# AKTIVITAS KATALITIK $Zr^{4+}$/ZA DALAM REAKSI ISOMERISASI α-PINENA DAN UJI REUSABILITASNYA

Skripsi

disajikan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

oleh
Nico Aditya Wijaya
4311411001

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

**2015**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

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

Semarang, 27 Juli 2015

| Pembimbing I, | Pembimbing II, |
|---|---|
| Dr. Nanik Wijayati, M.Si | Prof. Edy Cahyono, M.Si |
| NIP. 196910231996032002 | NIP. 196412051990021001 |



ii

# PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

AKTIVITAS KATALITIK $Zr^{4+}$/ZA DALAM REAKSI ISOMERISASI α-PINENA DAN UJI REUSABILITASNYA Disusun oleh

Nico Aditya Wijaya

4311411001

Telah dipertahankan dihadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 11 Agustus 2016

Panitia:

Ketua

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

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP.196601061990032002

Ketua Penguji

Drs. Subiyanto H.S., M.Si
NIP. 195104211975011002

Anggota Penguji/
Pembimbing I

Dr. Nanik Wijayati, M.Si
NIP. 196910231996032002

Anggota Penguji/
Pembimbing II

Prof. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 196412051990021001

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri bukan jiplakan dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 24 Juli 2015

Penulis

METERAI TEMPEL

50064ADF339248823

6000

Nico Aditya Wijaya



iv

## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

**MOTTO :**

“.....Sesungguhnya Allah tidak mengubah keadaan suatu kaum sehingga mereka mengubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri...”Q.S. Ar Ra’d: 11

“Hai orang yang beriman, mintalah pertolongan (Kepada Allah) dengan sabar dan (mengerjakan) sholat. Sesungguhnya Allah beserta orang – orang yang sabar.” Q.S. Al Baqarah: 153

Semua berasal dari hati nurani.

**PERSEMBAHAN :**

Allah dan Rosul-Nya

Bapak dan Mak’e serta Mas Gendut, pakdhe putut dan budhe budi atas dukungan dan semangatnya

Almamater, Gabreters dan Frost, kompak men!!

Mbel ☺

# PRAKATA

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi dengan judul "Aktivitas Katalitik Zr4+/ZA Dalam Reaksi Isomerisasi α-Pinena dan Uji Reusabilitasnya".

Selama proses penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis mengucapkan terimakasih dan penghargaan yang tulus atas bantuan, saran dan bimbingan dari berbagai pihak. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNNES beserta jajaranya.
3. Kepala Laboratorium Kimia FMIPA UNNES yang memberikan izin penelitian.
4. Dr. Nanik Wijayati, M.Si., Dosen Pembimbing I yang telah membagikan ilmu, memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran sehingga Skripsi ini dapat selesai dengan baik.
5. Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si., Dosen Pembimbing II yang telah memberikan masukan dan bimbingan sehingga Skripsi ini menjadi lebih baik.
6. Drs. Subiyanto HS, M.Si., Dosen Penguji Utama yang telah memberikan saran, evaluasi dan pengarahan dalam penulisan skripsi.

7. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah membekali ilmu pengetahuan selama penulis mengikuti pendidikan di kampus UNNES.
8. Semua pihak yang telah membantu dan tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Demikian ucapan terima kasih dari penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan memberikan pengetahuan bagi yang membutuhkan.

Semarang, 24 Juli 2015

Penulis

# ABSTRAK

Wijaya, Nico Aditya. 2015. *Aktivitas Katalitik $Zr^{4+}$/ZA Dalam Reaksi Isomerisasi α-Pinena Dan Uji Reusabilitasnya*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Pertama Dr. Nanik Wijayati, M.Si. dan Pembimbing Kedua Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

Kata Kunci: $Zr^{4+}$/zeolit alam, konsentrasi impregnasi, reusabilitas katalis, isomerisasi, α-pinena

Produksi minyak terpentin dari getah pinus sampai dengan bulan Desember 2014, dilaporkan mencapai 17.150 ton dengan luas hutan pinus sekitar 876.992,66 hektar. Komponen utama dalam minyak terpentin adalah α-pinena yang isomernya memiliki nilai tinggi untuk bahan baku industri. Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh konsentrasi impregnasi dan uji reusabilitas katalis terbaik pada reaksi isomerisasi α-pinena menggunakan katalis $Zr^{4+}$/zeolit alam yang dimodifikasi konsentrasi kation $Zr^{4+}$. Karakterisasi katalis dilakukan dengan *X-ray Fluoroscent* untuk uji pengembanan logam Zr ke dalam zeolit alam, *Surface Area Analyzer* untuk menentukan porositas katalis dengan metode BET, dan penentuan keasaman menggunakan metode gravimetri dengan adsorpsi amoniak dan piridin. Reaksi dilakukan dengan menggunakan reaktor batch dengan variasi konsentrasi impregnasi kation $Zr^{4+}$ 10, 15 dan 20% b/b serta uji reusabilitas mengggunakan katalis terbaik. Konversi produk tertinggi α-pinena adalah 3,89% dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% sehingga katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% merupakan katalis terbaik sedangkan hasil konversi dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% regenerasi adalah 4,26%. Produk dari reaksi isomerisasi α-pinena yang dihasilkan menggunakan katalis $Zr^{4+}$/ZA semua variasi adalah kamfena dan limonena.

# ABSTRACT

Wijaya, Nico Aditya. 2015. Catalytic Activity of $Zr^{4+}$/ZA on The Isomerization Reaction of α-Pinene and It's Reusability Test. Undergraduate Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Primary Supervisor: Dr. Nanik Wijayati, M.Si, Secondary Supervisor: Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

Keywords: $Zr^{4+}$/natural zeolyts, concentration of impregnation, catalyst resability, isomerization, α-pinene

Production of turpentine oil from pine resin until December 2014$^{th}$ was reported to reaching 17.150 tones with the wide of pine forest is 876.992,66 acres. The main component of turpentine oil is α-pinena which isomer products have high value for industrial raw materials. Effects concentration of impregnation and reusability test a best catalyst on α-pinene isomerization reaction using catalysts $Zr^{4+}$/natural zeolite in which modificated with different $Zr^{4+}$ concentration were analyzed. Characterization of catalyst included *X-ray Fluoroscent* for detection of Zr concentration in natural zeolites, *Surface Area Analyzer* for determine catalyst porosity using BET method, and determination of acidity using vapor ammonia and pyridine base adsorption gravimetric method. Isomerization process used a batch reactor with variation in the concentrations of $Zr^{4+}$ impregnations 10, 15, and 20 w/w as well as reusability test used best catalyst. The highest conversion of α-pinene used $Zr^{4+}$/ZA 10% catalyst was 3,89% so as $Zr^{4+}$/ZA 10% catalyst is best catalyst than other catalysts whereas highest conversion of α-pinene used $Zr^{4+}$/ZA 10% regeneration catalyst was 4,26%. The product is produced from isomerization reaction of α-pinene used $Zr^{4+}$/ZA all variations catalysts was camphene and limonene.

# DAFTAR ISI

Halaman

**HALAMAN JUDUL** ..... i

**PERSETUJUAN PEMBIMBING** ..... ii

**PENGESAHAN** ..... iii

**PERNYATAAN** ..... iv

**MOTO DAN PERSEMBAHAN** .....v

**PRAKATA** ..... vi

**ABSTRAK**..... ..... viii

**DAFTAR ISI** .....x

**DAFTAR TABEL** ..... xiv

**DAFTAR GAMBAR** ..... xvi

**DAFTAR LAMPIRAN**..... ..... xviii

**BAB 1 PENDAHULUAN**..... .....1

1.1 Latar Belakang .....1

1.2 Rumusan Masalah .....3

1.3Tujuan Penelitian .....4

1.4 Manfaat Penelitian .....4

**BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA**.....5

2.1 Isolasi α-Pinena dari Minyak Terpentin.....5

2.2 Reaksi Isomerisasi α-Pinena .....7

2.3 Zeolit .....9

2.4 Katalis Heterogen.....11

2.5 Katalis $Zr^{4+}$/ZA untuk Reaksi Isomerisasi α-pinena .....13

2.6 Deaktivasi dan Regenerasi Katalis .....15

**BAB 3 METODE PENELITIAN**.....18

3.1 Variabel Penelitian .....18

3.1.1 Variabel Terikat .....18

3.1.2 Variabel Bebas .....18

3.1.3 Variabel Terkontrol .....18

3.2 Alat dan Bahan .....19

3.3 Prosedur Kerja .....19

3.3.1 Perlakuan awal Zeolit .....19

3.3.2 Aktivasi Zeolit Alam .....20

3.3.3 Impregnasi kation $Zr^{4+}$ ke Zeolit Alam Teraktivasi .....20

3.3.4 Isolasi α-pinena dari minyak terpentin .....21

3.3.5 Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan Katalis $Zr^{4+}$/ZA .....21

3.3.6 Regenerasi Katalis $Zr^{4+}$/ZA .....22

3.3.7 Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan Katalis $Zr^{4+}$/ZA regenerasi...23

3.4 Analisis Data .....23

**BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN**.....25

4.1 Preparasi Katalis .....25

4.1.1 Penghalusan dan Pencucian .....26

4.1.2 Dealuminasi .....26

4.1.3 Pembebasan Ion .....27

4.1.4 Pengembanan kation $Zr^{4+}$ dalam ZA .....29

4.2 Karakterisasi Katalis $Zr^{4+}$/ZA..... ...30

4.2.1 Penentuan Kadar kation $Zr^{4+}$ dalam $Zr^{4+}$/ZA .....30

4.2.2 Penentuan Keasaman Katalis dan Uji Spektrofotometer-IR.....33

4.2.2 Penentuan Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jari Pori, dan Volume Total Pori H/ZA, Katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% dan $Zr^{4+}$/ZA 10% regenerasi .....36

4.3 Identifikasi Senyawa α-pinena hasil isolasi minyak terpentin .....37

4.4 Analisis Produk Hasil Reaksi Isomerisasi α-pinena.....40

4.5 Analisis Produk Reaksi Isomerisasi dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% Menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (GC-MS) dan Spektrofotometer-IR (FTIR) .....45

**BAB 5 SIMPULAN DAN SARAN**.....53

5.1 Simpulan.... .....53

5.2 Saran .....53

**DAFTAR PUSTAKA** .....54

**LAMPIRAN**.....58

# DAFTAR TABEL

Tabel Halaman

2.1 Syarat umum minyak terpentin.....6

2.2 Syarat spesifikasi mutu minyak terpentin.....6

2.3 Sifat senyawa α-pinena.....7

4.1 Data Komposisi kation $Zr^{4+}$ pada H/ZA dan Katalis .....31

4.2 Nilai Keasaman pada H/ZA dan Katalis $Zr^{4+}$/ZA.....33

4.3 Hasil pengukuran luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori katalis .....36

4.4 Sifat Fisik Senyawa α-pinena hasil Isolasi .....37

4.5 Interprestasi spektrum IR α-pinena.....38

4.6 Interpretasi GC senyawa α-pinena hasil isolasi.....39

4.7. Intrepetasi GC dan Pembacaan GCMS Senyawa Produk.....46

4.8. Interpretasi spektrum IR hasil reaksi isomerisasi α-pinena.....47

# DAFTAR GAMBAR

Gambar Halaman

2.1. Struktur α-Pinena .....7

2.2 Skema Reaksi Isomerisasi α- pinena .....8

2.3 Struktur kerangka zeolit.....10

2.4 Skema mekanisme reaksi permukaan .....12

4.1. Zeolit alam awal setelah perlakuan.....26

4.2. Reaksi Dealuminasi dengan HCl .....27

4.3. Skema reaksi perlakuan zeolit dengan $NH_4Cl$ dan setelah dikalsinasi.....28

4.4. Hasil zeolit alam sebelum dan setelah aktivasi.....29

4.5 Skema reaksi impregnasi kation $Zr^{4+}$ ke dalam H/ZA .....30

4.6. Hasil impregnasi kation $Zr^{4+}$ ke zeolit alam.... .....30

4.7. Pembacaan Spektra IR pada katalis dan H/ZA.....35

4.8. Spektrum IR senyawa α-pinena hasil isolasi .....38

4.9. Kromatogram senyawa α-pinena hasil isolasi .....39

4.10. Penggambaran konversi α-pinena dengan H/ZA dan $Zr^{4+}$/ZA .....41

4.11. Penggambaran konsentrasi kamfena hasil reaksi isomerisasi

α-pinena dengan H/ZA dan $Zr^{4+}$/ZA.....43

4.12. Penggambaran konsentrasi limonena hasil reaksi isomerisasi

α-pinena dengan H/ZA dan Zr4+/ZA .....44

4.13. Kromatogram GCMS hasil produk isomerisasi..... .....45

4.14. Spektrum IR hasil reaksi isomerisasi α-pinena .....47

4.15. Tahapan Reaksi Isomerisasi menjadi produk.....49

4.16. Spektrum massa senyawa kamfena .....50

4.17. Fragmentasi senyawa kamfena .....50

4.18. Spektrum massa senyawa limonena.....51

4.19. Fragmentasi senyawa limonena .....51

# DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran Halaman

1. Diagram Kerja..... .....58

2. Perhitungan Pembuatan Larutan.... .....65

3. Data Hasil Karakterisasi Katalis dan Analisa Produk.... .....71

3.1 Data XRF katalis .....71

3.2 Data BET .....76

3.3 Data Analisis IR isolasi α-Pinena .....79

3.4 Data Analisis IR produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10%.....80

3.5 Data Analisis GC isolasi α-Pinena .....81

3.6 Data Analisis GC produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% R .....83

3.7 Data Analisis GCMS produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% .....85

4. Rekap Hasil Isomerisasi α-Pinena.....93

5. Foto Dokumentasi Penelitian .....95

# BAB 1
# PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri adalah zat berbau yang terkandung dalam tanaman. Minyak ini disebut juga minyak menguap, minyak eteris, minyak esensial karena pada suhu kamar mudah menguap. Istilah esensial dipakai karena minyak atsiri mewakili bau dari tanaman asalnya. Dalam keadaan segar dan murni, minyak atsiri umumnya tidak berwarna. (Gunawan, 2004).

Minyak atsiri mempunyai banyak sekali kegunaan dalam kehidupan sehari – hari. Salah satu minyak atsiri adalah terpentin. Minyak terpentin yang banyak diproduksi di Indonesia sebagai hasil penyulingan getah pohon pinus. Sekitar 80% dari terpentin di Indonesia selama ini diekspor ke negara Eropa, India, Korea Selatan, Jepang dan Ameria Serikat. Di pasar internasional harga terpentin mencapai US$ 2000 per ton. Minyak terpentin digunakan untuk bahan baku industri kosmetik, minyak cat, campuran bahan pelarut, antiseptik, kamper dan farmasi. Usaha untuk meningkatkan nilai ekonomi adalah dengan melakukan transformasi senyawa α-pinena. (Ramachandran, 2002; Tan dan Lin, 2000; Lindmark, 2003; Li *et* al, 2005 dalam Wijayati, 2014; Ketaren, 1985).

Salah satu senyawa turunan dalam terpena adalah α-pinena. Alfa-pinena sendiri termasuk monoterpen sikloheksana, dan juga telah ditemukan berbagai turunan dari α-pinena tersendiri kamfena yang digunakan dalam obat gosok. Transformasi α-pinena menjadi senyawa turunannya merupakan temuan baru yang melibatkan perubahan struktur sangat kompleks tetapi dapat terjadi dalam

kondisi cukup mudah dan dapat menambah nilai tambah dari pemanfaatan minyak terpentin (Agustina, 2013).

Banyak percobaan mengenai katalis heterogen yang banyak dikembangkan sekarang. Keunggulan katalis heterogen sendiri adalah dapat digunakan kembali setelah dipakai untuk suatu reaksi. Pada dekade terakhir ini, dilakukan banyak riset yang mendalam tentang katalis yang baru di pasaran. Salah satu katalis yang ditemukan menarik karena merupakan modifikasi anion dari metal oksida. Fokus ini tentang zirconia yang dipreparasi dan dikarakterisasi menjadi Zirkonia Sulfat (SZ) pada tahun 1962. Katalis SZ menarik ketika Hino dan Arata melaporkan bahwa butana dapat ditransformasikan menjadi isobutana dengan SZ pada temperatur kamar. Mereka menyatakan aktivitasi tinggi dari katalis ini karena sifatnya yang super asam. SZ diklaim memiliki sifat asam yang kuat dibandingkan asam sulfat (Reddy, 2009).

Sampai saat ini masih dilakukan pengembangan terhadap katalis yang mempunyai daya aktivitas dan selektifitas yang tinggi serta umur katalis yang panjang sehubungan dengan katalis heterogen. Sesuai dengan fungsi katalis heterogen yang bisa digunakan berulang – ulang maka setelah digunakan katalis akan terdeaktivasi. Deaktivasi disebabkan oleh kerusakan situs aktif akibat reaksi pada temperatur tinggi, terbentuknya pengotor yang menutupi pori katalis maupun situs aktifnya, dan terjadinya peracunan oleh senyawa – senyawa dalam reaksi, yang bisa saja dari senyawa yang direaksikan ataupun zat lain yang digunakan untuk reaksi (Rodiansono dan Trisunaryanti, 2005). Katalis yang telah mengalami deaktivasi dapat diregenerasi berdasarkan penyebab proses deaktivasi katalis

tersebut (Trisunaryanti, 2002). Apabila pengotor berupa kokas ataupun senyawa yang menutupi situs aktif maka dapat diregenerasi dengan oksidasi dan reduksi katalis. Namun, apabila disebabkan oleh pengotor organik seperti minyak dapat digunakan pelarut organik sebagai agen pembawa pengotor tersebut.

Cara pengembanan logam ke dalam zeolit alam biasanya menggunakan metode impregnasi, penukar ion dan sonokimia. Metode impregnasi merupakan metode sederhana karena hanya membutuhkan kontrol temperatur. Pengembangan $Zr^{4+}$/Zeolit Alam Teraktivasi (selanjutnya disingkat $Zr^{4+}$/ZA) yang berbasis zeolit alam terus dilakukan, salah satunya dalam reaksi isomerisasi senyawa α-pinena ini. Meskipun dikenal masih baru, namun katalis jenis ini mempunyai daya isomerisasi yang baik dibandingkan dengan katalis sebelumnya ataupun biokatalis. Belum ditemukan penelitian tentang katalis $Zr^{4+}$/ZA ini untuk reaksi isomerisasi pada α-pinena. Namun, penelitian tentang reaksi isomerisasi α-pinena sudah dilakukan sebelumnya menggunakan logam Zr namun bukan diembankan pada zeolit alam melainkan dibuat menjadi katalis Zirkonia Tersulfat (SZ), diharapkan kation $Zr^{4+}$ yang diembankan pada zeolit alam yang sudah teraktivasi mampu menjalankan reaksi isomerisasi pada α-pinena.

## 1.2. RUMUSAN MASALAH

Berdasarkan uraian yang telah diungkapkan di atas, rumusan permasalahan yang akan diteliti adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi kation $Zr^{4+}$ pada katalis $Zr^{4+}$/ZA terhadap efektivitas reaksi isomerisasi α-pinena?

2. Bagaimana reusabilitas katalis $Zr^{4+}$/ZA regenerasi terhadap produk isomerisasi α-pinena?

## 1.3 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi impregnasi kation $Zr^{4+}$ pada katalis $Zr^{4+}$/ZA terhadap efektivitas reaksi isomerisasi α-pinena.
2. Mengetahui reusabilitas katalis $Zr^{4+}$/ZA regenerasi produk isomerisasi α-pinena.
3. Mengetahui senyawa yang terkandung pada produk dari reaksi isomerisasi α-pinena yang terbentuk.

## 1.4 MANFAAT PENELITIAN

Manfaat yang yang ingin dicapai dari dari penelitian ini diantaranya yaitu:

1. Memberi informasi mengenai konsentrasi impregnasi kation $Zr^{4+}$ dalam zeolit alam yang paling baik untuk melangsungkan reaksi isomerisasi α-pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA. Informasi tentang tingkat reusabilitas penggunaan katalis $Zr^{4+}$/ZA dalam reaksi isomerisasi α-pinena.
2. Meningkatkan kualitas penggunaan minyak terpentin dari produk isomernya.

