

PENGARUH TEMPERATUR PADA REAKSI HIDRASI α-PINENA MENJADI α-TERPINEOL SISTEM HETEROGEN DENGAN KATALIS ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI

SKRIPSI

Disajikan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

Program Studi Kimia

Oleh

NIA AMILIA 4311409021

JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2013

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis dalam Skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam Skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

6000

Semarang, 31 Juli 2013

Nia Amilia

4311409021

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang,

Pembimbing I,

<u>Drs.Kusoro Siadi, M.Si</u> NIP. 194804241975011001

Pembimbing II,

Dra.Latifah, M.Si

NIP. 196201071991022001

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol Sistem Heterogen dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi disusun oleh

Nama

: Nia Amilia

NIM

: 4311409021

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 31 Juli 2013.

Panitia,

Prof. Dr. Wiwanto, M.Si

NIP: 1963/0121988031001

Ketua Penguji,

Prof. Dr. Supartono, M.Si

NIP. 195412281983031003

Anggota Penguji/

Pembimbing Utama,

Drs. Kusoro Siadi, M.Si

NIP. 194804241975011001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si

NIP. 196507231993032001

Anggota Penguji/

Pembimbing Pendamping,

Dra. Latifah, M.Si

NIP. 196201071991022001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO:

"Jika usaha yang kau lakukan biasa maka hasil yang kau dapatkan juga biasa, Jika usaha yang kau lakukan luar biasa maka hasil yang kau dapatkan juga luar biasa,

Dan jika usaha yang kau lakukan istimewa maka hasil yang kau dapatkan juga istimewa."

"Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan, dan apabila engkau telah selesai dari suatu urusan, tetaplah bekerja keras untuk urusan yang lain" (Q.S. Al Insyirah)

PERSEMBAHAN:

Skripsi ini kupersembahkan kepada:

- ❖ Bapak dan Ibu tercinta, Kurnaedi dan Masruhah yang tak pernah berhenti memberikan doa, kasih sayang, dan dukungan dalam semua hal.
- Mbak Fidia, Mas Dani, Aya, dan Aulia tersayang yang selalu memberikan semangat dan warna-warni kehidupan.
- Muhammad Zaenuddin Firmansyah dan Mbak Zul sekeluarga yang memberikan semangat dan doa.
- Hanny, Silvia, Afriani, Titis, Zara, Ria, Dina, yang setia mendengarkan semua curahan hati dan memberi suntikan motivasi.
- ❖ Ibu Ida, Mas Huda, Mbak Yuan, Mbak Dian, Mbak Endah, Mbak Fitri atas ilmu dan saran-sarannya.
- ❖ Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2009 Rombel 1 yang selalu semangat bersama.

PRAKATA

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah s.w.t. atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul Pengaruh Temperatur Pada Reaksi Hidrasi α-Pinena Menjadi α-Terpineol Sistem Heterogen Dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam melaksanakan penelitian dan penyusunan Skripsi. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada :

- Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang,
- Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang,
- Drs. Kusoro Siadi, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah membagikan ilmu, memberikan petunjuk, dan bimbingan dengan penuh kesabaran sehingga Skripsi ini dapat selesai dengan baik,
- 4. Dra. Latifah, M.Si, selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan masukan dan bimbingan, sehingga Skripsi ini dapat menjadi lebih baik,
- Prof. Dr. Supartono, M.S, selaku dosen penguji utama yang telah memberikan masukan, pengarahan, dan bimbingan dalam penyusunan Skripsi,
- 6. Pihak lain yang telah membantu dan tidak dapat penulis sebutkan semuanya. Demikian ucapan terima kasih dari penulis, semoga Skripsi ini dapat bermanfaat dan memberikan sumbangan pengetahuan bagi perkembangan pengetahuan dalam penelitian selanjutnya.

Semarang, Juli 2013

Penulis

ABSTRAK

Amilia, Nia.2013. *Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol Sistem Heterogen dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Drs. Kusoro Siadi, M.Si dan Pembimbing Pendamping Dra. Latifah, M.Si.

Kata kunci:α-pinena;temperatur;reaksi hidrasi;α-terpineol

Lebih dari 200 jenis minyak atsiri diproduksi dunia, salah satunya adalah minyak terpentin yang mengandung kamfen,β-pinena,limonen,dan α-pinena. α-pinena dapat diubah menjadi α-terpineol melalui reaksi hidrasi tetapi selama ini digunakan katalis homogen berupa asam oksalat,TCA,dan HCl yang bersifat korosif dan tidak *reusable*. Tujuan penelitian guna mengetahui temperatur terbaik untuk reaksi hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol menggunakan katalis heterogen zeolit alam teraktivasi dan mengetahui besarnya energi aktivasi reaksi hidrasi. Karakterisasi katalis meliputi penentuan luas permukaan, volume pori, dan rerata jejari pori menggunakan Gas Sorption Analyzer NOVA1200e. Reaksi hidrasi berlangsung pada temperatur 30,40,50,60,70,dan 80°C. Hasil reaksi dianalisis menggunakan spektrofotometer IR, Gas Chromatography (GC), dan Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS). Hasil analisis IR menunjukkan serapan gugus OH pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹an, gugus C-H alifatik pada bilangan gelombang 2987,09 cm⁻¹,gugus C=C pada bilangan gelombang 1635,64 cm⁻¹, gugus C-O pada bilangan gelombang 1126,43 cm⁻¹. Temperatur berpengaruh pada konversi (%) α-pinena menjadi α-terpineol, hasil terbaik diperoleh pada temperatur 70°C dengan kadar 68,53% dan harga Ea reaksi hidrasi sebesar 67,409912 kJmol⁻¹.

ABSTRACT

Amilia, Nia. 2013. Effect of Temperature in Hydration Reaction of α-pinene to α-terpineol Heterogeneous System using Activated Natural Zeolite. Bachelor Thesis, Chemistry Department Mathematics and Science Faculty of Semarang State University. Advisor Drs. Kusoro Siadi, M.Si and co-advisor Dra. Latifah, M.Si.

Keywords:α-pinene;temperature;hydration reaction;α-terpineol

More than 200 kinds of aromatic oil being produced in the world such as turpentine oil which contains camphene, β -pinene,limonene,and α -pinene α -pinene can be changed to α-terpineol by hidration reaction using homogeneous catalyst like oxalic acid, TCA, and HCl that corrosive and unreusable. The purpose of the research are to know the best temperature of hydration reaction α -pinene to α terpineol using activated nature zeolite and decide the value of activation energy for the hydration reaction. Characterization of the catalyst include surface area, pore size, and pore volume was performed using Gas Sorption Analyzer NOVA1200e. Reaction occurs at various temperature; 30,40,50,60,70, and 80°C. Product of reaction analyzed using infra red spectroscopy, gas chromatography, and chromatography-mass spectroscopy for the best product. Results of the analysis using infra red show absorption of OH group at 3400 cm⁻¹, C-H at 2987,09 cm⁻¹, C=C bond at 1635,64 cm⁻¹, and C-O at 1126,43 cm⁻¹. Effect of temperature influence of the convertion (%) α -pinene to α -terpineol and the best result was reached at 70°C; 68,53% and activation energy of reaction hydration is 67.409912 kJmol⁻¹.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	Halaman
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	. 3
1.3 Tujuan Penelitian	. 3
1.4 Manfaat Penelitian	. 4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA2.1 Isolasi α-pinena dari Minyak Terpentin	
2.2 α-Pinena	6
2.3 Reaksi Hidrasi Senyawa α-pinena	7
2.4 α-Terpineol	9
2.5 Katalis Zeolit	11
2.6 Adsorpsi Katalis Heterogen	13

BAB 3. METODE PENELITIAN	15
3.1 Variabel Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan	16
3.3 Prosedur Penelitian	16
BAB 4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Hasil Penelitian	21
4.2 Pembahasan	38
BAB 5. SIMPULAN DAN SARAN	48
5.1 Simpulan	48
5.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar Hal	aman
2.1. Struktur senyawa penyusun minyak terpentin	6
2.2. Struktur α-pinena	7
2.3. Tahapan reaksi hidrasi alkena	8
2.4. Struktur isomer senyawa terpineol	9
2.5. Struktur senyawa α-terpineol	10
2.6. Mekanisme reaksi hidrasi α-pinena	11
2.7. Struktur kerangka zeolit	13
2.8. Skema mekanisme reaksi permukaan	14
4.1. Spektrum IR H-zeolit alam	22
4.2 Spektrum IR α-pinena	23
4.3. Kromatogram GC α-pinena	24
4.4. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 30°C	25
4.5. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 30°C	26
4.6. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 40°C	27
4.7. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 40°C	28
4.8. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 50°C	29
4.9. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 50°C	30
4.10. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 60°C	31
4.11. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 60°C	32
4.12. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C	33
4.13. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C	34
4.14. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 80°C	35
4.15. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 80°C	36
4.16. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C	37

4.17. Spektrum massa hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C	37
4.18. Reaksi dealuminasi zeolit alam	39
4.19. Isoterm adsorpsi N ₂ dari katalis H-Zeolit	40
4.20. Spektrum massa α-terpineol	44
4.21. Fragmentasi senyawa α-terpineol	45
4.22. Hubungan ln k terhadap 1/T pada reaksi hidrasi α-pinena	46

DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
2.1	Karakteristik senyawa α-pinena	7
2.2	Karakteristik senyawa α-terpineol	10
	Hasil Karakterisasi luas permukaan spesifik, rerata jejari pori,	
	dan volume total pori katalis menggunakan metode	
	BET	22
4.2	Sifat fisik senyawa α-pinena hasil isolasi	23
4.3	Interpretasi spektrum IR α-pinena	24
4.4	Interpretasi kromatogram GC α-pinena	24
4.5	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 30°C	26
4.6	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 30°C	26
4.7	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 40°C	27
4.8	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 40°C	28
	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 50°C	29
4.10	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 50°C	30
4.11	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 60°C	31
4.12	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 60°C	32
4.13	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 70°C	33
4.14	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 70°C	34
4.15	Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena	
	temperatur 80°C	35
4.16	Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi	
	α-pinena temperatur 80°C	36
4.17	Data penentuan energi aktivasi reaksi hidrasi	38
	Data hasil perhitungan ln k	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampi	ran	Halaman
1.	Diagram kerja penelitian	52
2.	Perhitungan energi aktivasi	. 56
3.	Hasil analisis spektrofotometer IR	. 58
4.	Hasil analisis GC	. 65
5.	Hasil analisis GC-MS	. 79
6.	Hasil analisis katalis zeolit alam teraktivasi	
	menggunakan BET	. 81

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sekitar 200 jenis minyak atsiri diperdagangkan di pasar dunia dan tidak kurang dari 80 jenis diantaranya diproduksi secara kontinyu di berbagai negara berkembang dan 20 jenis minyak atsiri Indonesia dikenal di pasar dunia, beberapa di antaranya sudah menjadi komoditi ekspor yaitu serai wangi, nilam, akar wangi, kenanga, kayu putih, cengkeh, cendana, pala, massoi, kruing, gaharu, lawang, dan terpentin. Minyak atsiri digunakan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan obat-obatan, parfum, kosmetika, sabun, detergen, flavor dalam makanan dan minuman, dan aroma terapi.

Terpentin merupakan salah satu minyak yang didapatkan dari pohon pinus dan dimanfaatkan sebagai pelarut dalam industri farmasi, pengolahan resin, dan cat. Sebagian besar pohon pinus di Indonesia adalah jenis *Pinus merkusii* yang menghasilkan terpentin dengan komposisi 82% α -pinena dan komponen lain seperti kamfen, β -pinena, dan limonen. Untuk mendapatkan nilai tambah α -pinena, dapat dilakukan reaksi hidrasi untuk menghasilkan α -terpineol. Senyawa terpineol dapat diaplikasikan sebagai parfum, pembasmi serangga, antijamur dan desinfektan (Utami, 2009).

Dalam reaksi hidrasi α -pinena menjadi senyawa α -terpineol, dibutuhkan media yang bersifat asam pada temperatur tertentu. Penelitian mengenai hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol telah dilakukan oleh beberapa peneliti terdahulu; Van der Waal, dkk. (1996) melakukan hidrasi dan isomerisasi α -pinena dengan zeolit

H-beta sebagai katalis. Vital (2001) melakukan hidrasi α-pinena dengan katalis membran *polydimethylsiloxane* (PDMS) yang diisi dengan zeolit USY pada temperatur 50°C, dan diperoleh produk utama α-terpineol, yang secara simultan juga membentuk produk minor, terutama *terpenic hydrocarbon*. Avila (2010) mereaksikan α-pinena dengan katalis padat TCA/TiO₂ dan TCA/ZrO₂.nH₂O pada suhu 80°C. Hasil terbaik diperoleh dengan katalis TCA/ZrO₂.nH₂O, selektifitas α-terpineol sebesar 57%. Agustina (2012) melangsungkan reaksi hidrasi α-pinena menggunakan katalis zeolit alam pada temperatur 65°C dengan variasi waktu 60, 120, dan 240 menit. Hasil α-terpineol terbaik didapatkan pada reaksi dengan waktu selama 120 menit yakni sebesar 60,34%.

Katalis yang digunakan dalam reaksi hidrasi α-pinena selama ini digunakan katalis homogen berupa asam kloroasetat, asam oksalat, TCA (*trichloroacetic*), dan asam klorida. Faktanya penggunaan katalis homogen ini bersifat korosif dan tidak ramah lingkungan sehingga perlu digunakan suatu katalis yang lebih ramah lingkungan, diharapkan dapat digunakan kembali (*reusable*) dan tidak merusak alat yang digunakan dalam reaksi hidrasi.

Salah satu alternatif katalis yang dapat digunakan adalah katalis heterogen berupa zeolit alam teraktivasi yang memiliki sifat berupa kemampuan untuk meningkatkan selektivitas dan aktivitas, proses yang lebih bersih, serta mudah dipisahkan setelah produk terbentuk.

Reaksi heterogen adalah reaksi yang berlangsung dalam suatu sistem yang heterogen yakni di dalamnya terdapat dua fasa atau lebih. Banyak reaksi kimia fasa cair maupun gas yang hanya dapat berlangsung pada permukaan padatan

karena sifat reaksinya hanya bergantung pada fasa padat (Utomo,2007). Reaksi ini dikatakan reaksi berkatalisis, yakni fasa padat sebagai katalisnya dan dalam reaksi hidrasi ini zeolit alam teraktivasi yang berperan sebagai fasa padat. Adanya proses adsorpsi reaktan pada situs aktif katalis padat ini akan melepaskan energi dalam bentuk panas sehingga akan mempermudah molekul reaktan melewati energi aktivasi

Penelitian ini bertujuan untuk mengubah komponen minyak terpentin berupa α-pinena menjadi senyawa α-terpineol melalui reaksi hidrasi sistem heterogen menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi pada temperatur 30°C,40°C,50°C,60°C,70°C, dan 80°C pada waktu reaksi 120 menit serta perhitungan besarnya energi aktivasi pada reaksi hidrasi α-pinena menjadi senyawa α-terpineol.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah

- 1. Pada temperatur berapakah yang paling baik untuk melangsungkan reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol sistem heterogen dengan katalis zeolit alam teraktivasi ?
- 2. Berapa nilai energi aktivasi pada reaksi hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol sistem heterogen dengan katalis zeolit alam teraktivasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini antara lain:

 Mengetahui temperatur reaksi yang paling baik untuk melangsungkan reaksi hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol. 2. Mengetahui besarnya energi aktivasi reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol dengan katalis zeolit alam teraktivasi.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang ingin dicapai dalam penelitian ini antara lain :

- 1. Memberi informasi mengenai temperatur yang paling baik untuk melangsungkan reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol dengan katalis zeolit alam teraktivasi.
- 2. Memberi informasi mengenai energi aktivasi reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol dengan katalis zeolit alam teraktivasi.

BAB 2

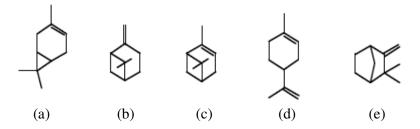
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Isolasi α-pinena dari Minyak Terpentin

Terpentin merupakan bagian hidrokarbon yang mudah menguap dari getah pinus. Hidrokarbon ini dipisahkan dari bagian yang tidak menguap (gondorukem) melalui cara penyulingan. Silitonga (1973) menyatakan terpentin adalah minyak yang diperoleh sebagai hasil sampingan dari pembuatan gondorukem, karena sifatnya yang khusus maka minyak terpentin banyak digunakan baik sebagai bahan pelarut ataupun sebagai minyak pengering seperti ramuan semir (sepatu, logam, dan kayu), sebagai bahan substitusi kamper dalam pembuatan *seluloid* (film) dan pelarut bahan organik. Jumlah terpentin yang terkandung dalam getah pinus berkisar antara 10-17,5%. Getah yang segar akan menghasilkan persentase terpentin yang lebih tinggi.

Komponen minyak terpentin yang utama adalah senyawa terpen hidrokarbon yang mudah menguap seperti α-pinena, β-pinena, kamfen, limonen, 3-carene, dan terpinolen. (Chinn, 1989). Persentase komponen-komponen tersebut tidak sama di setiap minyak terpentin yang dihasilkan berbagai negara. Indonesia sendiri memiliki kandungan komponen minyak terpentin sebanyak 65-85% α-pinena, 1-3% β-pinena, $\sim 1\%$ kamfen, 10-18% 3-carene, dan 1-3% limonen. Sedangkan berat jenisnya 0,865-0,870 g/ml pada temperatur 20° .

