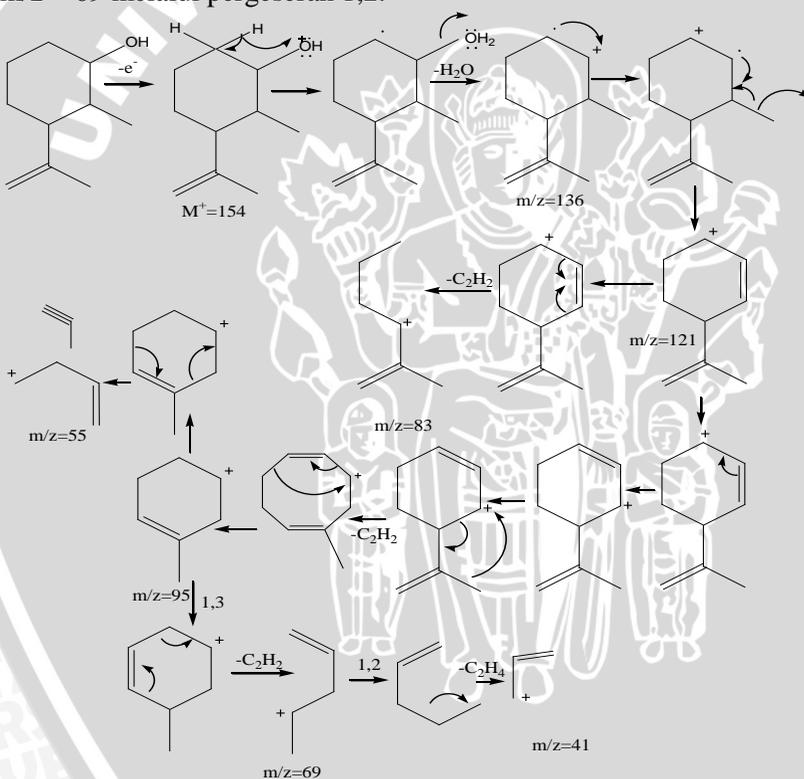


Gambar 4.12 Spektrum massa Puncak no. 17 produk reaksi siklisasi

Spektrum massa pada Puncak no. 17 dengan waktu retensi 14,958 menit mempunyai kemiripan pola fragmentasi dengan spektrum massa 3(1-metil etenil) sikloheksanol pada pustaka WILEY7.LIB (Lampiran L.5.6). Gambar 4.13 menggambarkan pola fragmentasi 3(1-metil etenil) sikloheksanol.

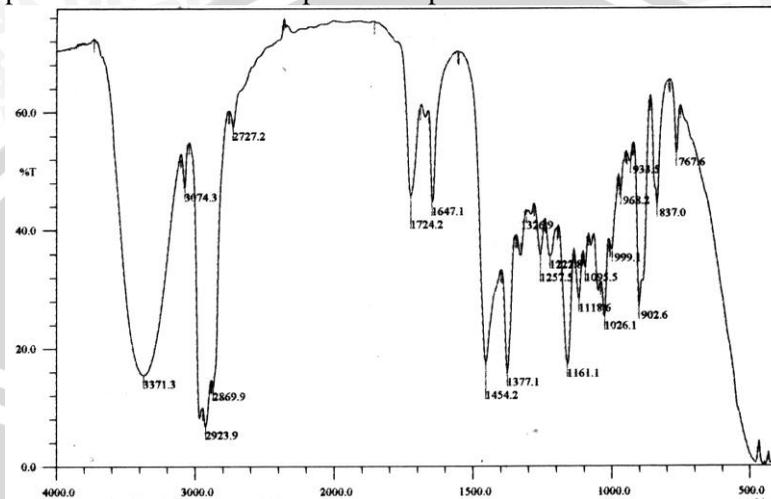
Puncak ion molekul senyawa terlihat pada puncak fragmen 154. selanjutnya ion mengalami fragmentasi dengan melepas gugus H_2O sehingga terbentuk puncak fragmen dengan $m/z = 136$. kedua fragmen ion tersebut memiliki intensitas yang lemah karena sifatnya kurang stabil. Puncak fragmen dengan $m/z = 121$ terbentuk dengan terjadinya pelepasan gugus radikal metil pada fragmen dengan $m/z =$

136, dan setelah mengalami pemutusan gugus C_3H_5 terbentuk fragmen dengan $m/z = 83$ yang stabil. Hal ini ditunjukkan oleh tingginya intensitas pada puncak fragmen. Puncak fragmen dengan $m/z = 95$ terbentuk setelah ion fragmen $m/z = 121$ mengalami penataan ulang dan melepaskan gugus C_2H_2 , kemudian dilanjutkan dengan pelepasan gugus C_3H_6 sehingga muncul puncak fragmen dengan $m/z = 55$. Puncak fragmen $m/z = 69$ terbentuk dari puncak fragmen $m/z = 95$ dengan cara pergeseran 1,3 kemudian diikuti dengan lepasnya gugus C_2H_2 . Puncak dasar dengan $m/z = 41$ terbentuk dengan cara melepaskan gugus C_2H_2 . Puncak dasar dengan $m/z = 41$ terbentuk dengan cara melepaskan gugus C_2H_4 dari fragmen $m/z = 69$ melalui pergeseran 1,2.



Gambar 4.13 Pola fragmentasi senyawa 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

Analisa senyawa menggunakan data spektrum MS di atas didukung dengan adanya spektrum IR yang menunjukkan gugus fungsi pada senyawa komponen hasil reaksi siklisasi. Spektrum IR produk reaksi siklisasi dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Spektrum IR produk reaksi siklisasi

Berdasarkan Gambar 4.14, terlihat beberapa serapan khas gugus fungsi senyawa. Serapan tersebut dapat diinterpretasikan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Intrepretasi spektrum IR produk reaksi siklisasi

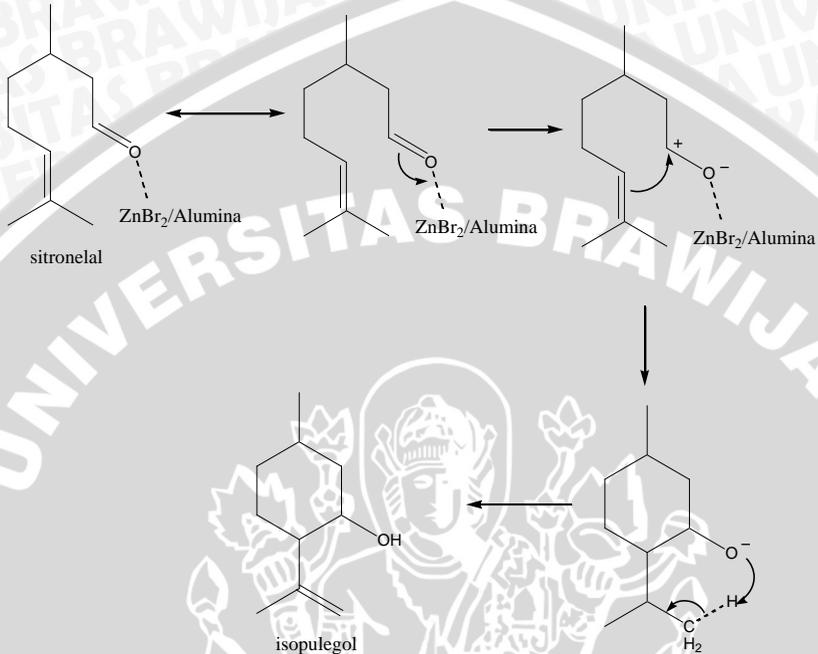
Frekuensi (cm^{-1})	Tipe gugus fungsi	Terdapat pada senyawa
3379,1	-OH (alkohol)	B dan C
2970,2 dan 2927,7	-CH ₂ (alkana)	A, B, dan C
1724,2	-C-O- (karbonil)	A
1647,1	-C=C- (alkena)	A, B, dan C

Ket : A = Sitronelal, B = 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol, C = isopulegol

a. Pembentukan Isopulegol

Pembentukan isopulegol pada reaksi siklisasi berasal dari komponen terbesar fraksi sitronelal yaitu sitronelal. Pembentukan

isopulegol ini melalui mekanisme reaksi siklisasi yang dapat digambarkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Mekanisme reaksi pembentukan sitronelal

Reaksi siklisasi pada sitronelal melibatkan suatu protonasi awal oksigen pada gugus karbonil. Protonasi ini mengakibatkan atom karbon dari karbonil menjadi bertambah parsial muatan positifnya, sehingga akan lebih mudah untuk diserang oleh elektron π dari ikatan rangkap karbon alkena. Kemudian dilanjutkan dengan pergeseran atom H dari metil untuk menstabilkan senyawa. Reaksi ini akan berlangsung lebih mudah bila dikatalis oleh asam yang dapat berperan pada protonasi awal oksigen pada gugus karbonil.

Pada penelitian ini digunakan katalis $\text{ZnBr}_2/\gamma\text{-alumina}$ yang berperan dalam penyediaan situs asam. Dengan diembankan katalis ZnBr_2 pada $\gamma\text{-alumina}$ diharapkan meningkatkan situs asam dari katalis pengemban sehingga katalis mempunyai situs asam lewis yang kuat dan asam Bronsted lemah bersama-sama.