# BAB 2

# TINJAUAN PUSTAKA

## 2.1 Isolasi α-Pinena dari Minyak Terpentin

Di Indonesia, terpentin dihasilkan dari getah pinus jenis *Pinus* merkusii. Terpentin dihasilkan sebagai hasil atas proses distilasi dan hasil bawahnya berupa gondorukem. Terpentin merupakan salah satu produk unggulan non kayu Perum Perhutani di Indonesia. Produksi minyak terpentin dari getah pinus sampai dengan bulan Desember 2014, dilaporkan mencapai 17.150 ton dengan luas hutan pinus sekitar 876.992,66 hektar (Perhutani, 2014).

Komponen utama minyak terpentin ialah α-pinena. Minyak terpentin Indonesia mengandung sekitar 57-86% α-pinena, 8-12% 3-karena dan golongan monoterpen yang lain dengan jumlah minor (Wiyono, 2006). Sedangkan menurut Fleig (2005) minyak terpentin Indonesia mengandung 65-85% α-pinena, kurang 1% kamfena, 1-3% β-pinena, 10-18% 3-karena dan limonena 1-3%. Menurut Masrurui (2005) senyawa α-pinena merupakan senyawa golongan terpenoid (monoterpen, C10).

Terpenoid disebut juga isoprenoid. Hal ini dikarenakan kerangka penyusun terpenoid adalah isoprena ($C_5H_8$). Pada Tabel 2.1 adalah syarat umum dan Tabel 2.2 adalah spesifikasi mutu minyak terpentin menurut SNI 7633: 2011

**Tabel 2.1.** Syarat umum minyak terpentin

| Bentuk | Cair |
|---|---|
| Bau | Khas Terpentin |
| Bobot jenis pada 25$^{o}$C | 0,848 – 0,865 |
| Indeks bias pada 25$^{o}$C | 1,464 – 1,478 |
| Titik nyala | 33 – 38 $^{o}$C |
| Titik didih awal | 150 – 160 $^{o}$C |

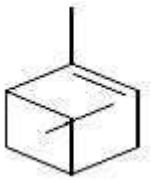
**Tabel 2.2.** Syarat spesifikasi mutu minyak terpentin

| No | Uraian | Satuan | Persayaratan | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Mutu A | Mutu B |
| 1 | Warna | | Jernih | -*) |
| 2 | Putaran optik pada suhu 27,5 $^{o}$C | 0 | +≥32 | +<32 |
| 3 | Kadar Sulingan | % | ≥90 | <90 |
| 4 | Sisa Penguapan | % | ≤2 | >2 |
| 5 | Bilangan Asam | | ≤2,0 | >2,0 |
| 6 | Alpha Pinena | % | ≥80 | <80 |

Catatan : *tidak dipersyaratkan

Alfa-pinena termasuk dalam senyawa organik kelas terpena, salah satu dari isomer senyawa pinena. α-Pinena banyak terdapat dalam minyak atsiri yang biasanya terdapat di pohon pinus. α-Pinena sendiri merupakan senyawa monoterpen sikloheksana yang tidak larut dalam air dan tertimbun dalam minyak daun (Sudarmin, 2003).

Senyawa α-pinena ini merupakan monoterpen yang paling banyak kelimpahannya di alam bergantung pada lingkungan baik suhu ataupun intensitas cahaya. Nama IUPAC dari senyawa ini adalah 2,6,6-trimetil bisiklo [3,1,1]-2-heptena dengan struktur yang disajikan dalam Gambar 2.1.



**Gambar 2.1.** Struktur α-Pinena

Sifat senyawa α-pinena disajikan pada Tabel 2.3 dibawah ini:

**Tabel 2.3.** Sifat senyawa α-pinena

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

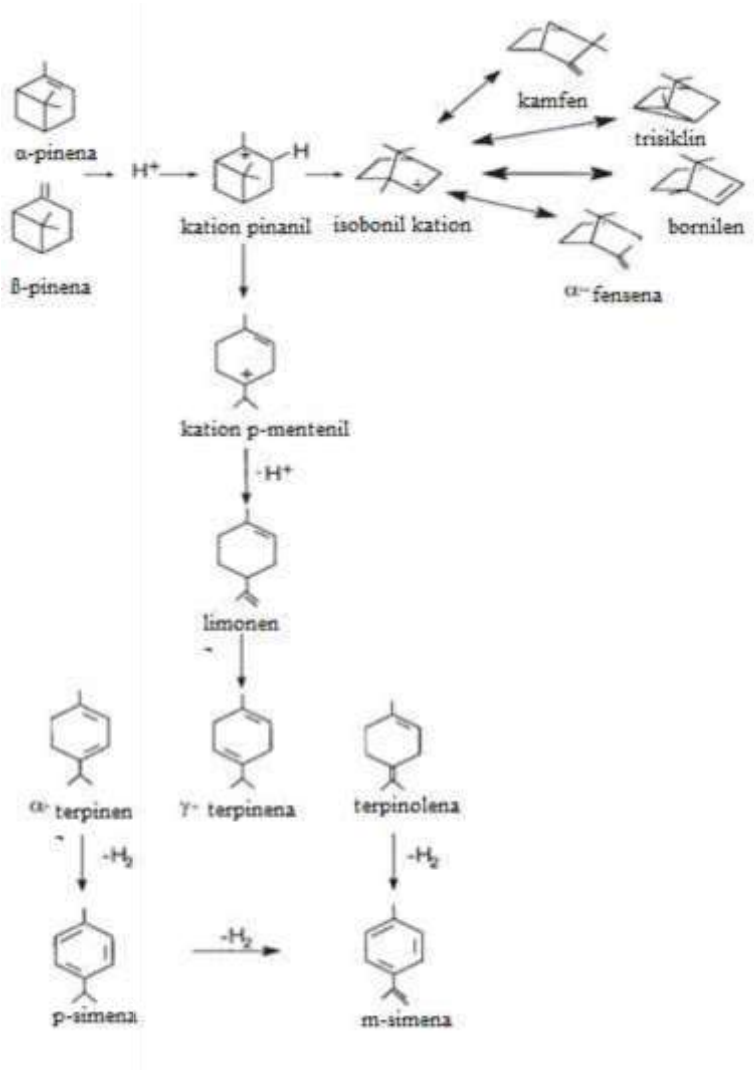
Alpha-pinena dapat di isolasi menggunakan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Pengurangan tekanan pada saat destilasi tersebut bertujuan untuk mepermudah α-pinena untuk berubah dari fasa cair menjadi gas sehingga suhu yang digunakan tidak terlalu tinggi sehingga tidak merusak senyawa dalam minyak terpentin.

## 2.2 Reaksi Isomerisasi α-Pinena

Reaksi isomerisasi adalah reaksi penataan kembali suatu struktur molekul untuk membentuk struktur molekul baru yang berbeda dengan struktur molekul semula tanpa mengurangi jumlah atomnya. Reaksi isomerisasi dapat menghasilkan satu atau lebih produk hasil dari isomer senyawa tersebut. Reaksi isomerisasi α- pinena dapat dilakukan dengan menggunakan katalis asam Lewis.

Isomerisasi terkatalis asam terhadap alkena dapat berlangsung karena adanya migrasi ikatan rangkap dalam cincin atau rantai (Blomquist dalam Wulandari, 1999)

Reaksi isomerisasi pada α-pinena menghasilkan suatu produk isomer dari α-pinena, baik menghasilkan isomer monosiklik dan bisiklik. Skema hasil isomerisasi pada α-pinena yang disampaikan oleh Comelli (2005) disajikan dalam Gambar 2.2




**Gambar 2.2** Skema Reaksi Isomerisasi α- pinena (Comelli, 2005)

Inti dari reaksi isomerisasi ini adalah penataan ulang rantai dalam senyawa α-pinena. α-Pinena mengalami pemutusan ikatan rangkap menjadi sebuah karbokation sehingga mengalami penataan ulang rantai rantai menjadi senyawa isomer. Senyawa isomer α-pinena terbagi menjadi monosiklik seperti limonena, terpinolena dan terpinena sedangkan senyawa bisiklik dan polisiklik contohnya kamfena dan bornilen. Baik kamfena, limonena, terpinolena dan terpinene adalah bahan yang berguna bagi industri (Corma *et al*, 2007 dan Florest-Holguin, 2008)

## 2.3 Zeolit

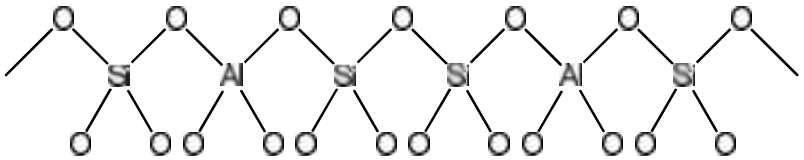
Zeolit adalah aluminosilicate dengan kerangka struktur yang rongga-rongganya diduduki oleh ion besar dan molekul air, baik yang memiliki cukup kebebasan bergerak, mengizinkan pertukaran ion dan reversibel dehidrasi (Smith, 1986 dalam Yuanita, 2010).

Zeolit merupakan material yang memiliki banyak kegunaan. Zeolit telah banyak diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion, dan sebagai katalis. Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang saling terhubungkan oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga, yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam, biasanya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Chetam,1992).

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

$$L_mAl_xSi_yO_z.nH_2O$$

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 $H_2O$. Struktur kerangka zeolit dibangun oleh tetrahedral $(SiO_4)^{4-}$ dan tetrahedral $(AlO_4)^{5-}$ 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 2.3




**Gambar 2.3** Struktur kerangka zeolit (Yuanita, 2010)

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 $300^o$ hingga $400^oC$. Pemanasan pada temperatur tersebut air dapat keluar dari pori-pori zeolit, sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan (Sutarti, 1994).

Kation-kation dalam kerangka zeolit dapat ditukar dan disubstitusi tanpa merubah struktur kerangka (isomorfis) dan dapat menimbulkan gradien medan listrik dalam kanal-kanal dan ruangan - ruangan zeolit (Smith, 1992).

Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan baik secara fisika maupun secara kimia. Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi, tujuannya untuk menghilangkan pengotor pengotor organik, memperbesar pori, dan memperluas permukaan. Sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan melalui pengasaman. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor anorganik. Pengasaman ini akan menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan $H^+$ (Ertan, 2005).

## 2.4 Katalis Heterogen

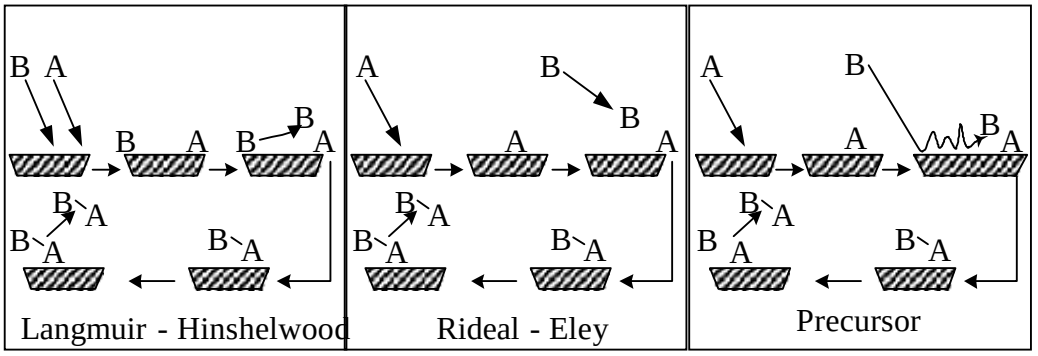
Katalis yang digunakan untuk mengkatalisis suatu reaksi, pada waktu tertentu, akan mengalami penurunan aktivitas. Hal ini berhubungan dengan umur (*lifetime*) katalis tersebut. Umur katalis didefinisikan sebagai suatu periode selama katalis mampu menghasilkan produk reaksi yang diinginkan lebih besar dari pada produk reaksi tanpa katalis (Hughes, 1984).

Secara umum dapat dikatakan bahwa aktivitas katalis akan menurun seiring dengan pemakaiannya dalam reaksi kimia. Semakin besar umur suatu katalis, semakin kecil aktivitas katalis yang bersangkutan. Panjang pendeknya umur katalis ditentukan oleh kecepatan hilangnya aktivitas dan selektivitas katalis (Rylander, 1984). Penurunan aktivitas katalis berhubungan dengan berbagai kondisi operasional katalis dan tipe reaksi yang dikatalisis.

Katalis Heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Reaksinya melibatkan lebih dari saatu fase. Umumnya katalis heterogen berada dalam fase padat sedangkan reaktan pada fase cair. Logam-logam transisi periode keempat adalah contoh katalisator heterogen yang banyak digunakan dalam proses-proses kimia, logam tersebut dapat berada pada keadaan logam murni maupun osidanya (Widjajanti, 2005 dalam Handayani, 2015).

Keuntungan dari katalis heterogen adalah ramah lingkungan, tidak bersifat korosif, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi, serta dapat digunakan berulangkali dalam jangka waktu yang lama. Selain itu, katalis heterogen meningkatkan kemurnian hasil karena reaksi samping dapat dieliminasi. Keuntungan lain penggunaan katalis heterogen adalah katalisnya dapat dipisahkan dengan penyaringan dari produk bila reaksi telah selesai.

Ada tiga tipe umum reaksi permukaan yaitu reaksi permukaan yang mengikuti mekanisme Langmuir-Hinshelwood, Rideal-Eley, dan *precursor* (Prianto, 2008). Mekanismenya ditunjukkan pada Gambar 2.4.




**Gambar 2.4** Skema mekanisme reaksi permukaan (Prianto,2008)

Adapun mekanisme (Prianto, 2008) reaksi katalisis heterogen secara umum (Precursor) adalah sebagai berikut:

1. Difusi molekul reaktan ke permukaan katalis
2. Adsorpsi reaktan pada permukaan katalis.
3. Reaksi difusi reaktan pada permukaan katalis.
4. Reaksi dalam lapisan adsorpsi.
5. Desorpsi produk reaksi dari permukaan katalis.
6. Abfusi pada produk keluar dari permukaan katalis.

Mekanisme katalisis heterogen menurut Langmuir-hinshelwood

1. Atom A dan B teradsorpsi kepermukaan katalis.
2. Atom A dan B berdifusi melalui permukaan.
3. Atom A dan B berinteraksi satu sama lain.
4. Sebuah molekul terbentuk dan terjadi desorpsi

Mekanisme katalisis heterogen menurut Rideal-Eley

1. Atom A diadsorpsi oleh permukaan katalis (k).
2. Atom B lewat, kemudian berinteraksi dengan atom A yang ada dipermukaan katalis (k). Katalis menyediakan suatu permukaan dimana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap.
3. Atom A dan B saling berinteraksi satu sama lain
4. Sebuah molekul terbentuk dan terjadi desorpsi.

## 2.5 Katalis $Zr^{4+}$/ZA untuk Reaksi Isomerisasi α-pinena

Logam Zr dikenal sebagai katalis isomerisasi dan kraking karena dalam MCM-41 (zeolit Sintesis) ditemukan fungsi sebagai berikut (Eswaramoorthi, 2004). Katalis yang menggunakan logam Zr ini mempunyai keasaman yang lebih tinggi sehingga baik digunakan dalam reaksi sintesis (Syamsuddin, 2010).

Zirkonium adalah logam putih keabuan yang jarang dijumpai di alam bebas. Ia memiliki lambang kimia Zr, nomor atom 40, massa atom relatif 91,224. Zirconium merupakan salah satu unsur di alam yang memiliki sifat tahan terhadap temperature tinggi. Zirconium tidak terdapat dalam bentuk bebas di alam melainkan dalam bentuk zirconium silikat pada zircon ($ZrSiO_4$) dan zirconium oksida pada badelleyit ($ZrO_2$). Zirconium banyak didapatkan dalam batuan vulkanik, basalt, dan batuan granit. Mineral baddeleyit atau $ZrO_2$ adalah bentuk zirconium dioksida alam. Kristalnya mempunyai densitas antara 5.4 – 6.02 dan kekerasannya 6.5 skala mesh yang mengandung zirconium dioksida 80% – 90%. Zirconium terdapat pada banyak mineral zircon bervariasi dari 61% – 67%. Secara teoristik zirconium di dalam silikat normal sebesar 67.2%. Dalam jumlah sedikit zirconium terdapat pada banyak mineral seperti mineral titanat, tantolo niobat, tanah jarang, silikat, dan sebagainya. Dalam jumlah agak besar, zirkonium terdapat pada mineral baddeleyit dan mineral zircon atau campuran dari zircon dioksida dan zircon silikat ($ZrSiO_4$). Zirconium mempunyai dua bentuk allotropi yaitu α dengan struktur hexagonal, stabil pada temperature 863°C ke bawah dan bentuk β dengan struktur kubik berkisi-kisi yang stabil pada temperature 863°C ke atas.

Penelitian tentang reaksi isomerisasi α-pinena sudah banyak dilakukan menggunakan berbagai katalis dengan berbasis logam Zr ini. Grzona (1999) meneliti sistematis dari isomerisasi α-pinena pada fase cair menggunakan 5, 10 dan 20 wt % kadar Asam Sulfat dalam katalis Zirconia Tersulfat. Pertambahan konversi diteliti dari penambahan jumlah konsentrasi katalis dan seletivitasnya mencapai 0,7 per unit area dari katalis. Temperatur ditambahkan dari 100$^{o}$C menjadi 153$^{o}$C, konversi bertambah dari 17% menjadi 99% dan selektivitas menurun dari 84% menjadi 14%.

Penelitian Comelli *et al* (2006) yang menggunakan logam Zr pada katalis *Sulfated Zirconia* ataupun diembankan pada kaolinitik dan bentonit *clay* untuk reaksi isomerisasi α-pinena melakukan pembahasan tentang fungsi dari logam Zr sebagai penyumbang situs asam pada katalis yaitu asam Lewis.

Katalis Zeolit Alam merupakan katalis heterogen yang bisa digunakan berulang yang diharapkan bisa mengurangi limbah kimia dari hasil reaksi yang dilakukan terhadap suatu senyawa. Oleh karena itu, suatu logam yang diembankan pada suatu zeolit yang mempunyai sifat katalis diharapkan mampu membawa logam dan menjadi rumah bagi logam untuk menempel bergabung menjadi suatu sistem katalis heterogen dan diharapkan bisa digunakan berulang untuk katalis pada proses reaksi yang sama.

## 2.6 Deaktivasi, Regenerasi dan Reusabilitas Katalis

Deaktivasi katalis merupakan fenomena fisis yang terjadi pada katalis yang mengakibatkan penurunan aktivitas katalis karena digunakan untuk suatu

reaksi. Penggunaan katalis dalam waktu tertentu akan mengubah sifat dari katalis. Hal ini disebabkan katalis mengalami pengurangan situs aktif. Berkurangnya situs aktif akibat dari adanya spesies atau senyawa yang teradsorpsi kuat pada permukaan katalis sehingga situs aktif tertutup oleh spesies atau senyawa tertentu (Viljava, 2000). Pengotoran pada sistem katalis sistem logam pengemban dapat mengakibatkan: (1) pembelokan jalan masuk reaktan ke situs aktif katalis, (2) penutupan total pada komponen logam aktif sehingga keseluruhan komponen logam terdeaktivasi, dan (3) penyumbatan mikropori dan mesopori katalis sehingga jalan masuk reaktan ke pori terhalang (Bartholomew, 2001).

Beberapa katalis hanya bertahan beberapa menit sedangkan katalis lain bisa mencapai 10 tahun. Perancang katalis dapat membuat katalis berumur panjang, tetapi saat masalah ditemukan untuk mempanjang umur, masalah lain muncul (Richardson, 1992). Masalah yang ada diantaranya pengotor yang sulit dikeluarkan dari pori ataupun permukaan katalis, kesalahan dalam memperlakukan katalis ataupun dalam suatu reaksi tersebut dapat merusak katalis.

Untuk menunjang penggunaan kembali katalis dalam hal ini katalis heterogen, maka diperlukan regenerasi pada katalis. Menurut Sie (2001) regenerasi atau peremajaan adalah istilah umum yang digunakan untuk mengembalikan kondisi ke keadaan hampir semula. Terdapat dua pilihan dalam penggunaan katalis yaitu sekali pakai atau memaksimalkan kembali katalis sebagai bahan berekonomis tinggi.

