



Kajian Pengaruh Konsentrasi Zeolit Alam Lampung pada Hidrasi Terpentin Menjadi α -Terpineol

Dwi Derti Sulistiowati[✉], Ria Putri Hermiyati, Herti Utami, dan Simparmin Br. Ginting

Jurusan Teknik Kimia Universitas Lampung

Gedung L Fakultas Teknik Bandar Lampung Telp. (0721) 704947

Info Artikel

Diterima: Juni 2017

Disetujui: Juli 2017

Dipublikasikan: Agustus 2017

Keywords:

terpentin

α -terpineol

natural zeolite of Lampung

Abstrak

Minyak terpentin Indonesia mengandung 65-85% α -pinene, kurang 1% *camphene*, 1-3% β -pinene, 10-18% *3-carene* dan 1-3% *limonene*. Untuk meningkatkan nilai ekonomisnya, α -pinene dapat dihidrasi menggunakan katalis asam menjadi α -terpineol. Penggunaan katalis heterogen berupa zeolit alam dapat menjadi alternatif baru sebagai pengganti katalis homogen. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh konsentrasi katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) dan waktu reaksi optimal yang menghasilkan konversi tertinggi pada reaksi hidrasi terpentin menjadi α -terpineol. ZAL sebelum digunakan sebagai katalis dilakukan aktivasi secara kimia dan fisika untuk menghilangkan pengotor dan meningkatkan keasaman. Reaksi hidrasi dilakukan menggunakan variasi konsentrasi katalis sebesar 5%, 10% dan 15% dan variasi waktu reaksi 60 menit, 120 menit dan 180 menit. Reaksi ini dilakukan dalam labu leher tiga pada suhu 70°C dengan 20 mL terpentin, 109 mL aquadest dan 80 mL isopropil alkohol. Dari hasil penelitian diperoleh konversi yang tertinggi pada konsentrasi katalis 15% dan waktu reaksi optimal 180 menit adalah 4,875%.

Abstract

Indonesian turpentine oil contains 65-85% β -pinene, less than 1% *camphene*, 13% α -pinene, 10-18% *3-carene* and 1-3% *limonene*. In order to obtain more valuable products, α -pinene can be hydrated using an acid catalyst to produce α -terpineol. The use of heterogeneous catalysts in the form of natural zeolite can be a new alternative as a replacement homogeneous catalysts. The purpose of this study was to determine the effect of Natural Zeolite Lampung (ZAL) catalysts and reaction time to obtain the highest conversion on hydration reactions of turpentine into α -terpineol. ZAL was done chemically and physically to remove impurities and increase acidity. Hydration reaction carried out using a variation of the catalyst concentration of 5%, 10% and 15%, and the variation of the reaction times 60, 120 and 180 minutes. This reaction is carried out in a three-neck round bottom flask at 70°C with 20 mL of turpentine, 109 mL aquadest and 80 mL of isopropyl alcohol. The result showed that the highest conversion at 15% catalyst concentration and the optimum reaction time of 180 minutes was 4.875%.

© 2017 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:

Gedung L Fakultas Teknik Bandar Lampung Telp. (0721) 704947

E-mail: dwiderty7@gmail.com

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam melimpah, baik dari sektor pertanian, perkebunan, maupun sektor kehutanan. Di sektor kehutanan salah satunya adalah pohon *pinus merkusii*. *Pinus Merkusii* merupakan sumber penghasil getah pinus yang digunakan untuk memproduksi gondorukem dan minyak terpentin. Minyak terpentin Indonesia mengandung 65-85% α -pinena, kurang 1% kamfena, 1-3% β -pinena, 10-18% 3-carena dan 1-3% limonena (Fleig; 2005). Untuk meningkatkan nilai ekonomisnya, α -pinena dapat dihidrasi menggunakan katalis asam menjadi α -terpineol yang dapat digunakan sebagai bahan parfum, anti serangga, anti jamur, dan desinfektan.

Sintesis α -terpineol dari α -pinena dengan beberapa macam katalis telah dipelajari oleh beberapa peneliti. Amilia, *et al.* (2013) telah melakukan penelitian pengaruh temperatur terhadap reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol dengan katalis zeolit alam dan hasil yang terbaik di peroleh pada temperatur 70°C dengan kadar 68,53%. Pada penelitian Agustina, *et al.* (2012) hasil kadar α -terpineol terbaik didapatkan pada reaksi dengan waktu selama 120 menit yakni sebesar 60,34%. Arias, *et al.* (2000) menghidrasi minyak terpentin dengan menggunakan katalis faujasit dealuminasi dalam reaksi hidrasi α -pinena. Didapatkan α -terpineol dengan selektivitas paling tinggi 44% pada konversi 70%. Wijayati, *et al.* (2014) melakukan penelitian pengaruh temperatur dan waktu pada reaksi hidrasi α -pinena dengan hasil konversi terbaik yang didapatkan yaitu 59,12% pada temperatur 65°C dan waktu 120 menit.

