

OPTIMASI VARIASI SUHU DAN KONSENTRASI KATALIS ASAM SULFAT TERHADAP HASIL SINTESIS *ALPHA-TERPINEOL*

Muhammad Fahreza Alif Maulana, Zakijah Irfan, Listiyana Candra Dewi

Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang, Jl. Soekarno Hatta No. 9, Malang 65141, Indonesia
n.fahreza.a@gmail.com ; [zakijah.irfan@polinema.ac.id]

ABSTRAK

Terpineol adalah salah satu golongan senyawa monoterpena yang dibuat secara alami dari minyak pinus dan biasa disebut terpentin. Terpentin dihasilkan dari distilasi getah pohon pinus sebagai produk distilat yang berbentuk cair yang merupakan salah satu produk unggulan non kayu PT Perhutani di Indonesia. Produksi minyak terpentin dari getah pinus sangat melimpah namun hanya dijual mentah dan tidak diolah lebih lanjut. Terpentin mengandung *alpha-pinene* yang merupakan bahan utama pembuatan *alpha-terpineol*, *alpha-terpineol* tersebut banyak digunakan sebagai bahan baku utama pada industri seperti parfum, detergen dan lainnya. Hidrasi *alpha-pinene* dengan katalis asam dapat menghasilkan senyawa terpineol melalui reaksi *terpin hydrate* dengan melibatkan etanol untuk melarutkan air dalam minyak. Tujuan dari penelitian ini untuk mencari suhu dan penambahan katalis yang paling optimal dalam menghidrasi *alpha-pinene* sehingga didapatkan *alpha-terpineol* dalam jumlah maksimal. Pada penelitian ini sintesis *alpha-terpineol* menggunakan katalis asam sulfat dengan variasi konsentrasi 15% dan 20% serta variasi suhu 65°C, 75°C dan 85°C. Metode yang digunakan yaitu pemanasan serta pengadukan sampai mencapai suhu tersebut. Lalu dilakukan pendinginan, pemisahan dan netralisasi dengan penambahan NaOH hingga pH 7. Setelah itu dilakukan distilasi untuk mendapatkan *alpha-terpineol* yang lebih murni. Sampel hasil sintesis dianalisis dengan alat *Gas Chromatography* dan didapatkan konversi *alpha-pinene* tertinggi sebesar 98% dengan yield sebesar 73,05% *alpha-terpineol* pada suhu 75°C dan konsentrasi katalis asam sulfat 20%.

Kata kunci: *alpha-pinene*, *alpha-terpineol*, suhu

ABSTRACT

Terpineol is a group of monoterpenic compounds made naturally from pine oil and commonly called terpenins. Terpenins are produced from the distillation of pine trees rubber as a liquid-shaped distillate product which is one of the leading non-wood products of PT Perhutani in Indonesia. Terpenins contain alpha-pinene, which is the main ingredient in the manufacture of alfa-terpineols, which are widely used as primary raw materials in industries such as perfumes, detergents and others. Hydration of alpha-pinene with acid catalysts can produce terpineol compounds through a hydrate-pin reaction involving etanol to dissolve water in oil. The aim of this study is to find the temperature and addition of the most optimal catalyst in the hydration of alpha-pinene so that the maximum quantity of alfa-terpineol is obtained. In this study, alpha-terpineol synthesis used sulphuric acid catalysts with concentration variations of 15% and 20% as well as temperature variation of 65 °C, 75 °C and 85 °C. Then cooling, separating and neutralizing with the addition of NaOH to pH 7. Then distillation to get a more pure alpha-terpineol. The synthesis sample was analyzed with the Gas Chromatography tool and obtained the highest alpha-pinene conversion of 98% with a yield of 73,05% of alfa-terpineol at a temperature of 75°C and a sulphuric acid catalyst concentration of 20%.

