

**SINTESIS SENYAWA MENTIL VANILAT DARI VANILIN
DAN APLIKASINYA SEBAGAI PARFUM**

**Skripsi
Untuk memenuhi sebagian persyaratan
mencapai derajat Sarjana S-1**



**Ade Irfan Risnandar
11630015**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2015**

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp :-

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ade Irfan Risnandar

NIM : 11630015

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum.

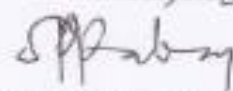
sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Program Studi Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut diatas dapat segera dimunaqasyahkan. Atas perhatiannya kami menyampaikan terimakasih.

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 4 Desember 2015

Pembimbing



Dr. Susy Yunita Prabhawati M.Si.
NIP. 19760621 199903 2 005



NOTA DINAS KONSULTAN

Hal: Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ade Irfan Risnandar

NIM : 11630015

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 18 Februari 2016

Konsultan,

Imelda Fajriati, M.Si.

NIP.: 19750725 200003 2 001



NOTA DINAS KONSULTAN

Hal: Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ade Irfan Risnandar

NIM : 11630015

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 19 Februari 2016
Konsultan,

Miranda Adihimawati, M.Sc.

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama: Ade Irfan Risnandar

NIM: 11630015

Jurusan : Kimia

Fakultas: Sains dan Teknologi

menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum”** merupakan hasil penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 3 Desember 2015



Ade Irfan Risnandar
NIM: 11630015



PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/714/2016

Skrripsi/Tugas Akhir dengan judul : Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :
Nama : Ade Irfan Risnandar
NIM : 11630015
Telah dimunaqasyahkan pada : 20 Januari 2016
Nilai Munaqasyah : A-
Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si.
NIP.19760621 199903 2 005

Penguji I

Imelda Fajriati, M.Si
NIP. 19750725 200003 2 001

Penguji II

Miranda Adihimawati, M.Sc.

Yogyakarta, 17 Februari 2016
UIN Sunan Kalijaga
Fakultas Sains dan Teknologi
Dekan



Dr. Maizer Said Nahdi, M.Si.
NIP. 19550427 198403 2 001

HALAMAN MOTTO

"Masalah yang datang silih berganti tidaklah menginginkanmu untuk
bersedih, akan tetapi ia ingin membuatmu berubah dan menjadi pribadi
yang tak kenal lelah"

(Muhammad Ridwan)

*"Kesabaran yang panjang tidaklah membuahkan hasil kecuali berujung
dengan keindahan. Semakin bersabar dirimu dalam menghadapi cobaan
semakin dekatlah dirimu dengan kebahagiaan"*

(Anonim)

"Bukanlah suatu kesalahan ketika kamu mencoba dan kemudian gagal.
Satu-satunya kesalahan adalah ketika kamu tidak berani mencoba"

(Ade Irfan Risnandar)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini didedikasikan
untuk almamater,
Jurusan Kimia UIN Sunan Kalijaga

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi *Rabbul'alam* yang telah memberi kesempatan dan kekuatan sehingga skripsi yang berjudul “ Sintesis Senyawa Mentil Vanilat Dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Parfum ” ini dapat diselesaikan sebagai salah satu persyaratan mencapai derajat Sarjana Kimia.

Penyusun mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dorongan, semangat, dan ide-ide kreatif sehingga tahap demi tahap penyusunan skripsi ini telah selesai. Ucapan terima kasih tersebut secara khusus disampaikan kepada:

1. Dr. Maizer Said Nahdi, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
3. Didik Krisdiyanto, M.Sc. selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan pengarahan selama studi.
4. Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si. selaku dosen pembimbing skripsi yang secara ikhlas dan sabar telah meluangkan waktunya untuk membimbing, mengarahkan, dan memotivasi penyusun dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.
5. Bapak Wijayanto, selaku pembimbing di laboratorium yang telah membantu dan membimbing penulis selama penelitian.

6. Mbak Isni, Pak Indra serta seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu sehingga penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
7. Orang tua tercinta serta kakak-kakak tersayang (Teh Yeni, Aa Asep Nuramdan, Teh Neni, dan Teh iis) yang selalu memberi dukungan, do'a, dan semangat kepada penulis.
8. Ayi Nurhidayanti, selaku orang paling spesial yang selalu memberikan semangat dan bersedia mendengarkan curhat selama kuliah.
9. Asrel, Damayanti Iskandar, Irwan Agung, Bagus, Heru serta teman-teman angkatan 2011 yang telah menemani dan menjadi sahabat terbaik selama kuliah.
10. Ceng Angga, Ceng Riandy, Ceng Nasik, Ceng Kenyut, Ceng Yuan, Kang Adhitya Prasamdhitia, Krisna selaku teman nongkrong, dan ngopi selama di Jogja.
11. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu atas bantuannya dalam penyelesaian skripsi ini.

Demi kesempurnaan skripsi ini, kritik dan saran sangat penulis harapkan. Penulis berharap skripsi ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan secara umum dan kimia secara khusus.

Yogyakarta, 3 Desember 2015

Ade Irfan Risnandar
11630015

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR.....	ii
NOTA DINAS KONSULTAN	iii
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
HALAMAN MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Batasan Masalah.....	5
C. Rumusan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian.....	6
E. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI	
A. Tinjauan Pustaka	7
B. Landasan teori	9
BAB III METODE PENELITIAN	
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	16
B. Alat-alat Penelitian	16
C. Bahan Penelitian.....	16
D. Cara Kerja Penelitian.....	16

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Oksidasi Vanilin.....	20
B. Hasil Esterifikasi Asam Vanilat	25
C. Uji Organoleptik.....	33
1. Tingkat Keharuman.....	34
2. Tingkat Ketajaman Aroma	35
3. Tingkat Kesukaan.....	37

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	39
B. Saran	40

DAFTAR PUSTAKA	41
----------------------	----

LAMPIRAN	44
----------------	----

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Perbandingan serapan gugus fungsi senyawa asam vanilat dengan Vanilin.....	24
Tabel 4.2 Hasil identifikasi gugus fungsi senyawa asam vanilat	28
Tabel 4.3 Identifikasi jumlah proton pada spektra $^1\text{H-NMR}$	31
Tabel 4.4 Hasil uji organoleptik keharuman parfum	34
Tabel 4.5 Hasil uji organoleptik ketajaman aroma parfum	35
Tabel 4.6 Hasil uji organoleptik kesukaan aroma parfum.....	35

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Vanilin	2
Gambar 1.2 Mentil vanilat	4
Gambar 2.1 Reaksi reversibel esterifikasi asam karboksilat	14
Gambar 2.2 Reaksi irreversibel esterifikasi asam karboksilat	15
Gambar 4.1 Mekanisme reaksi pembentukan asam vanilat	22
Gambar 4.2 Spektrum FTIR asam vanilat dan vanillin	23
Gambar 4.3 Reaksi pembentukan vaniloil klorida	25
Gambar 4.4 Reaksi pembentukan senyawa mentil vanilat	26
Gambar 4.5 Spektrum FTIR senyawa mentil vanilat	27
Gambar 4.6 Spektrum FTIR mentil vanilat dan asam vanilat	29
Gambar 4.7 Spektrum ^1H -NMR senyawa produk hasil sintesis	30

SINTESIS SENYAWA MENTIL VANILAT DARI VANILIN DAN APLIKASINYA SEBAGAI PARFUM

Oleh:

Ade Irfan Risnandar
11630015

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis senyawa Mentil Vanilat dari bahan dasar vanilin dan aplikasinya sebagai parfum. Metode sintesis Mentil Vanilat dilakukan melalui oksidasi senyawa vanilin dan esterifikasi Asam Vanilat. Oksidasi senyawa Vanilin dilakukan menggunakan reagen Tollens dan esterifikasi Asam Vanilat menggunakan senyawa mentol. Hasil oksidasi senyawa vanilin dilakukan uji titik leleh dan dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Esterifikasi Asam Vanilat menggunakan mentol dilakukan dengan penambahan pereaksi SOCl_2 . Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR dan *Proton Nuclear Magnetic Resonance* ($^1\text{H-NMR}$) dan dilakukan uji organoleptik.

Uji titik leleh Asam Vanilat menunjukkan bahwa Asam Vanilat hasil sintesis memiliki titik leleh sebesar 212°C mendekati titik leleh asam vanilat standar yaitu 210°C . Identifikasi Senyawa asam vanilat dengan FTIR ditunjukkan dengan tidak terlihatnya serapan gugus C-H aldehid pada bilangan gelombang dekat 2850 cm^{-1} dan 2750 cm^{-1} . Hal ini menandakan gugus aldehid dari vanilin telah teroksidasi sempurna. Esterifikasi Asam Vanilat menggunakan mentol dengan penambahan pereaksi SOCl_2 menghasilkan reaksi yang *irreversible* dan diperoleh cairan yang berwarna coklat yang merupakan senyawa ester Mentil Vanilat. Senyawa Mentil Vanilat hasil sintesis diperoleh dengan rendemen 48.05%. Identifikasi senyawa dengan FTIR menunjukkan terbentuknya senyawa Mentil Vanilat yaitu adanya serapan gugus C-O ester pada bilangan gelombang 1219.01 cm^{-1} dan 1180.04 cm^{-1} dengan FTIR, sedangkan dari hasil intepretasi $^1\text{H-NMR}$ terlihat serapan pada pergeseran kimia 0.74-2.16 ppm yang merupakan serapan proton dari gugus mentil yang telah tersubstitusi, berdasarkan hasil identifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan $^1\text{H-NMR}$ yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa senyawa Mentil Vanilat telah berhasil disintesis. Sedangkan hasil uji organoleptik menyatakan 95% responden menyatakan harum, 100% responden menyatakan produk beraroma tajam, dan 75% responden menyukai produk senyawa hasil sintesis.

Kata kunci: Vanilin, Asam Vanilat, Esterifikasi, SOCl_2 , Parfum, FTIR, $^1\text{H-NMR}$.

BAB I

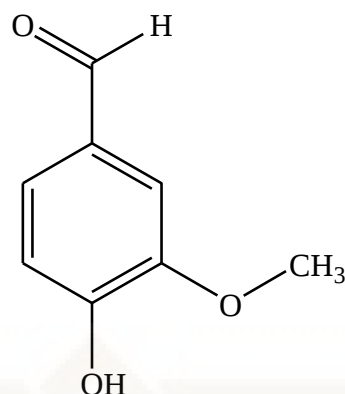
PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Parfum adalah gabungan senyawa kimia yang memberikan aroma wangi. Komponen senyawa parfum dapat dibuat dengan mensintesis senyawa ester. Senyawa ester adalah senyawa yang berbau harum, yang dapat diperoleh dari reaksi alkohol dan asam karboksilat.

Bahan dasar pembuatan parfum biasanya berasal dari bahan sintetis dan alami. Namun, dewasa ini bahan dasar sintetis cenderung memberikan efek samping sehingga banyak konsumen maupun produsen yang memilih menggunakan bahan dasar alami. Bahan dasar alami yang digunakan berasal dari tumbuh-tumbuhan yang biasanya diekstrak dan kemudian diisolasi.

