



Pengaruh Jenis *Solubility Promotor* dan Waktu Reaksi pada Sintesis α -Terpineol dari Minyak Terpentin Menggunakan Katalis Zeolit Alam Lampung Teraktivasi

Nurhasanah , Eka Nanda Putriani, Herti Utami, dan Simparmin Br. Ginting

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

Info Artikel

Diterima Mei 2019

Disetujui Juni 2019

Dipublikasikan Agustus
2019

Keywords:

α -pinene

α -terpineol

turpentine oil

Natural Zeolite Catalyst

Abstrak

Minyak terpentin merupakan salah satu minyak atsiri yang banyak diproduksi di Indonesia. Kandungan terbesar di dalam minyak terpentin adalah α -pinene yang dapat disintesis menjadi α -terpineol. Produk ini akan memberikan nilai jual yang lebih tinggi dibandingkan menjual minyak terpentin secara langsung. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh jenis *solubility promotor* dan waktu reaksi pada hidrasi α -pinene menjadi α -terpineol dengan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL). ZAL sebelum digunakan diaktivasi terlebih dahulu untuk menghilangkan pengotor dan meningkatkan keasaman. Untuk mengetahui karakteristik ZAL dilakukan analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR). Pada penelitian ini variabel yang digunakan adalah jenis *solubility promotor* (isopropil alkohol dan etanol) dan waktu reaksi (60, 120, 180, 240 dan 300 menit). Sintesis dilakukan di dalam labu leher tiga pada suhu 83°C, sebanyak 20 mL minyak terpentin, 108 mL *aquadest* dan 80 mL *solubility promotor*. Senyawa hasil reaksi dianalisis dengan menggunakan GC dan GC-MS. Dari hasil penelitian diperoleh konversi tertinggi sebesar 38,62% dengan *solubility promotor* etanol pada waktu reaksi 300 menit.

Abstract

Turpentine is one of the essential oils that is produced in Indonesia. The main content of turpentine is α -pinene that can be synthesized into α -terpineol. This product will give a higher selling value than sells turpentine directly. The purpose of this study was to determine the effect of a kind of *solubility promotor* and reaction time on the hydration of α -pinene to produce α -terpineol with natural zeolite catalyst (ZAL). The zeolite before being used as a catalyst, it was activated to remove the impurities and to increase the acidity. In order to know the characteristics of zeolites were analyzed using X-Ray Fluorescence (XRF) and Fourier Transform Infrared (FT-IR). In this study, the variables used were *solubility promoters* (isopropyl alcohol and ethanol) and reaction times (60, 120, 180, 240 and 300 minutes). The synthesis was carried out in a three-neck round bottom flask at 83°C, 20 mL of turpentine, 108 mL *aquadest* and 80 mL of *solubility promotor*. Compound the products of the reaction were analyzed using GC and GC-MS. The results of this study showed that the highest conversion of 38.62% with the *solubility promotor* was ethanol at a reaction time of 300 minutes.

© 2019 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

E-mail: n.hasanah01@yahoo.com

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Minyak terpenin merupakan salah satu minyak atsiri yang banyak diproduksi di Indonesia. Sekitar 80% dari terpenin di Indonesia selama ini diekspor ke negara-negara di Eropa, India, Korea Selatan, Jepang dan Amerika Serikat. Minyak terpenin digunakan untuk bahan industri cat dan pernis, ramuan semir sepatu, pelarut bahan organik, bahan pembuatan kamper sintetis, serta kegunaan lainnya (Abdulgani, 2002).

α -Pinene adalah kandungan terbesar yang ada di dalam minyak terpenin. α -Pinene dapat disintesis menjadi α -terpineol yang akan memberikan nilai jual yang lebih tinggi dibandingkan menjual minyak terpenin secara langsung. α -Terpineol sebagai hasil sintesis α -pinene banyak digunakan sebagai bahan campuran pada industri kosmetik seperti parfum dan industri farmasi sebagai anti jamur, anti serangga dan desinfektan. Selain itu, apabila dilakukan pemurnian lebih lanjut pada minyak terpenin sampai *grade* farmasi sebagai *fine chemical* akan dapat digunakan sebagai salah satu komponen terapi anti kanker.

