



**ASETILASI β -SIKLODEKSTRIN DENGAN
ANHIDRIDA ASAM ASETAT BERKATALIS
 Fe^{3+} -ZEOLIT BETA**

Skripsi

Disajikan sebagai salah satu syarat

Untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia

Oleh:

Dany Sigit Saputra

4311410036

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2015**

PERNYATAAN

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

Semarang,



Dany Sigit Saputra

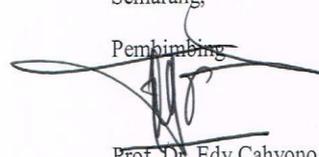
4311410036

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan dihadapan sidang Penitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang,

Pembimbing



Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 196412051990021001

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Asetilasi β -Siklodekstrin Dengan Anhidrida Asam Asetat Berkatalis Fe^{3+} -
Zeolit Beta.

Disusun oleh

Nama : Dany Sigit Saputra

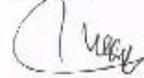
NIM : 4311410036

Telah dipertahankan dihadapan Sidang Panitia Ujian skripsi Fakultas Matematika
dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang pada tanggal 12
Januari 2015.

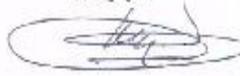
Panitia

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
NIP. 196310121988031001

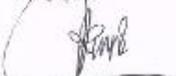
Sekretaris


Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP. 196507231993032001

Penguji I


Drs. Sigit Priatmoko, M.Si
NIP. 196504291991031001

Penguji II


Ir. Sri Wahyuni, M.Si
NIP. 196512281991022001

Pembimbing


Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 196512051990021001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO

Teruslah berusaha dan pantang menyerah.

Kegagalan adalah awal dari keberhasilan, karena tanpa kegagalan kita tidak akan tahu kesalahannya.

Selalu berfikir optimis

PERSEMBAHAN

1. Allah SWT
2. Bapak Sujito dan Ibu Tuminah
3. Simbah yang selalu mendoakan
4. Bapak Sutikno dan Ibu Noor Aini Habibah
5. Eka Septianingsih

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan kasih dan anugerah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan judul “Asetilasi β -Siklodekstrin Dengan Anhidrida Asam Asetat Berkatalis Fe^{3+} -Zeolit Beta”.

Skripsi ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains program studi kimia di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Pada kesempatan ini, perkenankanlah penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan skripsi ini. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang
2. Dekan FMIPA universitas Negeri Semarang
3. Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang
4. Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Siselaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan dan saran kepada penulis selama penyusunan skripsi.
5. Drs. Sigit Priatmoko, M.Si sebagai dosen penguji utama yang telah memberikan masukan, arahan dan saran kepada penulis.
6. Ir. Sri Wahyuni, M.Si selaku dosen penguji kedua yang telah memberikan masukan, arahan dan saran kepada penulis.

7. Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si Kepala Laboratorium Kimia Unnes yang telah memberikan izin penelitian.
8. Dosen-dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES atas Ilmu yang diberikan selama menempus studi.
9. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Demikian ucapan terima kasih dari penulis, semoga Skripsi ini dapat bermanfaat dan dapat memberikan kontribusi positif bagi para pembaca dan perkembangan ilmu pengetahuan dalam dunia penelitian.

Semarang,

Penulis

ABSTRAK

Saputra, Dany Sigit. 2014. *Asetilasi β -Siklodekstrin Dengan Anhidrida Asam Asetat Berkatalis Fe^{3+} -Zeolit Beta*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing utama Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

Kata Kunci : β -Siklodekstrin, Fe^{3+} -zeolit beta, Asetilasi

Reaksi asetilasi banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, baik di industri atau laboratorium. Pada penelitian ini dilakukan asetilasi β -siklodekstrin dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu optimum dan jenis pelarut pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta. Katalis Fe^{3+} -zeolit beta dibuat melalui pertukaran ion dengan cara dikalsinasi pada suhu $500^{\circ}C$ selama 3 jam. Asetilasi β -siklodekstrin dilakukan dengan anhidrida asam asetat variasi pelarut piridin dan DMF serta variasi waktu reaksi yaitu 6, 12, 18 dan 36 jam. Karakterisasi β -siklodekstrin terasetilasi menggunakan analisis FTIR dan 1H -NMR. Hasil FTIR menunjukkan terjadinya intensitas puncak pada bilangan gelombang $1736,85\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan terbentuknya gugus karbonil dari asetil. Peningkatan itu terus terjadi hingga waktu reaksi 36 jam. Hasil reaksi reaksi pada pelarut DMF menunjukkan hasil yang lebih baik dari piridin. Dari hasil spektra 1H -NMR menunjukkan adanya perbedaan puncak antara β -siklodekstrin dengan β -siklodekstrin terasetilasi yaitu menghilangnya puncak pada $\delta\ 7.856$ dan munculnya puncak baru pada $\delta\ 7.140$.

ABSTRACT

Saputra, Dany Sigit.2014. *Fe³⁺ catalyst activity and selectivity of zeolite beta in β -cyclodextrin acetylation*. Thesis, Department of Chemistry.Mathematics and Natural Science Faculty of Semarang State University. Advisor Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si

Keyword : β -cyclodextrin, Fe³⁺-zeolit beta, Acetylation

Acetylation reaction is usually used in the synthesis of organic compounds, either in industry or laboratory. In this research, acetylation of β -cyclodextrin with Fe³⁺ -zeolit beta catalyst. This research aims to determine the optimum time and the type of solvent in the acetylation reaction of β -cyclodextrin with acetic anhydride using a catalyst of Fe³⁺-zeolit beta. Prepared Fe³⁺ -zeolit beta catalyst by ion exchange calcined at 500⁰C for 3 hours. Acetylation of β -cyclodextrin performed with acetic acid anhydride pyridine and DMF solvent variations and variations in reaction time that is 6,12,18 and 36 hours. Characterization of β -cyclodextrin acetylated using FTIR analysis and ¹H-NMR. FTIR results showed the occurrence of the peak intensity at wave number 1736.85 cm⁻¹ which indicates the formation of the carbonyl group of acetyl. The increase was continued until the reaction time 36 hours. The reaction solvent DMF showed better results than pyridine. From the results of ¹H-NMR spectra showed a peak difference between β -cyclodextrin with β -cyclodextrin acetylated namely the disappearance of the peak at δ 7.856 and the emergence of a new peak at δ 7.140.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan	5
1.4. Manfaat	6
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Pati	7
2.2. Siklodekstrin	10
2.3. Reaksi asetilasi.....	12
2.4. Zeolit.....	14
2.5. Macam-macam zeolit.....	15
2.6. Sifat-sifat zeolit.....	17
2.7. Ion besi III (Fe^{3+}).....	19
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	22

3.2. Variabel Penelitian.....	22
3.2.1 Variabel Bebas.....	22
3.2.2 Variabel Terikat.....	22
3.2.3 Variabel Terkendali.....	22
3.3. Alat dan Bahan.....	23
3.4. Metode.....	23
3.4.1 Reaksi Asetilasi β -siklodekstrin.....	23

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Analisis fluoresensi sinar X (XRF) Hasil karakterisasi katalis Fe^{3+} -zeolit beta.....	25
4.2. Reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta	26
4.2.1 peran katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin.....	27
4.2.2 Hasil reaksi β -siklodekstrin dengan pelarut dimetilformamida (DMF)	27
4.2.3 Hasil reaksi β -siklodekstrin dengan pelarut piridin	29
4.2.4 Hasil titik leleh β -siklodekstrin dan β -siklodekstrin terasetilasi.....	31
4.2.5 Hasil kelarutan β -siklodekstrin dalam air (H_2O)	31
4.2.6 Analisis struktur dengan Nuclear Magnetic Resonance ($^1\text{H-NMR}$)	32

BAB 5 PENUTUP

5.1. Simpulan	40
5.2. Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	45

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Perbedaan amilosa dan amilopektin.....	8
4.1. Analisis kandungan kimia katalis Fe dengan XRF	26
4.2. Hasil analisis IR β -siklodekstrin murni	27
4.3. Hasil analisis IR asetilasi β -siklodekstrin terasetilasi 36 jam	27
4.4 Hasil analisis IR β -siklodekstrin murni.....	29
4.5 Hasil analisis IR asetilasi β -siklodekstrin terasetilasi 36 jam.....	29
4.6 Perbandingan titik leleh β -siklodekstrin dan β -siklodekstrin terasetilasi.....	31
4.7 Perbandingan kelarutan dalam air β -siklodekstrin dan β -siklodekstrin terasetilasi.....	31
4.8 Hasil analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ β -siklodekstrin.....	35
4.9 Hasil analisis Spektrum $^1\text{H-NMR}$ β -siklodekstrin terasetilasi 36 jam....	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1.Reaksi esterifikasi sintesis GPA	9
2.2.Reaksi β -siklodekstrin terasetilasi.....	11
2.3.Struktur α -siklodekstrin, β -siklodekstrin, γ -siklodekstrin.....	12
2.4.Reaksi asetilasi pembentukan aspirin	14
2.5.Struktur pori zeolit beta.....	17
2.6.Susunan saluran struktur pori zeolit beta	19
4.1. Hasil IR perbandingan β -siklodekstrin dan Hasil Reaksi Asetilasi dengan variasi waktu 6, 12, 18 dan 36 jam (pelarut DMF)	28
4.2 Reaksi asetilasi pembentukan β -siklodekstrin terasetilasi	29
4.3Hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 6, 12, 18, dan 36 jam (pelarut piridin)	30
4.4Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa β -siklodekstrin murni	34
4.5Struktur murni β -siklodekstrin	35
4.6 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa β -siklodekstrin terasetilasi	36
4.7 Struktur β -siklodekstrin terasetilasi	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja asetilasi β -siklodekstrin.....	44
2. Analisis IR β -siklodekstri murni.....	45
3. Analisis IR hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dan anhidrida asam asetat dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada temperatur 20°C dan waktu reaksi 6 jam	46
4. Analisis IR hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dan anhidrida asam asetat dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada temperatur 20°C dan waktu reaksi 12 jam	48
5. AnalisisIR hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dan anhidrida asam asetat dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada temperatur 20°C dan waktu reaksi 18 jam	50
6. Analiais IR hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dan anhidrida asam asetat dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada temperatur 20°C dan waktu reaksi 36 jam	52
7. Perbandingan IR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 6, 12, 18, dan 36 jam.....	55
8. Analisis IR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 6 jam(pelarut piridin)	57
9. Analisis IR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 12 jam (pelarut piridin)	58
10. Analisis IR hasil reaksi β -sklodekstrin dengan variasi waktu 18 jam (pelarut piridin)	60
11. Analisis IR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 36 jam (pelarut piridin)	62
12. Perbandingan IR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan variasi waktu 6, 12, 18, dan 36 jam.....	64
13. Hasil analisis HNMR β -siklodekstrin murni	66
14. Hasil analisis HNMR β -siklodekstrin terasetilasi.....	67
15. Hasil analisis XRF kandungan logam Fe dalam padatan katalis	69

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Reaksi asetilasi banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, baik dalam industri maupun laboratorium. Asetilasi adalah penggantian hidrogen aktif dengan gugus asetil. Dalam industri, reaksi asetilasi biasa digunakan pada pembuatan selulosa asetat dan pada pembuatan aspirin (asam asetil salisilat). Agen asetilasi yang umum digunakan untuk industri adalah anhidrida asam asetat karena lebih murah, tidak mudah dihidrolisis, dan reaksinya tidak berbahaya (Wahyuni, 2004).

Siklodekstrin adalah jenis pati termodifikasi yang banyak digunakan sebagai bahan penstabil, pembuat kapsul dan pelindung dari reaksi (oksidasi, cahaya, panas, evaporasi) pada industri pangan dan non-pangan. Saat ini masih tergantung dari sumber impor, padahal bahan baku tersedia melimpah dalam negeri. Tanaman garut memiliki potensi digunakan sebagai bahan baku siklodekstrin yang ekonomis. Siklodekstrin dihasilkan dari pati garut menggunakan enzim khusus. Hasilnya terbukti di lapangan dengan perbaikan kualitas produk yang signifikan. Senyawa β -siklodekstrin dapat dihasilkan dari degradasi pati secara enzimatik dengan menggunakan siklodekstrin glikosil-transferase (CGTase). Berdasarkan jumlah unit glukosanya, siklodekstrin dibagi menjadi tiga bentuk yaitu α -siklodekstrin yang terdiri dari 6 unit glukosa, β -siklodekstrin 7 unit glukosa dan γ -siklodekstrin 8 unit glukosa (Sjetli, 1988 dan Tankova, 1998).

Struktur siklodekstrin berbentuk seperti silinder dengan permukaan luarnya bersifat hidrofilik sedangkan bagian dalam rongganya bersifat non polar. Adanya bentuk tersebut mengakibatkan siklodekstrin dapat digunakan sebagai kompleks penginklusi suatu senyawa lain. Siklodekstrin memiliki sifat yang unik, sehingga banyak digunakan dalam berbagai industri antara lain pada industri farmasi, kosmetika, makanan, flavor, pertanian dan kimia. Pada industri farmasi digunakan untuk perbaikan sifat fisik, kimia dan biologi dari obat-obatan. Pada industri pangan dan kosmetika digunakan sebagai antioksidan dan perbaikan tekstur serta stabilitas flavor produk. Dalam produksi pestisida dan insektisida digunakan untuk meningkatkan kelarutan komponen kimia yang sulit larut dalam air (Hashimoto, 1988).

Produk siklodekstrin yang dihasilkan dipengaruhi oleh jumlah amilosa dalam pati. Peningkatan gula pereduksi sampai jumlah tertentu, menyebabkan perolehan siklodekstrin menjadi maksimum dan selanjutnya mengalami pengurangan sampai mendekati nol. Banyaknya amilopektin dengan rantai cabangnya serta tingginya viskositas pasta tapioka tersebut jika digunakan sebagai substrat sulit dikonversi menjadi siklodekstrin (Whistler *et al.*, 1984).

