

Pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi pada sintesis α -terpineol dari terpentin dengan katalis zeolit alam Lampung teraktivasi

Herti Utami^{1,*}, Simparmin Br Ginting¹ dan Eka Nanda Putriani¹

¹⁾ Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jl. Soemantri Brodjonegoro No.1, Bandar Lampung
*E-mail: herti.utami@eng.unila.ac.id.

Abstrak

Pohon pinus yang dibudidayakan di Indonesia sebagian besar adalah jenis pinus merkussi yang terdiri dari dua komponen utama yaitu gondorukem (60%) dan minyak terpentin (10-17,5%). Hasil utama penyulingan getah pinus yaitu berupa minyak terpentin. Minyak terpentin yang diperoleh memiliki kandungan α -pinene yang bisa dihidrasi untuk menghasilkan α -terpineol dengan menggunakan katalis heterogen berupa zeolit alam dapat menjadi alternatif baru sebagai pengganti katalis homogen asam cair. Pada penelitian ini, dipelajari pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi pada sintesis α -terpineol dari terpentin dengan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) teraktivasi dengan isopropil alkohol sebagai *solubility promoter*. Zeolit alam Lampung sebelum digunakan sebagai katalis dilakukan aktivasi secara kimia dan fisika untuk menghilangkan pengotor dan meningkatkan keasaman. Untuk mengetahui karakteristik zeolit, dilakukan analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF). Variabel yang digunakan dalam sintesis α -terpineol dari terpentin adalah kecepatan pengadukan (300, 400 dan 500 rpm) dan waktu reaksi (60, 120, 180, dan 240 menit). Senyawa hasil reaksi di uji dengan GC dan GCMS. Dari hasil penelitian diperoleh konversi tertinggi pada variasi kecepatan pengadukan 500 rpm dan waktu 240 menit sebesar 33,2363%.

Kata kunci: α -Terpineol, Terpentin, Zeolit Alam Lampung

1. Pendahuluan

Indonesia dikenal sebagai negara agraris yang berarti negara yang mengandalkan sektor pertanian sebagai sumber mata pencaharian. Hutan pinus merupakan salah satu hutan kayu yang sangat luas di Indonesia. Pohon pinus yang dibudidayakan di Indonesia sebagian besar adalah jenis pinus *merkussi Jungh et de Vr*. Getah pinus terdiri dari dua komponen utama yaitu gondorukem sebesar

60% dan minyak terpentin sebesar 10-17.5%. Hasil utama penyulingan getah pinus yaitu berupa minyak terpentin.

Minyak terpentin berupa cairan yang mudah menguap, berasal dari hasil penyulingan getah pinus yang tergolong dalam genus pinus. Untuk mendapatkan nilai tambah α -pinene yang terdapat dalam minyak terpentin, dapat dilakukan reaksi hidrasi untuk menghasilkan terpineol dengan menggunakan

katalis asam. Senyawa terpineol dapat diaplikasikan sebagai parfum, pembasmi serangga, anti jamur dan desinfektan.

Katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah Zeolit Alam Lampung (ZAL) teraktivasi. Penggunaan katalis heterogen berupa zeolit alam dapat menjadi alternatif baru sebagai pengganti katalis homogen asam cair. Zeolit alam memiliki sifat berupa kemampuan untuk meningkatkan selektivitas, proses yang lebih bersih, lebih ekonomis, mudah didapatkan dan ramah lingkungan. Beberapa penelitian yang telah mempelajari sintesis *a-terpineol* dari

a-pinene dengan menggunakan katalis zeolit alam. Wijayati dkk (2014) telah melakukan penelitian pengaruh temperatur dan waktu reaksi pada reaksi hidrasi *a-pinene* dari minyak terpineol dengan katalis zeolit alam dan hasil terbaik diperoleh dengan selektivitas 59,12%, temperatur 65°C dan waktu 120 menit. Amalia dkk (2013) telah melakukan penelitian pengaruh temperatur terhadap reaksi *a-pinene* menjadi *a-terpineol* dengan katalis zeolit alam. Hasil terbaik diperoleh pada temperatur 70°C dengan kadar 68,53%. Susilawati dkk (2017) telah melakukan penelitian sintesis senyawa *a-terpineol* dari minyak terpineol dengan menggunakan katalis padat heterogen, yakni zeolit alam, khususnya Zeolit Alam Lampung dengan variasi waktu reaksi dan katalis. Hasil terbaik

diperoleh konsentrasi katalis 15% pada waktu reaksi optimal 180 menit yang menghasilkan konversi *a-terpineol* tertinggi 4,86%.

Hermiati (2017) melakukan sintesis minyak terpineol menjadi *a-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%.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis

a-terpineol dari *a-pinene* dengan katalis heterogen yakni zeolit alam, khususnya Zeolit Alam Lampung (ZAL). Dengan variasi kecepatan pengadukan 300, 400 dan 500 rpm dan waktu reaksi 60, 120, 180, dan 240 menit.

