

PENGARUH WAKTU REAKSI PADA KONVERSI α -PINEN MENJADI TERPINEOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM SULFAT

Dwi Muharani, Tatang Shabur Julianto., Dwiarso Rubiyanto

Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta

Email: dwi_rhani@yahoo.com

ABSTRACT

A study toward effect of reaction time on the conversion of α -pinene into terpineol using sulfuric acid catalyst has been done. α -pinene conversion process was done using a terpineol hydration method with variations of reaction time 1, 4, 5, 6, and 7 hours. Mixture used was α -pinene, H_2SO_4 , and distilled water in the ratio 1: 1: 5 in refluxing acetone medium at a temperature of 80-85°C. Subsequent reaction products were analyzed using GC-MS instrument and GC. The results showed that the optimum time of conversion of α -pinene into terpineol was 6 hours by the number of α -pinene that has converted selectivity were 82,2% and 60,21% for terpineol.

Keywords: α -pinene, hydration, reaction time, GC-MS, GC, sulfuric acid.

ABSTRAK

Penelitian terhadap variasi waktu dalam konversi α -pinene menjadi terpeniol menggunakan katalis asam sulfat telah dilakukan. Konversi α -pinene dilakukan menggunakan metode hidrasi dengan variasi waktu; 1 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam dan 7 jam. Larutan yang terdiri dari α -pinene, H_2SO_4 dan aquades dengan perbandingan 1:1:5 direfluks dalam medium aseton pada temperatur 80-85°C. Hasil refluks dianalisis menggunakan GC-MS dan GC. Hasil analisis menunjukkan waktu optimum untuk reaksi konversi α -pinene menjadi terpeniol yaitu 6 jam dengan jumlah 82,2 % dan selektifitas terpeniol 60,21 %.

Kata kunci: α -pinene, hidrasi, waktu reaksi, GC-MS, GC, asam sulfat

PENDAHULUAN

Minyak terpenin merupakan salah satu jenis minyak atsiri yang dapat diperoleh dari getah pinus dan dapat dihasilkan dari kayu pohon pinus. Minyak terpenin berasal dari pohon pinus yang diambil getahnya dengan cara disadap pada bagian pohonnya dengan menggunakan alat khusus. Komponen yang terdapat dalam minyak terpenin bervariasi tergantung pada jenis pohon penghasil, umur, musim sadap dan cara mengisolasi. Pada umumnya minyak

terpenin terdiri dari beberapa komponen yaitu α -pinen, osimen, β -pinen, careen dan limonen. Rumus kimia dari terpenin adalah $C_{10}H_{16}$. Minyak terpenin mempunyai beberapa manfaat diantaranya digunakan dalam berbagai bidang industri, misalnya pada industri cat digunakan sebagai pengencer (*thiner*), sebagai perekat dan pelarut lilin, industri parfum, dan industri farmasi misalnya digunakan sebagai obat luar.

Minyak terpentin termasuk dalam ategori minyak atsiri hidrokarbon yang mempunyai sifat-sifat seperti larut dalam alkohol, eter, kloroform, asam asetat glacial, serta bersifat optis aktif. Salah satu komponen yang terdapat dalam minyak terpentin adalah α -pinen. Kegunaan dari α -pinen sangat banyak, contohnya dapat digunakan dalam bidang farmasi dan industri parfum.

Senyawa α -pinen yang terdapat dalam terpentin dapat dikonversi menjadi terpineol yang dapat diperoleh menggunakan metode hidrasi dengan katalis asam. Terpineol merupakan senyawa yang mempunyai banyak manfaat dibidang farmasi dan didunia kedokteran misalnya digunakan sebagai antikanker, dalam industri sabun, parfum, serta disinfektan. Selain itu, terpineol juga dapat digunakan sebagai relaksasi karena memiliki aroma yang harum. Di Indonesia kebutuhan terpineol masih didatangkan dari luar negeri paling banyak yaitu dari Negara Cina. Konversi α -pinen menjadi terpineol telah banyak dilakukan dengan menggunakan katalis asam, baik yang menggunakan katalis asam heterogen maupun katalis homogen. Menurut Pakdel, ternyata dengan komposisi asam sulfat, α -pinen, waktu dan mol yang berbeda maka konsentrasi produk yang dihasilkan juga akan berbeda. Untuk itu perlu ditinjau khususnya untuk variasi waktu apakah berpengaruh terhadap konsentrasi produk yang dihasilkan.

Berdasarkan informasi di atas maka perlu dilakukan penelitian lanjutan mengenai pengaruh waktu destilasi terhadap konversi senyawa α -pinen menjadi terpineol agar dapat diketahui pada waktu berapa lama terbentuk terpineol dalam jumlah yang dominan. Pada umumnya pemisahan komponen-komponen dalam penelitian ini menggunakan metode destilasi fraksinasi. Metode ini digunakan karena setiap komponen yang ada dalam minyak terpentin mempunyai perbedaan titik didih yang berbeda-beda dan untuk memperoleh hasil yang lebih teliti serta menghindari rusaknya komponen karena pengaruh suhu pada destilasi biasa.

METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Minyak Terpentin, Asam Sulfat p.a, Aseton p.a, Akuades, Aluminium Foil.

2.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah satu set alat destilasi fraksinasi, satu set alat refluks, GC, GC-MS, Alat-alat gelas.

2.3 Prosedur

Analisis Pendahuluan

Dalam Penelitian ini dilakukan analisis pendahuluan pada minyak terpentin dengan menggunakan GC-MS untuk

mengetahui komponen-komponen yang terkandung dalam minyak terpentin.

Pemisahan α -pinen dengan distilasi fraksinasi

Alat distilasi fraksinasi dirangkai sesuai dengan yang di tunjukkan pada gambar 6. Sebanyak 100 mL minyak terpentin dimasukkan dalam labu leher tiga. Kemudian proses distilasi fraksinasi dilakukan sampai destilat keluar dan ditampung dalam labu jantung 1, ketika temperatur meningkat labu jantung digeser ke labu jantung 2 untuk menampung destilat yang selanjutnya. Destilat yang telah tertampung dalam labu jantung kemudian di analisis menggunakan instrumen GC-MS untuk mengetahui kandungan α -pinen.

Konversi α -pinen menjadi terpineol

Langkah konversi α -pinen menjadi terpineol menggunakan minyak terpentin dengan kandungan α -pinen 85,8% yang diperoleh dari hasil fraksinasi dilakukan dengan mengikuti kondisi reaksi berikut:

Tabel 1. Tabel variasi waktu

Waktu (jam)	α -pinen (mL)	Aseton (mL)	H ₂ SO ₄ (mL)	H ₂ O (mL)
1	10	30	2,9	4,9
4	10	30	2,9	4,9
5	10	30	2,9	4,9
6	10	30	2,9	4,9
7	10	30	2,9	4,9

Campuran diaduk hingga homogen dengan menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 300-500 rpm dan direfluks pada temperatur 75-85°C untuk semua variasi waktu reaksi, setelah direfluks larutan didinginkan kemudian dipisahkan lapisan minyak dan aseton. Lapisan minyak ditambahkan dengan natrium sulfat anhidrat, kemudian dievaporasi hingga bebas pelarut.

Analisis Senyawa

Produk reaksi yang diperoleh kemudian di analisis menggunakan GC-MS dan GC untuk menentukan jumlah α -pinen yang terkonversi menjadi terpineol.

Analisis menggunakan instrumen GC-MS

Sebanyak 1 μ L produk reaksi di injeksikan dalam instrumen GC-MS. Sebelum digunakan GC-MS di optimasi terlebih dahulu dengan kondisi suhu injektor 280°C, suhu kolom 60-310°C, waktu pengambilan sampel 1 menit, gas pembawa He, tekanan 13,7 KPa, aliran kolom 0,55 mL/m, total flow 58,8mL/m, jenis pengion *EI* (*electron impact*) 70 eV.

Analisis menggunakan instrumen GC

Dilakukan optimasi pada alat GC dengan kondisi suhu injektor 240°C, suhu detektor 240°C, suhu kolom 80°C, jenis detektor FID, gas pembawa He, kecepatan alir gas 2,6 mL/m. Setelah optimasi

dilakukan maka alat GC siap untuk digunakan.

Sebanyak 1 μL produk reaksi diinjeksikan dengan syringe pada alat GC. Dilakukan langkah yang sama untuk produk reaksi dalam berbagai variasi waktu.

Dilakukan optimasi pada alat GC dengan kondisi suhu injektor 240°C , suhu detektor 240°C , suhu kolom 80°C , jenis detektor FID, gas pembawa He, kecepatan alir gas 2,6 mL/m. Setelah optimasi dilakukan maka alat GC siap untuk digunakan.

Sebanyak 1 μL produk reaksi diinjeksikan dengan syringe pada alat GC. Dilakukan langkah yang sama untuk produk reaksi dalam berbagai variasi waktu.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Destilasi Fraksinasi Minyak Terpentin