Struktur senyawa penyusun minyak terpentin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Stuktur senyawa penyusun minyak terpentin (a) 3-carene, (b) β-pinena, (c) α-pinena, (d) Limonen, (e) Kamfen.

Sifat minyak terpentin pada umumnya adalah sebagai berikut :

- Penampakan fisik : cairan tidak berwarna

- Titik didih : 150-160°C

- Titik lebur : -60 sampai -50°C

- Densitas : $0.854-0.868 \text{ g/cm}^3$

- Kelarutan dalam air : tidak larut

 Dapat larut pada benzena, kloroform, eter, karbon disulfida, petroleum eter, dan minyak.

- Memiliki bau khas

Minyak terpentin telah lama digunakan sebagai tiner, pelarut tinta printer, industri percetakan, pelarut cat, pengkilap logam, dan kini diketahui bahwa pengolahan lebih lanjut dari minyak terpentin dapat menghasilkan komponen yang lebih bernilai ekonomi tinggi dan menjadi bahan tambahan pada industri kosmetik (parfum), pembasmi serangga, antijamur dan desinfektan, serta industri farmasi.

2.2 α-Pinena

Senyawa α -pinena merupakan senyawa organik dari golongan senyawa terpen dan termasuk ke dalam senyawa alkena yang mengandung cincin reaktif

karena adanya ikatan rangkap dan dapat ditemukan pada berbagai minyak pohon jenis konifer terutama pinus.

Senyawa α-pinena didapatkan dari proses produksi bubur kertas berbahan dasar kayu pinus dengan kandungan sekitar 92% atau dari hasil isolasi minyak terpentin dengan destilasi pengurangan tekanan (Aguirre, 2005).

Nama IUPAC dari senyawa ini adalah 2,6,6-trimetil bisiklo [3,1,1]-2-heptena dengan struktur seperti pada Gambar 2.2



Gambar 2.2. Struktur α-pinena

Sifat senyawa α-pinena secara umum disajikan dalam Tabel 2.1

Komponen Keterangan Rumus Molekul $C_{10}H_{16}$ Kenampakan Tidak berwarna 0,858 g/mL Densitas (20°C) Titik lebur -64 °C, 209 K, -83 °F 155 °C, 428 K, 311 °F Titik didih Kelarutan dalam air Sukar larut Indeks bias 1,4656

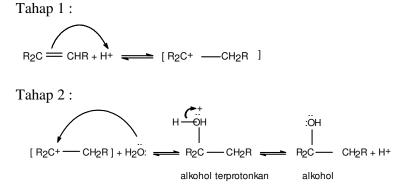
Tabel 2.1. Karakteristik senyawa α-pinena

2.3 Reaksi Hidrasi Senyawa α-pinena

Alkena merupakan suatu hidrokarbon yang mengandung satu atau lebih ikatan rangkap karbon-karbon, dan senyawa α -pinena merupakan suatu senyawa yang tergolong ke dalam alkena dengan gugus fungsional cincin karbon yang bersifat reaktif karena adanya ikatan rangkap.

Senyawa alkena mengandung hidrogen lebih sedikit dibandingkan dengan senyawa alkana sehingga memiliki kecenderungan untuk mengalami reaksi adisi. Dalam suatu reaksi adisi suatu alkena, ikatan pi terputus dan pasangan elektronnya digunakan untuk membentuk dua ikatan sigma baru. Panas yang dilepaskan untuk membentuk 2 ikatan sigma tersebut lebih besar daripada energi yang diperlukan untuk memutus satu ikatan sigma dan satu ikatan pi, hal ini menyebabkan reaksi adisi bersifat eksotermis. Reaksi adisi yang lazim dialami oleh alkena adalah reaksi adisi dengan hidrogen, dengan halida, dan dengan suatu hidrogen halida.

Pada pembentukan α-pinena menjadi α-terpineol, reaksi yang terjadi adalah reaksi hidrasi atau reaksi adisi suatu ikatan rangkap dengan keberadaan air dan dalam suasana asam membentuk suatu alkohol. Dalam reaksi ini terdapat dua tahap, tahap pertama adalah serangan elektrofilik membentuk suatu karbokation dan tahap kedua adalah serangan nukleofil ke karbokation. Reaksi ini merupakan reaksi yang mengikuti aturan Markovnikov. Tahapan reaksinya ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Tahapan reaksi hidrasi alkena (Fessenden, 1986)

Hidrasi α -pinena dengan katalis asam membentuk campuran kompleks monoterpen (alkohol dan hidrokarbon). α -pinena bereaksi dalam media asam akan mengekspansi cincinnya membentuk senyawa turunan seperti kamfen, fencen, dan bornilen atau membukanya cincin membentuk limonen, terpinolen, dan α atau γ terpinen. Apabila dalam reaksi hidrasi ada kehadiran air dan katalis asam, penambahan produk-produk di atas akan membentuk alkohol seperti α -terpineol dan borneol.

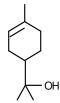
2.4 α-Terpineol

Terpineol atau 2-(4-metil-1-sikloheks-3-enil) propan-2-ol termasuk ke dalam golongan alkohol monoterpen yang diisolasi dari berbagai sumber seperti minyak kayu putih, minyak pinus, dan minyak biji-bijian. Senyawa ini memiliki 3 isomer yaitu α , β , dan γ -terpineol yang dibedakan berdasarkan letak ikatan rangkapnya. Gambar 2.4. berikut merupakan struktur isomer terpineol.

Gambar 2.4. Struktur isomer senyawa terpineol (a) α , (b) β , dan (c) γ - terpineol.

Alfa terpineol merupakan produk utama dan paling berlimpah yang digunakan secara luas dalam industri kosmetik, parfum, antifungi, desinfektan, pewangi dalam cairan pembersih, dan kini juga dikembangkan sebagai polimer. Senyawa ini tergolong ke dalam senyawa alkohol monoterpen monosiklik yang diperoleh melalui hidrasi α -pinena dalam suasana asam menghasilkan campuran

kompleks berupa monoterpen, alkohol, dam hidrokarbon. Selain itu α -terpineol juga dapat diperoleh melalui hidrasi atau biokonversi limonen terkatalisis asam tetapi disertai terbentuknya diol dalam jumlah yang besar (Dutenhefner,2001). Struktur dari α -terpineol disajikan dalam Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Struktur senyawa α-terpineol

Karakteristik dari senyawa α -terpineol menurut Amin (2011) disajikan dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Karakteristik senyawa α-terpineol

Tubbi 2:2: Harakteristik senjawa w terpincer		
Keterangan		
$C_{10}H_{18}O$		
Cairan tidak berwarna		
0.9338 g/cm^3		
18°C		
219°C		
Sedikit larut		

Studi mengenai sintesis α-terpineol telah banyak dilakukan dikarenakan sifatnya yang stabil dan aroma yang khas. Wijayati, dkk. (2011) melakukan hidrasi α-pinena menggunakan katalis zeolit-Y yang diimpregnasi dengan TCA menghasilkan konversi sebesar 66% dan selektivitas α-terpineol sebesar 55% dalam waktu 10 menit. Aguirre (2005) mensintesis α-terpineol dari α-pinena menggunakan katalis asam berupa asam klorida, asam asetat, asam oksalat dan asam kloroasetat. Hasil terbaik diperoleh dengan penggunaan asam kloroasetat sebagai katalis. Avila (2010) melakukan hidrasi α-pinena menggunakan katalis

asam padat SiO₂, TiO₂,dan ZrO₂.nH₂O yang diimpregnasi dengan TCA untuk mendapatkan reaksi yang lebih bersih dan katalis dapat dipisahkan dari campuran reaksi.

Reaksi hidrasi α-pinena dalam keadaan asam akan menyebabkan penyerangan suatu proton membentuk karbokation. Karbokation ini mengalami penataan kembali atau pembukaan cincin karbon untuk membentuk karbokation lain dan mengalami adisi nukleofilik oleh H₂O. Mekanisme reaksinya dapat dilihat seperti pada Gambar 2.6.

Gambar 2.6. Mekanisme reaksi hidrasi α-pinena (Estuti,2011)

2.5 Katalis Zeolit

Zeolit merupakan mineral alumina silika hidrat yang memiliki sifat-sifat spesifik, memiliki rongga-rongga kecil yang dapat menyimpan air dan mengandung kation-kation alkali dan alkali tanah seperti Ca, K, Na, dan Mg (Prihatini dkk, 1989). Beberapa sifat kimia zeolit yang sangat penting antara lain merupakan penyerap yang selektif, dapat digunakan sebagai penukar ion dan mempunyai aktivitas katalisis yang tinggi.

Zeolit ada dua macam yaitu zeolit alam dan sintetis. Umumnya zeolit alam digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan untuk dimanfaatkan sebagai katalis dan adsorben. Zeolit alam memiliki kristalinitas yang tidak terlalu tinggi, ukuran porinya sangat tidak beragam, aktivitas katalitiknya rendah, dan

mengandung banyak pengotor sehingga perlu dilakukan aktivasi yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat di dalam zeolit dan memperbesar luas permukaannya. Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit yang ada di alam, zeolit ini dibuat dengan rekayasa ilmiah melalui tahapan-tahapan prosedur yang cukup rumit dengan menggunakan bahan alumina, silika dan phosphat serta bahan tambahan yang lain (Saputra, 2006).

Secara umum, zeolit mempunyai kemampuan untuk menyerap, menukar ion, dan menjadi katalis. Zeolit mampu menyerap dan mengeluarkan air dan kation secara reversible, sehingga apabila molekul air yang terdapat dalam rongga saluran keluar maka zeolit dapat menyerap kembali air serta molekul lain (Estiaty, 2008).

Mineral zeolit merupakan kelompok mineral alumunium silikat terhidrasi dengan rumus empirik :

dimana L adalah logam (logam alkali dan alkali tanah terutama Na dan Ca), m, x, y, dan z adalah bilangan 2 sampai 10, sedangkan n adalah koefisien dari H₂O. Struktur kerangka zeolit dibangun oleh tetrahedral (SiO₄)⁴⁻ dan tetrahedral (AlO₄)₅₋ yang terikat melalui jembatan atom-atom oksigen sedemikian rupa membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung rongga berisi ion logam alkali atau alkali tanah (Yuanita, 2010). Gambar struktur kerangka zeolit disajikan pada Gambar 2.7

Gambar 2.7 Struktur kerangka zeolit (Yuanita, 2010)

Keasaman zeolit merupakan salah satu faktor penting dalam penggunaan zeolit sebagai pengemban dan katalis. Penggunaan zeolit sebagai katalis dapat dioptimalkan dengan perlakuan asam, hidrotermal, kalsinasi, oksidasi, dan impregnasi logam Cr serta reduksi yang akan meningkatkan rasio Si/Al, keasaman, dan luas permukaan spesifik suatu zeolit. Sifat lain dari zeolit yang juga berpengaruh terhadap peranannya dalam katalis adalah:

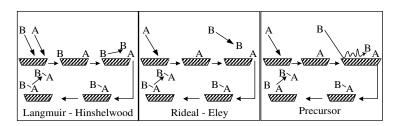
- Komposisi kerangka dan struktur pori zeolit mengatur muatan kerangka dan mempengaruhi stabilitas termal dan asam dari zeolit.
- 2. Kenaikan reaksi Si/Al akan berpengaruh pada stablitas zeolit terhadap temperatur tinggi dan lingkungan yang reaktif seperti naiknya keasaman.
- Medan elektrostatis zeolit, yang menyebabkan interaksi adsorpsi dengan molekul lain berubah-ubah.

2.6 Adsorpsi Katalis Heterogen

Adsorpsi adalah suatu proses dimana molekul-kolekul fluida menyentuh dan melekat pada permukaan padatan. Proses adsorpsi dapat berlangsung apabila suatu permukaan padatan dan molekul-molekul gas atau cair, dikontakkan dengan molekul-molekul tersebut, maka di dalamnya terdapat gaya kohesif termasuk gaya hidrostatik dan gaya ikatan hidrogen yang bekerja di antara molekul seluruh material. Gaya-gaya yang tidak seimbang pada batas fase tersebut menyebabkan perubahan-perubahan konsentrasi molekul pada interfase solid/fluida. Padatan

berpori yang menyerap (*adsorption*) dan melepaskan (*desorption*) suatu fluida disebut adsorben. Zeolit merupakan salah satu jenis adsorben yang mengadsorpsi secara fisik, yaitu adsorpsi yang disebabkan oleh adanya gaya Van der Waals dan gaya hidrostatik antara molekul adsorbat sehingga atom yang membentuk permukaan adsorben tanpa adanya ikatan kimia.

Ada tiga tipe umum reaksi permukaan yaitu reaksi permukaan yang mengikuti mekanisme Langmuir-Hinshelwood, Rideal-Eley, dan precursor (Prianto, 2008). Mekanismenya ditunjukkan pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Skema mekanisme reaksi permukaan (Prianto, 2008).

Pada mekanisme Langmuir-Hinshelwood, kedua pereaksi yakni reaktan (A) dan reaktan (B) teradsorp di permukaan aktif katalis kemudian keduanya bereaksi membentuk kompleks A-B (produk), dan pada akhirnya kompleks tersebut terdesorpsi. Apabila hanya salah pereaksi yang teradsorp di permukaan maka mekanismenya mengikuti mekanisme Rideal-Eley, yakni apabila reaktan (A) yang berada di permukaan bereaksi dengan masuknya reaktan (B) akan menghasilkan kompleks A-B kemudian kompleks A-B terdesorpsi. Sedangkan dalam mekanisme *precusor*, A teradsorpsi dan B bertabrakan dengan permukaan memasuki keadaan *precusor* yang bergerak. *Precusor* memantul pada permukaan sampai masuknya molekul A dan bereaksi menghasilkan kompleks A-B sampai terdesorpsi kembali.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Variabel Penelitian

3.1.1 Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Dalam penelitian ini, variabel terikatnya adalah produk α -terpineol yang maksimal dihasilkan dari reaksi hidrasi α -pinena menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi dalam berbagai temperatur.

3.1.2 Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang dapat mempengaruhi variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah temperatur reaksi hidrasi. Temperatur reaksi yang digunakan yaitu pada suhu 30, 40, 50, 60, 70, dan 80°C.

3.1.3 Variabel terkontrol

Variabel terkontrol merupakan variabel yang dapat mempengaruhi produk hasil reaksi karena selama reaksi berlangsung berada pada keadaan konstan sampai reaksi selesai tetapi dapat dikendalikan, sehingga dianggap tidak memberikan hasil yang berbeda selain dari perlakuan variabel bebas. Variabel yang dikontrol dalam penelitian ini adalah pH, waktu reaksi, jumlah katalis, kecepatan pengadukan, cara kerja, dan alat-alat yang digunakan dalam melangsungkan reaksi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, oven, penyaring vakum, corong pisah, satu set alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, satu set alat refluks, sentrifuge CENTURION GP Series , spektrofotometer IR SHIMADZU-8201PC, kromatografi gas AGILENT 6820, kromatografi gas-spektrometer massa SHIMADZU QP-2010S, dan *gas sorption analyzer* NOVA-1200e.

3.2.2 Bahan

Bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah minyak terpentin, aquades, aquabides, zeolit alam (Malang), isopropil alkohol (Merck), Na_2SO_4 anhidrat, Na_2CO_3 10%, HCl 6M (Merck), HF 1% (Merck), diklorometan (Merck), NH_4Cl (Merck), dan gas N_2 .

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Perlakuan awal zeolit alam

Zeolit alam dihancurkan dan dihaluskan kemudian diayak ukuran 100 mesh, direndam dalam aquades sambil diaduk selama 24 jam pada temperatur kamar sebanyak 3 kali, disaring, dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C.

3.3.2 Aktivasi zeolit alam (Trisunaryanti, 2005)

a. Merendam serbuk zeolit alam dengan HF 1% selama 30 menit kemudian dicuci dengan aquades. Zeolit bebas HF dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C kemudian dihaluskan kembali.

- b. Merendam zeolit bebas HF dengan HCl 6M kemudian dicuci dengan aquademin sampai ion Cl hilang (uji dengan AgNO₃ 1%) selanjutnya zeolit dikeringkan dan dihaluskan kembali.
- c. Merendam zeolit bebas ion Cl⁻ dengan NH₄Cl 1N kemudian dicuci dengan aquademin sampai ion Cl⁻ hilang (uji dengan AgNO₃), dikeringkan dan dihaluskan kembali.
- d. Zeolit hasil aktivasi diayak dengan ukuran 100 mesh dan dianalisis luas permukaannya menggunakan BET.

3.3.3 Kalsinasi katalis

Zeolit hasil aktivasi yang lolos ukuran 100 mesh dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam untuk membuka pori-pori zeolit dan menguapkan NH₃.