Keywords: *alpha-pinene*, *alpha-terpineol*, temperature

1. PENDAHULUAN

Terpineol adalah salah satu golongan senyawa monoterpena yang dibuat secara alami dari berbagai macam minyak nabati, seperti minyak pinus [1]. Minyak pinus yang biasa disebut terpentin dihasilkan dari distilasi getah pohon pinus yang menghasilkan produk distilat (sekitar 13-25) dan rosin atau gondorukem sebagai produk bawah (sebesar 70-75%) [2, 3, 4]. Minyak Terpentin berwarna jernih agak kekuningan yang memiliki sifat relatif mudah menguap dan bau yang menyengat khas pinus yang terdapat semua jenis pohon pinus [3, 5].

Terpentin merupakan salah satu produk unggulan non kayu PT Perhutani di Indonesia. Produksi minyak terpentin dari getah pinus sangat melimpah. Tercatat pada bulan Desember 2012, produksi minyak terpentin mencapai 15.340 ton dengan luas hutan pinus sekitar 163.150 hektar [6]. Terpentin banyak dijual ke industri-industri yang berada di Pulau Jawa, dan diekspor ke berbagai negara tujuan. Terpentin mentah dijual dengan harga antara \$10-20 USD/kg tanpa melalui proses pengolahan tambahan [7]. Senyawa *alpha-pinene* adalah kandungan terbesar yang terdapat di dalam minyak terpentin. *Alpha-pinene* dapat disintesis menjadi *alpha-terpineol* yang akan memberikan nilai jual yang lebih tinggi dibandingkan menjual minyak terpentin secara langsung [8]. Harga jual *terpineol* sekitar \$269,3 USD/kg.

Terpentin merupakan campuran dari senyawa terpena dan minyak atsiri. Komposisi kimia terpentin dapat bervariasi tergantung pada lokasi pohon pinus, jenis pohon, serta teknik destilasi yang digunakan [9]. Minyak terpentin dari Jawa Timur mengandung 82,9% *alpha-pinene*, 0,9% *d-camphene*, 2,2% *β-pinene*, 0,4% *Myrcene*, 0,4% *alpha-phellandrene*, 11% *Δ-carene*, 1,1% *p-cymene*, dan 1,3% *d-limonene* [1]. Kandungan *alpha-pinene* yang tinggi tersebut sebagai bahan baku utama dalam pembuatan senyawa *terpineol* melalui reaksi hidrasi. Reaksi hidrasi terpentin telah dilakukan berhasil berhasil dalam reaktor tradisional seperti reaktor batch. Adanya air pada proses tersebut menyebabkan terjadinya hidrasi/isomerisasi *alpha-pinene* menghasilkan terpen monosiklik dan alkohol dengan *alpha-terpineol* sebagai produk utama (hingga 48%) [10].

Reaksi hidrasi *alpha-pinene* membutuhkan waktu selama 8-12 jam sehingga dibutuhkan katalis untuk mempersingkat waktu reaksi [11, 12]. *Terpineol* merupakan campuran dari isomer-isomer *alpha-terpineol* yang memiliki struktur yang sama dengan rantai utama [5, 13]. Perhutani menggunakan proses hidrasi untuk mengubah *alpha-pinene* menjadi *terpineol* dan melibatkan reaksi antara *alpha-pinene* dengan air di bawah pengaruh katalis, seperti katalis asam sulfat atau Amberlyst 36. Reaksi ini biasanya dilakukan pada suhu 70-120°C disertai pengadukan [14].

Pada penelitian terdahulu, reaksi hidrasi *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol* menggunakan katalis asam sulfat dengan variasi suhu 60°C, 70°C, dan 80°C dan variasi volume etanol 105 mL, 115 mL, 125 mL, 135 mL, dan 145 mL. Hasil terbaik pada sintesis *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol* didapatkan kadar kandungan *alpha-terpineol* sebesar 57,05% dengan yield 67,79% pada suhu 70°C menggunakan etanol sebanyak 135 mL. Namun nilai terbaik densitas pada suhu 70°C dengan volume etanol 105 mL adalah 0,9200 gram/cm³. [1].