Penelitian tentang hidrasi α -pinene menjadi α -terpineol telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti. Pada tahun 2015, Daryono melakukan sintesis α -pinene menjadi α -terpineol menggunakan katalis H_2SO_4 dengan etanol sebagai media pelarut pada temperatur 70°C selama 4 jam. Pada penelitian tersebut didapatkan konsentrasi α -terpineol tertinggi sebesar 57,05% dengan *yield* 67,79%. Amalia, dkk (2013) melakukan hidrasi α -pinene menggunakan katalis zeolit alam (Malang) teraktivasi dan hasil terbaik diperoleh kadar 68,53% pada temperatur 70°C dengan isopropil alkohol sebagai media pelarut. Hermiyati (2017) melakukan sintesis minyak terpenin menjadi α -terpineol menggunakan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) teraktivasi dan hasil terbaik diperoleh pada saat suhu reaksi 83°C selama 240 menit dan media pelarut isopropil alkohol dengan kadar yang diperoleh sebesar 41,35%. Sulistiowati (2017) melakukan sintesis minyak terpenin menjadi α -terpineol menggunakan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) teraktivasi dengan pelarut isopropil alkohol. Pada penelitian tersebut menghasilkan konversi α -terpineol tertinggi yaitu sebesar 4,87% dengan konsentrasi katalis 15% pada waktu reaksi optimal 180 menit.

Pada penelitian kali ini dilakukan sintesis α -terpineol dari minyak terpenin menggunakan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) dengan variasi jenis *solubility promotor* yaitu isopropil alkohol dan etanol, dan waktu reaksi 60, 120, 180, 240, dan 300 menit.

Metode

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah mortar, ayakan, neraca analitik, kertas saring, *oven*, *furnace*, desikator, *hot plate*, labu leher tiga, *magnetic stirrer*, pendingin balik, termometer, *sentrifuge*, dan corong pisah. Bahan yang digunakan adalah minyak terpenin, Zeolit Alam Lampung (ZAL), *solubility promotor* (isopropil alkohol dan etanol), HCl, *aquadest*, dikloromentana, Na_2CO_3 dan Na_2SO_4 . Prosedur kerja pada penelitian ini meliputi: preparasi, aktivasi dan karakterisasi ZAL, reaksi hidrasi minyak terpenin menjadi α -terpineol, serta analisis dengan menggunakan *Gas Chromatography* (GC) dan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS).

Pada tahap preparasi, ZAL diayak dengan ukuran 100 *mesh*, kemudian dicuci dengan *aquadest*. Kemudian ZAL yang sudah bersih dikeringkan di dalam *oven* dengan suhu 200°C selama 2 jam. Setelah tahap preparasi selesai, selanjutnya ZAL diaktivasi. Sebanyak 300 gram ZAL direndam dengan larutan HCl 4 molar sebanyak 1 liter. Kemudian ZAL dicuci dengan *aquadest* sampai pH menjadi netral. Setelah itu ZAL dikeringkan di dalam *oven* dengan suhu 110°C selama 3 jam, kemudian dikalsinasi di dalam *furnace* dengan suhu 400°C selama 3 jam. Selanjutnya ZAL yang sudah diaktivasi dilakukan analisis menggunakan metode *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui perbandingan rasio Si/Al dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk menganalisa karakteristik padatan yang dihasilkan.

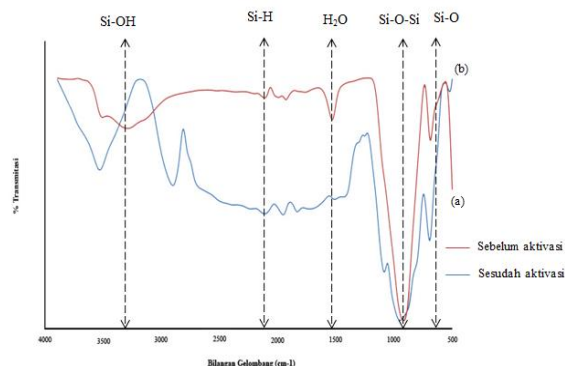
Reaksi hidrasi dilakukan dengan mengaduk campuran minyak terpenin, *solubility promotor* dan *aquadest* di dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan termometer dan *magnetic stirrer*. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai suhu 83°C. Setelah tercapai suhu 83°C, selanjutnya dimasukkan 15% ZAL yang telah diaktivasi. Pengambilan sampel dilakukan pada waktu reaksi 60, 120, 180, 240 dan 300 menit.