Mekanisme interaksi sitronelal dengan permukaan katalis sehingga terjadi reaksi siklisasi dapat berlangsung melalui beberapa tahap, sebagai berikut :

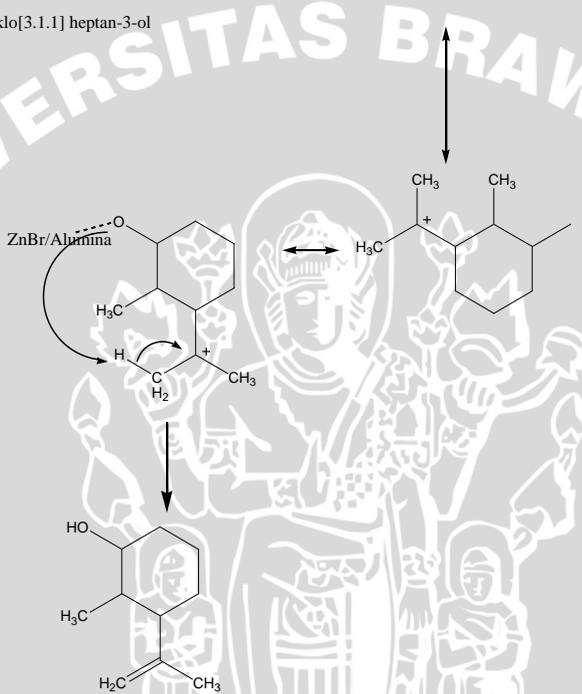
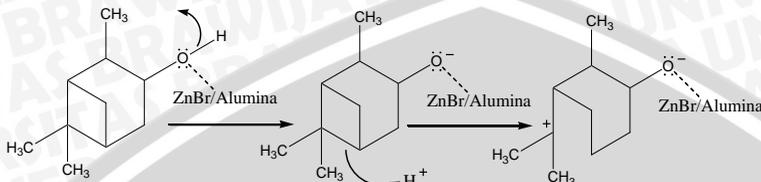
1. Molekul sitronelal melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat dan bertemu dengan situs aktif sehingga dapat teradsorpsi dan teraktifkan.
2. Molekul sitronelal mengalami peregangan molekul pada permukaan adsorben katalis sampai terjadi disosiasi ikatan. Pada saat inilah terjadi adsorpsi molekul oleh katalis.
3. Pada saat terjadi adsorpsi, pasangan elektron bebas atom oksigen pada gugus karbonil dan elektron π pada gugus alkena terikat pada sisi asam Lewis dari katalis. Dalam hal ini situs aktif asam Lewis katalis berperan sebagai elektrofil yang mengadisi ikatan rangkap karbonil dan ikatan rangkap karbon pada gugus alkena. Pada sisi asam Bronsted, akan mempercepat terjadinya penataan ulang atom hidrogen sehingga terbentuk gugus alkena dan alkohol.
4. Molekul isopulegol hasil reaksi melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat meninggalkan permukaan katalis sehingga katalis teregenerasi kembali tanpa mengalami perubahan.

b. Pembentukan 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

Proses reaksi siklisasi fraksi sitronelal juga menyebabkan proses isomerisasi 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol menjadi 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol.

Mekanisme reaksi yang terjadi dimulai dengan lepasnya ion H^+ dari gugus hidroksi. Keberadaan ion H^+ ini akan menyebabkan putusannya salah satu rantai siklik. Ikatan yang paling mudah diputus adalah ikatan antara karbon no. 5 dan no. 6. Hal ini disebabkan dengan adanya pemutusan rantai siklik pada posisi tersebut menyebabkan terbentuknya karbokation tersier yang stabil. Selanjutnya struktur mengalami penataan ulang dengan melepaskan atom hidrogen pada gugus metil sehingga terbentuk gugus alkena. Ion H^+ yang dilepaskan, akan kembali pada gugus hidroksi yang telah mengalami pelepasan ion H^+ . Sehingga terbentuk molekul senyawa 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol. Mekanisme

pembentukan 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol ditunjukkan pada Gambar 4.16



Gambar 4.16 Mekanisme pembentukan 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

Adanya situs asam dari katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina akan mempengaruhi reaksi yang terjadi. Pelepasan ion H^+ pada gugus hidroksi akan dipercepat dengan keberadaan katalis yang memiliki situs asam lewis. Pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh atom oksigen akan menempati situs asam dari katalis. Hal ini akan mempermudah gugus hidroksi untuk melepaskan ion H^+ . Pelepasan

hidrogen pada saat pembentukan ikatan rangkap juga akan dipercepat oleh situs asam Bronsted yang dimiliki oleh katalis pengemban γ -alumina.

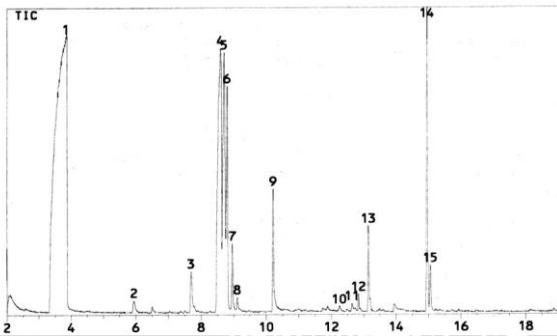
Mekanisme interaksi 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol dengan permukaan katalis sehingga terjadi reaksi isomerisasi dapat berlangsung melalui beberapa tahap, sebagai berikut :

1. Molekul 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat dan bertemu dengan situs aktif sehingga dapat teradsorpsi dan teraktifkan.
2. Molekul 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol mengalami peregangan molekul pada permukaan adsorben katalis sampai terjadi disosiasi ikatan. Pada saat inilah terjadi adsorpsi molekul oleh katalis.
3. Pada saat terjadinya adsorpsi, pasangan elektron bebas atom oksigen pada gugus hidroksi terikat pada sisi asam Lewis dari katalis. Dalam hal ini situs aktif asam Lewis katalis berperan sebagai elektrofil yang menyediakan orbital kosong bagi pasangan elektron bebas dari oksigen. Pada sisi asam Bronsted, akan mempercepat terjadinya penataan ulang atom hidrogen sehingga terbentuk gugus alkena.
4. Molekul senyawa hasil reaksi melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat meninggalkan permukaan katalis sehingga katalis teregenerasi kembali tanpa mengalami perubahan

4.4. Reaksi Hidrogenasi Produk Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina

Reaksi hidrogenasi ini dilakukan dengan merefluks hasil reaksi siklisasi dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina. Pada reaksi hidrogenasi ini aliran gas nitrogen diganti dengan aliran gas hidrogen. Setelah dilakukan refluks selama 4 jam, campuran dipisahkan dari katalisnya dengan cara dekantasi karena bentuk katalis berupa padatan yang mengendap di bawah permukaan campuran, sehingga mudah untuk dipisahkan. Hasil reaksi hidrogenasi ini didapatkan produk reaksi sebanyak 3,2 mL yang bermassa 2,864 gram.

Hasil reaksi hidrogenasi ini dilakukan karakterisasi untuk menentukan struktur dan kemurnian senyawa yang terdapat dalam campuran. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen GC-MS. Kromatogram GC campuran reaksi hidrogenasi dapat dilihat pada Gambar 4.17.



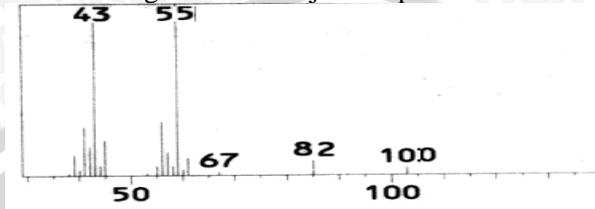
Gambar 4.17 Kromatogram produk reaksi hidrogenasi

Kromatogram GC Gambar 4.17 menunjukkan kandungan komponen senyawa hasil reaksi hidrogenasi. Kromatogram GC produk reaksi hidrogenasi dibandingkan dengan kromatogram GC produk reaksi siklisasi untuk mengetahui apakah terbentuk senyawa baru. Berikut ini adalah perbandingan prosentase senyawa dengan yang memiliki puncak dengan intensitas tinggi hasil analisa GC produk reaksi siklisasi dan produk reaksi hidrogenasi.

