



**PERBANDINGAN HIDROLISIS ASAM BASA
ISOPULEGIL ASETAT MENJADI ISOPULEGOL**

TUGAS AKHIR II

**Disusun dalam Rangka Penyelesaian Studi Strata I untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains**

Oleh

Heni Widhi Prastanti

NIM 4350406004

PERPUSTAKAAN
UNNES

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

2011

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan di hadapan sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 23 Agustus 2011

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Nanik Wijayati, M.Si
NIP. 196910231996032002

Dr. Sudarmin, M.Si
NIP. 196601231992031003



PENGESAHAN

Tugas Akhir II yang berjudul

Perbandingan Hidrolisis Asam Basa Isopulegil Asetat menjadi Isopulegol
disusun oleh

Heni Widhi Prastanti

4350406004

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II FMIPA
UNNES pada tanggal 9 September 2011.

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Dr. Kasmadi I.S., M.S
NIP 195111151979031001

Drs. Sigit Priatmoko, M. Si
NIP 196504291991031001

Ketua Penguji

Drs. Ersanghono Kusumo, M.S.
NIP. 195405101980121002

Anggota Penguji/

Anggota Penguji/

Pembimbing Utama

Pembimbing Pendamping

Dra. Nanik Wijayati, M.Si
NIP. 196910231996032002

Dr. Sudarmin, M.Si
NIP. 196601231992031003

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Tugas Akhir II ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang – undangan.

Semarang, 23 September 2011

Penyusun

Heni Widhi Prastanti
4350406004



MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto :

“...(yaitu) orang-orang yang beriman dan hati mereka menjadi tenteram dengan mengingat Allah. Ingatlah hanya dengan mengingati Allah-lah hati menjadi tenteram.” (Q.S. Ar Ra’d : 28)

Persembahan :

Dengan mengharap ridho Allah *Swt.*, karya ini kupersembahkan untuk :

- 🌿 Ibu Siti Nurhayati dan Bapak Kholil (*Alm.*) yang telah mencurahkan ketulusan kasih sayang, doa, dan dukungannya selama ini.
- 🌿 Adikku Wisnu Kuncahyo terima kasih atas semangat, dukungan, dan doanya.

KATA PENGANTAR

Penulis telah dapat menyelesaikan Tugas Akhir II dengan judul “Perbandingan Hidrolisis Asam Basa Isopulegil Asetat dalam Konversi Sitronelal menjadi Isopulegol”, oleh karena itu penulis panjatkan *Alhamdulillah*, sebagai salah satu wujud rasa syukur kehadiran Allah *Swf.* atas kesempurnaan-Nya memberikan nikmat, rahmat, dan hidayah kepada kita semua. Sholawat serta salam penulis panjatkan untuk *Rosululloh Saw.*

Selama penyusunan Tugas Akhir II ini tentunya penulis tidak sedikit menghadapi rintangan dari awal hingga akhir. Berkat bimbingan, bantuan, dukungan, dan kerja sama dari berbagai pihak maka segala rintangan tersebut dapat penulis atasi. Untuk itu pada kesempatan ini, tak lupa penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Dr. Kasmadi I. S., M.S, selaku Dekan Fakultas MIPA UNNES.
2. Drs. Sigit Priatmoko, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
3. Dra. Nanik Wijayati, M.Si, selaku dosen pembimbing utama yang telah sabar memberikan perhatian, bimbingan, dan pengarahan kepada penulis selama penyusunan Tugas Akhir II ini.
4. Dr. Sudarmin, M.Si, selaku dosen pembimbing pendamping yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan dan pengarahan untuk Tugas Akhir II ini.
5. Drs. Ersanghono Kusumo, M.S., selaku dosen penguji yang telah memberikan banyak saran dan kritik dalam Tugas Akhir II ini.
6. Kepala Laboratorium Kimia FMIPA UNNES.
7. Dr. Edy Cahyono, M.Si yang telah sabar memberikan perhatian, bimbingan, dan pengarahan kepada penulis selama penyusunan Tugas Akhir II ini.
8. Dosen-dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES, atas ilmu yang diberikan selama penulis menempuh studi.
9. Teknisi dan laboran Laboratorium Kimia FMIPA UNNES.
10. Rekan-rekan seperjuangan Kimia UNNES angkatan 2006.

11. Semua pihak yang terlibat dalam penyusunan Tugas Akhir II ini, baik secara material maupun spiritual.

Demikian penulisan Tugas Akhir II ini, semoga bermanfaat bagi semua pihak yang berkepentingan, dan pembaca pada umumnya.

Semarang, September 2011

Penulis



ABSTRAK

Prastanti, Heni Widhi. 2011. **“Perbandingan Hidrolisis Asam Basa Isopulegil Asetat menjadi Isopulegol”** Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Dosen Pembimbing I : Dra. Nanik Wijayati, M.Si. Dosen Pembimbing II : Dr. Sudarmin, M.Si.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbandingan hidrolisis asam basa isopulegil asetat (IPA) pada konversi sitronelal menjadi isopulegol. Metode penelitian dilakukan dalam dua tahap. Tahap pertama siklisasi dan asetilasi sitronelal yang memiliki ikatan rangkap dengan katalis Fe^{3+} -zeolit alam dan anhidrida asam asetat untuk menghasilkan isopulegil asetat. Tahap kedua hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH pada suhu 77°C dan katalis asam H_2SO_4 pada suhu 91°C selama 3 jam kemudian dianalisis menggunakan GC-MS dan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada hidrolisis IPA dengan katalis basa KOH terbentuk isopulegol sebanyak 35,13% sedangkan pada hidrolisis IPA menggunakan katalis asam H_2SO_4 tidak terbentuk isopulegol. Kesimpulan berdasarkan penelitian ini bahwa katalis asam H_2SO_4 bersifat reversibel pada proses hidrolisis ester sehingga tidak terbentuk isopulegol. Disarankan untuk melakukan perbandingan variasi suhu dan waktu hidrolisis IPA dengan asam H_2SO_4 dan basa KOH untuk mengetahui suhu dan waktu yang lebih optimal dalam sintesis isopulegol.

Kata kunci : sitronelal, isopulegil asetat, hidrolisis, isopulegol

PERPUSTAKAAN
UNNES

ABSTRACT

Prastanti, Heni Widhi. 2011. “**Comparison of Acid Base Hydrolysis Isopulegyl Acetate to Isopulegol**” Final Project II. Chemistry Department, Mathematic and Science Faculty, Semarang State University. Counsellor I : Dra. Nanik Wijayati, M.Si. Counsellor II : Dr. Sudarmin, M.Si.

The research is in order to get information about comparison of hydrolysis acid base isopulegyl acetate (IPA) in conversion citronellal to isopulegol. Research method was conducted in two steps. First step, cyclization and acetylation reactions of citronellal which has double bond used Fe^{3+} -zeolit alam catalyst and anhydrous acid acetate to produce isopulegyl acetate. Second step, hydrolysed isopulegyl acetate with base catalyst KOH in temperature 77°C and acid catalyst H_2SO_4 in temperature 91°C for 3 hours, then analysed used GC-MS and FTIR. The result shows that in hidrolised IPA with with base catalyst KOH produced isopulegol 35,13%, whereas hidrolised IPA with with acid catalyst H_2SO_4 didn't produce isopulegol. The conclusion of the research is acid catalyst H_2SO_4 has reversible character in hydrolysis ester so does not produce isopulegol. Suggestion is conduct temperature and time variation in hydrolysis IPA with acid H_2SO_4 and base KOH to know the optimum temperature and time in shyntesis isopulegol.

Keywords : citronellal, isopulegyl acetate, hydrolisis, isopulegol

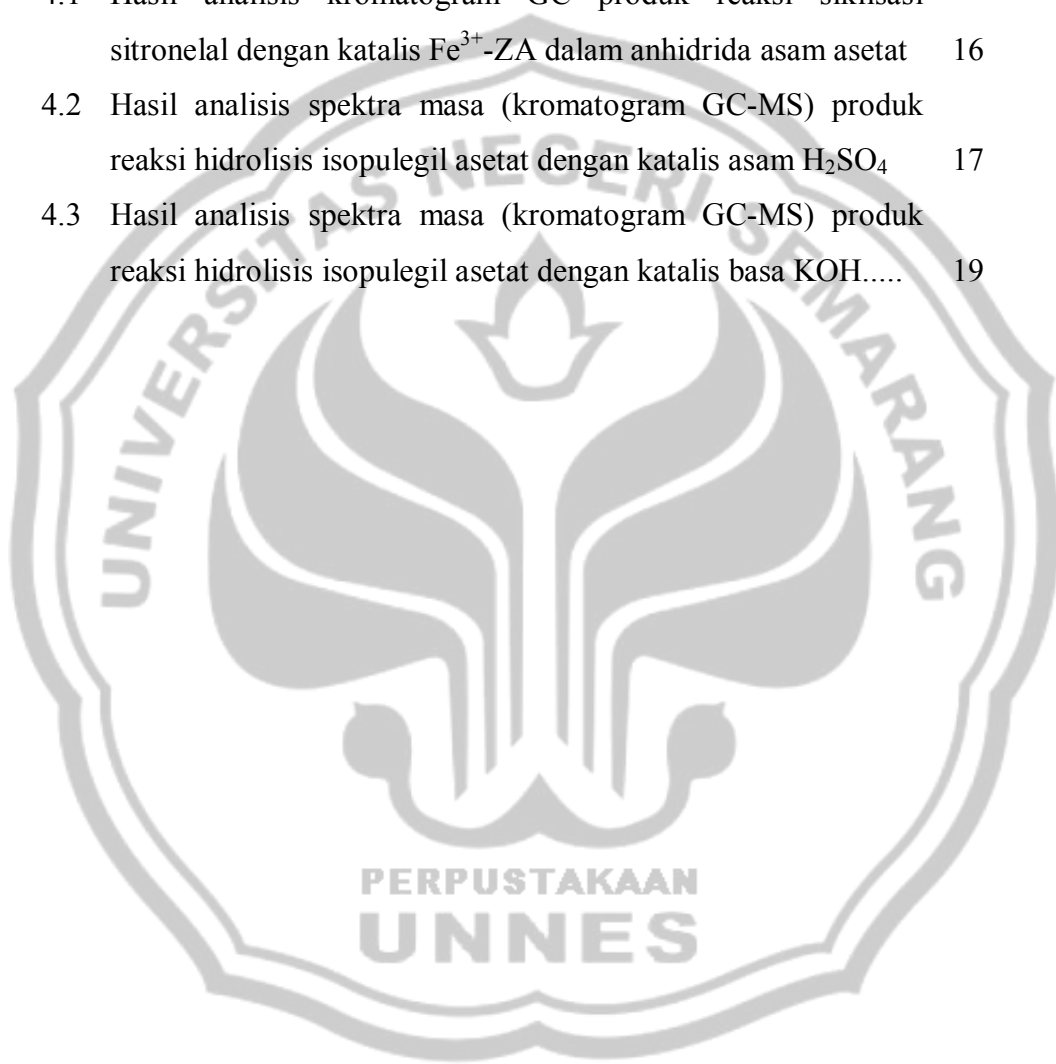
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Minyak Serih.....	5
2.2 Sitronelal.....	6
2.3 Isopulegil Asetat.....	8
2.4 Isopulegol.....	10
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1 Populasi dan Sampel.....	11
3.2 Variabel Penelitian.....	11
Variabel Terikat.....	11
Variabel Bebas.....	11
Variabel Terkendali.....	11

3.3. Bahan Penelitian.....	12
3.4 Alat Penelitian.....	12
3.5 Cara Kerja.....	12
Sintesis Isopulegil Asetat.....	12
2. Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Asam Basa Isopulegil Asetat.....	12
a) Hidrolisis Basa Isopulegil Asetat.....	12
b) Hidrolisis Asam Isopulegil Asetat.....	13
3.6 Metode Analisis Data.....	13
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Penelitian	
4.1.1 Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Fe ³⁺ -Za dalam Anhidrida Asam Asetat.....	14
4.1.2 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Asam.....	17
4.1.3 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Basa.....	18
4.2 Pembahasan	
4.2.1 Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Fe ³⁺ -ZA dalam Anhidrida Asam Asetat.....	19
4.2.2 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Asam.....	23
4.2.3 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Basa.....	25
BAB 5 PENUTUP	
5.1 Simpulan.....	30
5.2 Saran.....	30
DAFTAR PUSTAKA.....	31
LAMPIRAN.....	33

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Sifat fisika dan sifat kimia sitronelal.....	7
4.1 Hasil analisis kromatogram GC produk reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA dalam anhidrida asam asetat	16
4.2 Hasil analisis spektra masa (kromatogram GC-MS) produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4	17
4.3 Hasil analisis spektra masa (kromatogram GC-MS) produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH.....	19



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Struktur sitronelal.....	2
2.1 Stereoisomer 3,7-dimetil -6-oktenal (Sitronelal).....	6
2.2 Produk turunan dari sitronelal.....	8
2.3 4 macam isomer yang dihasilkan dari konversi (R)- sitronelal.....	9
2.4 Struktur isopulegol.....	10
4.1 Kromatogram GC dari sitronelal.....	14
4.2 Hasil analisis FTIR dari sitronelal.....	15
4.3 Kromatogram GC hasil reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -Za dalam anhidrida asam asetat.....	15
4.4 Hasil analisis FTIR dari isopulegil asetat.....	16
4.5 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4	17
4.6 Hasil analisis FTIR hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4	18
4.7 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH.....	18
4.8 Hasil analisis FTIR hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH.....	19
4.9 Reaksi antara sitronelal, anhidrida asam asetat dan katalis Fe^{3+} -ZA pada sintesis isopulegil asetat.....	21
4.10 Reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan asam H_2SO_4	23
4.11 Mekanisme reaksi hidrolisis basa KOH pada isopulegil asetat.....	26
4.12 Spektrum massa GC-MS Isopulegol.....	27
4.13 Fragmentasi dari isopulegol.....	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1 Sintesis Isopulegil Asetat.....	33
2 Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Basa Isopulegil Asetat.....	34
3 Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Basa Isopulegil Asetat.....	35
4 Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 60.....	36
5 Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 120.....	37
6 Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 180.....	38
7 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H ₂ SO ₄	39
8 Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H ₂ SO ₄ puncak 18 dengan waktu retensi 15,375.....	40
9 Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H ₂ SO ₄ puncak 27 dengan waktu retensi 16,904	41
10 Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengankatalis asam H ₂ SO ₄ puncak 28 dengan waktu retensi 17,000.....	42
11 Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H ₂ SO ₄ puncak 29 dengan waktu retensi 17,123	43
12 Spektra IR hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H ₂ SO ₄	44
13 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH.....	45

14	Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH puncak 6 dengan waktu retensi 12,042.....	46
15	Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH puncak 11 dengan waktu retensi 13,86.....	47
16	Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH puncak 16 dengan waktu retensi 20,174.....	48
17	Spektra IR hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH.....	49
18	Kromatogram GC Sitronelal.....	50
19	Spektra IR Sitronelal.....	51
20	Spektra IR Isopulegil Asetat.....	52
21	Foto Penelitian.....	53



BAB 1

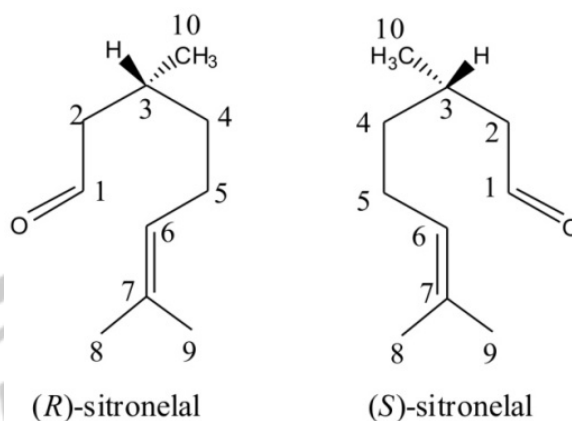
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak sereh atau *Citronella oil* merupakan produk terbesar minyak atsiri Indonesia setelah minyak nilam dan minyak cengkeh. Hingga tahun 2005, Indonesia merupakan negara penyuplai hampir 40% dari kebutuhan minyak sereh untuk kepentingan beberapa industri (Fatimah, 2008).

Komponen utama minyak sereh yang terdiri atas sitronelal, sitronelol dan geraniol. Ketiga komponen utama tersebut dapat menentukan intensitas bau harum dan nilai minyak sereh (Ketaren, 1990). Komponen-komponen minyak sereh tersebut dapat diubah menjadi bahan setengah jadi atau bahan jadi yang memiliki nilai ekonomis lebih tinggi daripada nilai minyak sereh itu sendiri. Namun kenyataannya belum banyak upaya yang dilakukan untuk mendapatkan produk olahan minyak sereh seperti isopulegol, dan mentol. Bahkan untuk kebutuhan tersebut, Indonesia masih mengimpor dari negara lain. Sementara kebutuhan setiap tahun terus meningkat. Oleh karenanya penelitian yang akan mengubah komponen-komponen minyak sereh menjadi senyawa yang lebih berguna, sangat bermanfaat untuk meningkatkan nilai ekonomis minyak sereh. Sitronelal sebagai komponen utama minyak sereh merupakan monoterpena. Senyawa-senyawa monoterpena dapat mengalami reaksi kimia antara lain reaksi siklisasi dan reaksi penataan ulang. Adanya ikatan rangkap dan gugus aldehida

serta struktur rantai karbonnya memungkinkan senyawa ini untuk mengalami reaksi siklisasi (Huda, 2008). Struktur dari sitronelal disajikan pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Struktur Sitronelal

Salah satu produk siklisasi sitronelal adalah isopulegol. Isopulegol adalah produk yang banyak digunakan dunia *green medicine* serta menjadi senyawa *intermediate* untuk produksi mentol. Kebutuhan bahan ini untuk industri masih dipenuhi dari impor, padahal senyawa-senyawa tersebut dapat disintesis dari sitronelal, namun kenyataannya belum banyak upaya yang dilakukan untuk mendapatkan produk olahan minyak sereh seperti isopulegol di Indonesia (Fatimah, 2008).

Produk turunan dari sitronelal adalah isopulegil asetat (IPA) yang merupakan ester. Kadarohman, dkk (2010) berhasil menghidrolisis 5,88 gr ester kloanadil format menggunakan 3,36 gr KOH (perbandingan mol ester : KOH = 1:3) dan 30 ml methanol, campuran tersebut direfluks sambil diaduk selama 3 jam yang menghasilkan 100% kloanadiol.

Fatimah (2010) telah melakukan sintesis 1-(3,4-dimetoksi fenil)-2-amino propana sebagai derivat amfetamin dari metil eugenol dengan dua jalur proses

sintesis. Proses dilakukan dengan adisi Markovnikov senyawa metil eugenol dengan asam format pada suhu 210°C selama 22,5 jam dan menghidrolisis produknya dengan H_2SO_4 20% dalam air dan hasil yang diperoleh senyawa 1-(3,4-dimetoksi fenil)-2-propanol dengan rendemen sebesar 86,51%, kemurnian 68,46%. Berdasarkan kedua penelitian tersebut bahwa H_2SO_4 dan KOH dapat digunakan dalam proses hidrolisis, maka penelitian ini akan mengkaji perbandingan hidrolisis asam basa pada ester isopulegil asetat menjadi isopulegol.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian dalam latar belakang masalah diatas, maka muncul permasalahan :

1. Apakah asam dan basa berpengaruh pada proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol?
2. Apakah hidrolisis asam atau basa yang lebih efektif dalam proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh asam dan basa pada proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol.
2. Mengetahui mana yang lebih efektif antara asam atau basa pada proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol.

1.4 Manfaat

Manfaat yang ingin diperoleh dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi tentang pengaruh asam dan basa pada proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegil.
2. Memberikan informasi mana yang lebih efektif antara asam dan basa pada proses hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Sereh

Minyak sereh atau *Citronella oil* merupakan produk terbesar minyak atsiri Indonesia setelah minyak nilam dan minyak cengkeh. Hingga tahun 2005, Indonesia merupakan negara penyuplai hampir 40% dari kebutuhan minyak sereh untuk kepentingan beberapa industri (Fatimah, 2008).

Minyak sereh merupakan minyak yang diperoleh dari daun tanaman sereh. Terdapat dua jenis tanaman sereh, yaitu *Cymbopogon nardus* Rendel atau Lenabatu dari Cylon dan *Cymbopogon winterianus* Jowit atau Mahapengiri dari Jawa (Nadhiroh, 2007). 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).