2. Metodologi

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan, oven, kertas saring, labu leher tiga, hotplate, pengaduk magnetik, termometer, corong pisah, alat sentrifugasi, furnace. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak terpineol, ZAL, HCl, akuades, isopropil alkohol, Na₂CO₃, Na₂SO₄ dan diklorometana.

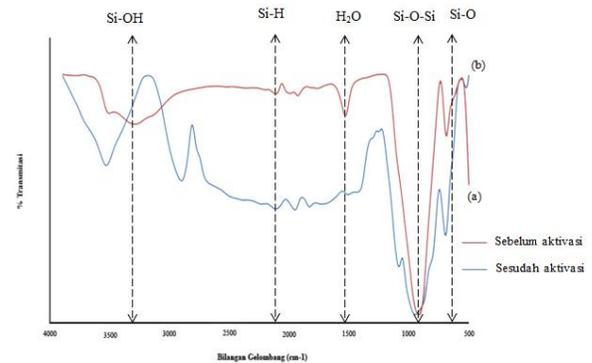
Prosedur dalam penelitian ini meliputi perlakuan awal zeolit yaitu aktivasi dengan perlakuan kimia dan fisika. Pada tahap preparasi, ZAL diayak dengan ayakan 100 mesh, dan dicuci dengan akuades untuk melarutkan kotoran pada permukaan zeolit. Selanjutnya

zeolit dikeringkan dalam *oven* dengan suhu 200°C selama 2 jam. Setelah preparasi zeolit selesai, ZAL sebanyak 300gram direndam dengan larutan HCl 4 M sebanyak 1 L. Setelah direndam dengan ZAL dicuci dengan akuades yang bertujuan untuk menghilangkan ion Cl⁻ hingga pH netral. Selanjutnya zeolit dikeringkan di dalam *oven* dengan suhu 100°C selama 3 jam. Kemudian dikalsinasi dengan *furnace* dengan suhu 400°C selama 3 jam.

Reaksi hidrasi dilakukan dalam labu leher tiga dengan 20 mL terpentin, 109 mL akuades dan 80 mL isopropil alkohol. Labu dilengkapi dengan termometer dan *magnetic stirrer*. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai suhu 83°C, setelah suhu tercapai dimasukan ZAL yang telah diaktivasi sebanyak 15%.

3. Hasil dan pembahasan

Zeolit dapat digunakan sebagai katalis jika kandungan Si/Al yang tinggi, mengandung asam (H⁺) dan tidak ada pengotor dalam pori-pori zeolit. Untuk mengetahui kandungan Si/Al pada ZAL dapat diuji dengan FTIR dan XRF. ZAL yang teraktivasi dengan cara kimia dan fisika kemudian dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus serapan yang terkandung dalam zeolit alam seperti pada gambar 1



Gambar 1. Hasil Analisis FTIR Zeolit Alam Lampung.

Dari Gambar 1 terlihat adanya serapan gelombang pada zeolit (a) sebesar 788,70 cm⁻¹ dan zeolit (b) sebesar 794,61 cm⁻¹ yang menunjukkan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk Si-O dimana zeolit (a) memiliki pita serapannya lebih tajam dibandingkan pita serapan zeolit (b) yang disebabkan perlakuan aktivasi penambahan asam yang menyebabkan pertukaran ion antara asam dengan Al (dealuminasi) sehingga jumlah Si pada zeolit yang telah diaktivasi lebih banyak. Pada Gambar 1 dapat juga dilihat adanya asimetris Si-O-Si dan Al-O-Al pada puncak serapan pada zeolit (a) sebesar 1017,96 cm⁻¹ dan zeolit (b) sebesar 1048,29 cm⁻¹. Pada tahap ini zeolit yang sudah diaktivasi dengan HCl akan menyebabkan dealuminasi, sehingga terjadi penurunan Al pada zeolit (b). Dimana puncak yang terbentuk pada zeolit (a) lebih tajam dibandingkan dengan zeolit (b). Pita serapan pada zeolit (a) sebesar 1632,93 cm⁻¹ dan zeolit (b) sebesar 1612,44 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi tekuk H-O-H yang teradsorpsi kedalam puncak zeolit.

Pada zeolit (b) terdapat puncak yang lebih tajam dikarenakan pemanasan yang menyebabkan air menguap dan zeolit kekurangan air. Pada Gambar 1 juga muncul puncak pada zeolit (a) sebesar $2214,20 \text{ cm}^{-1}$ dan zeolit (b) sebesar $2215,48 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-H karena adanya penambahan asam. Berdasarkan pada Gambar 1 (a) dan (b) terlihat puncak pada bilangan gelombang $3395,41 \text{ cm}^{-1}$ dan $3634,61 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan puncak khas untuk vibrasi ulur gugus Si-OH (gugus hidroksil).

