

## REAKSI KATALITIK TERHADAP SITRONELAL MENGGUNAKAN KATALIS

### Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Ajeng Santiara, Elvina Dhiaul Iftitah\*, Danar Purwonugroho

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya

Jl. Veteran Malang 65145

\* Alamat Korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835

Email: vin\_iftitah@ub.ac.id

### ABSTRAK

Telah dilakukan reaksi katalitik terhadap sitronelal menggunakan Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Penelitian ini meliputi pembuatan katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan reaksi katalitik terhadap sitronelal. Katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dibuat dengan metode impregnasi Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O ke dalam katalis ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam pelarut metanol. Reaksi katalitik dilakukan dengan uji aktivitas katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terhadap sitronelal dengan atmosfer gas N<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub> dengan perbandingan 1:4. Berdasarkan hasil analisis, diketahui bahwa produk yang dihasilkan adalah isopulegol dengan selektivitas 15,90% yang diperoleh pada kondisi temperatur 120°C.

**Kata kunci:** isopulegol, katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, reaksi katalitik, sitronelal

### ABSTRACT

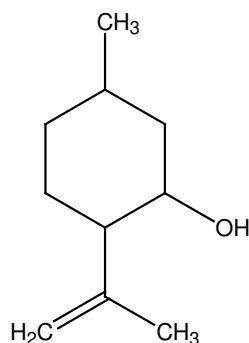
The catalytic reaction has been carried out using Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts towards citronellal. The research was conducted by Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst preparation, and catalytic reactions to citronellal. Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts made by impregnation method Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O in ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst in methanol. Catalytic reaction did to test the Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalytic activity towards citronellal with atmospheric gases N<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> with ratio 1:4. Based on the analysis, it is known that the resulting product is isopulegol with 15, 90% selectivity obtained at temperature conditions 120 °C.

**Keywords:** catalytic reaction, citronellal, Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst, isopulegol

### PENDAHULUAN

Sitronelal termasuk senyawa minyak atsiri yang berwarna kekuningan dan mudah menguap pada suhu kamar. Selain itu, sitronelal bersifat sedikit larut dalam air dan dapat larut dalam alkohol dan ester [1]. Sitronelal merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O (3,7-dimetil-6-okten-1-ol). Senyawa ini merupakan metabolit golongan monoterpen dari tanaman *Cymbopogon nardus* dan *Cymbopogon winterianus* Jawitt. Sitronelal memiliki massa relatif 154,25 dapat direduksi menghasilkan sitronelol, dapat menghasilkan isopulegol dalam suasana asam dengan reaksi siklisasi, serta polimerisasi dalam suasana basa. Senyawa isopulegol berperan terutama dalam proses sintesis beberapa senyawa terpen seperti mentol. [2].

Untuk menghasilkan isopulegol dari sitronelal, dapat digunakan katalis asam seperti  $\text{ZnBr}_2$  [3,4]. Keberhasilan  $\text{ZnBr}_2$  sebagai asam lewis telah dibuktikan dalam penelitian Iftitah, 2011 [5].  $\text{ZnBr}_2$  dipandang mampu meningkatkan laju siklisasi dan memberikan selektivitas tinggi terhadap pembentukan (-)-isopulegol.



**Gambar 1.** Struktur molekul isopulegol [6]

Berdasarkan informasi diatas, pada penelitian ini digunakan katalis heterogen  $\text{Cu/ZnBr}_2/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$  untuk reaksi hidrogenasi katalitik yang diharapkan akan memberikan hasil yang efektif untuk konversi sitronelal menjadi isopulegol.

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Dalam penelitian ini digunakan bahan dan alat meliputi  $\gamma$ -Alumina (Merck),  $\text{ZnBr}_2$  (Merck),  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (Merck), metanol (Merck), sitronelal (Merck), gas  $\text{N}_2$  (PT. Tira Austenite Tbk), dan gas  $\text{H}_2$  (PT. Tira Austenite Tbk), satu set reaktor gelas modifikasi, tanur modifikasi, neraca analitik, pemanas listrik, *magnetic stirrer*, *rotary evaporator vacuum* dengan pengurangan tekanan, *microtube*, pipet mikro, termometer raksa, dan alat-alat gelas.