Kemampuan meregenerasi katalis tergantung dari kapasitas katalis tersebut untuk diaktivasi kembali. Deaktivasi yang disebabkan oleh peracunan

(*poisoning)* dan *sintering* secara irreversibel biasanya tidak berhasil diregenerasi. Beberapa racun dapat dibersihkan dengan cara pemanasan atau oksidasi tetapi lainnya tidak dapat dibersihkan tanpa merusak katalis (Trisunaryanti, 2002).

Reusabilitas katalis adalah penggunaan katalis dalam sebuah proses reaksi yang sebelumnya mengalami deaktivasi yang selanjutnya diregenerasi untuk melakukan proses reaksi kembali. Katalis yang sudah diregenerasi memiliki sifat yang hampir sama dengan katalis yang belum digunakan sehingga diharapkan katalis hasil regenerasi mampu efektif bekerja seperti katalis sebelum dipakai dan menghasilkan produk yang tidak jauh beda dengan produk yang diharapkan semula.

# 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 yang dihasilkan dari reaksi isomerisasi α-pinena menggunakan katalis $Zr^{4+}$/ZA dalam berbagai variasi konsentrasi impregnasi logam pada katalis dan uji reusabilitas katalis.

### *3.1.2 Variabel Bebas*

Variabel bebas adalah variabel yang dapat mempengaruhi variabel terikat. variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi impregnasi logam pada katalis (10, 15 dan 20% b/b), waktu reaksi (90 menit, 180 menit dan 270 menit) dan reusabilitas katalis (katalis terbaik dalam konversi α-pinena).

### *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, temperatur pereaksian, 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, satu set alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, satu set alat refluks, sentrifuge, desikator, GC Hawllett Packard 5890 Series II, GC-MS Shimadzu QP 5000, SAA Quantachrome ASiQwin 1.11, XRF PANalytical Minipal 4, dan Spektrofotometer FT-IR Shimadzu FT-IR 8201 PC.

### *3.2.2 Bahan*

Bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah minyak terpentin (Perum Perhutani Unit 1 Jawa Tengah), aquades, aquademin, zeolit alam (Malang), $Na_2SO_4$ anhidrat (Merck), HCl (Merck), HF (Teknis), $NH_4Cl$ (Merck), $ZrCl_4$ (Merck), gas $N_2$, dan $NH_3$ (Merck).

## 3.3 Prosedur Kerja

### *3.3.1 Perlakuan awal zeolit alam*

Zeolit Alam dari Malang dihancurkan dan dihaluskan hingga berbentuk serbuk halus, kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh. Setelah diayak, zeolit direndam dengan aquades kemudian disaring. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali. Selanjutnya zeolit alam dikeringkan dengan dipanaskan dalam oven dengan temperatur 120$^{o}$C dan dihaluskan kembali. Kemudian setelah dihaluskan, diayak dengan ayakan 100 mesh.

### *3.3.2 Aktivasi zeolit alam (Trisunaryanti, 2005 termodifikasi)*

Zeolit alam 80 g direndam dengan 100 mL larutan HF 1% dalam wadah plastik, kemudian dicuci dengan aquades. Kemudian zeolit alam disaring dan dikeringkan dalam oven bertemperatur 120$^{o}$C dan dihaluskan. Zeolit alam yang telah kering kemudian direndam dengan 100 mL HCl 2 M selama 30 menit kemudian dicuci dengan aquademin sampai ion $Cl^-$ hilang (untuk membuktikan ion $Cl^-$ hilang diuji dengan $AgNO_3$). Setelah bebas ion $Cl^-$, zeolit alam dikeringkan dalam oven bertemperatur 120$^{o}$C dan dihaluskan kembali. Selanjutnya zeolit alam direndam dengan larutan $NH_4Cl$ 1 M selama 1 jam kemudian dicuci dengan aquademin sampai $Cl^-$ hilang (untuk membuktikan ion $Cl^-$ hilang diuji dengan $AgNO_3$). Selanjutnya mengeringkan kembali zeolit alam bebas ion $Cl^-$ dalam oven bertemperatur 120$^{o}$C dan dihaluskan kembali. Selanjutnya zeolit alam yang kering direduksi dengan cara dikalsinasi pada temperatur 400$^{o}$C selama 4 jam dengan dialiri gas $N_2$ dengan laju alir 10 mL/menit. Kemudian zeolit alam yang sudah aktif (zeolit alam teraktivasi) dikarakterisasi menggunakan *X-ray Fluoroscent* (XRF) dan diuji keasamaannya.

### *3.3.3 Impregnasi kation $Zr^{4+}$ ke Zeolit Alam Teraktivasi*

Zeolit alam teraktivasi sebanyak 50 g disiapkan untuk tahap impregnasi ini. Sebanyak 3 x @7 g zeolit alam teraktivasi direndam dalam larutan $ZrCl_4$ ( 1,78 g $ZrCl_4$ dilarutkan dalam 10 mL aquademin, 2,68 g $ZrCl_4$ dilarutkan dalam 10 mL aquademin, dan 3,57 g $ZrCl_4$ dilarutkan dalam 10 mL aquademin) dan dipanaskan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur 90$^{o}$C hingga

seluruh larutan menguap dan zeolit berbentuk seperti bubur. Kemudian sampel dicuci dengan aquademin dicuci dengan aquademin hingga ion $Cl^-$ hilang. Sampel bebas $Cl^-$ dipanaskan dalam oven pada temperatur $90^oC$ hingga kering berbentuk sebuk. Selanjutnya sampel katalis dikalsinasi pada temperatur $400^oC$ selama 4 jam sambil dialiri gas $N_2$ dengan laju alir 10 ml/menit (selanjutnya disebut katalis $Zr^{4+}$/ZA). Katalis yang telah dikalsinasi lalu dikarakterisasi dengan *X-ray Fluoroscent* (XRF), dikarakterisasi keasaman dengan Spektrofotometer-IR dan dihitung nilai keasamaannya dengan uji keasaman metode gravimetri dengan basa ammonia dan piridin.

### *3.3.4 Isolasi α-pinena dari minyak terpentin*

Minyak terpentin sebanyak 750 mL dibebas airkan dengan cara dimasukkan dalam erlenmeyer dan dimasukkan $Na_2SO_4$ anhidrat lalu diaduk. Kemudian setelah bebas air, minyak terpentin disaring dengan kertas saring dan dimasukkan dalam labu alas bulat. Minyak terpentin diisolasi α-pinenanya dengan cara destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Destilasi dilakukan pada temperatur $150^oC$ dan diambil fraksi pertamanya hingga 600 mL. Destilat diuji gugus fungsi yang terkandung dengan spektrofotometer IR dan kadarnya dengan kromatografi gas (GC).

### *3.3.5 Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan Katalis $Zr^{4+}$/ZA (Yadaf, 2004)*

10 mL α-pinena dimasukkan dalam labu leher tiga kemudian direfluks hingga temperatur $140^oC$. Sebelumnya menyiapkan 0,5 g katalis $Zr^{4+}$/ZA yang

sudah dipanaskan dalam oven pada temperatur 120$^{o}$C. Setelah α-pinena mencapai temperatur 140$^{o}$C kemudian dimasukkan katalis dan direaksikan selama 90 menit. Selanjutnya setelah reaksi berakhir campuran didinginkan dan kemudian disentrifugasi untuk memisahkan produk dengan katalis. Campuran disentrifugasi selama 2 x @15 menit. Produk yang telah didapat kemudian dikarakterisasi dengan kromatografi gas (GC) dan untuk hasil terbaik dikarakterisasi dengan kromatografi gas-spektrofotometer massa (GC-MS). Reaksi diulangi dengan waktu 180 menit dan 270 menit, serta diulangi reaksi dengan variasi konsentrasi impregnasi logam pada katalis dan reusabilitas katalis.

### *3.3.6 Regenerasi Katalis $Zr^{4+}$/ZA*

Sisa katalis $Zr^{4+}$/ZA yang digunakan untuk reaksi sebelumnya disiapkan. Katalis yang diregenerasi merupakan katalis sisa reaksi dari produk terbaik. Untuk menghilangkan pengotor organik dilakukan pencucian dengan aquademin sebanyak 3 kali dan dikeringkan. Petroleum benzena digunakan untuk menghilangkan sisa minyak yang ada pada katalis sebanyak 1 kali dan dikeringkan pada oven bertemperatur 120$^{o}$C. selanjutnya katalis yang telah diregenerasi dikalsinasi pada temperatur 400$^{o}$C selama 4 jam. Katalis hasil regenerasi kemudian dikarakterisasi menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) metode BET, *X-ray Fluoroscent* (XRF) dan diuji keasamaannya.

### *3.3.7 Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan Katalis $Zr^{4+}$/ZA regenerasi*

Alfa-pinena sebanyak 2 mL disiapkan dan direfluks pada temperatur 140$^{o}$C. Katalis $Zr^{4+}$/ZA hasil regenerasi dan dipanaskan dalam oven bertemperatur 120$^{o}$C selama 1 jam. Setelah α-pinena mencapai temperatur 140$^{o}$C dimasukkan katalis dan direaksikan sesuai dengan keadaan produk terbaik sebelumnya. Setelah reaksi selesai, campuran dipisahkan antara produk dengan katalis dengan cara disentrifugasi 2 x @15 menit. Produk yang didapat dianalisis dengan kromatografi gas (GC).

## 3.4 Analisis Data

Metode analisis data yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis data untuk karakterisasi zeolit dan analisis hasil reaksi isomerisasi α-pinena. Karakterisasi kation $Zr^{4+}$ yang terimpreg pada zeolit alam teraktivasi baik pada sebelum digunakan untuk reaksi dan untuk variabel reusabilitas menggunakan *X-ray Fluoroscent* (XRF) sedangkan untuk mengetahui keasaman menggunakan uji keasaman dengan metode gravimetri. *Surface Area Analyzer* (SAA) metode BET digunakan untuk mengetahui luas permukaan, jejari pori dan rerata pori katalis baik sebelum digunakan maupun variasi reusabilitas katalis.

Sedangkan analisis hasil kromatografi gas dan kromatografi gas-spektrofotometer massa untuk hasil terbaik yang didapatkan. Kromatografi gas digunakan untuk mengetahui komponen senyawa yang terkandung dalam produk, spektrofotometer IR digunakan untuk mengamati gugus fungsi yang terdapat dalam isolasi minyak terpentin, dan dari kromatografi gas-spektrofotometer massa

diketahui fragmentasi senyawa, jumlah, massa, rumus, dan struktur senyawa produk.

Pengaturan alat pada Kromatografi Gas (GC) dengan kolom HP-5 yang sifatnya semipolar-non polar. Sampel dianalisis dengan kondisi alat GC pada temperatur injektor 270$^{o}$C, temperatur kolom 80$^{o}$C, temperatur detektor 300$^{o}$C dan analisis dilakukan selama 20 menit. Sedangkan untuk mengetahui senyawa produk menggunakan Kromatografi Gas-Spektrofotometer Massa (GCMS). Kondisi alat GC-MS sewaktu digunakan untuk analisis sama dengan kondisi pada GC. Merk dari adalah GC Hawllett Packard 5890 Series II dan GC-MS Shimadzu QP 5000. Pada *Surface Area Analyzer* menggunakan SAA Quantachrome ASiQwin 1.11 dengan pengaturan massa sampel 0,1345 g, dianalisis dengan waktu maksimal 3 jam menggunakan gas $N_2$ dengan *Press. Tolerance* 0,050/0,050 (adsorbsi/desorbsi). Pada *Xray-Fluoresenct* menggunakan XRF PANalytical Minipal 4 dengan pengaturan 20,00 kV, 147 uA dan *Air* 60 detik.

# BAB 5

# SIMPULAN DAN SARAN

## 5.1 Simpulan

Simpulan dari ini adalah katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% yang dipreparasi sebagai reaksi isomerisasi α – pinena menunjukkan hasil yang paling baik dalam konversi α – pinena yaitu sebanyak 3,89% dibandingkan dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 15% dan 20%. Namun setelah katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% diregenerasi hasil menunjukkan konversi α – pinena menjadi lebih besar yaitu 4,26%. Sedangkan konsentrasi senyawa terbesar dalam produk hasil isomerisasi adalah senyawa kamfena hampir di keseluruh variasi katalis dan waktu reaksi. Hasil senyawa produk yang lain adalah limonena.

## 5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, penulis dapat memberikan saran yaitu perlu dilakukan variasi pengembanan logam (sonokimia) dan juga preparasi zeolit (kaslinasi dilakukan pada temperatur >500$^{o}$C). Selain itu waktu reaksi yang perlu ditambah (apabila keasaman rendah sebaiknya watu reaksi >18 jam) mengingat nilai keasaman yang rendah pada katalis dalam penelitian ini sehingga diharapkan hasil konversi α – pinena akan lebih tinggi dan hasil rendemen produk bisa lebih tinggi dari penelitian ini. Juga dilakukan karakterisasi katalis regenerasi dengan melihat permukaan katalis tersebut sehingga mengetahui apakah jelas adakah pengotor yang menempel atau terjadi peracunan pada katalis.

# DAFTAR PUSTAKA


Agustina, M. 2013. Uji Aktivitas Senyawa Hasil Hidrasi α-Pinena Terhadap *Bacillus cereus*. *Indo J. Chem. Sci. 2: 136-141*.

Amelia, N. 2013. Pengaruh Temperatur Pada Reaksi Hidrasi α-Pinena menjadi α-Terpineol Sistem Heterogen Dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Badan Standarisasi Nasional. 2011. SNI 7633: 2011. Jakarta: BSN

Bartholomew, C.H. 2001. Mechanisms of Catalyst Deactivation. *Applied Catalyst A: General, 212: 17-60*.

Bicas, J.L., P. Fontanille, G. M. Pastore. 2008 "Characterization of monoterpene biotransformation in two pseudomonas". *Journal of Applied Microbiology*. *105: 1991-2001*.

Budimarwanti, C. -. Penggolongan Senyawa Organik dan Dasar – dasar Reaksi Organik. Jogjakarta: UGM

Chetam, D., A. 1992. Solid State Compund. Inggris: Oxford University Press

Comelli, N.A., E. N. Ponzi, M. I. Ponzi. 2005 "Isomerization of α-Pinene, Limonene, α-Terpinene,and Terpinolene on Sulfated Zirconia". *JAOCS. 82: 531-535*.

Corma. A, Iborra. S., Velty A. 2007. Chemical Routes For The Transformation of Biomass Into Chemical. *Chemical Review 107(6): 2411-2502*.

Ernawati, D. 2013. http://dyahernawati.wordpress.com/2013/12/27/katalis-heterogen/ diakses 13 Agustus 2014.

Ernawati, D.P. 2009. Isomerisasi α-Pinena Dari Minyak Terpentin Dengan Katalis Asam Sulfat. *Tugas Akhir II*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Ertan, A. Ozkan. 2005. $CO_2$ and $N_2$ Adsorption on The Acid (HCl, $HNO_3$, $H_2SO_4$, and $H_3PO_4$) Treated Zeolites. *Journal Adsorption 11: 151-156*.

Eswaramoorthi I., V. Sundaramurthy, N. Lingappan. 2004. Hydroisomerisation of C6 – C7 *n*-alkanes over Pt Loaded Zirconium Containing Al-MCM-41 molecular sieves. *Journals Microporous and Mesoporous Materials 71: 109-115*.

Fleig. H. 2005. *Turpentines*. Chap 14. Wiley-VCH Verlag GmbH and Co., KgaA, Weinhem.

Flores-Holguin, N. Aquilar-Elguezabal. A. Rodriguez-Valdez, L.Glossman-Mitnik, D. 2008. Theoritical Study Of Chemical Reactivity of The Main Species in The α-Pinene Isomerization Reaction. *Journal of Molecular Structure THEOCHEM 854(1-3): 81-88*.

Grzona, L., N. Comelli, O. Masini, E. Ponzi. 1999 " Liquid Phase Isomerization of alpha-pinene Study of The Reaction in Sulfated $ZrO_2$". *Akademiai Kiado, 69, (2): 271-276.*

Gunawan, D. S, Mulyani. 2004. Ilmu Obat Alam (Farmakognosi) Jilid I. Jakarta: Penebar Swadaya.

Handayani, T. 2015. Pengaruh Waktu Dan Temperatur Pada Reaksi Isomerisasi ø-Pinena Menggunaan Katalis $Zr^{4+}$/Zeolit Alam. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Irvanto, B. 2012. Preparasi Katalis Ni/Zeolit Alam Dengan Metode Sonokimia Untuk Perengkahan Katalitik Polipropilen dan Polietilen. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Ketaren, S. 1985. Pengantar Teknologi Minyak Atsiri. Jakarta: Penebar Swadaya.

Ketaren, S. 1986. Minyak dan Lemak Pangan. Edisi I, Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press).

Khabib, I. 2013. Studi Deaktivasi dan Regenerasi Katalis Ni/ZA Pada Reaksi Perengkahan Polipropilena. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Perum Perhutani. 2014. Laporan Tahunan Perum Perhutani, diakses pada tanggal 11 Agustus 2015 melalui http://perumperhutani.com/wpcontent/uploads/2014/08/ARA_Perhutani_2014_LOW.pdf

Prianto, B., 2008. Katalis Heterogen Dengan Mekanisme *Langmuir-Hinshelwood* Sebagai Model Reaksi Elektrolisis NaCl. *Berita Dirgantara 9(3): 51-54*.

Reddy, B.M., M. K. Patil. 2009. Organic Syntheses and Transformations Catalyzed Sulfated Zirconia. *Chemical Reviews*. *109, (6): 2185-2208.*

Reddy, B.M., P. M. Sreekanth, V. R. Reddy. 2004. Modified zirconia solid acid catalysts for organic synthesis and transformations. *Journal of Molecular Catalysis*. 225: 17-78.

Rodiansono., W. Trisunaryanti, dan Triyono. 2007. Pengaruh Pengembanan Logam Ni dan $Nb_2O_5$ pada Karakter Katalis Ni/Zeolit dan Ni/Zeolit-$Nb_2O_5$. *Sains dan Terapan Kimia, 1(1): 20-28.*

Santi, D. 2013. Modifikasi Zeolit Alam Sebagai Katalis dan Uji Aktivitas Katalis Dalam Reaksi Hidrorengkah Minyak Kulit Jambu Mete (Anacardium Occidentale) Menjadi Biogasoline dan Biodiesel. *Istech Vol. 5, No.2, Agustus 2013 : 104-108*.

Sastrohamidjojo, H. 1996. Sintesis Bahan Alam. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.

Severino, A., Esculcas, A., Rocha, J., Vital, J., Lobo, L., 1996. Effect of extra-lattice aluminium species on the activity, selectivity and stability of acid zeolites in the liquid phase isomerisation of a-pinene. *Applied Catalysis A General 142 (2): 255–278*

Smith, K,. 1992. *Solid Support and Catalyst in Organic Synthesis*. London: Ellis Horwood PTR, Prentice Hall.

Sudarmin. 2003. Kimia Organik Bahan Alam. Semarang: Universitas Negeri Semarang

Syamsuddin, Y., H Husin. 2010. Pembuatan Katalis Padat $ZrO_2/Al_2O_3$ Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan, Universitas Syiah Kuala, Aceh*

Taufiqqurachman. 2013. http://taufiqurrachman.weblog.esaunggul.ac.id/wp-content/uploads/sites/968/2013/11/TIN107-7-Fasa-Transformasi.pdf diakses 18 Maret 2014

Trisunaryanti, W., E. Triwahyuni., dan S. Sudiono. 2005. Preparasi, Modifikasi, dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *TEKNOI 10(4) : 269-282.*

Trisunaryanti, W., Triyono, dan F. Taufiyanti. 2002. Deaktivasi dan Regenerasi Katalis Cr/Zeolit Alam Aktif untuk Proses Konversi Metil Isobutil Keton. *Gama Sains, 4(2): 142-14.*

Viljava, T.R., R.S. Kulainen, dan A.O.I. Krouse. 2000. Effect of $H_2S$ on Stability of Co-Mo/$Al_2O_3$ Catalysts during Hydrodeoxygenation. *Catal.Today (60): 83-92*.

Wijayati, N. 2014. Sintesis α-Terpineol Melalui Hidrasi α-Pinena Dengan Katalis Homogen (SA, MCA, TCA) dan Heterogen (ZHY, TCA/ZHY) Serta Uji Aktivitas α-Terpineol Sebagai Zat Antibakteri. *Disertasi*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.