Selain menggunakan katalis asam sulfat, penelitian menggunakan katalis asam kloroasetat juga telah dilakukan variasi yang digunakan adalah waktu reaksi yaitu, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit dan 180 menit serta variasi tekanan pada pompa bertekanan yaitu, 65, 70, 75, dan 80 Kpa. Variasi juga dilakukan pada posisi pelat umpan atas, tengah dan bawah, serta rasio bahan baku. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa dengan

menggunakan rasio tertentu antara α -pinene dan larutan asam kloroasetat, kemurnian tertinggi α -terpineol yang diperoleh adalah 38,89% [4]. Adapun penelitian dengan katalis yang sama dengan variasi suhu 55°C, 65°C, dan 75°C dan waktu reaksi 30, 60, 120, dan 210 menit. Kondisi optimum diperoleh pada suhu reaksi 65°C dan waktu reaksi 60 menit dengan konversi α -pinene yang diperoleh sebesar 96,293% dan selektifitas α -terpineol 34,429% [15].

Selain menggunakan katalis asam kloroasetat, adapun penelitian dengan penambahan katalis asam lainnya menggunakan variasi katalis asam kloroasetat, asam oksalat dan asam asetat dengan waktu reaksi selama 4 jam serta waktu pengambilan sampel 30, 60, 120 dan 240 menit. Pada suhu 70°C dengan memberikan hasil terbaik yaitu menggunakan katalis asam kloroasetat dengan konversi tertinggi 99% dengan selektivitas terpeneol 69% [16]. Variasi katalis asam lemah dan asam kuat juga telah dilakukan dengan variasi suhu 75, 85, dan 95°C serta variasi waktu 4 jam, 6 jam, dan 8 jam. Hasil tertinggi terpeneol yang diperoleh adalah 54% dengan menggunakan kombinasi asam formiat dan asam sulfat pada suhu 85°C dengan waktu reaksi 6 jam dan rasio air 10 mol per 1 mol turpentin, menghasilkan yield terpeneol yang signifikan [12]. Dari lima jurnal penelitian yang telah dilakukan pada penelitian terdahulu hasil dari penelitian Daryono memiliki kadar kandungan *alpha-terpineol* yang tinggi dengan kandungan 57,05% dengan menggunakan asam sulfat serta suhu 70°C dengan yield sebesar 67,79%.

Berdasarkan uraian di atas, sintesis *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol* dari minyak terpentin belum ada yang meneliti dari segi variasi suhu dan variasi konsentrasi katalis asam sulfat sebagai variabel bebas. Pemilihan variabel ini dikarenakan variabel ini belum banyak diteliti lebih lanjut, dan kondisi operasi yang berbeda setiap referensi seperti kecepatan pengadukan, jenis pelarut, dan volume bahan yang digunakan. Penelitian ini bertujuan untuk mencari suhu dan penambahan katalis sehingga didapatkan hasil yang paling optimal. Maka dari itu, peneliti ingin meneliti tentang sintesis *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol* dengan variabel suhu 65°C, 75°C, dan 85°C serta konsentrasi katalis asam sulfat 15% dan 20%.

2. METODE PENELITIAN

Metode sintesis *alpha-terpineol* yang dilakukan menggunakan metode pemanasan serta pengadukan dengan asam sulfat sebagai katalisator yang dilakukan dalam skala Laboratorium. Bahan utama yang digunakan adalah minyak terpentin yang diperoleh dari Perhutani sebanyak 12,65 gram. Bahan lainnya yang digunakan seperti, katalis asam sulfat 20 mL dan etanol sebanyak 135 mL. Percobaan dilakukan secara batch dengan lama waktu 3 jam dengan variasi suhu reaksi yaitu 65°C, 75°C, dan 85°C serta konsentrasi katalis asam sulfat dengan variasi 15% dan 20%.

Alat yang digunakan adalah labu leher tiga, pendingin balik, beaker glass, erlenmeyer, heating mantel, labu ukur, termometer, pipet volume, timbangan analitis, waterbath, statif, stopwatch, gelas arloji, pH-meter dan spatula.

2.1 Tahap Persiapan

Prosedur penelitian meliputi tahap persiapan yaitu membuat larutan asam sulfat 20% dan asam sulfat 15% sebanyak 20 mL, lalu menimbang minyak terpentin sebanyak 12,65 gram dan mengambil etanol sebanyak 135 mL.