ZAL dikarakterisasi dengan menggunakan XRF untuk mengetahui yang terdapat dalam mineral atau batuan yang bisa dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Analisis XRF Zeolit Alam Lampung.

Komponen	Sebelum aktivasi (%)	Sesudah Aktivasi (%)
Si	13,636	11,473
Al	75,598	79,212

Rasio Si/Al pada ZAL setelah diaktivasi lebih tinggi dibandingkan sebelum aktivasi. Pada ZAL sebelum aktivasi nilai Si/Al sebesar 5,54. Sedangkan setelah aktivasi sebesar 6,9. Semakin tinggi nilai Si/Al maka semakin tinggi keasaman pada zeolit. Dengan meningkatnya situs asam maka akan meningkatkan keaktifan zeolite.

Dalam proses sintesis *a-terpineol* dari *a-pinene* dengan katalis ZAL

teraktivasi terdapat beberapa faktor penting yang mempengaruhi hasil reaksi yaitu kecepatan pengadukan dan lama waktu reaksi.

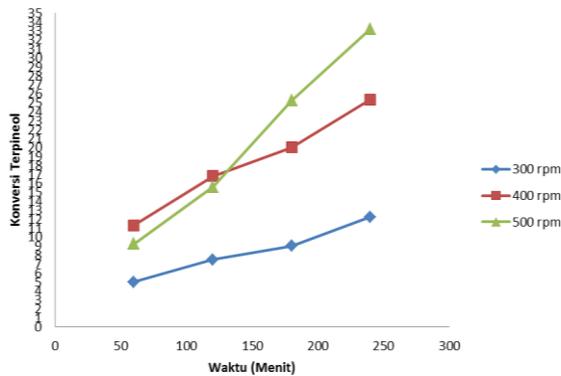
Pengadukan dapat memperluas bidang kontak dengan meningkatnya kecepatan pengadukan, sehingga meningkatkan homogenitas dari suatu campuran. Proses pengadukan dapat meningkatkan pergerakan partikel. Dengan meningkatnya pergerakan partikel, maka peristiwa tumbukan dan kontak antar partikelpun akan semakin sering. Dengan demikian, reaksi kimia akan berlangsung cepat.

Oleh karena itu, agar reaksi berlangsung lebih cepat, maka zat yang bereaksi memerlukan pengadukan.

Waktu reaksi berbanding lurus dengan produk yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi semakin banyak produk yang dihasilkan karena keadaan ini akan memberikan kesempatan terhadap molekul-molekul reaktan untuk bertumbukan satu sama lain lebih lama. Namun setelah kesetimbangan tercapai tambahan waktu reaksi tidak mempengaruhi reaksi, melainkan dapat menyebabkan produk berkurang karena reaksi balik.

Hasil sintesis *a-terpineol* dari *a-pinene* dengan katalis ZAL teraktivasi dianalisis menggunakan GC dan GCMS. Berikut hasil analisis

GC yang disajikan dalam bentuk grafik berikut ini.



Gambar 2. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan dan Waktu Reaksi Terhadap Konversi *a-terpineol*.

Dari grafik tersebut dapat dilihat kadar terpineol tertinggi yaitu pada variasi kecepatan 500 rpm dengan waktu reaksi 240 menit. Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan, maka konversi *a-pinene* yang dihasilkan akan semakin meningkat.

Pencampuran yang baik dapat menurunkan tahanan perpindahan massa dan panas secara konveksi. Tingkat pencampuran ditunjukkan oleh tingkat turbulensi cairan pereaksi. Penurunan tahanan perpindahan massa terutama penting untuk reaksi-reaksi heterogen. Dengan berkurangnya tahanan perpindahan massa, makin banyak molekul-molekul yang dapat mencapai fase reaksi, sehingga meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi.

Pengadukan diperlukan agar pencampuran berlangsung dengan baik dan untuk memperbesar terjadinya tumbukan antara molekul-molekul zat yang bereaksi. Jika kecepatan pengadukan makin besar, maka jumlah tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi makin bertambah, sehingga faktor frekuensinya semakin besar dan konstante kecepatan reaksi juga semakin meningkat. Pengadukan ini sangat diperlukan karena untuk membantu kontak antara lapisan minyak yaitu terpentin yang mengandung *a-pinene* dengan air (Utami, dkk, 2012).

Dari Gambar 2 dapat diketahui semakin tinggi kecepatan pengadukan, semakin tinggi konversi yang dihasilkan. Begitu juga dengan semakin lama waktu reaksi yang berlangsung mempengaruhi konversi *a-pinene* yang dihasilkan. Semakin tinggi waktu reaksi, semakin tinggi konversi *a-pinene*.