Witanto, E. dan W. Trisunaryanti. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Aktif. *Seminar Nasional VI SDM TEKNOLOGI NUKLIR*, -

Wiyono, B., S. Tachibana, dan D. Tinambuan. 2006. Chemical Composition of Indonesia Pinus merkusii Turpentine Oil, Gum Oleoresins dan Rosins from Sumatra and Java, *Pakistan Journal of Biological Sciences, 9(1): 7-14*

Yadav, MK., CD. Chudasama, RV. Jasra. 2004 "Isomerisation of α -pinene using modified montmorillonite clays". *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 216: 51–59.*

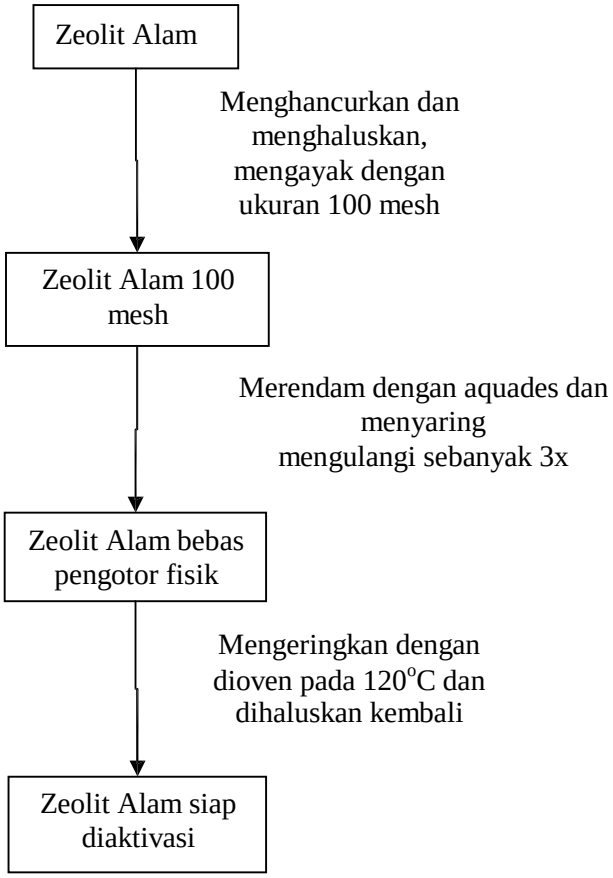
Yuanita, D. L. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakteristik Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*

Zinkel, D.F., Russel, J. 1980. *Naval Stores; Production, Chemistry and Utilisation.* New York: Pulp Chemicals Association.

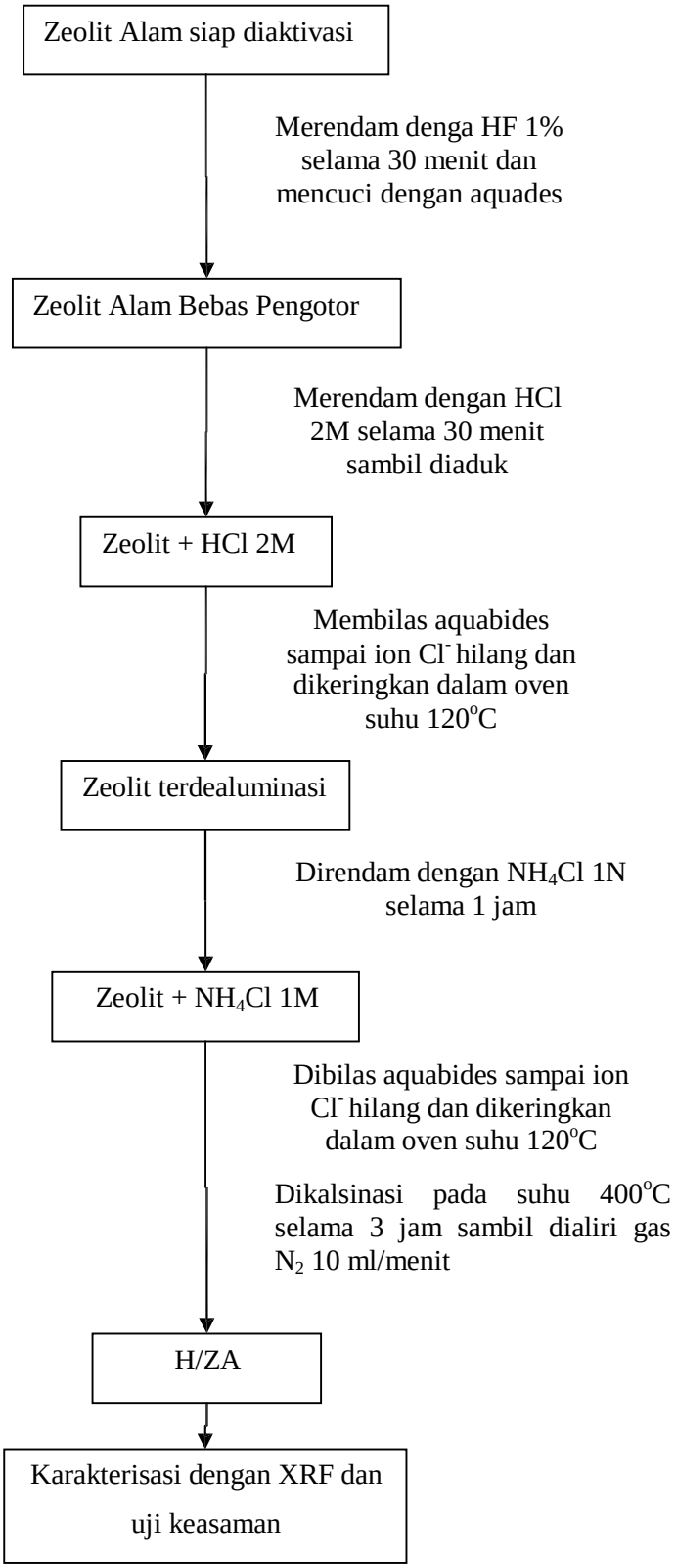
# LAMPIRAN

## Lampiran 1. Diagram Kerja

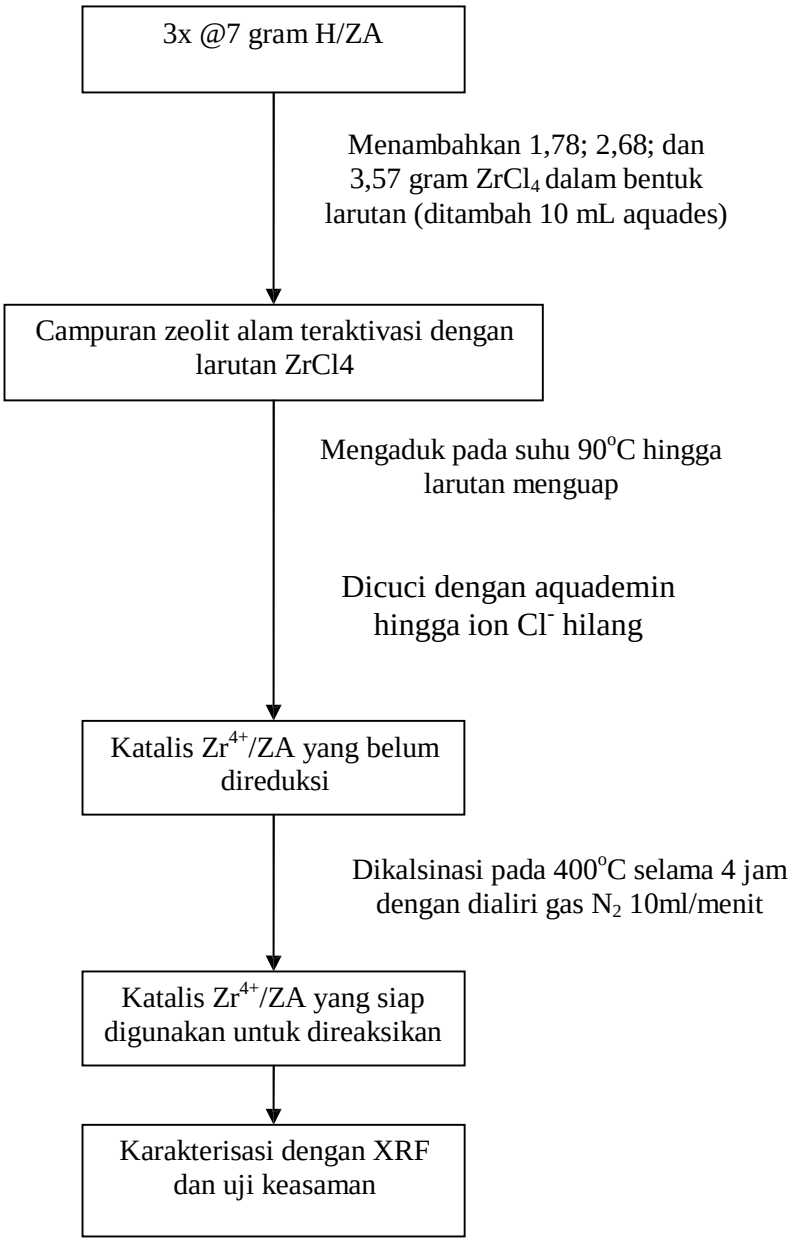
### 1. Perlakuan Awal Zeolit Alam



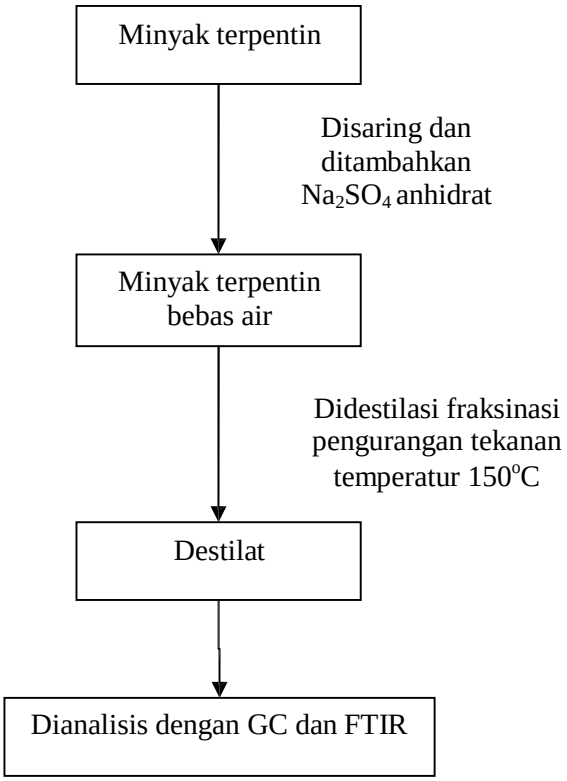
**2. Aktivasi Zeolit Alam (Trisunaryanti, 2005)**



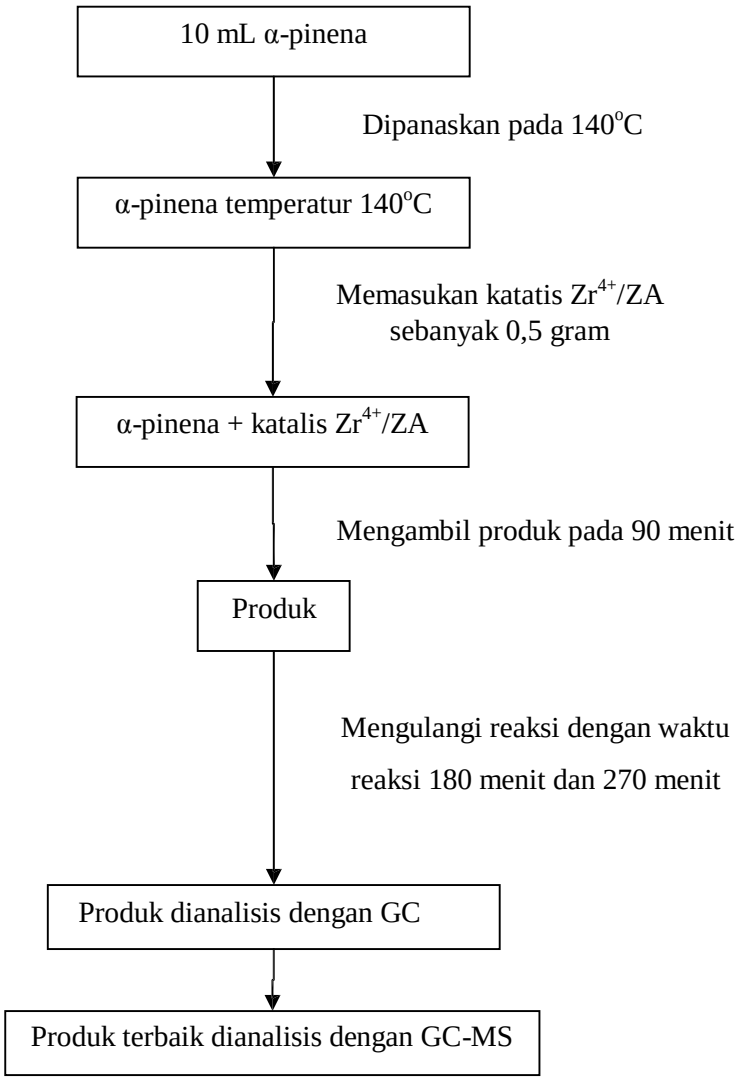
**3. Impregnasi Logam Zr ke Zeolit Alam Teraktivasi**



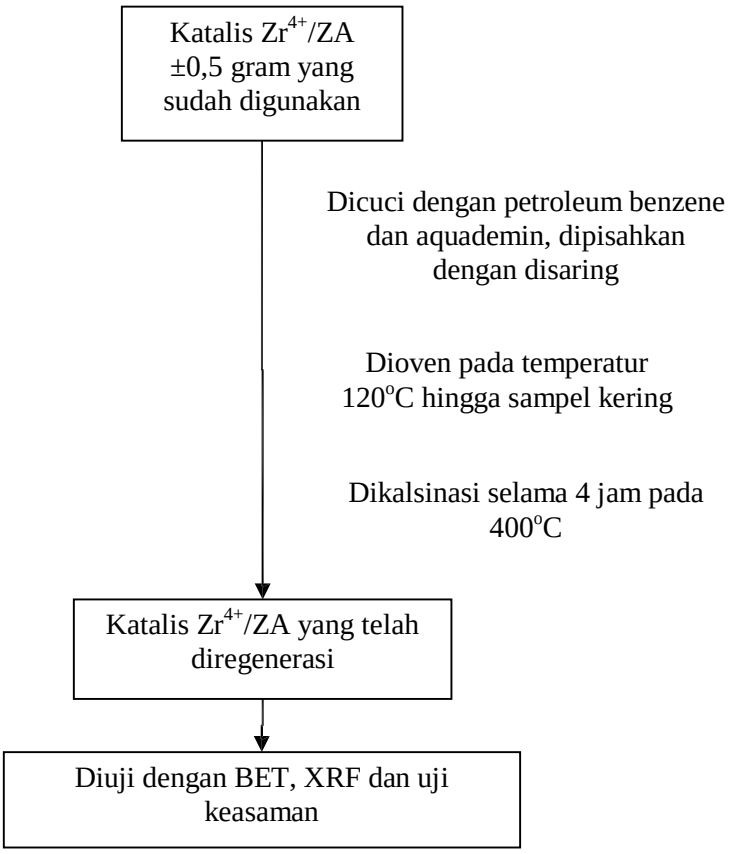
**4. Isolasi α-Pinena dari Minyak Terpentin**



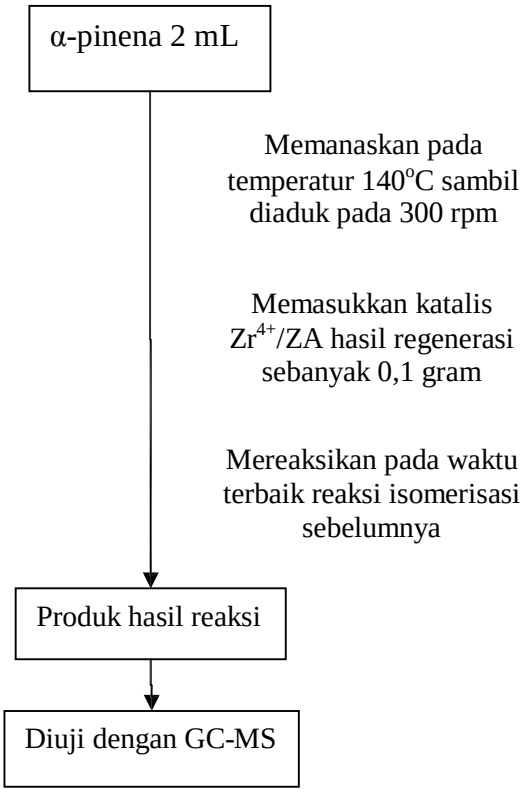
**5. Reaksi Isomerisasi α-Pinena**



**6. Regenerasi Katalis $Zr^{4+}$/ZA**



**7. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan Katalis $Zr^{4+}$/ZA Regenerasi**



**Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan**

**Pembuatan larutan HCl 2M**

$$M = \frac{\rho . \% . 1000}{Mr}$$

$$M = \frac{1,19 \times 0,37 \times 1000}{36,15} = 12,8\ M$$

Pembuatan larutan HCl 2 M dari HCl 12,8 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,8 \times V_1 = 2 \times 500$$

$$V_1 = \frac{1000}{12,8}$$

$$V_1 = 78,125\ mL$$

Jadi volume HCl pekat yang harus diencerkan agar menjadi konsentrasi 2M sebanyak 500 mL adalah 78,125 mL.

**Pembuatan larutan $NH_4Cl$ 1N**

$$M = \frac{gram}{Mr} \times \frac{1000}{volume\ larutan}$$

$$1M = \frac{gram}{54,49} \times \frac{1000}{500}$$

$$gram = \frac{54,49}{1\ M} \times \frac{500}{1000} = 27,245\ gram$$

Jadi massa $NH_4Cl$ yang harus ditimbang untuk menjadi larutan $NH_4Cl$ 1N adalah sebanyak 27,245 gram.