2.2 Tahap Reaksi

Minyak terpenin, etanol dan asam sulfat dipanaskan hingga mencapai suhu 65°C lalu dicampurkan ke dalam labu leher tiga sama. Suhu reaksi dipertahankan pada suhu 65°C, disertai pengadukan pada 500 rpm selama 3 jam. Ulangi proses tersebut dengan variable suhu 75°C, dan 85°C serta konsentrasi asam sulfat 15% dan 20%.

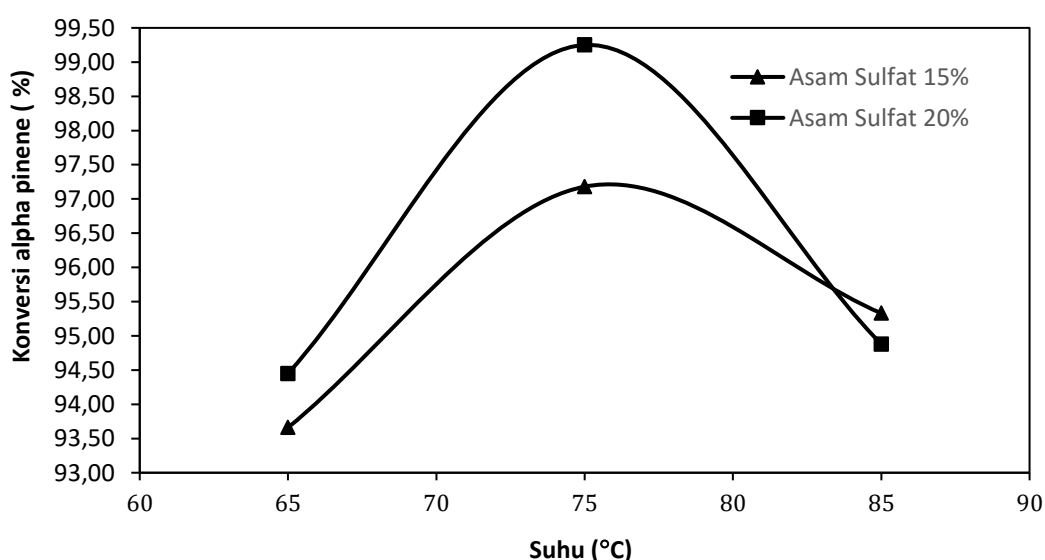
2.3 Tahap Analisis Hasil

Tahap terakhir adalah tahap analisa yaitu mengambil hasil reaksi setelah 3 jam pengadukan, kemudian dinetralkan hingga pH 7 dengan menambahkan NaOH 20%. *Alpha-terpineol* dipisahkan menggunakan alat corong pisah dan didistilasi untuk memisahkan senyawa yang tidak diinginkan. Konversi terpineol menjadi *alpha-terpineol* dianalisis menggunakan alat GC dan perhitungan berat jenis menggunakan piknometer

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap hasil konversi *alpha-pinene*

Identifikasi kadar awal *alpha-pinene* pada minyak terpenin dianalisis menggunakan alat *Gas Chromatography*. Didapatkan hasil analisis kadar *alpha-pinene* awal yaitu sebesar 65%. Setelah perlakuan, sampel dianalisa kembali dengan alat *Gas Chromatography* untuk mendapatkan kadar *alpha-terpineol* dan kadar *alpha-pinene* yang tersisa pada sampel. Dari hasil tersebut diperoleh hubungan antara suhu dan konsentrasi katalis terhadap konversi *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol*. Hasil konversi *alpha-pinene* menjadi terpineol pada konsentrasi asam sulfat 15% dengan suhu 65°C, 75°C, dan 85°C berturut turut adalah 93,99%, 97,18%, dan 95,33%. Pada konsentrasi asam sulfat 20% dengan 65°C, 75°C, dan 85°C konversi *alpha-pinene* menjadi *alpha-terpineol* berturut turut adalah 94,45%, 99,25%, dan 94,88%.



