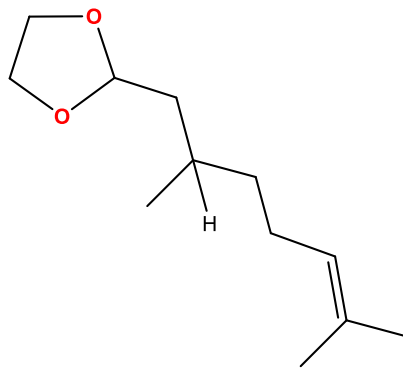


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sitronelal Dioksolana

Sitronelal dioksolana (dalam bahasa Inggris *citronellal dioxolane*) mempunyai nama IUPAC 2-(2,6-Dimetilhept-5-enil)-1,3-dioksolana. Senyawa yang dapat disebut juga sitronelal etilen asetal ini mempunyai rumus molekul $C_{12}H_{22}O_2$. Struktur senyawa sitronelal dioksolana ditunjukkan pada **Gambar 2.1**



Gambar 2.1 Struktur Sitronelal Dioksolana

Tabel 2.1 Sifat Kimia dan Fisika Sitronelal Dioksolana

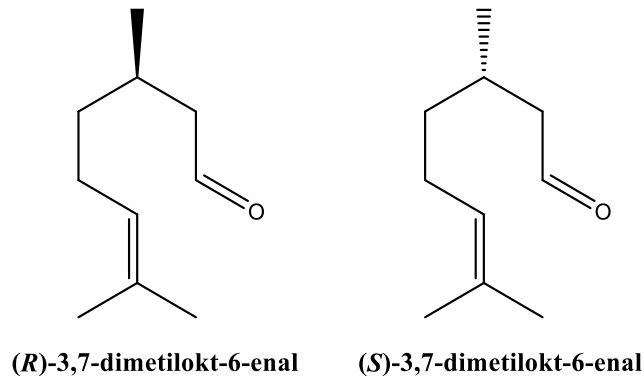
No	Sifat Kimia dan Fisika	Keterangan
1	Wujud zat	Cairan, tidak berwarna
2	Berat molekul	198,30 g/mol
3	Titik didih	125-130 °C pada tekanan 18 Torr

(Clark K.J, 1959; National Center for Biotechnology Information, 2023)

2.2 Sitronelal

Sitronelal atau dalam tata nama IUPAC dinyatakan sebagai 3,7-dimetil-6-oktenal merupakan golongan monoterpen yang diperoleh dari hasil metabolisme tanaman. Sitronelal diperoleh melalui distilasi uap atau ekstraksi pelarut dari minyak tanaman *Corymbia citriodora*, *Cymbopogon nardus*, dan minyak sereh tipe Jawa, selain itu juga dapat ditemukan di lebih dari 50 jenis minyak atsiri lainnya. Sitronelal merupakan golongan monoterpen yang sangat penting dalam industri perisa dan pewangi. (Pybus, D. dan Sell, S, 1999)

Senyawa sitronelal memiliki rumus molekul $C_{10}H_{18}O$. Keberadaannya di alam dapat sebagai campuran rasemik enansiomer *R* dan *S* seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.2**.



Gambar 2.2 Enantiomer Sitronelal

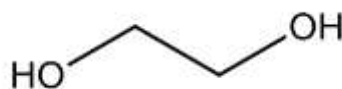
Tabel 2.2 Sifat Kimia dan Fisika Senyawa Sitronelal

No	Sifat Kimia dan Fisika	Keterangan
1	Wujud zat	Cairan, berwarna kuning pucat sampai coklat pucat
2	Berat molekul	154.25 g/mol
3	Titik didih	201-208°C
4	Massa jenis	0.855 g/cm ³
5	Karakter bau	hangat, segar, dan sedikit aroma lemon

(National Center for Biotechnology Information, 2023)

2.3 Etilen Glikol

Etilen glikol merupakan senyawa dengan rumus molekul $C_2H_6O_2$. Senyawa ini merupakan senyawa organik yang tak berwarna, tak berbau, serta berwujud cair (Laela dan Hairunnisa, 2021). Etilen glikol adalah glikol yang termasuk dalam senyawa diol paling sederhana. Senyawa diol adalah jenis senyawa yang mengandung gugus hidroksil (OH). (Wulanndari dan Ardiani, 2017). Struktur etilen glikol dapat dilihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Struktur Etilen Glikol.