**Impregnasi logam aktif $ZrCl_4$**

Logam yang akan diimpregnasikan terdapat dalam bentuk kristal garam $ZrCl_4$

Ar Zr = 91,22; Ar Cl = 35,5

Jadi Mr $ZrCl_4$ adalah 233,22

Perhitungan garam $ZrCl_4$ yang diimpregnasikan sebesar 10 % adalah:

Untuk Zr 10% berat garam $ZrCl_4$ yang ditimbang adalah

$$\frac{10}{100} \text{ X } 7 \text{ gram} = 0{,}7 \text{ gram}$$

$$\frac{\text{MR garam}}{\text{Ar logam}} \text{ x r gram} = \text{berat garam yang akan diimpregnasi}$$

$$\frac{233{,}22}{91{,}22} \text{ x } 0{,}7 \text{ gram} = 1{,}7897 \text{ gram}$$

Perhitungan garam $ZrCl_4$ yang diimpregnasikan sebesar 15 % adalah:

Untuk Zr 10% berat garam $ZrCl_4$ yang ditimbang adalah

$$\frac{15}{100} \text{ X } 7 \text{ gram} = 1{,}05 \text{ gram}$$

$$\frac{\text{MR garam}}{\text{Ar logam}} \text{ x r gram} = \text{berat garam yang akan diimpregnasi}$$

$$\frac{233{,}22}{91{,}22} \text{ x } 1{,}05 \text{ gram} = 2.845 \text{ gram}$$

Perhitungan garam $ZrCl_4$ yang diimpregnasikan sebesar 20 % adalah:

Untuk Zr 10% berat garam $ZrCl_4$ yang ditimbang adalah

$$\frac{20}{100} \text{ X } 7 \text{ gram} = 1{,}4 \text{ gram}$$

$$\frac{\text{MR garam}}{\text{Ar logam}} \text{ x } 2{,}5 \text{ gram} = \text{berat garam yang akan diimpregnasi}$$

$$\frac{233{,}22}{91{,}22} \text{ x } 1{,}4 \text{ gram} = 3{,}5794 \text{ gram}$$

**Uji keasaman dengan Basa Ammonia**

| No | Sampel | Berat Krus Kosong ($W_o$) | Berat Krus + sampel ($W_1$) | Berat Krus + Sampel + $NH_3$ ($W_2$) | Keasaman |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | H/ZA | 35,2341 | 35,3379 | 35,3498 | 6,7437 |
| 2 | $Zr^{4+}$/ZA 10% | 20,5746 | 20,6785 | 20,6843 | 3,2837 |
| 3 | $Zr^{4+}$/ZA 15% | 36,7355 | 36,8417 | 36,8459 | 2,2834 |
| 4 | $Zr^{4+}$/ZA 20% | 31,8171 | 31,9193 | 31,9223 | 1,7261 |
| 5 | $Zr^{4+}$/ZA 10% R | 20,5731 | 20,6773 | 20,6834 | 3,4436 |

A. Keasaman H/ZA

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan =35,2341gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan =35,3379gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi =35,3498gram

Keasaman ZA = $\frac{(35,3498-35,3379)}{(35,3379-35,2341)x17,0304} x\ 1000 \frac{mmol}{gram}$

= 6,7437 mmol/gram

B. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 10%

Beratkrus porselin kosong setelah dipanaskan = 20,5746 gram

Beratkrusporselin berisi sampel setelah dipanaskan = 20,6785 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 20,6843gram

Keasaman ZA = $\frac{(20,6843-20,6785)}{(20,6785-20,5746)x17,0304} x\ 1000 \frac{mmol}{gram}$

= 3,2837 mmol/gram

C. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 15%

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 36,7355 gram

Berat krus porselin berisi sampelsetelah dipanaskan = 36,8417 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 36,8459gram

Keasaman ZA = $\frac{(36,8459-36,8417)}{(36,8417-36,7355)x17,0304} x\ 1000 \frac{mmol}{gram}$

= 2,2834 mmol/gram

D Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 20%

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 31,8171 gram

Berat krusporselin berisi sampelsetelah dipanaskan = 31,9193 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 31,9233 gram

Keasaman ZA = $\frac{(31,9233-31,9193)}{(31,9193-31,8171)x17,0304} x\ 1000 \frac{mmol}{gram}$

= 1,7261 mmol/gram

E. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 10%R

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 20,5731 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 20,6733 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 20,6834 gram

Keasaman ZA = $\frac{(20,6834-20,6733)}{(20,6733-20,5731)x17,0304} x\ 1000 \frac{mmol}{gram}$

= 3,4436 mmol/gram

**Uji keasaman dengan Basa Piridin**

| No | Sampel | Berat Krus Kosong ($W_o$) | Berat Krus + sampel ($W_1$) | Berat Krus + Sampel + $NH_3$ ($W_2$) | Keasaman |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | H/ZA | 36,7476 | 36,8557 | 36,8617 | 0,6607 |
| 2 | $Zr^{4+}$/ZA 10% | 33,9246 | 34,0306 | 34,0357 | 0,5727 |
| 3 | $Zr^{4+}$/ZA 15% | 20,5733 | 20,6820 | 20,6857 | 0,3285 |
| 4 | $Zr^{4+}$/ZA 20% | 30,8995 | 31,0028 | 31,0051 | 0,2651 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 5 | $Zr^{4+}$/ZA 10% R | 34,0426 | 34,1476 | 34,1522 | 0,5215 |

A. Keasaman H/ZA

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 36,8617 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 36,8557 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 36,8571 gram

Keasaman ZA = $\frac{(36{,}8617-36{,}8557)}{36{,}8557-36{,}7476\ x84} x\ 1000\ \frac{mmol}{gram}$

= 0,6607 mmol/gram

B. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 10%

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 34,0357 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 34,0306 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 34,0318 gram

Keasaman ZA = $\frac{(34{,}0357-34{,}0316)}{34{,}0316-33{,}9246\ x84} x\ 1000\ \frac{mmol}{gram}$

= 0,5727 mmol/gram

C. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 15%

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 20,6857 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 20,6820 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 20,6827 gram

Keasaman ZA = $\frac{(20{,}6857-20{,}6820)}{20{,}6820-20{,}5733\ x84} x\ 1000\ \frac{mmol}{gram}$

= 0,3285 mmol/gram

D Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 20%

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 31,0051 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 31,0028 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 31,0031 gram

Keasaman ZA = $\frac{(31{,}0051-31{,}0028)}{31{,}0028-30{,}8995\ x84} x\ 1000\ \frac{mmol}{gram}$

= 0,2651 mmol/gram

E. Keasaman $Zr^{4+}$/ZA 10%R

Berat krus porselin kosong setelah dipanaskan = 34,1522 gram

Berat krus porselin berisi sampel setelah dipanaskan = 34,1476 gram

Berat krus porselen setelah adsorpsi = 34,1485 gram

Keasaman ZA = $\frac{(34{,}1522-34{,}1476)}{34{,}1476-34{,}0426\ x84} x\ 1000\ \frac{mmol}{gram}$

= 0,5215 mmol/gram

**Lampiran 3. Data Hasil Karakterisasi Katalis dan Analisa Produk**

Data karakterisasi XRF

1. Data XRF H/ZA

18-Mar-2015 10:04:48

**Sample results - Averages**

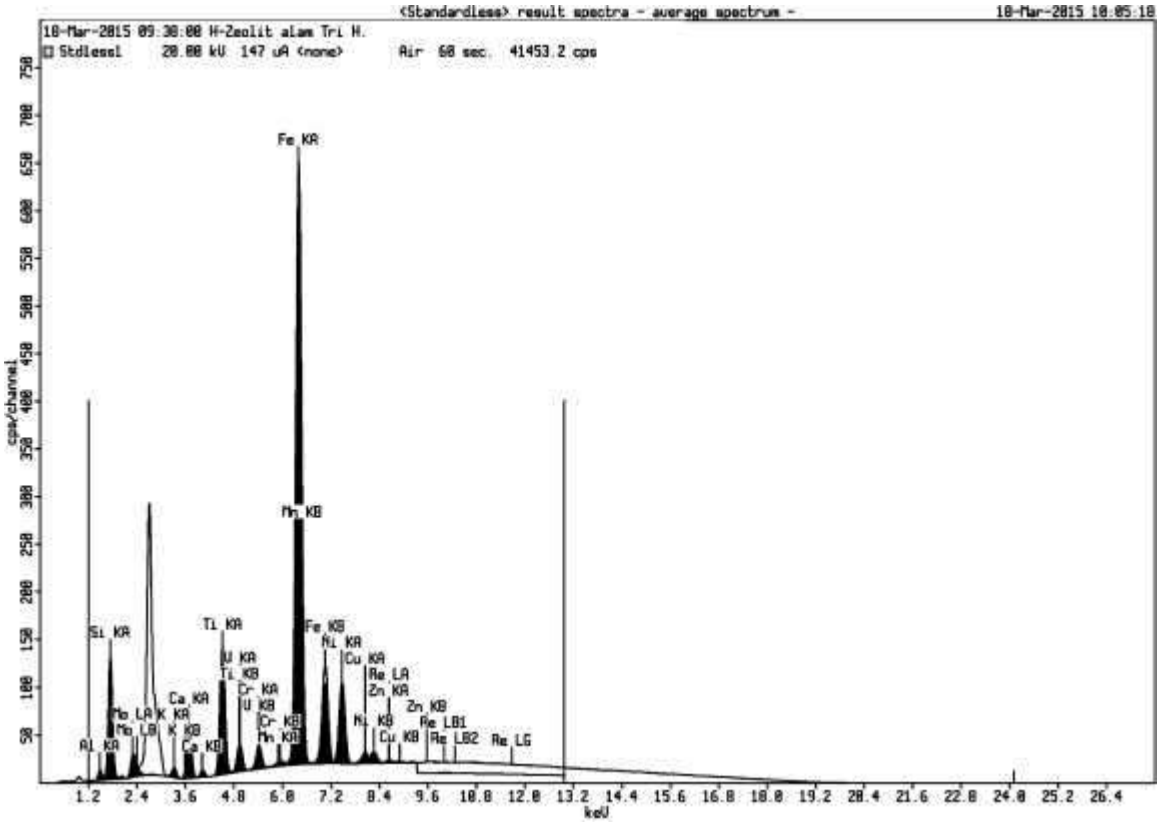
Page 1

| Sample ident |
|---|
| H-Zeolit alam Tri H. |

| | |
|---|---|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | Average of 3 |
| Measurement period - start | 18-Mar-2015 08:55:18 |
| Measurement period - end | 18-Mar-2015 09:38:00 |
| Position | 4 |

| Compound | Al | Si | K | Ca | Ti | V | Cr |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 10 +/- 0.2 | 47.3 +/- 0.3 | 0.95 +/- 0.02 | 3.63 +/- 0.03 | 5.64 +/- 0.02 | 0.42 +/- 0.06 | 0.71 +/- 0.02 |
| Unit | % | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Mn | Fe | Ni | Cu | Mo | Zn | Re |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 0.10 +/- 0.007 | 18.6 +/- 0.2 | 2.87 +/- 0.003 | 0.41 +/- 0.01 | 8.58 +/- 0.13 | 0.03 +/- 0.006 | 0.4 +/- 0.03 |
| Unit | % | % | % | % | % | % | % |



2. Data XRF $Zr^{4+}$/ZA 10%

18-Mar-2015 10:04:12

## Sample results - Averages

Page 1

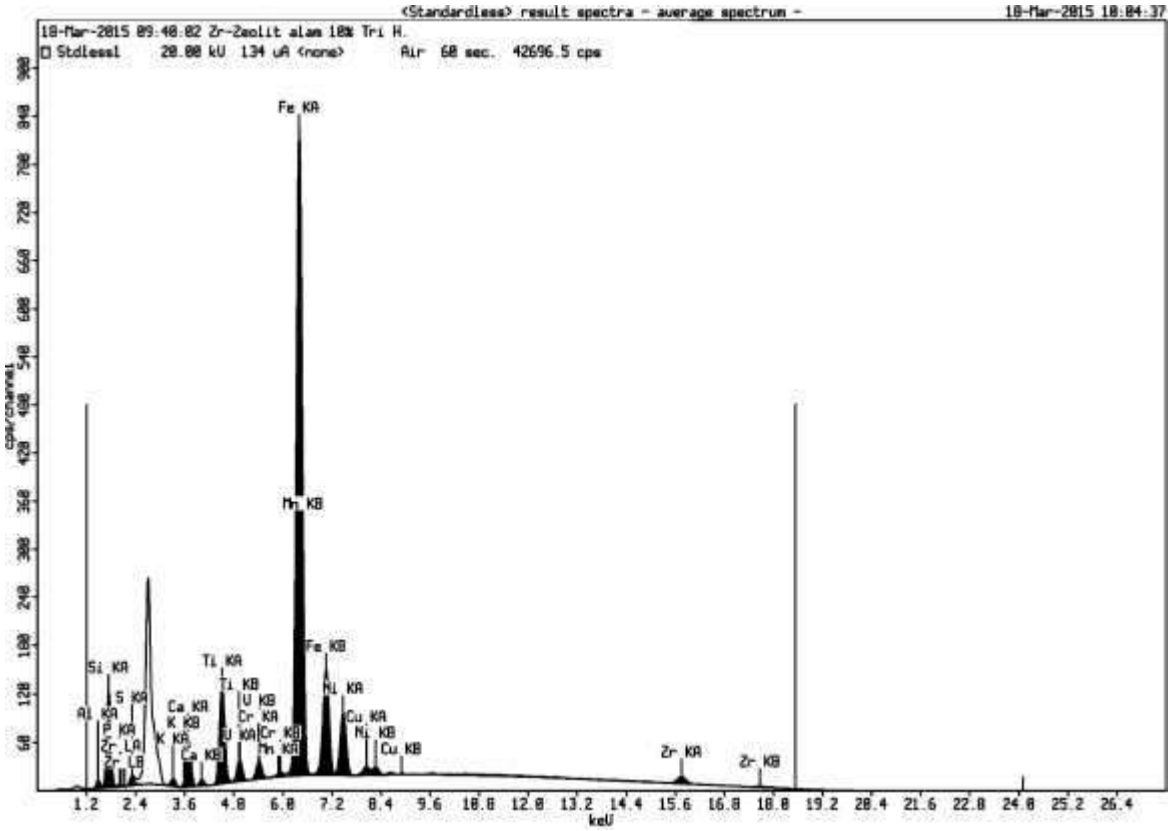
| Sample ident |
|---|
| Zr-Zeolit alam 10% Tri H. |

| | |
|---|---|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | Average of 3 |
| Measurement period - start | 18-Mar-2015 08:57:43 |
| Measurement period - end | 18-Mar-2015 09:40:02 |
| Position | 5 |

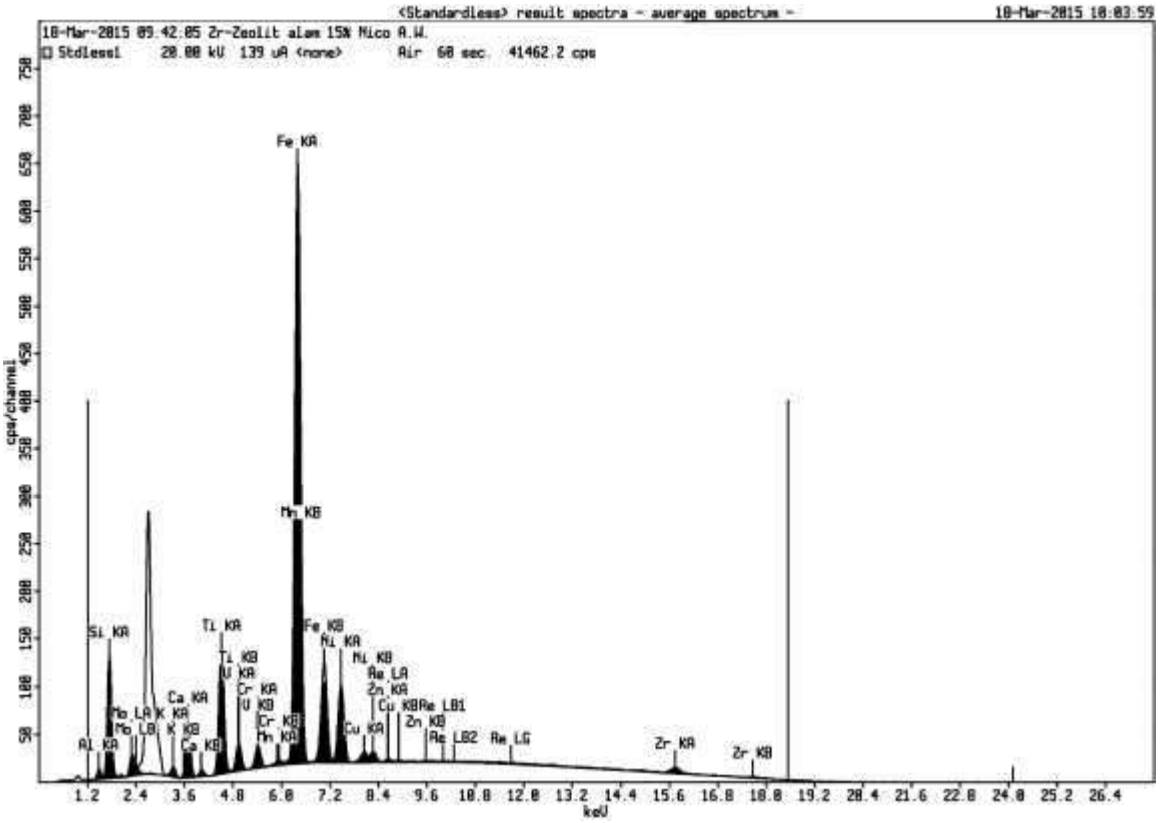
| Compound | Al | Si | P | S | K | Ca |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 9.5 +/- 0.2 | 41.6 +/- 0.1 | 0.6 +/- 0.05 | 1.6 +/- 0.03 | 0.79 +/- 0.02 | 3.76 +/- 0.05 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Ti | V | Cr | Mn | Fe | Ni |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 4.86 +/- 0.06 | 0.35 +/- 0.04 | 0.60 +/- 0.02 | 0.082 +/- 0.0099 | 22.3 +/- 0.2 | 2.55 +/- 0.01 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Cu | Zr |
|---|---|---|
| Conc | 0.38 +/- 0.0098 | 11 +/- 0.1 |
| Unit | % | % |



3. Data XRF $Zr^{4+}$/ZA 15%




18-Mar-2015 10:03:36

## Sample results - Averages

Page 1

| Sample ident |
|---|
| Zr-Zeolit alam 15% Nico A.W. |

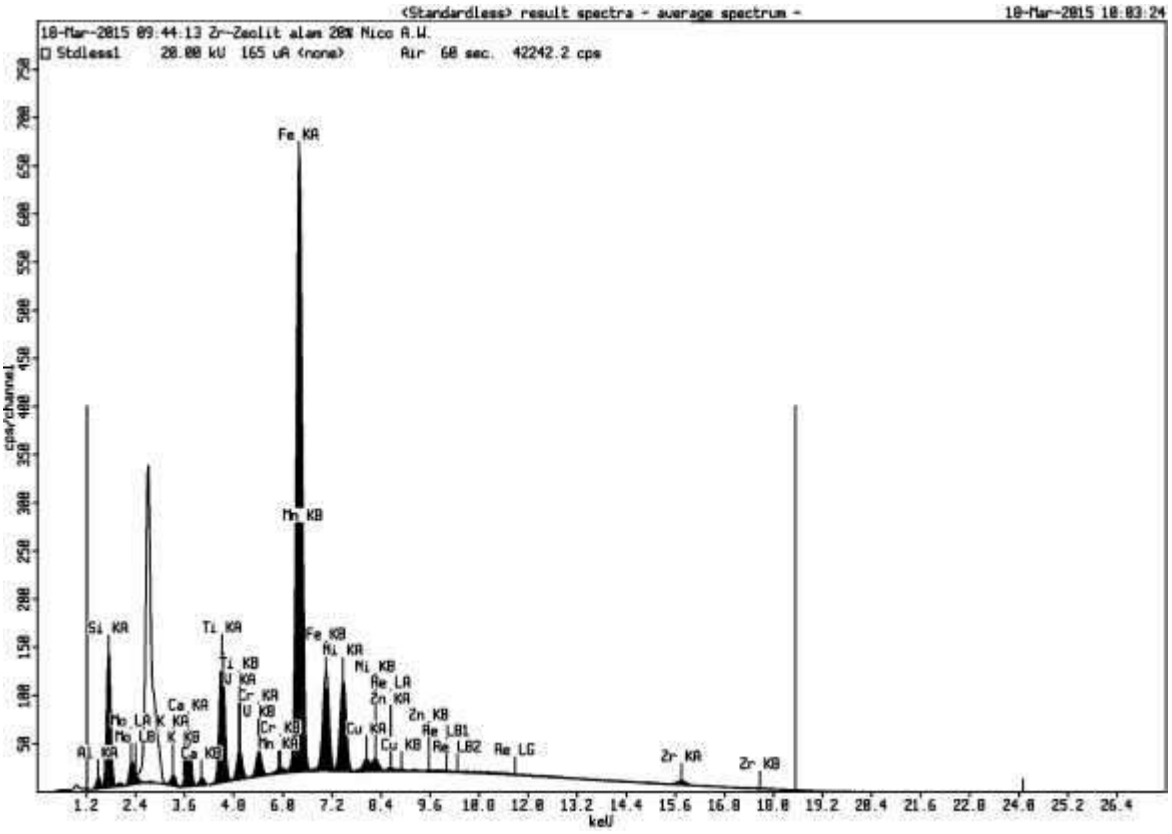
| | |
|---|---|
| **Application** | <Standardless> |
| **Sequence** | Average of 3 |
| **Measurement period - start** | 18-Mar-2015 08:59:45 |
| **Measurement period - end** | 18-Mar-2015 09:42:05 |
| **Position** | 6 |

| Compound | Al | Si | K | Ca | Ti | V |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 9.8 +/- 0.03 | 44.4 +/- 0.1 | 0.90 +/- 0.007 | 3.40 +/- 0.02 | 5.42 +/- 0.04 | 0.38 +/- 0.06 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Cr | Mn | Fe | Ni | Cu | Zn |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 0.64 +/- 0.01 | 0.086 +/- 0.008 | 17.5 +/- 0.1 | 2.52 +/- 0.03 | 0.36 +/- 0.004 | 0.02 +/- 0.008 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Zr | Mo | Re |
|---|---|---|---|
| Conc | 6.8 +/- 0.1 | 7.5 +/- 0.2 | 0.4 +/- 0.01 |
| Unit | % | % | % |