Proses asetilasi bertujuan mensubstitusi gugus hidroksil dari glukosa dengan gugus asetil dari anhidrida asetat sehingga terbentuk glukosa pentaasetat (GPA). Reaksi asetilasi adalah reaksi eksoterm sehingga suhu harus dijaga tetap rendah supaya tidak terjadi karamelisasi glukosa. GPA yang dihasilkan merupakan ester glukosa berupa padatan berwarna putih, titik leleh 112–113 °C, tidak larut dalam air, dan mudah larut dalam etanol dan kloroform (Sari, 2006).

Katalis merupakan sejumlah kecil materi yang ditambahkan kepada suatu reaksi kimia yang berjalan sangat lambat dengan tujuan agar reaksi tersebut dapat berjalan lebih cepat. Katalis menurunkan energi aktivasi yang menyebabkan laju reaksi semakin cepat. Katalis meningkatkan selektivitas dan aktivitas. Katalis yang digunakan pada penelitian ini merupakan katalis heterogen dan berbentuk *powder*. Penggunaan katalis heterogen dikarenakan katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan, antara lain mudah dipisahkan dari reaktan, proses preparasi dan kontrol katalis yang mudah, dan kualitas produk yang dihasilkan pun baik (Triyono, 2002). Menurut Widjajanti (2005), katalis tidak mempengaruhi jumlah dan jenis produk yang dihasilkan, karena itu tidak memberikan energi ke dalam sistem, tetapi katalis akan memberikan mekanisme reaksi alternatif dengan energi pengaktifan yang lebih rendah dibandingkan dengan reaksi tanpa katalis, sehingga adanya katalis akan meningkatkan laju reaksi. Entalpi reaksi kedua jenis mekanisme tersebut tidaklah berbeda karena keadaan awal dan keadaan akhir reaksi dengan atau tanpa katalis adalah sama.

Keberadaan katalis menyebabkan jumlah tumbukan efektif meningkat. Tentunya, kenaikan jumlah tumbukan efektif memberikan arti bahwa laju reaksi meningkat. Karena katalis tidak berubah secara kimiawi sebelum dan sesudah reaksi, maka katalis tidak tampak sebagai pereaksi maupun hasil reaksi. Namun katalis tetap dituliskan, yaitu di atas tanda panah. Walaupun katalis tidak mengubah keseluruhan stoikiometris, namun katalis ikut terlibat dalam salah satu tahap mekanisme reaksi yang nanti akan dihasilkan kembali dalam kondisi tetap. Pembentukan kembali katalis menyebabkan katalis yang sama dapat digunakan

terus menerus. Oleh karena itu, sejumlah kecil katalis sudah sangat berpengaruh dalam laju reaksi. Katalis Fe^{3+} -zeolit beta memiliki aktivitas dan selektivitas yang baik pada reaksi asetilasi karena memiliki situs aktif yaitu pada ion Fe^{3+} yang dapat bereaksi menjadi ion asetil ketika terjadi reaksi dengan anhidrida asam asetat sama seperti katalis homogen FeCl_3 (Saputri, 2012).

Menurut Saputri *et al.* (2012) katalis Fe^{3+} -zeolit beta memiliki aktivitas yang baik sedangkan ion logam Fe^{3+} yang diimbangkan pada zeolit beta untuk menambah selektivitas katalis berdasarkan urutan logam $\text{Zr}^{4+} > \text{Fe}^{3+} > \text{Al}^{3+} > \text{Ce}^{3+} > \text{Zn}^{2+} > \text{H}^+ > \text{Na}^+$ yang diimbangkan pada monmorilonit (Tateiwa *et al.*, 1997). Selain itu, Fe^{3+} tidak terlalu bahaya dan memiliki harga yang relatif lebih murah dibandingkan Zr^{4+} . Sehingga pada penelitian ini dilakukan siklisasi-asetilasi siklodekstrin menggunakan katalis Fe^{3+} -Zeolit beta. Katalis yang digunakan adalah Fe^{3+} -zeolit beta dengan metode aktivasi zeolit beta, pertukaran ion dengan FeCl_3 0,1 M dan kalsinasi.

Siklodekstrin pertama kali dijelaskan oleh Villiers pada tahun 1891. Siklodekstrin merupakan oligosakarida nonpereduksi produk modifikasi pati dengan struktur kimia berbentuk cincin dan terbentuk melalui proses siklisasi oleh aktivitas CGTase (*Cyclodextrin glycosyltransferase*) (Szejtli, 1988, Schmid, 1989 dan Tankova, 1998).

Pemisahan senyawa kiral telah menjadi pembicaraan besar karena sebagian besar molekul bioorganik adalah kiral. Organisme hidup, misalnya, terdiri dari biomolekul kiral seperti asam amino, gula, protein dan asam nukleat. Karena kiralitas, organisme hidup menunjukkan respon biologis yang

berbedaan antara satu dengan yang lain dari sepasang enantiomer obat-obatan, pestisida, atau senyawa limbah.

Senyawa kiral adalah ketika empat ligan yang berbeda terikat kepada karbon tetravalent, menghasilkan molekul asimetris yang mana atom karbon sebagai pusat asimetrisnya (Fanali, S. 2007).

Siklodekstrin juga efektif dalam pemisahan dua turunan naftalena dengan kromatografi cair kinerja tinggi. Hasil yang diperoleh selektivitas dapat secara signifikan ditingkatkan oleh interaksi antara cincin s-triazine dari ikatan kimia siklodekstrin-silika sebagai fasa diam (Chen., 2005).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas tersebut maka permasalahan yang akan diteliti adalah:

1. Berapakah waktu optimum pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta?
2. Bagaimanakah pengaruh jenis pelarut pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} zeolit beta?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui waktu optimum pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta.
2. Untuk mengetahui pengaruh jenis pelarut yang tepat pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta.

1.4 Manfaat

Mengetahui bagaimana cara pembuatan siklodekstrin terasetilasi. Fungsi dan kegunaan siklodekstrin yang terasetilasi yaitu untuk membantu aplikasi komersial produksi siklodekstrin serta sebagai acuan untuk mengetahui hasil asetilasi siklodekstrin dalam bidang kesehatan, dan farmasi. Selain itu juga untuk Memberi informasi dalam mengetahui pengaruh pelarut dan waktu reaksi dalam asetilasi β -siklodekstrin menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pati

Pati merupakan salah satu sumber kalori yang sangat penting karena sebagian karbohidrat dalam makanan terdapat didalamnya. Pati berwarna putih, berbentuk serbuk bukan kristal yang tidak larut dalam air. Pati terutama banyak terdapat dalam umbi-umbian seperti ubi kayu, ubi jalar, kentang dan pada biji-bijian seperti beras dan gandum. Secara garis besar pati dibedakan menjadi dua yaitu amilosa dan amilopektin (Tjokroadikoesoemo, 1986).

Pati dapat dipisahkan menjadi dua fraksi utama yaitu amilosa dan amilopektin. Berdasarkan kelarutan bila dibubur (tritulasi) dengan air panas: sekitar 20% pati adalah amilosa (larut) dan 80% sisanya ialah amilopektin (tidak larut). Hidrolisis lengkap amilosa menghasilkan D-glukosa sedangkan hidrolisis parsial menghasilkan maltosa dan komponen oligosakarida lainnya. Komponen amilosa adalah polimer linier dari α -D-glukosa yang dihubungkan satu dengan yang lain oleh ikatan α -1,4 (Fessenden, 1990).

Fraksi amilosa dan amilopektin berada dalam granula pati. Kedua fraksi tersebut dapat dipisahkan dalam air panas. Fraksi terlarut disebut amilosa karena banyak mengandung gugus hidroksil dan membentuk lapisan transparan apabila dipanaskan dalam air sedangkan fraksi tidak larut dan cenderung tidak terjadi retrogradasi disebut amilopektin. Perbedaan amilosa dan amilopektin secara umum dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 2.1 Perbedaan amilosa dan amilopektin

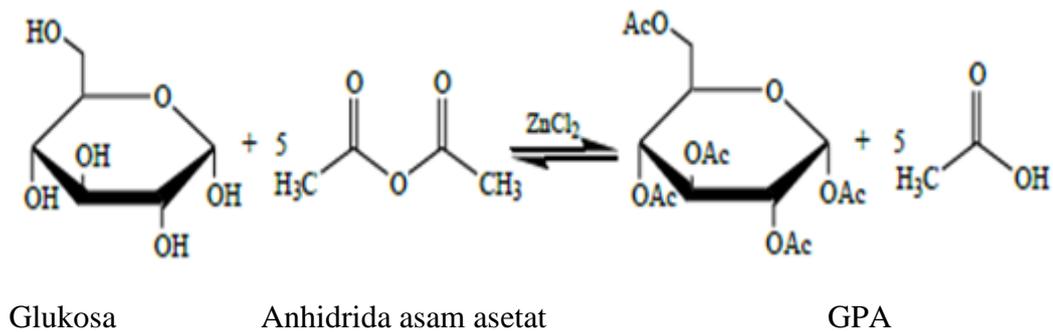
Sifat-sifat	Amilosa	Amilopektin
Struktur	Linier	Bercabang
Kestabilan dalam larutan	Teretrogradasi	Stabil
Derajat Polimerisasi	500-6000	$10^5-3 \times 10^6$
Pembentukan kompleks iodin	Biru 87%	Merah 54%
Hidrolisis β -amilase		

Sumber : Aiyer (2005)

Tapioka merupakan salah satu sumber pati yang potensial. Tapioka mengandung komponen amilopektin yang relatif tinggi yakni 83% (Swinkles, 1985), 76,26% (Laga dan Langkong, 2006). Menurut Hamilton *et al.*, (2000) untuk mengefektifkan reaksi siklisasi pembentukan siklodekstrin dari suatu sumber pati yang banyak mengandung amilopektin dapat dimodifikasi dengan pemotongan rantai cabang menggunakan enzim *debranching*. Enzim *debranching* adalah enzim yang spesifik menghidrolisis ikatan α -1,6 D-glikosidik yang terdapat pada amilopektin, glikogen dan pullulan (Nakamura *et al.*, 1989).

Struktur glukosa umumnya berbentuk kursi siklik dan hanya 0.02% berbentuk rantai lurus. Hal ini dikarenakan karbohidrat memiliki gugus fungsi alkohol dan aldehida atau keton sehingga struktur rantai lurus mudah berkonversi menjadi bentuk struktur kursi siklik atau struktur cincin hemiasetal (Ophardt, 2003).

Struktur cincin hemiasetal dapat terbentuk melalui dua cara yang berbeda, yaitu yang menghasilkan glukosa- α (alfa) dan - β (beta). Secara struktural, glukosa- α dan - β berbeda pada gugus hidroksil yang terikat pada karbon pertama. Bentuk α gugus hidroksilnya berada di bawah hidrogennya (Gambar 1), sedangkan bentuk β gugus hidroksilnya berada di atas hidrogennya.



Gambar 2.1 Reaksi esterifikasi sintesis GPA

Glukosa memiliki gugus-gugus hidroksil sehingga dapat mengalami reaksi esterifikasi, yaitu asetilasi glukosa dengan menggunakan anhidrida asetat. Reaksi tersebut dapat dipercepat dengan kehadiran suatu katalis asam Lewis, misalnya ZnCl_2 . Reaksi esterifikasi sintesis GPA tertera pada Gambar 1. Proses asetilasi bertujuan mensubstitusi gugus hidroksil dari glukosa dengan gugus asetil dari anhidrida asetat sehingga terbentuk glukosa pentaasetat (GPA). Reaksi asetilasi adalah reaksi eksoterm sehingga suhu harus dijaga tetap rendah supaya tidak terjadi karamelisasi glukosa. GPA yang dihasilkan merupakan ester glukosa berupa padatan berwarna putih, titik leleh $112\text{--}113\text{ }^\circ\text{C}$, tidak larut dalam air, dan mudah larut dalam etanol dan kloroform.

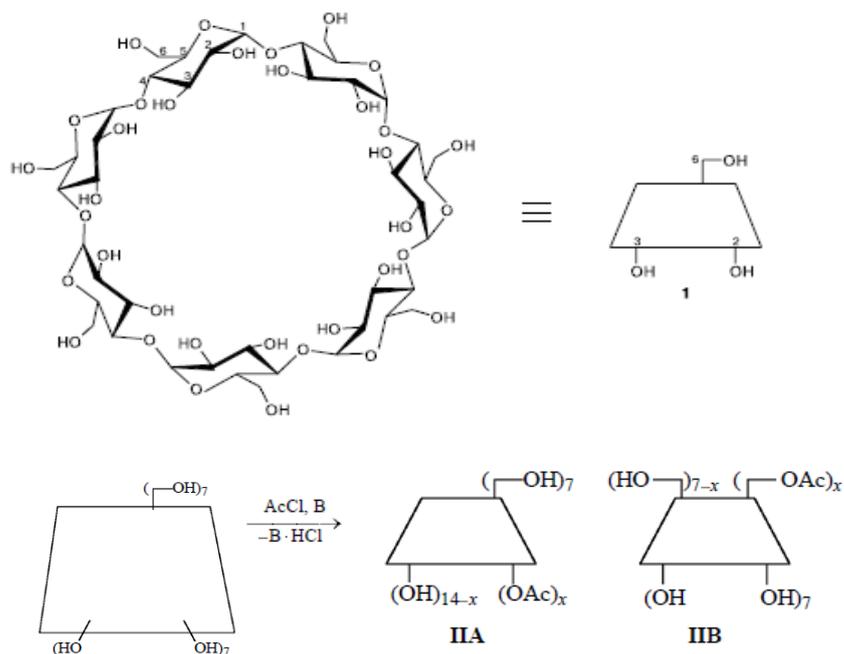
Aktivitas katalis CGTase membentuk siklodekstrin terjadi secara simultan dengan pemotongan rantai molekul pati. Akibatnya komponen substrat tersusun oleh molekul rantai yang lebih pendek seperti maltooligosakarida. Pada kondisi tersebut siklodekstrin dibentuk dari komponen maltooligosakarida sehingga perolehan siklodekstrin terus meningkat walaupun molekul pati dalam substrat telah habis. Aktivitas CGTase membentuk siklodekstrin pada kondisi tersebut menunjukkan aktivitas reaksi asetilasi tetap berlangsung optimal (Laga, 2007).