Indonesia merupakan Negara yang kaya akan tanaman yang memiliki banyak potensi namun belum dimanfaatkan secara maksimal. Salah satu tumbuhan yang memiliki potensi sebagai zat aromatik adalah vanilla (*vanilla planifolia* A). Vanilla dikenal sebagai tumbuhan penghasil vanilin. Vanilin berbentuk serbuk putih yang menjarum. Secara umum, vanilin digunakan sebagai bahan tambahan pada makanan dan minuman karena vanilin memiliki aroma buah vanilla (Shyamala dkk, 2007). Vanilin memiliki nama kimia 4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida ($C_8H_8O_3$) dan termasuk dalam golongan senyawa fenol (Prabawati dkk, 2012). Struktur vanilin dapat dilihat pada Gambar 1.1:



Gambar 1.1. Vanilin

Beberapa penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan bahan dasar vanilin diantaranya Budimarwanti (2007) melakukan sintesis senyawa Bibenzil sebagai senyawa antileukimia dari bahan dasar vanilin. Kemudian Setiawan (2011) melakukan sintesis Piperazin dari bahan dasar vanilin. Pemanfaatan vanilin juga dilakukan oleh Prabawati, *dkk* (2012) yang melakukan sintesis senyawa 1,4-Bis [(2-Hidroksi-3-Metoksi-5-Formaldehid-Fenil)-Metil] Piperazin sebagai antioksidan dari bahan dasar vanilin. Untuk meningkatkan nilai guna dari senyawa vanilin, maka dapat pula dilakukan dengan mensintesis senyawa ester sebagai parfum dari bahan dasar vanilin.

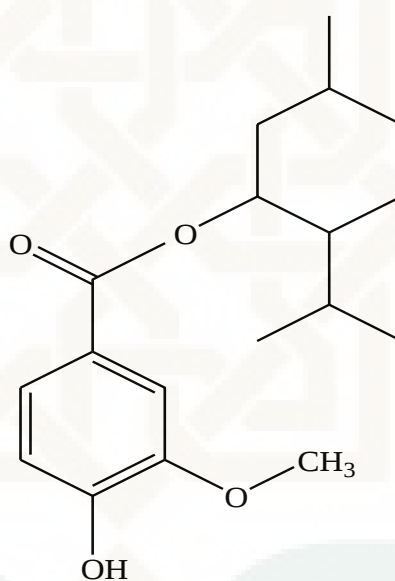
Beberapa penelitian yang terkait dengan sintesis senyawa ester sudah sering dilakukan seperti Winarto, *dkk* (2012) melakukan sintesis senyawa Benzil Asetat sebagai bahan pembuatan parfum. Pada penelitian tersebut, dilakukan reaksi esterifikasi pada senyawa Benzil alkohol dengan Asam asetat dan didapatkan produk berupa benzil asetat dengan rendemen 64,58%. Kemudian Amalia, *dkk* (2013) melakukan sintesis Etil Sinamat dari Sinamaldehyd pada minyak kayu manis (*Cinnamomum cassia*) dan uji aktivitas sebagai antidiabetes. Pada penelitian

tersebut, sintesis dilakukan dengan menggunakan metode oksidasi dan esterifikasi dengan penambahan SOCl_2 (tionil klorida) sehingga didapatkan senyawa Etil Sinamat yang merupakan cairan berwarna kuning jernih dan berbau harum. Produk reaksi diperoleh dengan rendemen sebesar 98,86%. Mella, *dkk* (2014) melakukan penelitian esterifikasi 2-isopropil-5-metil sikloheksanol (*l*-mentol) menggunakan asam propionat. Pada penelitian tersebut dilakukan reaksi esterifikasi dengan variasi mol antara *l*-mentol dengan asam propionat dan dihasilkan produk berupa *l*-mentil propionat berwarna kuning serta berbau harum lebih tajam daripada *l*-mentol dengan rendemen tertinggi yaitu 22,5% diperoleh pada rasio mol *l*-mentol:asam propionat 1:1. Chasana, *dkk* (2014) juga melakukan penelitian esterifikasi *l*-mentol dan anhidrida asetat dengan variasi mol reaktan. Pada penelitian tersebut dihasilkan produk *l*-mentil asetat dengan rendemen tertinggi sebesar 28,28% pada rasio mol *l*-mentol:anhidrida asetat 2:1.

Kusumaningsih, *dkk* (2004) telah mengoksidasi gugus aldehid pada *p*-anisaldehid menghasilkan senyawa *p*-anisat. Reaksi esterifikasi yang dilakukan pada senyawa turunan asam karboksilat tersebut menghasilkan senyawa ester yang merupakan komponen senyawa parfum dengan rendemen 79,86%. Berdasarkan hal tersebut, sintesis senyawa ester sebagai komponen parfum dapat pula dilakukan dari bahan dasar vanilin.

Pada penelitian ini, bahan dasar yang digunakan untuk membuat senyawa komponen parfum adalah vanilin dan mentol dan akan diperoleh senyawa ester Mentil Vanilat (mentil 4-hidroksi-3-metoksi benzoat). Sedangkan pada penelitian sebelumnya, dilakukan sintesis Benzil Asetat sebagai senyawa komponen parfum

menggunakan bahan dasar Asam Asetat dan Benzil alkohol. Senyawa produk yang terbentuk diharapkan dapat menjadi salah satu senyawa terbaru yang berguna sebagai senyawa komponen parfum dengan aroma khas mint yang berasal dari mentol selain dari bau khas vanilla sehingga dihasilkan bau yang harum dan segar yang dapat digunakan sebagai parfum. Struktur produk senyawa Mentil Vanilat dapat dilihat pada gambar 1.2:



Gambar 1.2. Mentil Vanilat

Pada penelitian ini, sintesis senyawa Mentil Vanilat sebagai komponen parfum diawali dengan reaksi oksidasi pada gugus vanilin. Hawa (2007) telah melakukan sintesis senyawa ester dari sukrosa dan vanilin. Prosesnya meliputi reaksi oksidasi pada senyawa vanilin sehingga diperoleh senyawa asam vanilat.

Gabungan dari metode oksidasi aldehyd yang dilakukan oleh Hawa (2007) dan esterifikasi yang dilakukan oleh Kusumaningsih (2004) dan Amalia, *dkk* (2013) tersebut dapat digunakan untuk mensintesis senyawa mentil vanilat dari bahan dasar vanilin. Metode pertama yaitu dilakukan oksidasi vanilin sehingga diperoleh

senyawa asam vanilat, kemudian dilakukan reaksi esterifikasi pada senyawa asam vanilat dengan gugus alkohol yaitu mentol dengan ditambahkan pereaksi SOCl_2 seperti pada penelitian Amalia, *dkk* (2013) sehingga dapat diperoleh senyawa Mentil Vanilat yang murni.

B. Batasan Masalah

Batasan masalah ditulis dalam bentuk rincian:

1. Bahan dasar yang digunakan adalah vanilin.
2. Pereaksi yang digunakan adalah tionil klorida (SOCl_2).
3. Karakterisasi senyawa Mentil Vanilat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR dan $^1\text{H-NMR}$.
4. Aplikasi senyawa hasil sintesis dilakukan dengan uji organoleptik dengan responden tak terlatih meliputi tingkat keharuman, tingkat ketajaman aroma, dan tingkat kesukaan.

C. Rumusan Masalah

Rumusan masalah ditulis dalam bentuk rincian:

1. Apakah senyawa produk Mentil Vanilat dapat terbentuk dari reaksi antara senyawa Asam Vanilat dengan mentol?
2. Bagaimana pengaruh dari penambahan pereaksi SOCl_2 terhadap produk yang dihasilkan?
3. Bagaimana tanggapan dari responden setelah dilakukan uji organoleptik terhadap produk yang dihasilkan?

D. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ditulis dalam bentuk rincian:

1. Mengetahui terbentuk tidaknya produk senyawa Mentil Vanilat dari reaksi antara Asam Vanilat dengan mentol.
2. Mengetahui pengaruh dari penambahan pereaksi SOCl_2 terhadap produk yang dihasilkan.
3. Mengetahui tanggapan dari responden terhadap produk yang dihasilkan.

E. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang proses sintesis senyawa mentil vanilat sebagai senyawa komponen parfum. Selain itu, hasil penelitian ini diharapkan memberikan khasanah ilmu pengetahuan khususnya dalam penggunaan senyawa dasar untuk membuat senyawa komponen parfum aroma terapi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI

A. Tinjauan Pustaka

Parfum adalah gabungan senyawa kimia yang memberikan aroma wangi. Komponen senyawa parfum dapat dibuat dengan mensintesis senyawa ester. Senyawa ester adalah senyawa yang berbau harum, yang dapat diperoleh dari reaksi antara alkohol dan asam karboksilat (Chasana *dkk*, 2014).

Beberapa penelitian telah dilakukan terkait sintesis senyawa ester dan parfum diantaranya Kusumaningsih, *dkk* (2004), telah melakukan sintesis senyawa komponen parfum etil *p*-Anisat dari bahan dasar anetol yang merupakan senyawa komponen utama dari minyak adas. Pada penelitian tersebut dilakukan reaksi oksidasi senyawa anetol menghasilkan senyawa asam *p*-anisat. Senyawa turunan asam karboksilat yang dihasilkan kemudian diesterifikasi sehingga diperoleh senyawa ester yang merupakan senyawa aktif yang dapat memberikan aroma wangi. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi (GC, GC-MS, dan *infrared* (IR)).

Winarto, *dkk* (2012), telah melakukan sintesis Benzil Asetat sebagai bahan pembuatan parfum. Penelitian tersebut dimulai dengan sintesis senyawa Benzil Asetat dari bahan asam asetat melalui reaksi esterifikasi. Senyawa hasil sintesis selanjutnya dimurnikan dan dikarakterisasi dengan FTIR dan GC-MS. Dalam penelitiannya, Aljaff, *dkk* (2013) juga mengidentifikasi senyawa parfum yang telah disintesis dengan menggunakan instrumen IR.

Amalia, *dkk* (2013) melakukan sintesis etil sinamat dari sinamaldehyd pada minyak kayu manis (*Cinnamomum cassia*) dan uji aktivitas sebagai antidiabetes. Pada penelitian tersebut, dilakukan dengan menggunakan metode oksidasi dan esterifikasi dengan penambahan SOCl_2 (tionil klorida). Senyawa hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR dan GC-MS dan didapatkan senyawa etil sinamat yang merupakan cairan berwarna kuning jernih dan berbau harum dengan rendemen sebesar 98,86%.

Mella, *dkk* (2014) melakukan penelitian tentang esterifikasi 2-isopropil-5-metil sikloheksanol (*l*-mentol) menggunakan asam propionat. Pada penelitian tersebut dilakukan reaksi esterifikasi dengan variasi mol antara *l*-mentol dengan asam propionat dan dihasilkan produk berupa *l*-mentil propionat berwarna kuning serta berbau harum lebih tajam dari pada *l*-mentol dengan rendemen tertinggi yaitu 22,5% diperoleh pada rasio mol *l*-mentol:asam propionat 1:1. Chasana, *dkk* (2014) juga melakukan penelitian tentang esterifikasi *l*-mentol dan anhidrida asetat dengan variasi mol reaktan. Produk yang dihasilkan berupa *l*-mentil asetat dengan rendemen tertinggi sebesar 28,28% pada rasio mol *l*-mentol:anhidrida asetat 2:1. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan KLT, FTIR, GC, dan GC-MS.