Katalis yang digunakan dalam reaksi hidrasi α -pinena selama ini digunakan katalis homogen seperti pada penelitian Daryono (2015) yang telah melakukan sintesis α -pinena menjadi α -terpineol dengan menggunakan katalis asam sulfat didapatkan konversi α -terpineol tertinggi 57,05% dan yeild 67,79% pada temperatur 70°C. Utami (2010) melakukan penelitian hidrasi α -terpineol dari terpentin menggunakan katalis asam kloroasetat dengan hasil konversi α -terpineol terbaik adal 54,13% pada temperatur 80°C dan waktu reaksi 240 menit. Faktanya penggunaan katalis homogen ini bersifat korosif dan tidak ramah lingkungan sehingga perlu digunakan suatu katalis yang lebih ramah lingkungan. Salah satu alternatif katalis yang dapat digunakan adalah katalis heterogen. Katalis heterogen merupakan katalis yang ramah lingkungan. Salah satunya yaitu zeolit alam yang lebih bersih, lebih ekonomis, mudah didapatkan, dan ramah lingkungan. Maka pada penelitian ini dilakukan untuk sintesis senyawa α -terpineol dari minyak terpentin dengan menggunakan katalis padat heterogen, yakni zeolit alam, khususnya zeolit alam Lampung (ZAL). Dengan variasi waktu 60 menit, 120 menit, 180 menit serta variasi konsentrasi katalis zeolit alam lampung teraktivasi adalah 5, 10 dan 15%.

Metode

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah BET, XRF, FT-IR, GC, dan GC-MS. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak terpentin dari Perum Perhutani Semarang, zeolit alam Lampung (ZAL), HCl, aquades, isopropil alkohol, Na₂CO₃, Na₂SO₄ dan diklorometana.

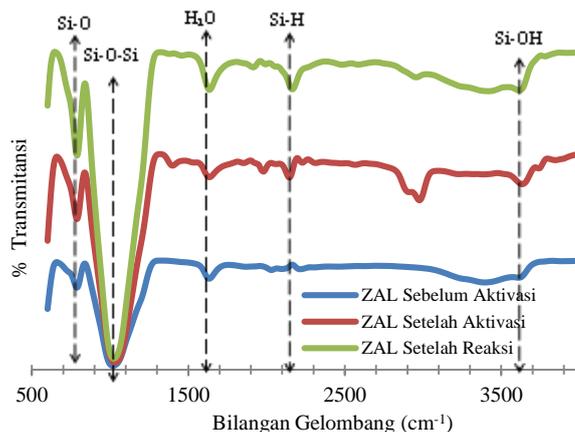
Prosedur kerja penelitian ini meliputi perlakuan awal zeolit alam yaitu aktivasi dengan perlakuan fisika dan kimia. Pada tahap preparasi, ZAL diayak dengan ukuran 100 *mesh*, kemudian dicuci dengan aquades yang bertujuan untuk melarutkan kotoran pada permukaan zeolit. Kemudian zeolit dikeringkan dalam oven dengan suhu 200°C selama 2 jam. Setelah preparasi zeolit selesai, ZAL sebanyak 300 g direndam dengan larutan HCL 4 M sebanyak 1 L. Kemudian ZAL setelah dilarutkan dengan HCl dicuci dengan aquades yang bertujuan untuk menghilangkan ion Cl⁻ hingga pH menjadi netral. Setelah itu zeolit dikeringkan didalam oven dengan suhu 110°C selama 3 jam, kemudian dikalsinasi dalam *furnace* dengan suhu 400°C selama 3 jam. ZAL sebelum aktivasi, setelah aktivasi dan setelah reaksi dianalisis dengan *Branauer Emmet Telle* (BET), *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) dan *X-ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan Si/Al, luas permukaan dan situs asam pada zeolit alam Lampung.