3.3.4 Isolasi α-pinena dari minyak terpentin

- a. Minyak terpentin sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan disaring menggunakan kertas saring. Selanjutnya ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat untuk mengikat air di dalam minyak sampai Na₂SO₄ anhidrat tidak larut lagi dan disaring untuk memisahkan endapan dengan minyak.
- b. Minyak terpentin yang sudah bebas air dalam erlenmeyer dipasang dengan alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan kemudian dipanaskan pada suhu sekitar 50°C.
- c. Hasil destilasi diuji dengan spektrofotometer infra merah dan kromatografi gas.

3.3.5 Reaksi hidrasi α-pinena

- a. Dalam labu alas bulat leher 3 dimasukkan 0,25 gram α-pinena, 2,5 mL aquabides, dan 3,4 mL isopropil alkohol. Labu dilengkapi pendingin bola, termometer, dan pengaduk magnet. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai temperatur 30°C. Setelah temperatur tercapai, dimasukkan 400 mg katalis H-zeolit (Avila et al., 2010).
- b. Dilakukan pengambilan sampel setelah katalis ditambahkan pada waktu reaksi 120 menit.
- c. Campuran dipisahkan dengan dipusingkan selama 15 menit; 350 rpm untuk memisahkan katalis dari campuran.
- d. Campuran yang telah terpisah dari katalis dipisahkan menggunakan corong pisah untuk memisahkan lapisan bawah (fase air) dari lapisan atas (fase organik)
- e. Lapisan atas (fase organik) dicuci dengan aquades di dalam corong pisah untuk menghilangkan sisa asam. Dinetralkan dengan Na₂CO₃ 10%, dan dicuci dengan diklorometana kemudian dipisahkan fase organik dengan air hasil pencucian.
- f. Ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat untuk mengikat sisa air kemudian disaring untuk memisahkan endapan dan dialiri gas N_2 untuk menguapkan sisa pelarut.
- g. Hasil diuji dengan spektrofotometer infra merah dan kromatografi gas
- h. Ulangi tahap 4a sampai 4f dengan kondisi temperatur 40°C, 50°C, 60°C,
 70°C, dan 80°C

3.3.6 Penentuan energi aktivasi reaksi

Penentuan besarnya energi aktivasi reaksi dilakukan dengan menggunakan persamaan Arhenius yang menghubungkan antara konstanta laju reaksi dan temperatur. Data persentase reaktan dapat digunakan untuk menentukan harga konstanta laju reaksi sesuai dengan persamaan (Moore dan Pearson, 1981):

$$k = \frac{\mu}{V} \ln \frac{co}{c}$$

 μ adalah volume larutan awal yakni volume α -pinena, aquabides, dan isopropil alkohol dibagi dengan lamanya waktu reaksi (ml/menit), V adalah volume katalis (cm³) yang dihitung dengan cara menentukan volume katalis dalam bentuk pelet, Co adalah konsentrasi awal α -pinena (%), dan C adalah konsentrasi akhir α -pinena setelah reaksi hidrasi (%).

Harga k yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan harga energi aktivasi Ea (kJ/mol) reaksi hidrasi α -pinena melalui persamaan berikut (Atkins,1990):

$$\ln k = \ln A - \frac{Ea}{RT}$$

k adalah konstanta laju reaksi, A faktor pre-eksposional yang secara implisit terkandung jumlah tumbukan, Ea energi aktivasi (kJ mol⁻¹), R konstanta gas (J mol⁻¹K⁻¹) dan T temperatur (K). Grafik ln k terhadap 1/T akan menghasilkan garis dengan slope –Ea/R dan intersep ln *A*.

3.3.7 Analisis data

Metode analisis data yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis data untuk karakterisasi zeolit dan analisa hasil reaksi hidrasi α-pinena. Karakterisasi katalis zeolit meliputi parameter berupa BET untuk mengetahui

porositas zeolit. Sedangkan analisa hasil reaksi hidrasi menggunakan spektrofotometer IR, kromatografi gas, dan kromatografi gas-spektrometer massa untuk hasil terbaik yang didapatkan. Kromatografi gas digunakan untuk mengetahui komponen senyawa yang terkandung dalam sampel, spektrofotometer IR digunakan untuk mengamati gugus fungsi yang terdapat dalam produk, dan dari kromatografi gas-spektrometer massa diketahui fragmentasi senyawa, jumlah, rumus massa, dan struktur senyawa produk.

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian mengenai Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol Sistem Heterogen dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi telah dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang. Penelitian meliputi preparasi dan karakterisasi katalis zeolit alam hasil aktivasi, kajian pengaruh temperatur pada reaksi hidrasi α -pinena, dan kajian mengenai besarnya energi aktivasi pada reaksi hidrasi α -pinena.

Katalis yang digunakan pada penelitian reaksi hidrasi ini adalah katalis zeolit alam yang didapatkan dari Malang dan telah diaktivasi menggunakan perlakuan asam dan garam. Untuk mengetahui kualitas dan karakteristik dari zeolit alam ini dilakukan karakterisasi porositas katalis menggunakan metode BET.

α-pinena yang digunakan berasal dari hasil isolasi minyak terpentin Perum Perhutani Unit I Jawa Tengah yang dikarakterisasi dengan IR dan GC, dan dilakukan variasi temperatur dalam reaksi hidrasinya. Produk hasil reaksi berupa α-terpineol, dianalisis menggunakan IR, GC, dan hasil terbaik dengan GC-MS.

4.1Hasil Penelitian

4.1.1 Karakterisasi katalis

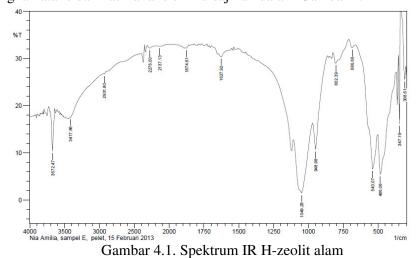
Karakterisasi katalis zeolit alam teraktivasi meliputi luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori katalis menggunakan metode BET dengan alat *Gas Sorption Analyzer NOVA1200e*. Dalam proses reaksi

hidrasi, harus terjadi kontak antara molekul umpan α -pinena, pelarut, dan air dengan situs aktif katalis untuk menyediakan suasana asam. Apabila luas permukaan katalis semakin besar maka kemungkinan terjadinya reaksi hidrasi dan pertukaran ion H^+ akan semakin besar juga. Ukuran jari-jari pori katalis yang besar juga menunjang molekul umpan untuk dapat masuk ke dalam pori katalis.

Tabel 4.1. Hasil karakterisasi luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori katalis menggunakan metode BET

Sampel	Luas Permukaan Spesifik (m²/g)	Rerata Jejari Pori (Å)	Volume Pori (cc/g)
H-Zeolit Alam	6,376m ² /g	16,960 Å	0,025

Karakterisasi jenis situs asam Bronsted dan Lewis dalam zeolit alam teraktivasi (H-zeolit alam) menggunakan metode adsorpsi piridin di permukaan kerangka katalis dan hasil analisis IR disajikan dalam Gambar 4.1



4.1.2 Identifikasi senyawa α-pinena hasil isolasi minyak terpentin

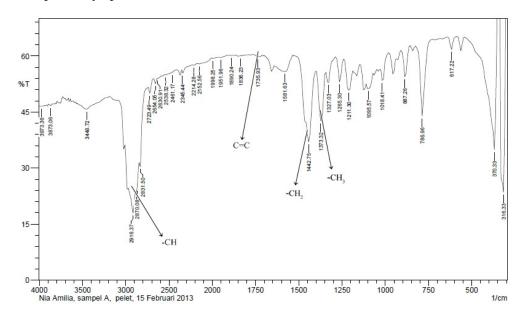
Bahan dasar α-pinena yang digunakan dalam penelitian ini merupakan minyak terpentin yang berasal dari Perum Perhutani Unit I Jawa Tengah dan diisolasi dengan cara distilasi pengurangan tekanan, menghasilkan kadar sebesar 87,84%. Hasil identifikasi fisik senyawa α-pinena disajikan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2. Sifat fisik senyawa α-pinena hasil isolasi

No	Sifat Fisik	Keterangan
1.	Wujud	Cair
2.	Warna	Jernih
3.	Bau	Bau khas terpentin

Berdasarkan Tabel 4.2 dapat dilihat sifat fisik senyawa α -pinena berupa wujud cair, berwarna jernih, dan berbau khas terpentin. Sebelum digunakan untuk melakukan reaksi hidrasi, senyawa α -pinena hasil isolasi diuji kebenaran struktur dan kadarnya menggunakan spektrofotometer inframerah (IR) dan kromatografi gas (GC).

Analisis struktur α -pinena dengan menggunakan spektrofotometer inframerah didasarkan pada serapan gugus fungsi pada bilangan gelombang tertentu yang diserap. Adapun hasil analisis disajikan pada Gambar 4.2 dan interpretasinya pada Tabel 4.3

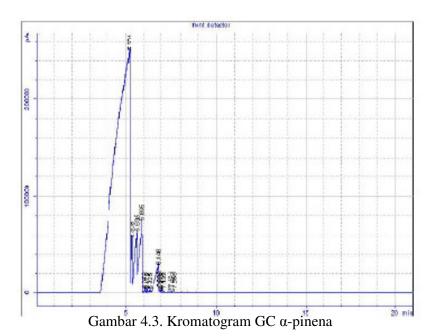


Gambar 4.2. Spektrum IR α-pinena

Tabel 4.3. Interpretasi spektrum IR α -pinena

No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Interpretasi
1	2870,08	Rentangan C-H alkana
2	1735,93	Rentangan C=C
3	1442,75	-CH ₂
4	1373,32	-СН3

Berdasarkan data pada Tabel 4.3, dapat diperkirakan bahwa senyawa yang dianalisis adalah senyawa α -pinena yang mengandung alkena. Sedangkan hasil analisis kadar α -pinena dengan GC disajikan pada Gambar 4.3 dan interpretasinya pada Tabel 4.4



Tabel 4.4. Interpretasi kromatogram GC α-pinena

Puncak	Waktu Retensi (menit)	Kadar (%)
1	5,201	87,84401
2	5,358	1,33301
3	5,635	3,68127
4	5,895	4,29167
5	6,846	2,44135

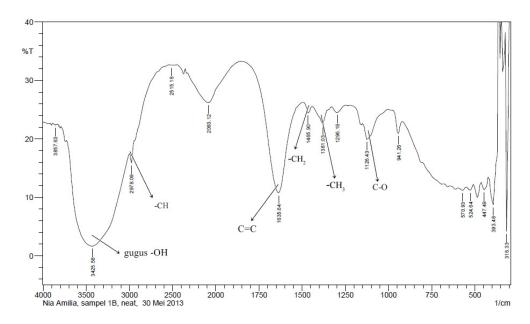
Kromatogram GC menunjukkan adanya 5 puncak tertinggi dan diperkirakan α -pinena muncul pada puncak nomor 1 dengan waktu retensi 5,201 menit dan kadar sebesar 87,84401 %.

4.1.3 Analisis hasil reaksi hidrasi α -pinena dengan katalis zeolit alam teraktivasi

Hasil reaksi hidrasi α-pinena tidak berwarna (jernih) dan berbau khas. Hasil analisis produk reaksi adalah sebagai berikut.

4.1.3.1 Analisis hasil reaksi hidrasi α-pinena pada temperatur 30°C

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 30°C dan waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah (IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.4 dan interpretasinya pada Tabel 4.5

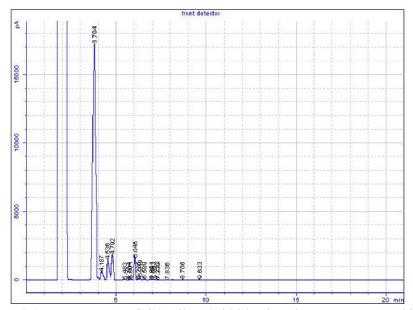


Gambar 4.4. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 30°C

Tabel 4.5. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 30°C

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3425,58	Gugus –OH
2	2978,09	Rentangan C-H
3	1635,64	Rentangan C=C
4	1465,90	CH_2
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.5 dan interpretasinya pada Tabel 4.6



Gambar 4.5. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 30°C

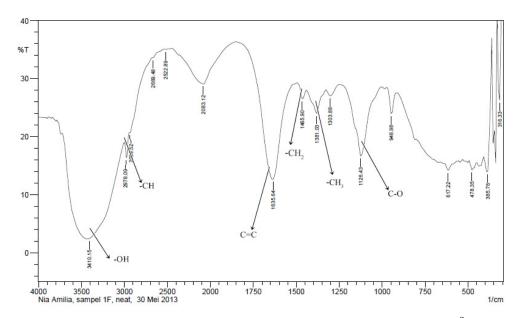
Tabel 4.6. Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 30°C

	50 0	
Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	3,794	81,70
2	4,536	4,86
3	6,045	3,22
4	7,252	0,17
5	8,706	0,08
6	9,633	0,12

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α -terpineol muncul pada waktu retensi 7,252 menit dengan kadar sebesar 0,17%.

4.1.3.2 Analisis hasil reaksi hidrasi α-pinena pada temperatur 40°C

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 40°C dan waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah (IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.6 dan interpretasinya pada Tabel 4.7.



Gambar 4.6. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 40°C

Tabel 4.7. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 40°C

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3410,15	Gugus –OH
2	2978,09;2939,52	Rentangan C-H
3	1635,64	Rentangan C=C
4	1465,90	CH_2
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.7 dan interpretasinya pada Tabel 4.8.

Gambar 4.7. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 40°C

Tabel 4.8. Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 40°C

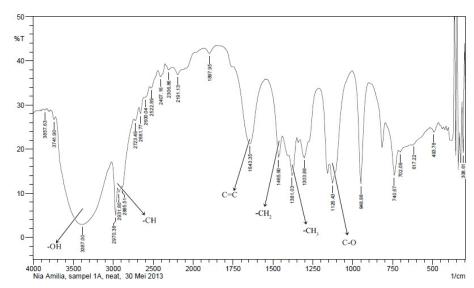
40 C		
Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	2,498	15,14
2	4,758	1,44
3	5,789	1,58
4	6,942	1,06
5	9,636	1,81
6	10,948	3,50

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α -terpineol muncul pada waktu retensi 6,942 menit dengan kadar sebesar 1,06%.

4.1.3.3 Analisis hasil reaksi hidrasi a-pinena pada temperatur 50°C

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 50°C dan

waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah (IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.8 dan interpretasinya pada Tabel 4.9

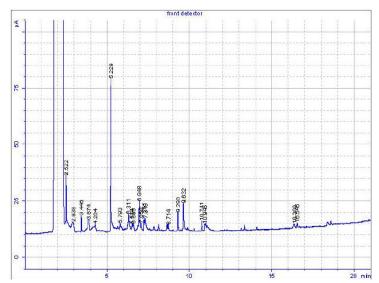


Gambar 4.8. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 50°C

Tabel 4.9. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 50°C

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3387	Gugus –OH
2	2970,38;2931,80	Rentangan C-H
3	1634,35	Rentangan C=C
4	1465,90	CH_2
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.9 dan interpretasinya pada Tabel 4.10



Gambar 4.9. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 50°C

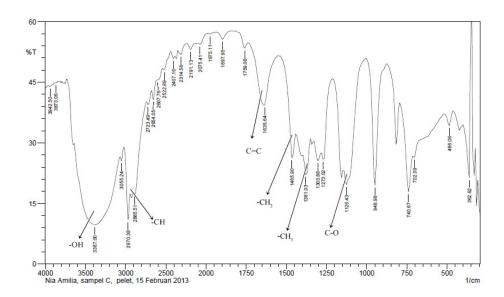
Tabel 4.10. Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur $50^{\rm o}{\rm C}$

Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	5,229	23,84
2	6,311	6,25
3	6,948	7,60
4	7,251	2,03
5	9,632	4,96
6	16,368	3,66

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α -terpineol muncul pada waktu retensi 7,251 menit dengan kadar sebesar 2,03%.

4.1.3.4 Analisis hasil reaksi hidrasi α-pinena pada temperatur 60°C

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 60°C dan waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah (IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.10 dan interpretasinya pada Tabel 4.11

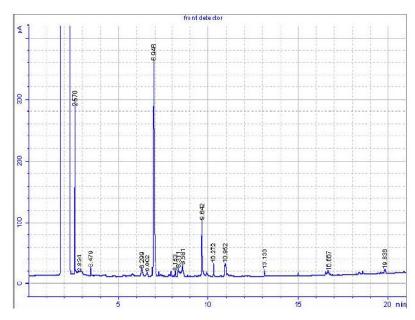


Gambar 4.10. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 60°C

Tabel 4.11. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 60°C

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3387	Gugus –OH
2	2970,38;2885,38	Rentangan C-H
3	1635,64	Rentangan C=C
4	1465,90	CH_2
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.11 dan interpretasinya pada Tabel 4.12



Gambar 4.11. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 60°C

Tabel 4.12. Interpretasi krromatogramGC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur 60°C

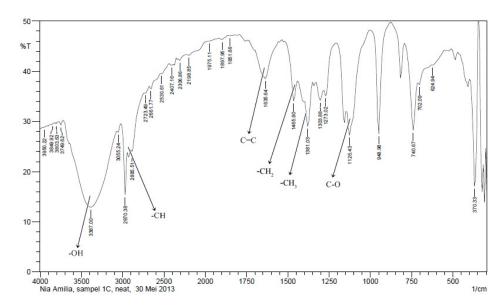
Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	2,570	13,91
2	6,299	3,07
3	6,946	48,53
4	9,642	9,87
5	10,952	4,36
6	19,836	2,96

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α -terpineol muncul pada waktu retensi 6,946 menit dengan kadar sebesar 48,53%.