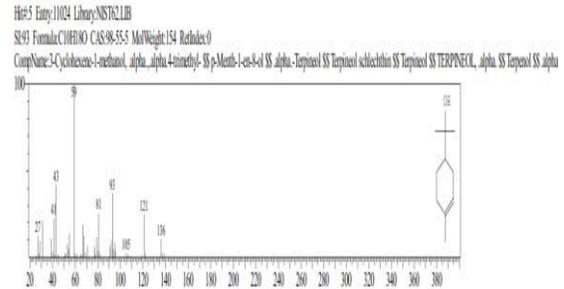
Utami dkk (2010) melakukan penelitian tentang sintesis *a-terpineol* dari terpentin dengan katalisator asam kloroasetat secara *batch* dimana melakukan kecepatan pengadukan 264 rpm, 546 rpm dan 954 rpm dan diperoleh hasil optimum pada 546 rpm. Pakdell *et. al* (2001) melakukan penelitian tentang *a-terpineol* dari hidrasi *crude sulphate terpentin oil*, dimana melakukan reaksi pada

range waktu 2-16 jam diperoleh hasil pada waktu 2-4 jam konversi

α-terpineol semakin meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa *α-terpineol* pada waktu 2 jam tersebut mulai terbentuk dan optimum pada waktu 4 jam dimana *α-pinene* terkonversi sempurna menjadi *α-terpineol*. Akan tetapi pada waktu lebih dari 4 jam konversi *α-terpineol* yang diperoleh mengalami penurunan dikarenakan terjadi pembentukan produk samping berupa *α-terpinene*, *β-terpinene*, *γ-terpinene* dan *1.8-terpinene*.

Hasil penelitian Pakdell *et. al* (2001) sesuai dengan penelitian ini, dimana konversi tertinggi *α-terpineol* sebesar 33,23% didapat pada variasi kecepatan pengadukan 500 rpm dan waktu reaksi 240 jam. Sehingga pada penelitian ini waktu yang paling optimum digunakan untuk sintesis minyak terpenin yang mengandung *α-pinene* menjadi *α-terpineol* yaitu variasi kecepatan 500 rpm dengan waktu reaksi 240 menit.

Analisis dilakukan dengan spektrum massa bertujuan untuk mengetahui senyawa hasil reaksi hidrasi *α-pinene*. Hasil Spektrum Gas Chromatografi Mass Spectrometry (GCMS) dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil Analisis GCMS.

Dari Gambar 3, hasil analisis dengan GC/MS mengindikasikan terbentuknya produk senyawa *α-terpineol*. Spektrum massa dari *peak* 19 membuktikan bahwa senyawa yang terbentuk adalah *α-terpineol* dengan berat molekul yaitu 154 dan rumus molekulnya $C_{10}H_{18}O$.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa hasil reaksi terbaik dalam sintesis terpenin menjadi *α-terpineol* menggunakan katalis Zeolit Alam Lampung (ZAL) teraktivasi dengan konversi *α-terpineol* tertinggi yaitu sebesar 33,23% pada variasi kecepatan pengadukan 500 rpm dengan waktu reaksi 240 menit. Dimana semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan pada sintesis *α-pinene* menjadi *α-terpineol*, maka akan menghasilkan konversi *α-terpineol* semakin banyak.

Daftar Pustaka

Amalia, N., Siadi, K., dan Latifah (2013) Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi *α-Pinena* menjadi *α-Terpineol* terkatalis Zeolit Alam

- Teraktivasi, Laporan Penelitian, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
- Pakdell, H., Sarron, S., Roy, C., (2001) *α -Terpineol from Hydration of Crude Sulfate Turpentine Oil*. J.Agric. Food Chem., v.49, 4337-4341.
- Susilawati, D. (2017) Pengaruh Konsentrasi dan Waktu Reaksi pada Reaksi Hidrasi Terpentin Menjadi α -Terpineol. Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung.
- Utami, H., Budiman, A., Sutijan, Roto, dan Sediawan, W.B., (2010) *Synthesis of α -Terpineol from Turpentine by Hydration in a Batch Reactor*, Proceedings 17th ASEAN Regional Symposium on Chemical Engineering, Bangkok, Thailand.
- Utami, H., Sutijan, Roto, dan Sediawan, W.B., (2012) Sintesis *α -Terpineol* dari Terpentin engan Katalisator Asam Khloro Asetat Secara *Batch*, Jurnal Ilmiah Sains dan Teknologi, Institut Teknologi Surabaya, Vol 11., No.1, 27-31.
- Wijayati, N., Supartono, dan Kusuma, S.B.W. (2014) Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Reaksi Hidrasi α -Pinena dari Minyak Terpentin dengan Katalis Zeolit Alam Semarang, Jurusan Kimia, FMIPA UNNES.