Usaha pemanfaatan vanilin dari tanaman vanili telah dilakukan oleh Budimarwanti (2007). Vanilin mengandung gugus fungsi karbonil aldehid sehingga dapat dikenai reaksi wittig. Melalui reaksi tersebut Budimarwanti melakukan sintesis senyawa bibenzil yang dapat diaplikasikan sebagai senyawa yang memiliki aktivitas biologi yang baik. Hawa (2007) menggunakan vanilin sebagai bahan dasar untuk sintesis senyawa ester sukrovanilat. Pada penelitian tersebut, dilakukan reaksi

oksidasi pada senyawa vanilin, sehingga diperoleh senyawa turunan karboksilat yaitu asam vanilat.

Pada penelitian ini, sintesis senyawa ester yang diaplikasikan sebagai parfum diawali dengan oksidasi gugus aldehid dari senyawa vanilin dan dilanjutkan dengan proses esterifikasi dengan penambahan pereaksi SOCl_2 . Pereaksi SOCl_2 pada penelitian ini, berfungsi agar reaksi yang diperoleh menjadi *irreversible* sehingga diperoleh senyawa ester mentil vanilat yang murni dengan rendemen yang optimum. Hasil senyawa yang diperoleh, dianalisis menggunakan FTIR dan ^1H -NMR.

B. Landasan teori

1. Parfum

Parfum atau minyak wangi adalah campuran bahan kimia yang digunakan untuk memberikan bau wangi untuk tubuh manusia, obyek, binatang atau ruangan. Parfum telah diketahui ada di beberapa peradaban manusia yang paling awal baik melalui teks-teks kuno, atau dari penggalian arkeologi. Wewangian modern dimulai pada akhir abad ke-19 dengan sintesis komersial senyawa aroma seperti vanili atau kumarin, yang memungkinkan untuk membuat parfum dengan bau yang sebelumnya belum dikenal dengan hanya menggunakan bahan senyawa aromatik alami. Jenis parfum ada bermacam-macam, yakni:

- a. Parfum akstrak, atau hanya parfum (Extrait): 15-40% (IFRA: khas 20%) senyawa aromatik.
- b. *Esprit de Perfume* (ESDP): 15-30% senyawa aromatik.

- c. *Eau de Perfume, Perfume de Toilette* (PDT): 10-20% (sekitar 15%) senyawa aromatik, kadang dikenal sebagai “parfum eau de”.
- d. *Eau de Toilette* (EDT) : 5-15% (tipikal ~ 10%) senyawa aromatik.
- e. *Eau de cologne* (EDC) : parfum aroma jeruk (Chypre) dengan 3-8% (sekitar 50%) senyawa aromatik.
- f. *Perfume mist* : 3-8% senyawa aromatik (pelarut non-alkohol).
- g. *Splash and after shave* : senyawa aromatik 1-3%.

(Anton dkk, 2008).

Komponen penyusun parfum mengandung senyawa aromatik. Senyawa aromatik alami biasanya mempunyai ciri sekurang-kurangnya mengandung satu rantai samping alifatik yang terikat pada cincin aromatik. Beberapa senyawa aromatik adalah vanilin, metil salisilat, piperonal, asam gentisat, dan sebagainya. Beberapa senyawa aromatik sederhana, dari segi fisiologi dan ekonomi, penting. Vanilin, metil salisilat, dan piperonal adalah penyebab bau pada vanili, *Gaultheria procumbens* dan *Heliotropium sp* (Robinson, 1995).

2. Vanilin

Vanilin merupakan senyawa yang terkandung pada tanaman vanili (vanili planifolia). Vanilin memiliki nama kimia 4-hidroksi,3-metoksi benzaldehyd ($C_8H_8O_3$) dengan bobot molekul 152,14 g/mol dan titik leleh 82°C.

Vanilin berbentuk serbuk putih yang menjarum. Secara umum, vanilin digunakan sebagai bahan tambahan pada makanan dan minuman karena vanilin

memiliki aroma buah vanilla (Fitzgerald *dkk.*, 2004; Lirdprapamongkol *dkk.*, 2005; Shyamala *dkk.*, 2007).

Vanilin dapat diperoleh dari tanaman vanili yang diekstrak dengan pelarut etanol atau dari kayu lunak yang dioksidasi dengan nitrobenzena dalam alkali (Sjostrum, 1998). Secara sintetik, vanilin dapat dibuat dari guaiakol, safrol, protokatekhuat aldehida, glukosida, koniferin, dan eugenol. Vanilin juga dapat diperoleh dari degradasi oksidatif lignin dalam suasana basa dan diperoleh hasil 21-23%. Vanilin secara luas digunakan sebagai flavouring agent pada industri pangan.

Di bidang pengawetan pangan, vanilin dipakai sebagai antimikroba dan antioksidan (Budimarwanti, 2007). Dalam jurnalnya, Budimarwanti (2009) menyebutkan bahwa dilihat dari strukturnya, vanilin merupakan senyawa fenol tersubstitusi gugus metoksi pada posisi orto dan gugus aldehid pada posisi para. Reaksi oksidasi vanilin menyerang gugus aldehid menghasilkan senyawa turunan asam karboksilat yaitu asam vanilat.

3. Mentol

Mentol (2-isopropil-5-metilsikloheksanol) merupakan alkohol monoterpen siklik yang mempunyai 8 isomer optis aktif dengan sifat organoleptik yang berbeda. Konfigurasi mentol yang sering digunakan adalah *l*-mentol karena mempunyai aroma lebih segar daripada isomer lainnya. *l*-mentol dapat ditemukan pada minyak atsiri dari daun *Mentha Canadensis L.* dan *Mentha. X piperita L.* Senyawa tersebut digunakan sebagai penambah aroma pada industri makanan, kosmetik dan farmasi (Kamatou, *dkk.*, 2013).

Senyawa mentol mempunyai rumus molekul ($C_{10}H_{20}O$) dengan berat molekul 156,27 g/mol. Senyawa mentol dapat diperoleh dengan cara sintesis, senyawa tersebut berupa kristal yang mempunyai aroma seperti *mint* dan memberikan sensasi dingin serta menyegarkan (Chasana, 2014).

4. Reaksi oksidasi pada gugus aldehyd

Aldehida mempunyai sekurangnya satu atom hidrogen yang terikat pada karbon karbonilnya. Gugus lain dalam suatu aldehida (R) dapat berupa alkil, aril, atau H. Aldehyd sangat mudah teroksidasi menjadi asam karboksilat. Garam permanganat atau dikromat merupakan zat pengoksidasi yang terpopuler, tetapi bukanlah satu-satunya reagensia yang digunakan. Di samping oksidasi oleh permanganat dan dikromat, aldehida dapat dioksidasi oleh zat pengoksidasi yang sangat lembut, seperti Ag^+ atau Cu^{2+} . Reagensia Tollens (suatu larutan basa (dari) ion kompleks perak-amonia) digunakan sebagai reagensia uji untuk aldehida (Fessenden, 1982). Reaksi Tollens berdasarkan oksidasi suatu aldehid oleh larutan ion (Ag^+) dalam basa amonia, suatu oksidator yang lemah. Apabila terdapat aldehida, hasilnya adalah suatu karboksilat dan logam perak. Logam peraknya akan membentuk endapan hitam atau apabila tabung reaksi sangat bersih, logam perak akan membentuk kaca perak pada dinding pereaksi (Fessenden, 2010).

Reaksi pengoksidasi apapun seperti asam kromat (CrO_3 dalam air asam), reagen Jones (CrO_3 dalam aseton), dan $KMnO_4$ dalam larutan basa, dapat mengoksidasi aldehid menjadi asam karboksilat. Aldehyd juga dapat dioksidasi secara selektif dengan adanya gugus-gugus fungsional yang lain dengan

menggunakan perak (I) oksida (Ag_2O) dalam larutan amonium hidroksida berair (Sarker *dkk*, 2009).

Salah satu metode oksidasi aldehyd pada senyawa vanilin menghasilkan asam vanilat telah dilakukan oleh Hawa (2007). Pada penelitian tersebut, dilakukan oksidasi vanilin menggunakan oksidator AgNO_3 dalam suasana basa sehingga diperoleh asam vanilat sebanyak 2,8866 g dengan rendemen sebesar 85,89%.

5. Reaksi esterifikasi

Ester diturunkan dari asam dengan mengganti gugus $-\text{OH}$ oleh gugus $-\text{OR}$ (Hart *dkk*, 2003). Gugus fungsional suatu ester adalah gugus asil yang terikat pada gugus alkoksi ($-\text{OR}$). Anggota kelompok ini yang paling sederhana adalah metil asetat ($\text{CH}_3\text{COOCH}_3$) dan etil asetat ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$) (Sarker *dkk*, 2009).

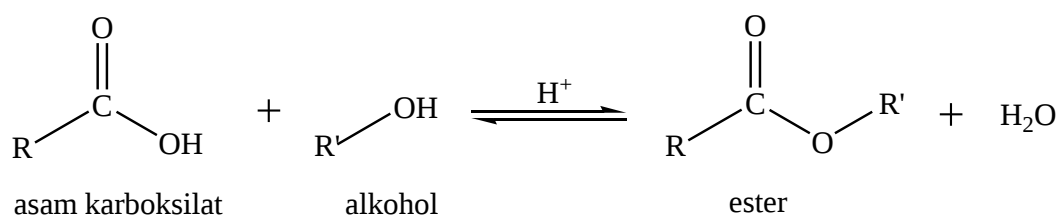
Ester-ester umumnya mempunyai bau yang enak, seperti rasa buah dan wangi bunga-bunga. Beberapa diantaranya adalah n-pentil asetat (pisang), oktil asetat (jeruk), etil butirrat (nenas), dan pentil butirrat (aprikot). Rasa buah-buahan segar sangat kompleks. Misalnya, tidak kurang dari 53 ester ditemukan dari buah pear Barlett (semacam jambu). Campuran ester-ester juga digunakan dalam essense buatan (Hart, 1983). Ester dengan bobot molekul rendah juga digunakan oleh serangga dan hewan untuk memancarkan sinyal. Gajah betina melepas (Z)-7-dodesen-1-il asetat untuk memberi sinyal mengenai kesepiannya untuk kawin (Hart, 2003).

Ester yang dihasilkan dari reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol yang dikatalisis dengan asam, dikenal dengan esterifikasi Fisher (Sarker dan Nahar,

2009). Suatu ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus—COOR dengan R dapat berbentuk alkil maupun aril. Suatu ester dapat dibentuk dengan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dengan suatu alkohol, suatu reaksi yang disebut dengan **reaksi esterifikasi**. Esterifikasi berkataliskan asam merupakan reaksi yang reversibel, sehingga untuk memperoleh rendemen yang tinggi dari suatu ester kesetimbangan harus digeser ke arah sisi ester. Salah satu teknik yang digunakan agar reaksi menjadi irreversibel adalah dengan menambahkan pereaksi tionil klorida (SOCl_2) atau fosforus triklorida (PCl_3) (Fessenden 1982).