4.1.3.5 Analisis hasil reaksi hidrasi α-pinena pada temperatur 70°C

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 70°C dan waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah

(IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.12 dan interpretasinya pada Tabel 4.13

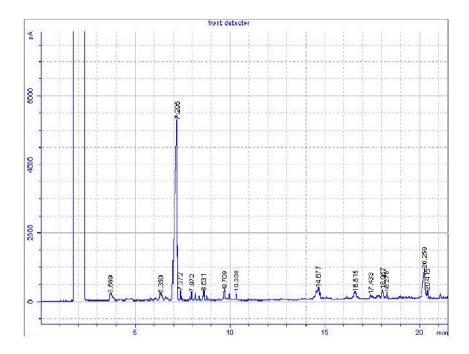


Gambar 4.12. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C

Tabel 4.13. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3387	Gugus –OH
2	2970,38;2885,51	Rentangan C-H
3	1635,64	Rentangan C=C
4	1465,90	$ ext{CH}_2$
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.13 dan interpretasinya pada Tabel 4.14



Gambar 4.13. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C

Tabel 4.14. Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur $70^{\circ}\mathrm{C}$

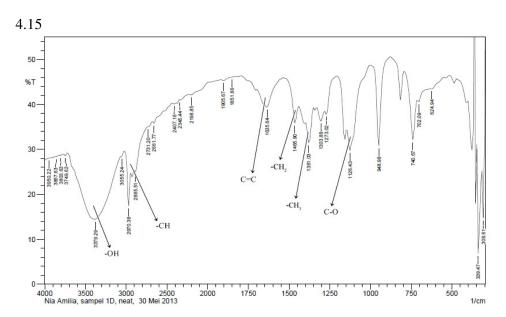
Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	3,669	3,37
2	6,350	2,03
3	7,205	68,53
4	14,677	4,52
5	18,057	1,88
6	20,259	9,84

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α-terpineol muncul pada waktu retensi 7,205 menit dengan kadar sebesar 68,53%.

4.1.3.6 Analisis hasil reaksi hidrasi α -pinena pada temperatur $80^{\circ}C$

Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil reaksi hidrasi dengan katalis zeolit alam teraktivasi pada suhu 80°C dan waktu reaksi 120 menit dilakukan analisis dengan spektofotometer inframerah

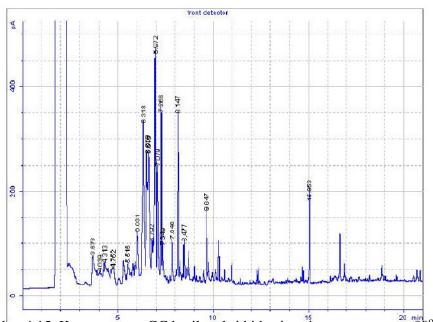
(IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.14 dan interpretasinya pada Tabel



Gambar 4.14. Spektrum IR hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur $80^{\circ} C$ Tabel 4.15. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur $80^{\circ} C$

No.	Bilangan Gelombang cm ⁻¹	Interpretasi
1	3379,29	Gugus –OH
2	2970,38;2885,51	Rentangan C-H
3	1635,64	Rentangan C=C
4	1465,90	CH_2
5	1381,03	CH_3
6	1126,43	C-O

Sedangkan hasil kromatogram GC disajikan pada Gambar 4.15 dan interpretasinya pada Tabel 4.16



Gambar 4.15. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 80°C

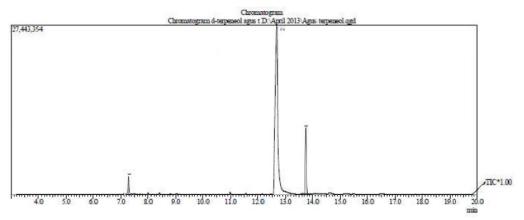
Tabel 4.16. Interpretasi kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α -pinena temperatur $80^{\circ}\mathrm{C}$

Puncak	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)
1	3,678	4,93
2	4,752	2,66
3	6,318	14,59
4	7,268	6,34
5	8,147	6,733
6	15,053	2,57

Berdasarkan hasil analisis diperkirakan produk hasil reaksi berupa senyawa α-terpineol muncul pada waktu retensi 7,268 menit dengan kadar sebesar 6,34%.

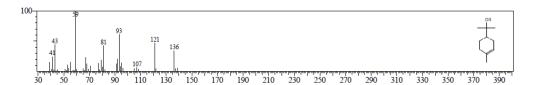
4.1.3.7 Analisis dengan GC-MS pada hasil reaksi hidrasi terbaik

Hasil reaksi hidrasi terbaik didapatkan pada kondisi reaksi suhu 70°C dan analisis dengan menggunakan GC-MS menunjukkan kromatogram yang disajikan pada Gambar 4.16 dan spektrum massa pada Gambar 4.17.



Gambar 4.16. Kromatogram GC hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C

Berdasarkan hasil analisis terdapat 3 puncak utama pada kromatogram dan diperkirakan senyawa α -terpineol muncul pada puncak ke-2 pada waktu retensi 12,684 menit dengan kadar sebesar 72,12%.



Gambar 4.17. Spektrum massa hasil reaksi hidrasi α-pinena temperatur 70°C

4.1.3.8 Analisis energi aktivasi reaksi hidrasi

Berdasarkan hasil reaksi hidrasi α -pinena dapat ditentukan besarnya energi aktivasi pada reaksi yang berlangsung. Berikut data untuk penentuan energi aktivasi disajikan dalam Tabel 4.17

Tabel 4.17. Data penentuan energi aktivasi reaksi hidrasi

	Vo	lume Reak	tan	Co(%)	C(%)
Temperatur	α-pinena	Isopropil alkohol	aquabides	(konsentrasi awal α- pinena)	(konsentrasi akhir α-pinena)
30	0,2935 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	81,70788 %
40	0,2970 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	15,14690 %
50	0,2967 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	23,84847 %
60	0,2986 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	13,91283 %
70	0,2998 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	3,37656 %
80	0,2933 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	2,66924 %

Hasil perhitungan data disajikan dalam tabel 4.18

Tabel 4.18. Data hasil perhitungan ln k

T(K)	1/T (K ⁻¹)	μ	Co/C	k (menit ⁻¹)	ln k
303	0,0033	0,0512	1,0751	0,01746	-4,04778
313	0,003195	0,0513	5,7994	0,42468	-0,85641
323	0,003096	0,0512	3,6834	0,31439	-1,15709
333	0,003003	0,0513	6,3138	0,44521	-0,80919
343	0,002915	0,0512	26,0158	0,78578	-0,24107
353	0,002833	0,0512	32,9097	0,84246	-0,17142

4.2 Pembahasan

4.2.1 Aktivasi zeolit alam dengan HF,HCl, dan NH₄Cl

Aktivasi zeolit alam dengan perlakuan asam dan garam bermanfaat untuk meningkatkan kinerja dari zeolit alam. Perendaman menggunakan larutan HF 1% bertujuan untuk menghilangkan pengotor dalam zeolit yang belum hilang saat dicuci dengan aquades dan menghilangkan kandungan Si di luar kerangka, penambahan HCl 6M saat perendaman bertujuan untuk dealuminasi dan melepaskan alumina dari struktur kerangka tetrahedral zeolit.Reaksi dealuminasi zeolit alam disajikan pada Gambar 4.18

Gambar 4.18. Reaksi dealuminasi zeolit alam (Handoko, 2002)

Berikutnya perendaman dengan NH₄Cl bertujuan untuk menggantikan kation penyeimbang dalam zeolit seperti kation Na⁺ dan Ca²⁺ dengan kation NH₄⁺, perlakuan ini menyebabkan terbentuknya NH₄-Zeolit. Saat dipanaskan NH₃ akan menguap dan meninggalkan ion H⁺ pada zeolit alam membentuk H-Zeolit Alam. Aktivasi ini bermaksud untuk membentuk situs asam Bronsted dengan adanya ion H⁺ yang menyebabkan situs asam zeolit meningkat.

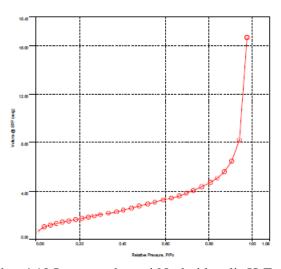
4.2.2 Karakterisasi katalis

Karakterisasi luas permukaan katalis zeolit alam teraktivasi menggunakan BET (*Bruner, Emmet,* dan *Teller*) didasarkan pada fenomena adsorpsi gas lapis tunggal yang berlangsung pada temperatur tetap. Pada Tabel4.1 menunjukkan besarnya luas permukaan sebesar 6,376m²/g lebih besar dibandingkan luas permukaan katalis zeolit alam teraktivasi pada penelitian reaksi hidrasi α-pinena yang dilakukan Agustina (2012) sebesar 6,187 m²/g.

Luas permukaan katalis yang diharapkan pada katalis yang diaktivasi ini adalah katalis zeolit alam teraktivasi yang memiliki luas permukaan besar, volume pori besar, dan rerata jejari kecil karena faktor-faktor tersebut memungkinkan adanya situs aktif yang lebih banyak pada permukaan katalis sehingga memperbesar kemungkinan terjadinya reaksi antara umpan dan katalis. Volume pori yang besar menyebabkan reaktan dapat masuk ke dalam pori katalis sehingga

molekul reaktan yang teradsorpsi pada permukaan katalis akan meningkat sehingga reaksi lebih cepat dan produk yang dihasilkan juga semakin banyak.

Isoterm linier dari sistem adsorpsi gas nitrogen sampel katalis ditunjukkan pada Gambar 4.19



Gambar 4.19.Isoterm adsorpsi N₂ dari katalis H-Zeolit

Gambar di atas merupakan grafik jumlah adsorpsi gas nitrogen terhadap tekanan relatif P/Po. Berdasarkan grafik dapat dilihat bahwa isoterm adsorpsi nitrogen menunjukkan pola dimana terjadi kenaikan secara cepat pada P/Po rendah, kemudian naik perlahan pada pertengahan dan naik dengan cepat pada nilai P/Po mendekati satu. Kenaikan pertama terjadi akibat adanya molekul gas yang teradsorp berinteraksi dengan daerah yang berenergi pada permukaan padatan. Pada pengisian ini terbentuk *monolayer*, kemudian pada daerah P/Po yang lebih tinggi pertambahan molekul gas terjadi pada permukaan *monolayer* sebelumnya membentuk lapisan berlapis (*multilayer*) hingga pada akhir pengisian terjadi kondensasi molekul gas yang teradsorp. Adanya *loop* histerisis pada daerah pertengahan menunjukkan isoterm ini merupakan isoterm tipe II yaitu jenis

adsorpsi dari padatan berpori meso yakni dengan ukuran diameter pori 20-500 Å atau 2-50 nm (Hartanto,2011). Hasil analisis pada katalis H-zeolit yang digunakan dalam reaksi hidrasi α-pinena ini, ukuran diameter pori yang didapatkan sebesar 80,90 Å atau dikatakan bahwa ukuran pori H-zeolit tergolong ke dalam ukuran mesopori.

Hasil karakterisasi jenis asam dalam katalis zeolit alam teraktivasi menggunakan spektrofotometer IR menunjukkan serapan khas pada bilangan gelombang 1640 cm⁻¹. Ryczkowski (2001) mengemukakan bahwa karakteristik asam Lewis akanmuncul pada bilangan gelombang 1450 cm⁻¹, sedangkan asam Bronsted akan muncul pada bilangan gelombang 1550 dan 1640 cm⁻¹, sehingga dapat diketahui bahwa jenis situs asam yang ada dalam katalis zeolit alam teraktivasi adalahsitus asam Bronsted.

4.2.3 Analisis α-pinena

α-pinena merupakan komponen utama penyusun minyak terpentin yang dapat diperoleh dengan cara distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Hasil analisis menggunakan spektofotometer inframerah pada Gambar 4.3 menunjukkan adanya beberapa serapan karakteristik. Puncak 2916,37 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan gugus C-H alkana, 1735,93 cm⁻¹ menunjukkan adanya rentangan C=C alkena, 1442,75 cm⁻¹ menunjukkan gugus CH₂ dan 1373,32 cm⁻¹ menunjukkan gugus CH₃. Berdasarkan spektrum hasil analisis tersebut dimungkinkan bahwa senyawa yang dianalisis adalah α-pinena.Hasil kromatogram GC pada Gambar 4.4menunjukkan adanya 5 puncak dengan puncak tertinggi pada waktu retensi

5,201 menit sebagai puncak dari senyawa α-pinena dengan persentasse kadar sebesar 87,84%.

4.2.4 Analisis hasil reaksi hidrasi α-pinena

Reaksi hidrasi α-pinena untuk membentuk α-terpineol dilakukan dengan katalis heterogen yang bersifat asam berupa H-zeolit dan reaksi berlangsung pada keadaan yang sama kecuali kondisi temperatur, yakni dengan mengaduk campuran antara α-pinena, isopropil alkohol, dan aquabides pada suhu 30, 40, 50, 60, 70, dan 80°C. Selanjutnya produk hasil reaksi dianalisis kadar dan strukturnya menggunakan spektrofotometer inframerah dan GC sertaanalisis tambahan menggunakan GC-MS pada hasil reaksi hidrasi terbaik.

Analisis menggunakan GC didasarkan pada pemisahan komponen berdasarkan sifat kepolaran dan titik didihnya. Kolom yang digunakan adalah kolom HP-5 yang sifatnya semipolar-nonpolar dan sampel diinjeksikan pada temperatur injektor 300°C, temperatur kolom 70°C, temperatur detektor 300°C, dan *running* selama 21 menit. Hasil reaksi hidrasi α-pinena pada temperatur 30°C menghasilkan rendemen sebesar 0,17% yang muncul pada waktu retensi 7,252 menit dalam kromatogram GC sedangkan sisa α-pinena sebanyak 81,70% (Gambar 4.4 dan Tabel 4.6). Temperatur 40°C menghasilkan rendemen sebesar 1,06% yang muncul pada waktu retensi 6,942 menit, sisa α-pinena sebanyak 15,14% (Gambar 4.6 dan Tabel 4.8). Temperatur 50°C menghasilkan rendemen 2,03% yang muncul pada waktu retensi 7,251 menit, sisa α-pinena sebanyak 23,84% (Gambar 4.8 dan Tabel 4.10). Temperatur 60°C menghasilkan rendemen 48,53% yang muncul pada waktu retensi 6,946 menit dan sisa α-pinena 13,91%

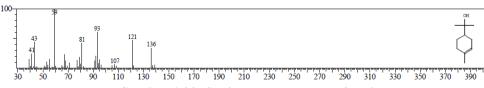
(Gambar 4.10 dan Tabel 4.12). Temperatur 70°C menghasilkan rendemen 68,53% yang muncul pada waktu retensi 7,205 menit dan sisa α -pinena 3,37% (Gambar 4.12 dan Tabel 4.14). Terakhir pada temperatur 80°C menghasilkan rendemen sebesar 6,34% pada waktu retensi 7,268 menit dan sisa α -pinena sebanyak 2,66% (Gambar 4.14 dan Tabel 4.16).

Melalui analisis data diketahui bahwa kadar α-pinena semakin menurun dan senyawa α-terpineol semakin banyak dengan kenaikan temperatur mulai dari temperatur 30°C hingga 70°C, namun hingga reaksi pada temperatur 80°C kadar senyawa α-terpineol menurun. Bertambahnya temperatur pada reaksi hidrasi mengakibatkan gerakan sangat aktif dari reaktan sehingga muncul rintangan antara sisi aktif molekul reaktan dengan situs aktif katalis. Semakin naik temperatur pada reaksi katalitik, energi molekulnya akan semakin tinggi dan menyebabkan faktor penutupan pori kecil. Naiknya temperatur menyebabkan interaksi dengan katalis sedikit karena molekul belum berinteraksi atau karena gerakan molekul tinggi menyebabkan molekul mudah lepas kembali. Hal demikian menyebabkan konversi senyawa α-pinena rendah. Akibat temperatur yang tinggi pada reaksi hidrasi juga menyebabkan kerusakan pada katalis yakni pada pusat-pusat katalitik asam bronsted atau pusat aktif dari zeolit alam teraktivasi yang mengalami degradasi sehingga tidak dapat berperan sebagai katalis dengan maksimal dan berpengaruh pada penurunan rendemen yang dihasilkan. Penurunan kadar senyawa α-terpineol juga diduga karena α-pinena mudah mengalami isomerasi dan α-terpineol sendiri mudah terdehidrasi dan terisomerasi (Castanheiro dkk. 2003).

Reaksi heterogen yang berlangsung pada reaksi hidrasi α -pinena ini mengikuti tipe reaksi permukaan Rideal-Eley, yakni reaktan pertama berupa α -pinena teradsorp di permukaan katalis zeolit alam terkativasi terlebih dahulu dan berekasi dengan proton H^+ membentuk karbokation dan kemudian bereaksi dengan masuknya reaktan kedua berupa molekul-molekul H_2O membentuk senyawa produk α -terpineol.

