



Pengaruh Waktu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesis α -Terpineol dari Terpentin dengan Katalis Asam Sulfat

Teti Selfiana^{1*}, Yohanna Fransisca BP², dan Herti Utami³

¹²³Program Studi S-1 Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung, Lampung, Indonesia.

*E-mail : selfiana25@gmail.com

Abstract

Turpentine is a non-timber forest product derived from pine trees. Turpentine has obtained the highest content of α -pinene to be hydrated to α -terpineol. Turpentine used in this study has a α -pinene content of 65.891%. The α -pinene hydration reaction with the acid catalyst will produce α -terpineol commonly used as an ingredient in the manufacture of perfumes, cosmetics, fragrances, shampoo, detergents, and soaps. In this study, we studied the effect of reaction time and stirring rate on α -terpineol synthesis of turpentine with H_2SO_4 catalyst with ethanol as solubility promoter. The variables are used reaction time (1, 2, 3, 4 and 5 hours) and stirring speed (400, 500, and 600 rpm). Synthesis was carried out at 80 ° C and 135 ml ethanol using a three-neck flask, reversing cooler, hot plate, and magnetic stirrer, and thermometer. The synthesis results are separated then neutralized using 5% NaOH, then the synthesis sample in the analysis using Gas Chromatography. In this study, the highest selectivity of α -terpineol 18, 9% in a reaction time of 3 hours and the stirring speed of 600 rpm.

Keywords : Terpentin, α -Terpineol, α -Pinene, Gas Chromatography, solubility promoter, Selektivitas.

Pendahuluan

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam, salah satunya adalah pada sektor kehutanan. Hutan memiliki sumber daya alam yang mempunyai banyak fungsi diantaranya yaitu penghasil kayu. Selain itu, hutan juga dapat menghasilkan produk bukan kayu yang saat ini sedang dioptimalkan pemanfaatannya. Salah satu hutan penghasil produk bukan kayu yaitu tanaman *pinus merkusii* yang memiliki potensi besar dalam pemanfaatannya. *Pinus Merkusii* merupakan sumber penghasil getah pinus yang digunakan untuk memproduksi gondorukem dan terpentin. Produksi terpentin di negara Indonesia sebanyak 15.218 ton/tahun dengan harga Rp. 24.500/kg pada tahun 2013 (Phy Edumedia, 2015). Terpentin Indonesia mengandung 65-85% α -pinene, kurang dari 1% *camphene*, 1-3% β -pinena, 10-18% *3-carene*, dan *limonene* 1-3%. *Alpha-pinene* merupakan komposisi terbesar yang terdapat pada terpentin yaitu sekitar 70-95% (Haneke, 2002).

Terpineol memiliki bau yang harum sehingga pada umumnya digunakan sebagai bahan dalam pembuatan parfum, kosmetik, pewangi, sampo, detergen, dan sabun. Reaksi hidrasi α -pinene menjadi senyawa derivatnya melibatkan perubahan struktur kompleks pada kondisi reaksi yang tertentu. Senyawa α -terpineol sendiri dihasilkan dari reaksi hidrasi α -pinene dengan katalis asam (Aguire, et al. 2005). *Terpineol* merupakan *alcohol volatile* dari golongan terpinoid dengan toksitas rendah dan biasanya digunakan sebagai bahan baku pembuat parfum. Katalis yang digunakan untuk proses hidrasi sendiri dapat berupa katalis homogen ataupun heterogen (Bathia, dkk. 2008).

Sintesis α -pinene menjadi α -terpineol menggunakan katalis asam telah dipelajari beberapa peneliti. Daryono (2015) mensintesis α -pinene menjadi α -terpineol menggunakan katalis H_2SO_4 dengan variasi suhu reaksi dan volume etanol. Minyak terpentin yang digunakan memiliki kandungan α -pinene sebesar 79,05% dengan variasi suhu reaksinya sebesar 60°, 70°, dan 80°C dan volume etanol sebanyak 105, 115, 125, 135, dan 145 mL. Hasil penelitian ini didapatkan konsentrasi α -terpineol tertinggi sebesar 57,05% dengan *yield* 67,70% pada suhu 70°C dan volume etanol 135 mL. Wijayanti (2005) dalam penelitiannya yang mengkaji pengaruh temperatur pada reaksi isomerisasi α -pinene dengan katalis asam lewis $ZnCl_2$ menyebutkan bahwa semakin tinggi temperatur dalam reaksi maka kadar α -terpineol semakin menurun.