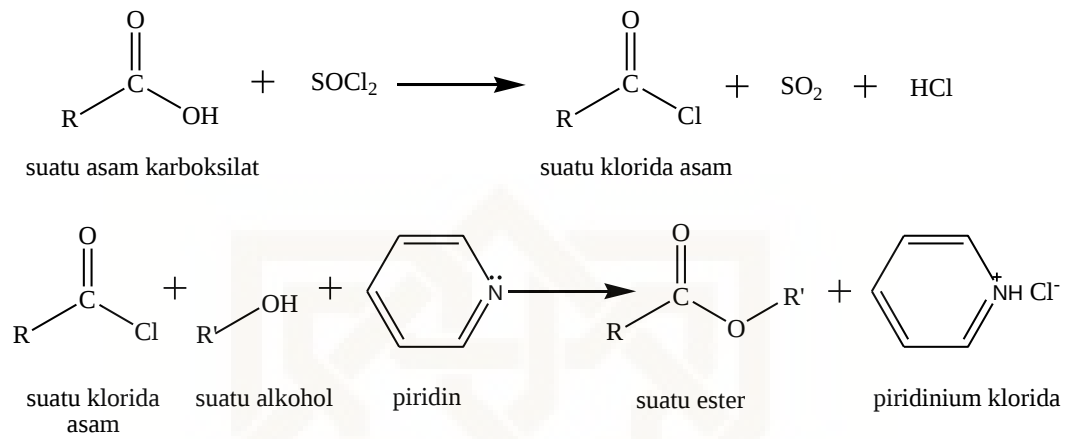
Dalam reaksi esterifikasi, Oksigen karbonil diprotonasi, alkohol nukleofilik menyerang karbon positif, dan eliminasi air akan menghasilkan ester yang dimaksud. Ester fenil (RCOOC_6H_5) umumnya tidak dibuat secara langsung dari fenol dan asam karboksilat karena kesetimbangan lebih cenderung bergeser ke sisi asam-fenol dari pada ke sisi ester. Ester fenil dapat diperoleh dengan menggunakan derivat asam yang lebih reaktif (Fessenden, 1982).

Dalam reaksi esterifikasi, ikatan yang terputus adalah ikatan C-O (dari) asam karboksilat dan bukan ikatan O-H dari asam atau ikatan C-O dari alkohol. Reaksi esterifikasi asam karboksilat yang bersifat reversibel dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Reaksi reversibel esterifikasi asam karboksilat

Reaksi esterifikasi asam karboksilat yang bersifat irreversibel dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Reaksi irreversibel esterifikasi asam karboksilat

(Fessenden, 1982).

BAB III METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Juli 2015 sampai dengan Oktober 2015 di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.

B. Alat-alat Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian adalah alat gelas, satu set alat refluks, alat penangas es, alat *hot plate*, alat timbangan digital, alat spektrometer FT-IR (SHIMADZU), alat uji melting point dan alat $^1\text{H-NMR}$ (399.838 MHz).

C. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian adalah AgNO_3 , pellet NaOH , akuades, vanilin ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$), asam sulfat pekat (H_2SO_4), tionil klorida (SOCl_2), piridin, mentol pa (E-Merck), es batu dan Na_2SO_4 pa (E-Merck).

D. Cara Kerja Penelitian

1. Oksidasi Vanilin

Larutan 3,37 g AgNO_3 (20 mmol) dicampurkan dengan larutan dari 0,93 g NaOH (23 mmol), kemudian diaduk selama 5 menit. Endapan Ag_2O yang terbentuk disaring lalu dicuci dengan akuades. Oksidasi basah Ag_2O ditambahkan 40 mL aquades, 3,93 g (97 mmol) pellet NaOH sambil diaduk kuat, kemudian temperatur

dinaikkan. Ketika temperatur mencapai $55-60^{\circ}\text{C}$, 3,04 g vanilin (20 mmol) dimasukkan dan diaduk kuat selama lebih kurang 10 menit. Setelah itu, campuran disaring dengan kertas saring dan filtratnya diasamkan dengan asam sulfat pekat sampai terbentuk kristal asam vanilat yang tidak larut lagi. Kristal asam vanilat yang terbentuk difiltrasi lalu dicuci dengan akuades. Kristal asam vanilat yang terbentuk selanjutnya diekstraksi cair-cair menggunakan etil asetat dan aquades dengan perbandingan 1:1 (v:v), larutan organik dipisah kemudian dikeringkan sehingga diperoleh asam vanilat yang murni. Kristal asam vanilat yang terbentuk dikumpulkan dan dihitung rendemennya kemudian dilakukan uji titik leleh dan diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR untuk melihat perbedaan dengan senyawa bahan dasarnya.

2. Esterifikasi Asam Vanilat

Asam vanilat 1,5 g (0,0089 mol) ditambahkan ke dalam 2 mL (0,02 mol) SOCl_2 dalam labu leher tiga kapasitas 250 mL. Campuran direfluks pada suhu 45°C selama 1 jam. Kemudian didinginkan dalam penangas es hingga suhu mencapai 10°C . Setelah vaniloil klorida mencapai suhu 10°C , vaniloil klorida dialiri gas N_2 , kemudian ditambahkan mentol sebanyak 2,78 g (0,0178 mol) sedikit demi sedikit melalui corong penambah dan ditambahkan 1 tetes piridin untuk mengikat HCl sisa reaksi. Campuran direfluks selama 30 menit. Hasil yang diperoleh ditambah dengan Na_2SO_4 anhidrat dan kemudian disaring. Filtrat yang didapatkan ditimbang kemudian dianalisis menggunakan FTIR dan $^1\text{H-NMR}$.

3. Analisis Menggunakan Metode FTIR

Sampel berupa padatan (Asam Vanilat) digerus bersama KBr dengan perbandingan 200 mg KBr dan 2 mg sampel, lalu dibuat menjadi pellet dengan diameter 1 cm dengan penekanan 8 ton. Sedangkan sampel berupa cairan (Mentil Vanilat) langsung dioleskan dalam plat KBr kira-kira sebanyak 1 tetes. Sampel Asam Vanilat dan Mentil Vanilat selanjutnya diukur serapannya pada daerah *infrared* menggunakan spektrofotometer FTIR.

4. Analisis Menggunakan Metode ^1H -NMR

Sampel Mentil Vanilat sebanyak 25 mg dilarutkan dalam pelarut kloroform (CDCl_3) yang mengandung TMS (tetra metilsilan). Sampel dimasukkan ke dalam tabung NMR sampai tinggi larutan berada 4 cm dari tinggi tabung 20 cm. Tabung dimasukkan ke dalam alat NMR untuk analisis ^1H -NMR.

5. Uji Organoleptik

Uji Organoleptik ditujukan untuk menguji senyawa hasil sintesis yang diaplikasikan sebagai parfum. Adapun kriteria yang diuji yaitu keharuman aroma, ketajaman aroma, dan tingkat kesukaan terhadap aroma yang dihasilkan. Uji organoleptik ini menggunakan responden tak terlatih, dengan bahan uji tanpa pembanding. Masing-masing subjek pengujian menggunakan penilaian dengan skala 1-7. Sebanyak 20 orang responden dari berbagai profesi dan prodi mengisi angket yang berisi pendapat.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Oksidasi Vanilin

Sintesis senyawa ester dengan bahan dasar vanilin diawali dengan oksidasi dari gugus aldehyd pada senyawa vanilin menggunakan reagen Tollens sehingga menghasilkan senyawa turunan asam karboksilat yaitu asam vanilat. Metode ini diawali dengan mereaksikan larutan AgNO_3 dengan larutan NaOH pada suhu ruangan sehingga menghasilkan endapan Ag_2O yang berwarna coklat kehitaman. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



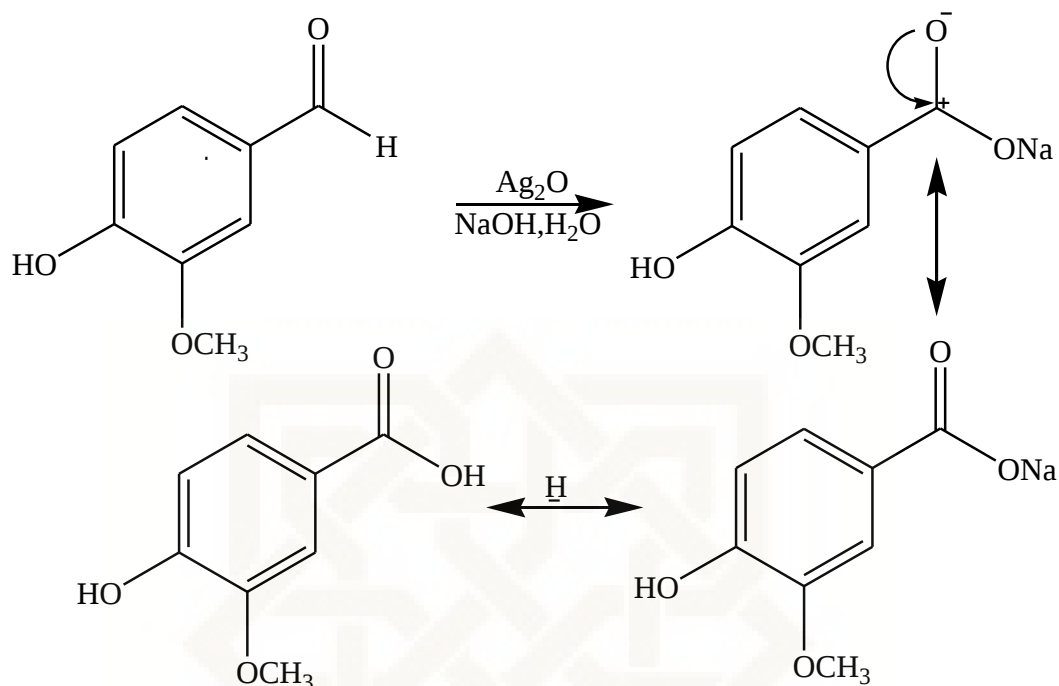
Endapan Ag_2O yang terbentuk selanjutnya dicuci dengan aquades kemudian disaring menggunakan kertas saring. Menurut Hawa (2007), pencucian Ag_2O yang tidak sempurna memberikan hasil asam vanilat yang tidak sempurna.

Ag_2O yang terbentuk selanjutnya digunakan untuk mengoksidasi gugus aldehyd pada senyawa vanilin. Oksidasi gugus aldehyd menggunakan Perak(I)Oksida merupakan oksidasi gugus fungsional secara selektif sehingga proses oksidasi yang dilakukan pada suatu senyawa tepat menyerang gugus aldehyd saja meskipun pada senyawa tersebut memiliki gugus yang lain seperti keton (Nahar, 2009). Senyawa vanilin memiliki gugus fungsi berupa gugus hidroksi, gugus metoksi, gugus benzene dan gugus aldehyd sehingga diperlukan senyawa oksidator gugus aldehyd yang lebih selektif untuk mengoksidasi agar tidak merusak gugus lain selain aldehyd. Metode ini dilakukan dengan melarutkan kembali endapan Ag_2O dengan ditambahkan aquades dan larutan NaOH berlebih sambil

diaduk kuat, kemudian temperatur dinaikkan sampai suhunya mencapai 55°C - 60°C . Ketika suhu mencapai 56°C , vanilin dimasukkan dan kemudian diaduk kuat selama 10 menit. Pengaturan suhu pada 55°C - 60°C adalah dikarenakan reaksi oksidasi vanilin menjadi Asam Vanilat akan berlangsung secara optimal pada rentang suhu tersebut. Pada suhu kurang dari 55°C , reaksi belum berlangsung, sedangkan pada suhu yang lebih tinggi (di atas 60°C) reaksi akan berlangsung terlalu kuat, sehingga dapat menyebabkan perak yang didapat sebagai hasil reduksi Ag_2O akan teroksidasi kembali (Hawa, 2007).