Hasil analisis struktur senyawa reaksi hidrasi menggunakan IR menghasilkan spektrum yang rata-rata hampir sama yakni adanya serapan gugus OH pada bilangan gelombang 3425,58 cm⁻¹ pada temperatur 30°C, 3410,15cm⁻¹ pada temperatur 40 °C, 3387 cm⁻¹ pada temperatur 50 °C, 60 °C, dan 70 °C, 3379,29cm⁻¹ pada temperatur 80 °C. Serapan gugus C-H alifatik pada bilangan gelombang 2987,09cm⁻¹ , gugus C=C pada bilangan gelombang 1635,64cm⁻¹, gugus C-O pada bilangan gelombang 1126,43cm⁻¹, dapat disimpulkan bahwa senyawa yang dihasilkan merupakan senyawa alkohol berupa α-terpineol yang termasuk ke dalam alkohol tersier.

Analisis dengan GC-MS bertujuan untuk mengetahui jumlah senyawa, konsentrasi senyawa, massa rumus, rumus struktur, dan *mass peak* senyawa produk hasil reaksi hidrasi. Senyawa α -terpineol yang dipilih untuk dianalisis adalah hasil α -terpineol dari reaksi hidrasi pada temperatur 70° C. Spektrum massa α -terpineol disajikan pada gambar 4.20 dan fragmentasinya pada gambar 4.21



Gambar 4.20. Spektrum massa α-terpineol

Reaksi hidrasi α -pinena menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi menghasilkan senyawa utama berupa α -terpineol dengan massa molekul 154. Hasil spektrum massa merupakan ion molekuler dengan m/z 154 tetapi tidak terdeteksi oleh spektrofotometer. Fragmentasi α -terpineol disajikan pada Gambar 4.20

OH

$$A = 154$$
 $A = 154$
 $A = 1$

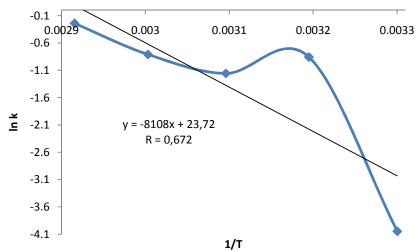
Gambar 4.21. Fragmentasi senyawa α-terpineol

Senyawa α-terpineol memiliki massa molekul m/z 154 akan tetapi ion molekuler dengan m/z 154 tidak terdeteksi karena tidak stabil dan fragmen selanjutnya terdeteksi yakni pada m/z 136. Pecahan khas dari suatu alkohol adalah lepasnya molekul H₂O dari ion molekuler m/z 154 ditandai dengan munculnya pecahan M-18⁺ membentuk pecahan ion molekul dengan m/z 136.

Selanjutnya ion molekul pada m/z 136 melepaskan CH₃ membentuk pecahan ion molekul m/z 121 kemudian menjadi m/z 107 akibat melepaskan CH₂. Pecahan dengan m/z 107 melepaskan C₂H₂ menghasilkan pecahan dengan m/z 81 dan seterusnya hingga terjadi pecahan dengan m/z 43 akibat terlepasnya gugusgugus pada ion molekul α-terpineol.

4.2.5 Perhitungan energi aktivasi reaksi hidrasi

Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan oleh reaktan untuk membentuk senyawa antara sebelum reaktan diubah menjadi produk (Badriyah, 2012). Besarnya energi aktivasi pada reaksi hidrasi α-pinena ditentukan menggunakan persamaan Arrhenius dengan memplotkan grafik ln k terhadap 1/T. Hubungan antara ln k terhadap 1/T disajikan pada Gambar 4.22.



Gambar 4.22. Hubungan ln k terhadap 1/T pada reaksi hidrasi α-pinena

Berdasarkan Gambar 4.22 didapatkan nilai *Ea* pada reaksi hidrasi α-pinena sebesar 67,409912 kJ/mol. Menurut Triyono (2004), berdasarkan tenaga pengaktifan dapat ditentukan tahapan penentu laju reaksi adalah proses kimia yaitu pada adsorpsi, reaksi,dan desorpsi atau proses fisis pada tahap difusi dan transfer produk reaksi ke fasa fluida. Apabila tenaga pengaktifan terukur lebih besar dari 45 kJ/mol maka tahapan penentu laju reaksinya adalah proses kimia sedangkan apabila lebih kecil dari 15kJ/mol maka tahapan penentu laju reaksinya adalah proses fisis. Pada penelitian ini *Ea* yang terukur lebih dari 45kJ/mol sehingga dapat ditunjukkan bahwa tahap penentu laju reaksi hidrasi α-pinena

terkatalisis H-Zeolit Alam adalah proses kimia. Penelitian mengenai reaksi hidrasi α -pinena yang pernah dilakukan selama ini belum mencantumkan besarnya nilai energi aktivasi, hanya perhitungan secara teoritis yang dilakukan oleh Utami (2011) dimana dari hasil percobaan diketahui hubungan antara konstanta kecepatan reaksi dengan suhu yang dinyatakan dengan persamaan $k_1 = 4,121.10^9 e^{\frac{-9256,38}{T}} \, dan \, k_2 = 3,801.10^7 e^{\frac{-7841,44}{T}} \, .$

Interaksi yang terjadi antara katalis dan reaktan dapat menghasilkan senyawa antara yang lebih aktif, meningkatkan jumlah tumbukan dan menyebabkan terjadinya reaksi dengan energi pengaktifan yang lebih rendah.Atkins (1990) mengemukakan bahwa kecepatan reaksi akan meningkat dengan naiknya temperatur. Kondisi ini sesuai dengan persamaan Arhenius yang menghubungkan antara konstanta laju reaksi dan temperatur yang dirumuskan sebagai berikut:

$$k = A.e \frac{Ea}{RT}$$

kadalahkonstanta laju reaksi, A faktor pre-eksposional yang secara implisit terkandung jumlah tumbukan, Ea energi aktivasi (kj mol⁻¹), R konstanta gas (Jmol⁻¹K⁻¹) dan T temperatur (K). Apabila temperatur dinaikkan maka energi reaktan akan meningkat yang mengakibatkan partikel aktif bergerak sehingga frekuensi tumbukan semakin meningkat, reaksi berjalan semakin cepat, dan laju reaksi semakin besar. Tetapi bila temperatur terlalu tinggi maka kecepatan reaksi menurunkan jumlah reaktan yang teradsorpsi pada permukaan katalis karena waktu kontak antara katalis dan reaktan menjadi cepat dan produk yang terkonversi semakin kecil.

BAB 5

SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan uraian dalam hasil penelitian dan pembahasan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

- Hasil reaksi terbaik dalam reaksi hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi diperoleh pada kondisi temperatur 70°C dalam waktu reaksi 120 menit dengan kadar sebesar 68,53%.
- Nilai energi aktivasi reaksi hidrasi α-pinena menjadi α-terpineol menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi yang dihitung menggunakan persamaan Arrhenius adalah 67,409912 kJ/mol.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lanjut mengenai besarnya energi aktivasi pada reaksi hidrasi α-pinena dengan variasi katalis.

DAFTAR PUSTAKA

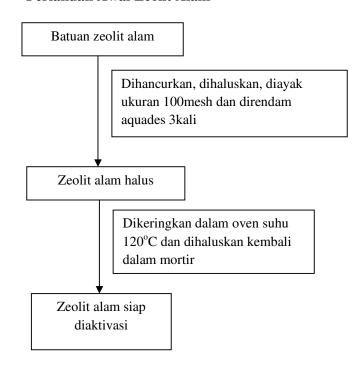
- Aguirre, Roman, L.De la Torre-Saenz, Wilber Antunez Flores, A. Robau-Sanchez, and A.Aguilar Elguezabal. Synthesis of Terpineol from α-Pinene by Homogeneous Acid Catalysis. 2005. *Journal of Catalysis Today*. 107-108: 310-314
- Agustina, Melda. 2012. *Uji Aktivitas Senyawa Hasil Hidrasi α-Pinena terhadap Bacillus cereus*. Tugas Akhir II. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Negeri Semarang.
- Amin, M Nur Ghoyatul. 2011. Proses Produksi Minyak Cengkeh (Clove Oil) Menggunakan metode Destilasi di Ud.Anugerah Wonosalam.Available at http://www.scribd.com/doc/52228779/6/Komponen-Kimia-Minyak-Atsiri (diakses 5 Oktober 2012)
- Atkins, P.W. 1990. Physical Chemistry. Tokyo: Oxford University Press.
- Avila, Maria C, Nora A. Comelli, E. Rodríguez-Castellón, A. Jiménez-López, R. Carrizo Flores, E.N. Ponzi, and M.I. Ponzi. 2010. Study of Solid Acid Catalysis for The Hydration of α-Pinene. *Journal of Molecular Catalysis A:Chemical*.322:106-112
- Badriyah, Lailatul. 2012. *Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrodenitrogenasi Piridin dengan Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam*. Tugas Akhir II. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Negeri Semarang.
- Castanheiro, J.E. Fonseca, I.M. Ramos, A.M. Oliveira, R. Dan Vital, J. 2003. Hydration of α-pinene Over Molybdophosporic Acid Immobilized in Hydrophobically Modified PVA Membranes. *Catalysis Today*, 104:296-304.
- Dutenhefner, Patricia A. Robles, Kelly A. da Silva, M. Rafiq H. Siddiqui, Ivan V. Kozhevnikov, Elena V. Gusevskaya. 2001. Hydration and Acetoxylation of Monoterpenes Catalyzed by Heteropoly Acid. *Journal of Molecular Catalysis*. 175:33-42
- Estiaty, Lenny Marilyn, Fatimah, Dewi .2008. Impregnasi Zeolit. [Online]. Tersedia: http://www.geotek.lipi.go.id (diakses 5 Oktober 2012)
- Estuti, Puji. 2011. *Transformasi α-Pinena Melalui Reaksi Hidrasi Menggunakan Katalis Asam dan Zeolit Teraktivasi*. Tugas Akhir II. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Negeri Semarang.

- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1986. *Kimia Organik*, Edisi Ketiga, Jilid I. Penerbit Erlangga: Jakarta
- 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.
- Hartanto, Djoko, Tri Esti Purbaningtias, Hamzah Fansuri, Didik Prasetyoko.2011. Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal ILMU DASAR*.12:80-90
- Mochida, Takako, Ryuichiro Ohnishi, Naoto Horita, Yuichi Kamiya, and Toshio Okuhara. 2007. Hydration of α-Pinene Over Hydrophobic Zeolites in 1,4-dioxane-water and in water. *Microporous and Mesoporous Materials*.101: 176-183
- Moore, J.W. dan Pearson, R.G.1981.Kinetic and Mechanisms, 3rd Ed., John Wiley and Sons, Inc. Canada.
- Prianto, Bayu. 2008. Katalis Heterogen dengan Mekanisme Langmuir-Hinshelwood sebagai Model Reaksi Elektrolisis NaCl. *Berita Dirgantara*.9:51-54
- Ryczkowski, J. 2001. IR Spectroscopy in catalysis. Catalysis Today, 68: 263-381.
- Silitonga, T., Sumadiwangsa, S., dan Nayasaputra, S. 1973. *Pengolahan dan Pengawasan Kualitas Gondorukem dan Terpentin*. Laporan Lembaga Penelitian Hasil Hutan No. 9. Direkorat Jendral Kehutanan. Bogor.
- Trisunaryanti, Wega.,Endang Triwahyuni., dan Sri Sudiono. 2005. Preparasi, Modifikasi, dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *TEKNOI* 10(4): 269-282.
- Triyono.2004. Kimia Katalis. Yogyakarta: FMIPA UGM
- Utami, Herti. 2009. Kinetika Reaksi Terpineol dari Terpentin. Fakultas Teknik UGM.
- Utomo, M.Pranjoto, Endang Widjajanti Laksono.2007. *Tinjauan Umum Tentang Deaktivasi Katalis pada Reaksi Katalisis Heterogen*. Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA. FMIPA UNY.
- Van der Waal, J.C., Van Bekkum, H., and Vital, J.M. 1996. The Hydration and Isomerization of α-Pinene Over Zeolit Beta. A New Coupling Reaction

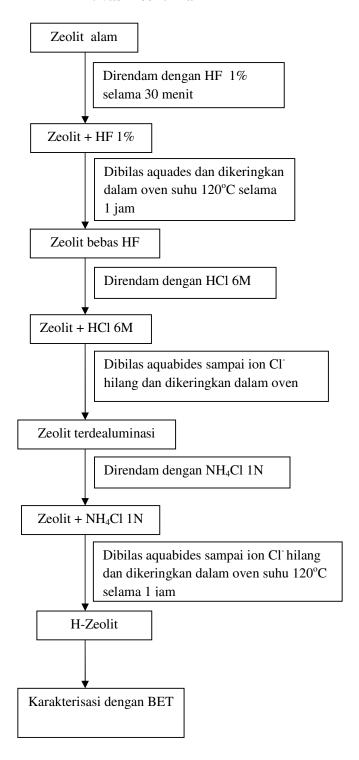
- between α-Pinene and Ketones, *Journal of Molecular Catalysis*, pp. 185-188.
- Vital, J., Ramos, A.M., Silva, I.F., and Castanheiro, J.E. 2001. The Effect of α-terpineol on the Hydration of α-pinene Over Zeolites Dispersed in Polymeric Membranes, *Catalysis Today*, 67, pp. 217-223.
- Wijayati, Nanik. Harno, D.P, Jumina, dan Triyono. 2011. Synthesis of Terpineol from α-pinene catalyzed by TCA/Y-Zeolite. *Indo. J. Chem*, 11(3): 234-237
- Yuanita, Dewi. 2010. *Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara*. Jurdik Kimia UNY.

Lampiran 1. Diagram Kerja Penelitian

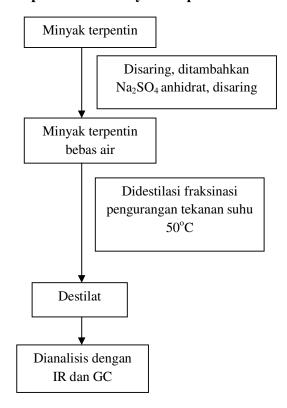
Perlakuan Awal Zeolit Alam



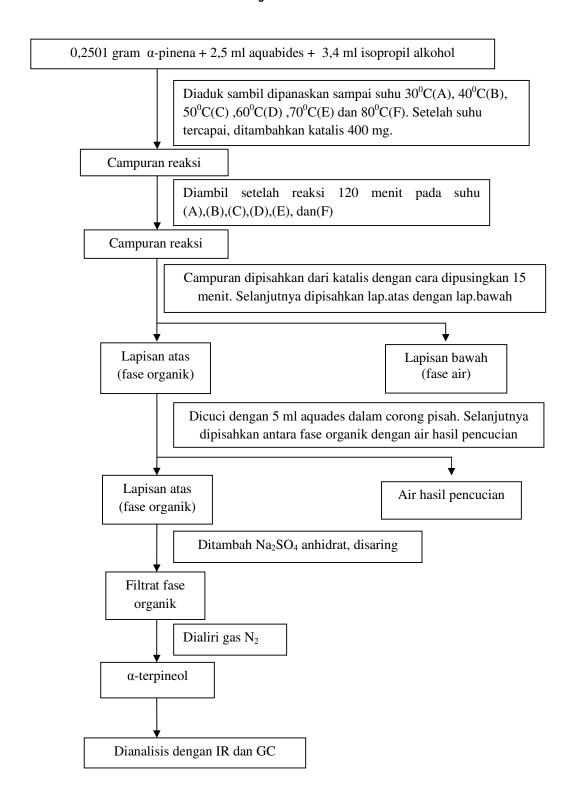
Aktivasi Zeolit Alam



Isolasi α-pinena dari Minyak Terpentin



Skema Kerja Reaksi Hidrasi



Lampiran	2.	Perhitungan	Energi	Aktivasi

	Vo	lume Reak	tan	Co(%)	C(%)
Temperatur	α-pinena	Isopropil alkohol	aquabides	(konsentrasi awal α- pinena)	(konsentrasi akhir α-pinena)
30	0,2935 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	81,70788 %
40	0,2970 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	15,14690 %
50	0,2967 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	23,84847 %
60	0,2986 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	13,91283 %
70	0,2998 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	3,37656 %
80	0,2933 ml	3,4 ml	2,5 ml	87,84401 %	2,66924 %

Volume katalis (V)

Massa katalis = 2,5767 gram

Diameter pellet katalis = 1,32 cm

Tinggi pellet katalis = 1 cm

Volume bulk katalis =
$$3,14 \times (0,66)^2 \times 1$$

$$= 1,367784 \text{ cm}^3$$

Volume katalis dalam 0,4 gram =
$$\frac{1,367784}{(2,5767 / 0,4)}$$

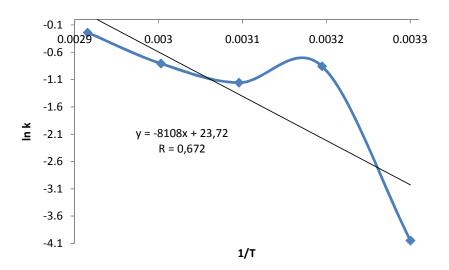
$$= 0.2123311 \text{ cm}^3$$

$$\mu = \frac{\textit{volume reaktan}}{\textit{waktu reaksi}}$$

dengan rumus,

 $k = \frac{\mu}{v} \ln \frac{co}{c}$ diperoleh nilai k pada masing-masing temperatur