2.2 Siklodekstrin

Siklodekstrin merupakan oligosakarida berbentuk siklis yang tersusun atas beberapa unit glukosa dengan ikatan α -1,4. Senyawa tersebut dapat dihasilkan dari degradasi pati secara enzimatis dengan menggunakan siklodekstrin glikosil-transferase (CGTase).

Menurut Nassar (1998) menunjukkan efektivitas siklodekstrin untuk memisahkan senyawa kiral dan untuk menunjukkan pengaruh berbagai buffer dan pH terhadap pemisahan senyawa kiral dengan metode elektroforesis kapiler. Hasil penelitian menunjukkan bahwa obat kiral seperti atropin, trolok, methylphenoxalidinone, efedrin dan pseudoefedrin dapat dipisahkan dengan sangat baik dengan menggunakan sulfobutyleter β -siklosekstrin.

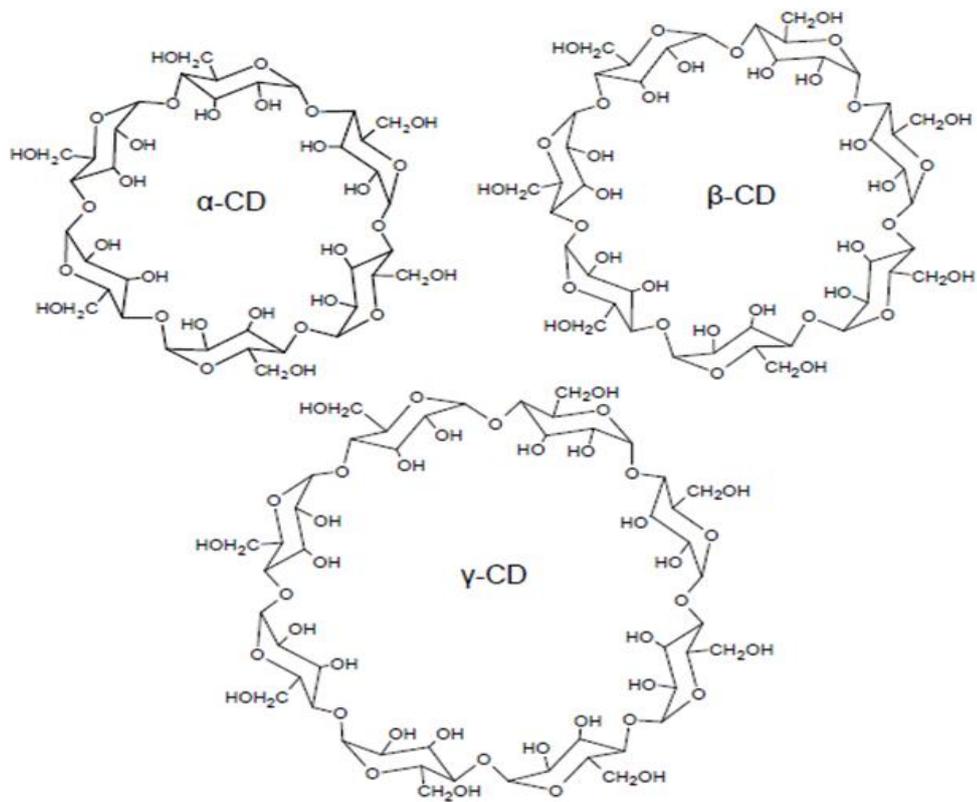
Menurut Koning *et al.* (1998) menunjukkan bahwa banyak senyawa hidroksi yang dapat dipisahkan pada suhu kolom yang rendah dekstrin digunakan di industri untuk memodifikasi aktivitas kimiawi suatu molekul dengan proteksi suatu gugus tertentu, sebagai penstabil emulsi, menutup bau dan rasa dari bahan makanan serta dapat mengurangi kadar kolesterol dan efek toksisitas suatu senyawa.



Gambar 2.2 Reaksi β -siklodekstrin terasetilasi (Sutyagin *et al.*, 2002)

Menurut Chen., (2005), siklodekstrin juga efektif dalam pemisahan dua turunan naftalena dengan kromatografi cair kinerja tinggi. Hasil yang diperoleh selektivitas dapat secara signifikan ditingkatkan oleh interaksi antara cincin s-triazine dari ikatan kimia siklodekstrin-silika sebagai fasa diam.

Berdasarkan jumlah unit glukosanya, siklodekstrin dibagi menjadi tiga bentuk yaitu α -siklodekstrin yang terdiri dari 6 unit glukosa, β -siklodekstrin 7 unit glukosa dan γ -siklodekstrin 8 unit glukosa (Gambar 3). Struktur siklodekstrin berbentuk seperti silinder dengan permukaan luarnya bersifat hidrofilik sedangkan bagian dalam rongganya bersifat non polar. Adanya bentuk tersebut mengakibatkan siklodekstrin dapat digunakan sebagai kompleks penginklusi suatu senyawa (Yunianto *et al.*, 2000).



Gambar 2.3 Struktur α -siklodekstrin, β -siklodekstrin dan γ -siklodekstrin (Yunianto *et al.*, 2000)

2.3 Reaksi asetilasi

Reaksi asetilasi adalah salah satu contoh reaksi yang banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, reaksi ini banyak digunakan baik dalam industri maupun laboratorium. Reaksi yang melibatkan penggantian atom hidrogen dengan radikal atau kation asetil ($CH_3\dot{C}O/CH_3CO^+$).

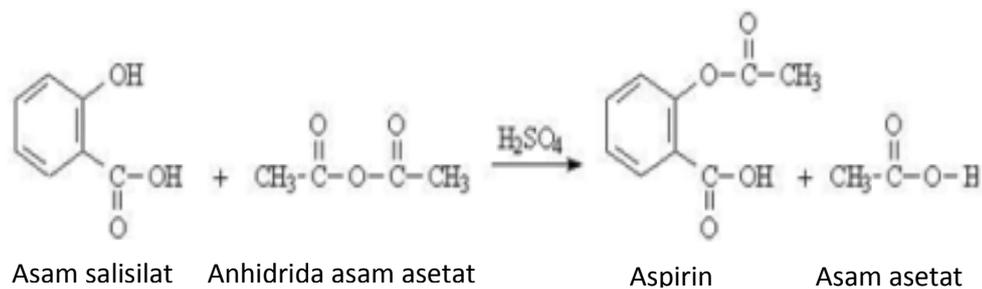
Agen asetilasi yang umum digunakan untuk industri adalah anhidrida asetat karena lebih murah, tidak mudah mengalami korosi, tidak mudah dihidrolisis, dan reaksinya tidak berbahaya. Untuk sintesis reaksi kimia asetilasi digunakan untuk pembuatan siklik poliamida, enol asetat, dan anhidrida dengan rantai yang lebih panjang (Kinantiningsih, 2012).

Asetilasi adalah molekul organik nitrogen, oksigen, atom karbon menjadi reaksi kelompok CH_3CO^+ asetil dan asetil klorida digunakan sebagai agen asetilasi seperti anhidrida asetat. Asetilasi reagen umum digunakan asetil klorida, anhidrida asetat dan asam asetat, yang klorida paling murah dan mudah untuk mendapatkan asam asetat glasial, asetil respon tercepat.

Siklisasi sitronelal dilakukan dengan menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta pada temperatur 29°C dan 80°C . Reaksi siklisasi asetilasi sitronelal menggunakan katalis Fe^{3+} -zeolit beta menghasilkan produk isopulegil asetat (IPA), neo isopulegil asetat (NIPA), dan produk samping lainnya. Yield dari isopulegil asetat (IPA) dan neo isopulegil asetat (NIPA) yang terbentuk semakin meningkat dengan kenaikan waktu reaksi dan temperatur. Peningkatan produk IPA dan NIPA total dipengaruhi oleh kenaikan temperatur, hal ini dapat diketahui dari hasil reaksi pada temperatur 80°C menghasilkan produk yang lebih banyak dibandingkan dengan reaksi pada temperatur 29°C .

Hasil terbaik diperoleh pada temperatur 80°C waktu 9 jam dengan hasil IPA dan NIPA total sebesar 9,54% sedangkan pada temperatur 29°C waktu 9 jam IPA dan NIPA total yang dihasilkan sebesar 3,39%. Reaksi pada temperatur 29°C berjalan sangat lambat sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi siklisasi-asetilasi sitronelal menjadi isopulegil asetat sulit berlangsung pada temperatur tersebut. Hubungan Yield IPA dan NIPA total (%) terhadap waktu reaksi pada reaksi siklisasi-asetilasi sitronelal menjadi isopulegil asetat semakin meningkat. Konversi produk total yang dihasilkan juga semakin meningkat pada temperatur tinggi dengan waktu reaksi yang semakin lama (Indri Saputri, *et al.*, 2012). Pelarut dalam

reaksi asetilasi berperan sebagai reaktan atau perantara untuk membentuk senyawa baru. Selain sebagai pembentuk senyawa baru, penggunaan pelarut dalam reaksi juga sebagai pelarut senyawa β -siklodekstrin agar terbentuk larutan yang homogen.



Gambar 2.4 Reaksi asetilasi pembentukan aspirin

2.4 Zeolit

Hamdan (1992) mengemukakan bahwa zeolit merupakan suatu mineral berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air. Air yang terkandung dalam pori tersebut dapat dilepas dengan pemanasan pada temperatur 300 hingga 400 °C. Pemanasan pada temperatur tersebut air dapat keluar dari pori-pori zeolit, sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan (Sutarti, 1994). Jumlah air yang terkandung dalam zeolit sesuai dengan banyaknya pori atau volume pori. Zeolit banyak ditemukan dalam batuan. Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral AlO_4^{2-} dan SiO_4^{4-} yang saling berhubungan melalui atom O dan di dalam struktur, Si^{4+} dapat diganti dengan Al^{3+} . Ikatan Al-O-Si membentuk struktur kristal sedangkan logam alkali atau alkali tanah merupakan sumber kation yang dapat dipertukarkan (Sutarti, 1994).

Kristal berongga zeolit yang terbentuk oleh jaringan silika alumina tetrahedral tiga dimensi dan mempunyai struktur yang relatif teratur dengan rongga yang di dalamnya terisi oleh logam alkali atau alkali tanah sebagai penyeimbang muatannya. Rongga-rongga tersebut merupakan suatu sistem saluran yang didalamnya terisi oleh molekul air (Ismaryata, 1999).

2.5 Macam-macam zeolit

Berdasarkan asalnya, Zeolit dibagi menjadi 2, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis.

a. Zeolit sintetis

Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintetis. Mineral zeolit sintetis yang dibuat tidak dapat sama persis dengan mineral zeolit alam, walaupun zeolit sintetis mempunyai sifat fisis yang jauh lebih baik. Beberapa penamaan zeolit sintetis sama dengan nama zeolit alam dengan menambahkan kata sintetis dibelakangnya sehingga dalam dunia perdagangan muncul nama zeolit sintetis seperti zeolit A, zeolit K-C, dll (Saputra, 2006).

b. Zeolit sebagai katalis

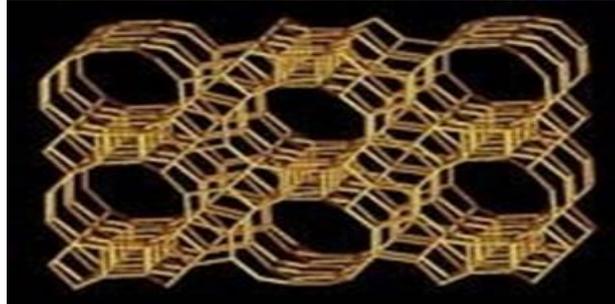
Zeolit merupakan katalis yang sangat berguna yang menunjukkan beberapa sifat penting yang tidak ditemukan pada katalis amorf tradisional. Katalis amorf hampir selalu dibuat dalam bentuk serbuk untuk memberikan luas permukaan yang besar sehingga jumlah sisi katalitik semakin besar. Keberadaan rongga pada zeolit memberikan luas permukaan internal yang sangat luas

sehingga dapat menampung 100 kali molekul lebih banyak daripada katalis amorf dengan jumlah yang sama.

c. Zeolit Beta

Salah satu contoh zeolit sintesis adalah zeolit beta. Struktur dari zeolit beta baru ditentukan akhir-akhir ini karena strukturnya yang sangat kompleks. Beta zeolit terdiri dari 2 struktur yang tumbuh berbeda disebut dengan polimorf A dan B. Polimorf tersebut tumbuh sebagai lapisan 2 dimensi dan lapisan tersebut berubah secara acak antara keduanya. Kedua polimorf tersebut mempunyai jaringan 3 dimensi dari poros 12 cincin. Pertumbuhan dari polimorf tidak berpengaruh besar terhadap pori-pori struktur 2 dimensinya, tapi pada arah tertentu porosnya menjadi berliku-liku tapi bukan terintangi (Kamimura *et al.*, 2011). Zeolit beta pada umumnya memiliki keasaman tinggi dan berpotensi aktif sebagai heterogen katalis dalam asilasi Friedel-Crafts senyawa aromatik. Zeolit beta dengan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 30$ (H-Si-30) dan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 60$ (H-Si-60) telah disintesis menggunakan abu sekam padi melalui metode hidrotermal. Zeolit beta kemudian dimodifikasi menjadi bentuk hidrogen sebagai zeolit H-beta, menggunakan metode pertukaran ion dengan amonium nitrat (Jayakumar and Kuppuchamy, 2007).

Zeolit merupakan kristal yang mudah dibuat dalam jumlah besar mengingat zeolit tidak menunjukkan aktivitas katalitik yang bervariasi seperti pada katalis amorf. Sifat penyaring molekul dari zeolit dapat mengontrol molekul yang masuk atau keluar dari situs aktif. Karena adanya pengontrolan seperti ini maka zeolit disebut sebagai katalis selektif bentuk.



Gambar 2.5 Struktur Pori Zeolit Beta (Anshori, 2009)

Zeolit sintetis memiliki sifat yang lebih baik dibanding dengan zeolitealam.