Tahapan reaksi hidrasi dilakukan dalam labu leher tiga yang dimasukkan 20 mL terpentin, 109 mL aquades, dan 80 mL isopropil alkohol. Labu leher tiga dilengkapi dengan termometer dan *magnetic stirrer*. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai suhu 70°C. setelah suhu tercapai, dimasukkan zeolit alam Lampung yang telah teraktivasi. Pengambilan sampel dilakukan setiap waktu reaksi 60 menit, 120 menit dan 180 menit pada masing-masing variasi konsentrasi ZAL 5, 10 dan 15%. Produk hasil reaksi hidrasi terpentin dimasukkan ke dalam *sentrifuge* selama 15 menit dengan kecepatan putaran sebesar 350 rpm. Sampel hasil *sentrifuge* disaring agar tidak ada ZAL yang terikut dalam produk. Tahapan penetralan, produk dimasukan ke dalam corong pisah untuk memisahkan lapisan atas (produk) dan lapisan bawah (reaktan). Produk yang telah dipisahkan, selanjutnya dicuci dengan aquades didalam corong pisah. Produk yang telah dicuci ditambahkan larutan Na₂CO₃ 10% sampai pH menjadi netral. Selanjutnya produk ditambahkan larutan diklorometana sebanyak 1 tetes didalam corong pisah. Proses terakhir yaitu

ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat untuk mengikat sisa air dan produk disaring untuk memisahkan endapan. Hasil sintesis hidrasi α -terpineol dianalisis dengan GC dan hasil terbaik dianalisis dengan GC-MS.

Hasil dan Pembahasan

Zeolit alam Lampung yang sudah diaktivasi dengan cara kimia dan fisika kemudian dianalisis menggunakan BET dan didapatkan hasil luas permukaan yaitu $35,2564 \text{ m}^2/\text{g}$. Zeolit alam juga diaktivasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus serapan yang terkandung dalam zeolit alam seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil analisis FT-IR ZAL

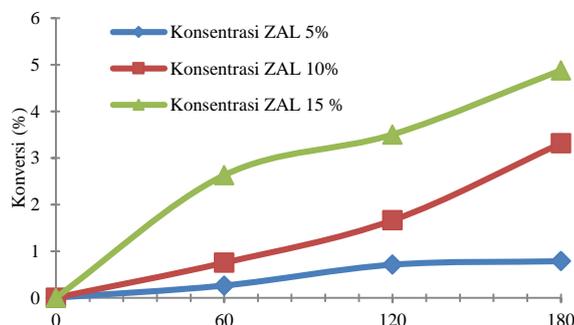
Pada Gambar 1. menunjukkan hasil karakterisasi serapan gugus asam zeolit alam Lampung sebelum aktivasi (a) dan sesudah diaktivasi (b) serta setelah digunakan sebagai katalis dalam reaksi hidrasi terpenin menjadi α -terpineol (c). Panjang gelombang mengindikasikan beberapa puncak yang menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi dalam zeolit alam. Berdasarkan Gambar 1. dapat dilihat adanya serapan gelombang pada zeolit (a) $787,78\text{cm}^{-1}$, (b) $788,08\text{cm}^{-1}$ dan (c) $788,79\text{cm}^{-1}$ yang menunjukkan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk Si-O. Kemudian muncul pita serapan vibrasi tekuk Si-O-Si yaitu (a) 1018 cm^{-1} , (b) 1031 cm^{-1} dan (c) 1023 cm^{-1} . Pada Gambar 1. muncul bilangan gelombang (a) 3615 cm^{-1} , (b) $3635,68 \text{ cm}^{-1}$ dan (c) 3618 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur gugus Si-OH (gugus hidroksil). Selanjutnya pita serapan pada bilangan gelombang (a) $1632,93\text{cm}^{-1}$, (b) $1634,01\text{cm}^{-1}$ dan (c) $1644,00 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus H-O-H. Kemudian terjadi formasi pada zeolit (b) dan (c) 2146 cm^{-1} , dimana Serapan pada $2100\text{-}2400 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan Si-H (Socrates; 1994). Pita serapan Si-H muncul disebabkan aktivasi zeolit dengan penambahan asam sehingga muncul Si yang mengikat H. Zeolit alam Lampung dikarakterisasi dengan menggunakan XRF untuk menganalisa unsur dalam mineral atau batuan yang disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis XRF zeolit alam Lampung

Komponen	Konsentrasi (%)	
	Sebelum diaktivasi	Setelah diaktivasi
Al	13,636	13,033
Si	75,598	79,746