T(K)	1/T (K ⁻¹)	μ	Co/C	k (menit ⁻¹)	ln k
303	0,0033	0,0512	1,0751	0,01746	-4,04778
313	0,003195	0,0513	5,7994	0,42468	-0,85641
323	0,003096	0,0512	3,6834	0,31439	-1,15709
333	0,003003	0,0513	6,3138	0,44521	-0,80919
343	0,002915	0,0512	26,0158	0,78578	-0,24107
353	0,002833	0,0512	32,9097	0,84246	-0,17142



Persamaan garis $y = -8108x + 23{,}72$

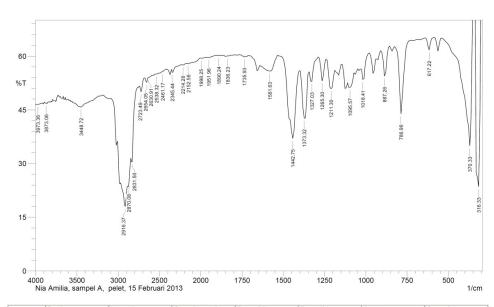
Slope = -8108 dan intersep 23,72, slope = $-\frac{Ea}{R}$ dengan nilai tetapan gas R = 8,314 J/mol K

Sehingga -8108=
$$-\frac{Ea}{8,314 J/molK}$$

Ea =
$$67.409,912 \text{ J/mol}$$

Lampiran 3. Hasil Analisis Spektrofotometer IR

Spektrum IR Senyawa α-pinena hasil isolasi

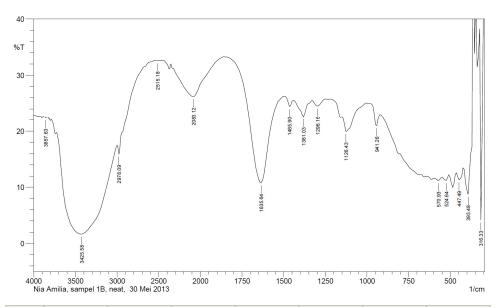


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	316.33	23.54	65.445	339.47	300.9	16.637	14.665
2	370.33	34.951	69.586	540.07	347.19	47.724	34.565
3	617.22	61.738	3.413	640.37	586.36	10.456	0.413
4	786.96	43.882	19.506	825.53	732.95	22.425	4.23
5	887.26	54.435	7.047	902.69	864.11	9.102	1.03
6	1018.41	53.449	3.727	1026.13	987.55	9.402	0.515
7	1095.57	51.255	2.427	1111	1072.42	10.806	0.551
В	1211.3	50.869	6.586	1234.44	1188.15	12.692	1.463
9	1265.3	53.044	6.204	1280.73	1242.16	9.668	0.888
10	1327.03	52.878	3.918	1342.46	1288.45	13.232	0.484
11	1373.32	42.643	12.769	1396.46	1350.17	14.946	3.054
12	1442.75	37.006	20.2	1527.62	1404.18	37.838	8.517
13	1581.63	55.845	2.999	1635.64	1535.34	24.426	1.314
14	1735.93	59.785	0.484	1759.08	1712.79	10.272	0.088
15	1836.23	60.038	0.182	1859.38	1797.66	13.634	0.05
16	1890.24	60.135	0.111	1905.67	1867.09	8.508	0.02
17	1951.96	59.593	0.158	1959.68	1913.39	10.311	0.033
18	1998.25	59.426	0.071	2005.97	1967.39	8.694	0.013
19	2152.56	57.855	0.152	2160.27	2013.68	34.227	0.322
20	2214.28	57.505	0.213	2229.71	2183.42	11.067	0.046
21	2345.44	55.446	0.947	2353.16	2237.43	28.37	0.157
22	2461.17	55.6	0.105	2468.88	2414.88	13.576	0.005
23	2538.32	54.948	0.069	2546.04	2507.46	9.983	0.014
24	2630.91	54.035	0.11	2638.62	2592.33	12.274	0.035
25	2654.05	52.674	1.305	2677.2	2638.62	10.537	0.207
26	2723.49	50.023	2.232	2738.92	2684.91	15.334	0.405
27	2831.5	30.44	4.17	2846.93	2746.63	35.445	0.603
28	2870.08	23.534	1.997	2877.79	2846.93	17.024	0.146
29	2916.37	17.967	5.79	2970.38	2893.22	52.073	4.163
30	3448.72	45.78	1.541	3518.16	3194.12	105.33	1.995

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 30°C

⊕ SHIMADZU



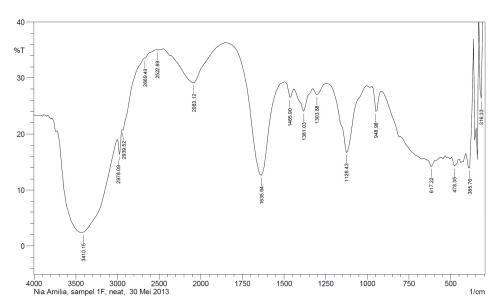


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	316.33	4.21	36.593	324.04	293.18	21.149	10.245
2	393.48	8.726	32.238	416.62	362.62	43.337	19.604
3	447.49	11.29	1.64	462.92	424.34	35.545	1.492
4	524.64	11.222	0.823	547.78	509.21	36.09	0.628
5	570.93	11.18	0.497	594.08	555.5	36.36	0.381
6	941.26	20.957	2.628	972.12	925.83	30.047	1.127
7	1126.43	19.909	2.623	1141.86	1010.7	84.723	2.58
8	1296.16	24.538	1.075	1327.03	1249.87	46.34	0.76
9	1381.03	22.583	2.863	1435.04	1334.74	61.818	2.203
10	1465.9	24.433	1.458	1489.05	1442.75	27.719	0.508
11	1635.64	10.768	18.194	1859.38	1496.76	236.489	44.626
12	2083.12	26.204	6.499	2353.16	1867.09	261.359	25.006
13	2515.18	32.613	0.053	2538.32	2492.03	22.512	0.017
14	2978.09	15.889	1.95	2993.52	2546.04	255.544	0.889
15	3425.58	1.669	17.134	3726.47	3001.24	926.703	396.34
16	3857.63	22.346	0.236	3880.78	3842.2	25.015	0.086

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 40°C

⊕SHIMADZU



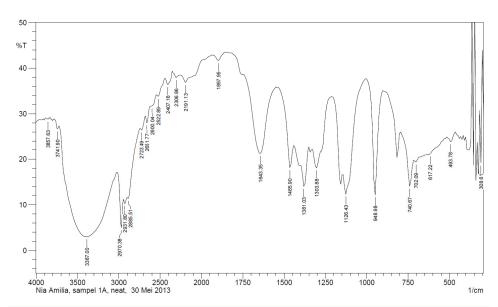


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	316.33	26.302	20.338	331.76	293.18	16.366	4.249
2	385.76	13.942	8.387	408.91	370.33	29.429	3.905
3	478.35	14.268	1.45	493.78	455.2	32.017	0.916
4	617.22	14.188	1.219	632.65	563.21	57.043	0.945
5	948.98	23.992	4.103	972.12	918.12	31.428	1.54
6	1126.43	16.682	12.047	1242.16	1010.7	143.976	18.573
7	1303.88	27.007	1.358	1327.03	1249.87	42.757	0.801
8	1381.03	24.011	3.822	1435.04	1334.74	58.586	2.877
9	1465.9	26.507	2.081	1489.05	1442.75	25.943	0.698
10	1635.64	12.649	19.396	1851.66	1496.76	214.513	41.746
11	2083.12	29.089	6.218	2353.16	1859.38	244.626	20.722
12	2522.89	35.045	0.072	2538.32	2453.45	38.568	0.054
13	2669.48	33.605	0.093	2677.2	2546.04	60.678	0.031
14	2939.52	20.706	0.382	2947.23	2677.2	149.223	0.235
15	2978.09	16.385	3.356	3001.24	2947.23	39.892	2.105
16	3410.15	2.398	0.311	3417.86	3008.95	471.958	1.867

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 50°C

⊕SHIMADZU



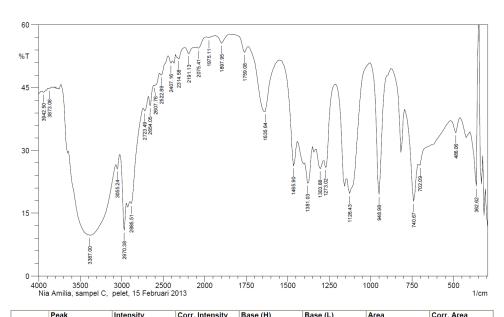


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	19.121	27.417	347.19	300.9	29.711	15.725
2	493.78	23.863	1.23	509.21	470.63	23.485	0.45
3	617.22	20.917	0.286	624.94	516.92	68.915	0.062
4	702.09	19.334	0.608	717.52	640.37	53.423	0.185
5	740.67	14.014	7.578	794.67	717.52	54.41	4.186
6	948.98	12.129	24.165	1002.98	902.69	57.361	13.185
7	1126.43	12.291	6.692	1141.86	1010.7	80.113	5.975
8	1303.88	18.044	6.534	1327.03	1219.01	66.185	6.273
9	1381.03	13.986	5.739	1396.46	1357.89	30.033	3.293
10	1465.9	18.11	8.069	1535.34	1442.75	53.547	3.396
11	1643.35	21.229	15.951	1743.65	1550.77	102.896	19.961
12	1897.95	41.643	1.51	1928.82	1859.38	25.786	0.489
13	2191.13	36.867	2.466	2252.86	1936.53	128.408	4.803
14	2306.86	37.951	0.964	2353.16	2260.57	38.472	0.484
15	2407.16	36.386	1.815	2438.02	2360.87	33.189	1.086
16	2522.89	33.833	0.845	2538.32	2445.74	41.534	0.475
17	2600.04	31.684	0.313	2607.76	2546.04	29.954	0.303
18	2661.77	28.037	2.053	2677.2	2623.19	28.5	0.795
19	2723.49	26.456	1.071	2738.92	2684.91	30.258	0.587
20	2885.51	11.352	1.749	2900.94	2746.63	111.526	1.176
21	2931.8	10.26	0.758	2939.52	2900.94	37.214	0.676
22	2970.38	4.964	8.175	3016.67	2947.23	70.529	10.184
23	3387	2.944	19.443	3718.76	3024.38	792.414	329.136
24	3741.9	26.698	1.048	3780.48	3726.47	30.258	0.377
25	3857.63	28.798	0.34	3880.78	3842.2	20.76	0.101

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur $60^{\rm o}{\rm C}$

SHIMADZU



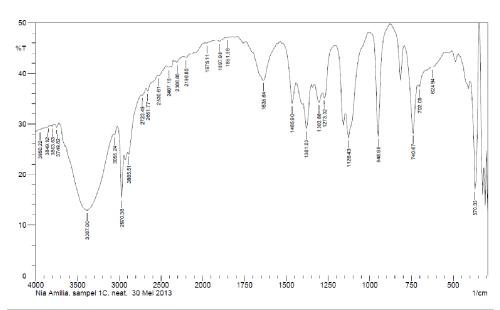


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	362.62	21.402	27.672	401.19	354.9	23.781	7.19
2	486.06	34.244	3.304	516.92	462.92	23.876	0.899
3	702.09	26.401	0.692	709.8	524.64	90.735	0.079
4	740.67	17.775	12.816	794.67	717.52	44.021	5.86
5	948.98	19.473	30.853	1002.98	879.54	50.522	13.561
6	1126.43	19.658	6.765	1141.86	1010.7	61.716	5.157
7	1273.02	25.903	3.9	1280.73	1219.01	27.199	1.237
8	1303.88	25.574	3.03	1327.03	1288.45	22.116	1.125
9	1381.03	22.176	5.725	1396.46	1357.89	23.491	2.381
10	1465.9	26.225	10.137	1550.77	1442.75	43.723	2.955
11	1635.64	39.278	13.613	1735.93	1558.48	58.412	9.499
12	1759.08	53.43	1.913	1820.8	1743.65	19.604	0.331
13	1897.95	55.601	1.961	1936.53	1843.95	22.681	0.498
14	1975.11	56.907	0.293	1990.54	1944.25	11.25	0.043
15	2075.41	54.409	0.614	2090.84	1998.25	23.551	0.207
16	2191.13	53.06	1.521	2237.43	2137.13	26.881	0.507
17	2314.58	51.871	1.289	2345.44	2245.14	27.475	0.365
18	2407.16	50.862	0.905	2438.02	2391.73	13.397	0.198
19	2522.89	48.005	1.029	2538.32	2445.74	27.786	0.377
20	2607.76	45.538	0.344	2615.47	2546.04	23.064	0.392
21	2654.05	40.743	3.191	2677.2	2615.47	22.535	0.789
22	2723.49	39.456	1.372	2738.92	2684.91	21.15	0.542
23	2885.51	17.295	2.661	2900.94	2746.63	84.636	1.482
24	2970.38	10.891	9.958	3024.38	2947.23	58.207	7.521
25	3055.24	25.518	1.863	3070.68	3032.1	22.103	0.646
26	3387	9.738	18.531	3641.6	3078.39	474.907	163.763
27	3873.06	44.812	0.153	3888.49	3849.92	13.402	0.037
28	3942.5	43.932	0.367	3965.65	3919.35	16.456	0.095

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 70°C

⊕SHIMADZU



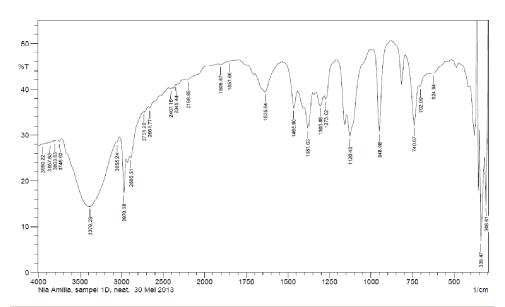


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	370.33	17.058	28.97	393.48	347.19	25.629	10.31
2	624.94	41.218	0.337	632.65	555.5	28.698	0.297
3	702.09	37.357	0.916	717.52	632.65	33.919	0.11
4	740.67	28.185	11.814	794.67	717.52	33.892	4.063
5	948.98	27.559	21.365	1002.98	879.54	45.096	6.922
6	1126.43	27.242	6.606	1141.86	1010.7	54.495	3.107
7	1273.02	35.089	2.112	1280.73	1211.3	26.524	0.474
8	1303.88	34.22	2.529	1327.03	1288.45	17.478	0.702
9	1381.03	29.021	6.053	1396.46	1357.89	19.112	1.805
10	1465.9	34.042	6.088	1535.34	1442.75	36.203	1.492
11	1635.64	38.548	7.603	1735.93	1543.05	71.141	6.367
12	1851.66	47.069	0.101	1867.09	1828.52	12.599	0.017
13	1897.95	46.307	0.448	1913.39	1867.09	15.328	0.104
14	1975.11	45.991	0.146	1990.54	1921.1	23.234	0.037
15	2198.85	43.164	0.525	2229.71	1990.54	84.646	1.006
16	2306.86	42.183	0.362	2322.29	2237.43	31.23	0.069
17	2407.16	41.182	0.247	2438.02	2391.73	17.779	0.068
18	2530.61	39.51	0.186	2538.32	2445.74	36.451	0.168
19	2661.77	36.488	0.821	2677.2	2546.04	55.009	0.381
20	2723.49	35.642	0.381	2738.92	2684.91	23.884	0.157
21	2885.51	24.025	1.396	2900.94	2738.92	82.888	0.501
22	2970.38	15.346	10.319	3016.67	2947.23	46.002	5.559
23	3055.24	27.834	0.725	3070.68	3024.38	25.155	0.22
24	3387	12.895	16.209	3718.76	3070.68	467.612	120.147
25	3749.62	29.302	0.72	3765.05	3726.47	20.326	0.203
26	3803.63	29.55	0.331	3826.77	3788.19	20.315	0.078
27	3849.92	29.347	0.101	3857.63	3834.49	12.236	0
28	3950.22	28.837	0.091	3957.93	3919.35	20,753	0.027

Spektrum IR Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur $80^{\rm o}{\rm C}$