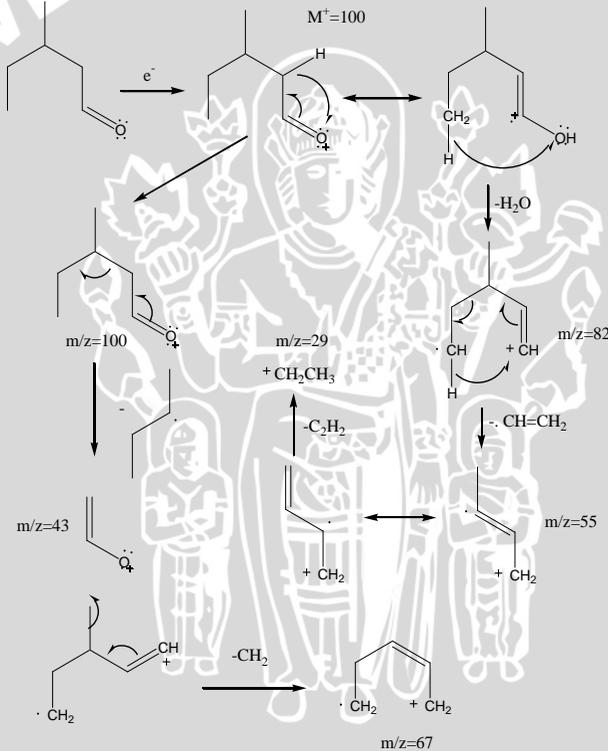
Tabel 4.6. Data Perbandingan GC Produk reaksi produk reaksi siklisasi dan produk reaksi hidrogenasi

Produk reaksi siklisasi		Produk reaksi hidrogenasi		Senyawa
T _R (menit)	% area	T _R (menit)	% area	
3,732	41,74	3,845	54,53	3-metil pentanal
8,526	14,39			Isopulegol
8,664	13,99	8,613	9,90	Sitronelal
8,738	3,94	8,812	15,8	Isopulegol
14,942	11,99	14,969	5,79	2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

Puncak no. 1 pada waktu retensi 3,843 menit memberikan spektrum massa sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18 Spektrum massa Puncak no. 1 produk reaksi hidrogenasi



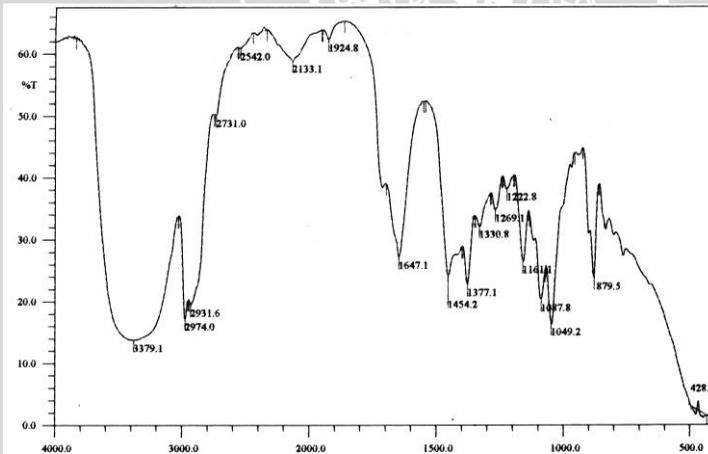
Gambar 4.19 Mekanisme fragmentasi 3-metil-pentanal

Spektrum massa pada Puncak no. 1 dengan waktu retensi 3,843 menit mempunyai kemiripan pola fragmentasi dengan

spektrum massa 3-metil pentanal pada pustaka WILEY7.LIB(Lampiran L.5.7). Gambar 4.19 menggambarkan pola fragmentasi 3-metil pentanal.

Puncak ion molekul terlihat pada fragmen $M^+=100$. Selanjutnya ion molekul mengalami penataan ulang *Mc.lafferty* yang diikuti oleh lepasnya molekul H_2O menghasilkan puncak ion dengan $m/z=82$. Selanjutnya terjadi pelepasan $-CH_2=CH$ secara heterolitik menghasilkan puncak ion dengan $m/z=55$. Fragmen ini mengalami pelepasan C_2H_2 sehingga terbentuk fragmen $m/z=29$. Fragmen $m/z=82$ juga bisa mengalami pelepasan CH_2 menjadi puncak ion dengan $m/z=67$. Ion molekul juga bisa mengalami penataan ulang dan melepaskan C_4H_9 menghasilkan puncak ion dengan $m/z=43$.

Analisa senyawa menggunakan data spektrum MS di atas didukung dengan adanya spektrum IR yang menunjukkan gugus fungsi pada senyawa komponen produk reaksi Hidrogenasi. Spektrum IR produk reaksi hidrogenasi dapat dilihat pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Spektrum IR Produk reaksi hidrogenasi

Berdasarkan Gambar 4.20, terlihat beberapa serapan khas gugus fungsi senyawa. Serapan tersebut dapat diinterpretasikan pada Tabel 4.7.

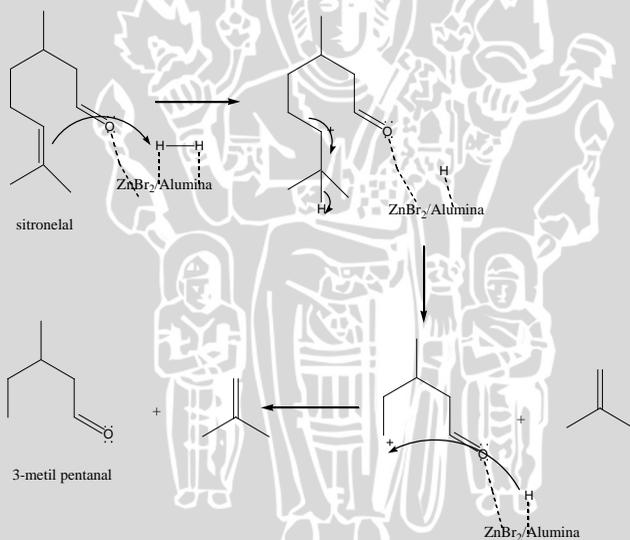
Tabel 4.7. Interpretasi spektrum IR produk reaksi hidrogenasi

Frekuensi (cm ⁻¹)	Tipe gugus fungsi	Terdapat pada senyawa
3379,1	-OH (alkohol)	B dan C
2970,2 dan 2927,7	-CH ₂ (alkana)	A, B, C dan D
1724,2	-C-O- (karbonil)	A dan D
1647,1	-C=C- (alkena)	A, B, dan C

Ket : A = Sitronelal, B = 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol, C = isopulegol, D = 3-metil pentanal

Berdasarkan dugaan mekanisme reaksi, pembentukan pentanal dari reaksi katalitik ZnBr₂/γ-alumina yang menyebabkan prosentase pentanal bertambah berasal dari sitronelal.

Mekanisme reaksi yang terjadi digambarkan dalam Gambar 4.21.



Gambar 4.21 Mekanisme reaksi pembentukan 3-metil pentanal.

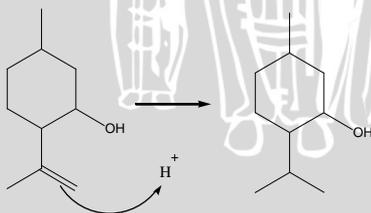
Mekanisme reaksi diawali dengan hidrogenasi gugus alkena sehingga terbentuk karbokation. Untuk menstabilkan struktur terjadi pemutusan ikatan tunggal karbon dan lepasnya hidrogen kembali menghasilkan karbocation dan isobutena. Karbocation distabilkan

dengan kehadiran hidrogen dan terjadi hidrogenasi sehingga terbentuk 3-metil pentanal.

Mekanisme interaksi sitronelal dan gas hidrogen dengan permukaan katalis sehingga terjadi reaksi dapat berlangsung melalui beberapa tahap, sebagai berikut :

1. Molekul sitronelal dan gas hidrogen melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat dan bertemu dengan situs aktif sehingga dapat teradsorpsi dan teraktifkan.
2. Molekul sitronelal mengalami peregangan molekul pada permukaan adsorben katalis sampai terjadi disosiasi ikatan. Pada saat inilah terjadi adsorpsi molekul oleh katalis.
3. Pada saat terjadinya adsorpsi, pasangan elektron bebas atom oksigen pada gugus hidroksi terikat pada sisi asam Lewis dari katalis. Dalam hal ini situs aktif asam Lewis katalis berperan sebagai elektrofil yang menyediakan orbital kosong bagi pasangan elektron dari ikatan rangkap.
4. Molekul senyawa hasil reaksi melakukan migrasi melewati bidang antar muka cair-padat meninggalkan permukaan katalis sehingga katalis teregenerasi kembali tanpa mengalami perubahan

Secara teoritis reaksi hidrogenasi produk reaksi siklisasi sitronelal seharusnya menghasilkan 2-isopropil-5-metil sikloheksanol (mentol) dari reaksi hidrogenasi isopulegol melalui mekanisme reaksi yang ditunjukkan pada Gambar 4.22. Namun pada penelitian yang dilakukan senyawa 2-isopropil-5-metil sikloheksanol tidak dihasilkan. Melainkan terjadi reaksi hidrogenasi sitronelal menjadi 3-metil pentanal.



Gambar 4.22 Mekanisme reaksi hidrogenasi isopulegol menjadi 2-isopropil-5-metil sikloheksanol

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa :

- a. Reaksi hidrogenasi fraksi sitronelal dari minyak serih menggunakan katalis ZnBr_2/γ -alumina pada suhu $90\text{-}95\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam menghasilkan senyawa 3-metil pentanal sebesar 12,79 %.
- b. Mekanisme pembentukan 3 metil pentanal diawali dengan hidrogenasi gugus alkena, diikuti pembentukan karbokation dan pemutusan ikatan tunggal karbon.