4. Data XRF $Zr^{4+}$/ZA 20%




18-Mar-2015 10:03:02

## Sample results - Averages

Page 1

| Sample ident |
|---|
| Zr-Zeolit alam 20% Nico A.W. |

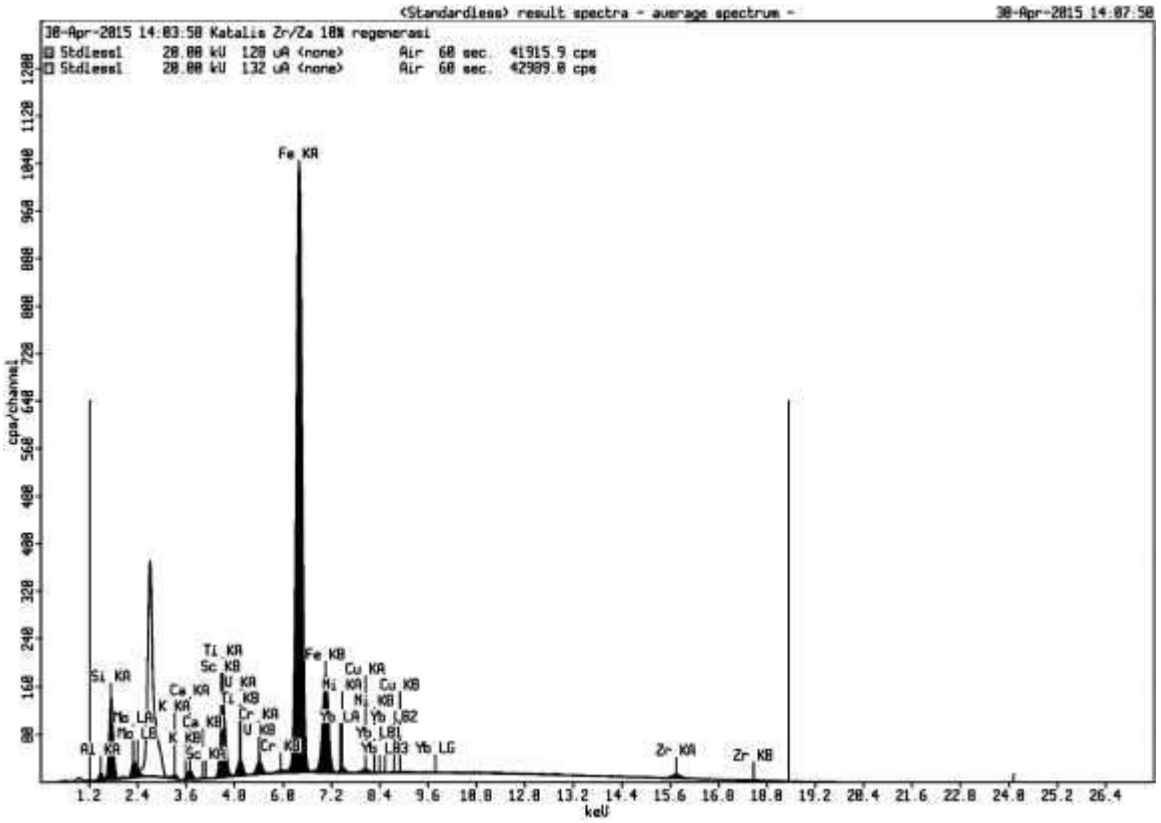
| | |
|---|---|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | Average of 3 |
| Measurement period - start | 18-Mar-2015 09:01:50 |
| Measurement period - end | 18-Mar-2015 09:44:13 |
| Position | 7 |

| Compound | Al | Si | K | Ca | Ti | V |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 10 +/- 0.06 | 45.8 +/- 0.3 | 0.93 +/- 0.02 | 3.77 +/- 0.05 | 5.43 +/- 0.08 | 0.39 +/- 0.05 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Cr | Mn | Fe | Ni | Cu | Zn |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 0.67 +/- 0.0096 | 0.10 +/- 0.01 | 16.9 +/- 0.1 | 2.80 +/- 0.03 | 0.39 +/- 0.01 | 0.06 +/- 0.01 |
| Unit | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Zr | Mo | Re |
|---|---|---|---|
| Conc | 4.5 +/- 0.1 | 7.69 +/- 0.09 | 0.3 +/- 0.06 |
| Unit | % | % | % |

5. Data XRF $Zr^{4+}$/ZA 10% Regenerasi




30-Apr-2015 14:06:53

## Sample results - Averages

Page 1

| Sample ident |
|---|
| Katalis Zr/Za 10% regenerasi |

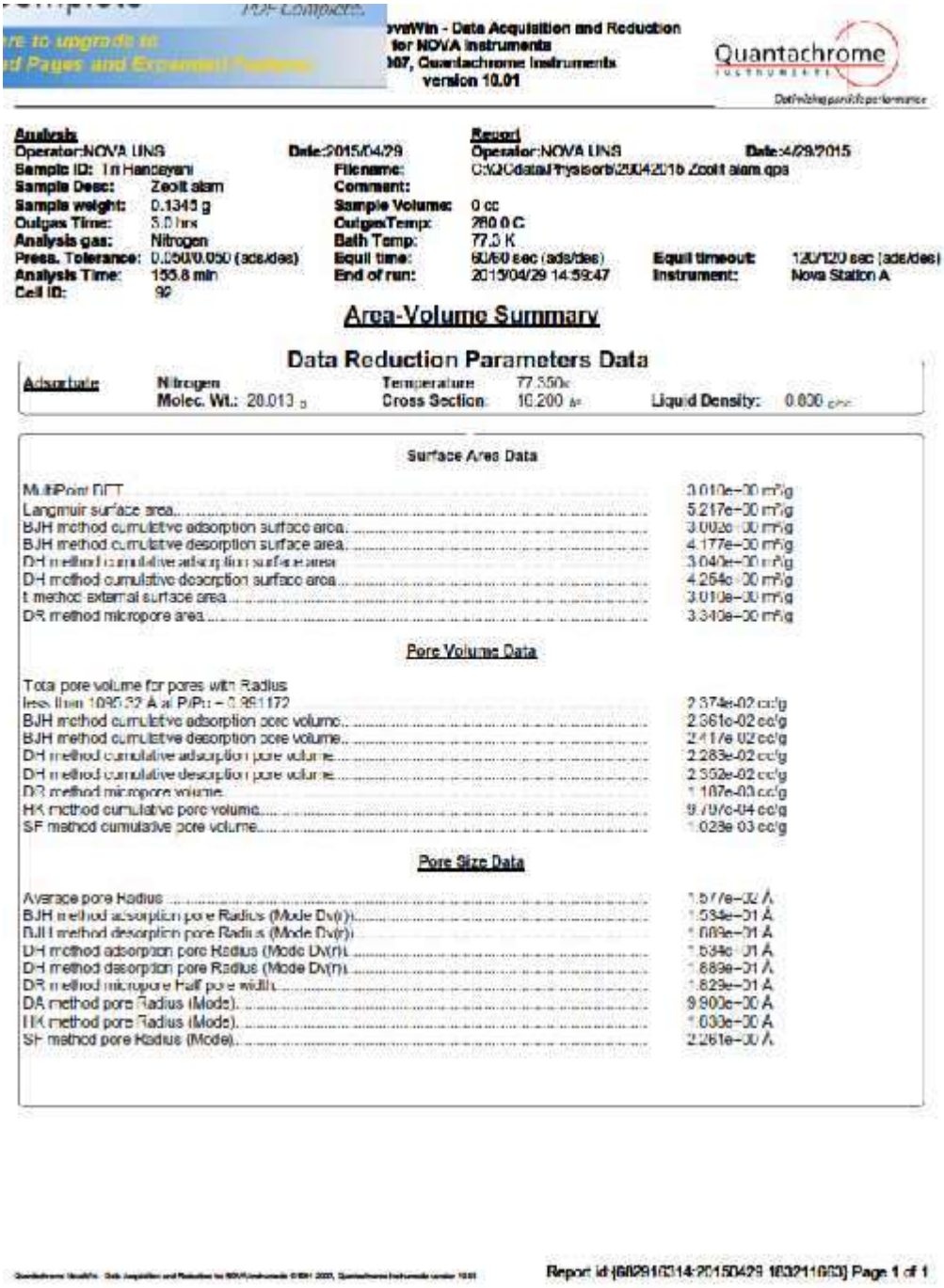
| | |
|---|---|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | Average of 3 |
| Measurement period - start | 30-Apr-2015 13:38:39 |
| Measurement period - end | 30-Apr-2015 14:03:58 |
| Position | 6 |

| Compound | Al | Si | K | Ca | Ti | Sc | V |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 9.4 +/- 0.1 | 40.5 +/- 0.2 | 0.50 +/- 0.01 | 0.90 +/- 0.008 | 4.15 +/- 0.02 | 0.02 +/- 0.008 | 0.32 +/- 0.003 |
| Unit | % | % | % | % | % | % | % |

| Compound | Cr | Fe | Ni | Cu | Zr | Mo | Yb |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Conc | 0.51 +/- 0.009 | 25.7 +/- 0.2 | 0.20 +/- 0.01 | 0.19 +/- 0.01 | 7.1 +/- 0.3 | 7.81 +/- 0.095 | 0.1 +/- 0.05 |
| Unit | % | % | % | % | % | % | % |

Data Karakterisasi BET

1. Data BET H/ZA



NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA Instruments
©1997, Quantachrome Instruments
version 10.01

Quantachrome INSTRUMENTS

**Analysis**
Operator: NOVA LINS — Date: 2015/04/29
Sample ID: Tri Handayani — Filename: C:\QCdata\Physisorb\20042015 Zeolit alam.qps
Sample Desc: Zeolit alam — Comment:
Sample weight: 0.1345 g — Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 5.0 hrs — Outgas Temp: 280.0 C
Analysis gas: Nitrogen — Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des) — Equil time: 60/60 sec (ads/des) — Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)
Analysis Time: 155.8 min — End of run: 2015/04/29 14:59:47 — Instrument: Nova Station A
Cell ID: 90

**Report**
Operator: NOVA LINS — Date: 4/29/2015

## Area-Volume Summary

### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate: Nitrogen — Temperature: 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g — Cross Section: 16.200 Å² — Liquid Density: 0.808 g/cc

**Surface Area Data**

| | |
|---|---|
| MultiPoint BET | 3.010e+00 m²/g |
| Langmuir surface area | 5.217e+00 m²/g |
| BJH method cumulative adsorption surface area | 3.002e+00 m²/g |
| BJH method cumulative desorption surface area | 4.177e+00 m²/g |
| DH method cumulative adsorption surface area | 3.040e+00 m²/g |
| DH method cumulative desorption surface area | 4.254e+00 m²/g |
| t method external surface area | 3.010e+00 m²/g |
| DR method micropore area | 3.340e+00 m²/g |

**Pore Volume Data**

| | |
|---|---|
| Total pore volume for pores with Radius less than 1096.32 Å at P/Po = 0.991172 | 2.374e-02 cc/g |
| BJH method cumulative adsorption pore volume | 2.361e-02 cc/g |
| BJH method cumulative desorption pore volume | 2.417e-02 cc/g |
| DH method cumulative adsorption pore volume | 2.283e-02 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume | 2.352e-02 cc/g |
| DR method micropore volume | 1.187e-03 cc/g |
| HK method cumulative pore volume | 9.709e-04 cc/g |
| SF method cumulative pore volume | 1.028e-03 cc/g |

**Pore Size Data**

| | |
|---|---|
| Average pore Radius | 1.577e+02 Å |
| BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.534e+01 Å |
| BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.689e+01 Å |
| DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.534e+01 Å |
| DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.689e+01 Å |
| DR method micropore Half pore width | 1.829e+01 Å |
| DA method pore Radius (Mode) | 9.900e+00 Å |
| HK method pore Radius (Mode) | 1.030e+00 Å |
| SF method pore Radius (Mode) | 2.261e+00 Å |

Report id:[68291/0314-20150429 103211003] Page 1 of 1

Slope = 1111,649 Intersept = 45,49

Surface Area = 23,27471 $m^2/g$

2. Data BET $Zr^{4+}$/ZA 10%

PDF Complete
re to upgrade to
d Pages and Expanded Features

ovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Quantachrome INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

**Analysis**
Operator:NOVA UNS Date:2015/04/30
Sample ID: In Handayani
Sample Desc: Zr - Zeolit alam
Sample weight: 0.1328 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)
Analysis Time: 164.9 min
Cell ID: 92

**Report**
Operator:NOVA UNS Date:4/30/2015
Filename: C:\Q\Data\Physisorb\29012015 Zr - Zeolit alam.qps
Comment:
Sample Volume: 0 cc
OutgasTemp: 280.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/60 sec (ads/des)
End of run: 2015/04/30 22:26:33
Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A

## Area-Volume Summary

### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate: Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013 g
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²
Liquid Density: 0.808 g/cc

**Surface Area Data**

| | |
|---|---|
| MultiPoint BET | 3.106e+00 m²/g |
| Langmuir surface area | 5.304e+00 m²/g |
| BJH method cumulative adsorption surface area | 3.204e+00 m²/g |
| BJH method cumulative desorption surface area | 3.600e+00 m²/g |
| DH method cumulative adsorption surface area | 3.246e+00 m²/g |
| DH method cumulative desorption surface area | 3.670e+00 m²/g |
| t-method external surface area | 3.108e+00 m²/g |
| DR method micropore area | 3.539e+00 m²/g |

**Pore Volume Data**

| | |
|---|---|
| Total pore volume for pores with Radius less than 1320.66 Å at P/Po = 0.992094 | 7.544e-02 cc/g |
| BJH method cumulative adsorption pore volume | 2.512e-02 cc/g |
| BJH method cumulative desorption pore volume | 2.507e-02 cc/g |
| DH method cumulative adsorption pore volume | 2.458e-02 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume | 2.407e-02 cc/g |
| DR method micropore volume | 1.258e-03 cc/g |
| HK method cumulative pore volume | 1.027e-03 cc/g |
| SF method cumulative pore volume | 1.063e-03 cc/g |

**Pore Size Data**

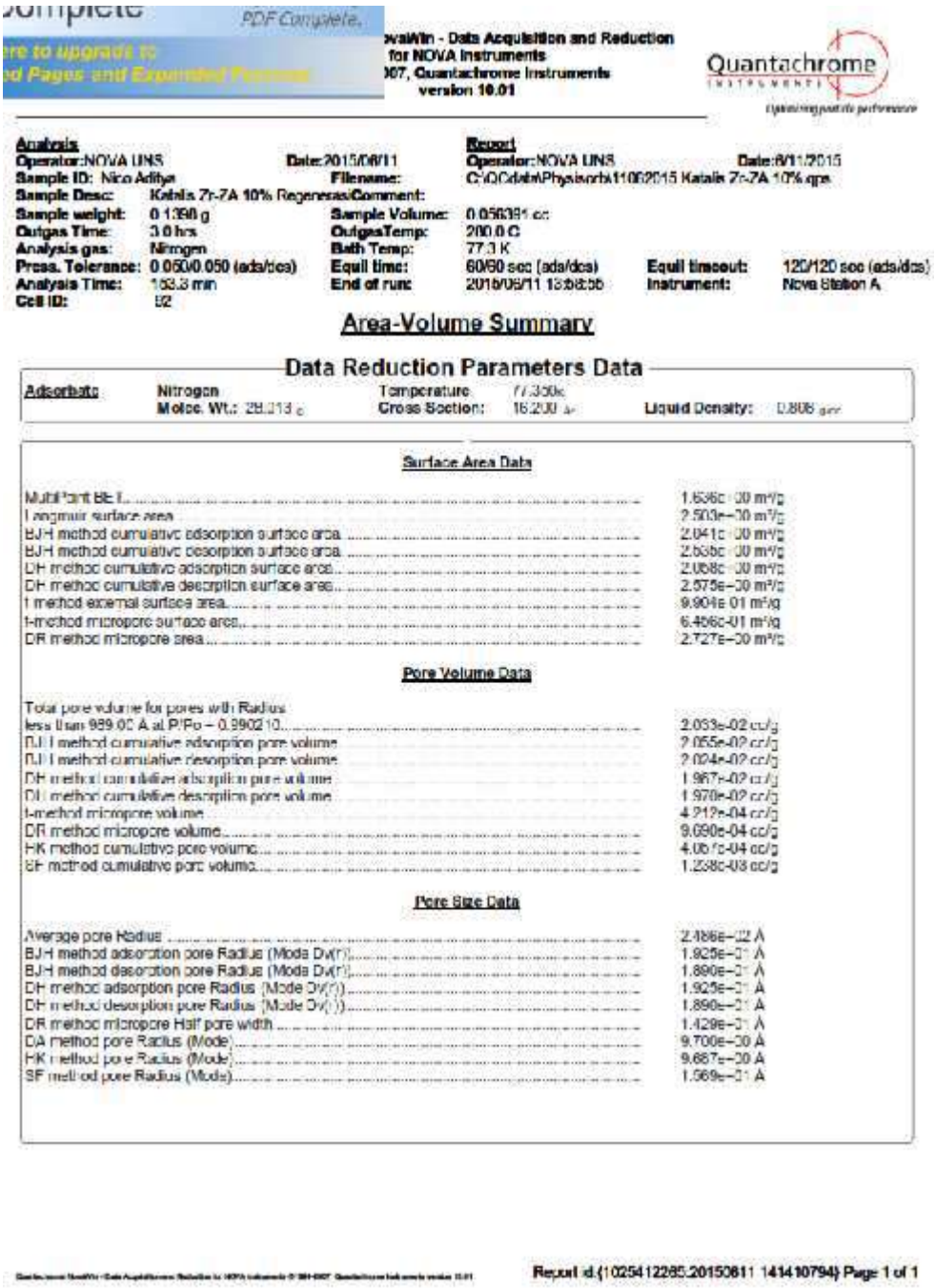
| | |
|---|---|
| Average pore Radius | 1.638e+02 Å |
| BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.712e+01 Å |
| BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.890e+01 Å |
| DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.712e+01 Å |
| DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.890e+01 Å |
| DR method micropore Half pore width | 1.805e+01 Å |
| DA method pore Radius (Mode) | 1.000e+01 Å |
| HK method pore Radius (Mode) | 1.838e+00 Å |
| SF method pore Radius (Mode) | 2.201e+00 Å |



Slope = 1085,754 Intersept = 35,51

Surface Area = 23,38008 $m^2/g$

3. Data BET $Zr^{4+}$/ZA 10% Regenerasi



PDF Complete.