Reaksi antara Ag_2O dan vanilin berlangsung hingga terjadi perubahan warna endapan Ag_2O dari coklat kehitaman menjadi abu-abu keperakan karena telah tereduksi menjadi perak (Ag).

Endapan perak kemudian difiltrasi dengan menggunakan kertas saring dan filtratnya diasamkan dengan H_2SO_4 (asam sulfat) pekat sedikit demi sedikit menggunakan pipet tetes. Filtrat yang terbentuk berwarna kuning kehijauan. Penggunaan asam sulfat dengan keberadaan air bertujuan untuk menghidrolisis garam-garam yang terbentuk akibat penggunaan basa NaOH berlebih. Tujuan penggunaan basa NaOH berlebih, selain agar dapat bereaksi dengan AgNO_3 membentuk Ag_2O , juga dapat bereaksi dengan vanilin membentuk natrium vanilat serta senyawa fenolik pada struktur vanilin membentuk senyawa garamnya (Fitrianti, 2008). Dengan hidrolisis menggunakan asam sulfat, maka Asam Vanilat dapat terbentuk. Mekanisme reaksi pembentukan Asam Vanilat dapat dilihat pada Gambar 4.1:



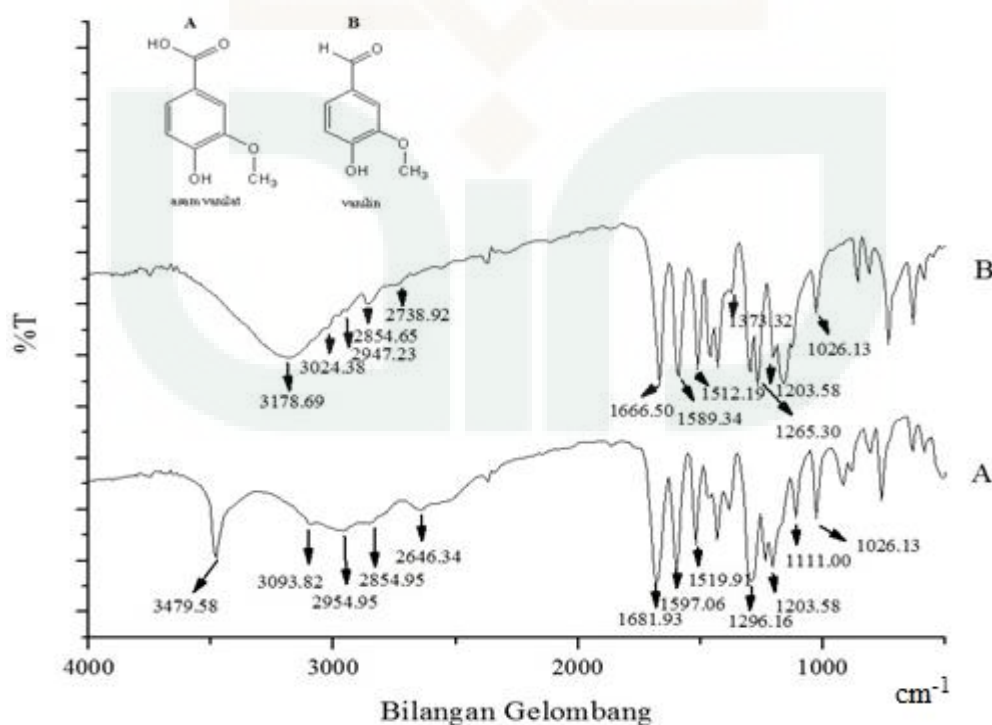
Gambar 4.1. Mekanisme reaksi pembentukan Asam Vanilat

Saat kesetimbangan tercapai, penambahan asam sulfat menghasilkan endapan berwarna putih krem yang tidak dapat larut lagi. Endapan tersebut merupakan endapan Asam Vanilat. Endapan yang terbentuk kemudian dimurnikan dengan metode ekstraksi. Metode ekstraksi dilakukan dengan mengumpulkan endapan Asam Vanilat yang terbentuk kemudian dilarutkan dengan etil asetat dan dimasukkan kedalam corong pisah lalu ditambah dengan aquades dengan perbandingan 1:1 (v/v). Kedua larutan digojog selama beberapa menit kemudian fasa organik dipisahkan dan pelarutnya diuapkan hingga terbentuk padatan berwarna putih gading yang merupakan Asam Vanilat yang murni.

Uji titik leleh asam vanilat diperoleh 212°C sedangkan senyawa vanilin 82°C . Perbedaan titik leleh yang signifikan ini menunjukkan bahwa produk yang diperoleh merupakan senyawa yang berbeda dari reaktan. Hal ini sudah

membuktikan bahwa senyawa yang diperoleh bukan lagi senyawa vanilin. Senyawa Asam Vanilat yang diperoleh juga dibandingkan dengan Asam Vanilat standar, dimana Asam Vanilat standar memiliki titik leleh 210°C . Hal tersebut membuktikan bahwa asam vanilat yang diperoleh cukup murni karena memiliki perbedaan titik leleh yang tidak terlalu jauh dengan Asam Vanilat standarnya. Hasil identifikasi dengan uji titik leleh belum cukup untuk membuktikan senyawa yang disintesis merupakan Asam Vanilat, maka perlu dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) untuk mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi yaitu gugus karboksilat yang terdapat dalam senyawa Asam Vanilat dan dibandingkan dengan bahan dasarnya yaitu vanilin.

Spektrum FTIR senyawa Asam Vanilat hasil sintesis dan vanilin dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. (A). Spektrum FTIR Asam Vanilat, (B). Spektrum FTIR Vanilin

Berdasarkan Gambar 4.2, data FTIR menunjukkan bahwa serapan gugus fungsi dari senyawa vanilin memiliki perbedaan yang sangat jelas dengan senyawa Asam Vanilat. Hal ini terlihat pada pergeseran bilangan gelombang 2854.65 cm^{-1} dan 2738.92 cm^{-1} dari spektrum vanilin yang merupakan perkiraan untuk C-H aldehyd sudah tidak muncul lagi pada spektrum Asam Vanilat. Menurut Hardjono (2007), C-H aldehyd muncul pada dua serapan lemah didekat 2850 cm^{-1} dan 2750 cm^{-1} . Pergeseran tersebut juga diperkuat dengan adanya pergeseran yang terjadi pada bilangan gelombang gugus karbonil (1666.50 cm^{-1}) dari vanilin bergeser ke bilangan gelombang yang lebih besar pada spektrum Asam Vanilat yaitu 1681.93 cm^{-1} , hal ini terjadi karena dipengaruhi oleh gugus hidrogen yang terikat pada C karbonil dari aldehyd sudah digantikan oleh gugus hidroksi pada Asam Vanilat. Secara keseluruhan perbandingan serapan gugus fungsi antara senyawa vanilin dan senyawa Asam Vanilat dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Perbandingan serapan gugus fungsi senyawa asam vanilat hasil oksidasi dengan senyawa vanillin

No	Bilangan gelombang asam vanilat (cm^{-1})	Bilangan gelombang vanillin (cm^{-1})	Identifikasi gugus fungsi
1	-	2738.92; 2854.65	C-H dari aldehyd
2	3479.58	3178.69	-OH
3	1681.93	1666.50; 1589.34	C=O
4	1381.03	1373.31	C-O-C dari gugus eter

Secara umum dapat disimpulkan bahwa senyawa vanilin dan asam vanilat mengalami pergeseran pada bilangan gelombang tertentu yang mengindikasikan senyawa yang diperoleh sudah teroksidasi menjadi senyawa Asam Vanilat. Hal tersebut dibuktikan pada pergeseran bilangan gelombang 2854.65 cm^{-1} dan 2738.92

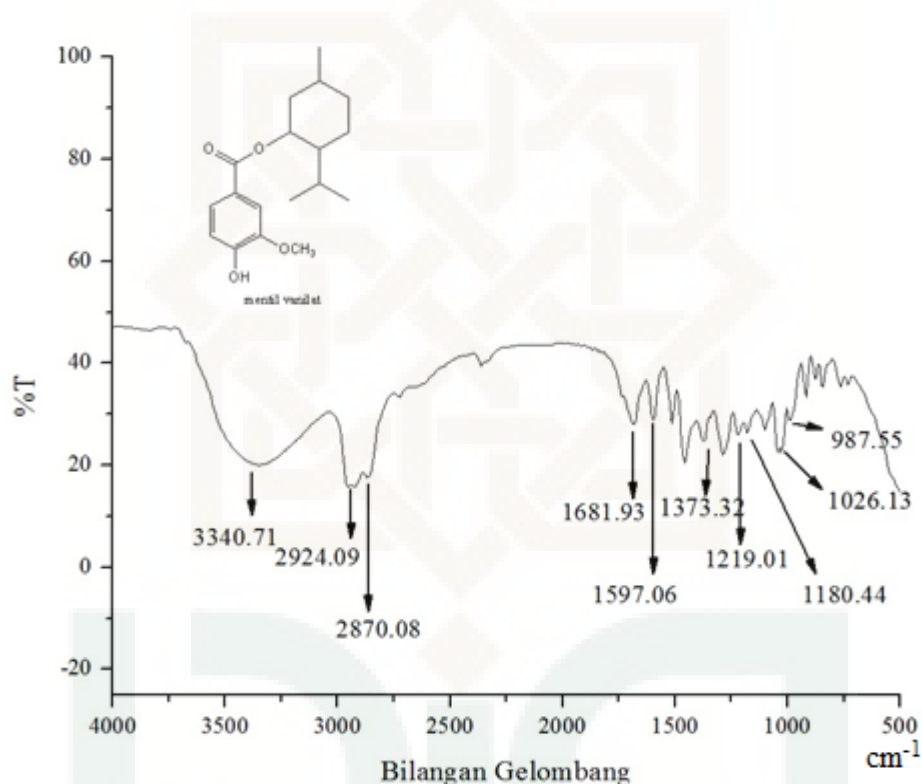
cm^{-1} dari spektrum vanilin yang merupakan perkiraan untuk C-H aldehyd sudah tidak muncul lagi pada spektrum Asam Vanilat.