⊕ SHIMADZU





	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	14.616	26.645	316.33	293.18	11.384	4.691
2	339.47	6.835	37.334	362.62	324.04	30.552	13.672
3	624.94	43.503	0.293	632.65	555.5	26.979	0.128
4	702.09	40.594	0.688	709.8	663.51	17.27	0.06
5	740.67	32.108	10.722	794.67	717.52	30.948	3.247
6	948.98	30.782	18.771	1002.98	887.26	40.741	5.562
7	1126.43	29.771	6.135	1141.86	1010.7	52.231	2.727
8	1273.02	37.804	1.571	1280.73	1211.3	25.3	0.279
9	1303.88	36.323	2.332	1327.03	1288.45	16.548	0.622
10	1381.03	31.471	5.377	1396.46	1357.89	18.041	1.521
11	1465.9	35.832	5.371	1535.34	1442.75	35.341	1.273
12	1635.64	39.412	4.988	1697.36	1543.05	57.352	3.384
13	1851.66	46.072	0.047	1859.38	1828.52	10.358	0.006
14	1905.67	45.367	0.215	1913.39	1867.09	15.761	0.069
15	2198.85	42.121	0.437	2229.71	1921.1	110.938	0.689
16	2345.44	40.979	0.148	2353.16	2237.43	44.064	0.1
17	2407.16	40.132	0.167	2430.31	2391.73	15.266	0.04
18	2661.77	35.853	0.658	2677.2	2438.02	100.035	0.371
19	2731.2	35.025	0.161	2738.92	2684.91	24.314	0.132
20	2885.51	25.051	1.168	2900.94	2738.92	82.611	0.412
21	2970.38	17.383	8.931	3016.67	2947.23	44.278	4.525
22	3055.24	28.406	0.242	3062.96	3024.38	20.698	0.049
23	3379.29	14.43	14.33	3718.76	3070.68	453.617	102.979
24	3749.62	28.534	0.516	3765.05	3726.47	20.837	0.154
25	3803.63	28.633	0.131	3811.34	3772.76	20.842	0.023
26	3857.63	28.348	0.105	3873.06	3834.49	21.047	0.021
27	3950.22	28.018	0.063	3957.93	3919.35	21.275	0.025

Lampiran 4. Hasil Analisis GC

Kromatogram GC α-pinena Hasil Isolasi

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: #_titis_2

Sample note: alpha_pinena

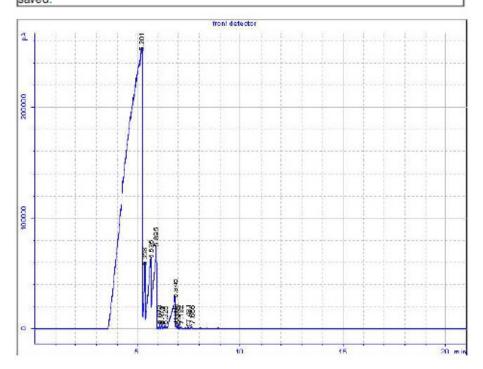
Submission time: Monday, March 18, 2013 11:03:13 AM

Operator:

Injection date: Monday, March 18, 2013 11:47:22 AM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006 Signal description: FID1 A, front detector Method: Pinena & Terpena

Method last Tuesday, March 19, 2013 11:52:50 AM saved:



Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 11:50:29 AM
Multiplier:	1.0000
Dilution	1.0000
Sample amount:	0.0000 μL
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	5.201	VV S	0.925	14060978.33488	87.84401
1	5.358	VV S	0.062	213371.34980	1.33301
1	5.635	VV S	0.155	589252.21109	3.68127
1	5.895	VV S	0.153	686957.91300	4.29167
1	6.073	VV S	0.046	10736.37364	0.06707
1	6.1/5	VV S	0.040	8610.22/09	0.053/9
1	6.325	VV S	0.045	9483.15580	0.05924
1	6.846	VV S	0.229	390780.32724	2.44135
1	6.888	VV S	0.023	7566.87845	0.04727
1	6.976	VV S	0.047	10183.52958	0.06362
1	7.132	MM m	0.062	6313.76936	0.03944
1	7.481	MM m	0.049	5474.10877	0.03420
1	7.665	MM m	0.066	7049.88812	0.04404

Total Area - 16006758.067

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 30°C

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: >>> Nia-11

Sample note:

Submission time: Thursday, May 23, 2013 9:00:06 AM

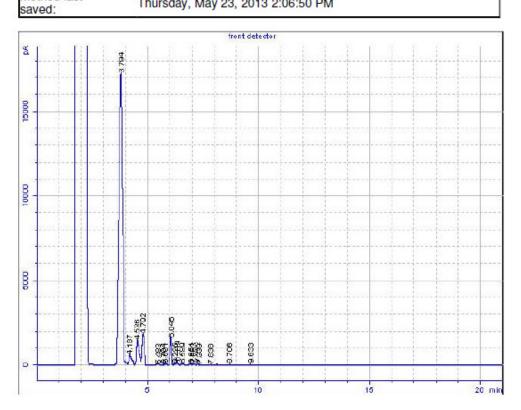
Operator:

Injection date: Thursday, May 23, 2013 11:22:13 AM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006 Signal description: FID1 A, front detector Method: Pinena & Terpena

Method last

Thursday, May 23, 2013 2:06:50 PM



Calibration last saved:	Luesday, March 19, 2013 1:47:26 PM	
Multiplier:	1.0000	
Dilution:	1.0000	
Sample amount:	0.0000 μL	
Sample type:	Sample	
Sampling source:	Manual	

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Δrea [pΔ*s]	Area %
1	3.794	VV T	0.166	201439.36855	81.70788
1	4.187	VV T	0.138	5753.06291	2.33356
1	4.536	VV T	0.117	11993.41079	4.86477
1	4.792	VVT	0.119	14504.46504	5.88330
1	5.483	VV T	0.134	484.94249	0.19670
1	5.704	VV T	0.082	172.97361	0.07016
1	5.801	VVI	0.070	543.86308	0.22060
1	6.045	VV T	0.081	7940.28832	3.22074
1	6.225	VV T	0.064	333.06873	0.13510
1	6.319	VV T	0.064	931.19249	0.37771
1	6.589	VV T	0.068	350.41298	0.14213
1	6.951	VVT	0.062	333.21261	0.13516
1	7.063	VV T	0.071	487.53740	0.19776
1	7.252	VVT	0.046	426.30218	0.17292
1	7.339	VV T	0.074	189.75072	0.07697
1	7.836	VV T	0.059	153.90189	0.06243
1	8.706	VV T	0.038	199.39130	0.08088
1	9.633	VVI	0.052	298.89885	0.12124

Total Arca - 216536.044

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur $40^{\rm o}{\rm C}$

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed:>>> Nia-12

Sample note: L

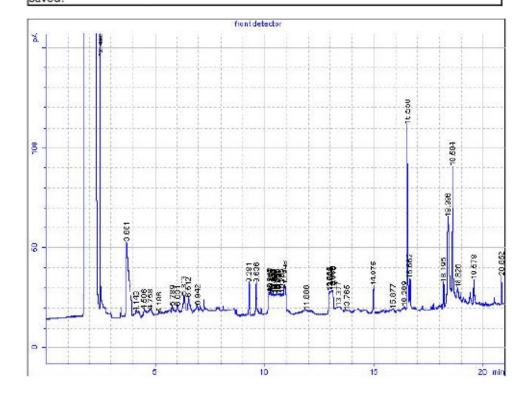
Submission time: Thursday, May 23, 2013 9:00:07 AM

Operator:

Injection date: Thursday, May 23, 2013 12:53:32 PM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006
Signal description: FID1 A, front detector
Method: Pinena & Terpena

Method last Saved: Thursday, May 23, 2013 2:12:29 PM



 Calibration last saved:
 Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM

 Multiplier:
 1.0000

 Dilution:
 1.0000

 Sample amount:
 0.0000 μL

 Sample type:
 Sample

 Sampling source:
 Manual

	Retention				
Signal	Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.498	MM m	0.018	492.39177	15.14690
1	3.681	BV	0.138	379.93614	11.68755
1	4.143	VP	0.188	42.00487	1.29215
1	4.506	VV	0.120	32.66957	1.00498
1	4.758	W	0.170	47.12463	1.44964
1	5.186	VV	0.222	34.03109	1.04686
1	5.789	VV	0.138	51.36634	1.58013
1	6.031	W	0.108	32.90588	1.01225
1	6.313	W	0.104	69.42602	2.13568
1	6.512	VV	0.090	54.26670	1.66935
1	6.942	VV	0.118	34.48898	1.06095
1	9.281	BP	0.039	40.24594	1.23804
1	9.636	PB	0.053	58.95933	1.81370
1	10.215	PV	0.073	48.39584	1.48875
1	10.267	VV	0.061	49.84220	1.53324
1	10.331	VV	0.049	36.09596	1.11038
1	10.399	VV	0.056	38.51890	1.18491
1	10.466	VV	0.053	39.03544	1.20080
1	10.566	VV	0.061	48.21971	1.48333
1	10.631	VV	0.064	50.44224	1.55170
1	10.725	W	0.061	49.84042	1.53319
1	10.803	VV	0.064	50.59055	1.55626
1	10.948	VV	0.117	113.92079	3.50442
1	11.886	BP	0.406	65.36755	2.01083
1	12.965	VV	0.061	45.48655	1.39925
1	13.008	VV	0.035	30.50369	0.93835
1	13.080	VV	0.049	44.27033	1.36184
1	13.118	VV	0.059	46.23587	1.42230
1	13.377	VV	0.185	55.14331	1.69631
1	13.765	VV	0.192	28.87283	0.88818
1	14.975	VP	0.067	56.24825	1.73030
1	15.877	VP	0.196	29.73708	0.91477
1	16.369	VV	0.137	26.53411	0.81624
1	16.550	VV	0.043	284.48410	8.75127
1	16.662	VV	0.048	53.74747	1.65337
1	18.195	VV	0.034	26.64306	0.81959
1	18.386	VV	0.083	273.44120	8.41157
1	18.594	VB	0.046	206.15699	6.34178
1	18.826	BV	0.072	25.99463	0.79964
1	19.578	VV	0.034	25.60672	0.78771
1	20.852	PPA	0.035	31.58305	0.97155

Total Area = 3250.776

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 50°C

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: >>> Nia-10

Sample note: J

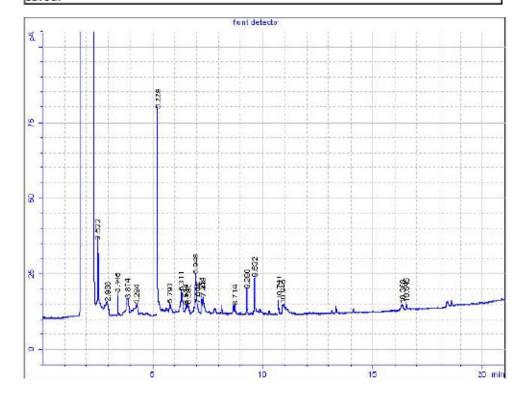
Submission time: Thursday, May 23, 2013 9:00:05 AM

Operator:

Injection date: Thursday, May 23, 2013 10:56:00 AM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006
Signal description: FID1 A, front detector
Method: Pinena & Terpena

Method last Saved: Thursday, May 23, 2013 2:31:09 PM



Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount	0.0000 μL
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.522	W	0.058	113.88436	11.76643
1	2.938	VV	0.158	57.34005	5.92432
1	3.445	VB	0.030	16.11875	1.66537
1	3.874	BV	0.142	59.80590	6.17909
1	4.284	W	0.178	53.48881	5.52642
1	5.229	W	0.051	230.82343	23.84847
1	5.793	VV	0.092	28.23101	2.91680
1	6.311	VV	0.102	60.57922	6.25899
1	6.514	VV	0.059	14.28062	1.47546
1	6.595	VV	0.097	21.73123	2.24525
1	6.948	VV	0.077	73.58878	7.60313
1	7.058	W	0.076	21.08545	2.17853
1	7.251	VV	0.048	19.68823	2.03417
1	7.318	VV	0.083	37.19698	3.84316
1	8.714	W	0.058	12.62353	1.30425
1	9.290	VV	0.043	23.35466	2.41298
1	9.632	W	0.055	48.06149	4.96567
1	10.741	W	0.035	10.38120	1.07258
1	10.915	VV	0.058	12.48550	1.28999
1	16.368	VV	0.144	35.44440	3.66208
1	16.545	VV	0.066	17.68151	1.82684

Total Area = 967.875

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 60°C

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed:>>> Nia-13

Sample note: M

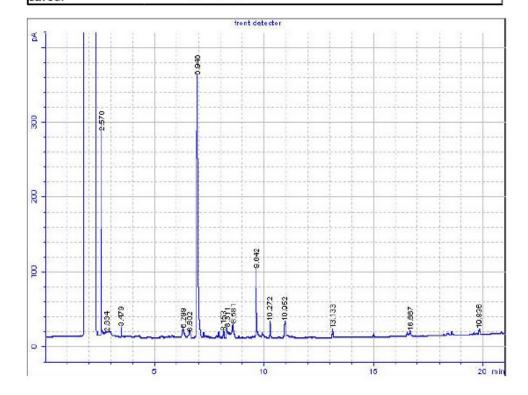
Submission time: Thursday, May 23, 2013 9:00:08 AM

Operator:

Injection date: Thursday, May 23, 2013 1:26:49 PM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006
Signal description: FID1 A, front detector
Method: Pinena & Terpena

Method last saved: Thursday, May 23, 2013 2:14:42 PM



Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM	
Multiplier:	1.0000	
Dilution:	1.0000	
Sample amount:	0.0000 μL	
Sample type:	Sample	
Sampling source:	Manual	

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.570	VV	0.022	382.95977	13.91283
1	2.834	VV	0.084	50.97925	1.85206
1	3.479	VV	0.035	36.45701	1.32447
1	6.299	VV	0.088	84.57129	3.07245
1	6.602	VV	0.091	56.33953	2.04680
1	6.946	VV	0.056	1336.02156	48.53732
1	8.153	VV	0.040	25.98413	0.94400
1	8.311	VV	0.045	41.81615	1.51917
1	8.581	VV	0.081	114.08713	4.14476
1	9.642	VV	0.042	271.76541	9.87317
1	10.272	VV	0.036	51.98317	1.88854
1	10.952	VV	0.091	120.22068	4.36759
1	13.133	VV	0.041	32.09915	1.16615
1	16.667	VV	0.100	65.58710	2.38276
1	19.836	VV	0.102	81.69443	2.96794

Total Area = 2752.566

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 70°C

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: *Nia

Sample note: T-70 ha-nia

Submission time: Tuesday, May 14, 2013 11:25:06 AM

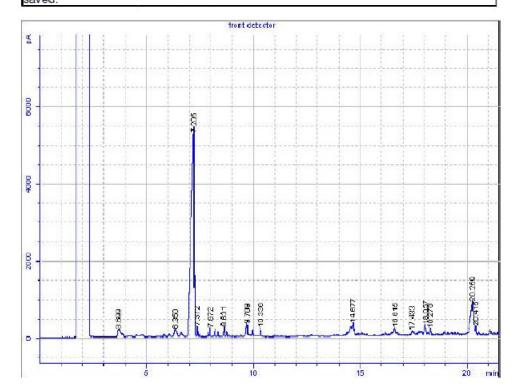
Operator:

Injection date: Tuesday, May 14, 2013 11:30:52 AM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006 Signal description: FID1 A, front detector

Method: pinene

Method last saved: Tuesday, May 14, 2013 12:09:43 PM



Calibration last saved:	Thursday, October 04, 2012 8:56:22 AM	
Multiplier:	1.0000	
Dilution:	1.0000	
Sample amount:	0.0000 μL	
Sample type:	Sample	
Sampling source:	Manual	

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.699	BP	0.152	2460.25401	3.37656
1	6.350	PP	0.119	1484.40200	2.03726
1	7.205	BV	0.118	49939.97932	68.53990
1	7.372	VV	0.030	523.89541	0.71902
1	7.972	VP	0.035	508.48208	0.69786
1	8.631	BP	0.043	748.62186	1.02744
1	9.709	BB	0.065	1266.99293	1.73888
1	10.336	BB	0.042	597.51804	0.82006
1	14.677	BP	0.131	3297.32706	4.52540
1	16.615	BP	0.099	1444.07990	1.98192
1	17.433	PB	0.086	622.42434	0.85424
1	18.057	PV	0.074	1375.73840	1.88813
1	18.278	VP	0.074	753.50350	1.03414
1	20.259	BV	0.106	7173.49468	9.84523
1	20.415	VP	0.047	665.92005	0.91394

Total Area = 72862.634

Kromatogram GC Hasil Reaksi Hidrasi Temperatur 80°C

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed:#_titis_10

Sample note:

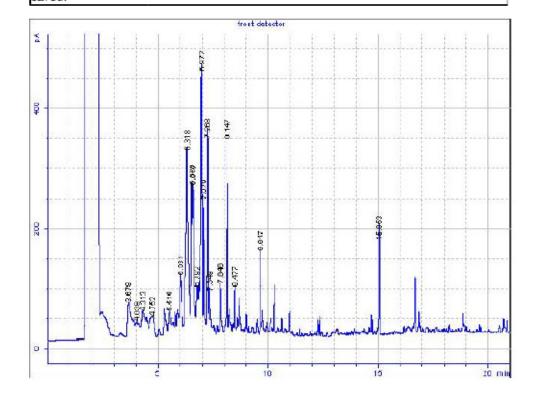
Submission time: Tuesday, March 19, 2013 11:12:12 AM

Operator:

Injection date: Tuesday, March 19, 2013 1:30:32 PM

GC Description: GC1 - SN: CN10713006 Signal description: FID1 A, front detector Method: Pinena & Terpena

Method last saved: Tuesday, March 19, 2013 1:53:24 PM



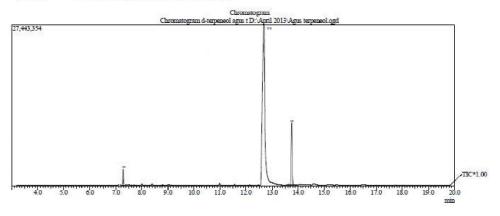
Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 12:00:00 PM	
Multiplier:	1.0000	
Dilution:	1.0000	
Sample amount:	0.0000 μL	
Sample type:	Sample	
Sampling source:	Manual	