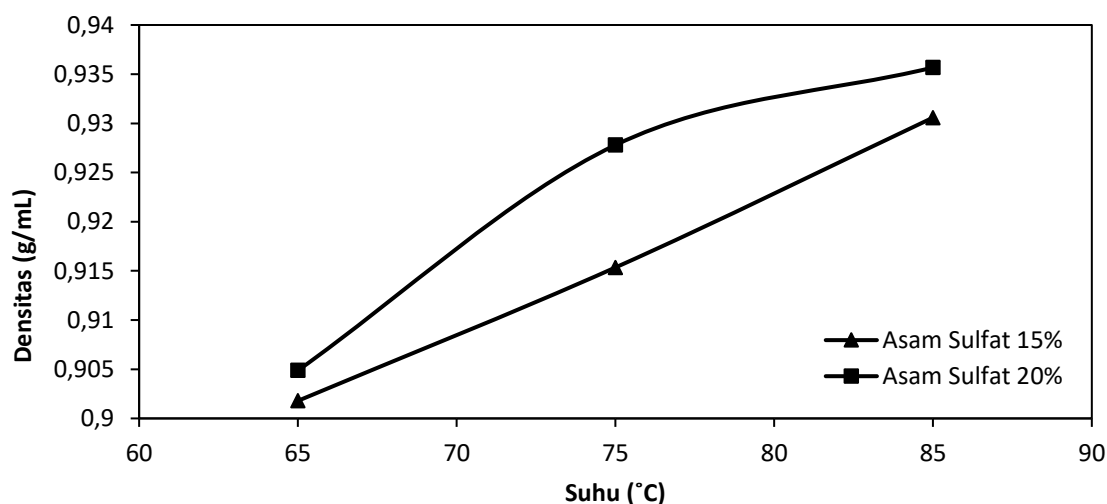
Gambar 1. Grafik Suhu Terhadap Konversi *Alpha-Pinene* Pada Sintesis Alpha Terpineol Dengan Variasi Konsentrasi Asam Sulfat

Pada Gambar 1 dapat dilihat grafik antara pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap konversi reaktan. Terlihat bahwa kenaikan suhu reaksi menyebabkan konversi *alpha-pinene* meningkat. Presentasi minyak terpenin yang terkonversi dengan hasil

optimum ditunjukkan pada kondisi suhu 75°C. Hal ini disebabkan karena reaktan bergerak lebih aktif dibandingkan pada suhu 65°C sehingga energi kinetik yang dimiliki zat-zat reaktan lebih besar dari energi aktivasi minimumnya. Akibatnya semakin banyak terjadi tumbukkan antar molekul dan reaksi berlangsung lebih cepat. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius yang menyatakan bahwa semakin tinggi suhu maka laju reaksi juga semakin meningkat. Namun pada suhu 85°C konversi *alpha-pinene* yang dihasilkan mengalami penurunan karena pada suhu tersebut terdapat kecenderungan pembentukan produk samping dan kerusakan struktur pada *alpha-terpineol* sehingga nilai konversi yang dihasilkan menurun [1, 15].

3.2. Pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap densitas *alpha-terpineol*

Salah satu parameter uji kualitas *alpha-terpineol* adalah nilai densitas. Berdasarkan data *terpineol* dari Perhutani, standart densitas *terpineol* ialah antara 0,910-0,940. Adanya variasi suhu dan konsentrasi katalis pada sintesis *alpha-terpineol* akan berpengaruh terhadap nilai densitas. Grafik hubungan antara pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap densitas *alpha-terpineol* ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan grafik tersebut terlihat bahwa dengan semakin bertambahnya suhu operasi maka densitas *alpha-terpineol* akan mengalami peningkatan dan semakin mendekati densitas standart *terpineol*. Pada Suhu 65-85°C densitas *alpha-terpineol* cenderung mengalami peningkatan. Nilai densitas pada suhu 65°C, 75°C, dan 85°C dengan konsentrasi asam sulfat 20% berturut turut yaitu, 0,90488;0,92779; dan 0,93568, dan konsentrasi asam sulfat 15% berturut turut yaitu, 0,901788;0,915348;0,930582. Peningkatan densitas dari *alpha-terpineol* ini disebabkan karena bertambahnya kinetika reaksi. Dari data tersebut pada suhu 75°C dan 85°C yang memenuhi syarat standard densitas antara 0,910-0,940 g/mL.