Pada penelitian ini bertujuan mensintesis terpentin secara langsung menjadi α -terpineol dengan menggunakan katalis H_2SO_4 . Pemilihan katalis H_2SO_4 ini dikarenakan H_2SO_4 mampu larut dalam air, pada semua konsentrasi ion H^+ berpengaruh terhadap kecepatan reaksi. Selain itu, *solubility promoter* yang digunakan pada penelitian ini dipilih etanol karena harganya lebih murah.





Variabel yang diamati pada penelitian ini adalah waktu reaksi dan kecepatan pengadukan pada sintesis α -terpineol dari terpenin. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi terhadap konversi serta selektivitas produk α -terpineol. Reaksi hidrasi α -pinene dari terpenin menjadi α -terpineol ini menggunakan katalis homogen H_2SO_4 dan etanol sebagai *solubility promoter*.

Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan H_2SO_4 25% sebanyak 20 mL, waktu reaksi selama 1,2,3,4 dan 5 jam, kecepatan pengadukan sekitar 400, 500, dan 600 rpm, suhu reaksi $80^\circ C$ dan etanol 96% sebanyak 135 mL.

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini yaitu terpenin berasal dari Semarang, Perum Perhutani Unit I Jawa Tengah yang memiliki kandungan α -pinene 65,89%. Sedangkan katalis homogen H_2SO_4 96% teknis, etanol 96% teknis dan NaOH dan *aquades*.

Alat yang digunakan adalah labu leher tiga 250 mL, pendingin balik, *beaker glass*, *erlenmeyer*, *hot plate*, *magnetic stirrer*, labu ukur, *thermometer*, pipet volum, timbangan analitik, *stopwatch*, pH-meter dan *statif*.

Prosedur percobaan dilakukan mula-mula Larutan H_2SO_4 25% dibuat sebanyak 20 mL, minyak terpenin disiapkan sebanyak 14,8 mL, dan C_2H_5OH diambil dengan pipet sebanyak 135 mL. Kemudian ketiga bahan tersebut dicampurkan ke dalam labu leher tiga dan dipanaskan hingga mencapai suhu $80^\circ C$, pengadukan mulai dijalankan pada kecepatan sekitar 400 rpm dan waktu reaksi mulai dihitung. Suhu reaksi dipertahankan tetap pada $80^\circ C$ dan reaksi selama 1 jam.

Sampel hasil reaksi diambil setelah reaksi berlangsung selama 1 jam kemudian dipisahkan menggunakan corong pemisah. Kemudian dinetralkan hingga pH 7 dengan menambahkan NaOH 5% sedikit demi sedikit hingga pH netral tercapai. Setelah itu, hasil reaksi dianalisis.

Berikutnya langkah-langkah yang sama dilakukan pada kecepatan pengadukan sekitar 500 rpm dan 600 rpm serta waktu reaksi selama 2, 3, 4 dan 5 jam.

Hasil dan Pembahasan

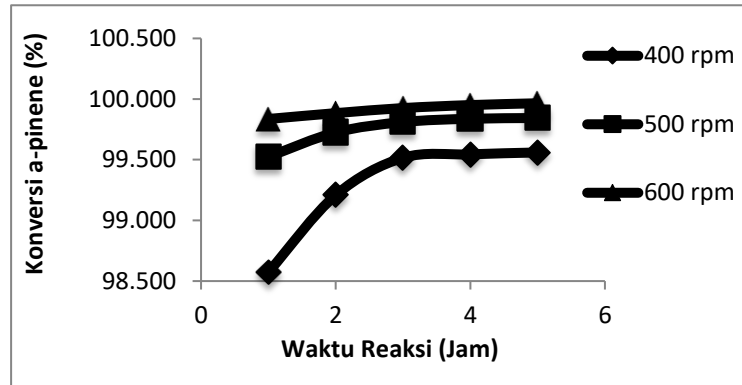
Analisis menggunakan GC (*Gas Chromatography*) Shimadzu, kolom yang digunakan adalah kolom HP-1 yang sifatnya non polar. Analisis GC tersebut bertujuan untuk mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi terhadap konversi α -pinene. Dari hasil analisis tersebut maka diperoleh data seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Konversi α -Pinene

Waktu Reaksi	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Kadar α -pinene Produk (%)	Konversi α -pinene (%)
1	400	0,940	98,573
2	400	0,522	99,208
3	400	0,319	99,516
4	400	0,300	99,545
5	400	0,290	99,560
1	500	0,313	99,525
2	500	0,181	99,7253
3	500	0,125	99,8103
4	500	0,107	99,8376
5	500	0,103	99,8437
1	600	0,108	99,836
2	600	0,076	99,884
3	600	0,049	99,926
4	600	0,033	99,951
5	600	0,023	99,966



Berdasarkan data pada Tabel 1.tersebut maka diperoleh grafik hubungan antara kecepatan pengadukan dan waktu reaksi terhadap konversi α -pinene yang digambarkan pada Gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan dan Waktu Reaksi Terhadap Konversi α -Pinene.