5.2 Saran

Agar dicapai hasil yang maksimal, dalam reaksi hidrogenasi fraksi sitronelal ini, perlu dilakukan pengkajian tentang kondisi optimum yang mempengaruhi reaksi, antara lain temperatur, waktu, dan banyaknya katalis.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustine, R.L., 1996, **Heterogenous Catalysis for the Syntetic Chemist**, Mariel dekker Inc., New York, 9, 53, 67-70
- Anderson, R.I., 1981, **Catalysis: Science and Technology**, Springer-Verlag, New York
- Bonelli, E.J. and Noir, 1988, **Dasar Kromatografi Gas**, Edisi Kelima, Alih Bahasa: Dr. Kosasih Padmawinata, Penerbit ITB, Bandung, 1-2
- Budavari, S., 1989, **The Merck Index, an Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biological**, 11th Edition, Merck & co.inc., New York
- Chuah, G. K., S.H. Liu, S. Jaenicke, and L.J. Harrison, 2001, **Cyclisation of Citronellal to Isopulegol Catalysed by Hydrous Zirconia and Other Solid Acids**, *J. Cat*, 200, 352-359
- Enberger, and Hopp, R., 1993, **Mentols : Its Origin Chemistry, Physiology and Toxicological Properties**. *Rec.Aad.Tobacco.Sci.*, Vol 19
- Fessenden R.J. and J.S. Fessenden, 1992, **Kimia Organik**, Penerjemah: A.H. Pudjaatmaka, Jilid 2, Edisi ketiga, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Foger, K., 1984, **Dispersed Metal Catalyst**, CSIRO Division of Metal Science, Catalyst and Surface Science Lab., University of Melbourne, Australia
- Gritter, R. J., J. M. Babbitt, dan A.E. Schwarting, 1991, **Pengantar Kromatografi**, Penerjemah : Kosasih Padmawiaata, Penerbit ITB, Bandung

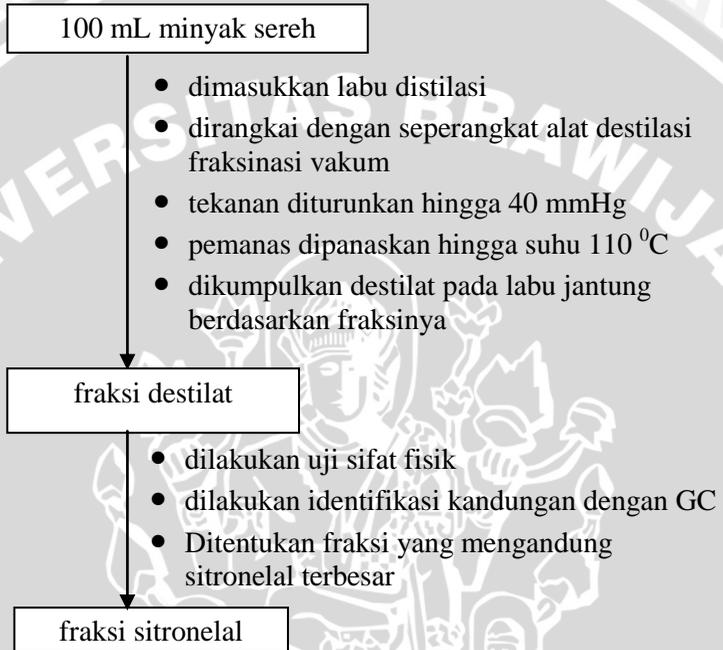
- Guenther, E., 1950, **The Essential Oil, The Constituents of Essential Oil**, van Nostrand and Company, Inc., Toronto
- Harborne, J. B., 1987, **Metode Fitokimia: Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan**, Penerjemah: Kosasih Padmawinata dan Iwang Soediro, Penerbit ITB, Bandung
- Handoko, P.S., 2003, **Aktivitas Katalis α /Zeloit dalam Reaksi Konversi Katalitik fenol dan Metil Isobutil Keton**, *J.I. Das*, 4(2), 70-76
- Iftitah, E.D., H. Sastrohamidjojo, and M. Muchallal, 2004, **Study of Catalytic Cyclisation of (+) Citronellal with γ -Alumina as Catalyst**, *Ind j. chem.*, 26(2), 292-298
- Milone, C., C.gangemi, G.Neri, A.Pistone, S.Galvagno, 2000, **Selective One Step Synthesis of Menthol from Sitronellal on Ru Supported on Modified SiO_2** , *J.Appl.Catal.A.Gen*, Vol. 199, 239-244
- Molina, R., and G. Poncelet, 2001, **Hydrogenation of Benzene Over Alumina Supported Nickel Catalysts Prepared from Ni (II) Acetylacetonate**, *J. Cat.* 199, 162-170
- Mulja, M., 1994, **Perkembangan Instrumen Kromatografi Gas**, Airlangga University Press, Surabaya
- Priatmoko, 1991, **Sintesis Mentol dari Sitronelal Hasil Isolasi Minyak Sereh**, Tesis S-2, Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Priyanto, 2001, **Sintesis Mentol dari Sitronelal Hasil Isolasi Minyak Sereh**, Tesis S-2, Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H., 1981, **A Study Some Indonesian Essential Oils**, Disertasi, FMIPA, UGM, Yogyakarta

- Sastrohamidjojo, H., 1991, **Kromatografi**, Penerbit Liberty, Yogyakarta, 42-48
- Sax, N.I. and R.J. Lewis, 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, 11th Edition, Van Nostrand Company, New York
- Shriner, R.L., 1980, **The Systematic Identification of Organic Compound a Laboratory Manual**, New York, John Wiley and Sons
- Silverstein, B.M., G.C. Bassler, T.C. Morrill, 1986, **Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik**, Edisi Keempat, Alih bahasa: A.J. Hartomo dan Anny Viktor Purba, Erlangga, Jakarta
- Smith, J.M., 1981, **Chemical Engineering Kinetics**, Mc Graw Hill Book Company, New York, 307-308
- Tanabe, K., 1970, **Solid Acids and Bases : Their Catalytic Properties**, Kondansha Scientific Books, Academic Press, New York
- Wang, S., and G.Q. Lu, 1998, **Reforming of Methane with Carbon Dioxide over Ni/Al₂O₃ Catalysts : Effect of Nickel Precursor**, *J. Appl. Cat.A. Gen.*, 169, 271-280

LAMPIRAN

L.1. Diagram Alir Metode Penelitian

L.1.1. Fraksinasi minyak serih dengan menggunakan distilasi fraksinasi vakum



L.1.2. Redistilasi fraksinasi fraksi II minyak serih

200 mL fraksi II

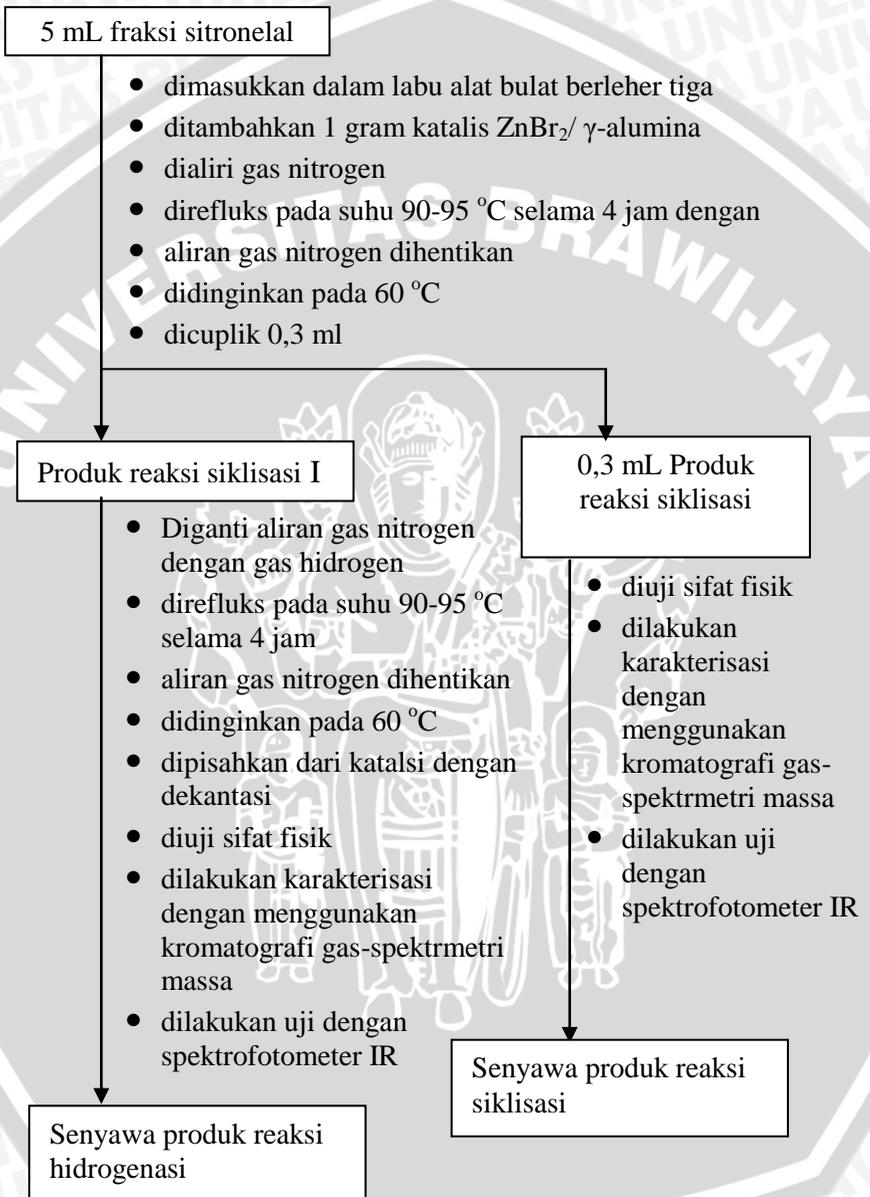
- dimasukkan labu distilasi
- dirangkai dengan seperangkat alat destilasi fraksinasi vakum
- tekanan diturunkan hingga 40 mmHg
- pemanas dipanaskan hingga suhu 110 °C
- dikumpulkan destilat pada labu jantung berdasarkan fraksinya
- diambil fraksi kedua