Instrumen yang digunakan adalah Kromatografi Gas Spektrum Massa, Kromatografi Gas.

### **Prosedur**

#### **Preparasi Katalis**

Preparasi katalis dilakukan dengan melarutkan padatan  $\text{ZnBr}_2$  dalam metanol, kemudian ditambahkan padatan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Kemudian diaduk dengan *stirrer magnetic* selama 24 jam. Pelarut metanol kemudian diuapkan dengan *rotary evaporator vacuum* pada temperatur

90 °C. Padatan katalis dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi dengan atmosfer gas N<sub>2</sub> pada temperatur 400 °C selama 3 jam dengan reaktor katalis modifikasi Iftitah [5].

Impregnasi Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O ke dalam ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan untuk membuat katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam metanol dan ditambahkan dengan katalis ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kemudian diaduk selama 24 jam. Pelarut metanol diuapkan dengan *rotary evaporator vacuum*. Padatan katalis dikeringkan dalam oven, kemudian dikalsinasi dengan atmosfer gas N<sub>2</sub> dan direduksi dengan atmosfer gas H<sub>2</sub> menggunakan reaktor katalis modifikasi Iftitah [5].

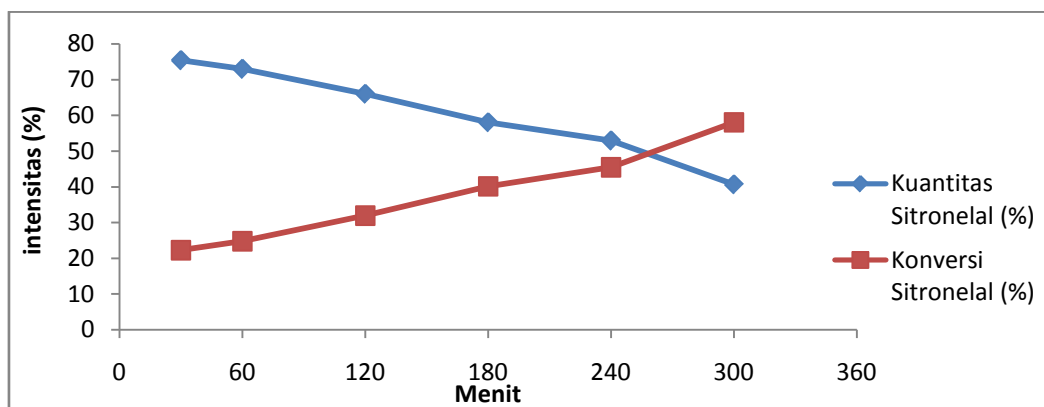
### **Reaksi Katalitik Sitronelal**

Reaksi katalitik sitronelal dilakukan dengan perbandingan atmosfer gas N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> = 1:4. Proses dimulai dengan memasukkan sitronelal ke dalam labu reaktor modifikasi Iftitah [5]. Katalis Cu/ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan *magnetic stirrer* ditambahkan ke dalam labu reaktor tersebut. Sistem dikondisikan dalam keadaan vakum dan ditambahkan atmosfer gas N<sub>2</sub>. Reaksi katalitik dilakukan dalam temperatur dan 120 °C selama 1 jam, produk reaksi dicuplik pada menit ke-30, 60. Kemudian diletakkan pada microtube 1,5 mL. Kemudian proses dilanjutkan dengan mengkondisikan sistem pada tekanan atmosfer gas H<sub>2</sub> selama 4 jam. Produk reaksi dicuplik pada menit ke-120, 180, 240, dan 300 kemudian diletakkan pada microtube 1,5 mL. Proses pemisahan padatan katalis dengan produk reaksi dilakukan dengan cara didiamkan beberapa jam. Produk reaksi dianalisis dengan Kromatografi Gas (KG) dan Kromatografi Gas-Spektra Massa (KG-MS).