...re to upgrade to ...d Pages and Expanded Features

...waWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA Instruments ...007, Quantachrome Instruments version 10.01

Quantachrome INSTRUMENTS

**Analysis**
Operator: NOVA UNS — Date: 2015/06/11
Sample ID: Nico Aditya — Filename:
Sample Desc: Katalis Zr-ZA 10% Regenerasi — Comment:
Sample weight: 0.1360 g — Sample Volume: 0.056391 cc
Outgas Time: 3.0 hrs — OutgasTemp: 200.0 C
Analysis gas: Nitrogen — Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des) — Equil time: 60/60 sec (ads/des) — Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)
Analysis Time: 153.3 min — End of run: 2015/06/11 15:58:55 — Instrument: Nova Station A
Cell ID: 52

**Report**
Operator: NOVA UNS — Date: 6/11/2015
C:\QCdata\Physisorb\11062015 Katalis Zr-ZA 10%.qps

## Area-Volume Summary

### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate: Nitrogen — Temperature: 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g — Cross Section: 16.200 Å² — Liquid Density: 0.808 g/cc

**Surface Area Data**

| | |
|---|---|
| Multipoint BET | 1.636e+00 m²/g |
| Langmuir surface area | 2.503e+00 m²/g |
| BJH method cumulative adsorption surface area | 2.041e+00 m²/g |
| BJH method cumulative desorption surface area | 2.636e+00 m²/g |
| DH method cumulative adsorption surface area | 2.068e+00 m²/g |
| DH method cumulative desorption surface area | 2.575e+00 m²/g |
| t method external surface area | 9.904e-01 m²/g |
| t-method micropore surface area | 6.466e-01 m²/g |
| DR method micropore area | 2.727e+00 m²/g |

**Pore Volume Data**

| | |
|---|---|
| Total pore volume for pores with Radius less than 989.02 Å at P/Po = 0.990210 | 2.053e-02 cc/g |
| BJH method cumulative adsorption pore volume | 2.055e-02 cc/g |
| BJH method cumulative desorption pore volume | 2.024e-02 cc/g |
| DH method cumulative adsorption pore volume | 1.967e-02 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume | 1.970e-02 cc/g |
| t-method micropore volume | 4.212e-04 cc/g |
| DR method micropore volume | 9.090e-04 cc/g |
| HK method cumulative pore volume | 4.067e-04 cc/g |
| SF method cumulative pore volume | 1.238e-03 cc/g |

**Pore Size Data**

| | |
|---|---|
| Average pore Radius | 2.186e+02 Å |
| BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.925e+01 Å |
| BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.890e+01 Å |
| DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.925e+01 Å |
| DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)) | 1.890e+01 Å |
| DR method micropore Half pore width | 1.429e+01 Å |
| DA method pore Radius (Mode) | 9.700e+00 Å |
| HK method pore Radius (Mode) | 9.687e+00 Å |
| SF method pore Radius (Mode) | 1.569e+01 Å |

Report id.(1025412285.20150611 141410794) Page 1 of 1

Slope = 2175,686 Intersept = -47,01

Surface Area = 11,69863 $m^2/g$

Data Analisis IR isolasi α-Pinena

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Thursday, February 26, 2015 12:23 PM

**Report Details**

| | |
|---|---|
| Report Location | C:\per_data\reports\Samples View 1_Tri Handayani.pdf |
| Report Creator | Nurli Huda, S.Si |
| Report Date | Thursday, February 26, 2015 12:23 PM |

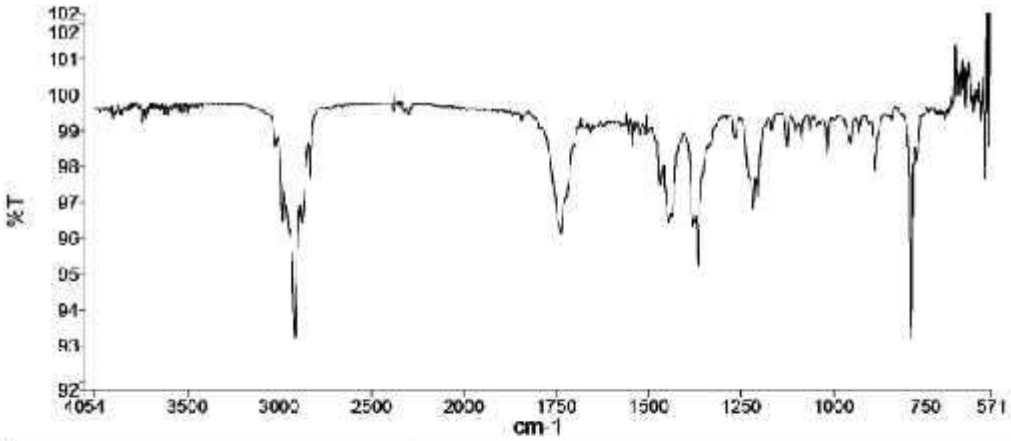
**Sample Details**

| | |
|---|---|
| Sample Name | Tri Handayani |
| Sample Description | alfa pinena |
| Analyst | Nurli Huda, S.Si |
| Creation Date | 2/9/2015 3:01:05 PM |
| X-Axis Units | cm-1 |
| Y-Axis Units | %T |

**Instrument Details**

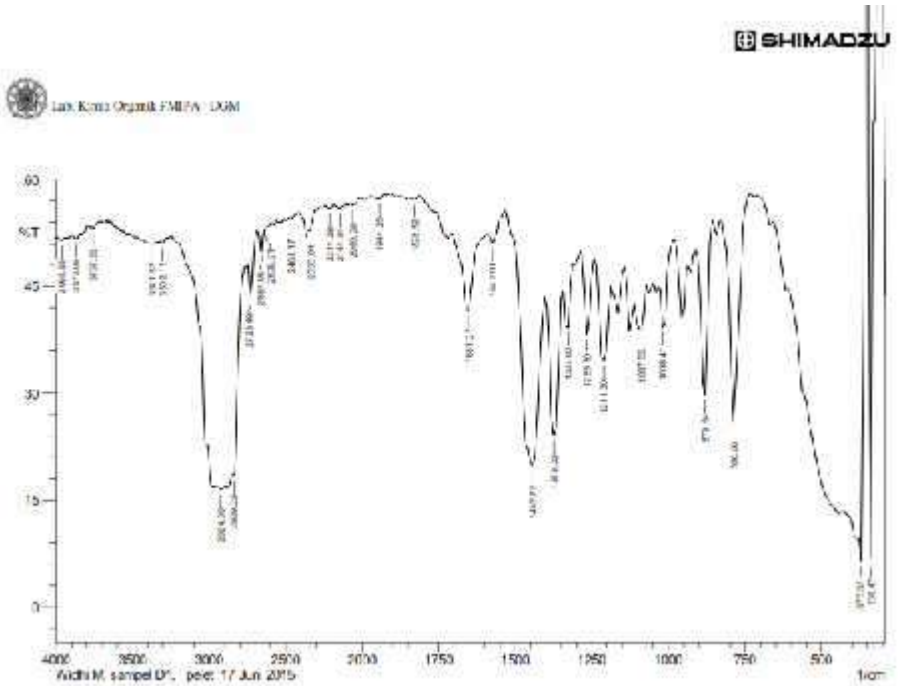
| | |
|---|---|
| Instrument Model | Frontier FT IR |
| Instrument Serial Number | 96772 |
| Software Revision | CPU02 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41 |
| Number of Scans | 3 |
| Resolution | 4 |

**Spectrum**




| Name | Description |
|---|---|
| Tri Handayani | alfa pinena |

Data Analisis IR produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10%




| | Peak | Intensity | Corr. Intensity | Base (H) | Base (L) | Area | Corr. Area |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 339.47 | 6.77 | 149.88 | 356.8 | 331.78 | 15.08 | 15.47 |
| 2 | 370.33 | 6.38 | 248.79 | 424.34 | 354.0 | 52.32 | 45.16 |
| 3 | 780.90 | 21.05 | 29.5 | 825.50 | 762.95 | 32.05 | 9.58 |
| 4 | 876.96 | 26.8 | 22.78 | 910.4 | 868.38 | 20.65 | 6.98 |
| 5 | 1018.41 | 30.28 | 8.73 | 1028.13 | 987.55 | 13.32 | 3.2 |
| 6 | 1087.85 | 38.81 | 5.38 | 1111 | 1072.42 | 15 | 3.31 |
| 7 | 1211.3 | 34.55 | 11.31 | 1234.44 | 1180.15 | 15.05 | 3.31 |
| 8 | 1266.3 | 36.28 | 13.78 | 1280.73 | 1249.18 | 13.98 | 3.47 |
| 9 | 1307.33 | 30.23 | 5.66 | 1342.46 | 1288.45 | 18.55 | 3.09 |
| 10 | 1373.32 | 24.04 | 18.09 | 1396.49 | 1350.17 | 23.61 | 6.55 |
| 11 | 1442.76 | 16.78 | 27.36 | 1462.62 | 1404.18 | 38.61 | 20.08 |
| 12 | 1573.91 | 51.51 | 1.46 | 1581.63 | 1535.34 | 15.64 | 0.27 |
| 13 | 1651.07 | 41.86 | 10.61 | 1706.07 | 1580.34 | 36.47 | 3.86 |
| 14 | 1823.52 | 57.16 | 0.54 | 1874.61 | 1813.09 | 14.60 | 0.14 |
| 15 | 1911.26 | 57.28 | 0.41 | 1967.29 | 1913.38 | 12.82 | 0.08 |
| 16 | 2059.98 | 58.4 | 0.45 | 2075.41 | 2013.88 | 15.18 | 0.14 |
| 17 | 2144.84 | 55.9 | 0.62 | 2183.42 | 2098.55 | 21.22 | 0.18 |
| 18 | 2214.28 | 55.09 | 0.44 | 2229.71 | 2191.13 | 9.09 | 0.09 |
| 19 | 2359.01 | 62.81 | 0.27 | 2367.72 | 2337.43 | 26.67 | 0 |
| 20 | 2481.17 | 54.29 | 0.47 | 2478.6 | 2422.50 | 14.11 | 0.07 |
| 21 | 2630.91 | 52.96 | 0.20 | 2638.02 | 2592.33 | 12.63 | 0.07 |
| 22 | 2674.06 | 49.98 | 2.80 | 2677.76 | 2638.02 | 11.18 | 0.31 |
| 23 | 2723.49 | 48.88 | 5.35 | 2738.93 | 2681.91 | 18.99 | 1.03 |
| 24 | 2859.22 | 18.44 | 3.08 | 2878.93 | 2789.78 | 37.36 | 1.15 |
| 25 | 2924.09 | 16.51 | 4.00 | 3000.55 | 2940.93 | 124 | 12.30 |
| 26 | 3302.13 | 61.36 | 0.30 | 3317.69 | 3276.98 | 11.17 | 0.37 |
| 27 | 3371.57 | 50.98 | 0.30 | 3433.29 | 3329.28 | 31.42 | 0.21 |
| 28 | 3757.33 | 63.98 | 0.6 | 3778.14 | 3729.47 | 18.82 | 0.15 |
| 29 | 3873.06 | 61.57 | 0.67 | 3888.49 | 3795.91 | 26.11 | 0.37 |
| 30 | 3966.86 | 61.96 | 0.36 | 3988.79 | 3912.5 | 13.3 | 0.37 |

Comment.

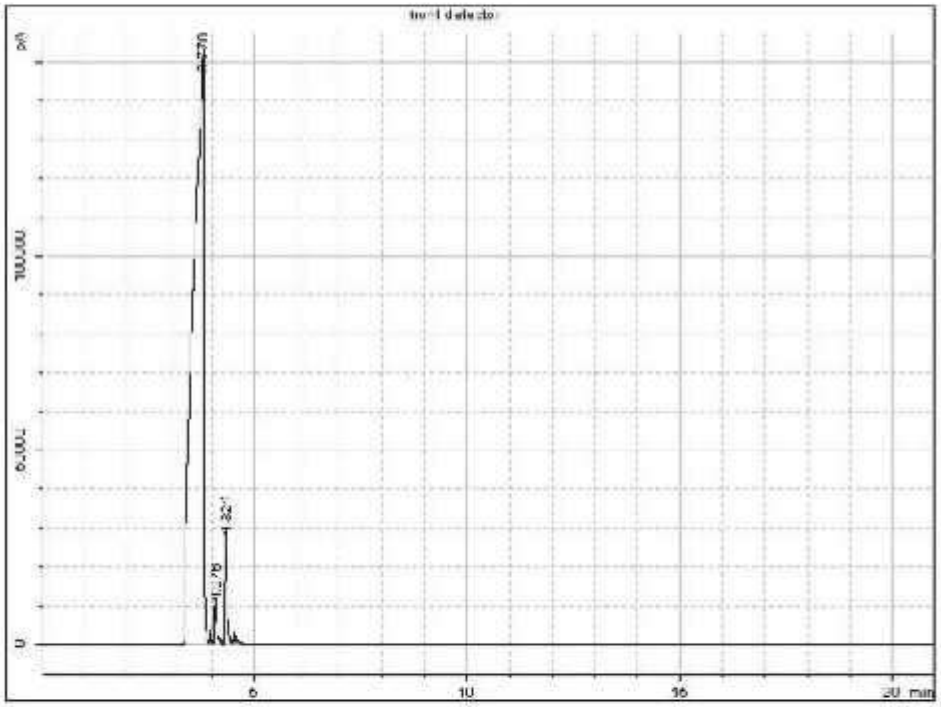
Widhi M, sampel D1, pelet 17 Juni 2015

Data Analisis GC isolasi α-Pinena

Report date: Friday, February 06, 2015 10:27:29 AM Page 1 of 2

**Agilent Cerity QA/QC Report**

| | |
|---|---|
| Sample name: | *Reprocessed: TRI HANDAYANI sample 3 alfa pinena |
| Sample note: | |
| Submission time: | Monday, February 02, 2015 11:39:44 AM |
| Operator: | |
| Injection date: | Monday, February 02, 2015 2:00:04 PM |
| GC Description: | GC1 - SN: CN10713006 |
| Signal description: | FID1 A, front detector |
| Method: | Pinena & Terpena |
| Method last saved: | Friday, February 06, 2015 10:27:11 AM |



## Area Percent Report

| | |
|---|---|
| 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] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 3.776 | BV S | 0.234 | 2577313.49156 | 94.87606 |
| 1 | 4.076 | VV S | 0.063 | 40683.77484 | 1.49765 |
| 1 | 4.324 | VV S | 0.058 | 98508.36097 | 3.62629 |

Total Area = 2716505.627

**Report summary:**
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

**Instrument run log:**

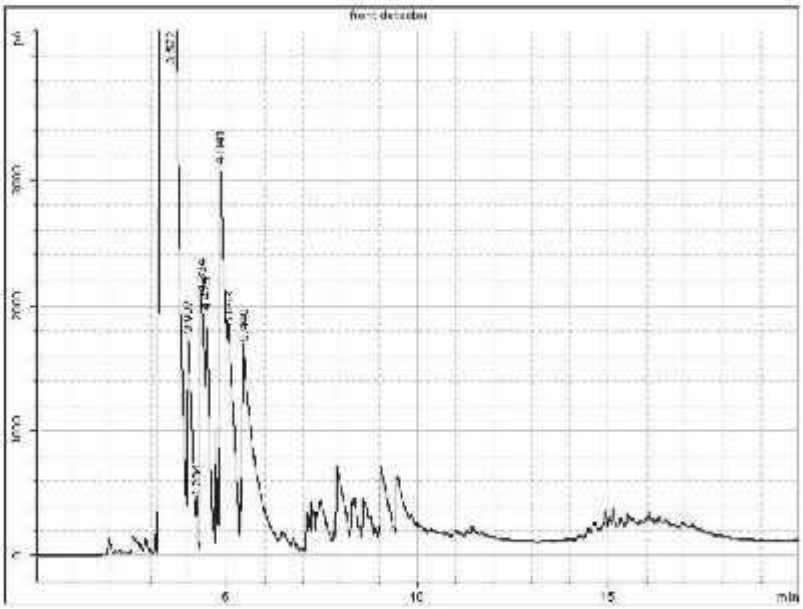
No deviations found

Data Analisis GC produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10% R



**Agilent Cerity QA/QC Report**

| | |
|---|---|
| Sample name: | *Reprocessed: SAMPLE31 |
| Sample note: | nico 10% 270 mnt |
| Submission time: | Wednesday, May 13, 2015 10:35:27 AM |
| Operator: | |
| Injection date: | Wednesday, May 13, 2015 10:40:00 AM |
| GC Description: | GC1 |
| Signal description: | FID1 A, front detector |
| Method: | Tri Handayania |
| Method last saved: | Monday, May 18, 2015 11:36:26 AM |



## Area Percent Report

| | |
|---|---|
| Calibration last saved: | |
| Multiplier: | 1.0000 |
| Dilution: | 1.0000 |
| Sample amount: | 0.0000 µL |
| Sample type: | Sample |
| Sampling source: | Manual |

| Signal | Retention Time [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 3.522 | VV S | 0.168 | 1625444.88886 | 90.83398 |
| 1 | 3.987 | VV S | 0.141 | 14713.44714 | 0.82222 |
| 1 | 4.204 | VB S | 1.787 | 44052.92626 | 2.46179 |
| 1 | 4.334 | BV T | 0.092 | 12953.13910 | 0.72385 |
| 1 | 4.475 | VV T | 0.095 | 13768.69463 | 0.76943 |
| 1 | 4.841 | VV T | 0.116 | 27729.87361 | 1.54962 |
| 1 | 5.043 | VV T | 0.149 | 20712.10293 | 1.15744 |
| 1 | 5.446 | VV T | 0.227 | 30092.76888 | 1.68166 |

Total Area = 1789467.841

**Report summary:**
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

**Instrument run log:**

No deviations found

Data Analisis GCMS produk isomerisasi α-Pinena dengan katalis $Zr^{4+}$/ZA 10%

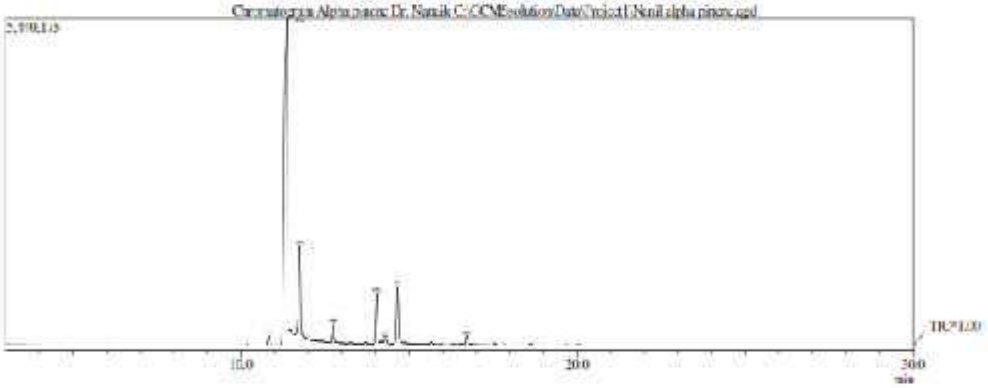
C:\GCMSsolution\Data\Project1\Nanil alpha pinene.qgd 6/5/2016

Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
Sample Name : Alpha pinene Dr. Nanik
Sample ID :
Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Nanil alpha pinene.qgd
Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\asir...qgm
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune\JUN11 2015.qgt

Chromatogram Alpha pinene Dr. Nanik C:\GCMSsolution\Data\Project1\Nanil alpha pinene.qgd




Peak Report TIC

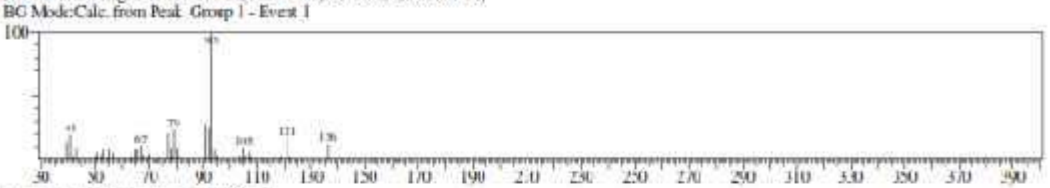
| Peak# | A.Time | L.Time | L.Time | Area | Area% | Height | Name |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 10.540 | 10.783 | 10.925 | 484950 | 0.96 | 132818 | |
| 2 | 11.364 | 11.192 | 11.433 | 34674575 | 70.52 | 5183750 | |
| 3 | 11.251 | 11.833 | 11.842 | 5572352 | 11.20 | 1472934 | |
| 4 | 12.138 | 12.567 | 12.842 | 1120303 | 2.29 | 305694 | |
| 5 | 13.158 | 13.358 | 13.812 | 3.031.1 | 6.27 | 832621 | |
| 6 | 14.303 | 14.142 | 14.383 | 535978 | 1.09 | 83234 | |
| 7 | 14.556 | 14.775 | 14.775 | 3.3.5.5 | 6.87 | 617876 | |
| 8 | 16.308 | 16.050 | 16.283 | 433717 | 0.88 | 127698 | |
| | | | | 49.08.15 | 100.00 | 8.[illegible]2841 | |

Sample Information

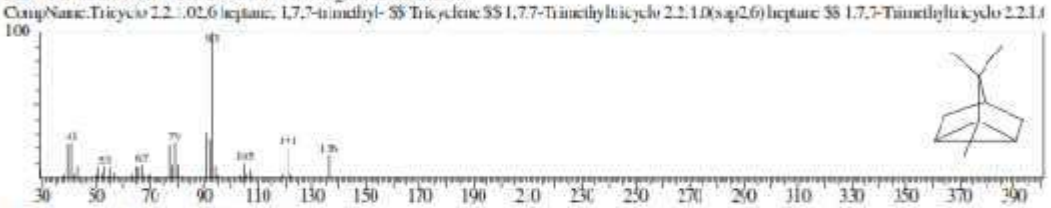
Alpha pinene Dr. Nanak
C:\GCMSsolution\Data\Project1\Nanil alpha pinene.qgd

Library

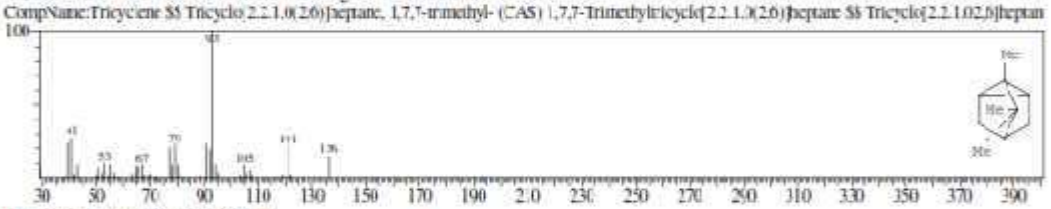
<< Target >>
Line# 1 R.Time: 10.842(Scan#:1086) MassPeaks:39
RawMode:Averaged 10.833-10.850(1085-1087) BasePeak:93(100%,32:56)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



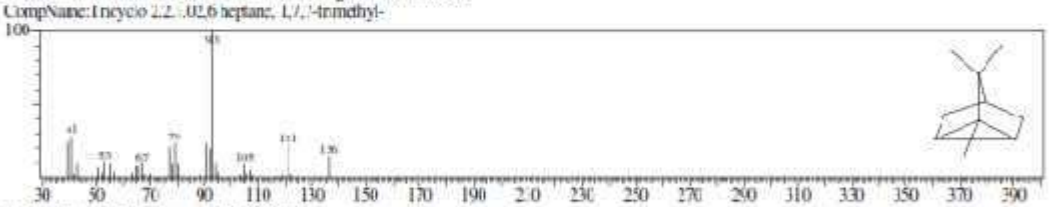
Hit#:1 Entry:6668 Library:NIST62.LIB
SI:97 Formula:C10H16 CAS:508-32-7 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Tricyclo[2.2.1.02,6]heptane, 1,7,7-trimethyl- $$ Tricyclene $$ 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.0(s,sp2,6)]heptane $$ 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.