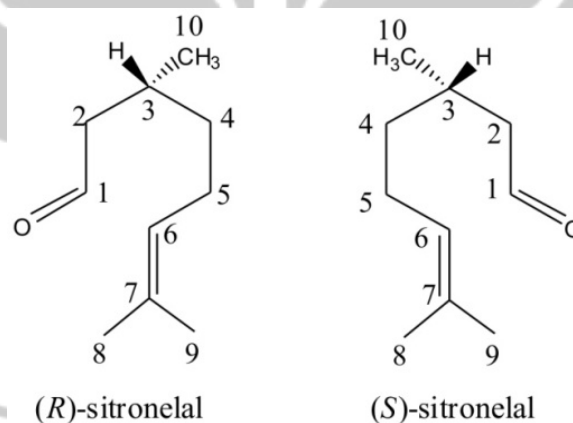
Minyak sereh mengandung tiga komponen utama yaitu sitronelal, sitronelol, dan geraniol, serta senyawa – senyawa ester dari geraniol dan sitronelol. Senyawa – senyawa tersebut merupakan bahan dasar yang digunakan dalam parfum (pewangi) dan produk farmasi (Sastrohamidjojo, 2002).

Pada tahun 2006 nilai impor derivat minyak atsiri USD 190,7 juta, sedang nilai ekspor USD 100,8 juta. Perimbangan nilai ekspor dan impor derivat minyak atsiri tersebut kurang menguntungkan bagi peningkatan kesejahteraan rakyat,

karenanya peningkatan kualitas, kontinuitas bahan baku, dan sintesis derivat komponen minyak atsiri menjadi *fine chemical* mendesak untuk dilakukan (Cahyono, 2008).

2.2 Sitronelal

Sitronelal merupakan senyawa monoterpena yang mempunyai gugus aldehida, ikatan rangkap, dan rantai karbon yang memungkinkan untuk mengalami reaksi siklisasi aromatisasi (Iryanti, 2005). Sitronelal mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{18}O$ dan massa molekul 154,24. Sitronelal merupakan senyawa aldehida tak jenuh dan mempunyai satu karbon asimetris (atom karbon kiral) yaitu pada C nomor tiga, sehingga mempunyai dua bentuk isomer atau sepasang enantiomer, yaitu (*R*)-sitronelal dan (*S*)-sitronelal, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Stereoisomer 3,7-dimetil -6-oktenal (Sitronelal)

Sitronelal diisolasi dari minyak sereh yang prosesnya dapat dilakukan secara fisika maupun kimia. Secara fisika, sitronelal diisolasi melalui proses distilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan. Menurut Sastrohamidjojo (2002), isolasi sitronelal secara kimia dilakukan dengan mereaksikan minyak sereh dengan larutan

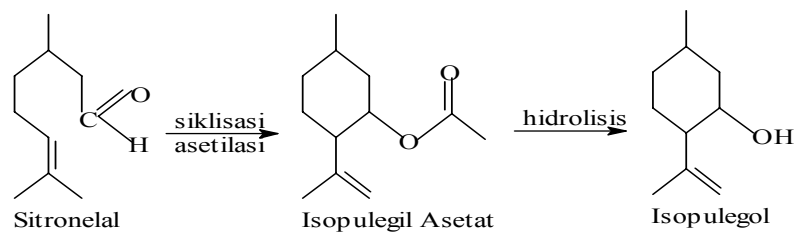
jenuh natrium bisulfit (NaHSO_3) sehingga terjadi reaksi adisi ditandai dengan terbentuknya 2 lapisan. Lapisan atas tidak larut dalam air, sedangkan lapisan bawah merupakan endapan putih yang larut dalam air. Endapan yang diperoleh kemudian disaring, filtratnya lalu direaksikan dengan Na_2CO_3 untuk membebaskan sitronelal. Cara kimia ini cukup selektif dan produk yang dihasilkan lebih murni bila dibandingkan dengan cara distilasi fraksinasi, tetapi hasilnya lebih rendah.

Reaksi siklisasi dapat terbentuk karena sitronelal merupakan senyawa aldehida alifatik yang bentuk molekulnya akan mengikuti garis ikatan dari atom karbon terhibridisasi sp^3 berbentuk tetrahedral. Sepasang elektron menyendiri pada atom O dan elektron π yang dimiliki oleh gugus alkena sitronelal menyebabkan struktur ini mudah mengalami siklisasi. Reaksi diawali dengan protonasi dari oksigen sehingga mengakibatkan muatan parsial positif dari karbon karbonil bertambah. Kondisi karbon karbonil yang mempunyai muatan parsial positif ini memudahkan elektron π dari alkena untuk menyerang sehingga terbentuk senyawa siklik isopulegol. Tabel 2.1 disajikan sifat kimia dan sifat fisika dari sitronelal (Widiarto, 2008).

Tabel 2.1 Sifat fisika dan sifat kimia sitronelal

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Berwujud cair	Dapat diadisi dalam air
Sedikit larut dalam air	Dalam suasana asam akan mengalami siklisasi membentuk isopulegol
Larut dalam alkohol dan ester	Dalam suasana basa akan mengalami polimerisasi
Titik didihnya 205-208 °C	
Berat jenis pada suhu kamar 0.8480-0.8560 g/mL	
Sudut putar pada 20 °C adalah + 13,09°	
Indeks bias pada 20 °C adalah 1,446°	

Berikut ini merupakan produk turunan dari sitronelal.



Gambar 2.2 Produk turunan dari sitronelal

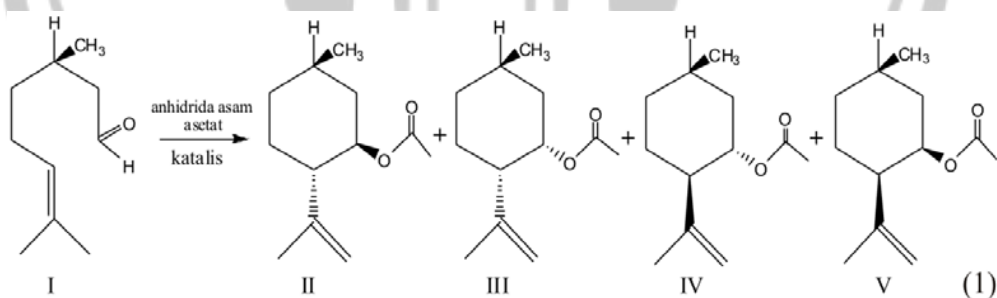
2.3 Isopulegyl Asetat

Isopulegyl asetat adalah salah satu produk turunan dari sitronelal. Isopulegyl asetat merupakan senyawa *flavor* (perisa) yang berbau harum. Isopulegyl asetat digunakan sebagai campuran untuk menciptakan *aroma berry, green, lavender, mint, peppermint, raspberry, rose, dan spearmint*. Isopulegyl asetat telah diproduksi dalam skala besar dan diperdagangkan oleh perusahaan Cole-Parmer. Situs www.coleparmer.com menyebutkan bahwa harga jual isopulegyl asetat mencapai \$54.50 (USD) tiap 10 gram dimana masih berada dalam komposisi 98% campuran isomernya (Widiarto, 2008). Berdasarkan informasi tersebut dapat diketahui bahwa nilai isopulegyl asetat lebih tinggi daripada nilai minyak sereh itu sendiri dan apabila dikembangkan akan menghasilkan keuntungan yang besar.

Banyak penelitian yang telah dilakukan dalam sintesis isopulegyl asetat. Beberapa literatur menyatakan bahwa langkah untuk mensintesis isopulegyl asetat panjang dan tidak efisien. Hal ini menyebabkan pihak industri kurang ada ketertarikan dalam mensintesis isopulegyl asetat. Kebanyakan untuk mensintesis isopulegyl asetat melalui 2 langkah. Pertama adalah sintesis isopulegol dari sitronelal. Kemudian dilanjutkan esterifikasi isopulegol untuk menghasilkan isopulegyl asetat. Hal ini seperti yang dilakukan oleh Murniyati (1995), tetapi langkah

sintesis isopulegil asetat kemudian diubah menjadi satu langkah sehingga lebih efektif dan efisien menggunakan katalis asam Lewis yang berfungsi untuk meningkatkan reaktivitas anhidrida asam asetat dalam pembentukan ion asetil. Ion asetil kemudian berperan sebagai elektrofil sehingga akan diserang oleh elektron bebas oksigen pada gugus karbonil dari sitronelal. Akhirnya terjadi siklisasi membentuk isopulegil asetat. Miharja (2007) melakukan siklisasi intramolekular sitronelal dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis $ZnCl_2$. Hasilnya berupa campuran 2 isomer yaitu isopulegil asetat dan neoisopulegil asetat.

Sitronelal memiliki 1 atom C kiral, sehingga memiliki 2 isomer dalam campuran rasemik yaitu (*R*)-sitronelal dan (*S*)-sitronelal. Jika dilakukan siklisasi asetilasi intramolekular akan membentuk produk isopulegil asetat yang memiliki 3 atom C kiral, yang menghasilkan 8 isomer pulegil asetat. Akan tetapi apabila hanya (*R*)-sitronelal yang digunakan sebagai *raw material*, akan dihasilkan 4 isomer yaitu (-)-isopulegil asetat, (+)-neoisopulegil asetat, (+)-isoisopulegil asetat, (+)-neoisoisopulegil asetat.



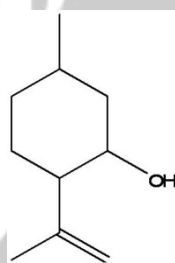
Keterangan :
 I. (*R*)-sitronelal
 II. (-)-isopulegil asetat
 III. (+)-neoisopulegil asetat
 IV. (+)-isoisopulegil asetat
 V. (+)-neoisoisopulegil asetat

Gambar 2.3 4 macam isomer yang dihasilkan dari konversi (*R*)-sitronelal

2.4 Isopulegol

Isopulegol berupa cairan tidak berwarna yang memiliki bau mirip mentol. Isopulegol digunakan secara terbatas pada pewangi sabun dan merupakan bahan dasar dalam sintesis mentol. Isopulegol, $C_{10}H_{18}O$ (massa molekul 154) memiliki indeks bias 1,471 pada suhu 20 °C, berat jenis 0,912 mg/L pada temperatur 25 °C, serta titik didih 212 °C.

Wijayanti (2007) melakukan reaksi siklisasi sitronelal menggunakan katalis zeolit teraktivasi asam. Proses siklisasi ini didahului oleh pengadukan selama 48 jam, kemudian direfluks selama 5 jam pada suhu 100 – 110° C. Kemudian hasilnya dianalisis dengan FTIR, GCMS, dan 1H -NMR untuk mengetahui produk yang terbentuk. Isopulegol yang dihasilkan memiliki kadar 52,69% dan yield 62,05%. Gambar 2.4 menunjukkan struktur dari isopulegol.



Gambar 2.4 Struktur isopulegol

Isopulegil asetat adalah suatu senyawa ester yang dapat dihidrolisis oleh katalis asam atau basa. Jika isopulegil asetat dihidrolisis akan diperoleh isopulegol sebagai produk utama. Mekanisme reaksinya diperkirakan sama dengan mekanisme hidrolisis ester lain. Jika digunakan basa nukleofil kuat – OH berperan sebagai gugus penyerang karbonil. Apabila digunakan asam, atom karbon gugus karbonil akan semakin positif dan akan mudah diserang oleh nukleofil.

BAB 3

METODE PENELITIAN

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah data eksperimen. Data eksperimen dianalisis untuk menentukan hasil reaksi siklisasi sitronelal, hidrolisis isopulegil asetat menggunakan katalis asam H_2SO_4 , dan hidrolisis isopulegil asetat menggunakan katalis basa KOH. Eksperimen dilakukan di laboratorium kimia FMIPA UNNES. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sitronelal hasil distilasi pengurangan tekanan minyak sereh dengan kadar 53,2638%.

3.1 Populasi dan Sampel

1. Populasi dalam penelitian ini adalah sitronelal yang diisolasi dari minyak sereh.
2. Sampel yang diambil dalam penelitian ini adalah sebagian dari sitronelal yang telah diisolasi dari minyak sereh.

3.2 Variabel Penelitian

3. Variabel terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah isopulegol.

4. Variabel bebas

Variabel bebas dalam penelitian adalah katalis asam H_2SO_4 dan katalis basa KOH.

5. Variabel terkontrol

Variabel terkontrolnya adalah metode yang digunakan, alat, dan bahan serta kondisi operasi.

3.3 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sitronelal, katalis Fe^{3+} -Zeolit Alam (ZA), metanol, anhidrida asam asetat, Na_2SO_4 anhidrat, aquades, KOH, dietil eter, gas nitrogen, batu didih, dan H_2SO_4 .

3.4 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : alat – alat gelas, pemanas listrik, oven, GC-MS, GC, FTIR, pengaduk magnet, timbangan analitik, dan seperangkat alat refluks.

3.5 Cara Kerja

1. Sintesis Isopulegil Asetat

Disiapkan labu leher tiga 100 mL yang dilengkapi dengan pendingin balik, termometer, dan pengaduk magnet. Sebanyak 1,5 gram Fe^{3+} -ZA dan 16,93 mL (175,42 mmol) anhidrida asam asetat dimasukkan dalam labu diaduk selama 2 menit pada suhu ruang, kemudian ditambahkan tetes demi tetes 15 mL (88,537 mmol) sitronelal. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu ruang selama 3 jam. Pada saat reaksi berlangsung diambil 1 mL campuran reaksi pada menit ke 60, 120, dan 180. Campuran dipindahkan dalam corong pisah 125 mL,

kemudian ditambahkan 15 mL aquades dan 6 mL n-heksana, dikocok, didiamkan sehingga terbentuk dua lapisan, masing-masing lapisan dipisahkan. Fasa organik dicuci tiga kali dengan akuades 10 mL dan dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat. Jumlah komponen hasil reaksi dianalisis dengan GC.

2. Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Asam Basa Isopulegil Asetat

a) Hidrolisis Basa Isopulegil Asetat

2 mL (0,009425 mmol) isopulegil asetat produk reaksi kemudian dihidrolisis dengan 1,5834 gr (0,028275 mmol) KOH dalam 10 mL metanol. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 77°C , lalu didinginkan dan dipindah ke dalam corong pisah. Ke dalam corong pisah dimasukkan 5 mL dietil eter dan 5 mL akuades. Campuran dikocok dan terbentuk 2 lapisan, lapisan organik dipisahkan, kemudian dicuci hingga netral, dan dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrat. Struktur hasil reaksi fraksi yang diperoleh dianalisis dengan GC-MS dan FTIR.

b) Hidrolisis Asam Isopulegil Asetat

2 mL (0,009425 mmol) isopulegil asetat produk reaksi kemudian dihidrolisis dengan 1,505 mL (0,028275 mmol) H_2SO_4 dalam 10 mL metanol. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 91°C , lalu didinginkan dan dipindah ke dalam corong pisah. Ke dalam corong pisah dimasukkan 5 mL dietil eter dan 5 mL aquades. Campuran dikocok dan terbentuk 2 lapisan, lapisan organik dipisahkan, kemudian dicuci hingga netral, dan dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrat. Struktur hasil reaksi fraksi yang diperoleh dianalisis dengan GC-MS dan FTIR.

3.6 Metode Analisis Data

Data eksperimen berupa :

1. Hasil analisis uji kuantitatif jumlah senyawa menggunakan GC.
2. Hasil analisis jumlah Mr dan struktur senyawa menggunakan GC - MS.
3. Hasil analisis untuk mengetahui gugus yang terdapat dalam senyawa menggunakan FTIR.



BAB 4

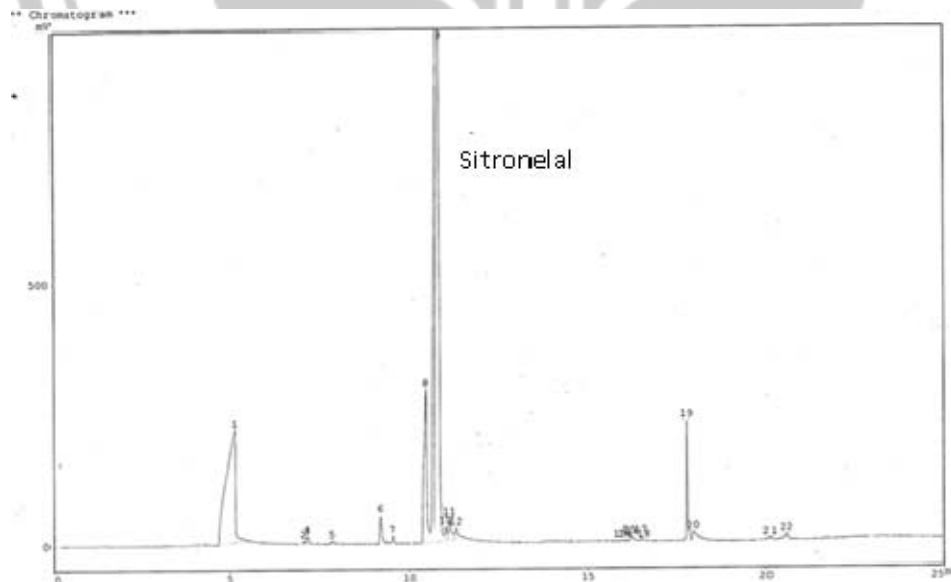
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Penelitian

4.1.1 Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Fe^{3+} -Zeolit Alam (ZA) dalam Anhidrida Asam Asetat

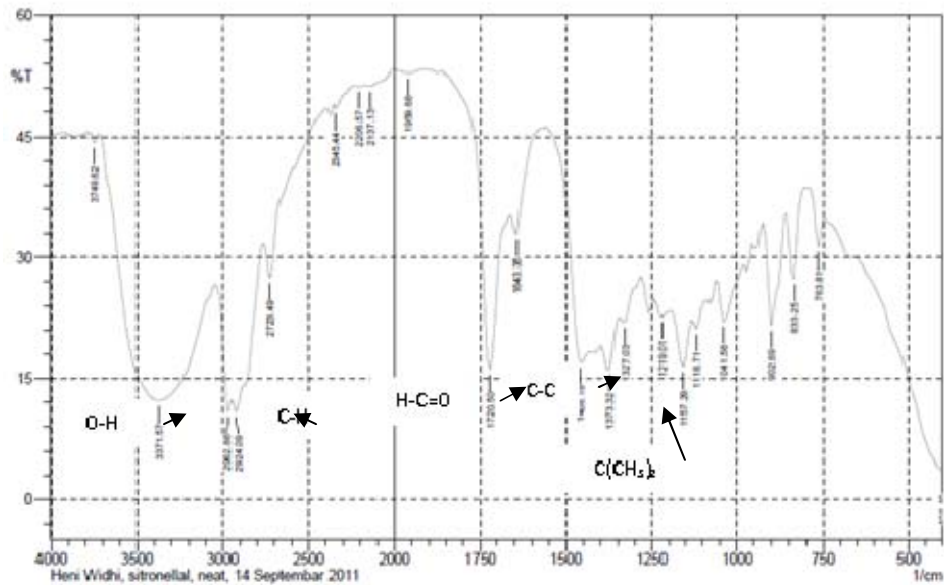
Hasil reaksi pada ketiga variasi waktu 60 menit, 120 menit, dan 180 menit dilakukan analisis dengan kromatografi gas untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap persentase produk. Kromatogram GC masing-masing hasil reaksi disajikan pada lampiran 4, 5, dan 6.

Gambar 4.1 menunjukkan data kromatogram GC dari sitronelal yang digunakan dalam penelitian ini dengan konsentrasi 53,2638%.