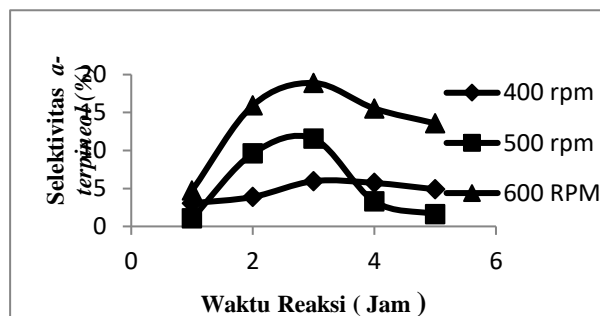
Pada Gambar 1 tersebut dapat dilihat bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan maka konversi α -pinene yang dihasilkan akan semakin meningkat begitu juga dengan semakin lama waktu reaksi yang berlangsung mempengaruhi konversi α -pinene yang dihasilkan.

Semakin tinggi waktu reaksi maka konversi α -pinene akan semakin tinggi. Dari konversi yang dihasilkan maka dapat diketahui pula selektivitas α -terpineol yang dihasilkan. Hasil analisis menunjukkan kadar α -terpineol tersebut dan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data Selektivitas α -Terpineol

Waktu Reaksi	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Kadar α -Terpineol Produk (%)	Konversi α -pinene (%)	Selektivitas
1	400	1,982	98,573	3,05153
2	400	2,541	99,208	3,88716
3	400	3,91	99,516	5,96291
4	400	3,755	99,545	5,72487
5	400	3,211	99,560	4,89474
1	500	0,685	99,525	1,042
2	500	6,318	99,7253	9,60796
3	500	7,599	99,8103	11,5514
4	500	2,165	99,8376	3,29032
5	500	1,29	99,8437	1,60359
1	600	3,11	99,836	4,72767
2	600	10,4898	99,884	15,9384
3	600	12,445	99,926	18,9013
4	600	10,2305	99,951	15,5341
5	600	8,94	99,966	13,5725

Berdasarkan data tersebut diperoleh grafik yang hubungan antara waktu reaksi terhadap selektivitas α -terpineol pada sintesis terpenin dengan menggunakan katalis H_2SO_4 pada Gambar 2 berikut ini.



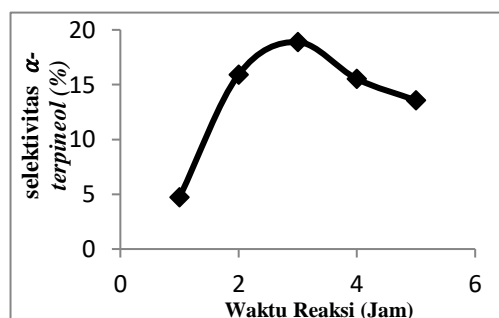
Gambar 2. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan dan Waktu Reaksi Terhadap Selektivitas α -Terpineol.

Pada Gambar 2 terlihat bahwa dari setiap variasi kecepatan pengadukan mengalami peningkatan konversi pada waktu reaksi 1 jam hingga 3 jam dimana diperoleh selektivitas α -terpineol tertinggi yaitu 18,9% pada waktu reaksi 3 jam dengan kecepatan pengadukan 600 rpm. Akan tetapi pada waktu reaksi melebihi 3 jam masing-masing variasi kecepatan pengadukan tersebut mengalami penurunan selektivitas α -terpineol yang diperoleh. Pada waktu reaksi lebih dari 3 jam hingga 5 jam pada kecepatan pengadukan 400 rpm selektivitas α -terpineol yang diperoleh lebih sedikit dibandingkan dengan waktu reaksi 3 jam yaitu sebesar 5,72% pada waktu reaksi 4 jam dan 4,89% pada waktu reaksi 5 jam. Kemudian pada kecepatan pengadukan 500 rpm penurunan selektivitas α -terpineol yang diperoleh yaitu sebesar 3,29% pada waktu reaksi 4 jam dan 1,6% pada waktu reaksi 5 jam. Dan pada kecepatan pengadukan 600 rpm juga mengalami penurunan selektivitas α -terpineol yang diperoleh yaitu sebesar 15,3% pada waktu reaksi 4 jam dan 13,7% pada waktu reaksi 5 jam.