2.6 Sifat-sifat Zeolit

Zeolit memiliki beberapa sifat diantaranya:

1. Dehidrasi

Dehidrasi adalah proses yang bertujuan untuk melepaskan molekul-molekul air dari kisi kristal sehingga terbentuk suatu rongga dengan permukaan yang lebih besar dan tidak lagi terlindungi oleh sesuatu yang berpengaruh terhadap proses. Dehidrasi molekul air terjadi karena proses pemanasan sampai 350°C sehingga memungkinkan adsorpsi reversibel molekul-molekul yang lebih kecil dari garis tegak saluran.

2. Adsorpsi

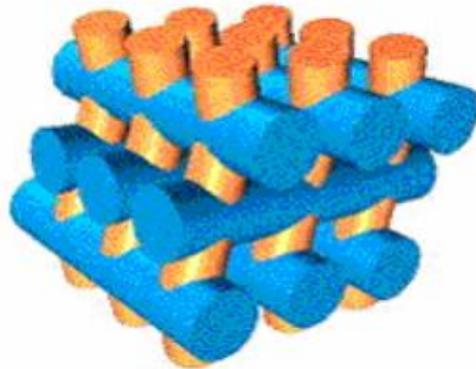
Dehidrasi menyebabkan zeolit mempunyai struktur pori yang sangat terbuka, dan mempunyai luas permukaan internal yang luas sehingga mampu mengadsorpsi sejumlah besar substansi selain air dan mampu memisahkan molekul zat berdasarkan ukuran molekul dan kepolarannya.

Dalam metode pertukaran ion, komponen logam dimasukkan ke dalam bahan pendukung dengan menggunakan senyawa kation kompleks. Sifat sebagai

penukar ion dari zeolit antara lain bergantung kepada suhu dan jenis kation. Penukaran kation dapat menyebabkan perubahan beberapa sifat zeolit seperti stabilitas terhadap panas, sifat adsorpsi dan aktivitas katalitis.

3. Katalisator

Sifat zeolit sebagai katalis didasarkan pada beberapa karakteristik materi seperti struktur zeolit, komposisi zeolit, keasaman zeolit, dan kelayakan sebagai pengemban. Struktur dari zeolit beta baru ditentukan akhir-akhir ini karena strukturnya yang sangat kompleks dan zeolit ini tidak terlalu menarik sampai menjadi penting untuk beberapa operasi *dewaxing*. Zeolit beta terdiri dari 2 struktur yang tumbuh berbeda disebut dengan polimorf A dan B. Polimorf tersebut tumbuh sebagai lapisan 2 dimensi dan lapisan tersebut berubah secara acak antara keduanya. Kedua polimorf tersebut mempunyai jaringan 3 dimensi dari poros 12 cincin. Pertumbuhan dari polimorf tidak berpengaruh besar terhadap pori-pori struktur 2 dimensinya, tapi pada arah tertentu, porosnya menjadi berliku-liku, tapi bukan terintangi (Bhatia, 1990). Susunan saluran struktur pori zeolit beta ditunjukkan pada Gambar 2.5. Zeolit beta tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai pengemban karena memiliki stabilitas pemanasan yang tinggi, porositas yang baik dan luas permukaan yang besar (Ningrum, 2009).



Gambar 2.6 Susunan saluran struktur pori Zeolit beta (Bárcia *et al.*, 2005)

Zeolit sintesis memiliki sifat yang lebih baik dibanding dengan zeolit alam.

Perbedaan terbesar antara zeolit sintesis dengan zeolit alam adalah:

1. Zeolit sintesis dibuat dengan bahan kimia dan bahan-bahan alam yang kemudian diproses dari tubuh bijih alam
2. Zeolit sintesis memiliki perbandingan silica dan alumina yaitu 1:1 sedangkan pada zeolit alam hingga 5:1
3. Zeolit alam tidak terpisah dalam lingkungan asam seperti halnya zeolit sintesis (Saputra, 2006).

2.7 Ion Besi III (Fe^{3+})

Senyawa koordinasi adalah salah satu senyawa yang memegang peranan penting dalam kehidupan manusia. Senyawa ini terbentuk karena adanya ikatan antara ligan yang berperan sebagai donor pasangan elektron (basa Lewis) dengan ion pusat (logam) yang berperan sebagai akseptor pasangan elektron (asam Lewis). Dewasa ini perkembangan ilmu senyawa koordinasi semakin pesat. Ion logam Fe^{3+} yang diimbangkan pada zeolit beta. Zeolit beta tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai pengemban karena memiliki stabilitas

pemanasan yang tinggi, porositas yang baik dan luas permukaan yang besar (Ningrum, 2009). Selain itu ion logam Fe^{3+} dipilih sebagai bahan aktif katalis karena berkaitan dengan belum penuhnya elektron pada orbital d sehingga dapat mempromosikan reaksi katalisis.

Kajian dan penelitian tentang sintesis senyawa koordinasi juga semakin beragam. Salah satunya adalah penelitian tentang senyawa kompleks sebagai katalis. Dari beberapa penelitian telah dilaporkan bahwa senyawa kompleks besi memiliki peranan penting pada proses katalitik, yaitu sebagai active site katalis (Bauer *et al.*, 2008). Besi(III)-trifluoroasetat merupakan katalis dan baik digunakan pada reaksi diasetilasi aldehyd dan tioasetilasi senyawa karbonil (Adibi *et al.*, 2008).

Katalis Fe^{3+} -zeolit beta memiliki aktivitas dan selektivitas yang baik pada reaksi siklisasi-asetilasi siklodekstrin karena memiliki situs aktif yaitu pada ion Fe^{3+} yang dapat bereaksi menjadi ion asetil ketika bereaksi dengan anhidrida asam asetat sama seperti katalis homogen FeCl_3 .

Senyawa kompleks besimonoethanolamine dengan support silika baik digunakan sebagai katalis pada reaksi adisi 1-oktena, dimana semakin banyak kandungan besi pada senyawa kompleks akan meningkatkan aktivitas katalitiknya (Smirnov *et al.*, 2007).

Silika yang diimpregnasi dengan senyawa kompleks seperti reaksi dibawah ini :



Memiliki daya katalitik yang lebih baik pada reaksi pembentukan siklopropana, atau aziridine dari senyawa diazo, olefin dibandingkan silika yang tidak diimpregnasi dengan senyawa kompleks (Redlich *et al.*, 2000).

Senyawa kompleks yang bisa dijadikan sebagai katalis harus memiliki sifat yang stabil. Salah satu senyawa kompleks yang sangat stabil adalah senyawa kompleks yang membentuk khelat. Salah satu senyawa kompleks yang memiliki tingkat kestabilan tinggi adalah senyawa kompleks besi(III)-EDTA yang memiliki $K_{stab} = 25,1$ (Svenson *et al.*, 1989) Oleh karena itu pada penelitian ini disintesis dan dikarakterisasi senyawa kompleks besi(III)-EDTA sehingga nantinya bisa dimanfaatkan sebagai katalis. Selain murah dan mudah didapat, ion besi (III) memungkinkan untuk membentuk senyawa oktahedral jika berikatan dengan ligan EDTA. Sistem oktahedral senyawa koordinasi dari logam besi(III) ini mudah untuk dipelajari dan dikaji karakteristiknya.

Ion logam Fe^{3+} yang diimbangkan pada zeolit beta untuk menambah selektifitas katalis. Dalam penelitian ini akan dipreparasi katalis dari ion logam Fe^{3+} yang diimbangkan pada zeolit beta. Zeolit beta tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai pengemban karena memiliki stabilitas pemanasan yang tinggi, porositas yang baik dan luas permukaan yang besar (Ningrum, 2009). Selain itu ion logam Fe^{3+} dipilih sebagai bahan aktif katalis karena berkaitan dengan belum penuhnya elektron pada orbital d sehingga dapat mempromosikan reaksi katalisis.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Sedangkan identifikasi dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang dan Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang dapat dilihat pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah waktu reaksi yakni : 6 jam, 12 jam dan 18 jam, 36 jam, pelarut yang digunakan (i) DMF (ii) piridin.

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin menggunakan katalis Fe^{3+} -Zeolit beta.

3.2.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol adalah variabel yang dikendalikan agar memberikan pengaruh yang minimal variabel yang dikendalikan yaitu temperatur 20°C dan reaktor atau gas N_2 .

3.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Magnetik stirrer, *beakerglass* 200 mL, 50 mL (*Pyrex*), pipet volume 25 mL (*Pyrex*), labu leher tiga (*Pyrex*), oven (*Memmert*), *furnace (Barnstead Thermolyne)*, fluoresensi sinar-X (*XRF JEOL Element Analyzer JSX-3211*), *Spectrofotometer Pelkin Elmer series frontier FTIR* dan *Nuclear Magnetic Resonance (¹H-NMR jeol ecs-400. Frekuensi 400MHz)*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi β -siklodekstrin konsentrasi $\geq 97\%$ SIGMA-ALDRICH, dimetilformamid (DMF) konsentrasi $\geq 99,8\%$ MERCK, piridin MERCK, gas argon /gas N₂, aseton konsentrasi 98,8 % MERCK, anhidrida asam asetat konsentrasi $\geq 98,5\%$ MERCK, katalis Fe³⁺-Zeolit beta, aquades.

3.4 Metode

3.4.1 Reaksi Asetilasi β -siklodekstrin

Timbang 1 gram katalis Fe³⁺-Zeolit beta, kemudian dikalsinasi dengan suhu 500°C selama 3 jam. Katalis Fe³⁺-Zeolit beta yang sudah dikalsinasi kemudian dimasukkan kedalam labu leher tiga dan ditambah anhidrida asam asetat 2 mL dan diaduk sampai homogen selama 15 menit dan dialiri dengan gas nitrogen. Hasil campuran ini ditambah 1 gram β -siklodekstrin dalam larutan DMF 40 mL. Kemudian diaduk dengan variasi waktu selama 6, 12, 18 dan 36 jam sampai homogen dengan temperatur 20°C. Hasilnya akan terbentuk siklodekstrin yang sudah terasetilasi, setelah itu disaring diambil filtrat dan diuapkan sampai setengah volume dari yang dihasilkan. kemudian ditambah 20 mL aseton untuk menghasilkan endapan putih yang halus, disaring diambil padatan dan akhirnya

terbentuk padatan putih. Untuk reaksi yang kedua cara kerjanya sama yaitu reaksi asetilasi hanya beda jenis pelarut menggunakan piridin. Selanjutnya dianalisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$ Spektroskopi magnetik nuklir, analisis ini untuk memberikan sedikit perbedaan lingkungan elektronik dari satu proton ke proton yang lainnya. Proton-proton dilindungi oleh elektron-elektron yang mengelilinginya. Didalam medan magnet, perputaran elektron-elektron valensi dari proton menghasilkan medan magnet yang melawan medan magnet yang digunakan yang mengenainya dan bahwa besarnya perlindungan ini tergantung pada kerapatan elektron yang mengelilinginya. Makin besar kerapatan elektron yang mengelilingi inti, maka makin besar pula medan yang dihasilkan yang melawan medan yang digunakan. Identifikasi dengan $^1\text{H-NMR}$ digunakan untuk mengetahui adanya pergeseran dari proton-proton hidrogen yang ada pada senyawa β -siklodekstrin. $^1\text{H-NMR}$ digunakan untuk menentukan struktur dari komponen alami dan sintetis yang baru, kemurnian dari komponen, dan arah reaksi kimia sebagaimana hubungan komponen dalam larutan yang dapat mengalami reaksi kimia.

Sedangkan analisis FTIR Untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa β -siklodekstrin. Pada senyawa β -siklodekstrin terdapat gugus fungsi antara lain $-\text{OH}$, C-O , dan C-Oeter . Setelah dilakukan proses reaksi asetilasi β -siklodekstrin bahwa dari hasil asetilasi ada penambahan pada gugus fungsi yaitu $-\text{OH}$, C=O , C-O dan C-Oeter . Pada analisis menggunakan FTIR ditunjukkan bahwa terjadi reaksi asetilasi dengan munculnya gugus fungsi C=O pada senyawa β -siklodekstrin terasetilasi.

BAB V

PENUTUP

5.1 Simpulan

1. Reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat berkatalis Fe^{3+} -zeolit beta dengan variasi waktu yakni 6 jam, 12 jam, 18 jam dan 36 jam menunjukkan bahwa waktu 36 jam merupakan waktu optimum dari penelitian ini. Karena munculnya intensitas yang lebih besar pada gugus fungsi C=O pada senyawa β -siklodekstrin terasetilasi.
2. Dari hasil reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat berkatalis Fe^{3+} -zeolit beta diperoleh hasil terbaik yaitu menggunakan pelarut DMF dibandingkan pelarut piridin. Hal ini dikarenakan pelarut piridin mempunyai sifat mudah menguap. Selain itu adanya katalis Fe^{3+} -zeolit beta ini salah satu faktor yang mendukung terbentuknya hasil reaksi asetilasi.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan disarankan hal-hal sebagai berikut:

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui kondisi yang cocok pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat baik volume pereaksi, pelarut dan waktu reaksi serta untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas pada reaksi asetilasi β -siklodekstrin.