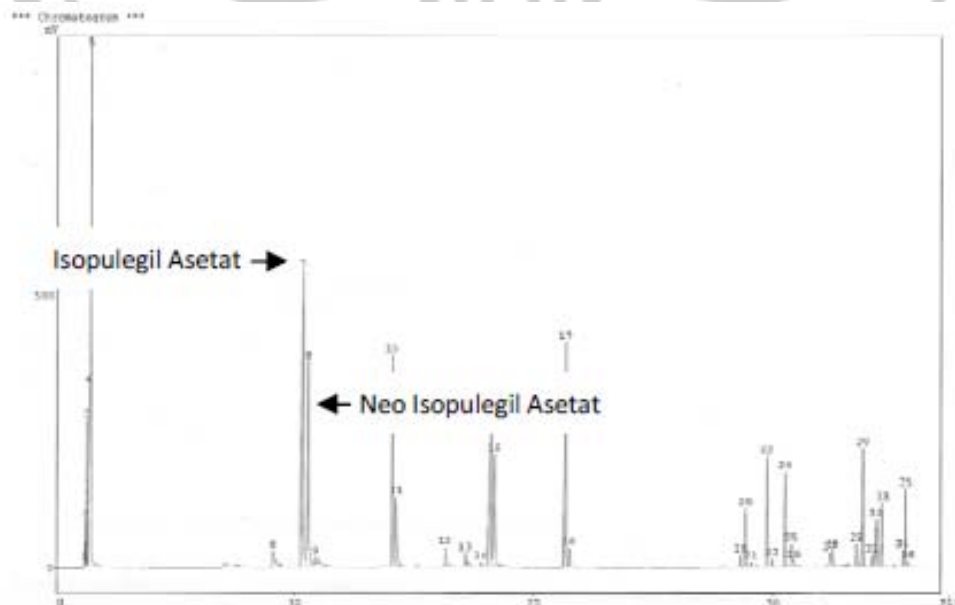
Gambar 4.1 Kromatogram GC dari sitronelal

Gambar 4.2 menunjukkan data FTIR dari sitronelal yang memiliki gugus aldehida pada daerah serapan $1720,50 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.2 Hasil analisis FTIR dari sitronelal

Gambar 4.3 menunjukkan data kromatogram GC dari hasil reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA dalam anhidrida asam asetat.



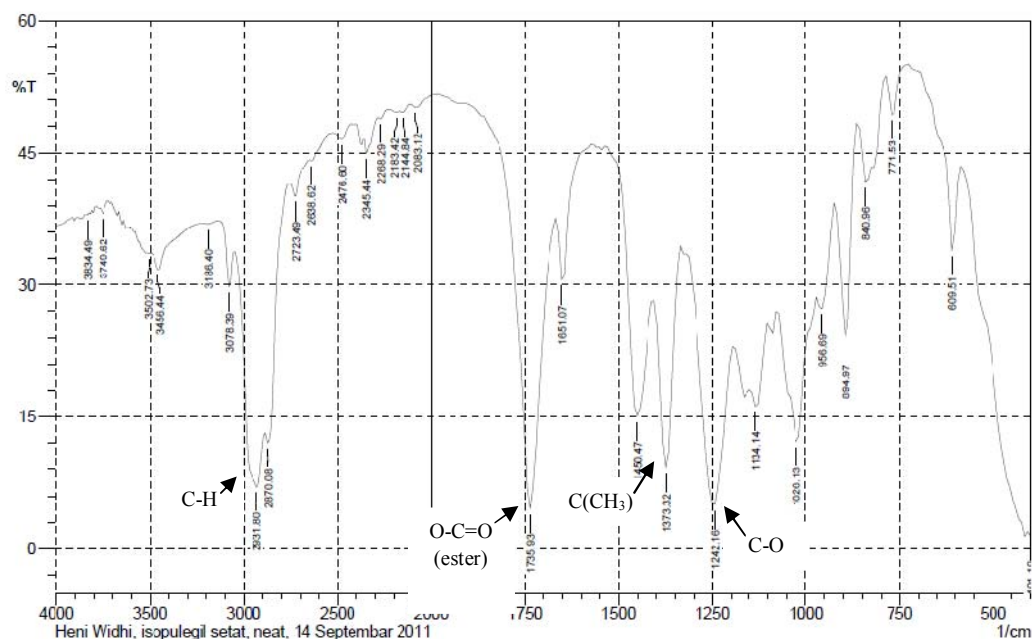
Gambar 4.3 Kromatogram GC hasil reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA dalam anhidrida asam asetat.

Tabel 4.1 menyajikan data hasil analisis kromatogram GC dari produk reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA dalam anhidrida asam asetat.

Tabel 4.1 Hasil analisis kromatogram GC produk reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA dalam anhidrida asam asetat

Waktu retensi (menit)	Persentase (%)	Nama Senyawa
10,312	12,4177	Isopulegil asetat (IPA)
10,571	7,5543	Neo-isopulegil asetat (NIPA)

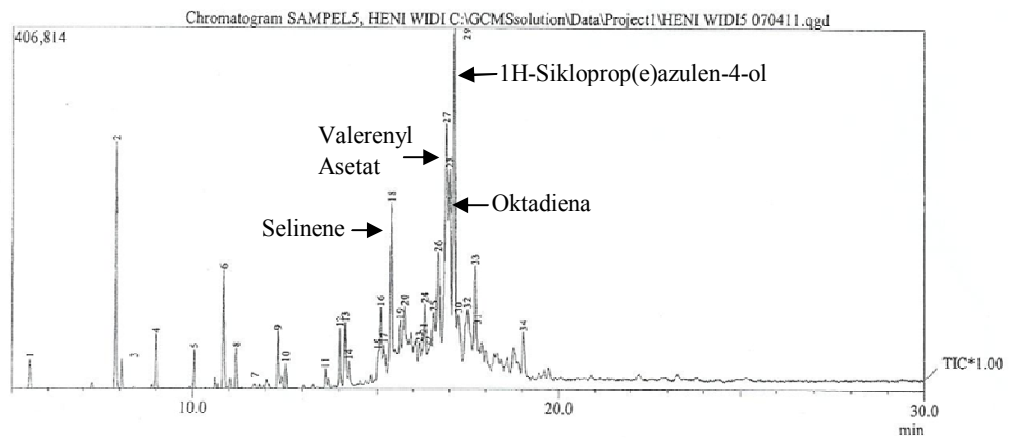
Gambar 4.4 menunjukkan data FTIR dari IPA dan NIPA yang memiliki gugus asam karboksilat pada daerah serapan $1735,93 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.4 Hasil analisis FTIR dari isopulegil asetat

4.1.2 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Asam

Kromatogram GC-MS hasil produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4 disajikan pada Gambar. 4.5.



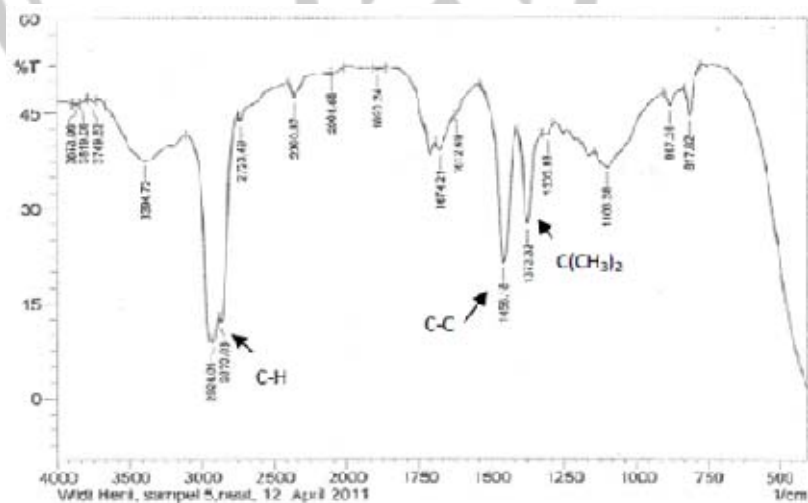
Gambar 4.5 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis asam H_2SO_4

Hasil analisis kromatogram GC-MS disajikan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil analisis spektra masa (kromatogram GC-MS) produk reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis asam H_2SO_4

Waktu retensi (menit)	Persentase (%)	Nama Senyawa	Indeks Kesamaan (%)
15,375	6,61	Selinene	78
16,904	13,18	Valerenyl Asetat	68
17,000	8,42	Oktadiena	77
17,123	12,61	1H-Sikloprop(e)azulen-4-ol	79

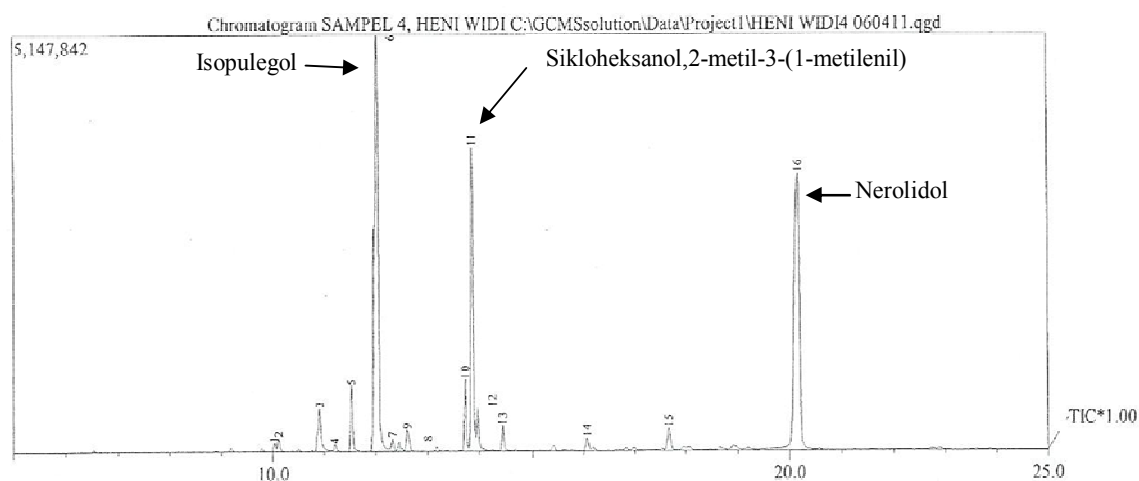
Hasil analisis FTIR disajikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil analisis FTIR hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis asam H_2SO_4

4.1.3 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Basa

Kromatogram GC-MS hasil produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH disajikan pada Gambar. 4.7.



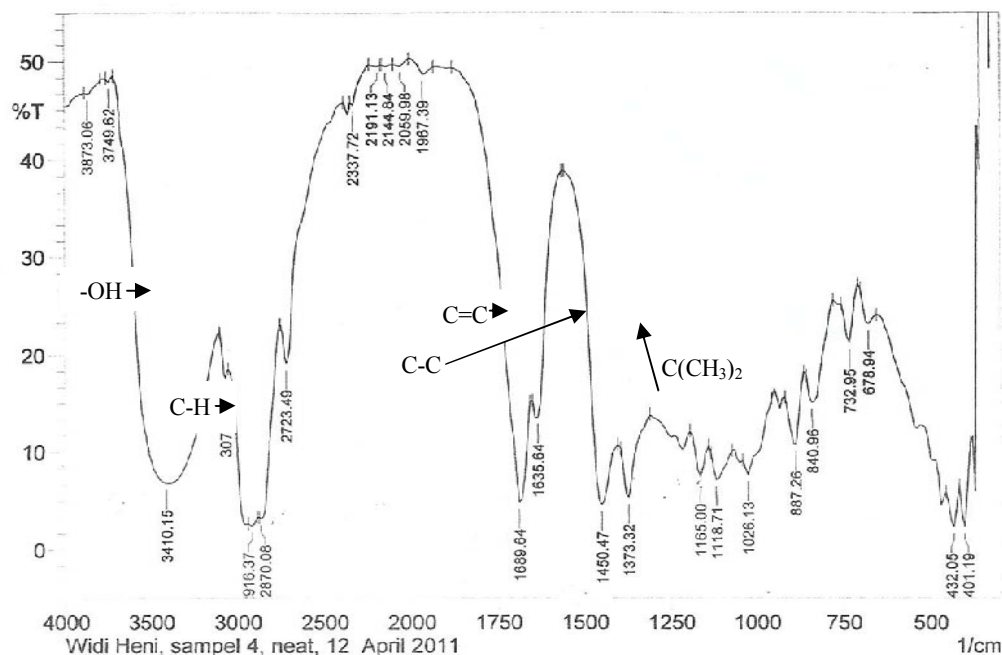
Gambar 4.7 Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH

Hasil analisis kromatogram GC-MS ditampilkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil analisis spektra masa (kromatogram GC-MS) produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH

Waktu retensi (menit)	Persentase (%)	Nama Senyawa	Indeks Kesamaan (%)
12,042	35,13	(-)-Isopulegol	95
13,863	16,45	Sikloheksanol,2-metil-3-(1-metilenil)	79
20,174	31,02	Nerolidol	83

Hasil analisis FTIR disajikan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Hasil analisis FTIR hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis basa KOH

4.2 Pembahasan

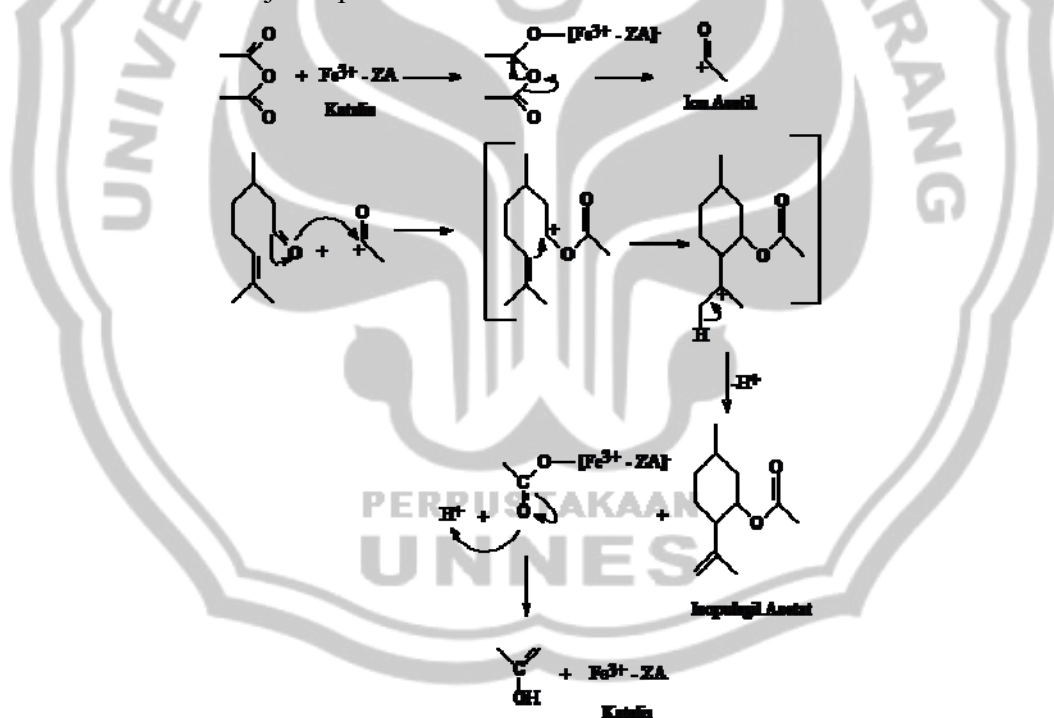
4.2.1 Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Fe^{3+} -Zeolit Alam (ZA) dalam Anhidrida Asam Asetat

Telah dilakukan reaksi siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} - ZA dalam anhidrida asam asetat dalam penelitian ini. Perbandingan mol yang digunakan adalah 1 : 6 : 12 untuk katalis : sitronelal : anhidrida asam asetat dengan mengacu pada penelitian sebelumnya. Huda (2008) mereaksikan sitronelal dengan anhidrida asam asetat dikatalisis SnCl_2 dan Sn^{2+} -zeolit alam. Reaksi dilakukan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik, pengaduk magnet, termometer, dan pemanas. Hasil reaksi diambil saat reaksi berjalan 60, 120, dan 180 menit. Hasil reaksi kemudian diekstrak dalam corong pisah dengann-heksana

dan aquades, fungsi ekstraksi ini adalah untuk memisahkan hasil reaksi dari zat – zat anorganik yang tidak dibutuhkan. Selanjutnya fasa organik diambil dan dilakukan analisis menggunakan kromatografi gas (GC).

Hasil analisis kromatogram GC menunjukkan bahwa sitronelal berada pada waktu retensi 10,840 menit dengan konsentrasi 53,2638%. Analisis FTIR sampel sitronelal menunjukkan terdapat gugus aldehida pada peak $1720,50\text{ cm}^{-1}$, gugus C-H pada $2924,09\text{ cm}^{-1}$, gugus –OH pada peak $3371,57\text{ cm}^{-1}$, gugus C-C pada peak $1458,18\text{ cm}^{-1}$, dan gugus $\text{C}(\text{CH}_3)_2$ pada peak $1373,32\text{ cm}^{-1}$.

Proses reaksi antara sitronelal dan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} -ZA disajikan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Reaksi antara sitronelal, anhidrida asam asetat dan katalis Fe^{3+} -ZA pada sintesis isopulegyl asetat

Reaksi siklisasi dapat terjadi karena sitronelal merupakan senyawa alkena alifatis yang mengandung gugus karbonil aldehida dengan sepasang elektron

menyendiri pada atom O dan elektron μ pada gugus alkenanya. Keadaan ini memudahkan sitronelal untuk mengalami siklisasi atau pembentukan molekul lingkaran. Reaktivitas pada aldehida dalam reaksi adisi sebagian dapat disebabkan oleh muatan positif pada karbon karbonil. Makin besar muatan positif maka akan makin reaktif.

Reaksi berjalan dengan melibatkan suatu protonasi awal dari oksigen. Protonasi ini menambah parsial muatan positif pada atom karbon karbonil, sehingga menjadi lebih mudah diserang oleh elektron μ dari ikatan rangkap karbon alkena.

Berdasarkan hasil analisis FTIR isopulegil asetat, dapat diketahui bahwa serapan gugus aldehida pada bilangan gelombang $1720,50 \text{ cm}^{-1}$ telah menghilang. Data FTIR secara berurutan menunjukkan peak $1242,16$; $1373,32$; $1735,93$; dan $2931,80$ yang merupakan gugus C-O; gugus $\text{C}(\text{CH}_3)_2$; gugus ester (O-C=O); dan gugus C-H sp^3 (alkena atau alkil). Hasil analisis tersebut menunjukkan adanya gugus ester pada produk, sehingga dapat diketahui bahwa produk merupakan senyawa ester.

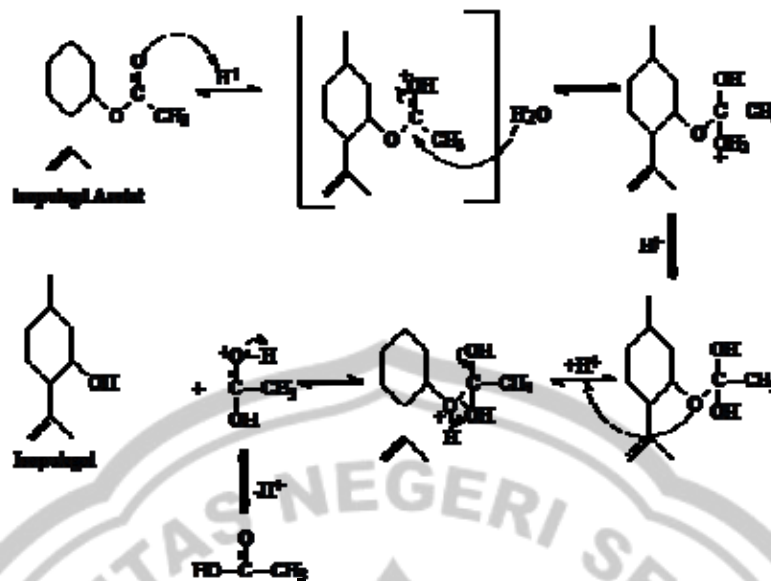
Katalis Fe^{3+} -ZA termasuk jenis katalis heterogen yang dibuat dengan cara mengimpregnasikan atau mendispersikan agen aktif Fe^{3+} ke dalam pengemban zeolit alam yang dilanjutkan dengan proses kalsinasi dan reduksi. Peranan komponen aktif logamnya adalah untuk mengadsorpsi reaktan yang telah terdifusi pada permukaan katalis sehingga dapat mempercepat reaksi. Adanya orbital $3d$ Fe yang belum penuh mengakibatkan logam tersebut mempunyai daya adsorpsi yang sangat kuat.

Pembentukan isopulegil asetat (IPA) dalam satu tahap merupakan salah satu metode yang efisien untuk memperoleh *flavour* dan *fragrance*. Katalis Fe^{3+} -ZA memberikan aktivitas yang baik dalam reaksi siklisasi ini. Siklisasi sitronelal dengan katalis Fe^{3+} -ZA pada temperatur ruang dan waktu reaksi 180 menit, memberikan aktivitas terbaik terhadap pembentukan produk IPA dan NIPA dengan persentase IPA : NIPA sebesar 12,4177% dan 7,5543%.

Nadhiroh (2007), mereaksikan sitronelal dalam anhidrida asam asetat dengan katalis FeCl_3 pada suhu 80°C dan waktu reaksi 180 menit, produk IPA dan NIPA tidak terbentuk. Produk yang muncul adalah *p*-simena dengan kadar 13,74%. Produk ini muncul karena katalis yang digunakan termasuk asam lewis kuat, sehingga produk IPA diinginkan terhidrolisis lebih lanjut dalam suasana asam membentuk *p*-simena.