Berdasarkan hasil analisis XRF yang ditunjukkan pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa adanya peningkatan kadar Si pada zeolit setelah diaktivasi, dimana sebelum diaktivasi kadar Si pada zeolit alam Lampung adalah $75,598\%$ dan setelah dilakukan aktivasi pada zeolit menjadi $79,746\%$. Selain peningkatan kadar Si, pada zeolit juga terjadi penurunan kadar Al pada zeolit dari $13,636\%$ sebelum aktivasi menjadi $13,033\%$ setelah aktivasi. Hal ini menandakan bahwa proses aktivasi pada zeolit alam Lampung menggunakan HCl dengan konsentrasi 4 M berhasil. Aktivasi zeolit dengan penambahan HCl bertujuan untuk dealuminasi (pelepasan Al dari zeolit), sehingga dealuminasi tersebut dapat meningkatkan rasio Si/Al pada zeolit. Hal tersebut dibuktikan dari hasil XRF pada Tabel 1, dimana rasio Si/Al pada zeolit alam setelah diaktivasi lebih tinggi dibandingkan zeolit alam yang belum diaktivasi. Pada zeolit alam yang belum diaktivasi memiliki nilai Si/Al yaitu $5,544$ sedangkan nilai Si/Al pada zeolit yang telah

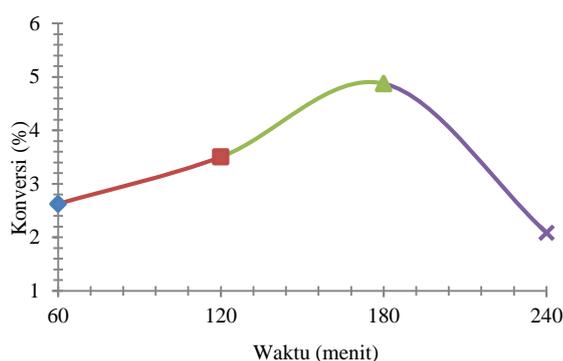
diaktivasi yaitu 6,11. Semakin tinggi nilai Si/Al maka semakin tinggi keasamaan atau semakin banyak situs asam pada zeolit. Dengan meningkatnya situs asam maka akan meningkatkan keaktifan zeolit (Nuryono dkk, 2002). Menurut Triantafillidis (2000), semakin banyak kandungan Al dalam zeolit (rasio Si/Al menurun) akan menyebabkan kekuatan atau total situs asam zeolit menurun.



Gambar 2. Pengaruh konversi terhadap waktu pada setiap konsentrasi katalis

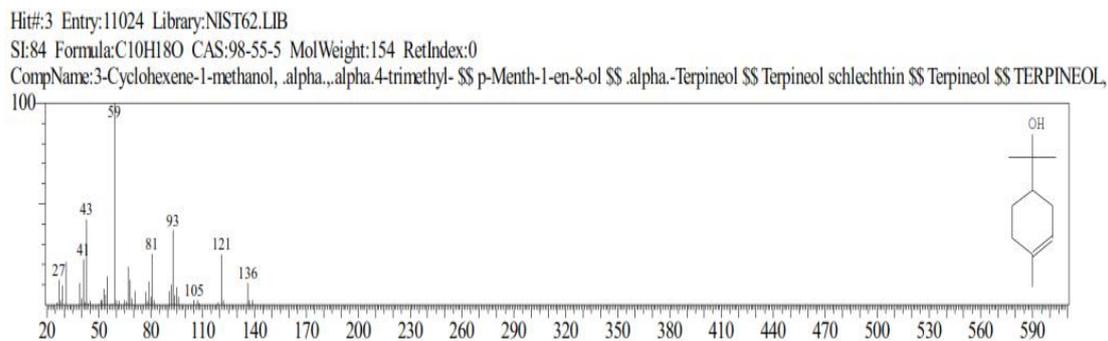
Pada Gambar 2. dapat dilihat bahwa pada konsentrasi zeolit 5 % terjadi peningkatan konversi α -terpineol yang tidak signifikan dari waktu 60 menit sampai 180 menit, dimana konversi α -pinena menjadi α -terpineol tertinggi yang didapatkan yaitu 0,7875 % pada waktu reaksi 180 menit. Kemudian pada konsentrasi zeolit 10 % terjadi peningkatan konversi signifikan dari waktu 60 menit sampai 180 menit, dimana konversi tertinggi yang didapatkan pada waktu 180 menit yaitu 3,3125%. Sedangkan pada konsentrasi 15 % juga terjadi peningkatan konversi signifikan dari waktu 60 menit sampai 180 menit dengan konversi tertinggi didapatkan pada waktu 180 menit yaitu 4,875%.