Berdasarkan hasil selektivitas pada sintesis terpenin dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan sangat mempengaruhi hasil selektivitas α -terpineol yang diperoleh. Dimana semakin tinggi kecepatan pengadukannya pada sintesis terpenin menggunakan katalis H_2SO_4 ini, maka akan semakin tinggi selektivitas α -terpineol. Pengadukan diperlukan agar pencampuran antara minyak dengan air berlangsung dengan baik. Pengadukan juga diperlukan untuk meningkatkan koefisien perpindahan massa. Hal ini karena kecepatan pengadukan semakin besar, maka tingkat turbulensi semakin besar dan menyebabkan luas permukaan perpindahan massa antar fasa persatuan volum juga semakin besar.

Pada penelitian sebelumnya, (Utami dkk, 2012) melakukan penelitian tentang sintesis α -terpineol dari terpenin dengan katalisator asam kloroasetat secara *batch* dimana kecepatan pengadukan pada 264 rpm, 546 rpm dan 954 rpm diperoleh hasil kecepatan pengadukan yang optimum digunakan yaitu 546 rpm. (Yang dkk, 2011) juga melakukan penelitian tentang studi kinetika pada hidrasi terpenin dengan menggunakan *range* kecepatan pengadukan 200 rpm, 400 rpm, 600 rpm dan 800 rpm diperoleh kecepatan pengadukan yang optimum digunakan yaitu 600 rpm. sehingga dapat diambil kesimpulan jika kecepatan pengadukan semakin besar, maka tingkat turbulensi semakin besar dan menyebabkan luas permukaan perpindahan massa antar fasa persatuan volum juga semakin besar, dan kecepatan reaksi juga akan semakin meningkat dan konversi α -pinene yang diperoleh semakin tinggi.

Hal-hal yang dapat mempengaruhi besarnya selektivitas α -terpineol yang diperoleh selain kecepatan pengadukan yaitu waktu reaksi. Semakin lama waktu reaksi berlangsung maka selektivitas α -terpineol yang diperoleh semakin tinggi. Pada penelitian ini diperoleh hasil pada waktu reaksi lebih dari 3 jam selektivitas α -terpineol yang diperoleh justru menurun. Hal ini disebabkan karena terbentuknya produk samping yaitu berupa *terpin hydrate* dan γ -terpineol.



Gambar 3. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan 600 rpm dan Waktu Reaksi Terhadap Selektivitas α -Terpineol



Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa terjadi adanya penurunan selektivitas α -terpineol pada waktu reaksi 4 jam. Dimana pada waktu 1 jam sampai dengan 3 jam terjadi peningkatan selektivitas yaitu sebesar 18,9%, namun pada waktu 4 jam selektivitas α -terpineol menurun menjadi 15,53%. Penurunan selektivitas α -terpineol tersebut diduga terjadi karena semakin lama waktu reaksi dapat menyebabkan terbentuknya produk samping. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa waktu reaksi optimum terjadi pada 3 jam.

Selain itu, terjadi reaksi isomerisasi α -pinene seperti yang dinyatakan dalam penelitian (Ringgani, dkk) dimana reaksi tersebut akan menghasilkan produk berupa *champhene*, *limonene*, *terpinene* (α -terpinene dan γ -terpinene), dan *terpinolene* (Ringgani dkk, 2016). Adanya produk tersebut terbukti dengan analisis GC-MS, dimana dapat dilihat bahwa produk yang terbentuk akibat reaksi isomerisasi pada penelitian ini yaitu α -terpinene, γ -terpinene, *limonene* dan *terpinolene*.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan pada sintesis α -pinene menjadi α -terpineol dengan menggunakan katalis H_2SO_4 , maka dapat disimpulkan berikut ini. Selektivitas α -terpineol tertinggi yang dihasilkan yaitu sebesar 18,9% pada kecepatan pengadukan 600 rpm dengan waktu reaksi selama 3 jam. Semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan pada sintesis α -pinene menjadi α -terpineol maka akan menghasilkan konversi α -pinene dan selektivitas α -terpineol semakin tinggi. Waktu reaksi optimum yang terbaik digunakan yaitu selama 3 jam dan pada waktu reaksi lebih dari 3 jam terbentuknya produk samping berupa *terpin hydrate* dan γ -terpineol.