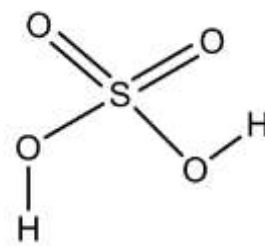
Tabel 2.3 Sifat Kimia dan Fisika Etilen Glikol

No	Sifat Kimia dan Fisika	Keterangan
1	Wujud Zat	Cairan, tidak berwarna
2	Berat molekul	62,07 g/mol
3	Titik didih	197,6°C
4	Titik nyala	126,7°C cawan tertutup; 137,8°C cawan terbuka
5	Densitas	1,11 g/mL pada 25°C
6	Karakter bau	tidak berbau

(Yue, H. *et al.*, 2012; National Center for Biotechnology Information, 2023)

2.4 Katalis Asam Sulfat

Asam sulfat pekat biasanya digunakan untuk mempercepat reaksi senyawa-senyawa organik, karena senyawa organik reaksinya lambat (Wulandari, 2015). Keunggulan asam sulfat sebagai katalis terletak pada kemampuannya untuk dengan cepat terlarut dalam campuran reaksi. Hal ini memungkinkan interaksi yang efisien antara molekul katalis dan reaktan, yang pada akhirnya mengakselerasi proses reaksi yang sebelumnya berjalan lambat. (Vinata dan Wulandari, 2020). Struktur asam sulfat dapat dilihat pada Gambar 2.4.

**Gambar 2.4** Struktur Asam Sulfat**Tabel 2.4** Sifat Kimia dan Fisika Asam Sulfat

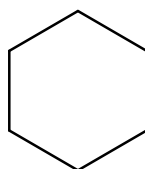
No	Sifat Kimia dan Fisika	Keterangan
1	Wujud Zat	Cairan tidak berwarna, dan kental yang larut dengan air.
2	Berat molekul	98.079 g/mol
3	Titik didih	337 °C
4	Densitas	1.83 g/cm ³

5	Keasaman (pKa)	4.756
6	Karakter bau	tidak berbau

2.5 Sikloheksana

Sikloheksana adalah sikloalkana dengan rumus molekul C_6H_{12} , yang memiliki sifat non-polar. Senyawa ini berbentuk cairan tidak berwarna yang mudah terbakar. Sikloheksana dikenal sebagai pelarut yang umum digunakan dalam reaksi kimia karena sifatnya yang nonpolar dan kemampuannya untuk melarutkan banyak senyawa organik.

Sikloheksana merupakan hidrokarbon siklik dengan enam atom karbon yang membentuk cincin heksagonal. Struktur senyawa sikloheksana dapat dilihat pada gambar 2.5



Gambar 2.5 Struktur Senyawa Sikloheksana

Tabel 2.5 Sifat Kimia dan Fisika Sikloheksana

No	Sifat Kimia dan Fisika	Keterangan
1	Wujud Zat	Cairan tidak berwarna, larut dengan air.
2	Berat molekul	84,16 g/mol
3	Titik didih	80,75 °C
4	Densitas	779 kg/m ³
5	Karakter bau	beraroma khas mirip minyak bumi

2.6 Perlindungan Gugus Karbonil dengan Asetalisasi

Gugus pelindung atau gugus proteksi adalah bagian dari molekul yang berfungsi untuk melindungi gugus tertentu agar tidak ikut terlibat dalam reaksi selama proses kimia berlangsung. Gugus pelindung ini ditambahkan melalui modifikasi kimia pada gugus fungsional tertentu untuk mencapai selektivitas tertentu pada reaksi berikutnya. Dalam sintesis organik yang melibatkan

beberapa tahapan reaksi, peran gugus pelindung sangat penting untuk mengendalikan jalannya reaksi dengan lebih efisien.