4.2.2 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Asam

Hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4 dalam metanol dengan perbandingan mol 1:3. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 91°C , lalu didinginkan dan dipindah ke dalam corong pisah. Kemudian diekstrak menggunakan dietil eter dan aquades. Lapisan organik dipisahkan dan dianalisis dengan GC-MS dan FTIR. Pada saat sampel direfluks, sampel terlihat mudah memisah dengan pereaksinya. Warna akhir dari produk adalah merah kecoklatan. Gambar 4.10 menyajikan proses reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan asam H_2SO_4 .



Gambar 4.10 Reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan asam H₂SO₄

Menurut Fessenden&Fessenden (1996), hidrolisis suatu ester dalam asam adalah reaksi reversibel atau dapat balik. Banyak reaksi gugus karbonil melibatkan suatu protonasi awal dari oksigen, protonasi ini menambah muatan positif pada karbon karbonil, sehingga karbon ini lebih mudah diserang oleh nukleofil yang lebih lemah. Oksigen karbonil dari isopulegil asetat terprotonkan kemudian karbon yang bermuatan positif parsial diserang oleh nukleofil lemah berupa air untuk membentuk ikatan sigma. Air tidak memutuskan ikatan O-H tetapi memutuskan ikatan C-O pada asam karboksilat. Lalu terjadi eliminasi asam asetat (asam karboksilat) dan terbentuklah isopulegol. Untuk memperoleh rendemen tinggi dari isopulegol, kesetimbangan harus digeser ke arah sisi alkohol. Salah satu caranya adalah dengan mendestilasi air.

Denbigh (1993) menyebutkan bahwa proses reversibel yang didefinisikan sebagai proses yang dapat dibalik tanpa meninggalkan lebih dari perubahan kecil yang dapat diabaikan pada sistem lain manapun. Ketika suatu reaksi kimia berlangsung, laju reaksi dan konsentrasi pereaksi pun berkurang. Beberapa waktu kemudian reaksi dapat berkesudahan, artinya semua pereaksi habis bereaksi. Namun

banyak reaksi tidak berkesudahan dan pada seperangkat kondisi tertentu, konsentrasi pereaksi dan produk reaksi menjadi tetap. Reaksi yang demikian disebut reaksi reversibel dan mencapai kesetimbangan. Pada reaksi semacam ini produk reaksi yang terjadi akan bereaksi membentuk kembali pereaksi.

Menurut Chang (2003) reaksi ester dengan asam merupakan reaksi hidrolisis yang menghasilkan asam karboksilat dan alkohol. Tetapi, reaksi ini tidak berkesudahan sebab terjadi reaksi bolak-balik, yaitu pembentukan ester dari alkohol dan asam, juga akan terjadi hingga tingkat yang cukup tinggi.

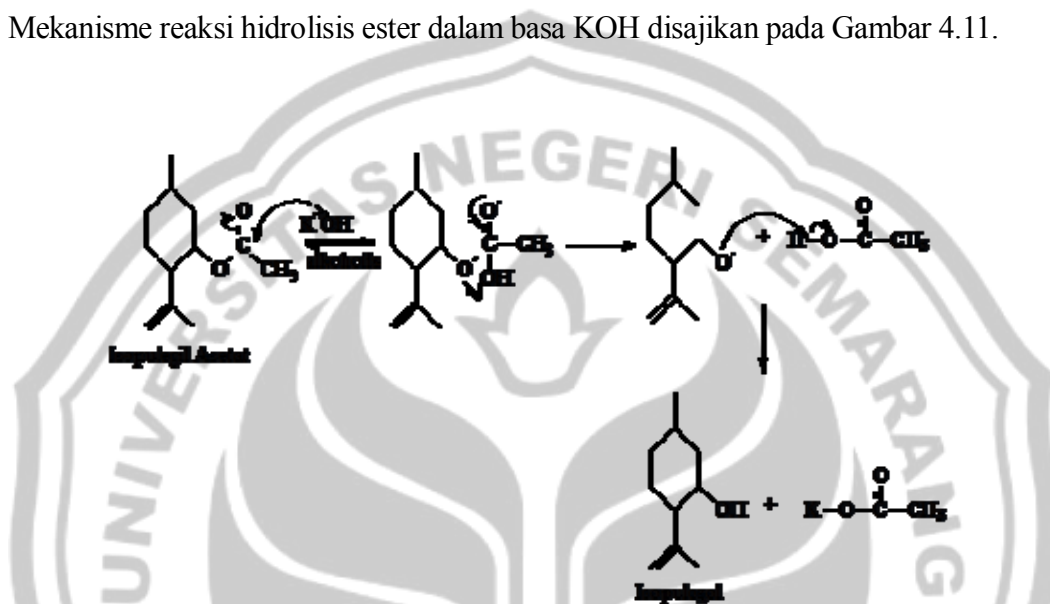
Berdasarkan hasil analisis terhadap hasil reaksi dengan katalis asam H_2SO_4 diketahui bahwa tidak dihasilkan isopulegol. Hal ini terlihat dari munculnya banyak puncak dengan persentasi kecil yang kemungkinan terjadi karena kerusakan hasil reaksi atau kurang sempurnanya pada saat diekstrak dengan dietil eter, sehingga masih banyak pengotor atau zat lain yang masih tercampur.

Berdasarkan hasil analisis FTIR, secara berurutan menunjukkan peak 1373,32 ; 1458,18 ; 2870,08 yang merupakan gugus $C(CH_3)_2$; gugus C-C ; gugus C-H sp^3 (alkena atau alkil). Penggunaan geminal- atau gem-dimetil (dua gugus metil pada karbon yang sama) seringkali menunjukkan peak tekukan C-H dalam daerah 1360 – 1385 cm^{-1} . Namun, kedua peak ini tidak nampak dalam semua spektra, kadang-kadang dijumpai hanya satu peak tunggal (Fessenden&Fessenden, 1996). Pada hasil analisis FTIR diatas tampak serapan pada daerah 3394,72 yang menunjukkan adanya gugus amina yang hanya mengikat satu atom H. Gugus –OH memiliki serapan pada 3000-3700 cm^{-1} yang muncul sebagai pita lebar karena terjadi ikatan hidrogen yang intensif. Pita tersebut tidak terdapat pada hasil analisis FTIR diatas, sehingga isopulegol yang memiliki gugus –OH tidak terdapat dalam produk reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H_2SO_4 .

4.2.3 Reaksi Hidrolisis Isopulegil Asetat dengan Katalis Basa

Telah dilakukan reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH dalam metanol dengan perbandingan mol 1:3. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 77°C , lalu didinginkan dan dipindah ke dalam corong pisah. Kemudian diekstrak menggunakan dietil eter dan aquades. Lapisan organik dipisahkan dan dianalisis dengan GC-MS dan FTIR. Hasil akhir reaksi berwarna kuning bening.

Mekanisme reaksi hidrolisis ester dalam basa KOH disajikan pada Gambar 4.11.

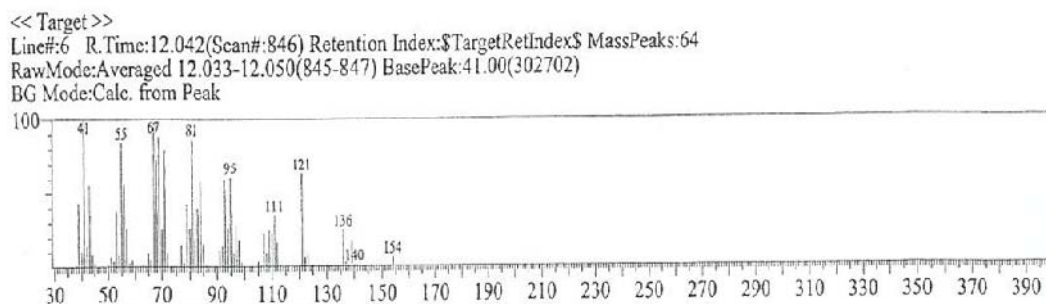


Gambar 4.11 Mekanisme reaksi hidrolisis basa KOH pada isopulegil asetat

Mekanisme reaksi hidrolisis basa pada isopulegil asetat merupakan reaksi tak reversibel. Proses hidrolisis isopulegil asetat menggunakan KOH diawali dengan adisi OH^- pada atom C, reaksi ini berlangsung lambat. Tahap berikutnya adalah eliminasi OR' dan transfer proton yang terjadi dengan cepat. Terakhir adalah pembentukan isopulegol dan asam asetat. Jika bagian alkohol dari ester itu mengandung karbon kiral, penyabunan berlangsung dengan konfigurasi alkohol yang dipertahankan. Fakta ini mendukung pemutusan ikatan karbonil-oksigen bukan pemutusan alkil-oksigen (Fessenden&Fessenden, 1996).

Berdasarkan hasil analisis kromatogram GC-MS tampak bahwa muncul puncak dengan waktu retensi berdekatan yaitu 12,042 dan 13,863 dengan nama

senyawa (-)- isopulegol sebesar 35,13% dan sikloheksanol,2-metil-3-(1-metilenil) sebesar 16,45% yang kemungkinan merupakan isomer optik karena selisih waktu retensi tidak berbeda jauh, dengan massa molekul 154. Sedangkan senyawa dengan waktu retensi 20,174 yang merupakan nerolidol sebesar 31,02% diperkirakan merupakan dimer isopulegol dengan massa molekul 290. Gambar 4.12 memperlihatkan spektra massa GC-MS isopulegol.

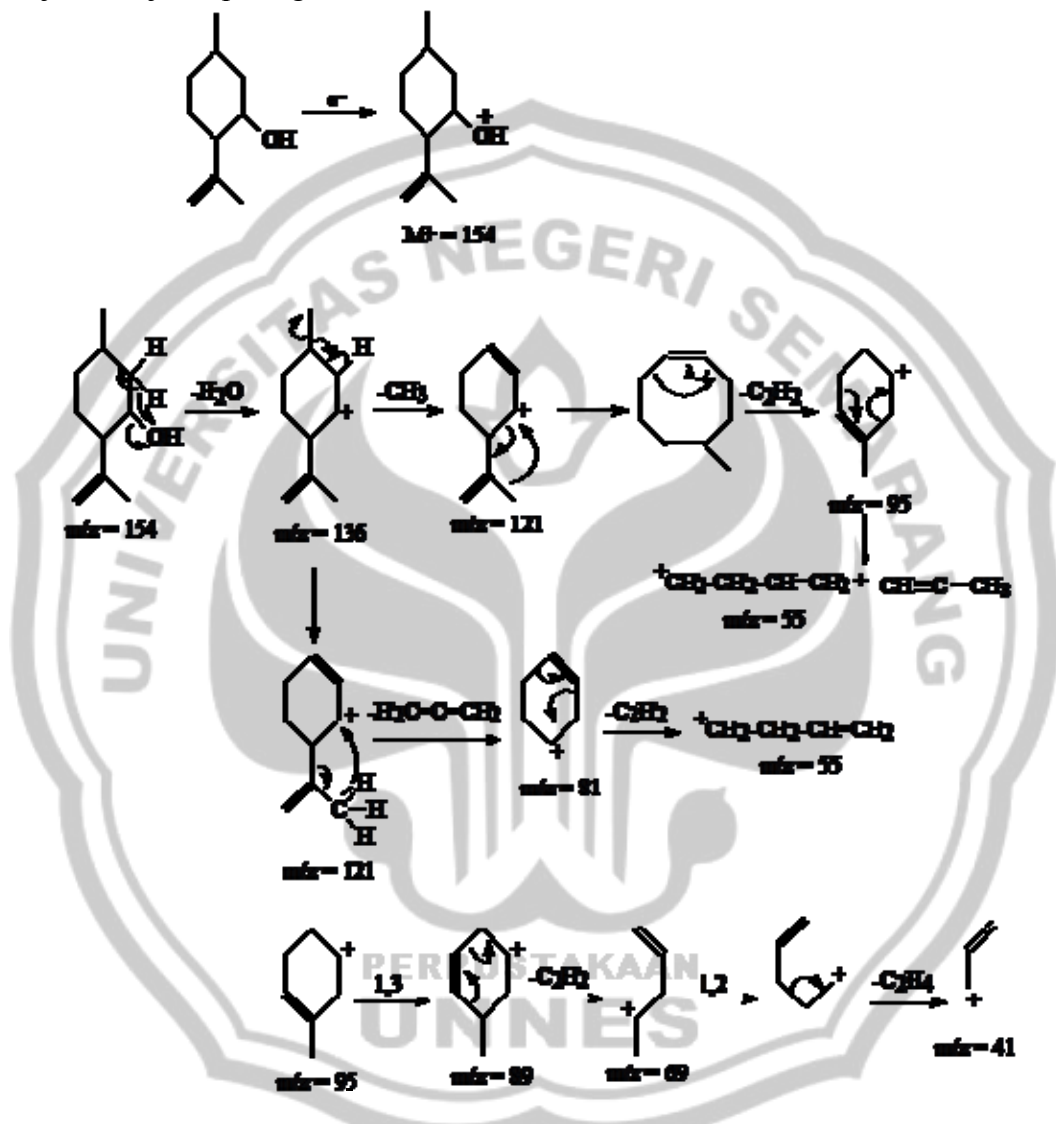


Gambar 4.12 Spektrum massa GC-MS Isopulegol

Berdasarkan spektrometer massa, reaksi pertama suatu molekul adalah ionisasi awal. Hilangnya sebuah elektron menghasilkan ion molekul (Fessenden & Fessenden, 1996). Puncak pada $m/z = 154$ terlihat sangat kecil, ini berarti bahwa senyawa tersebut mudah mengalami fragmentasi (Handayani, dkk, 2004). Puncak dasar isopulegol muncul pada $m/z = 41$ dan puncak – puncak lain muncul pada $m/z = 154, 140, 136, 121, 111, 95, 81, 67,$ 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 ($m/z = 154 - H_2O$). 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 $m/z = 95$. 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 dari puncak fragmen = 95 dengan cara pergeseran

1,3 kemudian diikuti dengan lepasnya gugus CH_2 ($m/z = 95 - \text{CH}_2$) dan akhirnya terbentuk puncak dasar $m/z = 41$ dengan cara melepaskan gugus C_2H_2 dari fragmen $m/z = 67$ melalui pergeseran 1,2. Adapun mekanisme fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 4.13.



Gambar 4.13 Fragmentasi dari isopulegol

Berdasarkan hasil analisis FTIR, secara berurutan menunjukkan peak 3410,15 ; 2916,37 ; 1689,64 ; 1450,47 ; 1373,32 yang merupakan gugus $-\text{OH}$; gugus alkena atau alkil $\text{C}-\text{H}$ sp^3 ; gugus $\text{C}=\text{C}$ sp^2 ; gugus $\text{C}-\text{C}$ sp^2 (aril) ; dan

gugus $C(CH_3)_2$. Pada daerah serapan 3410,15 muncul pita yang melebar, hal ini disebabkan karena adanya ikatan hidrogen yang intensif dalam gugus $-OH$. Penggunaan geminal- atau gem-dimetil (dua gugus metil pada karbon yang sama) seringkali menunjukkan peak tekukan $C-H$ dalam daerah $1360 - 1385\text{ cm}^{-1}$. Namun, kedua peak ini tidak nampak dalam semua spektra, kadang-kadang dijumpai hanya satu peak tunggal (Fessenden&Fessenden, 1996).

Al Anshori (2008) melakukan hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis $FeCl_3$ dalam KOH /alkohol pada temperatur $80^\circ C$ selama 3 jam menghasilkan 38% campuran (-)-isopulegol, (+)-neoisopulegol, (+)-isopulegol. Katalis $FeCl_3$ merupakan katalis asam lewis yang kuat dan selektif terhadap produk reaksi isopulegol. Menurut Ifitah (2004) menggunakan katalis Zn/γ -Alumina dalam pelarut metanol untuk mensintesis senyawa yang sama dari sitronelal. Hasil yang diperoleh adalah konversinya mencapai 95,48% dan stereoselektivitas terhadap (-)-isopulegol 63,87%. Pemilihan katalis heterogen yang memiliki stereoselektivitas yang tinggi terhadap produk isopulegol dapat menghasilkan produk dengan rendemen lebih banyak.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Simpulan berdasarkan hasil penelitian ini adalah :

1. Basa KOH dan asam H_2SO_4 memiliki pengaruh dalam reaksi hidrolisis isopulegil asetat menjadi isopulegol. Hidrolisis isopulegil asetat dengan asam H_2SO_4 tidak membentuk isopulegol, hal ini dikarenakan reaksinya bersifat reversibel. Hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH dapat membentuk isopulegol, karena reaksinya bersifat irreversibel.
2. Basa KOH lebih efektif dalam menghidrolisis isopulegil asetat dibandingkan dengan asam H_2SO_4 . Hidrolisis isopulegil asetat dengan menggunakan katalis basa KOH membentuk produk reaksi isopulegol dengan rendemen sebesar 35,13%.

5.2 Saran

Saran berdasarkan hasil penelitian ini adalah :

Penelitian selanjutnya perlu dilakukan perbandingan variasi suhu dan waktu hidrolisis asam H_2SO_4 dan basa KOH untuk mengetahui suhu dan waktu yang lebih optimal dalam sintesis isopulegol.