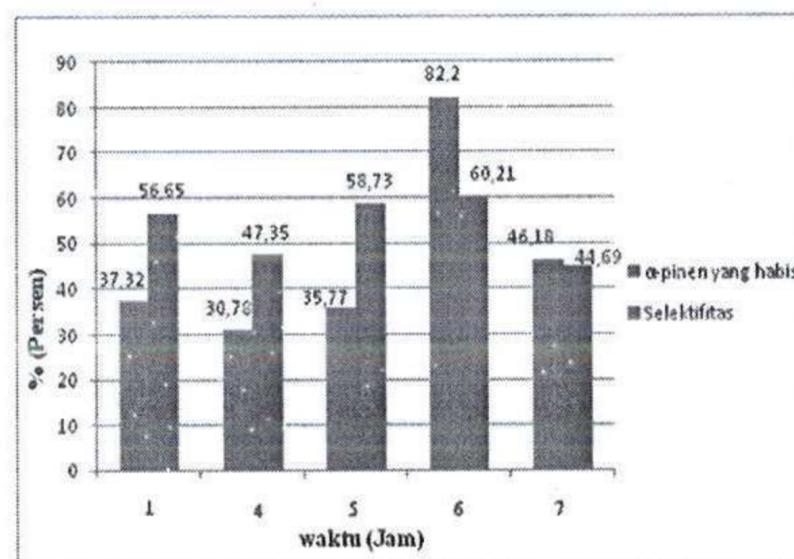
Dalam tahap ini diperoleh tiga fraksi yang dibedakan berdasarkan titik didihnya yaitu dengan cara memutar labu jantung tiga keposisi yang kosong ketika titik didih fraksi awal mengalami kenaikan dan fraksi yang selanjutnya ini disebut fraksi kedua begitu seterusnya. Dari beberapa fraksi yang diperoleh kemudian ditentukan fraksi yang memiliki titik didih mendekati titik didih α -pinen. Dari fraksi-fraksi tersebut titik didih yang paling mendekati dengan titik didih terpineol adalah fraksi ketiga yang mempunyai titik didih sebesar 110°C . Fraksi ini selanjutnya di analisis dengan

menggunakan kromatografi gas spektrometri massa (KG-SM).

Minyak terpentin yang awalnya mempunyai kandungan α -pinen 33,90% setelah dilakukan destilasi fraksinasi maka kandungan α -pinen meningkat menjadi 85,84%.

Hidraasi α -pinen menjadi terpineol

Hidraasi α -pinen menjadi terpineol dilakukan dalam beberapa variasi waktu yaitu 1 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam dan 7 jam. Hasil yang diperoleh ditunjukkan pada grafik berikut:



Gambar 1. Grafik α -pinen yang terkonversi dan selektifitas terpineol

Dari grafik diatas dapat diketahui bahwa pada percobaan yang pertama, dimana waktu hidraasi yang digunakan adalah selama 1 jam menunjukkan selektifitas sebesar 56,65%. Setelah waktu hidraasi ditingkatkan menjadi 4 jam terjadi penurunan selektifitas terpineol menjadi 47,35%. Kemudian terjadi peningkatan selektifitas ketika waktu hidraasi dilakukan selama 5 jam yaitu sebesar 58,73% pada waktu 6 jam terjadi peningkatan hingga

selektifitas mencapai 60,21%. Untuk waktu reaksi yang paling lama yaitu 7 jam terjadi penurunan kembali dengan selektifitas sebesar 44,69%. Dari data-data di atas diketahui bahwa waktu optimum untuk hidrasi α -pinen menjadi terpineol berada pada 6 jam, sedangkan ketika waktu reaksi dilanjutkan hingga 7 jam yang terjadi penurunan selektifitas, hasil ini menunjukkan bahwa waktu maksimum yang dapat digunakan untuk konversi α -pinen menjadi terpineol adalah 6 jam.

Dalam penelitian ini terdapat beberapa faktor yang dapat berpengaruh terhadap hasil hidrasi diantaranya adalah keterbatasan alat yang tersedia, sehingga mengakibatkan optimasi alat tidak sesuai dengan yang dikehendaki seperti suhu refluks yang seharusnya dapat mencapai 80-85 °C. Seperti penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Pakdel, 2001 bahwa reaksi hidrasi dalam penangas minyak dilakukan pada suhu 80-85°C. Sedangkan pada percobaan ini suhu reaksi yang digunakan tidak selalu konstan, melainkan ada beberapa waktu reaksi yang hanya dapat mencapai suhu maksimum 75°C. Waktu reaksi tersebut adalah 4 jam dan 5 jam, sehingga selektifitas yang dihasilkan menurun. Sedangkan untuk waktu reaksi 1 jam, 6 jam dan 7 jam suhu reaksi dapat mencapai 83°C, dimana suhu ini sesuai dengan keadaan yang dikehendaki.

Selain disebabkan karena pengaruh suhu, pengadukan selama reaksi berlangsung

juga tidak kalah penting. Pengadukan yang dilakukan dengan *magnetic stirrer* bertujuan agar semua komponen dapat bercampur secara sempurna. Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa temperatur selama reaksi berlangsung sangat berpengaruh terhadap jalannya reaksi.