B. Hasil Esterifikasi Asam Vanilat

Sintesis senyawa ester Mentil Vanilat dilakukan dengan cara esterifikasi pada senyawa turunan asam karboksilat yaitu Asam Vanilat. Sintesis senyawa ester Mentil Vanilat diawali dengan mereaksikan Asam Vanilat dengan tionil klorida (SOCl_2) kemudian direfluks pada suhu 45°C selama 1 jam. Penambahan SOCl_2 berfungsi untuk membentuk halida asam yaitu vaniloil klorida. Pembentukan vaniloil klorida ini bertujuan untuk meningkatkan keasaman sehingga mudah bereaksi dengan senyawa alkohol yaitu mentol dan diperoleh reaksi yang *irreversible* sehingga diperoleh senyawa produk yang murni dengan rendemen yang optimum. Reaksi pembentukan halida asam ini merupakan reaksi yang eksotermis sehingga terjadi kenaikan suhu dari 45°C menjadi 52°C dan terbentuknya vaniloil klorida ditandai dengan larutnya Asam Vanilat dalam SOCl_2 serta terbentuknya warna larutan kuning.

Setelah proses refluks selesai, vaniloil klorida yang terbentuk dialiri gas N_2 untuk menghilangkan uap air yang mungkin masuk melalui udara. Vaniloil klorida memiliki gugus pergi yang baik, mudah diserang air. Dengan adanya air vaniloil klorida akan mudah kembali menjadi asam vanilat. Reaksi pembentukan vaniloil klorida dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Senyawa mentil vanilat yang dihasilkan berupa cairan berwarna coklat dan berbau harum dengan rendemen sebesar 42.81%. Senyawa mentil vanilat selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa yang terbentuk kemudian dibandingkan dengan senyawa dasarnya. Spektrum FTIR senyawa Mentil Vanilat dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Spektrum FTIR Senyawa Mentil Vanilat

Berdasarkan Spektrum FTIR pada Gambar 4.5, terdapat serapan kuat dan lebar pada bilangan gelombang 3340.71 cm^{-1} , hal tersebut menandakan bahwa masih terdapat gugus hidroksi fenolik yang tidak terikat dengan senyawa apapun. Hal ini juga membuktikan bahwa senyawa mentol yang ditambahkan dengan Asam Vanilat tidak menyerang gugus hidroksi fenolik. Serapan pada bilangan gelombang 2924.09; 2870.08 cm^{-1} merupakan serapan gugus $\text{C}_{(\text{sp}^3)}\text{-H}$, kemudian pada bilangan

gelombang 1681.93 cm^{-1} terdapat serapan gugus C=O karbonil yang menunjukkan senyawa Mentil Vanilat. Hal ini didukung dan diperkuat dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1219.01 cm^{-1} dan 1180.44 cm^{-1} yang merupakan C-O ester dengan hilangnya serapan –OH.

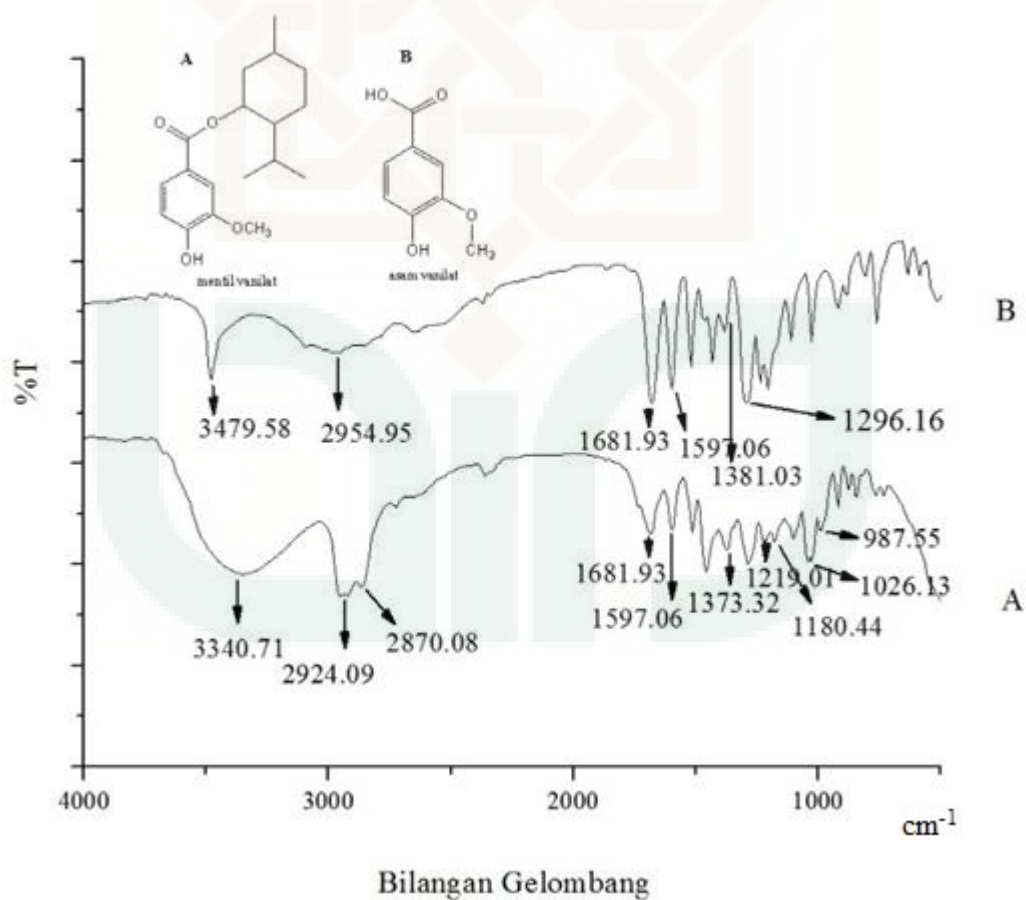
Secara keseluruhan serapan gugus fungsi senyawa mentil vanilat dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil identifikasi gugus fungsi senyawa mentil vanilat

No	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Identifikasi Gugus Fungsi
1	3340.71	-OH Hidroksi Fenolik
2	2924.09; 2870.08	$\text{C}_{(\text{sp}^3)}\text{-H}$
3	1681.93	C=O Karbonil
4	1597.06	C=C Benzen
5	1219.01; 1180.44	C-O Ester

Hasil spektrum FTIR Mentil Vanilat yang diperoleh selanjutnya dibandingkan dengan senyawa bahan dasarnya yaitu Asam Vanilat. Berdasarkan data FTIR yang ditunjukkan Gambar 4.6, Senyawa Mentil Vanilat dengan senyawa Asam Vanilat memiliki perbedaan yang sangat jelas. Serapan –OH fenolik pada senyawa Mentil Vanilat memiliki peak yang lebih lebar dibanding dengan senyawa Asam Vanilat yang memiliki peak yang runcing, kemudian serapan gugus hidroksi fenolik pada senyawa Mentil Vanilat memiliki bilangan gelombang yang lebih kecil dibanding dengan serapan gugus hidroksi fenolik pada senyawa Asam Vanilat yaitu pada 3340.71 cm^{-1} sedangkan Asam Vanilat pada 3479.58 cm^{-1} . Perbedaan ini mengindikasikan bahwa gugus hidroksi fenolik yang terikat secara para telah mengalami reaksi esterifikasi. Hal ini didukung dan diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1219.01 cm^{-1} dan 1180.44 cm^{-1} yang merupakan

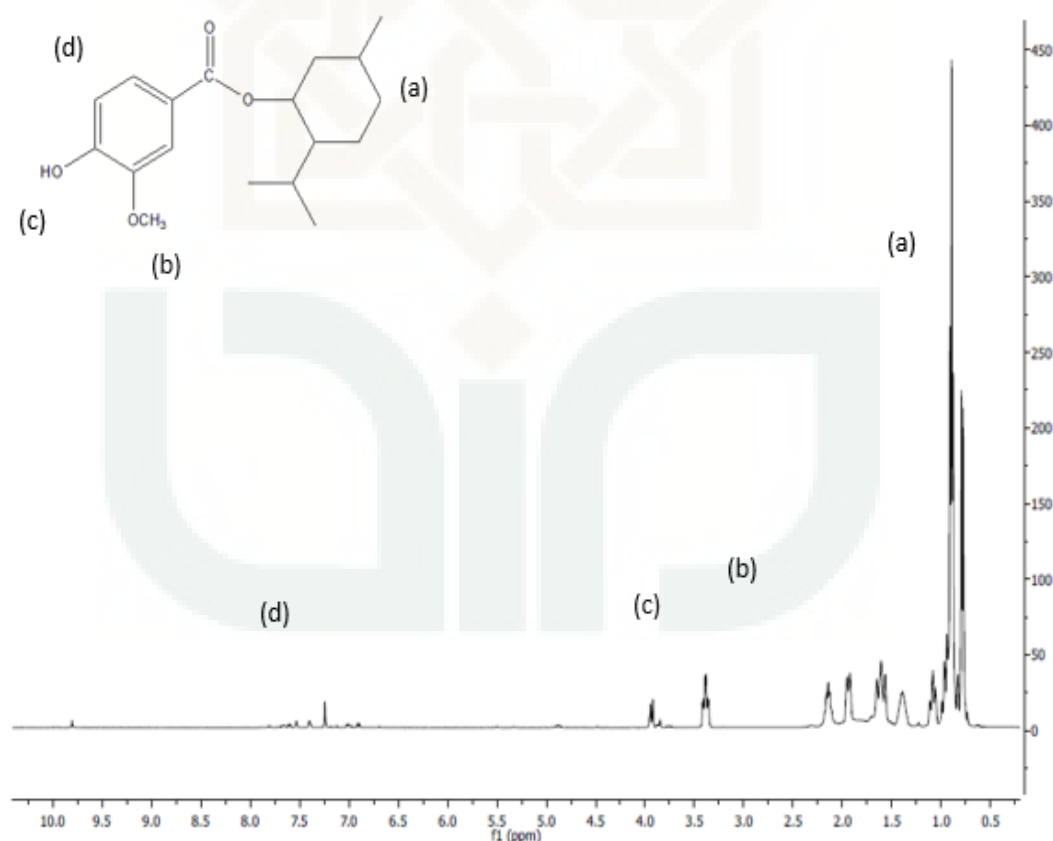
C-O ester dengan hilangnya serapan -OH dari senyawa Mentil Vanilat. Selain itu, pada spektrum senyawa Mentil Vanilat, terdapat serapan tajam pada bilangan gelombang 2924.09 ; 2870.08 cm^{-1} yang menunjukkan serapan dari $\text{C}_{(\text{sp}^3)\text{-H}}$ dari gugus mentil pada senyawa Mentil Vanilat. Serapan tersebut membuktikan bahwa gugus mentil telah tersubstitusi ke dalam senyawa Asam Vanilat. Secara umum, dapat disimpulkan bahwa senyawa produk hasil sintesis telah mengalami reaksi esterifikasi menjadi senyawa Mentil Vanilat dan produk yang didapatkan sudah bukan lagi senyawa prekursoranya. Perbandingan spektrum FTIR senyawa Mentil Vanilat dan Asam Vanilat dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. (A) Spektrum FTIR Mentil Vanilat, (B). Spektrum FTIR Asam Vanilat.

Identifikasi senyawa produk selanjutnya dilakukan dengan instrumen ^1H -NMR untuk mengetahui jumlah proton yang terdapat pada lingkungan kimia yang ada pada senyawa produk.