DAFTAR PUSTAKA

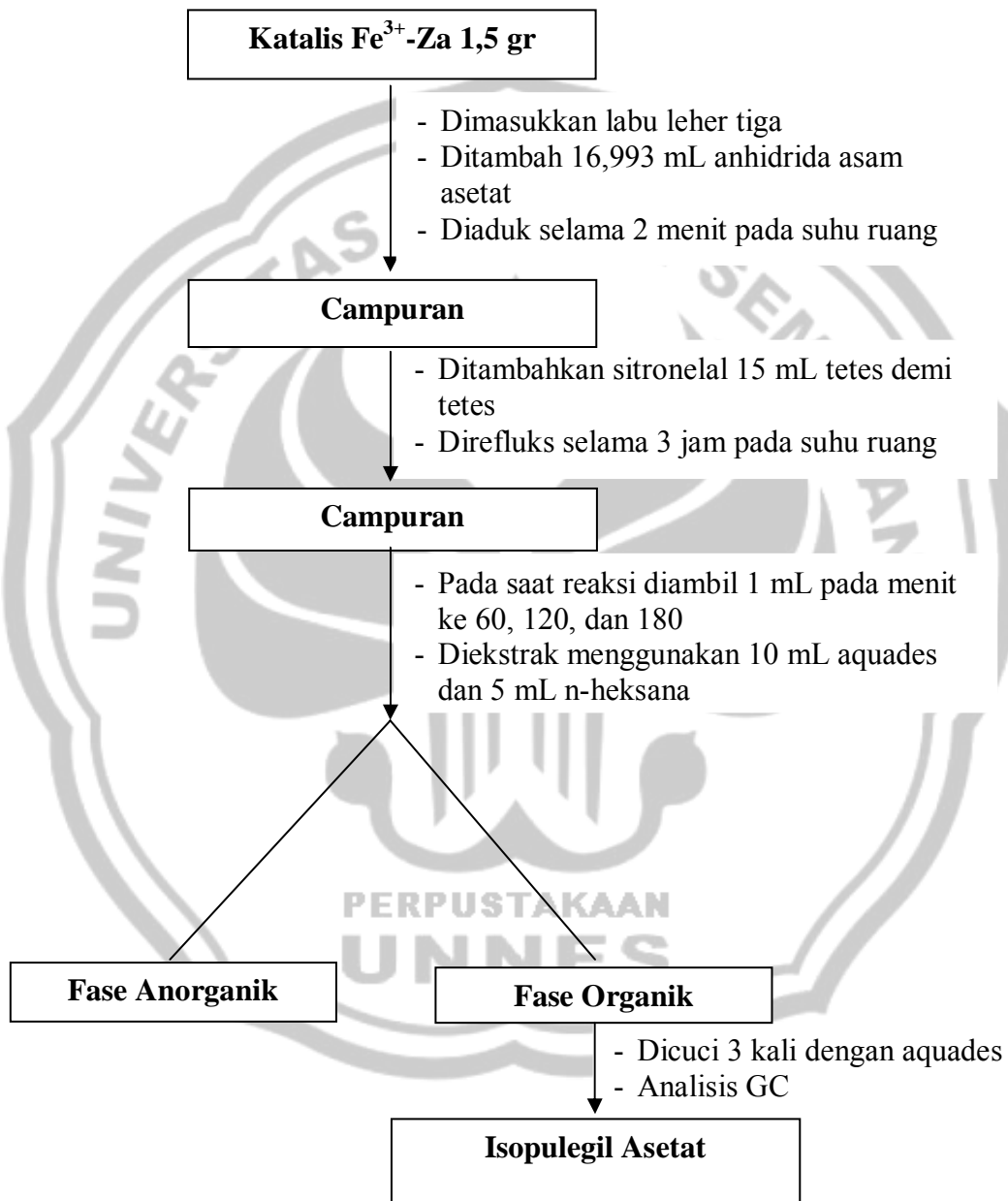
- Al Anshori, J. 2008. *Sintesis Mentol dari Pulegol (Produk Hidrolisis Pulegil Asetat) dikatalisis Ni/ γ - Al₂O₃*. Tesis. FMIPA. UGM. Jogjakarta.
- Cahyono, Edy, Sigit P., dan M. Muchalal. 2008. *Sintesis Fine Chemical Derivat Sitronelal dan Eugenol dengan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi*. FMIPA. UNNES. Semarang.
- Chang, Raymond. 2003. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti*. Edisi Ketiga Jilid 1. Jakarta : Erlangga.
- Denbigh, Kenneth. 1993. *Prinsip-Prinsip Kesetimbangan Kimia* Diterjemahkan oleh Siti Soedarini. Edisi Keempat. Jakarta : UI-Press.
- Fatimah. 1999. *Sintesis 1-(3,4-Dimetoksi Fenil)-2-Amino Propana sebagai Derivat Amfetamin Dari Metil Eugenol*. Tesis, Program Pascasarjana UGM, Yogyakarta.
- Fatimah, I., Dwiwarso R., dan Torikul H. 2008. *Peranan Katalis Tio₂/Sio₂-Montmorillonit pada Reaksi Konversi Sitronelal Menjadi Isopulegol*. Jurnal Reaktor Volume 12 No.2 Desember 2008 hal. 83 – 89. Yogyakarta.
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S. 1996. *Organic Chemistry* Diterjemahkan oleh A.H. Pudjaatmaka. 1992. *Kimia Organik*. Edisi Ketiga Jilid 2. Jakarta : Erlangga.
- Guenther, E., 1950. *The Essential Oil. The Constituents of Essential Oils*. Vol. 4. D. Van Nostrat and Company. Inc. Toronto.
- Handayani, Desi Suci, Chairil Anwar, dan Respati. 2004. *Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Polieugenol Sulfonat Tanpa Media dan dengan Media Bensen*. Jurnal Alchemy Vol. 3 No.1, Maret 2004.
- Herawati, Susi. 2008. *Studi Hidrogenasi Pulegil Asetat Dikatalisis Ni/Zeolit*. Skripsi. FMIPA. UGM. Jogjakarta.
- Huda, Nuril. 2008. *Kajian Reaksi Siklisasi Asetilasi Sitronelal dengan Anhidrida Asam Asetat Dikatalisis SnCl₂ dan Sn²⁺-Zeolit Alam*. Tugas Akhir II. FMIPA. UNNES. Semarang.
- Iftitah, E. D., 2004. *Sintesis Isopulegol dari (+)-Sitronelal Menggunakan Katalis Zn/ γ -Alumina*. Tesis. FMIPA UGM. Jogjakarta.
- Iryanti. 2005. *Transformasi Sitronelal dari Minyak Sereh menjadi p-Simena Melalui Reaksi Siklisasi Aromatisasi dengan Katalis FeCl₃ dalam Anhidrida Asetat*. Tugas Akhir II. FMIPA. UNNES. Semarang.

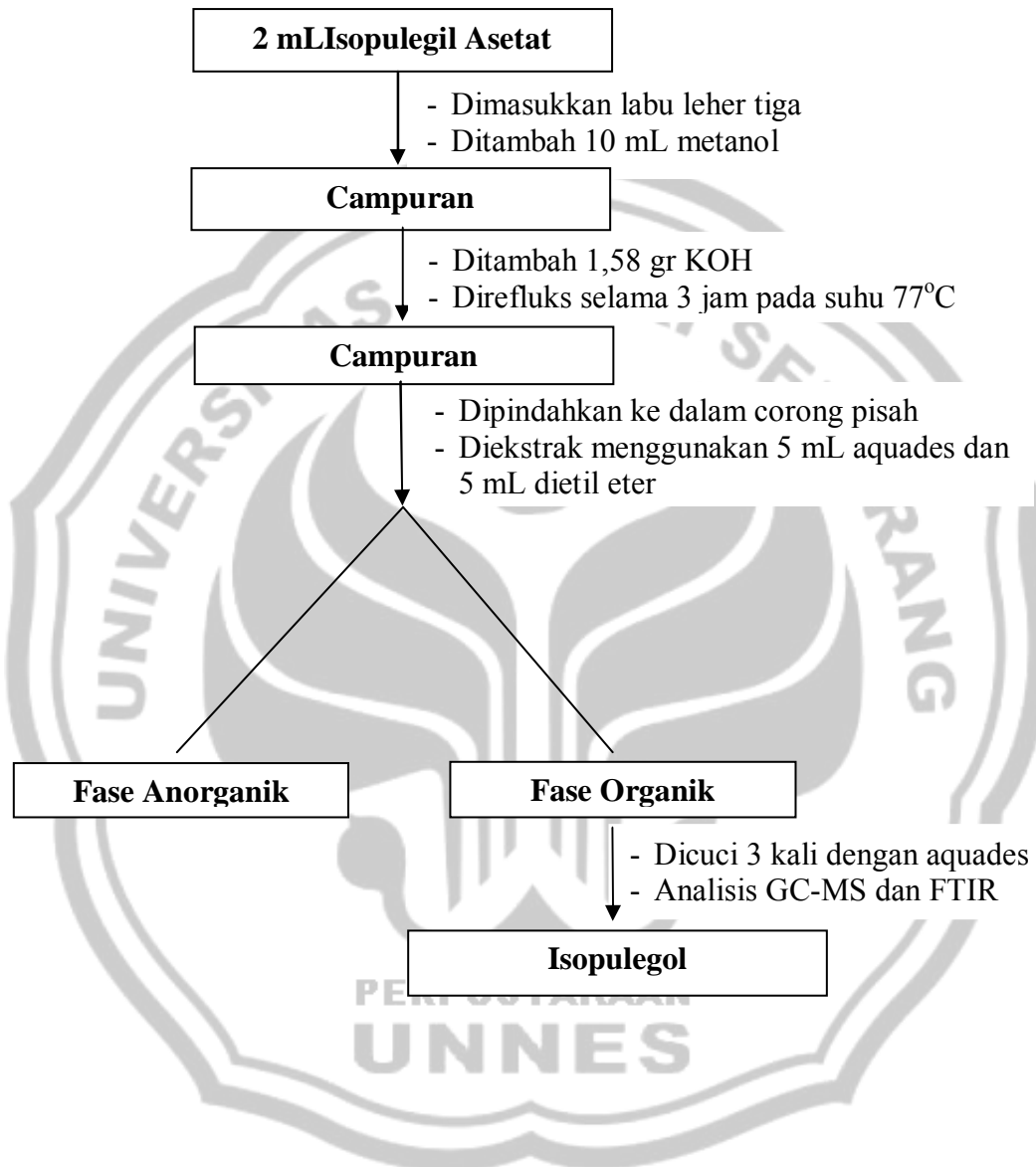
- Ketaren, S. 1990. *Minyak Atsiri Bersumber dari Daun*. Bogor : Departemen Teknologi Hasil Pertanian.
- Kadarohman, Asep, Sastrohamidjojo, Hardjono dan Muchalal, M. 2010. *Sintesis Klovanadiol dari Kariofilena*. Jurnal Penelitian Kimia FMIPA UPI UGM.
- Miharja, M.H.J. 2007. *Siklisasi Intramolekular Sitronelal dengan Anhidrida Asam Asetat Dikatalisis Asam Lewis*. Skripsi. FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Murniyati, S. 1995. *Esterifikasi Isopulegol Hasil Sitronelal dari Minyak Sereh dengan Asetil Klorida*. Skripsi. FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Nadhiroh. 2007. *Reaksi Siklisasi Aromatisasi Sitronelal dari Minyak Sereh dengan Katalis $FeCl_3$ dan Zeolit Alam Teraktivasi*. Tugas Akhir II. Jurusan Kimia. FMIPA UNNES..
- Sastrohamidjojo, H., 2002. *Kimia Minyak Atsiri*. FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Triyono. 2002. *Kimia Katalis*. Jogjakarta : Universitas Gadjah Mada.
- Widiarto, Sagita Fapril. 2008. *Kajian Kinetika Reaksi Siklisasi Asetilasi Sitronelal dengan Anhidrida Asam Asetat Terkatalis Zn^{2+} -Zeolit dan Al^{3+} -Zeolit*. Skripsi. FMIPA. UGM. Jogjakarta.
- Wijayanti, A. 2007. *Esterifikasi Isopulegol dan Sitronelal dengan Asam Formiat Menggunakan Katalis Asam Sulfat pekat dan Asam para-Toluena Sulfonat*. Skripsi. FMIPA UGM. Yogyakarta
- Wijayanti, Lucia Wiwid. 2004. *Isolasi Sistronelal, Sitronelol, dan Geraniol dari Minyak Sereh*. Tesis. FMIPA. UGM. Jogjakarta.

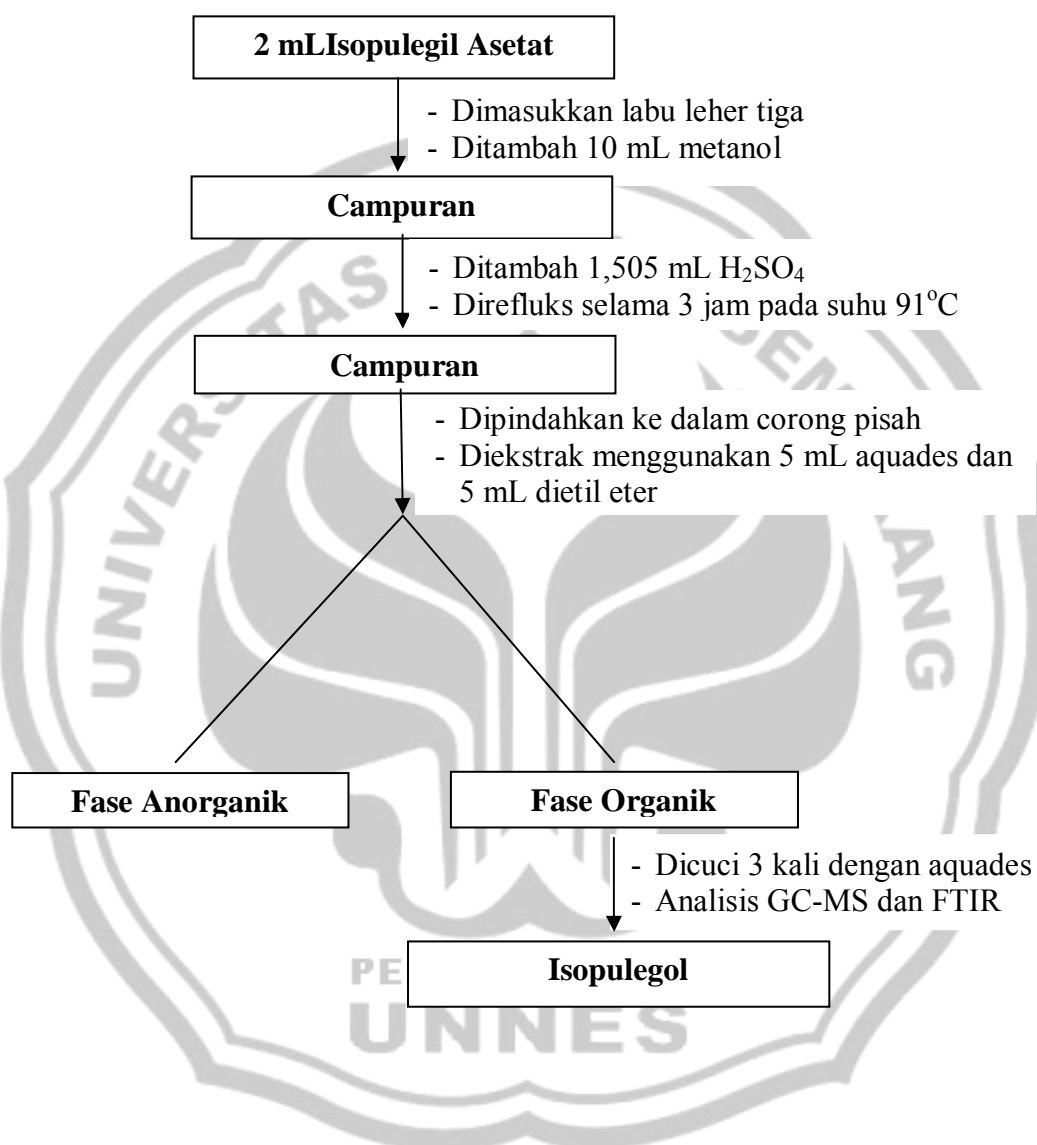
LAMPIRAN

Lampiran 1

Sintesis Isopulegil Asetat

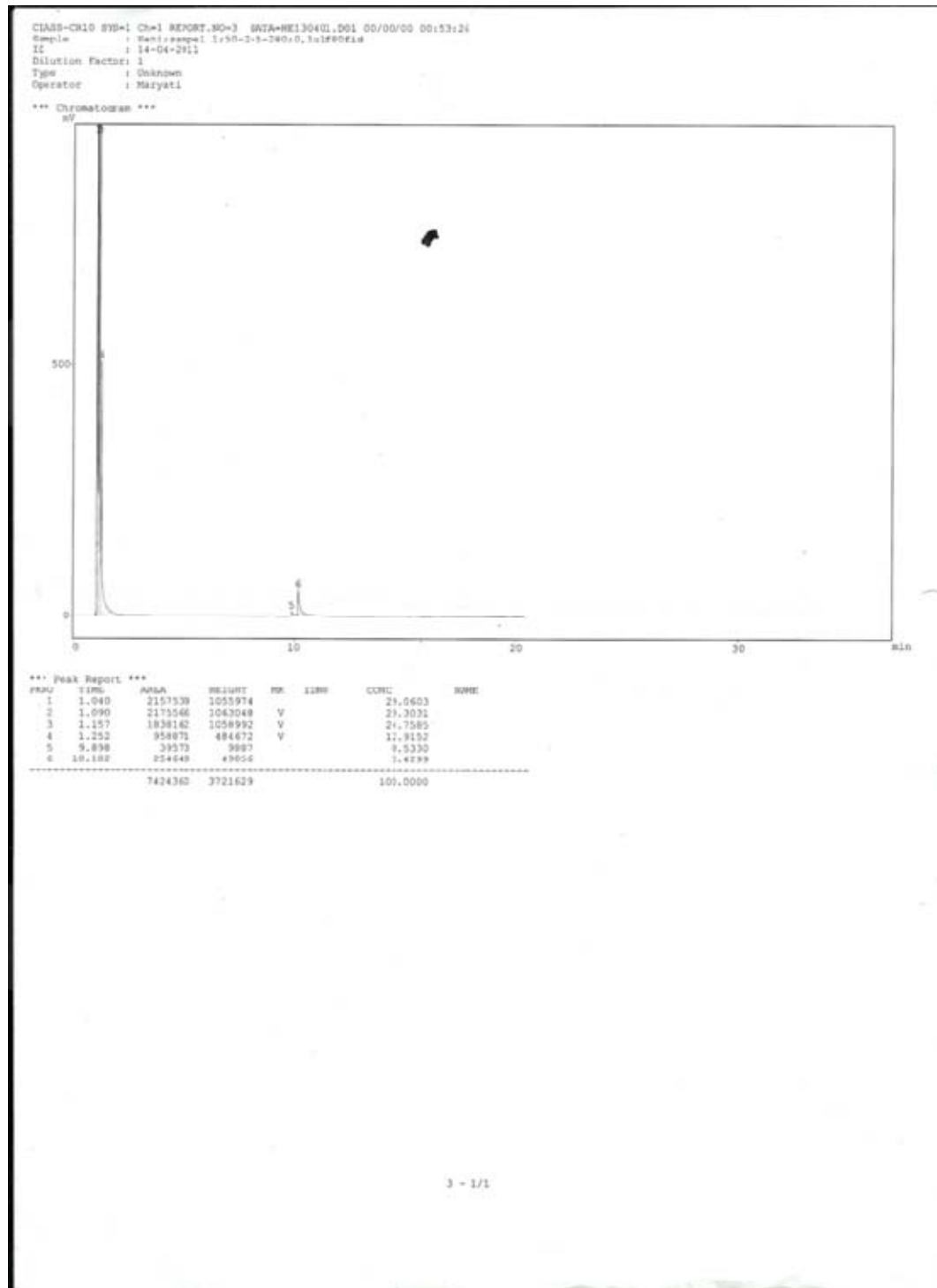


Lampiran 2**Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Basa Isopulegil Asetat**