fraksi sitronelal

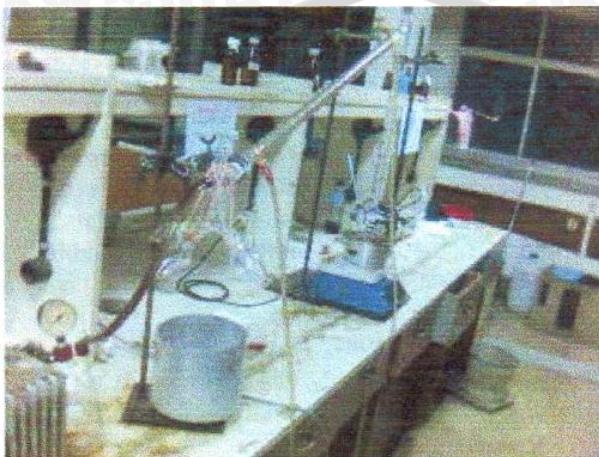
- dilakukan uji sifat fisik
- dilakukan identifikasi kandungan dengan GC
- dilakukan uji dengan spektrofotometer IR

data kandungan sitronelal

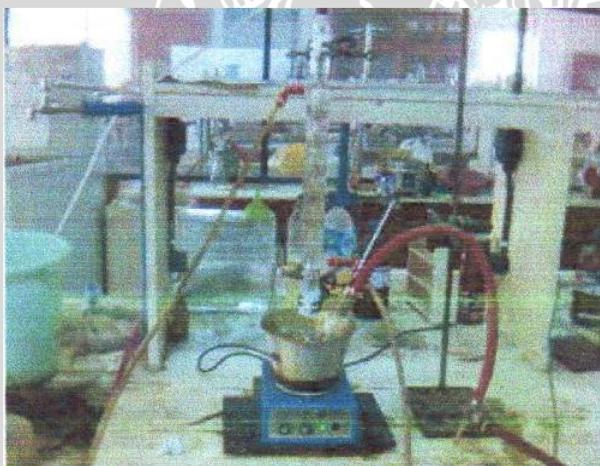
L.1.3. Reaksi siklisasi dan hidrogenasi sitronelal dengan katalis $ZnBr_2/\gamma$ -alumina



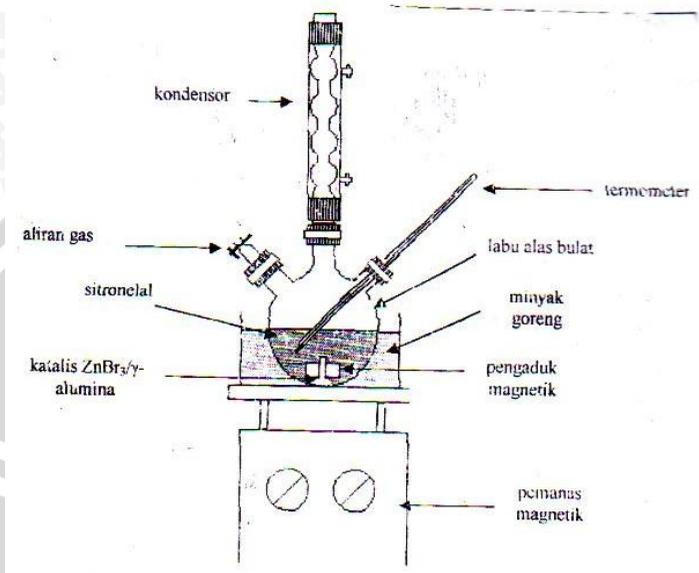
L.2. Gambar Rangkaian Alat



Gambar L.2.1 Rangkaian alat distilasi fraksinasi vakum



Gambar L.2.2 Rangkaian alat reaksi



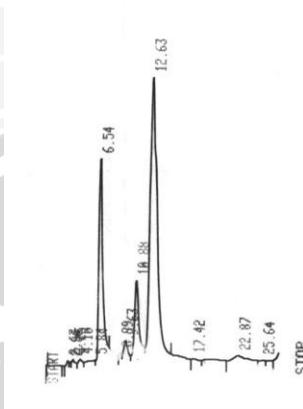
Gambar L.2.3 Skema rangkaian alat reaksi katalitik

L.3. Kromatogram GC

L.3.1. Kromatogram Kromatografi Kolom Apiezon L

Kondisi alat

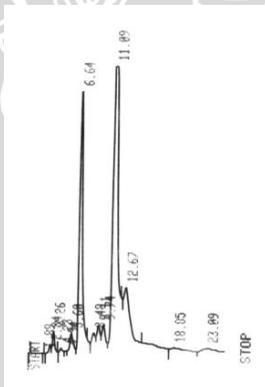
Merk	: GC HP 5890
Kolom	: Apiezon L
Suhu kolom	:
Awal	: 175 °C
Akhir	: 250 °C
Kenaikan	: 7,5 °C
Waktu awal	: 1 menit
Detektor	: TCD
Gas pembawa	: He (kecepatan mL/menit)
Suhu detektor	: 200 °C
Suhu injektor	: 200 °C
Volume injeksi	: 0,1 μL



Gambar L.3.1.1 Kromatogram fraksi II hasil fraksinasi

Tabel L.3.1.1 Data kromatogram fraksi II hasil fraksinasi

T_R (menit)	% Area
6,54	30,45 %
12,63	42,58 %



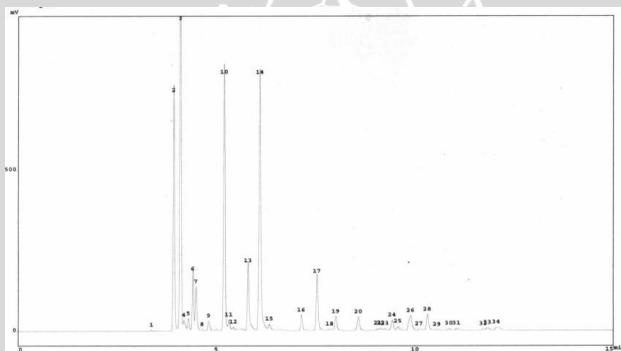
Gambar L.3.1.2 Kromatogram fraksi II hasil redistilasi

Tabel L.3.1.2 Data kromatogram fraksi II hasil redistilasi

T_R (menit)	% Area
6,64	26,84 %
11,09	66,62 %

L.3.2. Kromatogram Kromatografi Gas Kolom HP 5

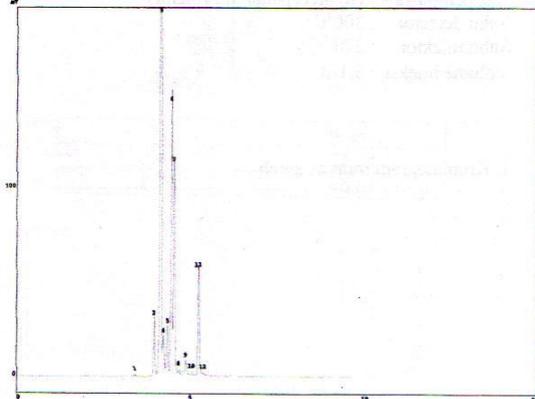
Merk : GC HP 5890
Kolom : HP 5
Suhu kolom :
Awal : 150 °C
Akhir : 280 °C
Kenaikan : 7,5 °C
Waktu awal : 2 menit
Detektor : FID
Gas pembawa : He (kecepatan mL/menit)
Suhu detektor : 300 °C
Suhu injektor : 270 °C
Volume injeksi : 0,1 µL



Gambar L.3.2.1 Kromatogram minyak sereh

Tabel L.3.2.1 Data kromatogram minyak sereh

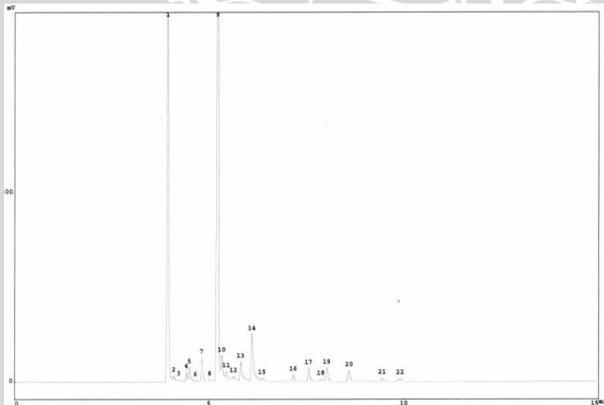
No. Puncak	T _R (menit)	% area
2	3,936	13,58
3	4,100	21,30
6	4,413	3,46
7	4,491	2,85
10	5,197	16,10
13	5,796	4,94
14	6,093	19,04
17	7,530	4,14