DAFTAR PUSTAKA

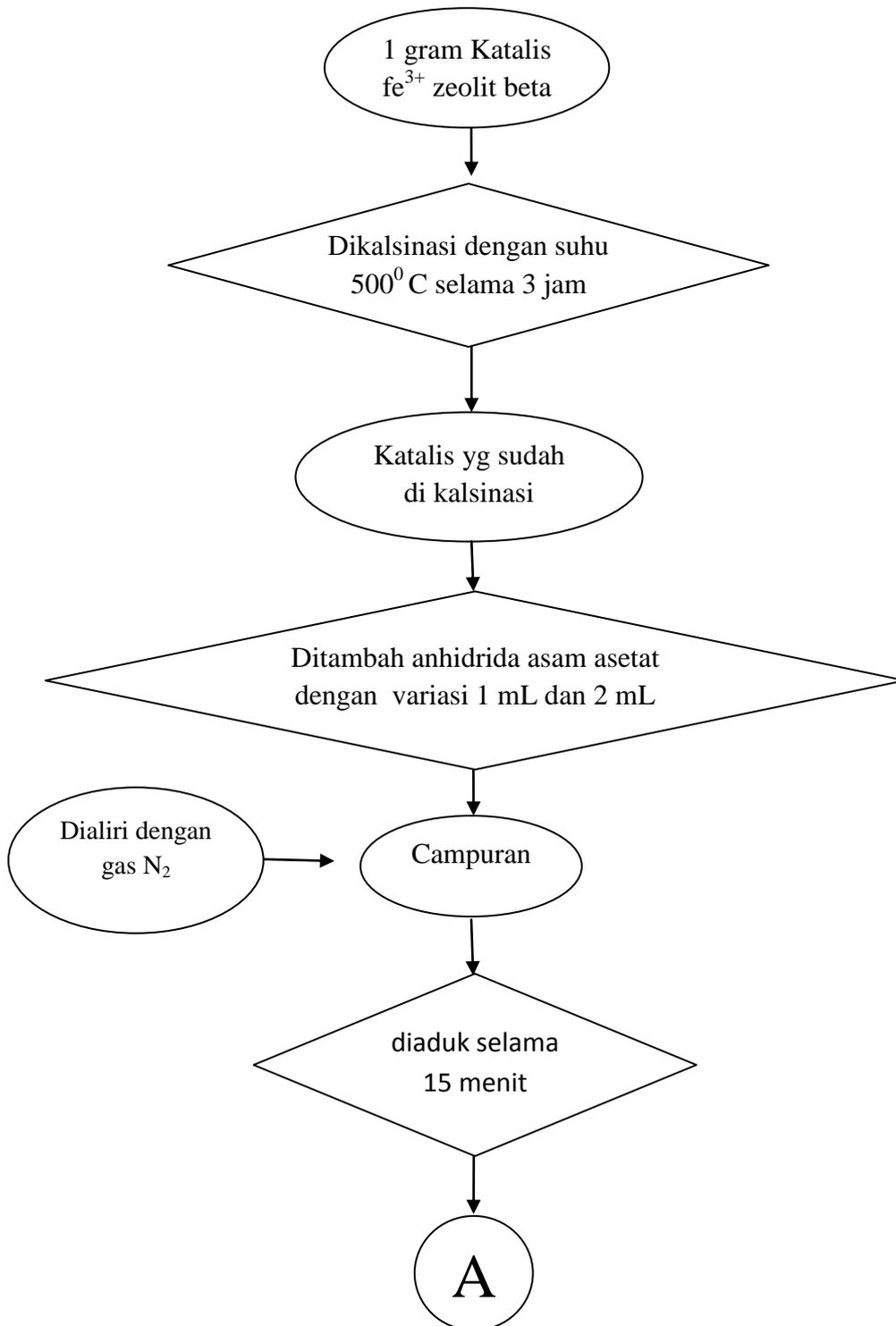
- Adibi, H., Samimi, H.A., and Iranpoor, N., 2008, Iron (III) trifluoroacetate: Chemoselective and Recyclable Lewis Acid Catalyst for Diacetylation of Aldehydes, Thioacetalization and Transthioacetalization of Carbonyl Compounds and Aerobic Coupling of Thiols, *Chinese Journal of Chemistry*, Vol.2 (6): 2086-2092.
- Aiyer., 2015, Sintesis Ester Glukosa Stearat melalui Reaksi Interesterifikasi dengan Metode Bebas Pelarut. *Skripsi*. IPB Institut Pertanian Bogor.
- Bárcia, P. S., Silva, J. A. C. and Rodrigues, A. E., 2005, Adsorption Equilibrium and Kinetics of Branched Hexane Isomers in Pellets of Beta Zeolite, *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol.7 (9) :145-163.
- Bauer, I., and Knölker, H.J., 2008, Iron Complexes in Organic Chemistry, Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Chen, C-Y., 2005, Use of Chemically Bonded Cyclodextrin Silica Stationary Phase for Liquid Chromatographic Separation of Structural Isomer, *Journal of the Chinese Chemical Society*, Vol. 5 (2) :753-758.
- Fanali, S., 2007, Enantioselective Determination by capillary Electrophoresis with Cyclodextrins as Chiral Selectors, *Journal of Chromatography A* : Italy.
- Fessenden, R. J., and Fessenden, J. S., 1990, *Organic Chemistry Third Edition*, (Penerjemah Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Jilid 2, Edisi ketiga, Jakarta : Penerbit Erlangga.
- Hashimoto, H., 1988, Application of Cyclodextrin. The amylase research society of Japan (ed). *Handbook of amylases and related enzyme*, Oxford Pergamon Press : 235-237
- Hamilton L. M., Kelly, C. T., and Fogarty, W. M., 2000, Review: Cyclodextrin and their interaction with amylolytic enzymes, *Journal Enzymes and Microbial Technol*, Vol. 2 (6), 561-567.
- Hamdan, H., 1992, *Introduction to Zeolites Synthesis Characterization and Modification*, Penang : University Teknologi Malaysia.
- Ismaryata, 1999, The Study of Acidic Washing Temperature and Calcination Effects on Modification Process of Natural Zeolite as an Anion Exchanger, *Laporan Penelitian*, Semarang: UNDIP.
- Jayakumar and Kuppuchamy., 2007, Friedel-Crafts Acylation of 2-methoxynaphthalene with Acetyl Chloride using Zeolite H-Beta, Universitas Teknologi Malaysia.

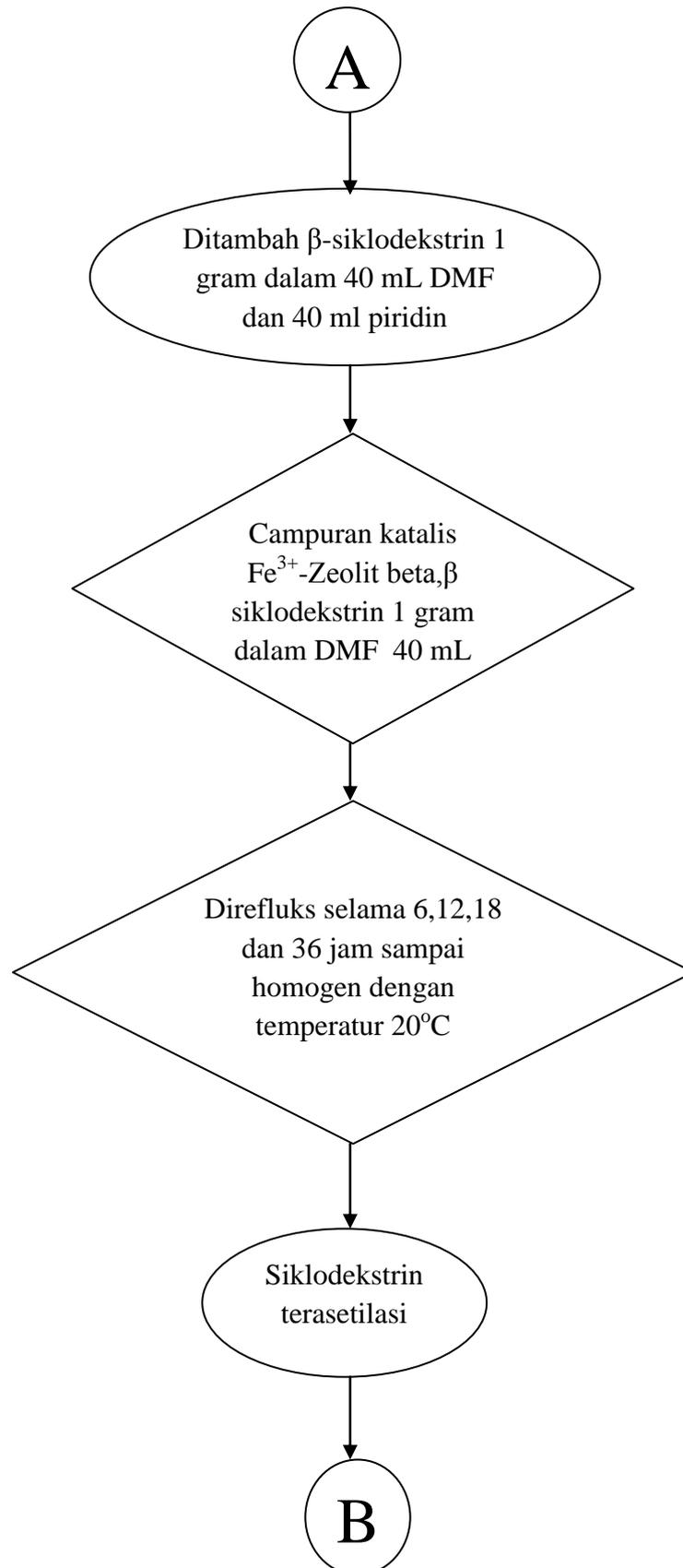
- Kamimura, Y., 2011, Crystallization Behavior of Zeolit Beta in OSDA-free, Seed-Assisted Synthesis, *Journal Physics Chemistry* Vol. 115, 744-750
- Kinantiningsih, 2012, Reaksi Siklisasi- Asetilasi Sitronelal Menjadi Isopulegil Asetat Dengan Katalis Zr^{4+} -Zeolit Beta. *Skripsi S-1*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Koning W. A., Lutz., S., Hagen, M. and Krebber, R., 1998, Cyclodextrins as Chiral Stationary Phases in Capillary Gas Chromatography. *Journal of High Resolution Chromatography*. Vol. 12:35-39.
- Kuang, D, Obaje O. J, and Ali, A. M. 2000, Synthesis and characterization of acetylated glucose fatty esters from palm and palm kernel oil fatty methyl esters, *J Oil Palm Res* 12 (2) : 14–19.
- Laga A. and J. Langkong. 2006, *Study of Enzymatic Dextrin Production By Using Tapioca*, Proceeding of Research and Studies II, Research Grant II, Technological and Profesional Skill Development Sector Project. Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Depdiknas. ISBN 979-99182-6-X., 38-51.
- Laga A. 2007, Pembentukan Siklodekstrin dengan Perubahan Suhu Awal dan Penambahan Etanol. Vol. 13 No. (1) 1-9.
- Nakamura N., Sashihara, N, Nagayama, H., and Horikoshi, K. 1989, *Characterization of Pullulanase and α -amylase Activities of a Thermus sp AMD33*. Die Starke. 41: 112-117.
- Nakamura, N., and Horikoshi, K. 1976. *Characterization and some cultural conditions of cyclodextrin glycosyl transferase-producing alkalophilic Bacillus species Agric.Biul.Chem*. Vol. 40 : 753-757
- Nassar, A.E. F. 1998, Optimizing a Method for Separating Chiral Compounds by Capillary Electrophoresis, *Journal of Chromatographic Science*, Vol. 36, January 1998 : 19-22.
- Ophardt, C. E. 2003, Virtual chembook, [terhubung berkala]. <http://www.elmhurst.edu> 24 Mar 2005.
- Reactions. http://www.organicdivision.org/ama/orig/Fellowship/2008_2009_Awardees/Essays/Michaelis.pdf 1 Juni 2010.
- Redlich, M., Mahmood, J. S., Mayer, M.F., and Hossain, M. M 2000, Silica Supported Catalysis: A Practical use of an Iron Lewis Acid, *Synthetic Communications*, Vol. 30, hal. 1401-1411.
- Saputra, R. 2006, Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. <http://www.warmada.staff.ugm.ac.id/articles/rodhie-zeolit>. 3 maret 2013.