Berdasarkan hasil konversi yang telah disebutkan dapat disimpulkan bahwa konsentrasi katalis mempengaruhi konversi α -terpineol. Dimana semakin banyak zeolit yang digunakan untuk hidrasi terpentin maka akan semakin tinggi konversi α -terpineol yang dihasilkan. Banyaknya jumlah katalis berpengaruh pada luas permukaan yang dimiliki katalis selama reaksi. Semakin banyak katalis yang digunakan, maka akan semakin banyak situs-situs aktif yang dimanfaatkan selama reaksi. Dengan semakin banyak situs-situs aktif maka produk yang dihasilkan semakin banyak. Namun pada penelitian ini konversi yang didapatkan kecil. Hal ini disebabkan katalis zeolit alam yang digunakan memiliki nilai Si/Al yang tidak terlampau jauh berbeda dari sebelum aktivasi sehingga kinerja katalis kurang maksimal. Untuk mendapatkan waktu reaksi optimum, maka dilakukan percobaan kembali dengan penambahan waktu reaksi yaitu 240 menit pada konsentrasi katalis 15%



Gambar 3. Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi

Berdasarkan Gambar 3. dapat dilihat bahwa terjadi adanya penurunan konversi α -terpineol pada waktu reaksi 240 menit. Dimana pada waktu 60 menit sampai dengan 180 menit terjadi peningkatan konversi yaitu sebesar 4,872 %, namun pada waktu 240 menit konversi α -terpineol menurun menjadi 2,08 %. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa pada konsentrasi zeolit 15% waktu reaksi optimum terjadi pada 180 menit. Analisis dengan spektrum massa (MS) bertujuan untuk mengetahui senyawa hasil reaksi hidrasi α -pinena. Hasil spektrum GC-MS disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil analisis GC-MS pada *peak* ke 28

Berdasarkan spektrum massa dari *peak* ke 28 membuktikan bahwa senyawa yang terbentuk adalah *α-terpineol* dengan berat molekul yaitu 154 dan rumus molekul C₁₀H₁₈O.

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa zeolit alam Lampung yang telah diaktivasi memiliki nilai Si/Al yaitu 6,11 dan luas permukaan 35,2564 m²/g. Pada sintesis terpenin menjadi *α-terpineol* menggunakan katalis zeolit alam Lampung teraktivasi diperoleh hasil yang terbaik pada saat konsentrasi katalis 15% dan waktu reaksi optimum 180 menit dengan konversi *α-terpineol* yang diperoleh sebesar 4,875 %.

Daftar Pustaka

- Agustina, M. 2012. Uji Aktivitas Senyawa Hasil Hidrasi *α*-Pinena terhadap *Bacillus cereus*. *Tugas Akhir*. FMIPA UNNES. Semarang
- Amilia, N., K. Siadi dan Latifah. 2013. Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi *α*-Pinena menjadi *α*-Terpineol Terkatalis Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang
- Arias, D., Guillen, Y., Carmen, M., Lopez & Francisco, J.M. 2000. Turpentine Oil Hydration using Dealuminated Faujasite as Catalysts. *React Kinet Catal*.
- Atkins, P.W. 1990. *Physical Chemistry*.Tokyo: Oxford University Press
- Daryono, E.D. 2015. Sintesis *α*-Pinene menjadi *α*-Terpineol dengan Menggunakan Katalis Asam Sulfat dengan Variasi Suhu Reaksi dan Volume Etanaot. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4(2)
- Fleig, H. 2005. *Turpentine*. Chap. 14. Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA. Weinheim
- Utami, H. 2010. Synthesis of *α*-Terpineol from Turpentine by Hydration in a Batch Reactor
- Nuryono, Suyanta, dan Narsito, 2002, *Jurnal MIPA*, 25: 40-49
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd
- Triantafillidis, C., Vlessidis, A., and Evmiridis, N. 2000. Dealuminated H-Y Zeolite: Influence of the Degree and the Type of Dealumination Method on Structural and Acidic Characteristics of H-Y Zeolite. *Ind. Eng. Chem.*, 39(2): 307-319.
- Wijayati, N., Supartono dan S.B.W. Kusuma. 2014. Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Reaksi Hidrasi *α*-Pinena dari Minyak Terpenin dengan Katalis Zeolit Alam. *Jurnal MIPA*