Signal	Retention Time [min]	Туре	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.678	VV T	0.180	716.04527	4.93841
1	4.039	VV T	0.174	318.47475	2.19645
1	4.313	VV T	0.138	398.67713	2.74959
1	4.752	VV T	0.194	387.02641	2.66924
1	5.516	VV T	0.135	383.77053	2.64678
1	6.031	VV T	0.093	629.07648	4.33860
1	6.318	VV T	0.096	2116.62707	14.59792
1	6.529	VV T	0.066	1066.27170	7.35385
1	6.615	VV T	0.079	1340.43482	9.24469
1	6.792	VV T	0.071	385.55835	2.65911
1	6.972	VV T	0.072	2101.37954	14.49276
1	7.079	VV T	0.073	981.02480	6.76592
1	7.268	VV T	0.045	919.94420	6.34466
1	7.349	VV T	0.073	325.82815	2.24717
1	7.846	VV T	0.060	354.84731	2.44731
1	8.147	VV T	0.047	976.36247	6.73376
1	8.477	VV T	0.058	312.76157	2.15705
1	9.647	VV T	0.046	411.52471	2.83820
1	15.053	VV T	0.040	373.87698	2.57855

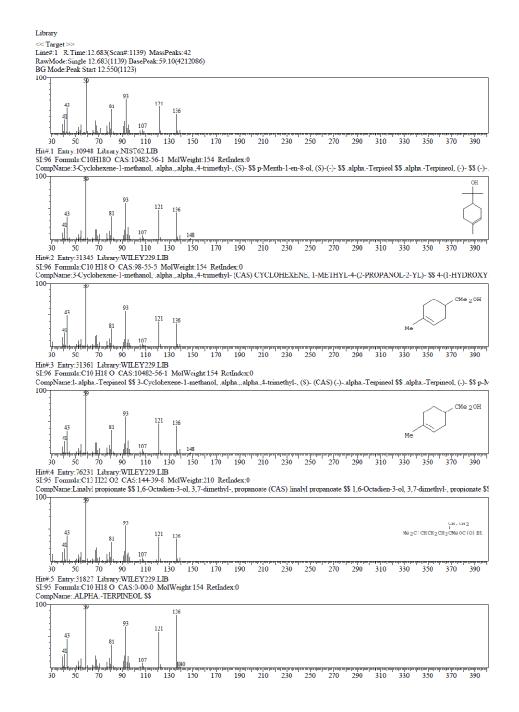
Total Area = 14499.512

Lampiran 5. Hasil Analisis GC-MS





					Peak Report 11C		
Peak#	R.Time	I Time	F.Time	Area	Area%	Height Name	
1	7.358	7.308	7.392	392860	4.84	111695	
2	12.684	12.550	12.908	180530212	72.12	27112385	
3	13.875	13.800	13.967	2342607	23.04	670945	
				183265679	100.00	27895025	



Lampiran 6. Hasil Analisis Katalis Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan BET

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0

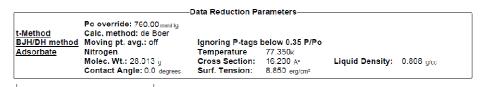


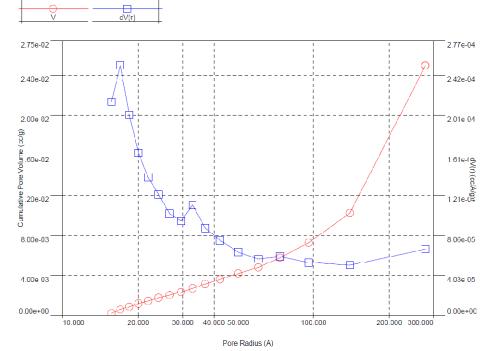
Report
Operator:nova
C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Amalia.qps Analysis Operator:nova Date:2013/03/03 Date:3/6/2013 Sample ID: Nia Sample Desc: Sample weight: Zeolit Alam Comment: 0.1935 g Sample Volume: 0.04961 cc Sample Density: 3.9 g/cc Outgas Time: 3.0 hrs 300.0 C 77.3 K

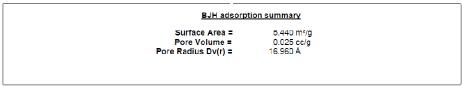
OutgasTemp: Bath Temp: Equil time: Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)

60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) Analysis Time: Cell ID: Instrument: F/W version: 80.7 min End of run: 2013/03/03 17:19:42 Nova Station A 0.00 91

BJH method Adsorption dV(r)







m110 Report id:{1325094317:20130306 135119285} Page 1 of 1

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments @1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0



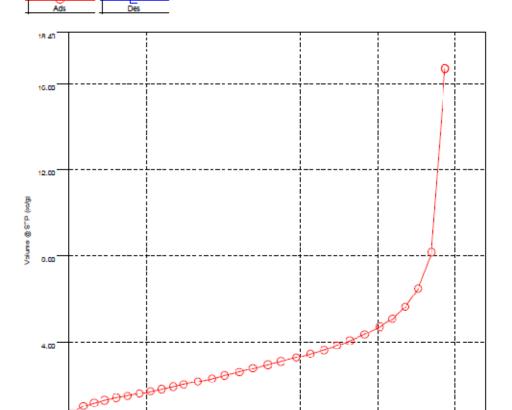
Analysis **Report** Analysis
Operator:nove
Sample ID: Na
Sample Desc: Zeolit Alam
Sample weight: 0.1935 g
Outgas Time: 3.0 lms
Analysis gas: Nirrogen
Press. Tolerance: 0.10070.100 (ads/des) Operator:nova Date:3/8/2013 CAQCdata\Physisorb\20130304_1_Nia Amalia ops Date:2013/03/03 Filename Comment Sample Density: 3.9 g/cc

Comment
Sample Volume: 0.04961 cc
Outgas Temp: 300.0 C
Rath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/80 sec (a 0.04901 cc 300.0 C 77 3 K 60/60 sec (adsides) 2013/03/03 17:19:42

Equil timeout: Instrument: 240/240 sec (ads/des) Nova Station A 0.00 Analysis Time: Cell ID. 80.7 min 91 F/W version.

Isotherm * Linear

-Data Reduction Parameters Po override, 700,00 nmrg Nitrogen Molec. Wt.: 28.013 g Adsorbate Temperature $77.350_{\rm K}$ Liquid Density: 0.808 gtc Cross Section: 16.200 A



Relative Pressure, P/Po

0.80

1.00 1.08

0.40

0.00

0.20

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0

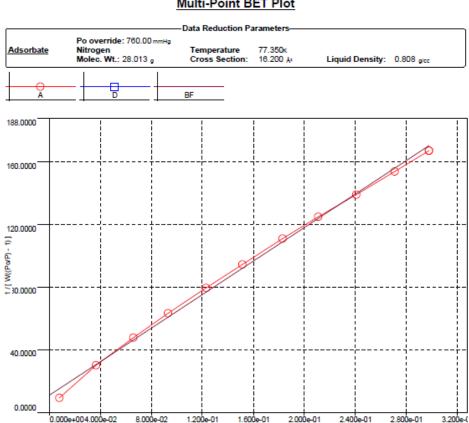


Analysis Operator:nova Sample ID: Nia Sample Desc: Report
Operator:nova
C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Amalia.qps Date:2013/03/03 Date:3/8/2013 Filename: 0.04961 cc Sample Density: 3.9 g/cc

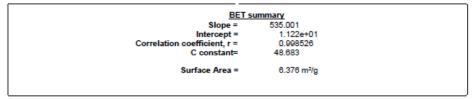
0.1935 g 3.0 hrs Sample Volume: OutgasTemp: Bath Temp: Sample weight: Outgas Time: 300.0 C Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)

77.3 K 60/60 sec (ads/des) 2013/03/03 17:19:42 Equil timeout: Instrument: 240/240 sec (ads/des) Equil time: Analysis Time: 80.7 min Cell ID: 91 Nova Station A 91 F/W version: 0.00

Multi-Point BET Plot



Relative Pressure, P/Po



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0



Sample Density: 3.9 g/cc

Analysis Operator:nova Date:2013/03/03

Report
Operator:nova
C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Arnalia.qps Date:3/6/2013 Filename:

Sample ID: Nia
Sample Desc: Zeolit Alam
Sample weight: 0.1935 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 80.7 min Comment:

Sample Volume: 0.04981 cc Outgas Temp: 300.0 C Bath Temp: 77.3 K 300.0 C 77.3 K 60/60 sec (ads/des)

Equil timeout: 240/240 sec (ads/des Instrument: Nova Station A Equil time: End of run: 2013/03/03 17:19:42 F/W version: 0.00

Cell ÍD: 91

Sample ID: Nia

Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters Data —

Temperature Cross Section: Nitrogen Molec. Wt.: 28.013 g Adsorbate 77.350k 16.200 As Liquid Density: 0.808 g/cc

<u>Surface Area Data</u>	
MultiPoint BET Langmuir surface area BJH method cumulative adsorption surface area DH method cumulative adsorption surface area t-method external surface area DR method micropore area DR method micropore	6.376e+00 m²/g 9.620e+00 m²/g 5.440e+00 m²/g 5.507e+00 m²/g 6.376e+00 m²/g 7.097e+00 m²/g
Pore Volume Data	
Total pore volume for pores with Radius less than 388.70 Å at P/Po = 0.974615 BJH method cumulative adsorption pore volume DH method cumulative adsorption pore volume DR method micropore volume HK method cumulative pore volume SF method cumulative pore volume	2.579e-02 cd/g 2.499e-02 cd/g 2.431e-02 cd/g 2.522e-03 cd/g 4.242e-03 cd/g 4.274e-03 cd/g
Pore Size Data	
Average pore Radius BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) DR method micropore Half pore with DA method pore Radius (Mode) HK method pore Radius (Mode) SF method pore Radius (Mode)	8.090e+01 Å 1.896e+01 Å 1.896e+01 Å 1.557e+01 Å 9.770e+00 Å 2.158e+00 Å 2.261e+00 Å

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0



Sample Density: 3.9 g/cc

Analysis Operator:nova Report Operator.nova Date:2013/03/03 Date:3/6/2013 Sample ID: Nia Sample Desc: C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Amalia.qps Filename: Zeolit Allam Comment:

Sample weight: 0.1935 g Sample Volume: 0.04961 cc

Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) OutgasTemp: Bath Temp: 300.0 C 77.3 K 60/60 sec (ads/des) 2013/03/03 17:19:42 Equil time: Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)

Analysis Time: 80.7 min Cell ID: 91 End of run: Instrument: F/W version: Nova Station A 0.00

BJH Pore Size Distribution Adsorption

-Data Reduction Parameters Data -

Po override: 760.00 mmHg Calc, method; de Boer

t-Method BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po Nitrogen Molec. Wt.: 28.013 Adsorbate Temperature 77.350_K Cross Section: 18.200 A=

Liquid Density: 0.808 g/cc Contact Angle: 0.0 degrees 8.850 erg/cm² Surf. Tension:

-BJH Pore Size Distribution Adsorption Data -

Radius	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(r)	dS(r)	dV(logr)	dS(logr)
[Å]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/Å/g]	[m²/Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
15.6631	2.4496e-04	3.1279e-01	2.1531e-04	2.7493e-01	7.7621e-03	9.9112e+00
16.9597	6.1126e-04	7.4475e-01	2.5169e-04	2.9681e-01	9.8228e-03	1.1584e+01
18.4112	9.0428e-04	1.0631e+00	2.0241e-04	2.1987e-01	8.5762e-03	9.3163e+00
20.0801	1,2133e-03	1.3708e+00	1.6346e-04	1.6280e-01	7.5520e-03	7.5218e+00
21.9140	1.4608e-03	1.5967e+00	1.3928e-04	1.2711e-01	7.0240e-03	6.4105e+00
24.0696	1.7689e-03	1.8528e+00	1.2162e-04	1.0105e-01	6.7340e-03	5.5955e+00
26.6991	2.0490e-03	2.0625e+00	1.0275e-04	7.6967e-02	6.3111e-03	4.7276e+00
29.6178	2.3457e-03	2.2629e+00	9.5340e-05	6.4380e-02	6.4960e-03	4.3865e+00
32.9795	2.7470e-03	2.5062e+00	1.1111e-04	6.7384e-02	8.4294e-03	5.1119e+00
36.9988	3.1371e-03	2.7171e+00	8.8124e-05	4.7636e-02	7.4986e-03	4.0534e+00
42.3381	3.6099e-03	2.9405e+00	7.5881e-05	3.5752e-02	7.3841e-03	3.4789e+00
50.0660	4.1976e-03	3.1753e+00	6.3796e-05	2.5485e-02	7.3337e-03	2.9296e+00
60.0523	4.8100e-03	3.3792e+00	5.6910e-05	1.8954e-02	7.8482e-03	2.6138e+00
73.5542	5.7771e-03	3.6422e+00	5.9541e-05	1.6190e-02	1.0043e-02	2.7308e+00
95.8887	7.2723e-03	3.9548e+00	5.3425e-05	1.1169e-02	1.1684e-02	2.4427e+00
139.1709	1.0250e-02	4.3827e+00	5.0456e-05	7.2509e-03	1.5923e-02	2.2883e+00
278.6901	2.4988e-02	5.4404e+00	6.6986e-05	4.8072e-03	4.0652e-02	2.9174e+00

BJH adsorption summary

5.440 m²/g Surface Area = Pore Volume = Pore Radius Dv(r) = 0.025 cc/g 16.960 Å

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0



Report
Operator:nova
C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Amalia.qps <u>Analysis</u> Date:2013/03/03 Date:3/8/2013 Operator:nova Sample ID: Nia Filename:

Zeolit Alam 0.1935 g Sample Desc: Comment: Sample weight: Outgas Time: 0.04981 cc 300.0 C Sample Density: 3.9 g/cc Sample Volume: 3.0 hrs Outgas Temp:

Bath Temp: 77.3 K

Analysis gas: Nitrogen Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) 2013/03/03 17:19:42 Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) Analysis Time: 80.7 min Cell ID: 91 End of run: Nova Station A

Instrument: F/W version: 0.00

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Po override: 760.00 mmHg Nitrogen Molec. Wt.: 28.013 g Adsorbate Temperature 77.350k Cross Section: 16.200 A: Liquid Density: 0.808 g/cc

-Multi-Point BET Data -Volume @ STP 1 / [W((Po/P) - 1)] Volume @ STP 1 / [W((Po/P) - 1)] Relative Relative Pressure [P/Po] [P/Po] [cc/g] [cc/g] 0.6750 1.0126 1.1759 1.2921 1.4055 7.81475e-03 3.67223e-02 6.56435e-02 9.3360e+00 3.0121e+01 4.7805e+01 1.82911e-01 2.10696e-01 2.40472e-01 1.6119 1.7059 1.8199 1.1111e+02 1.2520e+02 1.3919e+02 6.3389e+01 7.9842e+01 9.4659e+01 1.9281 9.28635e-02 1.22732e-01 2.70834e-01 2.97821e-01 1.5414e+02 1.6750e+02 1.51258e-01 1.5064

BET summary ne = 535.001 Slope = 1.122e+01 0.998526 Intercept = Correlation coefficient, r = C constant= 48.683 Surface Area = 6.376 m²/g

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA instruments @1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0



Analysis Operator:nova Sample ID: Nia Report
Operator:nova Date:3/6/2013
C:\QCdata\Physisorb\20130304_1 _Nia Amalia.qps Date:2013/03/03 Date:3/6/2013 Filename: Sample ID: Nia
Sample Desc: Zeolit Alam
Sample weight: 0.1935 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 80.7 min Comment: C. Coccatav Comment: Sample Volume: 0.04961 cc OutgasTemp: 300.0 C 77.3 K Sample Density: 3.9 g/cc

240/240 sec (ads/des) Nova Station A Equil time: End of run: 60/60 sec (ads/des) 2013/03/03 17:19:42 Equil timeout: Instrument: 0.00

Cell ID: F/W version:

Raw Analysis Data

Raw Analysis Data					
P/Po	Po	Volume @ STP			
	[mmHg]	[cc]			
0.007956	746.51	0.1306			
0.037386	746.51	0.1959			
0.06683	746.51	0.227:5			
0.094542	746.51	0.2500			
0.12495	746.51	0.2720			
0.153992	746.51	0.291.5			
0.186217	746.51	0.3119			
0.214504	746.51	0.3301			
0.244818	746.51	0.3522			
0.275729	746.51	0.3731			
0.303204	746.51	0.3920			
0.340539	746.51	0.4184			
0.377207	746.51	0.4446			
0.410855	746.51	0.4702			
0.449987	746.51	0.5048			
0.484965	746.51	0.5342			
0.525441 0.558875	746.51	0.567-4			
	746.51	0.5950			
0.600076 0.637498	746.51 746.51	0.6303 0.6637			
0.673331	746.51 746.51	0.6037			
0.707771	746.51	0.7424			
0.742081	746.51	0.7424			
0.779847	746.51 746.51	0.7867 0.8414			
0.820424	748.51	0.9102			
0.853677	746.51	0.9813			
0.88739	746.51	1.0884			
0.92193	746.51	1.2526			
0.956729	748.51	1.577.5			
0.992231	748.51	3.2262			