Hasil dan Pembahasan

Zeolit alam pada umumnya memiliki kristalinitas yang tidak terlalu tinggi, ukuran porinya sangat tidak beragam, aktivitas katalitiknya rendah, dan mengandung banyak pengotor (Handoko, 2002). Untuk meningkatkan kinerja dari zeolit perlu dilakukan aktivasi terlebih dahulu. ZAL yang sudah diayak kemudian dicuci dengan *aquadest* untuk melarutkan kotoran pada permukaan zeolit. ZAL yang sudah bersih dikeringkan di dalam *oven* dengan suhu 200°C selama 2 jam untuk menguapkan air dan kotoran

yang larut dengan air. Selanjutnya ZAL direndam dengan larutan HCl 4 molar sebanyak 1 liter untuk mengurangi kandungan Al pada zeolit. Berkurangnya kandungan Al dapat meningkatkan rasio Si/Al di dalam kerangka zeolit, sehingga dapat meningkatkan keasaman dan selektivitas dari zeolit. Kemudian ZAL dicuci dengan *aquadest* sampai pH menjadi netral untuk menghilangkan ion Cl⁻. Setelah itu ZAL dikeringkan di dalam *oven* dengan suhu 110°C selama 3 jam, kemudian dikalsinasi di dalam *furnace* dengan suhu 400°C selama 3 jam. Selanjutnya ZAL didinginkan dan disimpan di dalam desikator.

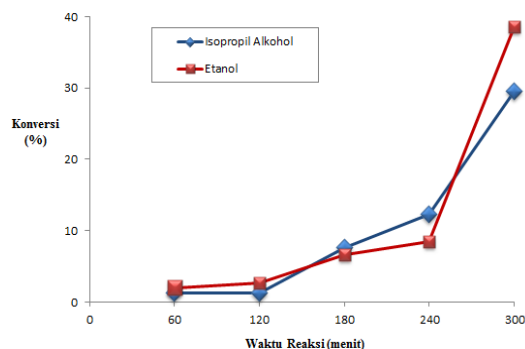
ZAL yang sudah diaktivasi dilakukan analisis dengan menggunakan FT-IR dan XRF. Berikut adalah spektrum analisis *Fourier Transform Infrared* (FT-IR).



Gambar 1. Spektrum IR Zeolit Alam Lampung (ZAL)

Berdasarkan Gambar 1. dapat dilihat adanya bilangan gelombang pada zeolit (a) sebesar 787,78 cm^{-1} dan (b) sebesar 794,61 cm^{-1} yang menunjukkan adanya simetris Si-O, dimana zeolit (a) pita serapannya lebih tajam dibandingkan pita serapan zeolit (b) karena perlakuan penambahan asam, sehingga menyebabkan pertukaran ion antara asam dengan Al atau disebut dealuminasi. Selain itu, muncul puncak serapan pada zeolit (a) sebesar 1017,96 cm^{-1} dan zeolit (b) sebesar 1049,29 cm^{-1} menunjukkan adanya asimetris Si-O-Si dan Al-O-Al. Zeolit (a) puncak yang terbentuk lebih tajam dibandingkan zeolit (b), hal itu terjadi karena jumlah Si pada zeolit (b) lebih sedikit jika dibandingkan dengan zeolit (a) namun pada zeolit (b) terjadi penurunan jumlah Al pada kerangka zeolit. Pita serapan pada zeolit (a) sebesar 1632,93 cm^{-1} dan (b) sebesar 1612,44 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk H-O-H yang teradsorpsi kedalam zeolit. Pada zeolit (a) muncul puncak gugus molekul air yang lebih landai, namun pada zeolit (b) puncak lebih tajam dikarenakan proses pemanasan yang menyebabkan berkurangnya kandungan air di dalam zeolit. Pada bilangan gelombang zeolit (a) sebesar 2214,20 cm^{-1} dan zeolit (b) sebesar 2215,48 cm^{-1} menunjukkan serapan Si-H yang disebabkan karena penambahan asam, sehingga muncul Si yang mengikat H. Selain itu, terlihat puncak bilangan gelombang pada zeolit (a) sebesar 3395,41 cm^{-1} dan zeolit (b) sebesar 3634,61 cm^{-1} yang menunjukkan puncak khas untuk vibrasi ulur gugus Si-OH yaitu gugus hidroksil, dimana terlihat bahwa pada zeolit (a) lebih tajam dibandingkan dengan zeolit (b), hal tersebut menunjukkan bahwa keberadaan Si yang berikatan dengan OH pada zeolit (a) lebih banyak dibandingkan zeolit (b), karena pada zeolit (b) yang telah diaktivasi memiliki kandungan Si yang lebih sedikit.