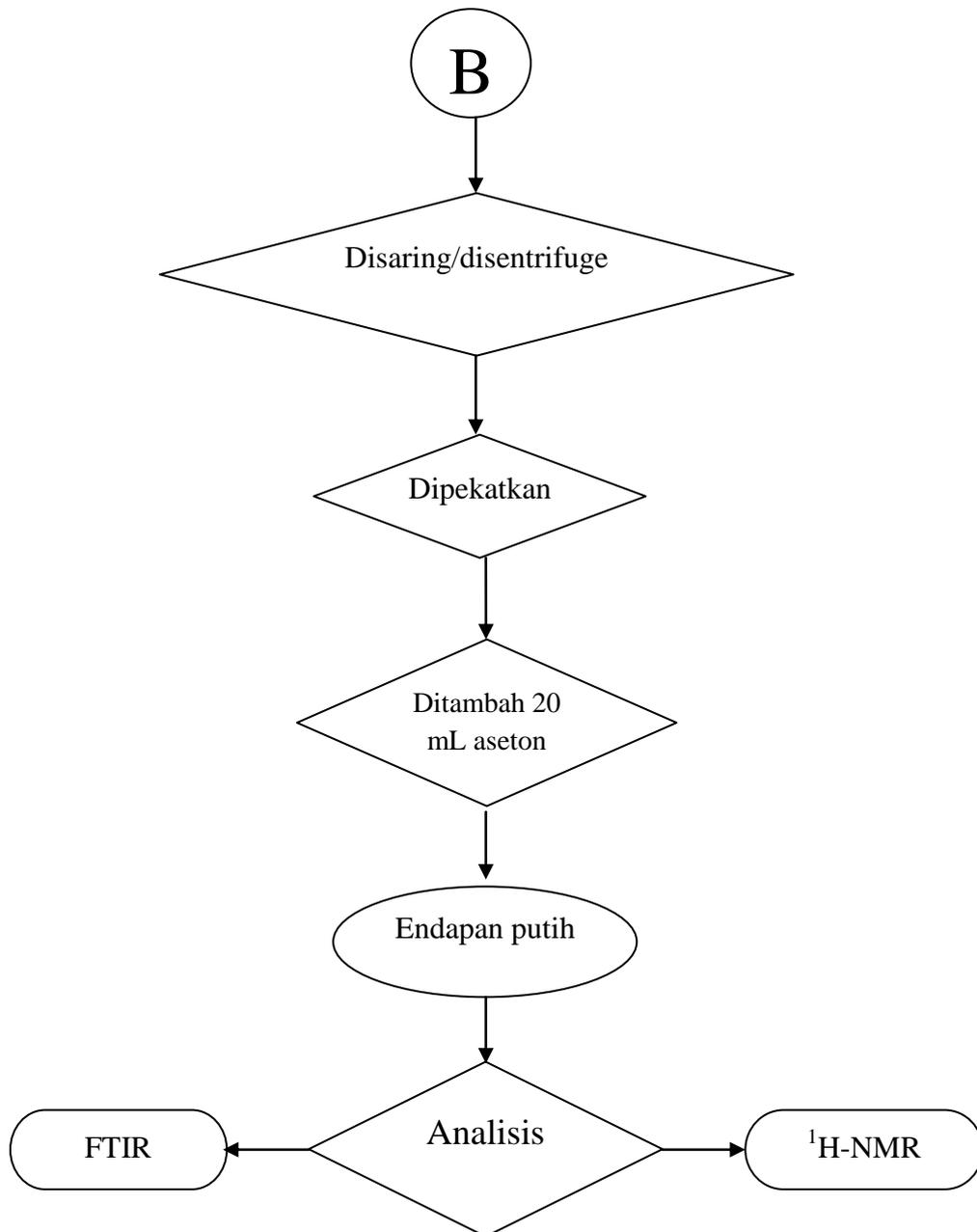
- Saputri, I., Cahyono, E, and Kusumo, E., 2012, Siklisasi-Asetilasi Sitronelal menjadi Isopulegil Asetat, *Skripsi S-1*, Semarang: FMIPA UNNES.
- Sari, I. 2006, intesis Ester Glukosa Stearat melalui Reaksi Interesterifikasi dengan Metode Bebas Pelarut. *Skripsi*. IPB Institut Pertanian Bogor.
- Sjetli, J. 1988, *Cyclodextrin Technology*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.
- Smirnov, V. V., Tarkhanova, I. G., and Tsvetkov, D.S., 2007, Heterogeneous iron-containing catalysts for the reaction of CCl_4 addition to a multiple bond *Kinetics and Catalysis*, Vol. 48, No. 2, hal. 271-275
- Sutyagin, A. A., Glazyrin, Kurochkina, Grachev., and Nifant'ev., 2002, Regioselective Acetylation of β -Cyclodextrin, *Russian Journal of General Chemistry* Vol. 72, No. 1. 147-150.
- Sutarti, M. and Rachmawati, M. 1994, Zeolit: Tinjauan Literatur, Jakarta: Pusat dokumentasi dan dan Informasi LIPI.
- Svenson, A., Kaj, L., and Björndal, H. 1989, Aqueous Photolysis of Iron(III) complexes of NTA, EDTA and DTPA, *Chemosphere*, Vol. 18, No. 9 hal. 1805-1808.
- Swinkels J.J.M., 1985, *Source of Starch its chemistry and physics. Di dalam GMA van Beynum and J,A Roels (eds). Starch conversion tchnology*. Marcel Dekker. Inc New York
- Tankova, A., 1998, Bacterial Cyclodextrin Glucanotransferase, *Journal Enzim and Microbial Techno*. Vol. 22, 678-686.
- Tjokroadikoesoemo, and Soebiyanto., P., 1986, HFS dan industri ubi kayulainnya, Gramedia Pustaka utama, jakarta.
- Triyono, 2002, *Kimia Katalis*, Yogyakarta: FMIPA UGM
- Wahyuni, E., 2004, Pemanasan Gelombang Mikro Dalam Reaksi Asetilasi Anilin dan Turunannya Di atas Alumina. *Laporan Penelitian*. Bogor: Departemen FMIPA UGM
- Widjajanti, E., 2005, *Pengaruh Katalisator Terhadap Laju Reaksi*, Yogyakarta: FMIPA UGM
- Wikipedia, 2005, Glucose, <http://en.wikipedia>, org 7 Des 2005.
- Whistler, R. L., Beniiler., Paschall., 1984, *Starch: Chemistry and Technology* (2nd edition). *Acadenlic Press. Inc*. New York.

Yunianto, P., 2000, Pengaruh pH dan Suhu Terhadap Produksi β -Siklodekstrin Glikosiltransferase (b-Cgt-Ase) Oleh *Bacillus* Sp. Bk-1. *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* 2000, Vol. 2, No. 2 hal. 27-31. /HUMAS-BPP

Lampiran 1

Skema kerja asetilasi β -siklodekstrin





Lampiran 2



Lampiran 3

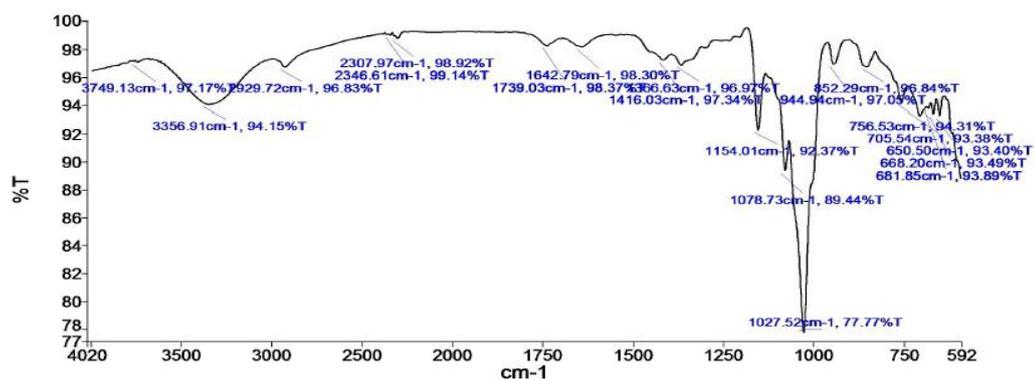
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, May 02, 2014 3:12 PM

Sample Details

Sample Name Dani-murti
Sample Description Sample b-Siklo dex awal By kanghuda Date Friday, May 02 2014
Analyst Nuril Huda, S.Si
Creation Date 5/2/2014 2:57:58 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

SpectrumGambar 4.1 Hasil IR β -siklodekstrin murniTabel 4.1 Hasil analisis IR β -siklodekstrin murni

No	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
1	-OH	3356.91
2	C=O	1642,79
3	C-O	1154.01
4	C-O	1027.52

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3749.13	97.17	-3	3760.98	3686.27	3760.98	3686.27
2	3356.91	94.15	-1075.13	3686.27	2999.36	3686.27	2999.36
3	2929.72	96.83	-46.61	2999.36	2377.68	2999.36	2377.68
4	2346.61	99.14	-3.72	2377.68	2336.74	2377.68	2336.74
5	2307.97	98.92	-9.38	2336.74	1969.2	2336.74	1969.2
6	1739.03	98.37	-4.19	1969.2	1694.99	1969.2	1694.99
7	1642.79	98.3	-39.92	1694.99	1561.4	1694.99	1561.4

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1416.03	97.34	-1.29	1561.4	1394.61	1561.4	1394.61
9	1366.63	96.97	-90.74	1394.61	1185.55	1394.61	1185.55
10	1154.01	92.37	-101.01	1185.55	1133.61	1185.55	1133.61
11	1078.73	89.44	-8.09	1133.61	1068.24	1133.61	1068.24
12	1027.52	77.77	-664.7	1068.24	961.39	1068.24	961.39
13	944.94	97.05	-37.3	961.39	901.5	961.39	901.5
14	852.29	96.84	-46.52	901.5	829.18	901.5	829.18
15	756.53	94.31	-49.5	829.18	736.95	829.18	736.95
16	705.54	93.38	-25.68	736.95	686.88	736.95	686.88
17	681.85	93.89	-1.4	686.88	675.24	686.88	675.24
18	668.2	93.49	-6.54	675.24	660.49	675.24	660.49
19	650.5	93.4	-11.13	660.49	637.36	660.49	637.36
20	591.85	88.9	-579.04	637.36	578.09	637.36	578.09

21	568.65	41.28	-1718.37	578.09	553.67	578.09	553.67
22	544.64	18.35	-577.52	553.67	540.73	553.67	540.73
23	536.43	16	-498.85	540.73	528.96	540.73	528.96
24	520.76	10.17	-36770	528.96	508.6	528.96	508.6
25	492.53	148.01	-38827.86	508.6	483.97	508.6	483.97
26	476.91	141.6	-436.44	483.97	474.53	483.97	474.53
27	464.41	9.57	-4616.03	474.53	455.62	474.53	455.62
28	447.92	50.87	-3726.96	455.62	437.59	455.62	437.59
29	419.37	2.98	-2000.95	437.59	409.4	437.59	409.4

Lampiran 4

Analisis FTIR hasil reaksi β -siklodekstrin dengan pelarut (DMF)

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Wednesday, April 30, 2014 12:52 PM

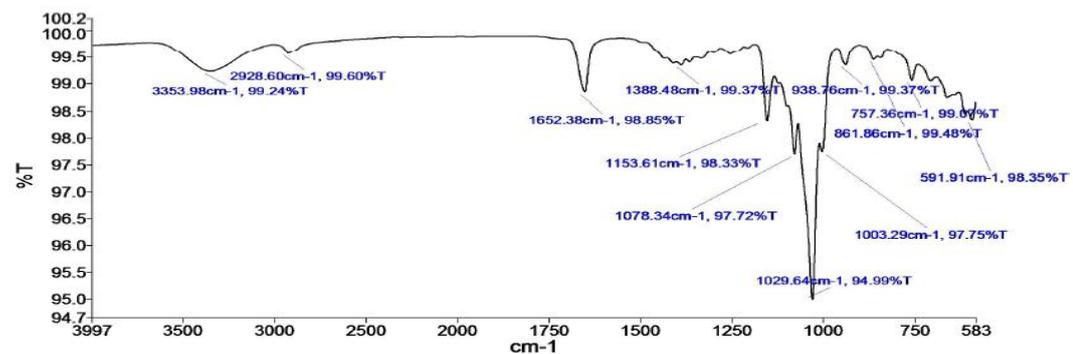
Sample Details

Sample Name B-Siklodekx-Fe-Anhidride_1_1
Sample Description Sample siklodekx-Fe-Anhidride By kanghuda Date Wednesday, April 30 2014
Analyst Nuril Huda, S.Si
Creation Date 4/30/2014 12:45:03 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum



Gambar 4.2 Hasil IR asetilasi β -siklodekstrin 6 jam

Tabel 4.2 Hasil analisis IRasetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat variasi waktu 6 jam

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3353.98	99.24	-136.84	4000	3007.88	4000	3007.88
2	2928.6	99.6	13.41	3007.88	1824.94	3007.88	1824.94
3	1652.38	98.85	-38.22	1824.94	1558.16	1824.94	1558.16
4	1388.48	99.37	-69.34	1558.16	1187.21	1558.16	1187.21
5	1153.61	98.33	-17.73	1187.21	1133.97	1187.21	1133.97
6	1078.34	97.72	-7.47	1133.97	1068.76	1133.97	1068.76
7	1029.64	94.99	-79.79	1068.76	1010.79	1068.76	1010.79

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1003.29	97.75	4.07	1010.79	962.01	1010.79	962.01
9	938.76	99.37	-7.56	962.01	900.78	962.01	900.78
10	861.86	99.48	-7.76	900.78	822.94	900.78	822.94
11	757.36	99.07	-5.44	822.94	739.58	822.94	739.58
12	591.91	98.35	-21.25	739.58	582.39	739.58	582.39
13	576.19	97.95	-32.58	582.39	565.97	582.39	565.97
14	558.8	94.13	-47.48	565.97	552.6	565.97	552.6
15	547.19	96.19	-39.56	552.6	539.96	552.6	539.96
16	533.11	91.37	-73.96	539.96	527.36	539.96	527.36
17	520.16	87.21	-89.51	527.36	512.86	527.36	512.86
18	511.07	98.03	-7.88	512.86	504.93	512.86	504.93

19	499.64	98	-33.99	504.93	493.1	504.93	493.1
20	491.11	103.45	-29.74	493.1	482.49	493.1	482.49
21	458.52	95.48	-35.97	482.49	455.4	482.49	455.4
22	449.24	91.96	-55.59	455.4	442.12	455.4	442.12
23	435.02	86.28	-120.72	442.12	427.89	442.12	427.89
24	417.22	98.74	-72.66	427.89	409.78	427.89	409.78
25	401.99	95.34	-19.39	409.78	400	409.78	400

Lampiran 5

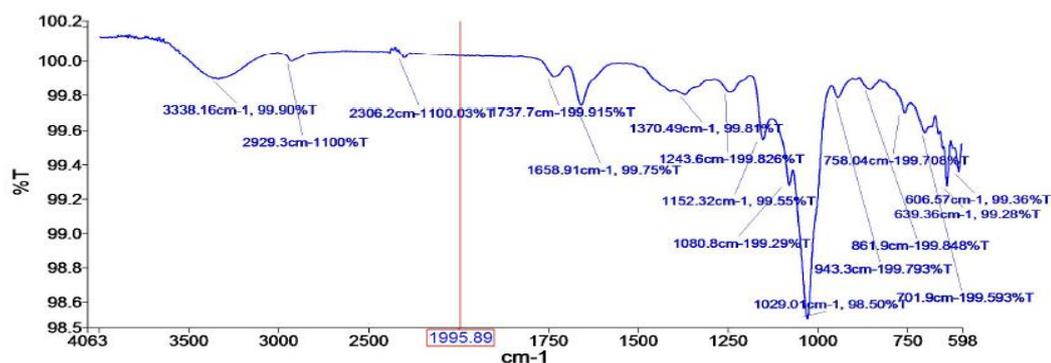
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, May 07, 2014 3:05 PM

Sample Details

Sample Name MURTI-B-Siklodex
 Sample Description Sample B-Siklodex-Anhidride 12 Jam By kanghuda Date Wednesday, May 07 2014
 Analyst Nuril Huda, S.Si
 Creation Date 5/7/2014 2:43:43 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
 Instrument Serial Number 96772
 Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
 Number of Scans 1
 Resolution 4

Spectrum

Gambar 4.3 Hasil analisis IR asetilasi β -siklodekstrin 12 jam

Tabel 4.3 Hasil analisis IR asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat variasi waktu 12 jam

No	Gugus Fungsi	Bilangan gelombang(cm^{-1})
1	-OH	3338.16
2	C=O	1658.91
3	C-O	1152.32
4	C-O	1029.01