KESIMPULAN

1. Waktu reaksi berpengaruh terhadap konversi α -pinen menjadi terpineol yang ditunjukkan dengan meningkatnya selektifitas terpineol
2. Waktu optimum dalam konversi α -pinen menjadi terpineol adalah 6 jam, dimana terjadi peningkatan jumlah α -pinen yang terkonversi yang cukup signifikan yaitu 82,20% dengan selektifitas terpineol 60,21%.

DAFTAR PUSTAKA

- Agusta.A., 2000, *Minyak Atsiri tumbuhan Tropika*, ITB, Bandung.
- Anies, 2005, *Electrical Sensitivity*, PT Elex Media Komputindo, Jakarta.
- Anonim, 2001, *Pinus Merkusii Jungh.et de Vriese*, Direktorat Pembenihan Tanaman Hutan, Jakarta.
- Anonim, 2007, *Dasar-dasar Katalis dan Katalisis*, 1-11.
- Arifita, T. I., 2011, *Sintesis Alpha Terpineol Dari Alpha Pinen Dengan Menara Distilasi Reaktif*, Thesis, FT-UGM, Yogyakarta.

- Arniputri, R. B., Sakya. A. T., dan Rahayu. M., 2007, *Identifikasi Komponen Minyak Atsiri Temu Kunci (Kaemferia Pandurata Roxb.) pada Ketinggian Tempat yang Berbeda*, ISSN, 8, 2, 135-137.
- Budiman. A., Sutijan, dan Rochmadi., 2010, *Sintesa Senyawa Anti Kanker (terpineol) Dari Hasil Hutan Non Kayu (terpenting)*, UGM, Yogyakarta.
- Day, R. A. Jr, dan A. L. Underwood, 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi keenam*, Erlangga, Jakarta
- Djafar.F., Hidayat, Jufri, dan Wahyu. W., 2009, *Rekayasa Alat Destilasi Fraksinasi Vakum Minyak Nilam Skala IKM*, Balai Riset dan Standarisasi Industri, Banda Aceh.
- Isfaroiny, R., dan Mitarlis, 2005, *Peningkatan Kadar Patchaouli Alcohol Pada Minyak Nilam*, Berk. *Penel.hayati.*, 10 (123-127).
- Khopkar, S., M., 2007, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Terjemahan A. Saptohardjo, Universitas Indonesia (UI Press), Jakarta.
- Nachtrieb. G. O., 2003, *Prinsip-Prinsip Kimia Modern Edisi Ke-4*, Terjemahan Achmadi. S. S., Erlangga, Jakarta.
- Nurmila. N., 2013. *Studi Pengaruh Adisi H₂O Terhadap Konversi Alfa Pinen menjadi Terpineol Menggunakan Katalis H₂SO₄*, Skripsi, FMIPA, UII, Yogyakarta.
- Pakdel. H., Sarron. S., dan Roy. C., 2001, *α -Terpineol from Hydration of Crude Sulfate Turpentine Oil*, J. Agric. Food. Chem, 49, 4337-4341.
- Patricia, A. R., 2001, *hydration and Acetoxylation of Monoterpenes Catalyzed By Heteropoly Acid*, Elsevier 33-34.
- Pudjaatmaka, A. H dan Setiono, L., 1994, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro Edisi kelima*, PT. Kalman Media Pusaka, Jakarta
- Reapina, E. M., 2007, *Kajian Aktivitas Antimikroba Ekstrak Kulit Kayu Mesoyi (Cryptocaria Massoia) Terhadap Bakteri Patogen Dan Pembusuk Pangan*, Skripsi, FATETA-IPB, Bogor.
- Sastrohamidjojo, H., 2004, *Kimia Minyak Atsiri*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Setiaji, N. W., 2011, *Pemungutan Kembali Sisa Katalis Asam Khloroasetat Dari Proses Hidrasi A-Pinene Menjadi A-Terpineol*, Skripsi, FT-UGM, Yogyakarta.
- Sudjadi, 1986, *Metode Pemisahan*, UGM Press, Yogyakarta.
- Sutresna.N., 2007, *Cerdas Belajar Kimia*, Grafindo Media Pratama, Bandung.
- Syukri. S., 1999, *Kimia Dasar 1*, ITB, Bandung.
- Waluyo, T. K., 2009, *Komponen Minyak Terpentin Pinus Eksotik Asal Aek Nauli Sumatera Utara*, Jurnal Hasil Hutan Vol. 15. No.2, hal 89-94, Pusat Penelitian Pengembangan Hasil hutan Bogor.
- Wijayati, N., Ranowo, H.D., Triyono, J., 2011, *Synthesis Of Terpineol From α -Pinene Catalyzed By TCA/Y-Zeolite*, Indo. J. Chem., 11 (3), 234 – 237.

Wijayati, N., Ranowo, H.D., Triyono, J.,
2012, *Study Of Homogeneous Acid
Catalysis for the Hydration of α -
Pinen*, ISSN, vol. 2 (5), 120-123.