Selanjutnya ZAL dianalisis dengan menggunakan XRF untuk mengetahui unsur yang ada di dalam zeolit. Perbandingan rasio Si/Al pada ZAL sebelum dilakukan aktivasi yaitu 5,54, sedangkan setelah diaktivasi yaitu 7,45. Semakin tinggi rasio Si/Al, maka semakin tinggi keasamaan atau semakin banyak situs asam pada zeolit. Dengan meningkatnya situs asam, maka akan meningkatkan keaktifan zeolit (Nuryono *et al.*, 2002). Menurut Triantafillidis (2000), semakin banyak kandungan Al dalam zeolit atau rasio Si/Al menurun, maka akan menyebabkan kekuatan atau total situs asam zeolit menurun.



Gambar 2. Kurva pengaruh *solubility promotor* dan waktu reaksi terhadap konversi α -Terpineol

Pada Gambar 2. menunjukkan bahwa setiap variasi *solubility promotor* cenderung mengalami peningkatan konversi. Namun pada waktu reaksi 300 menit kenaikan yang terjadi sangat tinggi yaitu sebesar 29,54% pada *solubility promotor* isopropil alkohol dan 38,62% pada *solubility promotor* etanol.

Pada penelitian ini bahan baku utama yang digunakan adalah minyak terpenin dan *aquadest*. Minyak terpenin dan *aquadest* merupakan dua senyawa yang tidak bisa bercampur dengan baik, sehingga untuk mempercepat reaksi pembentukan α -terpineol dari minyak terpenin dibutuhkan *solubility promotor* atau pelarut yang bisa melarutkan minyak terpenin (Daryono, 2015). *Solubility promotor* atau pelarut juga bertindak sebagai kontrol suhu, salah satunya untuk meningkatkan energi dari tumbukan partikel, sehingga partikel-partikel tersebut dapat bereaksi lebih cepat atau untuk menyerap panas yang dihasilkan selama reaksi eksotermis. *Solubility promotor* atau pelarut yang digunakan dalam penelitian ini adalah isopropil alkohol dan etanol.

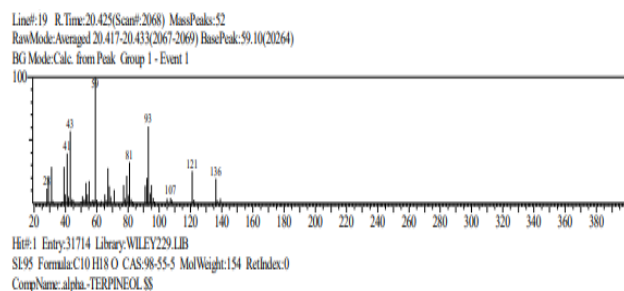
Isopropil alkohol memiliki gugus $-OH$ yang bersifat hidrofilik yang akan menarik molekul-molekul air, sehingga mampu melarutkan molekul air yang bersifat polar. Selain itu isopropil alkohol juga memiliki gugus alkil $-CH_2$. Gugus alkil $-CH_2$ pada isopropil alkohol merupakan gugus alkil yang memiliki rantai karbon yang pendek, sehingga tingkat kepolarannya sangat tinggi. Oleh karena itu, pada campuran minyak terpenin, *aquadest*, dan isopropil alkohol tidak menyatu atau tidak larut dengan sempurna.