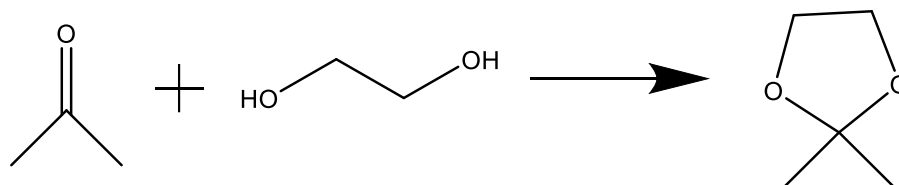
Dalam berbagai persiapan senyawa organik, terkadang ada bagian khusus dalam molekul yang tidak tahan terhadap kondisi reaksi atau bahan kimia yang digunakan. Oleh karena itu, bagian tersebut harus dilindungi atau dijaga agar tidak terlibat dalam reaksi tersebut. Salah satu metode perlindungan yang efektif adalah menggunakan asetal. Asetal memiliki keunggulan karena tidak bereaksi dengan basa kuat atau nukleofil. Khususnya, untuk keton dan aldehida, gugus asetal (dikenal juga sebagai "ketal" dalam beberapa kasus) sangat efisien untuk melindungi bagian-bagian tersebut.

Asetal adalah senyawa yang mirip dengan eter, tetapi memiliki dua gugus OR terikat pada atom karbon, bukan hanya satu seperti pada eter biasa. Untuk membuat asetal, aldehida atau keton diolah dengan alkohol dan asam. Ketika tidak diperlukan lagi, gugus pelindung asetal dapat dihilangkan sehingga aldehida atau keton asal dapat dikembalikan dalam bentuk semula (Greene T.W & Wuts, P. G. M., 1999).

Saat sitronelal direaksikan dengan etilen glikol, terjadi reaksi perlindungan terhadap gugus karbonil yang berasal dari turunan karbonil seperti aldehida dan keton pada sitronelal. Perlindungan ini dilakukan melalui proses asetalisasi yang menghasilkan bentuk asetal siklik yang dikenal sebagai dioksolana. Pembentukan dioksolana ini dapat dilakukan dengan mudah melalui reaksi senyawa karbonil dengan 1,2-etanadiol, atau yang biasa disebut etilen glikol, dengan tambahan katalis asam (Mhadhbi, O., & Besbes, N., 2020).

Reaksi antara gugus karbonil dengan etilen glikol digambarkan pada

Gambar 2.5



Gambar 2.6 Reaksi Pembentukan Asetal

Clark *et al* (1959) telah mereaksikan sitronelal, etilen glikol, benzena, dengan katalis asam *para*-toluenasulfonat dan direfluks selama 12 jam

menggunakan Dean-Stark. Larutan diencerkan dengan eter, dicuci dengan larutan natrium hidrogen karbonat dan air, dikeringkan, lalu diuapkan. Hasil sintesis ini menghasilkan produk sitronelal dioksolana sebesar 34% bersamaan dengan banyak polimer dengan jumlah yang justru sangat besar (Clark, K.J, *et al*, 1959).

Wesley G. Taylor (1981) juga telah mereaksikan sitronelal dengan etilen glikol, benzena, dan katalis asam toluena-p-sulfonat dengan metode yang sama dengan Clark *et al* namun jumlah komposisinya yang berbeda. Produk hasil reaksi yang dilakukan oleh Taylor adalah sitronelal dioksolana sebesar 48% (Taylor, Wesley G., 1981).

2.7 Azeotrop

Azeotrop adalah gabungan dari minimal dua zat cair yang tersusun sedemikian rupa, sehingga komponen-komponen yang tak dapat dipisahkan melalui proses penyulingan biasa. Ini terjadi karena saat azeotrop dipanaskan, uap yang dihasilkan memiliki komposisi yang sama dengan campuran aslinya. Karena komposisinya tidak berubah selama penyulingan, azeotrop juga dikenal sebagai campuran didih tetap, istilah yang sering digunakan dalam teks lama. Kata azeotrop berasal dari kata Yunani ζέειν (mendidih) dan τρόπος (memutar) dikombinasikan dengan awalan α - (tidak) untuk memberikan makna secara keseluruhan, "tidak ada perubahan pada mendidih" (Moore, Walter J., 1962).