Senyawa hasil sintesis dianalisis menggunakan ^1H -NMR 399.838 MHz pada suhu 25°C dengan pelarut CDCl_3 . Spektra ^1H -NMR dari produk hasil sintesis menunjukkan adanya empat lingkungan yang berbeda. Keempat lingkungan tersebut masing-masing berada pada pergeseran kimia 0.74-2.16; 3.92; 7.53 – 6.89; dan 4.88 ppm. Spektrum ^1H -NMR dari senyawa produk hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7. Spektrum ^1H -NMR dari senyawa produk hasil sintesis

Berdasarkan spektra yang ditunjukkan Gambar 4.7, hasil identifikasi jumlah proton pada spektra $^1\text{H-NMR}$ dapat dilihat pada Tabel 4.3

Tabel 4.3. Identifikasi jumlah proton pada spektra $^1\text{H-NMR}$

No	Lingkungan kimia	Pergeseran Kimia (ppm)	Integrasi luas puncak	Kenampakan spektra	Identifikasi jumlah proton
1	0.74-2.16	0.74 - 1.08	83.51	Multiplet	9 proton dari gugus mentil
		1.12-1.95	17.92	Multiplet	2 proton dari gugus mentil
		2.13 – 2.16	38.91	Multiplet	4 proton dari gugus mentil
2	3.92	3.92	2.77	Singlet	1 proton dari gugus metoksi
		7.39	0.99	Singlet	1 proton dari benzen
3	6.89-7.59	7.53	0.85	Singlet	1 proton dari benzen
		6.91-6.89	0.89	Doublet	1 proton dari benzen
4	4.88	4.88	1.33	Singlet	1 proton dari gugus hidroksi

Puncak yang muncul pada pergeseran 0.74-2.16 ppm menunjukkan pergeseran kimia yang terjadi pada senyawa hidrokarbon jenuh (gugus mentil yang tersubstitusi). Menurut Vyvyan, *et al.* (2009) serapan hidrogen pada gugus alkana (hidrokarbon jenuh atau alifatik) terdapat pada pergeseran 0.70-1.70 ppm. Sedangkan hidrogen pada gugus metana merupakan hidrogen yang lebih terlindungi dan memiliki pergeseran kimia pada 0.70-1.30 ppm. Pada penelitian ini, senyawa produk yang dihasilkan adalah mentil vanilat. Gugus mentil yang terdapat dalam senyawa produk merupakan senyawa hidrokarbon siklik jenuh sehingga

pergeseran pada bilangan gelombang tersebut dapat diasumsikan sebagai puncak pergeseran untuk senyawa mentil.

Puncak yang muncul pada pergeseran 0.74-1.08 ppm menunjukkan jumlah proton pada siklo heksana. Puncak multiplet yang ditunjukkan pada spektrum disebabkan oleh pengaruh proton tetangga yang mempengaruhi penyerapan proton inti sehingga diperoleh kenampakan multiplet pada gugus siklo heksana.

Puncak yang muncul pada pergeseran 3.92 ppm merupakan pergeseran pada gugus metoksi dari senyawa vanilin. Proton dari metoksi lebih tidak terlindungi dari proton pada siklo metana. Hal tersebut disebabkan karena proton metoksi terikat pada gugus oksigen yang terikat pada karbon benzen, sehingga proton dari metoksi muncul pada pergeseran yang lebih tinggi yaitu 3.92 ppm. Berdasarkan data tersebut, Iskandar (2015) juga telah melakukan penelitian sintesis senyawa asetil vanilat, gugus metoksi dari senyawa vanilat pada penelitian tersebut muncul pada pergeseran 3.91 ppm. Pergeseran kimia dari kedua gugus tersebut sangat signifikan sehingga dapat diasumsikan bahwa puncak yang muncul pada pergeseran 3.92 ppm merupakan puncak dari gugus metoksi.

Puncak yang muncul pada pergeseran 6.89-7.59 ppm merupakan puncak dari proton benzen yang terdapat pada senyawa vanilat. Menurut Vyvyan (2009), senyawa aromatik memiliki dua tipe penyerapan yaitu penyerapan pada gugus proton yang terikat dalam cincin benzen dan penyerapan pada gugus *benzylic hydrogen*. Kedua tipe hidrogen tersebut dikenai pengaruh anisotropi dari cincin benzen sehingga proton dari kedua tipe penyerapan menjadi tak terlindungi. Serapan pergeseran kimia pada proton yang terikat dengan cincin benzen adalah

6.50-8.00 ppm sedangkan serapan pada proton dari benzil hidrogen adalah 2.30-2.70 ppm.

Puncak yang muncul pada pergeseran kimia 4.88 ppm menunjukkan pergeseran serapan proton pada gugus hidroksi dari senyawa vanilat. Menurut Vyvyan (2009), berdasarkan tabel aproksimasi rentang pergeseran kimia untuk proton dari senyawa fenol berada pada rentang 4.00-7.00 ppm. Sehingga dapat diasumsikan bahwa serapan pada 4.88 ppm merupakan serapan proton dari gugus hidroksi yang terikat dengan senyawa vanilat.

Berdasarkan hasil analisis $^1\text{H-NMR}$ dan FTIR yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa senyawa parfum Mentil Vanilat telah berhasil disintesis. Hal tersebut dibuktikan dengan tidak terdeteksinya gugus asam karboksilat pada spektra FTIR Mentil Vanilat dan diperkuat dengan munculnya gugus mentil yang telah disubstitusikan ke dalam gugus Asam Vanilat pada spektra $^1\text{H-NMR}$.

C. Uji Organoleptik

Produk senyawa sisa hasil karakterisasi FTIR dan $^1\text{H-NMR}$ selanjutnya dilakukan uji organoleptik. Uji Organoleptik merupakan suatu uji dengan memanfaatkan panca indera manusia untuk mengamati tekstur, warna, bentuk, aroma, dan rasa. Selain itu, uji organoleptik juga meliputi uji kesukaan dimana uji kesukaan ini termasuk dalam uji hedonik. Uji hedonik digunakan untuk mengukur sikap subjektif responden berdasarkan sifat-sifat organoleptik dimana responden dimintakan tanggapan pribadinya tentang kesukaan atau sebaliknya (ketidaksukaan) (Wagiyono, 2003). Pada penelitian ini, uji organoleptik yang

dilakukan dibatasi yaitu meliputi keharuman aroma, ketajaman aroma dan tingkat kesukaan seperti yang dilakukan oleh winarto (2012). Uji organoleptik ini menggunakan responden tak terlatih, dengan bahan uji tanpa pembanding. Masing-masing subjek pengujian menggunakan skala 1-7. Sebanyak 20 orang responden dari berbagai macam profesi dan prodi mengisi angket yang berisi pendapat. Dari angket tersebut didapatkan data sebagai berikut:

1. Tingkat Keharuman

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, data hasil tanggapan dan pendapat yang diperoleh dari responden tentang keharuman parfum dapat dilihat pada tabel 4.4.

Tabel 4.4. Hasil uji organoleptik keharuman parfum.

No	Tingkat keharuman	Skala	Jumlah
1.	Amat sangat harum	7	0
2.	Sangat harum	6	2
3.	Harum	5	15
4.	Agak harum	4	2
5.	Agak tidak harum	3	0
6.	Tidak harum	2	1
7.	Sangat tidak harum	1	0
Total responden			20

Berdasarkan Tabel 4.4, sebanyak 15 orang atau 75% dari 20 responden menyatakan bahwa produk memiliki tingkat keharuman “harum”. Sebanyak 2 orang atau 10% dari total responden menyatakan tingkat keharuman “sangat harum”, kemudian 2 orang atau 10% dari total responden menyatakan tingkat keharuman “agak harum”, dan sebanyak 1 orang atau 5% dari total responden menyatakan tingkat keharuman “tidak harum”. Dari hasil tersebut dapat

disimpulkan sebanyak 19 orang (95%) dari total responden menunjukkan tanggapan positif mengenai keharuman produk.

2. Tingkat Ketajaman Aroma

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, data hasil tanggapan dan pendapat yang diperoleh dari responden tentang ketajaman aroma parfum dapat dilihat pada tabel 4.5.

Tabel 4.5. Hasil uji organoleptik ketajaman aroma parfum.

No.	Tingkat ketajaman aroma	Skala	Jumlah
1.	Amat sangat tajam	7	0
2.	Sangat tajam	6	7
3.	Tajam	5	7
4.	Agak tajam	4	6
5.	Agak tidak tajam	3	0
6.	Tidak tajam	2	0
7.	Sangat tidak tajam	1	0
Total responden			20

Berdasarkan Tabel 4.5, dapat disimpulkan sebanyak 100% aroma produk yang dihasilkan cenderung tajam.

3. Tingkat Kesukaan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, data hasil tanggapan dan pendapat yang diperoleh dari responden tentang tingkat kesukaan aroma parfum dapat dilihat pada tabel 4.6.

Tabel 4.6. Hasil uji organoleptik kesukaan aroma parfum

No.	Tingkat kesukaan	Skala	Jumlah
1.	Amat sangat suka	7	1
2.	Sangat suka	6	4
3.	Suka	5	5
4.	Agak suka	4	5
5.	Agak tidak suka	3	4
6.	Tidak suka	2	1
7.	Sangat tidak suka	1	0
Total responden			20

Berdasarkan Tabel 4.6, sebanyak 5 orang atau 25% dari total responden menyatakan bahwa produk yang dihasilkan memiliki tingkat kesukaan “suka dan agak suka”. Kemudian sebanyak 4 orang atau 20% dari total responden menyatakan bahwa produk yang dihasilkan memiliki tingkat kesukaan “sangat suka dan agak tidak suka”, dan sebanyak 1 orang atau 5% dari total responden menyatakan bahwa produk yang dihasilkan memiliki tingkat kesukaan “amat sangat suka dan tidak suka”. Dengan demikian, dapat disimpulkan sebanyak 15 orang (75%) dari total responden menyatakan suka terhadap aroma parfum dari senyawa produk hasil sintesis.

Secara umum, uji organoleptik yang dilakukan terhadap produk hasil sintesis mendapat tanggapan yang positif, namun dari tingkat kesukaan responden hanya menyukai senyawa produk bukan sebagai parfum badan melainkan sebagai parfum aroma terapi. Hal ini dikarenakan bau yang dihasilkan pada senyawa produk hasil sintesis memiliki bau khas mint selain dari bau vanilla.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Produk senyawa Mentil Vanilat dapat terbentuk pada penelitian ini dengan mereaksikan senyawa asam vanilat dengan tionil klorida sehingga diperoleh senyawa vaniloil klorida yang kemudian direaksikan dengan mentol dan diperoleh senyawa Mentil Vanilat.
2. Pengaruh penambahan pereaksi SOCl_2 dalam penelitian ini adalah reaksi yang terjadi berjalan searah (*Irreversible*) sehingga tidak terdapat reaksi balik (terbentuk kembali senyawa Asam Vanilat dan mentol), hal tersebut dibuktikan dengan hasil identifikasi senyawa menggunakan FTIR dan $^1\text{H-NMR}$, sehingga produk yang dihasilkan menjadi lebih optimum dengan rendemen sebesar 48.05%.
3. Tanggapan responden terhadap produk yang dihasilkan meliputi: 95% dari 20 responden menyatakan bahwa produk memiliki tingkat keharuman : harum., 100% dari 20 responden menyatakan aroma produk yang dihasilkan cenderung tajam., dan 75% dari 20 responden menyatakan suka terhadap produk yang dihasilkan.