Daftar Pustaka

- Markou G, Nerantzis E. Microalgae for high-value compounds and biofuels production: A review with focus on cultivation under stress conditions. *Biotechnology Advances* 2013; 31 (8):1532-1542.
- Aguirre, R., L.De la Torre-Saenz, Wilber Antunez Flores, A. Robau-Sanchez, and A.Aguilar Elguezabal. 2005. *Synthesis of Terpineol from α -Pinene by Homogeneous Acid Catalysis*. *Journal of Catalysis Today*. 107-108: 310-314.
- Bathia, S.P. Mc Ghinty, D. Foxenberg, R.J. Letizia C.S. dan Api, A.M. 2008. *Fragrance Material Review On Terpineol*. *Food and Chemical Toxicology*, 46: 5275-5279.
- Daryono, E.D. 2015. *Sintesis α -pinene Menjadi α -terpineol Menggunakan Katalis H_2SO_4 dengan Variasi Suhu Reaksi dan Volume Etanol*. ITN : Malang.
- Haneke, K.E. 2002. *Turpentine (Turpentine Oil, Wood Turpentine, Sulfate Turpentine, Sulfite Turpentine)*, Review Of Toxicological Literature, North Carolina : Integrated Laboratory Systems.
- Phy Edumedia. 2015. Katalog Harga Jual Bahan Laboratorium. <http://www.phyedumedia.com/2014/09/jual-bahan-kimia-laboratorium.html>. Diakses pada tanggal 16 Desember 2015.
- Pakdell, H., dkk. 2001. *α -Terpineol from hydration of crude sulfate turpentine oil*, *J.Agric. Food Chemical*, v.49, 4337-4341.
- Rizani, K. Z. 2000. *Pengaruh Konsentrasi Gula Reduksi dan Inokulum (Saccharomyces cerevisiae) pada Proses Fermentasi Sari Kulit Nanas (Ananas comosus L.Merr) untuk Produksi Etanol*. Skripsi. Jurusan Biologi FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang.
- Ringgani, Retno., dkk. 2016. *Kinetika Reaksi Isomerisasi α -pinene*. Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Utami, dkk. 2012. *Sintesis α -Terpineol dari Terpentin Dengan Katalis Asam Kloro Asetat Secara Batch*. Fakultas Teknik UGM. Yogyakarta.
- Utami, dkk. 2010. *Synthesis Terpineol From Hydration Of Turpentine In Batch Reactor*. RSCE 2010, The 17th Regional Symposium on Chemical Engineering. Bangkok, Thailand.
- Wijayanti, N. 2005. *Pengaruh Temperature Pada Reaksi Isomerisasi α -Pinene Dengan Katalis Asam Lewis $ZnCl_2$* . Tugas Akhir. FMIPA UNNES. Semarang.
- Yang, dkk. 2011. *Kinetic Study of The Direct Hydration of Turpentine*. *Chemical engineering journal*, Elsevier.





Lembar Tanya Jawab

Moderator : Didi Dwi Anggoro (Universitas Diponegoro Semarang)

Notulen : Alfiena Intan Zahirah

- Penanya : Sawitri Kusuma Sari (UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan : Apakah alasan dipakai katalis H_2SO_4 ?
Jawaban : Karena H_2SO_4 larut dalam air dan dalam semua konsentrasi dapat mempengaruhi kecepatan reaksi.
- Penanya : Ade Kurniawan (UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan :
 - Kenapa digunakan H_2SO_4 25%?
 - Pada 400 rpm dan 1 jam konversi sudah tinggi mengapa demikian?Jawaban :
 - Karena pada penelitian sebelumnya 25% H_2SO_4 sudah banyak diperoleh α -terpineol tetapi jika > 25% diperoleh sedikit H_2SO_4 .
 - Konversi α -pinene sudah tinggi tetapi α -terpineol yang dihasilkan masih sedikit dan juga disebabkan pemanasan awal hingga 80°C.
- Penanya : Gusti Kurnia Dwiputra (UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan :
 - Bagaimana mekanisme kerjanya?
 - Apakah sebelum pengadukan tidak terjadi reaksi? Jika dicampur terlebih dahulu baru dipanaskan apakah berpengaruh terhadap konversi?Jawaban :
 - Bahan dicampur semua, kemudian dipanaskan sampai 80°C baru kemudian diaduk.
 - Pada suhu 60-70°C belum terbentuk (masih sedikit) α -terpineol tetapi memang sudah terjadi sebelum 80°C. Kalau dipanaskan baru dicampur kondisi operasi tidak tercapai.