Lampiran 3**Sintesis Isopulegol dengan Hidrolisis Asam Isopulegil Asetat**

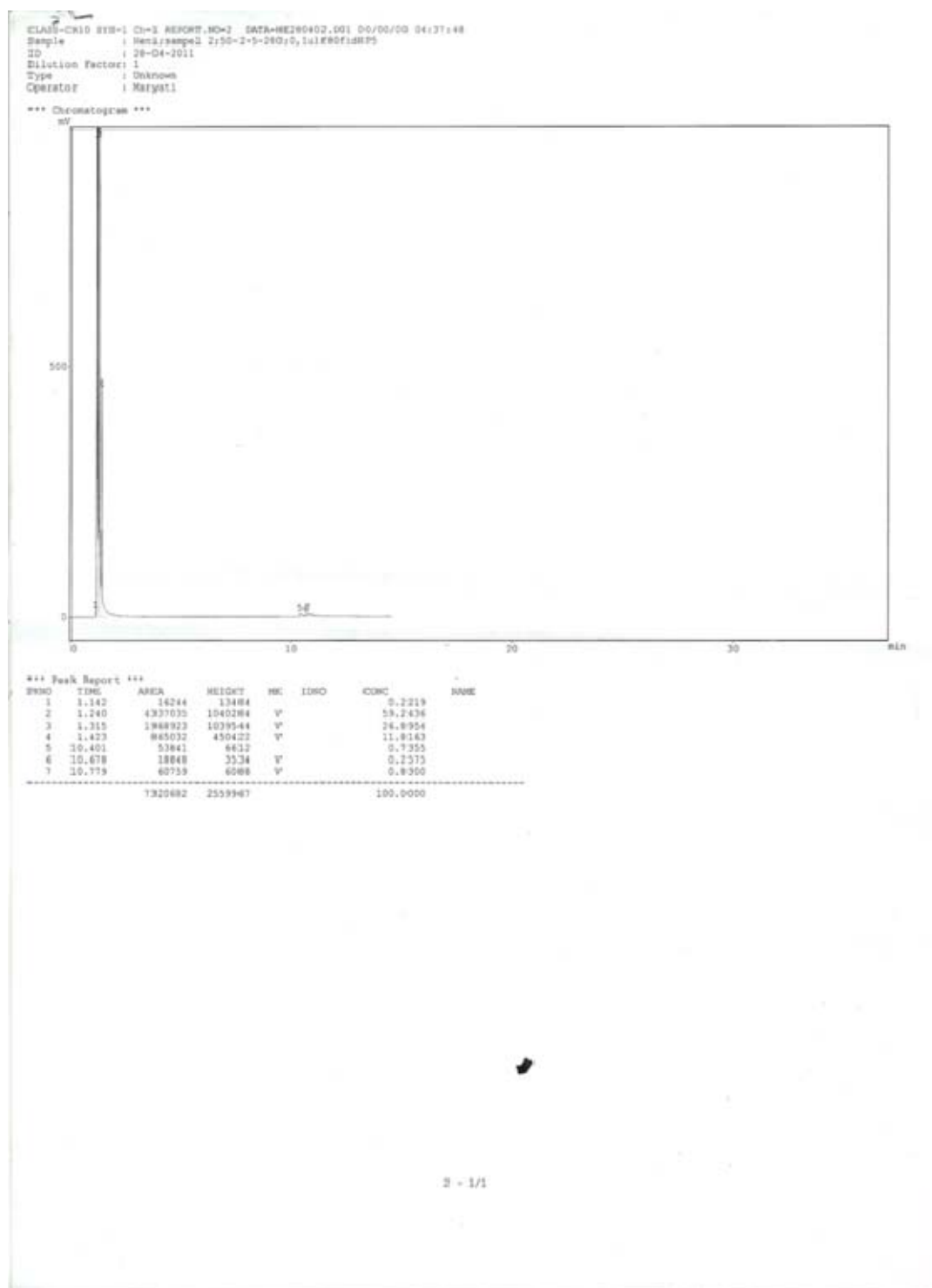
Lampiran 4

Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 60



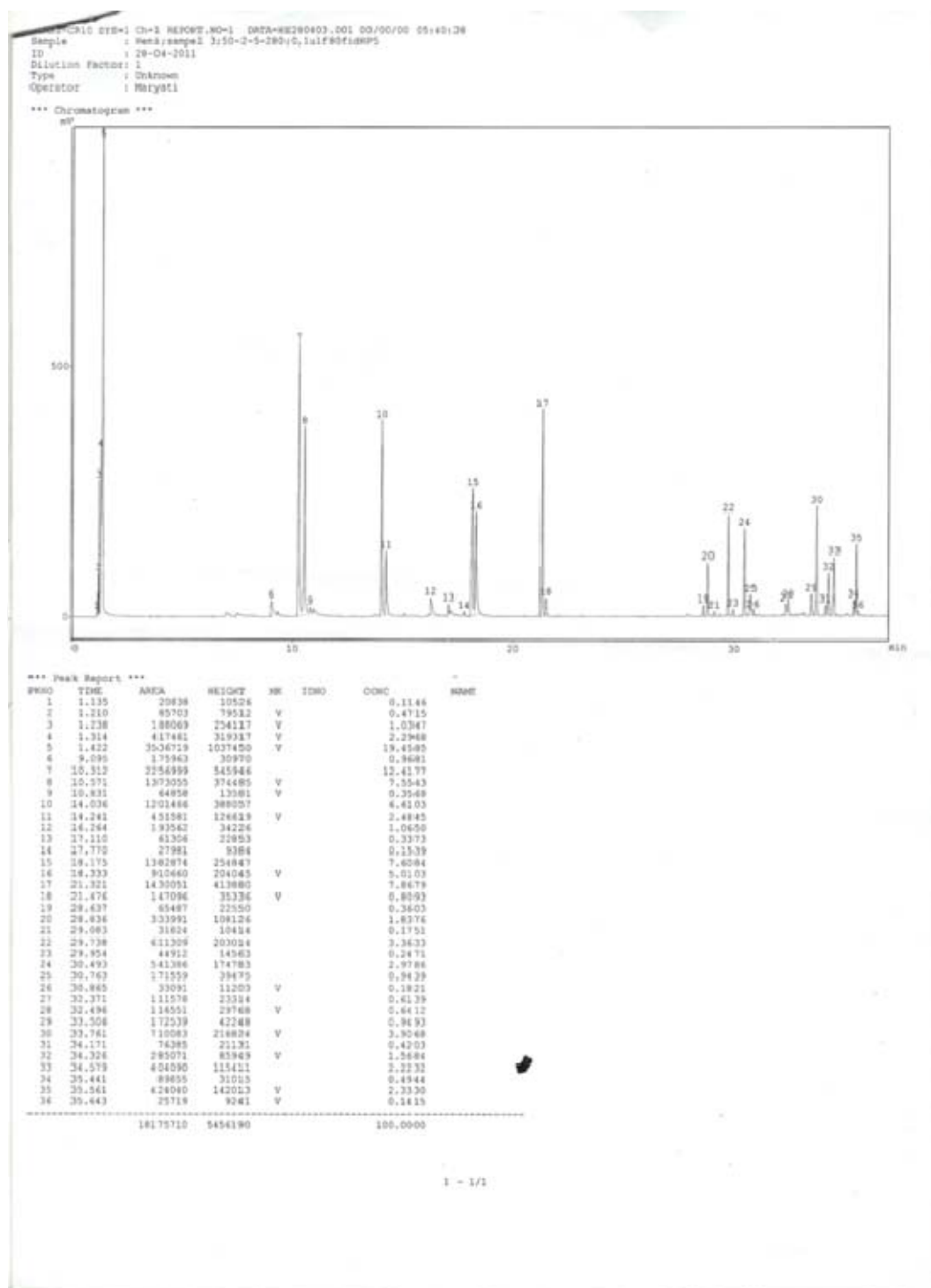
Lampiran 5

Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 120



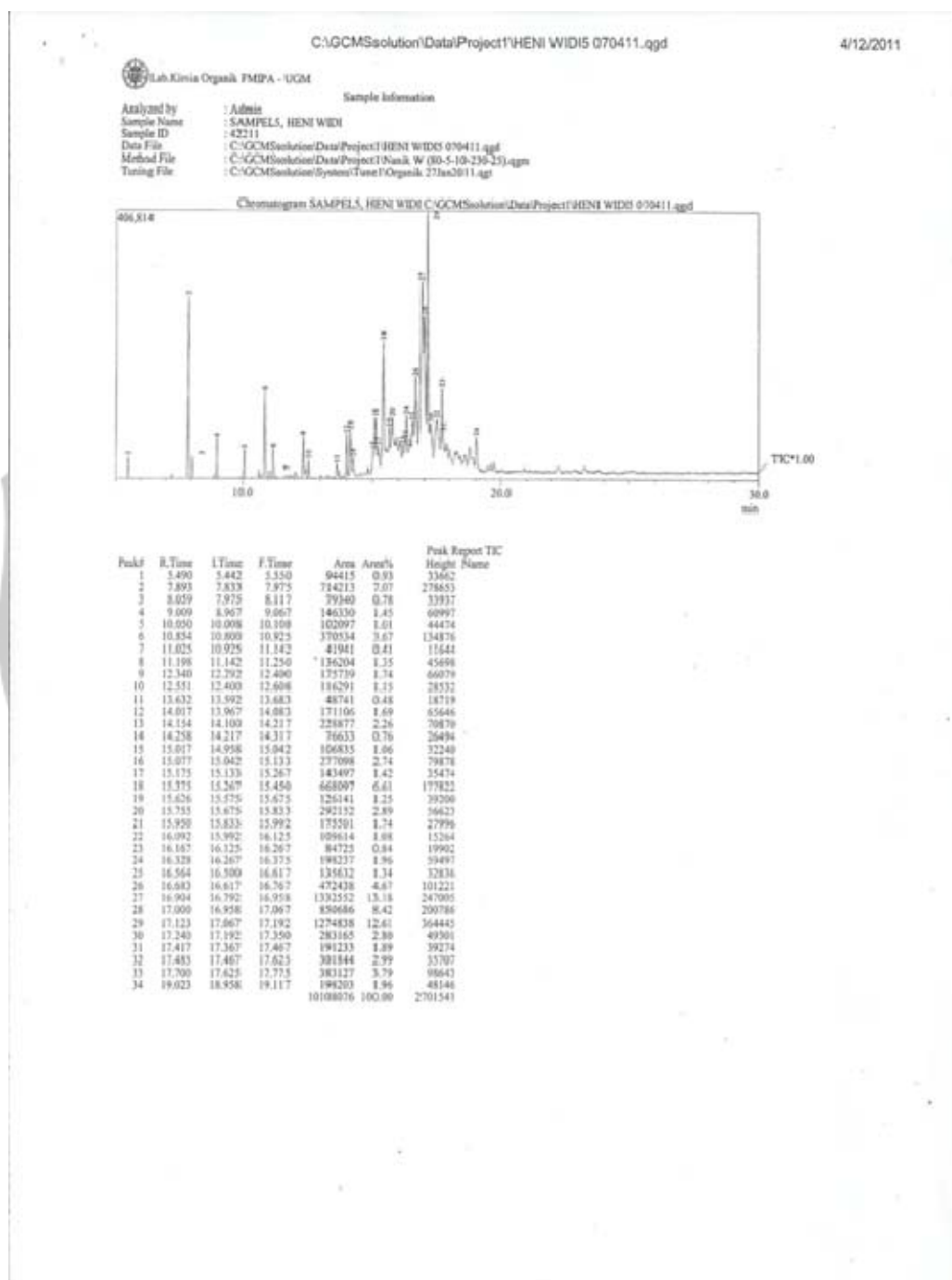
Lampiran 6

Kromatogram GC reaksi siklisasi asetilasi sitronelal pada menit ke 180



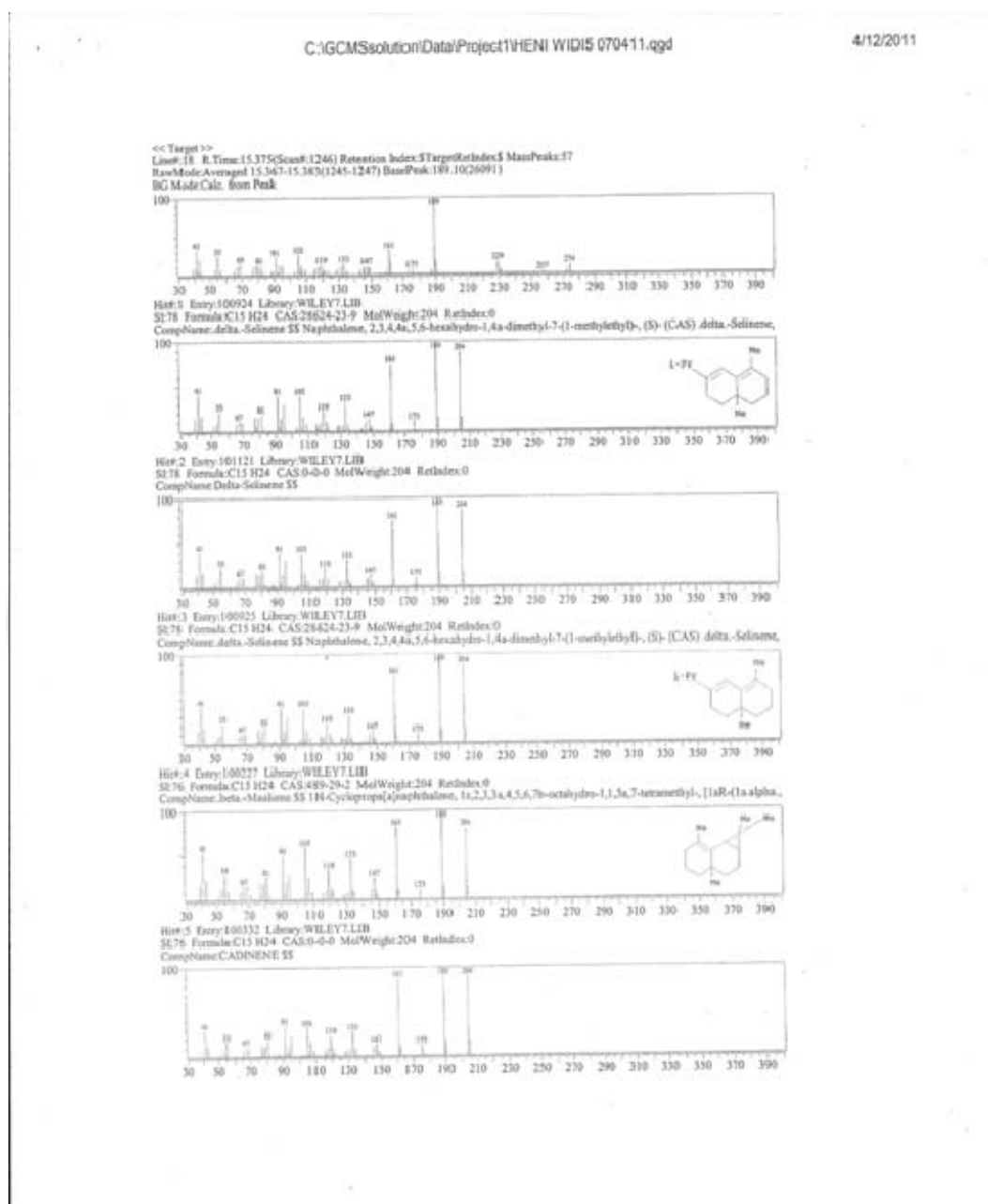
Lampiran 7

Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H₂SO₄



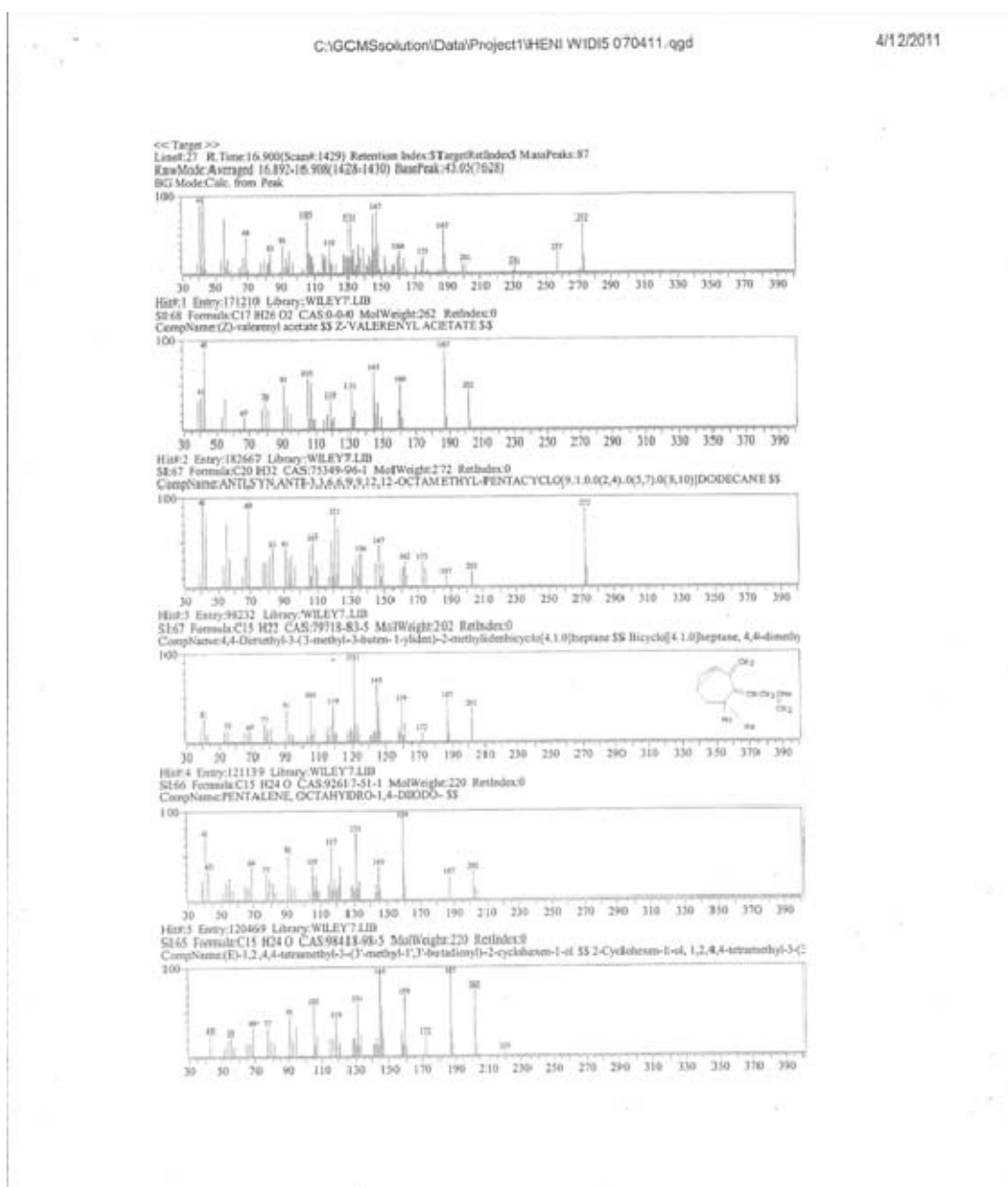
Lampiran 8

Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis asam H₂SO₄ puncak 18 dengan waktu retensi 15,375



Lampiran 9

Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegил аsetat dengan katalis asam H₂SO₄ puncak 27 dengan waktu retensi 16,904



Lampiran 10

Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis asam H₂SO₄ puncak 28 dengan waktu retensi 17,000

C:\GCMSsolution\Data\Project 1\HENI WID\5 070411.qgd

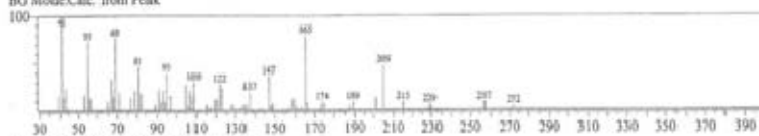
4/12/2011

<< Target >>

Line# 28 R.Time: 17.000 (Scan#: 1441) Retention Index: 5 Target Ret Index: 5 Mass Peak: 70

Raw Mode: Averaged 16.992-17.008 (1440-1442) Base Peak: 41.00 (7832)

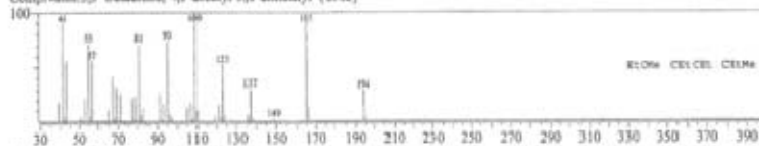
BG Mode: Calc. from Peak



Hit# 1 Entry: 87970 Library: WILEY7.LIB

SI: 77 Formula: C14 H26 CAS: 61233-79-2 MolWeight: 194 RetIndex: 0

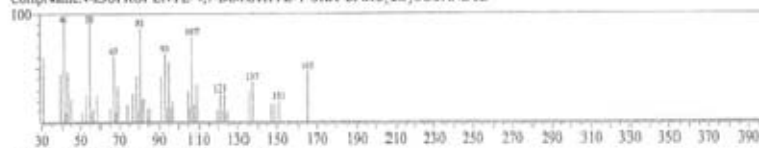
CompName: 3,5-Octadione, 4,5-dioethyl-3,6-dimethyl- (CAS)



Hit# 2 Entry: 71393 Library: WILEY7.LIB

SI: 76 Formula: C12 H20 O CAS: 0-0-0 MolWeight: 180 RetIndex: 0

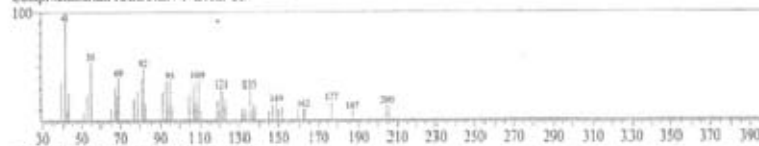
CompName: 4-ISOPROPENYL-4,7-DIMETHYL-1-OXA-SPIRO[2.5]OCTANE SS



Hit# 3 Entry: 120551 Library: WILEY7.LIB

SI: 75 Formula: C15 H24 O CAS: 0-0-0 MolWeight: 220 RetIndex: 0

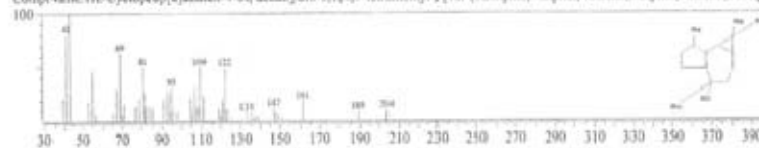
CompName: DHEPICEDREN-1-OXID SS



Hit# 4 Entry: 124069 Library: WILEY7.LIB

SI: 74 Formula: C15 H26 O CAS: 577-27-5 MolWeight: 222 RetIndex: 0

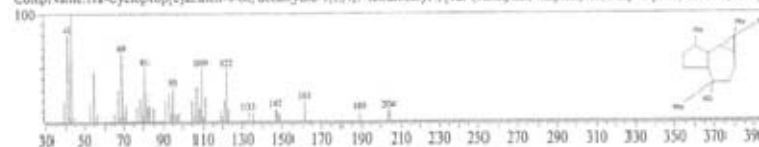
CompName: 1H-Cycloprop[е]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1a-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Hit# 5 Entry: 124067 Library: WILEY7.LIB

SI: 74 Formula: C15 H26 O CAS: 577-27-5 MolWeight: 222 RetIndex: 0

CompName: 1H-Cycloprop[е]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1a-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Lampiran 11

Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis asam H₂SO₄ puncak 29 dengan waktu retensi 17,123