Gambar L.3.2.2 Kromatogram fraksi I fraksinasi minyak sereh

Tabel L.3.2.2 Kromatogram fraksi I fraksinasi minyak sereh

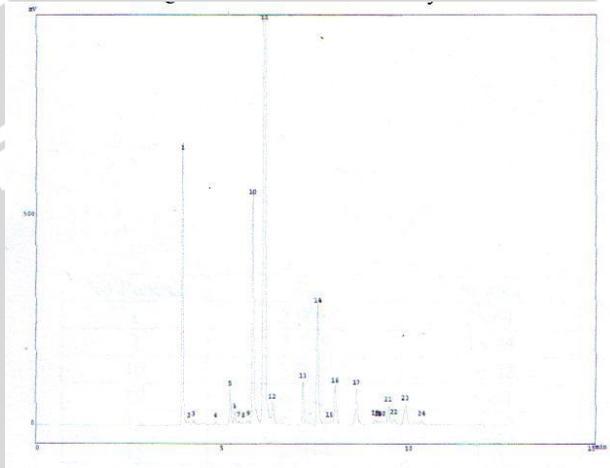
No. Puncak	T _R (menit)	% area
3	4,142	43,51
6	4,447	19,28
7	4,526	15,83
11	5,230	7,86



Gambar L.3.2.3 Kromatogram fraksi II fraksinasi minyak sereh

Tabel L.3.2.3 Kromatogram fraksi II fraksinasi minyak sereh

No. Puncak	T _R (menit)	% area
1	4,453	30,45
9	5,225	42,58
14	6,098	3,54



Gambar L.3.2.4 Kromatogram fraksi III fraksinasi minyak sereh

Tabel L.3.2.4 Kromatogram fraksi III fraksinasi minyak sereh

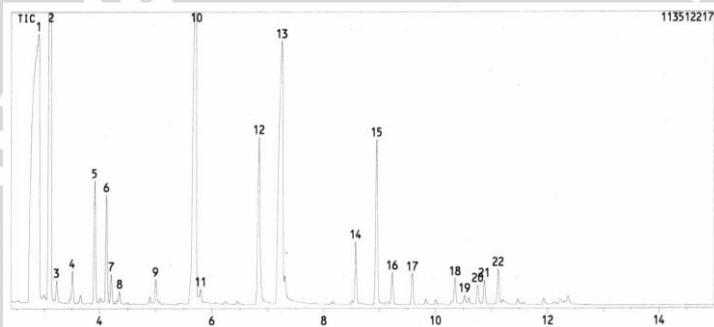
No. Puncak	T _R (menit)	% area
1	3,943	14,64
5	5,208	2,04
10	5,815	14,50
11	6,126	41,80
14	7,548	7,88

L.4. Gambar Kromatogram Kromatografi Gas dan Spektrum Massa

Merk : GC-MS Shimadzu QP 5000
 Jenis pengionan: EI (*Electron Impact*)
 Suhu injektor : 280 °C
 Kolom : CP SIL 5 EB

Panjang : 25 m,
 Diameter : 0,25 mm.
 Suhu kolom :
 Awal : 70 °C
 Akhir : 270 °C
 Kenaikan : 10 °C

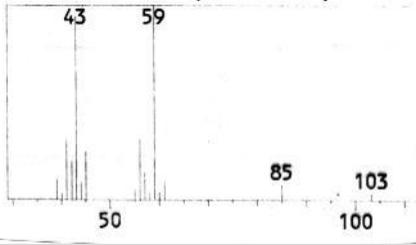
 Suhu detektor : 300 °C
 Gas pembawa : He
 Volume injeksi : 0,1 μL



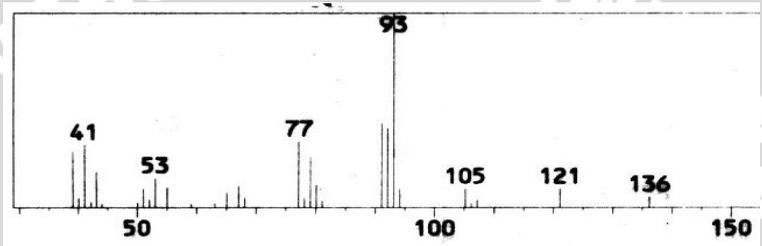
Gambar L.4.1 Kromatogram GC-MS minyak sereh

Tabel L.4.1 Kromatogram GC-MS minyak sereh

No. Puncak	T _R (menit)	% area
1	2,901	28,61
2	3,125	14,34
3	4,100	21,30
10	5,723	16,03
12	6,843	5,60
13	7,254	15,32
15	8,950	4,70

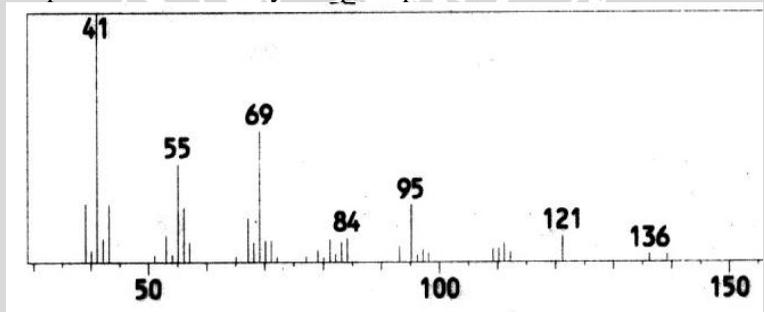


Gambar L.4.2 Spektrum massa senyawa pada puncak no 2 kromatogram GC-MS minyak serih

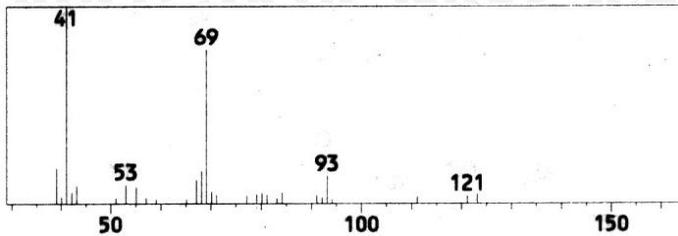


Gambar L.4.3 Spektrum massa senyawa pada puncak no 3 kromatogram GC-MS minyak serih

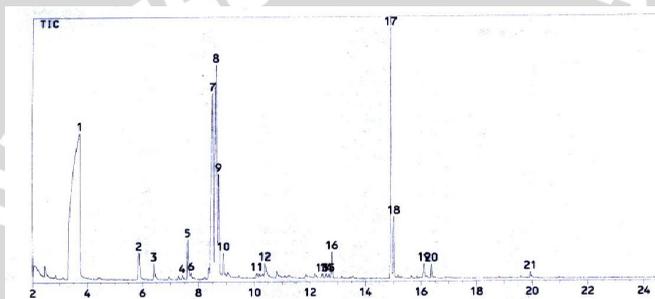
Spektrum massa senyawa pada puncak no 10



Gambar L.4.4 Spektrum massa senyawa pada puncak no 10 kromatogram GC-MS minyak serih



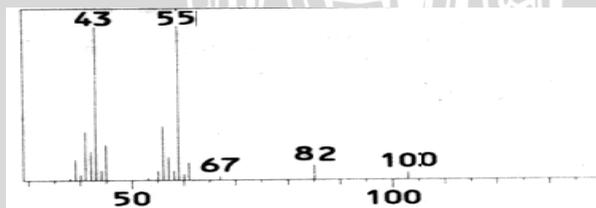
Gambar L.4.5 Spektrum massa senyawa pada puncak no 14 kromatogram GC-MS minyak sereh



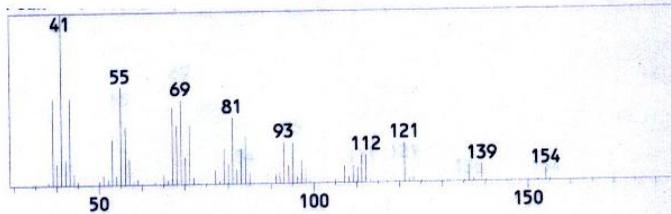
Gambar L.4.6 Kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi

Tabel L.4.2 Kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi

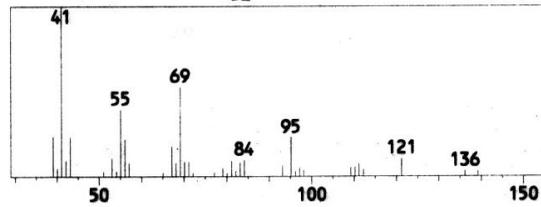
No. Puncak	T_R (menit)	% area
1	3,739	41,74
7	8,533	14,49 %
8	8,667	13,99 %
9	8,742	3,94 %
17	14,958	11,99 %