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Hasil Reaksi Katalitik Terhadap Sitronelal**

Dari hasil analisis menggunakan kromatografi gas (KG) diperoleh nilai kuantitas sitronelal dan dapat dihitung konversi sitronelal sehingga menghasilkan grafik seperti pada gambar 2.



**Gambar 2.** Grafik hubungan waktu dengan intensitas dan konversi sitronelal

Pada temperatur 120 °C energi minimum reaksi katalitik telah terpenuhi, sehingga sitronelal dapat terkonversi dengan baik. Dilakukan pengujian untuk memastikan perkiraan senyawa yang terbentuk. Analisis dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas spektra massa (KG-MS). Berikut disajikan data fragmentasi hasil spektra massa (MS).

**Tabel 1.** Data fragmentasi dari spektra massa produk reaksi katalitik sitronelal

$t_r$	Prosentase (%)	Fragmentasi	Perkiraan senyawa
10,738	0,66	41, 55, 69, 81, 84, 111, 121, dan 136	Isopulegol
10,843	2,01	41, 55, 69, 71, 95, 111, 121, 136, dan 154	Oktenal
11,003	8,30	41, 55, 69, 84, 95, 111, 121, 136, dan 154	Isopulegol
11,179	26,75	41, 55, 69, 70, 95, 111, 121, 139, dan 154	Sitronelal
11,355	2,60	41, 55, 69, 70, 97, 111, 112, 139, 140, dan 154	Menton

Produk yang dihasilkan berdasarkan analisis MS adalah isopulegol dengan kuantitas produk sebesar 8,96 % yang tersebar pada 2 waktu retensi ( $t_R$ ). Selektivitas isopulegol pada menit ke 300 diperoleh sebesar 15,90%.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian reaksi katalik terhadap sitronelal menggunakan katalis  $\text{Cu/ZnBr}_2/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , dapat disimpulkan bahwa katalis  $\text{Cu/ZnBr}_2/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  memiliki aktivitas

yang cukup baik dalam reaksi katalitik pada temperatur reaksi 120 °C untuk memperoleh selektivitas produk tertinggi pada menit ke 300. Produk yang dihasilkan berupa senyawa isopulegol dengan selektivitas sebesar 15,90 %.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami sampaikan kepada Drs. Suratmo, M.Sc selaku kepala Laboratorium Kimia Organik, Universitas Brawijaya. Staff Laboratorium Kimia Organik Universitas Brawijaya, Malang. Staff Laboratorium Material dan Metarulagi dan Laboratorium Energi Institut Sepuluh November, Surabaya.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Milone, C., dkk, 2000, Selective One Step Synthesis Of (-)-Mentol From (+) - Citronellal on Ru Support on Modified SiO<sub>2</sub>, *Applied Catalyst A: General*, 199, 2000, 239-244.
2. Pybus, D., Sell, C., Eds, 1999, The Chemistry of Fragrance, Di Dalam Lenardao, E.J., dkk, 2007, Citronellal as Key Compound in Organic Synthesis. *Tetrahedron*, 63, 2007, 6671-6712.
3. Balu, A. M., Juan, M. C., Rafael, L., Antonio, A. R., 2010, One-Step Microwave-Assisted Asymmetric Cyclisation / Hydrogenation of Citronellal to Menthols Using Supported Nanoparticles on Mesoporous Materials, *Journal of Organic Biomol Chemistry*, 8, 2845–2849, Spanyol.
4. Hutait, S., Singh, V., dan Batra, S., 2010, Facile synthesis of Dihydroquinoline-fused-Canthines via Intramolecular Aza-Diels-Alder Reaction, *European Journal of Organic Chemistry*, 32, 2010, 6269-6276.
5. Iftitah, E.D., 2011, Kajian Reaksi dan Hidrogenasi (R)-(+)-Sitronelal Menggunakan Katalis Berbasis ZnBr<sub>2</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Ni/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Disertasi*, Program Studi S3 Ilmu Kimia, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
6. Ravasio, N., Poli, N., Psaro, R., Saba, M., dan Zaccheria, F., 2000, Bifunctional copper catalysts. Part II. Stereoselective synthesis of (-)-menthol starting from (+)-citronellal, *Catalysis*, 13, 2000, 195-199.