C:\GCMS\solution\Data\Project\1\HENI WID15 070411.qgd

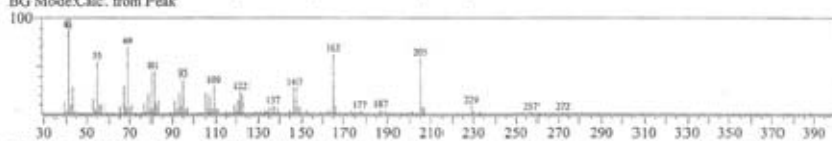
4/12/2011

<< Target >>

Line#:29 R.Time:17.125(Scan#:1456) Retention Index:5 TargetRetIndex:5 MassPeaks:86

RawMode:Averaged 17.117-17.133(1455-1457) BasePeak:41.05(28.516)

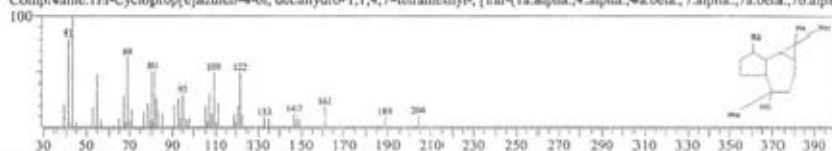
BG Mode:Calc. from Peak



Hit#:1 Entry:124067 Library:WILEY7.LIB

SI:79 Formula:C15 H26 O CAS:577-27-5 MolWeight:222 RetIndex:0

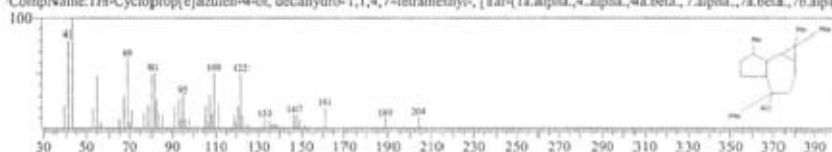
CompName:1H-Cycloprop[е]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Hit#:2 Entry:124069 Library:WILEY7.LIB

SI:79 Formula:C15 H26 O CAS:577-27-5 MolWeight:222 RetIndex:0

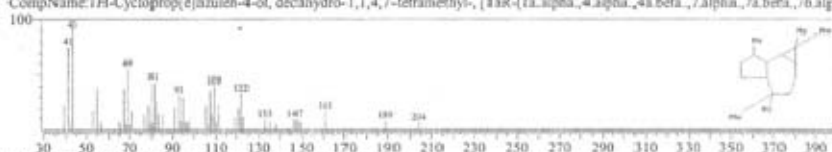
CompName:1H-Cycloprop[е]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Hit#:3 Entry:124065 Library:WILEY7.LIB

SI:79 Formula:C15 H26 O CAS:577-27-5 MolWeight:222 RetIndex:0

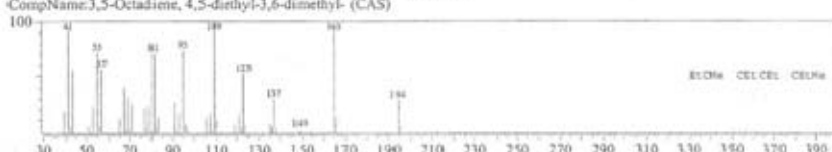
CompName:1H-Cycloprop[е]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Hit#:4 Entry:87970 Library:WILEY7.LIB

SI:78 Formula:C14 H26 CAS:61231-79-2 MolWeight:194 RetIndex:0

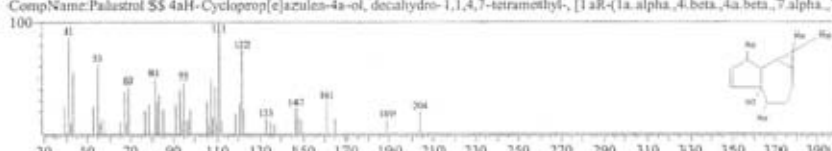
CompName:3,5-Octadiene, 4,5-diethyl-3,6-dimethyl- (CAS)



Hit#:5 Entry:124073 Library:WILEY7.LIB

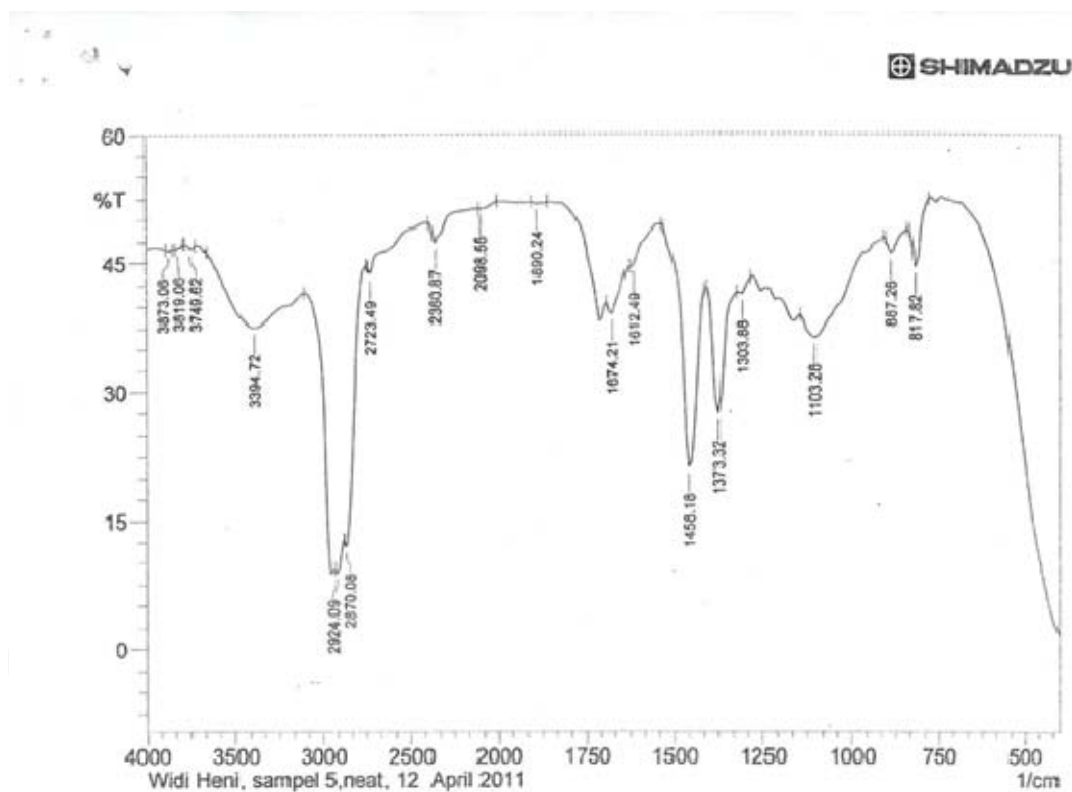
SI:78 Formula:C15 H26 O CAS:5986-49-2 MolWeight:222 RetIndex:0

CompName:Palustrin S 4aH-Cycloprop[е]azulen-4a-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.beta.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]



Lampiran 12

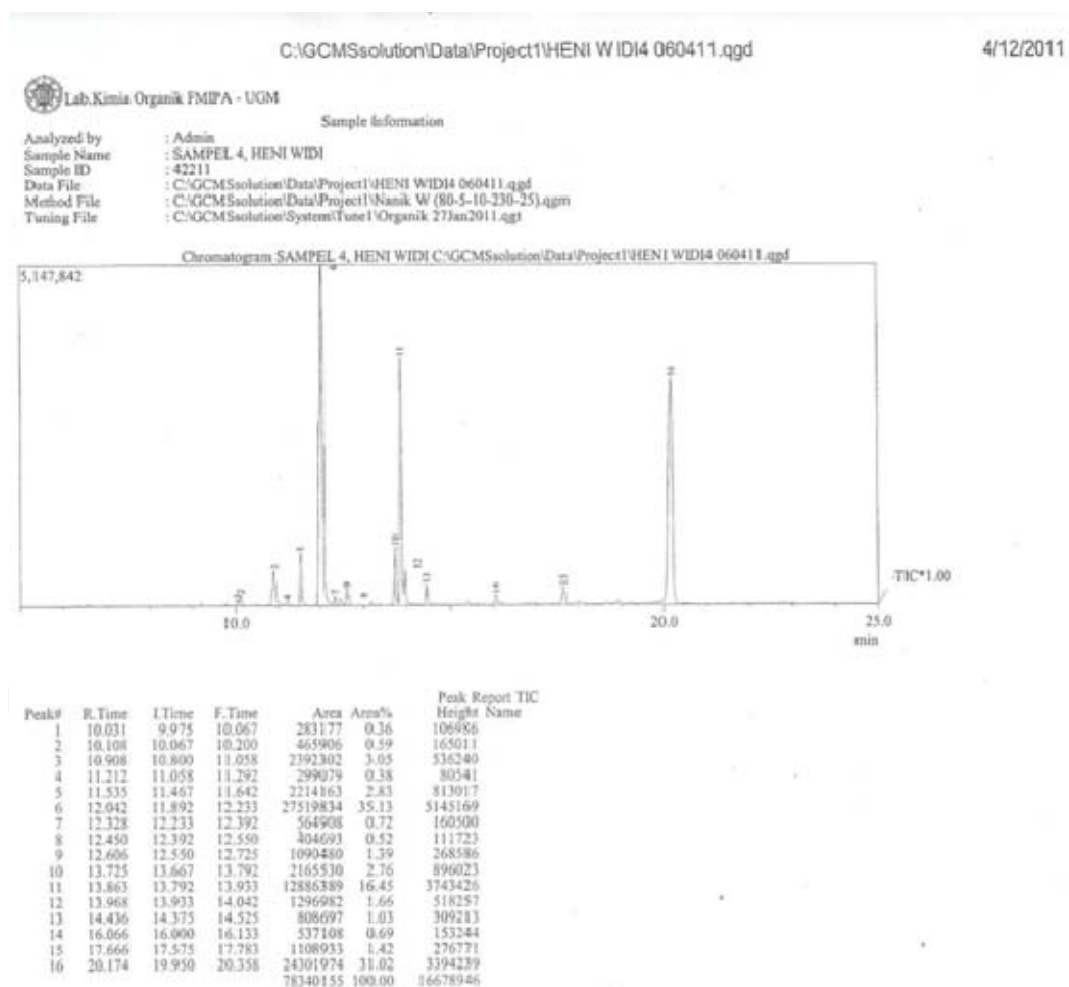
**Spektra IR hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan
katalis asam H₂SO₄**



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	393.48	1.37	194.26	686.66	339.47	238.22	251.52
2	817.82	44.46	5.3	633.25	779.24	16.89	1
3	887.26	46.11	2.03	902.69	840.96	19.93	0.49
4	1103.28	36.33	4.16	1141.86	910.4	88.08	4.37
5	1303.88	41.46	0.85	1319.31	1280.73	14.44	0.16
6	1373.32	27.46	14.59	1404.18	1319.31	37.75	5.72
7	1458.18	21.26	23.6	1527.62	1411.89	52.72	12.81
8	1612.49	44.53	0.45	1620.21	1535.34	27.22	0.02
9	1674.21	39.08	2.42	1689.64	1627.92	23.54	0.74
10	1890.24	51.86	0.21	1905.87	1859.38	13.17	0.06
11	2098.56	51.24	0.07	2106.27	2005.97	28.82	0.1
12	2360.87	47.37	2.45	2399.45	2106.27	87.92	1.16
13	2723.49	43.82	0.99	2738.92	2399.45	109.54	0.17
14	2870.08	11.97	2.61	2877.79	2746.63	71.53	1.43
15	2924.09	8.9	1.01	2931.8	2885.51	45.44	1.51
16	3394.72	37.6	6.44	3657.04	3109.25	216.58	20.43
17	3749.62	46.65	0.48	3780.48	3726.47	17.74	0.1
18	3819.06	46.63	0.2	3834.49	3788.19	15.22	0.03
19	3873.06	46.47	0.13	3888.49	3849.92	12.82	0.03

Lampiran 13

Kromatogram GC-MS hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis basa KOH



UNNES

Lampiran 14

Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegил асетат dengan katalis basa KOH puncak 6 dengan waktu retensi 12,042

C:\GCMSsolution\Data\Project1\HENI WIDI4 060411.qgd

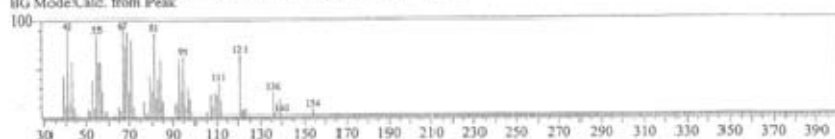
4/12/2011

<< Target >>

Line#6 R.Time:12.042(Scan#846) Retention Index:5 TargetRetIndex5 MassPeaks:64

RawMode:Averaged 12.033-12.050(845-847) BasePeak:41.00(302702)

BG Mode:Calc. from Peak



Hit#1 Entry:43877 Library:WILEY7.LIB

SI:96 Formula:C10 H18 O CAS:7786-67-6 MolWeight:154 RetIndex:0

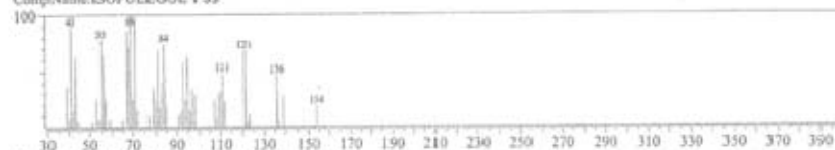
CompName:Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)- SS p-Menth-8-em-3-ol SS Isopregol SS Isopulegol SS 1-Methyl-4-isoprop



Hit#2 Entry:44088 Library:WILEY7.LIB

SI:95 Formula:C10 H18 O CAS:0-0-0 MolWeight:154 RetIndex:0

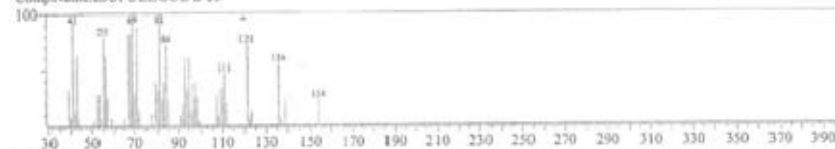
CompName:ISOPULEGOL 1 SS



Hit#3 Entry:44091 Library:WILEY7.LIB

SI:95 Formula:C10 H18 O CAS:0-0-0 MolWeight:154 RetIndex:0

CompName:ISOPULEGOL 2 SS



Hit#4 Entry:43853 Library:WILEY7.LIB

SI:94 Formula:C10 H18 O CAS:89-79-2 MolWeight:154 RetIndex:0

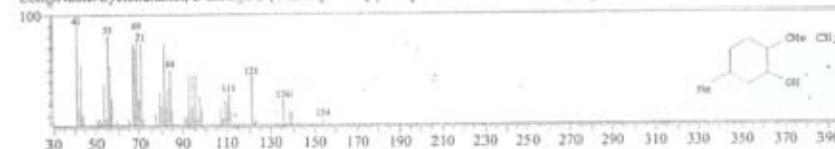
CompName:(-)-Isopulegol SS Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-, [1R-(1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)]- (CAS) 1-Isopulegol SS



Hit#5 Entry:43878 Library:WILEY7.LIB

SI:94 Formula:C10 H18 O CAS:7786-67-6 MolWeight:154 RetIndex:0

CompName:Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)- SS p-Menth-8-en-3-ol SS Isopregol SS Isopulegol SS 1-Methyl-4-isoprop



Lampiran 15

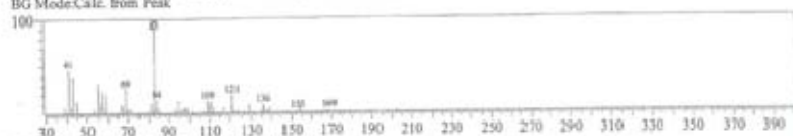
Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan katalis basa KOH puncak 11 dengan waktu retensi 13,863

C:\GCMSsolution\Data\Project1\HENI WIDI4 060411.qgd

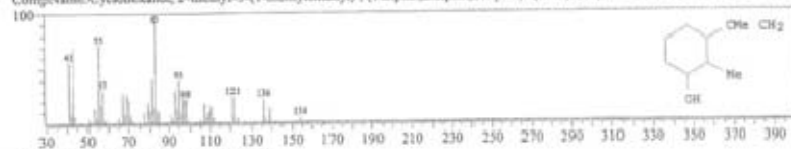
4/12/2011

<< Target >>

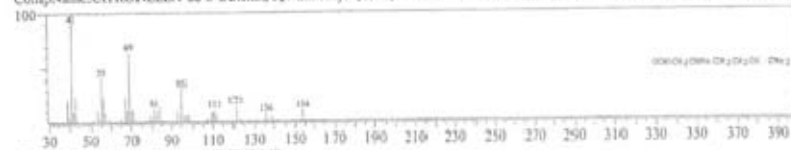
Line#:11 R_Time:13.867(Scan#:1065) Retention Index:5 TargetRetIndex:5 MassPeaks:56
RawMode:Averaged 13.858-13.875(1064-1066) BasePeak:83.05(612706)
BG Mode:Calc. from Peak



Hit#:1 Entry:42837 Library:WILEY7.LIB
SI:79 Formula:C10 H18 O CAS:54244-81-4 MolWeight:154 RetIndex:0
CompName:Cyclohexanol, 2-methyl-3-(1-methylethenyl)-, (1.alpha.,2.alpha.,3.alpha.)- (CAS) CIS,CIS-ISOPROPENYL-2-METHYL-



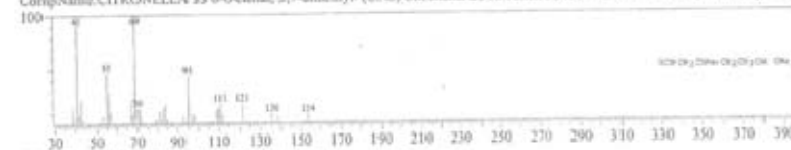
Hit#:2 Entry:43605 Library:WILEY7.LIB
SI:79 Formula:C10 H18 O CAS:106-23-0 MolWeight:154 RetIndex:0
CompName:CITRONELLA SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinal SS .beta.-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-oct-



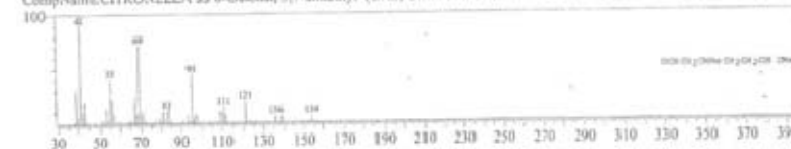
Hit#:3 Entry:113464 Library:WILEY7.LIB
SI:79 Formula:C12 H22 O3 CAS:58315-86-9 MolWeight:214 RetIndex:0
CompName:3-Acetoxy-p-menthan-1-ol SS CYCLOHEXANOL, 3-(ACETOXYMETHYL)-2,2,4-TRIMETHYL- SS



Hit#:4 Entry:43609 Library:WILEY7.LIB
SI:79 Formula:C10 H18 O CAS:106-23-0 MolWeight:154 RetIndex:0
CompName:CITRONELLA SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinal SS .beta.-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-oct-



Hit#:5 Entry:43606 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C10 H18 O CAS:106-23-0 MolWeight:154 RetIndex:0
CompName:CITRONELLA SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinal SS .beta.-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-oct-



Lampiran 16

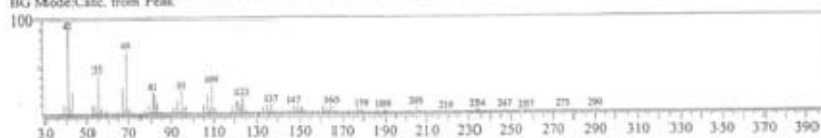
Spektra massa hasil reaksi hidrolisis isopulegil asetat dengan katalis basa KOH puncak 16 dengan waktu retensi 20,174

C:\GCMSsolution\Data\Project1\HENI WIDI4 060411.qgd

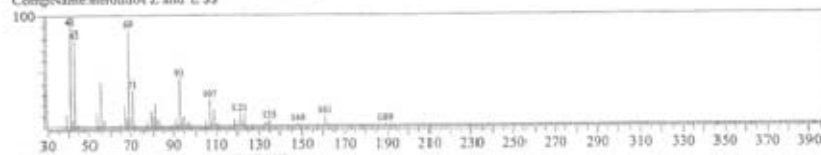
4/12/2011

<< Target >>

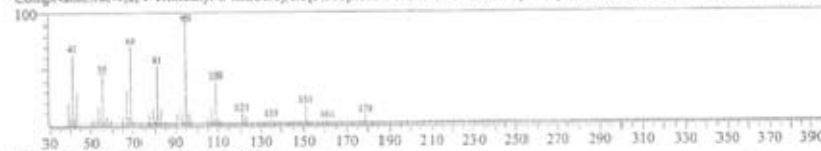
Line# 16 R_Time: 20.175 (Scan#: 1822) Retention Index: 5 TargetRetIndex: 5 MassPeak: 92
 RawMode: Averaged 20.167-20.183 (1821-1823) BasePeak: 41.00(443786)
 BG Mode: Calc. from Peak