B. Saran

Senyawa mentil vanilat merupakan senyawa ester dari bahan dasar vanilin yang berbau harum yaitu bau vanilla mint yang dapat digunakan sebagai parfum aroma terapi. Terkait dengan bahan dasar yang digunakan yaitu vanilin, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai sintesis senyawa komponen parfum menggunakan bahan dasar vanilin namun dengan reagen yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Aljaff. M Parekhan., Manhal Emad., dan Rasheed. O Banaz. 2013. Identification of Synthetic Perfumeby Infrared and Optical Properties. *Jurnal Pure and Applied Chemical Sciences*. Vol.1. No.1. 19-30.
- Amalia D., Ngadiwiyana., Fachriyah E. 2013. Sintesis Etil Sinamat dari Sinamaldehyd pada Minyak Kayu Manis (*Cinnamomum cassia*) dan Uji Aktivitas sebagai Antidiabetes. *Jurnal Sains dan Matematika*. Vol.21. No.4. 108-113.
- Anton. 2008. *Resep Parfum Badan*. <http://www.kursustristar.com> (Diakses pada hari Minggu tanggal 30 November 2014).
- Budimarwanti C. 2007. Sintesis Senyawa Bibenzil dari Bahan Awal Vanilin Melalui Reaksi Wittig Dan Hidrogenasi Katalitik. *Jurdik Kimia*. Vol.9. No.2. 978-979.
- Budimarwanti C. 2009. Sintesis Senyawa 4-Hidroksi-5-Dimetilaminometil-3-Metoksibenzil Alkohol dengan Bahan Dasar Vanilin Melalui Reaksi Mannich. *Jurdik Kimia*. FMIPA. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Chasana N. U., Retnowati R., dan Suratmo. 2014. Esterifikasi l-mentol dan anhidrida asetat dengan variasi rasio mol reaktan. *Kimia Student Journal*. Vol.1. No.2. 276-282.
- Fessenden Ralph. J., Fessenden Joan S. 2010. *Dasar-dasar Kimia Organik*. Jakarta-Tangerang: Binarapura Aksara.
- Fessenden R.J., Fessenden.J.S. 1982. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Edisi Ketiga. Jilid2. Diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka Ph.D. Jakarta: Erlangga.
- Fitrianti Eka.2008. Sintesis Ester Fruktovanilat dari Fruktosa dan Asam Vanilat Menggunakan Metode Gelombang Mikro Serta Uji Aktivitas Antioksidan. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia. Depok. halaman.
- Fitzgerald D.J., Stratford M., Gasson M.J., Ueckert J., Bos A., dan Narbad A. 2004. mode of antimicrobial action of vanillin against *Eschericia coli* *Lactobacillus plantarum* and *Listeria innocua*. *jurnal of applied microbiology*. Vol. 97. No. 1. 104-113.
- Hardjono S. 2007. *Spektroskopi*. Yogyakarta. Penerbit: Liberty.

- Hart Harold., Craine Lesi eE., Hart.David J. 2003. *Kimia Organik-Suatu Kuliah Singkat-Edisi keempat*. Jakarta: Erlangga.
- Hart, Harold. 1983. *Kimia Organik-kuliah singkat*. Jakarta: Erlangga.
- Hawa Siti. 2007. Studi Sintesis Ester Sukrovanilat dari Sukrosa dan Vanilin yang telah Dioksidasi (asam vanilat). *Skripsi*. FMIPA UI. Depok.
- Iskandar D. 2015. Sintesis Asetil Vanilat Sebagai Komponen Analgrtik. *Skripsi*. Saintek UIN Sunan Kalijaga. Yogyakarta.
- Kamatou, G.P., I. Vermaak., A.M. Viljoen., dan B.M. Lawrence. 2013. Menthol: A simple monoterpene with remarkable biological properties. *Photochemistry*. 1-11.
- Kusumaningsih Triana., Handayani Desi Suci., Makruf Andi. 2004. Sintesis Senyawa Komponen Parfum Etil p-Anisat dari Anetol. *Jurnal Biofarmasi*. Vol. 2. No. 2. 58-63.
- Lirdprapamongkol, K., Sakurai., H.Kawasaki., N. Choo K.M., Sitoh Y.aozuko. Y.Singhirunnusorn. P., dan Ruchirawat S. 2005. Vanillin suppressesinvitro in vasion and invivo metastasis of most breast cancer cells. *European Journal of Pharmaceutical science*.
- Mella Nurita Mella F. D., Retnowati R., dan Suratmo. 2014. Esterifikasi 2-Isopropil-5-Metilsikloheksanol (l-mentol) Menggunakan Asam Propionat. *Kimia Student Journal*. Vol. 1. No. 2. 269-275.
- Pavia L. Donald., Lampman M. Gary., Kriz S. George., Vyvyan R. James. 2009. *Introduction to spectroscopy fourth edition*. USA. US Copy Rights Act.
- Prabawati S. Y., Setiawan A. F., dan Agustina A. F. 2012. Sintesis senyawa 1,4-bis [(2-hidroksi-3-metoksi-5-formaldehid-fenil)-metil] piperazin dari bahan dasar vanillin dan uji aktivitasnya sebagai zat antioksidan. *Jurnal Kaunia*. Vol. 8. No. 1. 30-43.
- Robinson Trevor. 1995. *Kandungan Organik tumbuhan Tinggi*. Bandung. Penerbit: ITB.
- Sarker D.satyajit dan Lutfun Nahar, 2009. *Kimia untuk mahasiswa Farmasi bahan kimia organik, alam dan umum*. Yogyakarta. Pustaka Belajar
- Setiawan A. F. 2011. Sintesis senyawa 1,4-Bis[(2-hidroksi-3-metoksi-5-metanal-fenil)-metil] piperazin dari vanilin dengan variasi pelarut. *Skripsi*. UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta.

- Shyamala B.N., Naidu, M., Sulochannama, G.S.Srinivas.P. 2007. Studies on the antioxidant activities of natural vanilla extract and its constituent compounds through in vitro models. *Journal Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 55. 7738–7743.
- Sjostrom, E. 1998. *Kimia Kayu Dasar-dasar dan Penggunaan Edisi kedua* (Terjemahan Dr. Hardjono Sastrohamidjojo). Yogyakarta. Penerbit: Gadjah Mada University Press.
- Wagiyono. 2003. Menguji Kesukaan Secara Organoleptik. *Artikel Proyek Pengembangan Kurikulum*. Departemen Pendidikan Nasional.
- Winarto D., Hanafi R. W., Hikmatiyar H., dan Budimarwanti C. 2012. Sintesis Benzil Asetat Sebagai Bahan Pembuatan Parfum. *Jurdik Kimia*. Universitas Negeri Yogyakarta.

LAMPIRAN

1. Perhitungan Rendemen Senyawa hasil sintesis



M:	0,0089 mol	0,0178 mol	-
R:	0,0089 mol	0,0089 mol	0,0089 mol
S:	-	0,0089 mol	0,0089 mol

Mol mentil vanilat ($\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{O}_4$) adalah:

Mr mentil vanilat: 306 g/mol

Massa mentil vanilat = mol x Mr

$$= 0,0089 \text{ mol} \times 306 \text{ g/mol}$$

$$= 2,7234 \text{ g}$$

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{gram percobaan}}{\text{gram teori}} \times 100\%$$

$$= \frac{1,3087}{2,7234} \times 100\%$$

$$= 48,05\%$$

2. Perhitungan Integrasi $^1\text{H-NMR}$

Integrasi Total :

$$1.00+0.75+1.14+0.84+0.85+0.99+0.36+1.15+0.89+0.55+0.60+0.91+1.33+0.68+2.77+1.20+1.04+7.29+9.01+11.20+18.70+9.15+8.77+10.43+47.11+3.26+22.71 = 164.68 \text{ satuan luas}$$

Rumus molekul senyawa mentil vanilat: $\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{O}_4$

Jumlah proton : 26 proton

Integrasi tiap proton : $26 \text{ H} / 164.68 = 0.1 \text{ satuan luas}$

Jumlah Proton : $83.51 \times 0,1 = 8.35 \text{ satuan luas} = 9 \text{ proton}$	} → Proton untuk lingkungan mentil
$17.92 \times 0,1 = 1.79 \text{ satuan luass} = 2 \text{ proton}$	
$38.91 \times 0,1 = 3.89 \text{ satuan luas} = 4 \text{ proton}$	
$2.77 \times 0.1 = 0.27 \text{ satuan luas} = 1 \text{ proton}$	→ Proton untuk lingkungan metoksi
$0.99 \times 0.1 = 0.09 \text{ satuan luas} = 1 \text{ proton}$	} → Proton untuk lingkungan benzen
$0.85 \times 0.1 = 0.08 \text{ satuan luas} = 1 \text{ proton}$	
$0.89 \times 0.1 = 0.08 \text{ satuan luas} = 1 \text{ proton}$	
$1.33 \times 0.1 = 0.13 \text{ satuan luas} = 1 \text{ proton}$	→ Proton untuk lingkungan hidroksi

3. Angket Uji Organoleptik

Nama	Prodi	Uji Organoleptik		
		Tingkat Keharuman	Ketajaman Aroma	Tingkat Kesukaan
Adhitya Prasamdhita	IKS	Harum	Tajam	Amat Sangat Suka
Damayanti I. S.si	Kimia	Harum	Agak Tajam	Sangat Suka
Linda Ayu L.	Kimia	Agak Harum	Agak Tajam	Sangat Suka
Syafiana K. A. S.Si	Ex. Kimia	Harum	Sangat Tajam	Agak Tidak Suka
Firda M. W.	Kimia	Agak Harum	Tajam	Agak Suka
Nasik	Ex. Kimia	Harum	Tajam	Sangat Suka
Xarissa D. K.	Kimia	Harum	Agak Tajam	Sangat Suka
Bagus Budi S.	Kimia	Harum	Tajam	Agak Suka
Fina Ida M. S.	Kimia	Harum	Sangat Tajam	Agak Suka
Irwan Agung S.	Kimia	Sangat Harum	Sangat Tajam	Suka
Alfiatun N.	Kimia	Harum	Sangat Tajam	Suka
Eni Haryani	Kimia	Tidak Harum	Agak Tajam	Tidak Suka
Elva Surya	Kimia	Harum	Sangat Tajam	Suka
Siti Khodijah	Kimia	Harum	Sangat Tajam	Agak Suka
Yuri Pradika	Kimia	Harum	Tajam	Agak Tidak Suka
Meida Dwi	Kimia	Harum	Agak Tajam	Agak Suka
Layung Sari	Kimia	Harum	Tajam	Agak Tidak Suka
Tiara Nur Elfiana	Kimia	Harum	Sangat Tajam	Suka
Fuad Nasrulloh	Kimia	Sangat Harum	Tajam	Agak Tidak Suka
Tiara Arsetasani	Ex. IKS	Harum	Agak Tajam	Suka