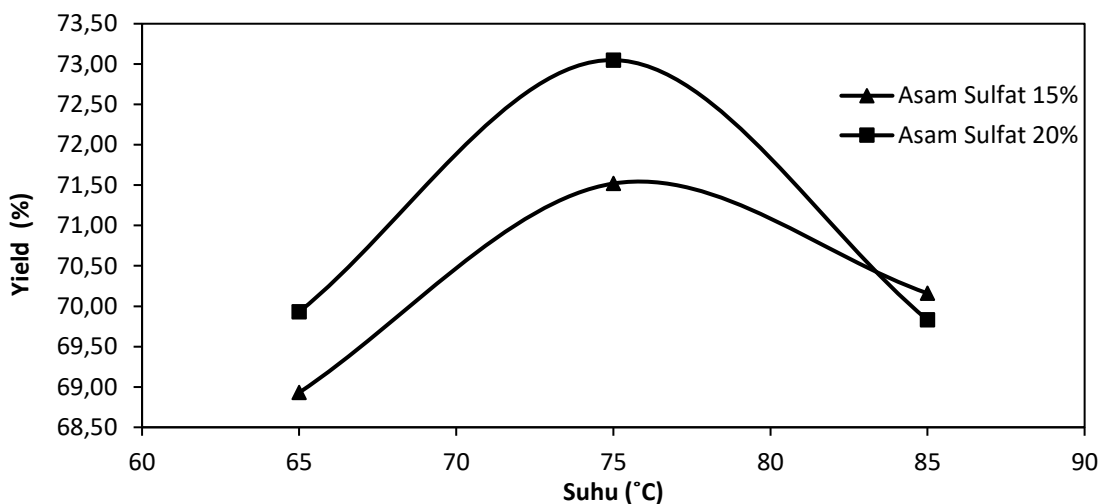


Gambar 2. Grafik Suhu Terhadap Densitas *Alpha-Terpineol* Pada Sintesis *Terpineol* Dengan Variasi Konsentrasi Asam Sulfat

3.3. Pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap %yield *alpha-terpineol*

Pengaruh suhu dan konsentrasi katalis terhadap yield *alpha-terpineol* ditunjukkan pada Gambar 3. Berdasarkan grafik tersebut terlihat bahwa kenaikan suhu reaksi menyebabkan konsentrasi *terpineol* meningkat. Persentase konsentrasi *terpineol* menunjukkan pada kondisi suhu 75°C, sedangkan pada suhu 85°C konsentrasi *terpineol* yang dihasilkan

mengalami penurunan. Hal ini disebabkan bahwa pada kisaran suhu tersebut meskipun reaktan masih bergerak aktif tetapi produk samping juga terbentuk dan jumlahnya relatif lebih banyak. Hal ini disebabkan bahwa pada suhu optimum meskipun reaktan masih bergerak aktif tetapi produk samping juga terbentuk dan jumlahnya relatif lebih banyak [1, 15].



Gambar 3. Grafik Pengaruh Suhu Terhadap Konsentrasi Alpha Terpeneol

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Hasil terbaik untuk densitas terpeneol dan konversi terbaik *alpha-pinene* pada sintesis *alpha-pinene* menjadi terpeneol menggunakan katalisator asam sulfat diperoleh pada suhu 75°C dengan konsentrasi katalis asam sulfat 20% didapatkan alfa-terpeneol sebanyak 0,92779 g/mL dan konversi alfa pinene terhadap alpha terpeneol yaitu 98%. Hasil yield yang terbaik sebesar 73,05%.

Saran untuk penelitian sintesis *alpha-terpeneol* sebaiknya tidak menggunakan etanol karena jika lebih dari suhu optimal akan membentuk senyawa lain dan konversi *alpha-pinene* menurun seiring bertambahnya suhu. Saran berikutnya yaitu menggunakan perbandingan katalis asam yang lebih kuat daripada asam sulfat seperti asam kloroasetat, asam oksalat karena katalis dari asam yang kuat dapat mempercepat reaksi dari pada asam yang lebih lemah.