Etanol memiliki titik didih yang lebih rendah dibandingkan dengan isopropil alkohol, sehingga sangat larut dalam air dan juga memudahkan pemisahan minyak dari *solubility promotor* dalam proses distilasi. Selain itu, etanol mempunyai kelarutan yang relatif tinggi dan bersifat *inert*, sehingga tidak bereaksi dengan komponen lainnya. Etanol adalah *solubility promotor* yang memiliki gugus hidrofilik ($-OH$) yang mampu melarutkan molekul air yang bersifat polar. Selain gugus $-OH$, etanol memiliki gugus alkil ($R-$) yaitu CH_3CH_2- yang dapat mengikat bahan nonpolar. CH_3CH_2- pada etanol termasuk gugus alkil yang memiliki rantai karbon yang panjang, sehingga tingkat kepolaran etanol sangat rendah. Oleh karena itu, pada campuran minyak terpenin, *aquadest* dan etanol dapat menyatu atau larut.

Harga momen dipol dan konstanta dielektrik juga mempengaruhi kepolaran suatu *solubility promotor* atau pelarut. Isopropil alkohol memiliki harga momen dipol dan konstanta dielektrik yang lebih kecil dibandingkan etanol, sehingga etanol lebih polar dibandingkan dengan isopropil alkohol.

Selain *solubility promotor*, waktu reaksi juga berpengaruh terhadap konversi minyak terpenin menjadi α -terpineol. Semakin lama waktu reaksi, maka semakin tinggi pula konversi α -terpineol yang dihasilkan. Hal itu dikarenakan campuran minyak terpenin, *aquadest* dan *solubility promotor* di dalam labu leher tiga semakin lama akan semakin larut dan semakin homogen yang disebabkan karena pengadukan dan gerakan sangat aktif dari reaktan, serta situs aktif katalis juga semakin meningkat, sehingga konversi minyak terpenin menjadi α -terpineol semakin meningkat.

Dari pembahasan diatas dapat diperoleh kesimpulan bahwa jenis *solubility promotor* terbaik yaitu etanol pada waktu reaksi optimum 300 menit dengan konversi minyak terpenin menjadi α -terpineol tertinggi yaitu sebesar 38,62%.



Gambar 3. Spektrum massa *peak* ke-19

Berdasarkan Gambar 3. spektrum massa dari *peak* ke-19 membuktikan bahwa terbentuk senyawa *α-terpineol* dengan berat molekul yaitu 154 dan rumus molekul $C_{10}H_{18}O$.

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisis GC dan GC-MS yang telah dilakukan pada sintesis *α-pinene* menjadi *α-terpineol* dengan menggunakan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL), maka dapat disimpulkan bahwa hasil karakterisasi ZAL setelah diaktivasi didapatkan nilai Si/Al yaitu sebesar 6,11 dan luas permukaan sebesar 35,25 m^2/g . Hasil *solubility promotor* dan waktu reaksi terbaik dengan konversi *α-terpineol* tertinggi yaitu etanol pada waktu reaksi 300 menit dengan kadar yang diperoleh sebesar 38,62%.

Daftar Pustaka

- Abdulgani, M. 2002. *Gondorukem dan Terpentin Indonesia*. Perum Perhutani Unit I Jawa Tengah: Semarang
- Amalia, N., Siadi, K., dan Latifah. 2013. *Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi α-Pinene menjadi α-Terpineol Terkatalis Zeolit Alam Teraktivasi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang
- Elvianto, D. 2015. Sintesis *α*-Pinene menjadi *α*-Terpineol menggunakan Katalis H_2SO_4 dengan Variasi Suhu Reaksi dan Volume Etanol. Malang
- Handoko, D.S.P. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal, dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dan Preparasi Katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*, 3(2): 103-109
- Hermiyati, R. 2017. Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi pada Sintesis *α*-Terpineol dari Terpentin dengan menggunakan Katalis Zeolit Alam Lampung. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Lampung
- Sulistiowati, D. 2017. Pengaruh Katalis dan Waktu Reaksi pada Sintesis *α*-Terpineol dari Terpentin dengan menggunakan Katalis Zeolit Alam Lampung Teraktivasi. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Lampung
- 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- 3019