2.8 Refluks

Refluks merupakan sebuah metode dalam kimia yang melibatkan penggunaan pelarut pada suhu titik didihnya, dijaga pada suhu tersebut selama jangka waktu tertentu. Selama proses ini, jumlah pelarut yang digunakan dibatasi dan dijaga agar tetap konstan (Hasrianti, H., *et al*. 2017).

Proses refluks memiliki beberapa kesamaan dengan teknik destilasi, meskipun terdapat perbedaan prinsip di balik keduanya. Tujuan utama dari refluks adalah untuk mempercepat jalannya reaksi kimia. Dalam banyak kasus, reaksi kimia yang melibatkan senyawa organik cenderung berlangsung lambat. Oleh karena itu, diperlukan pemanasan untuk merangsang reaksi tersebut agar berjalan lebih cepat. Namun, di sisi lain, pemanasan ini dapat menyebabkan

penguapan zat-zat yang terlibat dalam reaksi, baik pereaksi maupun hasil reaksi. Hal ini bisa mengakibatkan kerugian, terutama jika penguapan tersebut signifikan.

Dalam konteks ini, refluks menjadi pilihan yang sangat berguna. Dengan menggunakan refluks, kita dapat melakukan pemanasan tanpa harus mengurangi jumlah zat yang terlibat dalam reaksi. Teknik ini melibatkan pendinginan balik, yang membantu mengembalikan uap yang terbentuk dalam proses pemanasan menjadi cairan. Dengan begitu, zat-zat penting tetap berada dalam campuran reaksi, sehingga reaksi berjalan lebih cepat dan hasilnya tetap konsisten.

Dengan demikian, refluks memiliki peran penting dalam memastikan efisiensi reaksi kimia, terutama dalam konteks senyawa organik, di mana reaksi yang cepat dan hasil yang konsisten sangat diinginkan. Teknik ini memungkinkan kita untuk memperoleh hasil yang lebih baik dalam waktu yang relatif lebih singkat, serta menghindari kerugian yang mungkin terjadi akibat penguapan zat-zat yang berperan dalam reaksi (Fatimura, M. 2017).

Refluks menggunakan perangkat Dean-Stark pada reaksi antara sitronelal dan etilen glikol dengan pelarut sikloheksana dan katalis asam sulfat memiliki beberapa fungsi penting:

1. Reaksi kimia seringkali menghasilkan air sebagai produk sampingan, terutama ketika ada pelarut yang mengandung air atau ketika reaksi melibatkan komponen yang memiliki gugus hidroksil. Perangkat Dean-Stark digunakan untuk mengumpulkan air yang terbentuk selama reaksi, mencegah akumulasi air yang bisa mengganggu keseimbangan reaksi atau mengurangi hasil produk yang diinginkan.
2. Campuran sitronelal, etilen glikol, dan pelarut sikloheksana mungkin membentuk azeotrop dengan titik didih yang dekat atau berdekatan. Azeotrop ini bisa menghambat pemisahan komponen yang diinginkan. Penggunaan refluks dan perangkat Dean-Stark membantu dalam memecah azeotrop tersebut, dengan mengumpulkan uap yang kaya akan komponen yang lebih mudah terdistil, sehingga mempermudah pemisahan sitronelal, etilen glikol, dan pelarut sikloheksana.

3. Dengan menggunakan refluks, kondisi reaksi yang konstan dapat dijaga selama periode yang diperlukan. Hal ini penting untuk mendapatkan hasil reaksi yang maksimal dan untuk memastikan bahwa reaksi berlangsung pada tingkat yang sesuai.
4. Penambahan katalis asam sulfat dapat mempercepat reaksi antara sitronelal dan etilen glikol, dan refluks membantu mempertahankan katalis dalam sistem reaksi. Ini memastikan bahwa katalis berada dalam kontak yang baik dengan reaktan, meningkatkan efisiensi reaksi.
5. Dengan menggunakan refluks, penguapan berlebihan dari pelarut sikloheksana dapat dicegah.