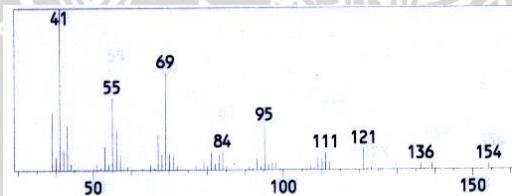
Gambar L.4.7 Spektrum massa senyawa pada puncak no 1 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi



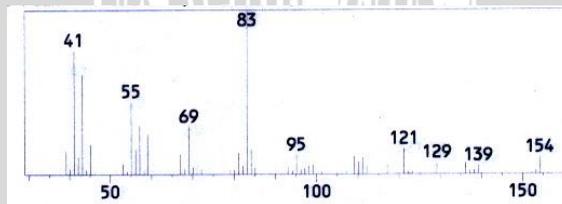
Gambar L.4.8 Spektrum massa senyawa pada puncak no 7 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi



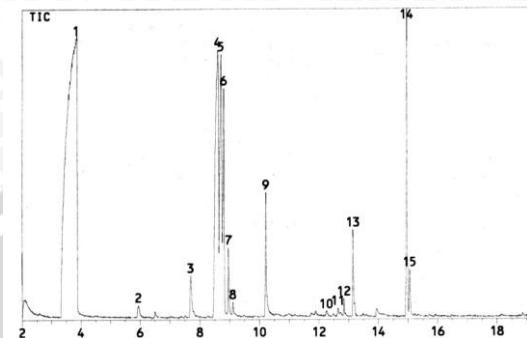
Gambar L.4.9 Spektrum massa senyawa pada puncak no 8 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi



Gambar L.4.10 Spektrum massa senyawa pada puncak no 9 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi



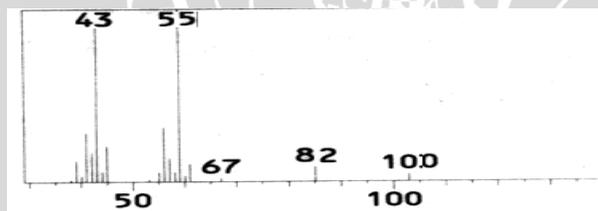
Gambar L.4.11 Spektrum massa senyawa pada puncak no 17 kromatogram GC-MS produk reaksi siklisasi



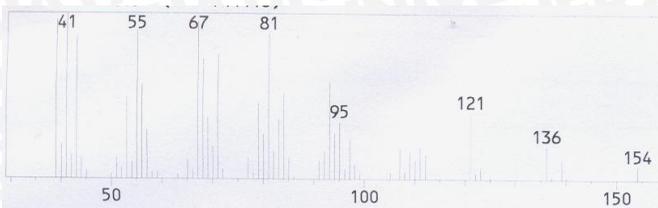
Gambar L.4.12 Kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi

Tabel L.4.3 Data Kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi

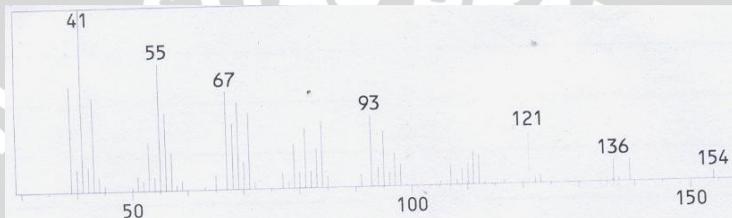
No. Puncak	T _R (menit)	% area
1	3,845	54,53
4	8,613	9,90
6	8,812	15,8
14	14,969	5,79



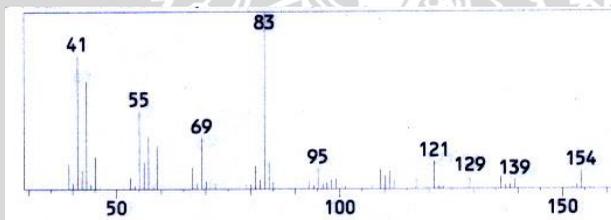
Gambar L.4.13 Spektrum massa senyawa pada puncak no 1 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi



Gambar L.4.14 Spektrum massa senyawa pada puncak no 4 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi



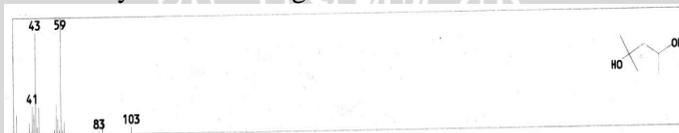
Gambar L.4.15 Spektrum massa senyawa pada puncak no 6 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi



Gambar L.4.16 Spektrum massa senyawa pada puncak no 14 kromatogram GC-MS produk reaksi hidrogenasi

L.5. Pustaka Spektrum Massa

L.5.1. Pustaka senyawa heksilen glikol



Gambar L.5.1 Spektrum massa pustaka heksilen glikol

Berat molekul : 118
 Rumus molekul : $C_6H_{14}O_2$
 Nama komponen : heksilen glikol
 Pustaka : WILEY7.LIB

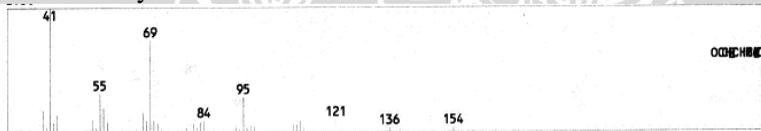
L.5.2. Pustaka senyawa 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol



Gambar L.5.2 Spektrum massa pustaka 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol

Berat molekul : 154
 Rumus molekul : $C_{10}H_{18}O$
 Nama komponen : 2,6,6- Trimetil-bisiklo[3.1.1]heptan-3-ol
 Pustaka : WILEY7.LIB

L.5.3. Pustaka senyawa sitronelal



Gambar L.5.3 Spektrum massa pustaka sitronelal

Berat molekul : 154
 Rumus molekul : $C_{10}H_{18}O$
 Nama komponen : sitronelal
 Pustaka : WILEY7.LIB

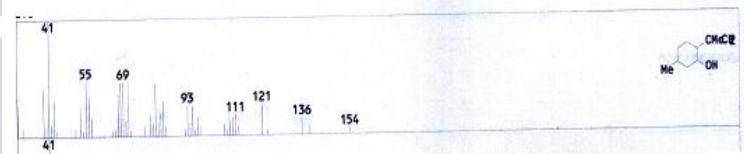
L.5.4. Pustaka senyawa trans-geraniol



Gambar L.5.4 Spektrum massa pustaka trans-geraniol

Berat molekul : 154
Rumus molekul : $C_{10}H_{18}O$
Nama komponen : trans-geraniol
Pustaka : WILEY7.LIB

L.5.5. Pustaka senyawa isopulegol



Gambar L.5.5 Spektrum massa pustaka isopulegol

Berat molekul : 154
Rumus molekul : $C_{10}H_{18}O$
Nama komponen : isopulegol
Pustaka : WILEY7.LIB

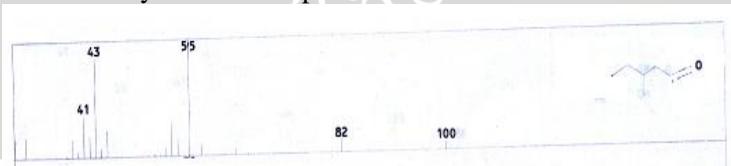
L.5.6. Pustaka senyawa 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol



Gambar L.5.6 Spektrum massa pustaka
2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol

Berat molekul : 154
Rumus molekul : $C_{10}H_{18}O$
Nama komponen : 2-metil-3(1-metil etenil) sikloheksanol
Pustaka : WILEY7.LIB

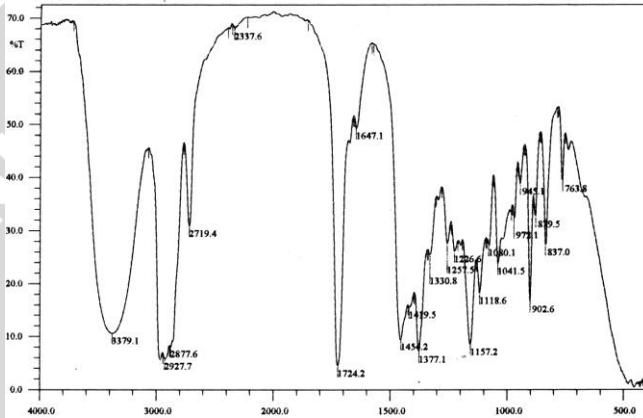
L.5.7. Pustaka senyawa 3-metil pentanal



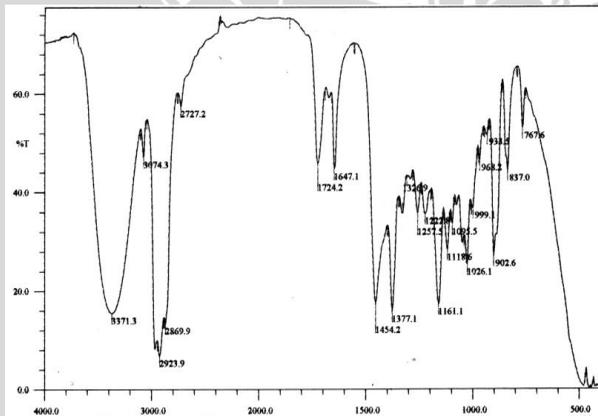
Gambar L.5.7 Spektrum massa pustaka 3-metil pentanal