REFERENSI

- [1] E. D. Daryono, "Sintesis α -Pinene Menjadi α -Terpeneol Menggunakan Katalis H_2SO_4 dengan Variasi Suhu Reaksi dan Volume Etanol," *Jurnal Teknik Kimia USU*, vol. 4, no. 2, hal. 1–6, 2015.
- [2] Y. F. B. Prastiwi, T. Selfiana, dan dan H. Utami, "Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat dan Waktu Reaksi Pada Sintesis α -Terpeneol dari Terpentin," *Indonesia Journal of Chemical Science*, vol. 8, no. 1, 2019.
- [3] P. Utama dan T. Hudaya, "Hydrogenasi Elektrokimia Hidrokarbon Terpen", Laporan Pengabdian dan Penelitian Jurusan Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan, 2013.
- [4] A. Budiman, T. I. Arifta, D. Diana, dan S. Sutijan, "Continuous Production of α -Terpeneol from α -Pinene Isolated from Indonesian Crude Turpentine," *Modern Applied Science*, vol. 9, no. 4, hal. 225–232, 2015.

- [5] G. Yang, Y. Liu, Z. Zhou, dan Z. Zhang, "Kinetic study of the direct hydration of turpentine," *Chemical Engineering Journal*, vol. 168, no. 1, hal. 351–358, 2011.
- [6] R. W. Amini, dan M. F. Rahman, "Analisis Minyak Terpentin (Pinus Merkusii) Hasil Produksi Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM) Serta Metode Pemurniannya," *Kimia Student Journal*, vol. 1, no. 1, hal. 147–148, 2014.
- [7] Alibaba, "Harga Terpentin dan Terpeneol," indonesian.alibaba.com. Diakses: 15 September 2023.
- [8] Nurhasanah, E. N. Putriani, H. Utami, dan B. Ginting, "Pengaruh Jenis Solubility Promotor dan Waktu Reaksi pada Sintesis α -Terpeneol dari Minyak Terpentin Menggunakan Katalis Zeolit Alam Lampung Teraktivasi," *Indonesia Journal of Chemical Science*, vol. 8, no. 1, 2019.
- [9] A. B. Yudhistira, "Perhutani Pine Chemical Industry", *Laporan Praktek Kerja Jurusan Teknik Kimia Universitas Sebelas Maret*, 2017.
- [10] N. Amilia, K. Siadi, dan D. Latifah, "Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi Pinena menjadi Terpeneol terkatalis Zeolit Alam teraktivasi," *Jurnal FMIPA UNNES*, vol. 4, no. 1, 2013.
- [11] S. Pratigto, K. Siadi, dan E. Cahyono, "Efek Perubahan Konsentrasi Pada Hidrasi A-Pinena Dari Terpentin Dengan Katalis Asam Trikloroasetat," *Indonesia Journal of Chemical Science*, vol. 4, no. 2, hal. 2–7, 2015.
- [12] T. Prakoso, I. A. Putra, L. Handojo, T. H. Soerawidjaja, H. P. Winoto, dan A. Indarto, "A method to control terpeneol production from turpentine by acid catalysts mixing," *Heliyon*, vol. 6, no. 10, 2020.
- [13] N. Comelli, M. C. Avila, C. Volzone, dan M. Ponzi, "Hydration of α -pinene catalyzed by acid clays," *Central Europe Journal of Chemistry*, vol. 11, no. 5, hal. 689–697, 2013.
- [14] N. Eralita, A. Pramita, dan D. N. Fauzi, "Pengaruh Suhu Reaksi Pada Proses Hidrasi Alpha Pinene Dengan Katalisator Amberlyst 36," *Jurnal Pengendali dan Pencemaran Lingkungan*, vol. 2, hal. 8–14, 2020.
- [15] U. N. Khikmah dan H. Utami, "Studi Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi Pada Sintesis α -Terpeneol Dari Terpentin Dengan Menggunakan Katalis Asam Trikloroasetat," *Inovasi Pembangunan Jurnal Kelitbangan*, vol. 7, no. 2, hal. 211–220, 2019.
- [16] M. R. Aguirre, L. D. L. Torre-Sáenz, W. A. Flores, A. R. Sánchez, dan A. A. Elguézabal, "Synthesis of terpeneol from α -pinene by homogeneous acid catalysis," *Catalysis Today*, vol. 107–108, hal. 310–314, 2005.