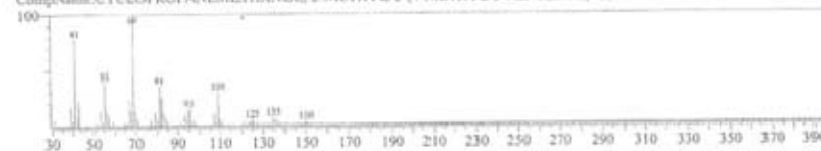
Hit# 1 Entry: 123258 Library: WILEY7.LIB
 SE83 Formula: C13 H26 O CAS: 0-0-0 MolWeight: 222 RetIndex: 0
 CompName: nerolidol Z and E SS



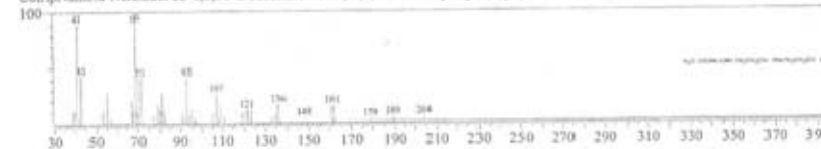
Hit# 2 Entry: 127368 Library: WILEY7.LIB
 SE83 Formula: C12 H19 N O3 CAS: 129967-65-3 MolWeight: 225 RetIndex: 0
 CompName: rac-1,2,4-Trimethyl-3-nitrobicyclo[3.3.1]nonan-9-one SS BICYCLO[3.3.1]NONAN-9-ONE, 1,2,4-TRIMETHYL-3-NITRO



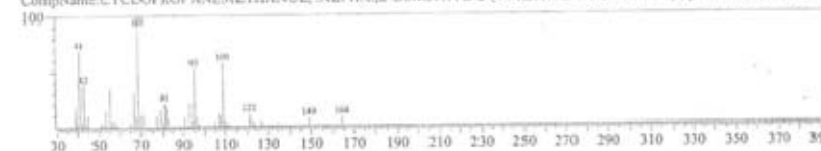
Hit# 3 Entry: 58195 Library: WILEY7.LIB
 SE82 Formula: C11 H20 O CAS: 98678-70-7 MolWeight: 168 RetIndex: 0
 CompName: CYCLOPROPANEMETHANOL, 2-METHYL-2-(4-METHYL-3-PENTENYL)- SS



Hit# 4 Entry: 123910 Library: WILEY7.LIB
 SE81 Formula: C15 H26 O CAS: 142-50-7 MolWeight: 222 RetIndex: 0
 CompName: d-Nerolidol SS 1,6,10-Dodecatrien-3-ol, 3,7,11-trimethyl-, [S-(Z)]- (CAS) ALPHA-3,7,11-TRIMETHYL-3,6,10-DOD

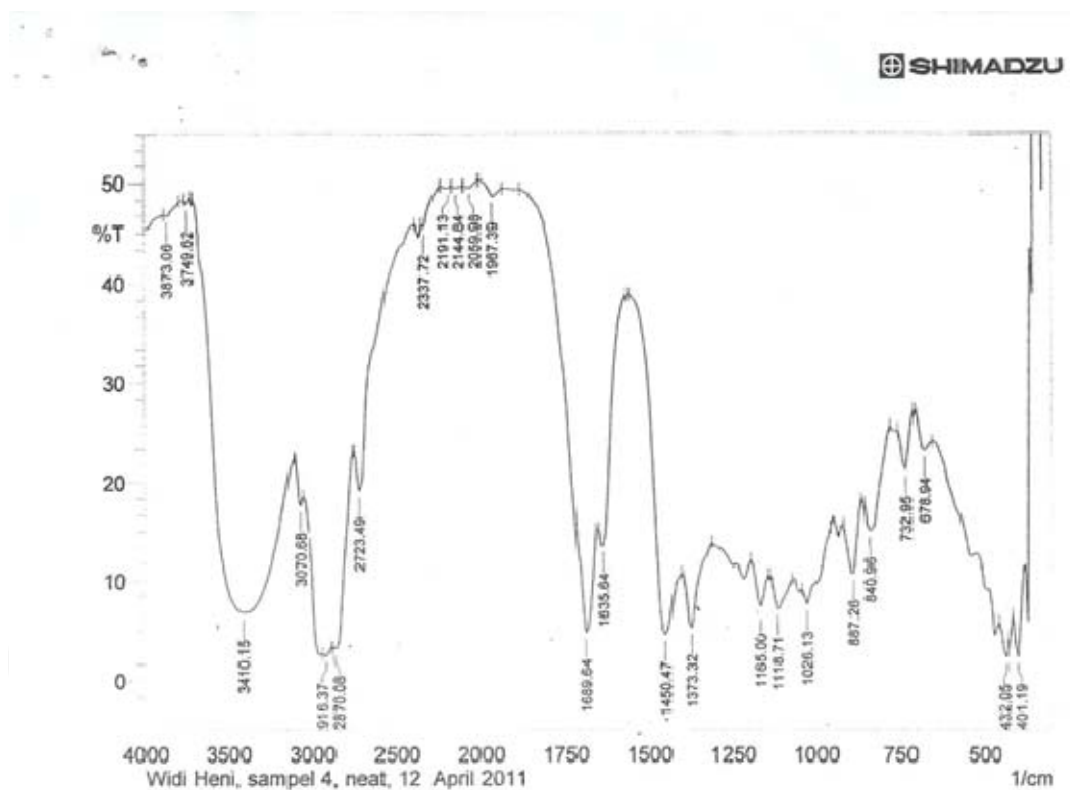


Hit# 5 Entry: 74006 Library: WILEY7.LIB
 SE81 Formula: C12 H22 O CAS: 121959-70-4 MolWeight: 182 RetIndex: 0
 CompName: CYCLOPROPANEMETHANOL, ALPHA,2-DIMETHYL-2-(4-METHYL-3-PENTENYL)-, [1-ALPHA(R*)] SS



Lampiran 17

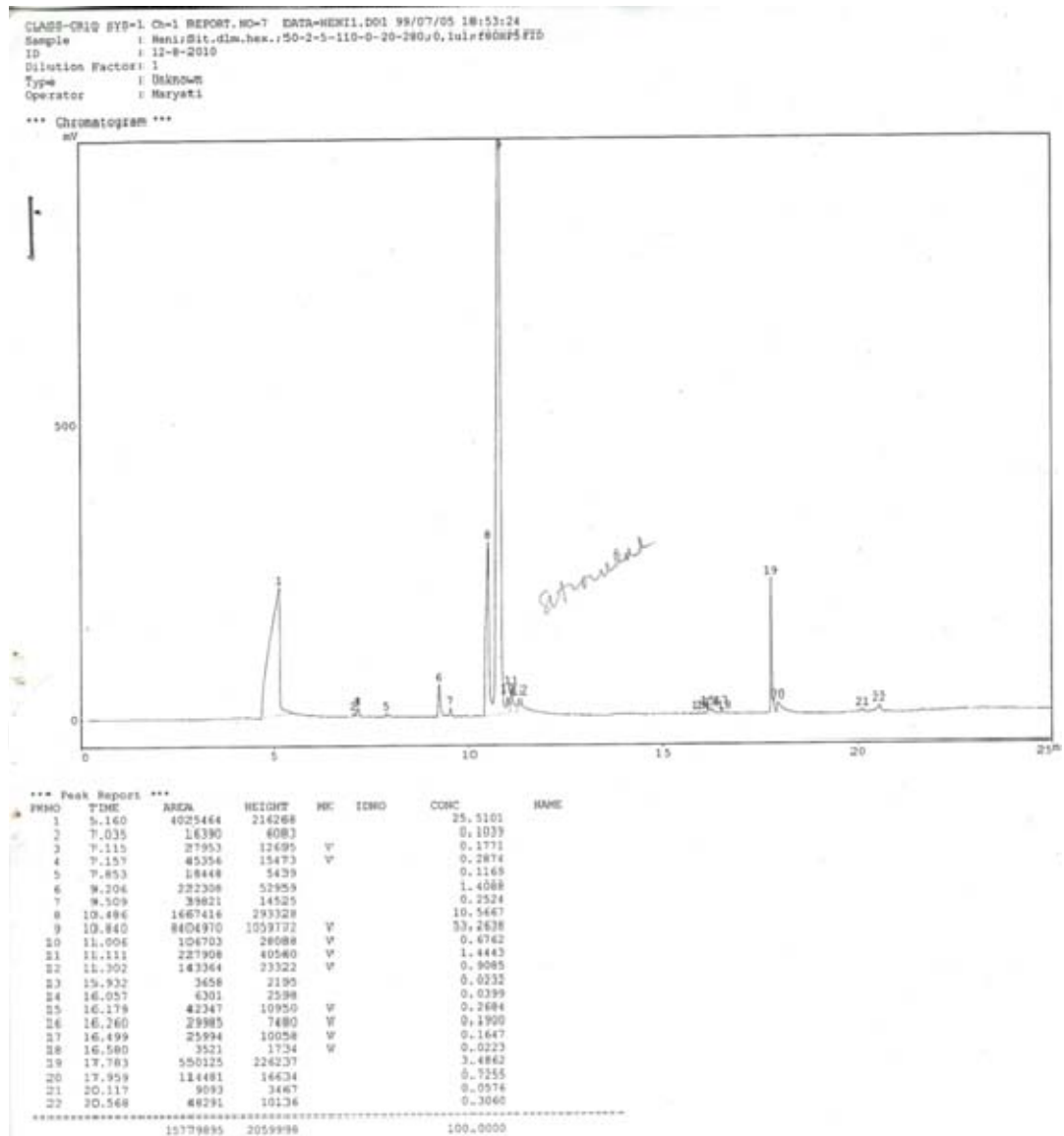
**Spektra IR hasil reaksi hidrolisis isopulegил asetat dengan
katalis basa KOH**



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.19	2.37	6.41	416.62	385.76	40.24	8.06
2	432.05	2.33	2.44	455.2	424.34	45.07	4.67
3	678.94	23.18	2.23	702.09	655.8	28.82	1.08
4	732.95	21.25	4.99	756.1	709.6	28.81	2.03
5	840.96	15.07	4.35	856.39	779.24	55.6	4.55
6	887.26	10.76	6.35	918.12	864.11	47.02	5.55
7	1026.13	7.62	2.67	1041.58	958.69	82.59	5
8	1118.71	7.13	2.81	1134.14	1072.42	66.46	4.78
9	1165	7.41	3.88	1195.67	1141.66	55.64	4.43
10	1373.32	5.33	5.98	1396.46	1311.59	86.77	9.06
11	1450.47	4.57	14.62	1558.48	1404.18	125.4	21.83
12	1635.64	13.51	6.04	1651.07	1566.2	50.7	2.87
13	1689.64	4.84	15.05	1882.52	1656.78	133.96	19.65
14	1957.39	48.68	1.14	2005.97	1936.53	21.29	0.28
15	2059.98	49.58	0.38	2098.55	2013.68	25.69	0.15
16	2144.84	49.52	0.18	2167.99	2106.27	18.78	0.04
17	2191.13	49.55	0.11	2237.43	2175.7	18.79	0.03
18	2337.72	45.54	0.86	2353.16	2245.14	34.57	0.15
19	2723.49	19.13	5.91	2754.35	2391.73	164.38	4.49
20	2870.08	3.23	1.43	2877.79	2762.06	118.66	4.67
21	2916.37	2.48	0.52	2939.52	2885.51	63.89	2.21
22	3070.68	17.63	2.17	3101.54	3055.24	33.53	1.2
23	3410.15	6.84	28.37	3718.76	3109.25	522.18	226.68
24	3749.62	47.92	0.5	3765.05	3726.47	12.22	0.09
25	3873.06	46.7	0.34	3888.49	3795.91	30.09	0.21

Lampiran 18

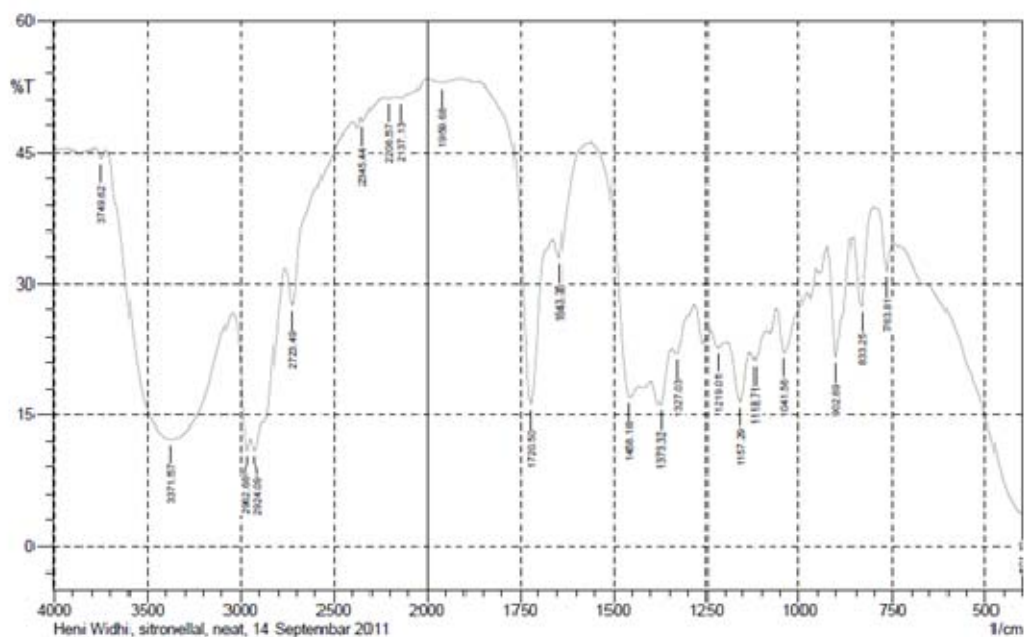
Kromatogram GC Sitronelal



Lampiran 19

Spektra I

SHIMADZU

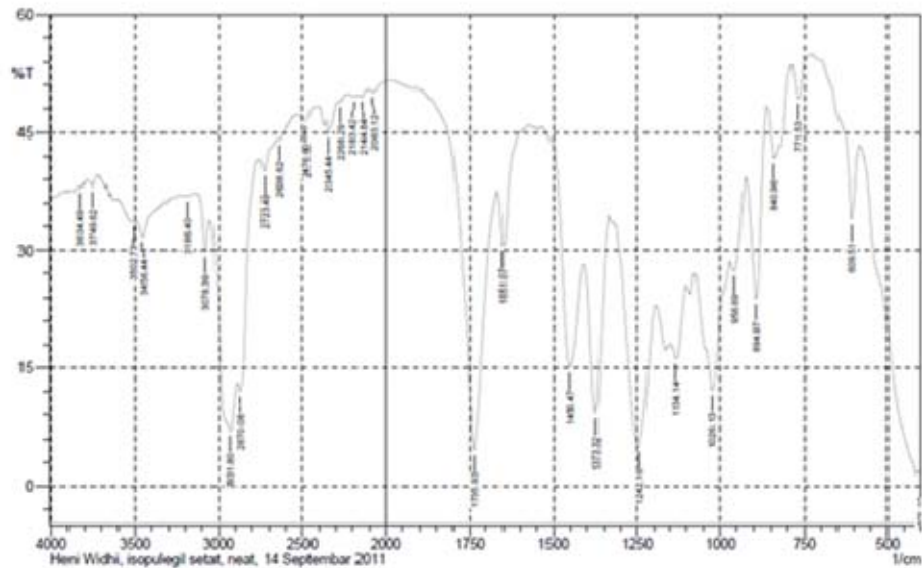


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	347.19	7.733	4.845	362.62	339.47	23.47	2.288
2	401.19	3.54	7.609	655.8	362.62	264.213	32.452
3	763.81	31.266	4.901	794.67	748.38	21.273	1.014
4	833.25	27.355	9.477	856.39	802.39	26.011	2.861
5	902.69	21.516	13.126	925.83	864.11	34.661	6.364
6	1041.56	22.096	5.217	1056.99	987.55	41.774	3.261
7	1118.71	21.186	1.971	1134.14	1095.57	24.841	0.648
8	1157.29	16.437	6.241	1188.15	1134.14	38.666	3.857
9	1219.01	22.651	1.311	1234.44	1195.87	24.574	0.502
10	1327.03	22.026	1.87	1342.46	1280.73	37.297	0.593
11	1373.32	16.129	4.512	1396.46	1350.17	34.094	2.575
12	1458.18	17.026	6.47	1558.48	1435.04	65.495	2.864
13	1643.35	32.878	4.122	1658.78	1566.2	35.992	0.877
14	1720.5	16.199	23.799	1859.38	1666.5	84.055	14.709
15	1959.68	52.923	0.402	1998.25	1913.39	23.344	0.167
16	2137.13	51.243	0.515	2167.99	2005.97	46.045	0.571
17	2206.57	51.18	0.142	2222	2175.7	13.428	0.028
18	2345.44	48.478	0.675	2353.16	2229.71	36.998	0.175
19	2723.49	27.539	5.995	2762.06	2399.45	144.862	3.309
20	2924.09	10.879	2.933	2939.52	2769.78	128.243	9.536
21	2962.66	10.949	3.755	3039.81	2947.23	71.711	3.378
22	3371.57	12.242	23.37	3718.76	3047.53	482.856	173.455
23	3749.62	44.209	1.232	3788.19	3726.47	21.424	0.292

Lampiran 20

Spektra IR Isopulegil Asetat

SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	370.33	1.298	8.761	378.05	339.47	45.853	13.617
2	401.19	1.439	4.317	578.64	385.76	196.175	13.106
3	609.51	33.875	11.513	725.23	586.36	45.824	2.851
4	771.53	49.329	4.797	786.96	732.95	15.193	0.942
5	840.96	41.741	7.358	856.39	794.67	21.206	2.987
6	894.97	23.781	18.702	918.12	864.11	25.979	6.537
7	956.69	27.306	4.86	972.12	925.83	23.178	1.739
8	1026.13	12.195	15.422	1072.42	972.12	71.344	15.492
9	1134.14	16.182	3.1	1141.86	1103.28	27.132	1.833
10	1242.16	5.039	21.989	1311.59	1195.87	100.864	35.513
11	1373.32	9.196	21.744	1404.18	1334.74	50.115	15.258
12	1450.47	15.07	18.838	1527.62	1411.89	65.143	13.367
13	1651.07	30.585	6.235	1658.78	1573.91	33.086	1.371
14	1735.93	4.56	36.835	1905.67	1666.5	126.904	40.925
15	2083.12	50.132	0.608	2106.27	1990.54	34.022	0.265
16	2144.84	49.557	0.402	2160.27	2113.98	13.951	0.081
17	2183.42	49.609	0.191	2229.71	2167.99	18.725	0.059
18	2268.29	48.887	0.425	2283.72	2237.43	14.204	0.079
19	2345.44	44.926	1.872	2363.16	2283.72	22.807	0.611
20	2476.6	46.514	1.28	2522.89	2430.31	30.152	0.5
21	2638.62	44.109	0.295	2646.34	2538.32	36.701	0.137
22	2723.49	40.08	2.275	2754.35	2654.05	37.545	0.699
23	2870.08	12.024	4.691	2885.51	2762.06	73.337	3.621
24	2901.8	7.088	10.825	3047.53	2893.22	136.043	29.112
25	3078.39	29.761	5.014	3132.4	3055.24	36.343	1.579
26	3186.4	36.918	0.24	3217.27	3140.11	33.249	0.115
27	3456.44	31.738	2.416	3495.01	3240.41	116.328	1472
28	3502.73	33.551	0.305	3603.03	3495.01	49.855	0.609
29	3749.62	38.109	0.97	3765.05	3726.47	15.851	0.179
30	3834.49	37.943	0.176	3842.2	3795.91	19.3	0.099

Lampiran 21**Foto Penelitian**

Proses Sintesis Sitronelal menjadi Isopulegil asetat (IPA)



Proses hidrolisis IPA menggunakan KOH



Proses hidrolisis IPA menggunakan H_2SO_4