Berat molekul : 100
 Rumus molekul : $C_6H_{12}O$
 Nama komponen : 3-metil pentanal
 Pustaka : WILEY7.LIB

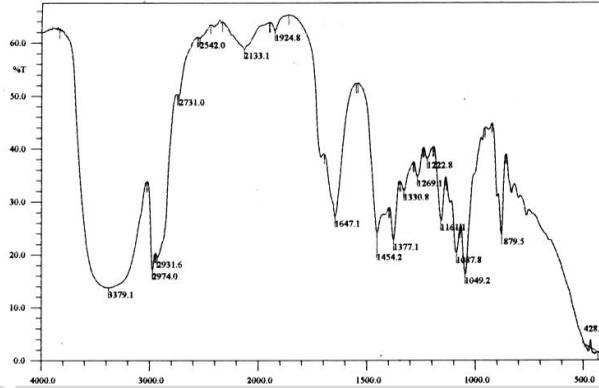
L.6. Gambar Spektrum Spektrofotometri IR



Gambar L.6.1 Spektrum IR fraksi Sitronelal



Gambar L.6.2 Spektrum IR produk reaksi siklisasi



Gambar L.6.2 Spektrum IR produk reaksi hidrogenasi

L.7. Tabulasi Data Hasil Distilasi Fraksinasi Minyak serreh

Tabel L.7.1 Sifat fisik minyak serreh

Indeks bias	Berat jenis (g/mL)
1,4732	0,883

Tabel L.7.2 Kondisi setiap distilasi fraksinasi minyak serreh

Fraksinasi ke-	Tekanan (mmHg)	Suhu Cairan (°C)			Volume		
		I	II	III	I	II	III
1.	60	60-104	104-135	135-150	25.5	18	25
2.	60	63-105	105-136	136-146	11	24	28
3.	50	80-103	104-128	128-150	12	23	26
4.	60	88-118	118-130	130-150	12.6	17.5	22
5.	50	80-115	115-134	134-150	10.2	20	26
6.	50	70-116	116-134	134-150	14.5	19	49
7.	50	75-112	112-128	128-145	14	25	42.5
8.	55	80-110	110-125	125-145	11.5	18	51
9.	45	80-112	112-123	123-140	20	16	26
10.	45	80-114	114-120	120-140	14	31.7	24
11.	45	80-114	114-128	128-145	15	30	21

Tabel L.7.3 Sifat fisik tiap fraksi hasil distilasi fraksinasi minyak sereh

Fraksinasi ke-	Indeks Bias			Bj(g/mL)		
	Fraksi I	Fraksi II	Fraksi III	Fraksi I	Fraksi II	Fraksi III
1.	1,45650	1,44624	1,48762	0,875	0,900	0,915
2.	1,46704	1,44622	1,47734	0,865	0,880	0,915
3.	1,46704	1,44623	1,47752	0,860	0,880	0,915
4.	1,46702	1,44625	1,47726	0,860	0,890	0,910
5.	1,46715	1,44629	1,47742	0,865	0,890	0,915
6.	1,46706	1,44630	1,47722	0,860	0,875	0,915
7.	1,46706	1,44622	1,47722	0,865	0,890	0,915
8.	1,46755	1,44630	1,47708	0,860	0,885	0,910
9.	1,45669	1,44616	1,47740	0,870	0,905	0,915
10.	1,46709	1,44629	1,47748	0,865	0,889	0,915
11.	1,46701	1,44625	1,47780	0,865	0,895	0,910

Tabel L.7.4 Kondisi dan sifat fisik tiap fraksi hasil redistilasi fraksi II

Fraksi	Suhu Cairan (°C)	Volume (mL)	Indeks Bias	Berat Jenis (g/mL)
I	95-102	13	1,44618	0,875
II	102-110	128	1,44623	0,875
III	110-123	43,5	1,44635	0,910

L.8. Perhitungan

Minyak Sereh

$$V_{\text{minyak sereh}} = 1100 \text{ mL}$$

$$\text{Densitas} = 0,883 \text{ mL/g}$$

% area sitronelal dalam kromatogram minyak sereh
16,03 %

Fraksi sitronelal hasil distilasi fraksinasi vakum

$$V = 242,2 \text{ mL}$$

$$\text{Densitas} = 0,889 \text{ g/mL}$$

% area sitronelal dalam kromatogram fraksi sitronelal
hasil distilasi fraksinasi vakum 42,58 %

Fraksi sitronelal hasil redistilasi fraksinasi vakum

Dihasilkan 128 mL dari 200 mL fraksi sitronelal hasil
distilasi fraksinasi vakum

$$\text{Densitas} = 0,875 \text{ g/mL}$$

% area sitronelal dalam kromatogram fraksi sitronelal
hasil redistilasi fraksinasi vakum 62,62 %.

1. Perhitungan volume sitronelal dalam minyak sereh

Massa minyak sereh

$$\text{densitas} = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa} &= \text{densitas} \times \text{volum} \\ &= 0,833 \cdot 1100 \\ &= 971,3 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa sitronelal dalam minyak sereh

$$\begin{aligned} \text{massa} &= \frac{\% \text{ area sitronelal}}{100 \%} \times \text{massa minyak sereh} \\ &= \frac{16,3\%}{100\%} \times 971,3 \text{ g} \\ &= 155,6 \text{ g} \end{aligned}$$

Volume sitronelal dalam minyak sereh

$$V = \frac{\text{massa sitronelal}}{\text{densitas sitronelal}}$$

$$= \frac{155,6 \text{ g}}{0,855 \text{ g/mL}}$$

$$= 181,99 \text{ mL}$$

2. Perhitungan volume sitronelal dalam fraksi sitronelal hasil distilasi fraksinasi vakum.

Massa fraksi sitronelal

$$\text{densitas} = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$$

$$\text{massa} = \text{densitas} \times \text{volum}$$

$$= 0,889.242,3$$

$$= 215,32 \text{ g}$$

Massa sitronelal dalam fraksi sitronelal

$$\text{massa} = \frac{\% \text{ area sitronelal}}{100\%} \times \text{massa fraksi sitronelal}$$

$$= \frac{42,58\%}{100\%} \times 215,32 \text{ g}$$

$$= 91,68 \text{ g}$$

Volume sitronelal dalam fraksi sitronelal

$$V = \frac{\text{massa sitronelal}}{\text{densitas sitronelal}}$$

$$= \frac{91,68 \text{ g}}{0,855 \text{ g/mL}}$$

$$= 107,23 \text{ mL}$$

3. Perhitungan volume sitronelal dalam fraksi sitronelal hasil redistilasi fraksinasi vakum.

Massa fraksi sitronelal hasil redistilasi ($m_{\text{redistilasi}}$)

$$\text{densitas} = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$$

$$\text{massa} = \text{densitas} \times \text{volum}$$

$$= 0,875.200$$

$$= 175 \text{ g}$$

Massa sitronelal dalam hasil redistilasi

$$\text{massa} = \frac{\% \text{ area sitronelal}}{100\%} \times m_{\text{redistilasi}}$$

$$= \frac{66,62\%}{100\%} \times 175 \text{ g}$$

$$= 116,58 \text{ g}$$

Volume sitronelal dalam minyak serih

$$V = \frac{\text{massa sitronelal}}{\text{densitas sitronelal}}$$

$$= \frac{116,58 \text{ g}}{0,855 \text{ g/mL}}$$

$$= 136,35 \text{ mL}$$

4. Konversi volume sitronelal ke volume terdistilasi fraksi sitronelal.

A. Teoritis

Jika 200 mL fraksi sitronelal hasil distilasi menghasilkan 136,35 mL fraksi sitronelal hasil redistilasi, maka 242,2 mL fraksi sitronelal hasil distilasi menghasilkan x_1 fraksi sitronelal hasil redistilasi:

$$\frac{200 \text{ mL}}{242,2 \text{ mL}} = \frac{136,35 \text{ mL}}{x_1}$$

$$x_1 = \frac{242,2 \times 136,35}{200}$$

$$= 165,12 \text{ mL}$$

Volume sitronelal yang ada pada minyak serih adalah 181,99 mL.

Presentase sitronelal yang diperoleh dari minyak serih:

$$\frac{165,12 \text{ mL}}{181,99 \text{ mL}} \times 100\% = 90,73\%$$

B. Penelitian

Jika 200 mL fraksi sitronel hasil distilasi menghasilkan 128 mL fraksi sitronel hasil redistilasi, maka 242,2 mL fraksi sitronel hasil distilasi menghasilkan x_1 fraksi sitronel hasil redistilasi:

$$\begin{aligned}\frac{200 \text{ mL}}{242,2 \text{ mL}} &= \frac{128 \text{ mL}}{x_1} \\ x_1 &= \frac{242,2 \times 128}{200} \\ &= 155,01 \text{ mL}\end{aligned}$$

Volume sitromelal yang ada pada minyak serih adalah 181,99 mL.

Prosentase sitronelal yang diperoleh dari minyak serih:

$$\frac{155,01 \text{ mL}}{181,99 \text{ mL}} \times 100\% = 85,18\%$$