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3338.16	99.9	-115.17	4000	2354.64	4000	2354.64
2	1658.91	99.75	-24.74	2354.64	1550.38	2354.64	1550.38
3	1370.49	99.81	-24.26	1550.38	1189.16	1550.38	1189.16
4	1152.32	99.55	-4.26	1189.16	1129.66	1189.16	1129.66
5	1029.01	98.5	-76.4	1129.66	884.32	1129.66	884.32
6	639.36	99.28	2.33	884.32	629.22	884.32	629.22
7	606.57	99.36	-2.15	629.22	597.71	629.22	597.71

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	582.14	98.48	-0.77	597.71	578.66	597.71	578.66
9	566.48	87.36	-164.49	578.66	557.48	578.66	557.48
10	550.92	93.96	-35.9	557.48	546.24	557.48	546.24
11	538.97	88.58	-214.8	546.24	518.14	546.24	518.14
12	510.23	107.48	-42.06	518.14	506.77	518.14	506.77
13	485.14	80.07	-660.02	506.77	471.1	506.77	471.1
14	461.06	102.05	-124.43	471.1	454.41	471.1	454.41
15	445.01	90.84	-28.29	454.41	442.87	454.41	442.87
16	437.02	91.47	-156.01	442.87	419.22	442.87	419.22
17	409.47	111.04	-95.98	419.22	404.31	419.22	404.31

Lampiran 6

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, May 07, 2014 3:09 PM

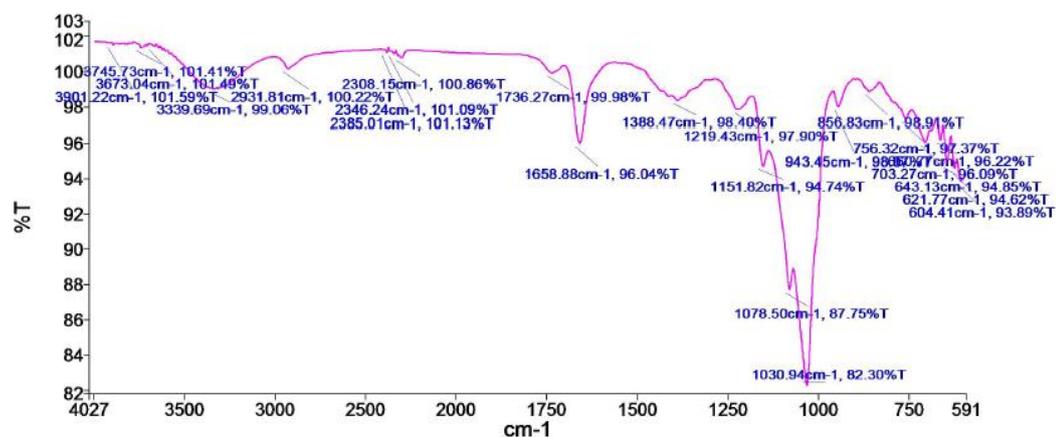
Sample Details

Sample Name MURTI-B-Siklodex-2
 Sample Description Sample B-Siklodex-Anhidride 18 Jam By kanghuda Date Wednesday, May 07 2014
 Analyst Nuril Huda, S.Si
 Creation Date 5/7/2014 2:47:22 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
 Instrument Serial Number 96772
 Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
 Number of Scans 1
 Resolution 4

Spectrum



Gambar 4.4 Hasil IR asetilasi β -siklodekstrin 18 jam

Tabel 4.4 Hasil analisis IR asetilasi β -siklodekstrin dengan anhidrida asam asetat variasi waktu 18 jam

No	Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)
1	-OH	3339.22
2	C=C Alkena	1658.88
3	C-O	1151.82
4	C-O	1030.94

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3901.22	101.59	-15.83	4000	3788.32	4000	3788.32
2	3745.73	101.41	-10.52	3788.32	3700.97	3788.32	3700.97
3	3673.04	101.49	-2.32	3700.97	3661.92	3700.97	3661.92
4	3339.69	99.06	-720.53	3661.92	3006.47	3661.92	3006.47
5	2931.81	100.22	-60.78	3006.47	2421.22	3006.47	2421.22
6	2385.01	101.13	-3.53	2421.22	2376.57	2421.22	2376.57
7	2346.24	101.09	-5.13	2376.57	2335.9	2376.57	2335.9

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	2308.15	100.86	-15.12	2335.9	2240.56	2335.9	2240.56
9	1736.27	99.98	86.1	2240.56	1703.75	2240.56	1703.75
10	1658.88	96.04	-189.18	1703.75	1561.53	1703.75	1561.53
11	1388.47	98.4	-172.7	1561.53	1283.13	1561.53	1283.13
12	1219.43	97.9	-51.81	1283.13	1181.56	1283.13	1181.56
13	1151.82	94.74	-35.03	1181.56	1135.62	1181.56	1135.62
14	1078.5	87.75	-28.54	1135.62	1067.93	1135.62	1067.93
15	1030.94	82.3	-391.96	1067.93	958.7	1067.93	958.7
16	943.45	98.07	-23.19	958.7	901.49	958.7	901.49
17	856.83	98.91	-17.93	901.49	829.47	901.49	829.47
18	756.32	97.37	-32.69	829.47	740.67	829.47	740.67
19	703.27	96.09	-49.81	740.67	671.03	740.67	671.03
20	660.77	96.22	-8.53	671.03	653.27	671.03	653.27

21	643.13	94.85	-20.68	653.27	631.93	653.27	631.93
22	621.77	94.62	-8.46	631.93	615.52	631.93	615.52
23	604.41	93.89	-13.23	615.52	591.08	615.52	591.08
24	571.43	44.48	-4985	591.08	557.27	591.08	557.27
25	548.65	80.09	-1212.38	557.27	543.99	557.27	543.99
26	542.97	88.83	-0.75	543.99	541.47	543.99	541.47
27	537.88	80.73	-1343.2	541.47	520.94	541.47	520.94
28	510.92	117.83	-511.04	520.94	505.98	520.94	505.98
29	502.65	123.37	-88.23	505.98	497.78	505.98	497.78
30	482.22	27.16	-6974.6	497.78	470.73	497.78	470.73
31	460.67	109.4	-6725.49	470.73	450.96	470.73	450.96
32	449.74	665.58	-683.39	450.96	443.02	450.96	443.02
33	430.68	62.35	-8615.98	443.02	422.75	443.02	422.75
34	413.87	106.83	-4745.97	422.75	404.97	422.75	404.97

Lampiran 7

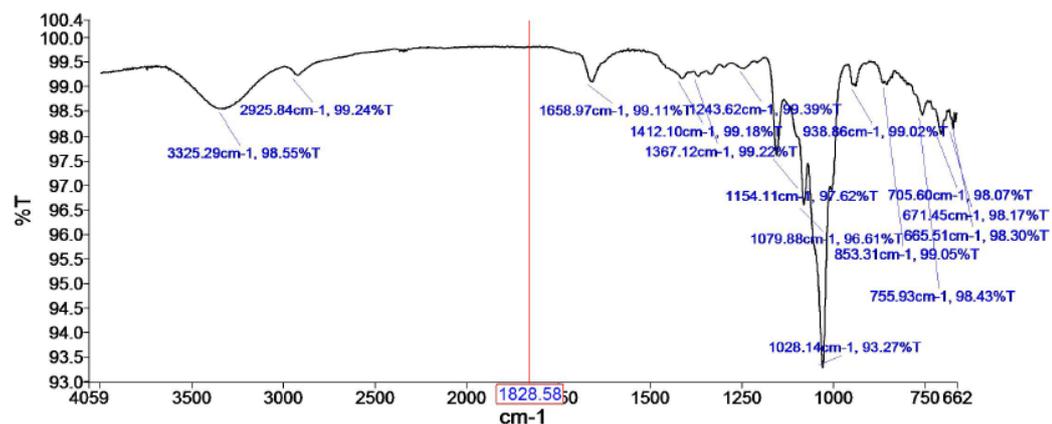
Sample Details

Sample Name	Dany
Sample Description	Sample B-Siklodex teracetilasi 36 jam By kanghuda Date Wednesday, August 27 2014
Analyst	Nuril Huda, S.Si
Creation Date	8/27/2014 1:30:12 PM
X-Axis Units	cm-1
Y-Axis Units	%T

Instrument Details

Instrument Model	Frontier FT-IR
Instrument Serial Number	96772
Software Revision	CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans	3
Resolution	4

Spectrum



Name	Cursor	Description
Dany	99.82 %T	Sample B-Siklodex teracetilasi 36 jam By kanghuda Date Wednesday, August 27 2014

Peak Area/Height Results

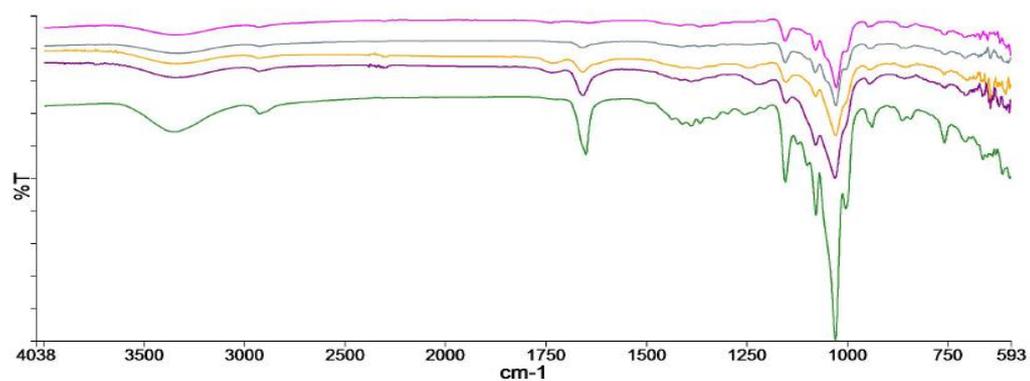
Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3325.29	98.55	-294.89	3701.05	3000.89	3701.05	3000.89
2	2925.84	99.24	52.13	3000.89	1889.84	3000.89	1889.84
3	1658.97	99.11	-43.56	1889.84	1560.05	1889.84	1560.05
4	1412.1	99.18	-6.36	1560.05	1379.81	1560.05	1379.81
5	1367.12	99.22	-5.32	1379.81	1278.25	1379.81	1278.25
6	1243.62	99.39	-6.93	1278.25	1184.77	1278.25	1184.77
7	1154.11	97.62	-24.82	1184.77	1134.96	1184.77	1134.96

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1079.88	96.61	-9.15	1134.96	1068.77	1134.96	1068.77
9	1028.14	93.27	-177.39	1068.77	959.81	1068.77	959.81
10	938.86	99.02	-10.57	959.81	900.87	959.81	900.87
11	853.31	99.05	-10.06	900.87	831.14	900.87	831.14
12	755.93	98.43	-9.14	831.14	741.11	831.14	741.11
13	705.6	98.07	-11.73	741.11	682.35	741.11	682.35
14	671.45	98.17	-2.21	682.35	668.16	682.35	668.16
15	665.51	98.3	-1.47	668.16	656.86	668.16	656.86
16	654.45	98.59	-0.97	656.86	649.43	656.86	649.43
17	642.93	98.04	-8.06	649.43	634.04	649.43	634.04
18	621.65	98.1	-3.48	634.04	616.97	634.04	616.97
19	604.61	97.66	-3.11	616.97	601.4	616.97	601.4

Lampiran 8

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, August 27, 2014 1:43 PM

Spectrum



Name	Description
█ Dani-murti	Sample b-Siklo dex awal By kanghuda Date Friday, May 02 2014
█ B-Siklodex-Fe-Anhidride	Sample siklodex-Fe-Anhidride By kanghuda Date Wednesday, April 30 2014
█ MURTI-B-Siklodex	Sample B-Siklodex-Anhidride 12 Jam By kanghuda Date Wednesday, May 07 2014
█ MURTI-B-Siklodex-2	Sample B-Siklodex-Anhidride 18 Jam By kanghuda Date Wednesday, May 07 2014
█ Dany	Sample B-Siklodex teracetilasi 36 jam By kanghuda Date Wednesday, August 27 2014

Lampiran 9

Analisis FTIR hasil reaksi β -siklodextrin dengan pelarut piridin

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 19, 2014 10:27 AM

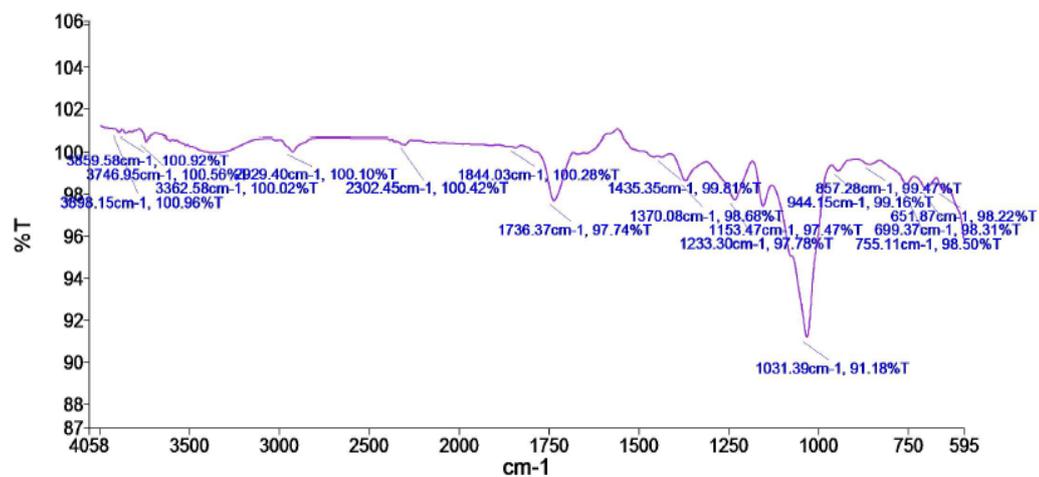
Sample Details

Sample Name Dani-1
Sample Description Sample B-Siklodex 6 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Analyst Nuril Huda, S.Si
Creation Date 9/19/2014 9:57:18 AM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum



Name	Description
Dani-1	Sample B-Siklodex 6 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3898.15	100.96	-7.38	4000	3879.9	4000	3879.9
2	3859.58	100.92	-9.56	3879.9	3783.8	3879.9	3783.8
3	3746.95	100.56	-16.71	3783.8	3697.9	3783.8	3697.9
4	3362.58	100.02	-258.36	3697.9	3053.77	3697.9	3053.77
5	2929.4	100.1	-56.81	3053.77	2630.64	3053.77	2630.64
6	2302.45	100.42	-10.56	2630.64	2269.28	2630.64	2269.28
7	1844.03	100.28	-12.17	2269.28	1827.13	2269.28	1827.13

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1736.37	97.74	-243.16	1827.13	1559.34	1827.13	1559.34
9	1435.35	99.81	-55.25	1559.34	1410.1	1559.34	1410.1
10	1370.08	98.68	-46.07	1410.1	1310.68	1410.1	1310.68
11	1233.3	97.78	-105.82	1310.68	1183.39	1310.68	1183.39
12	1153.47	97.47	-35.6	1183.39	1129.72	1183.39	1129.72
13	1031.39	91.18	-535.32	1129.72	962.59	1129.72	962.59
14	944.15	99.16	-7.38	962.59	896.45	962.59	896.45
15	857.28	99.47	-7.32	896.45	828.93	896.45	828.93
16	755.11	98.5	-17.97	828.93	732.92	828.93	732.92
17	699.37	98.31	-15.37	732.92	670.56	732.92	670.56
18	651.87	98.22	-4.8	670.56	641	670.56	641
19	579.08	91.44	-613.22	641	558.51	641	558.51

Lampiran 10

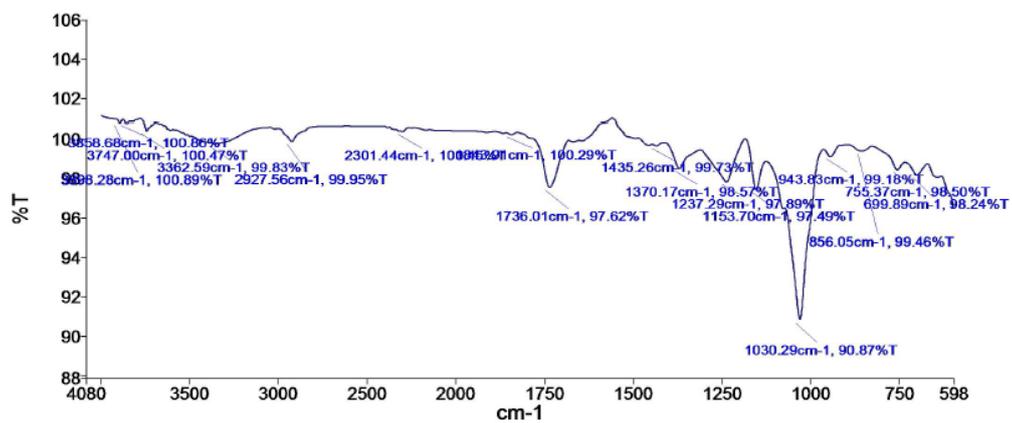
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 19, 2014 10:29 AM

Sample Details

Sample Name Dani-2
Sample Description Sample B-Siklodex 12 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Analyst Nuril Huda, S.Si
Creation Date 9/19/2014 9:59:20 AM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum

Name	Description
Dani-2	Sample B-Siklodex 12 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3898.28	100.89	-7.88	4000	3879.64	4000	3879.64
2	3858.68	100.86	-9.71	3879.64	3783.74	3879.64	3783.74
3	3747	100.47	-18.65	3783.74	3697.29	3783.74	3697.29
4	3362.59	99.83	-309.46	3697.29	3051.14	3697.29	3051.14
5	2927.56	99.95	-67.08	3051.14	2613.53	3051.14	2613.53
6	2301.44	100.45	-9.91	2613.53	2269.44	2613.53	2269.44
7	1843.91	100.29	-12.15	2269.44	1827.08	2269.44	1827.08

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1736.01	97.62	-250.38	1827.08	1559.53	1827.08	1559.53
9	1435.26	99.73	-54.09	1559.53	1410.14	1559.53	1410.14
10	1370.17	98.57	-45.75	1410.14	1311.14	1410.14	1311.14
11	1237.29	97.89	-116.22	1311.14	1184.44	1311.14	1184.44
12	1153.7	97.49	-50.19	1184.44	1124.66	1184.44	1124.66
13	1030.29	90.87	-499.69	1124.66	963.11	1124.66	963.11
14	943.83	99.18	-8.81	963.11	897.84	963.11	897.84
15	856.05	99.46	-9.84	897.84	826.23	897.84	826.23
16	755.37	98.5	-13.88	826.23	733.9	826.23	733.9
17	699.89	98.24	-18.11	733.9	669.16	733.9	669.16

Lampiran 11

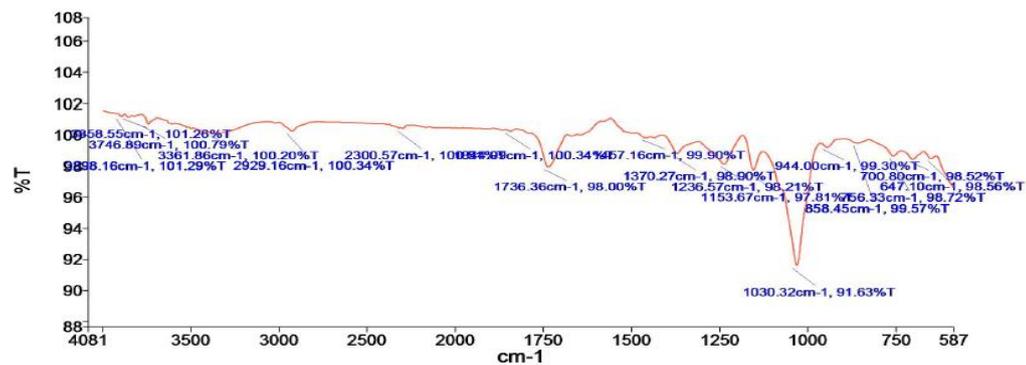
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 19, 2014 10:30 AM

Sample Details

Sample Name Dani-3
Sample Description Sample B-Siklodex 18 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Analyst Nuril Huda, S.Si
Creation Date 9/19/2014 10:02:07 AM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum

Name	Description
Dani-3	Sample B-Siklodex 18 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3898.16	101.29	-9	4000	3879.49	4000	3879.49
2	3858.55	101.26	-9.78	3879.49	3783.8	3879.49	3783.8
3	3746.89	100.79	-19.29	3783.8	3697.56	3783.8	3697.56
4	3361.86	100.2	-291.41	3697.56	3051.47	3697.56	3051.47
5	2929.16	100.34	-55.67	3051.47	2786.82	3051.47	2786.82
6	2300.57	100.51	-1.62	2786.82	2269.76	2786.82	2269.76
7	1844.09	100.34	-19.47	2269.76	1826.72	2269.76	1826.72

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1736.36	98	-231.82	1826.72	1559.61	1826.72	1559.61
9	1457.16	99.9	-56.53	1559.61	1410.08	1559.61	1410.08
10	1370.27	98.9	-40.75	1410.08	1310.2	1410.08	1310.2
11	1236.57	98.21	-99.91	1310.2	1184.37	1310.2	1184.37
12	1153.67	97.81	-41.48	1184.37	1126.57	1184.37	1126.57
13	1030.32	91.63	-477.18	1126.57	962.25	1126.57	962.25
14	944	99.3	-6.78	962.25	897.48	962.25	897.48
15	858.45	99.57	-8.76	897.48	826.13	897.48	826.13
16	756.33	98.72	-15	826.13	733.97	826.13	733.97
17	700.8	98.52	-15.66	733.97	668.85	733.97	668.85
18	647.1	98.56	-6.04	668.85	633.49	668.85	633.49
19	584.31	96.67	-1487.69	633.49	562.45	633.49	562.45

Lampiran 12

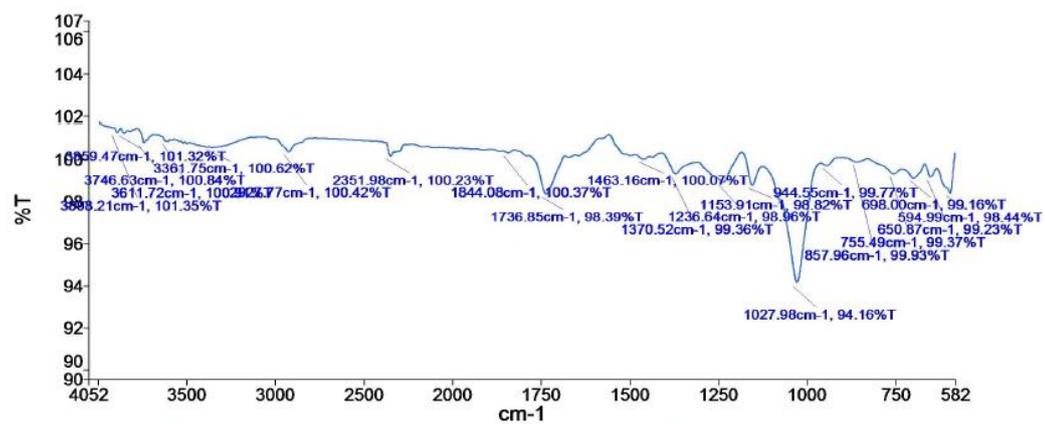
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 19, 2014 10:31 AM

Sample Details

Sample Name Dani-4
Sample Description Sample B-Siklodex 36 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Analyst Nuri Huda, S.Si
Creation Date 9/19/2014 10:04:37 AM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum

Name	Description
Dani-4	Sample B-Siklodex 36 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014

Peak Area/Height Results

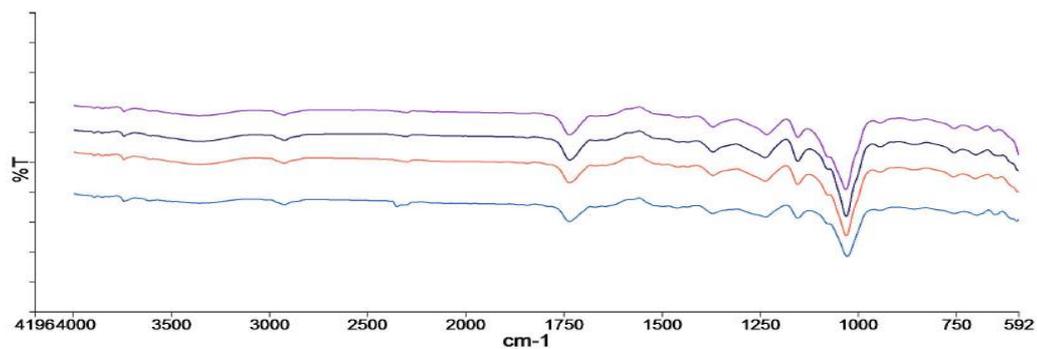
Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3898.21	101.35	-9.71	4000	3879.6	4000	3879.6
2	3859.47	101.32	-10.63	3879.6	3784.13	3879.6	3784.13
3	3746.63	100.84	-21.43	3784.13	3696.69	3784.13	3696.69
4	3611.72	100.91	-6.54	3696.69	3576.33	3696.69	3576.33
5	3361.75	100.62	-111.92	3576.33	3091.27	3576.33	3091.27
6	2927.77	100.42	-61.64	3091.27	2779.68	3091.27	2779.68
7	2351.98	100.23	-29.27	2779.68	2231.83	2779.68	2231.83

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1844.08	100.37	-20.52	2231.83	1826.43	2231.83	1826.43
9	1736.85	98.39	-208.85	1826.43	1559.59	1826.43	1559.59
10	1463.16	100.07	-65.51	1559.59	1409.92	1559.59	1409.92
11	1370.52	99.36	-34.62	1409.92	1308.99	1409.92	1308.99
12	1236.64	98.96	-77.25	1308.99	1183.94	1308.99	1183.94
13	1153.91	98.82	-30.82	1183.94	1125.47	1183.94	1125.47
14	1027.98	94.16	-345.95	1125.47	960.56	1125.47	960.56
15	944.55	99.77	-2.76	960.56	898.21	960.56	898.21
16	857.96	99.93	-6.18	898.21	828.13	898.21	828.13
17	755.49	99.37	-12.89	828.13	732.39	828.13	732.39
18	698	99.16	-18.72	732.39	667.51	732.39	667.51
19	650.87	99.23	-9.27	667.51	632.44	667.51	632.44

Lampiran 13

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 19, 2014 10:33 AM

Spectrum



Name	Description
Dani-1	Sample B-Siklodex 6 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Dani-2	Sample B-Siklodex 12 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Dani-3	Sample B-Siklodex 18 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014
Dani-4	Sample B-Siklodex 36 jam By kanghuda Date Friday, September 19 2014



**KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS SEBELAS MARET
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
LABORATORIUM MIPA TERPADU
Jl. Ir. Sutami 36A, Ketingan, Surakarta, Jawa Tengah 57126**

Nama konsumen : Dany Sigit S UNNES
 Jenis analisis : XRF
 Aplikasi/preparasi : EQUA_Powder/Mylar
 Jenis sampel : Serbuk
 Kode sampel : Fe+_Dany
 Nama operator : Ari Wisnugroho
 Hari/Tanggal analisis : Rabu, 12 November 2014
 Kontak : Dr. Sayekti W., M.Si (081568455281)

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	92.95%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	4.72%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	0.82%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
SO ₃	16	0.55%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Cl	17	0.51%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	0.23%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
CaO	20	0.13%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
TiO ₂	22	0.06%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20

NB : Data kurang akurat, nilai R/R₀ 49,9 > 30

Surakarta, 12 November 2014

Mengetahui,

Kepala Lab.Terpadu MIPA UNS

Operator/Analisis

Dr. Sayekti Wahyuningsih, M.Si
 NIP.19711211 199702 2001

Ari Wisnugroho