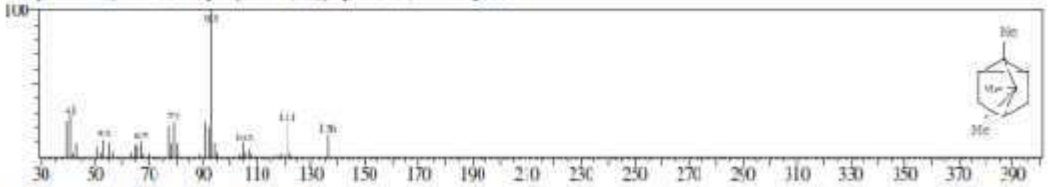
Hit#:2 Entry:19604 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:508-32-7 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Tricyclene $$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl- (CAS) 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane $$ Tricyclo[2.2.1.02,6]heptan



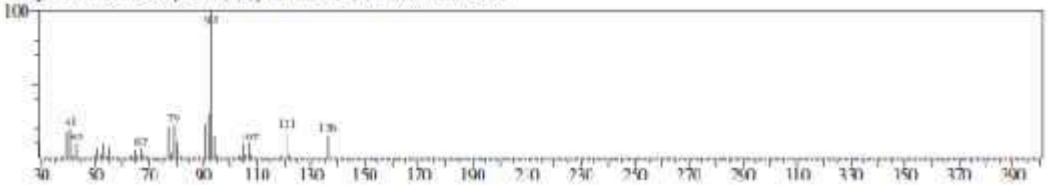
Hit#:3 Entry:3566 Library:NIST12.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:508-32-7 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Tricyclo[2.2.1.02,6]heptane, 1,7,7-trimethyl-



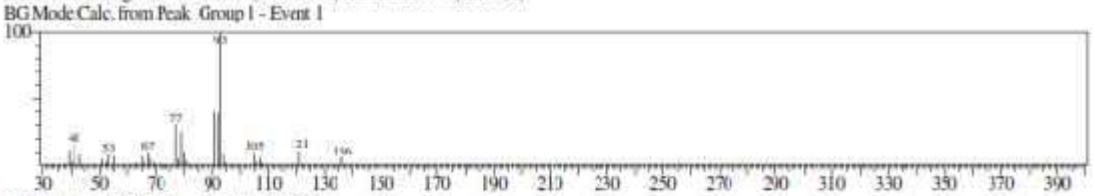
Hit#:4 Entry:19649 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:508-32-7 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:tricyclene $$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl $$



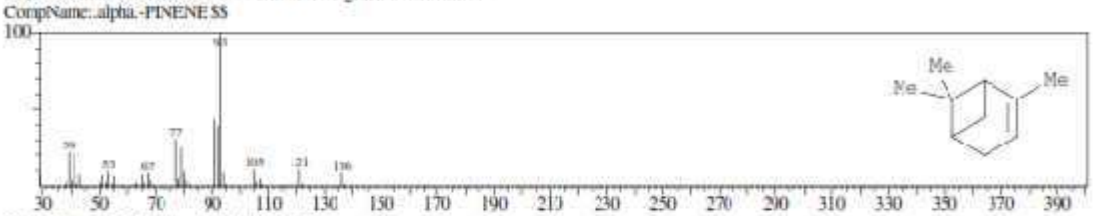
Hit#:5 Entry:19610 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10H16 CAS:0-00-0 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:TRICYCLO[2.2.1.0(2,6)]HEPTANE, 2,3,3-TRIMETHYL- $$



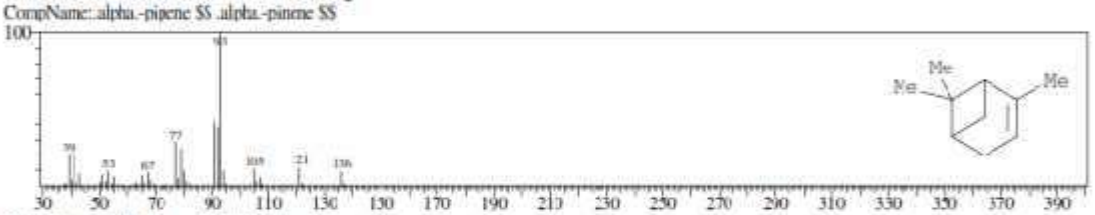
<< Target >>
Line#:7 R.Time:11.367(Scan#:1149) MassPeaks:37
RawMode:Averaged 11.358-11.375(1148-1150) BasePeak:93.00(1275496)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



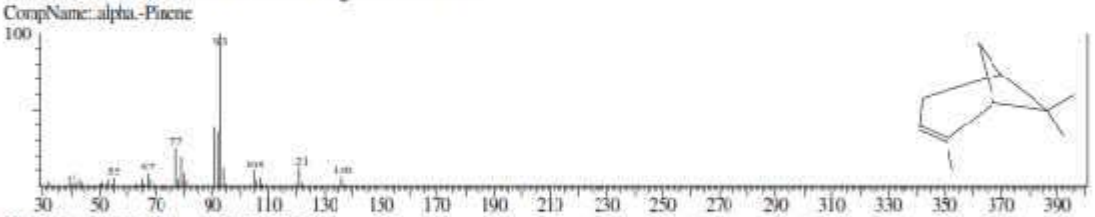
Hit#:1 Entry:19707 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.alpha.-PINENE $$



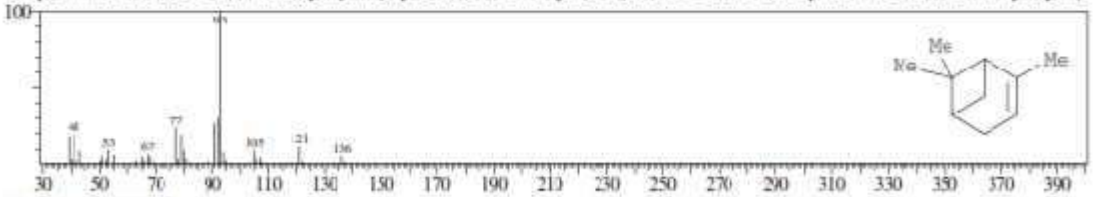

Hit#:2 Entry:10627 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.alpha.-pipene $$ .alpha.-pinene $$



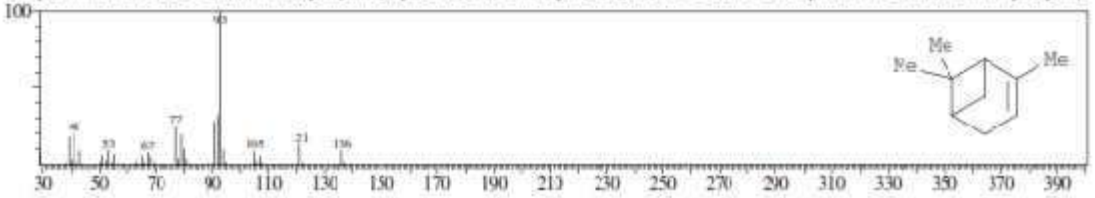

Hit#:3 Entry:3573 Library:NIST12.LIB
SI:95 Formula:C10H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.alpha.-Pinene



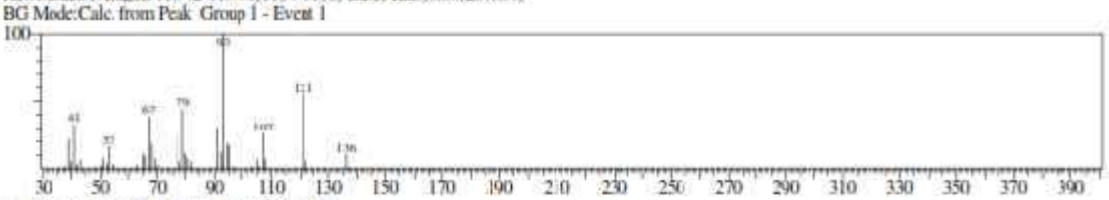
Hit#:4 Entry:19541 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.ALPHA.-PINENE, (+ $$ Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- (CAS) Pinene $$ 2-Pinene $$ .alpha.-Pinene $$ 2,6,6-Trimethylbicyclo[3



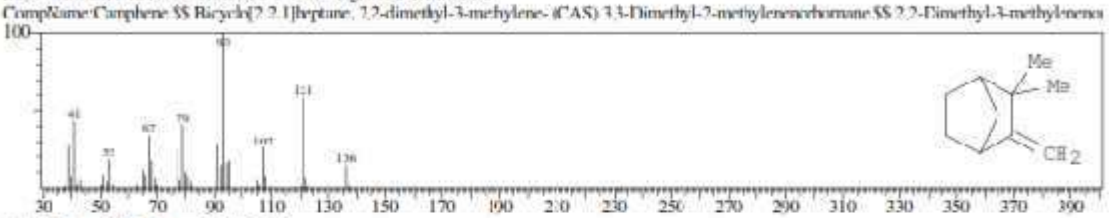

Hit#:5 Entry:19537 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.ALPHA.-PINENE, (+ $$ Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- (CAS) Pinene $$ 2-Pinene $$ .alpha.-Pinene $$ 2,6,6-Trimethylbicyclo[3



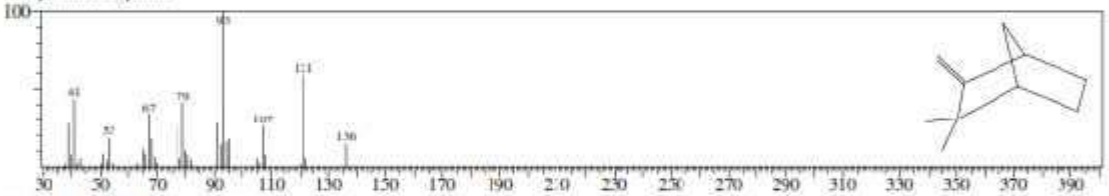
<< Target >>
Line#:3 R.Time:11.750(Scan#:1195) MassPeaks:40
RawMode:Averaged 11.742-11.758(1194-1196) BasePeak:93.00(237384)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



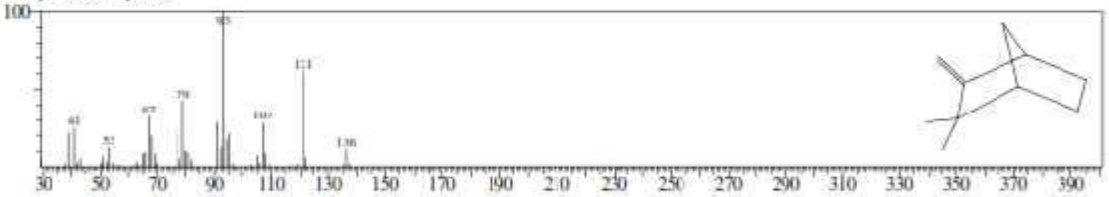
Hit#:1 Entry:19507 Library:WILEY229.LIB
SI:97 Formula:C10 H16 CAS:79-92-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Camphene $$ Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene- (CAS) 3,3-Dimethyl-2-methylenenorbornane $$ 2,2-Dimethyl-3-methylenen



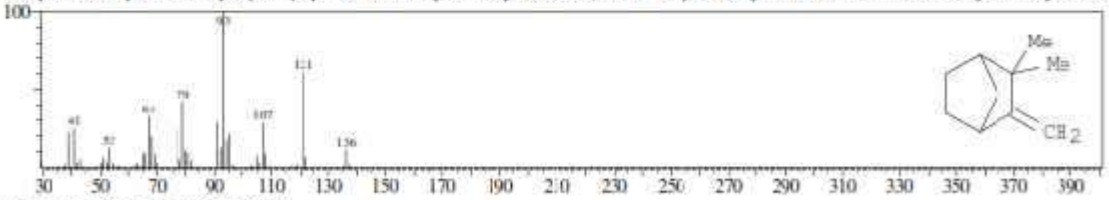

Hit#:2 Entry:3529 Library:NIST12.LIB
SI:97 Formula:C10H16 CAS:79-92-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Camphene



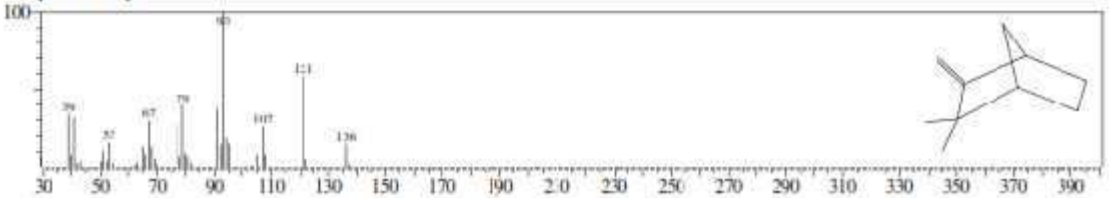
Hit#:3 Entry:3530 Library:NIST12.LIB
SI:97 Formula:C10H16 CAS:79-92-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Camphene



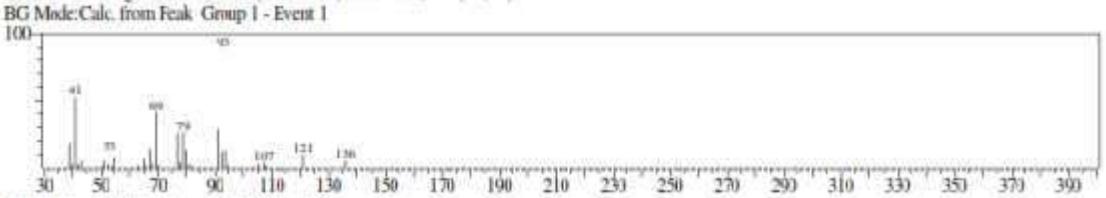
Hit#:4 Entry:19504 Library:WILEY229.LIB
SI:97 Formula:C10 H16 CAS:79-92-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Camphene $$ Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene- (CAS) 3,3-Dimethyl-2-methylenenorbornane $$ 2,2-Dimethyl-3-methylenen



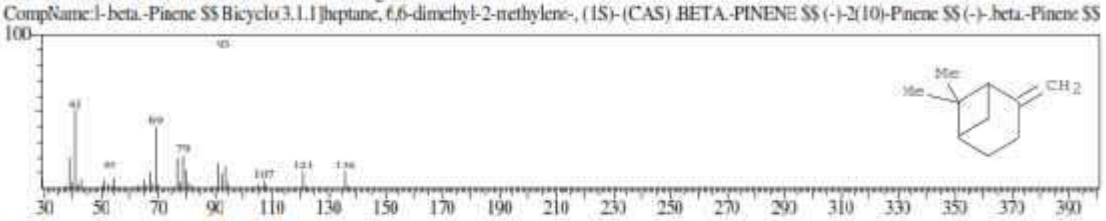

Hit#:5 Entry:3531 Library:NIST12.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:79-92-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Camphene



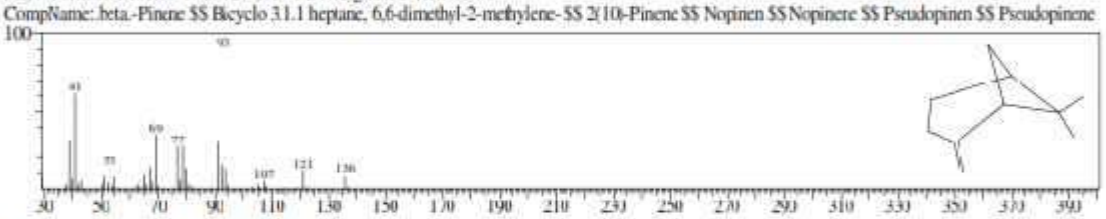
<< Target >>
Line#:4 R.Time:12.742(Scan#:1314) MassPeaks:34
RawMode:Averaged 12.733-12.750(1313-1315) BasePeak:93.00(64917)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



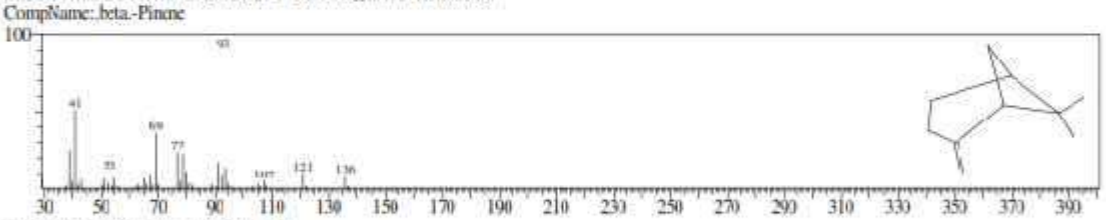
Hit#:1 Entry:19548 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:18172-67-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:l-beta.-Pinene $$ Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)-(CAS) .BETA.-PINENE $$ (-)-2(10)-Pinene $$ (-)-.beta.-Pinene $$



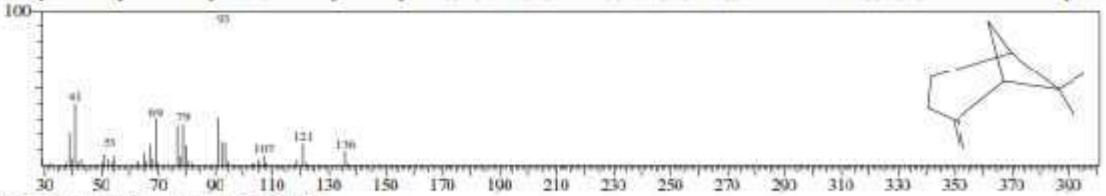
Hit#:2 Entry:6669 Library:NIST62.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:127-91-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.beta.-Pinene $$ Bicyclo 3.1.1 heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene- $$ 2(10)-Pinene $$ Nopinen $$ Nopinene $$ Pseudopinen $$ Pseudopinene



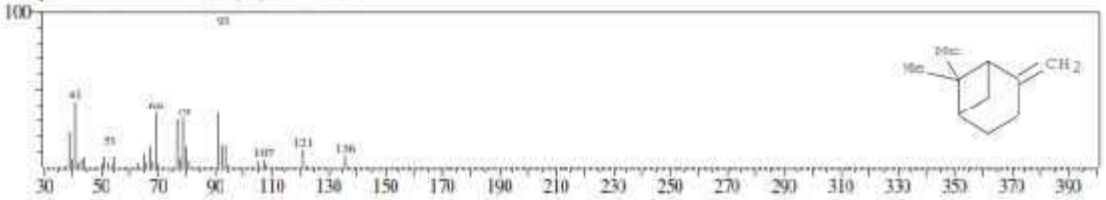
Hit#:3 Entry:2567 Library:NIST12.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:127-91-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.beta.-Pinene



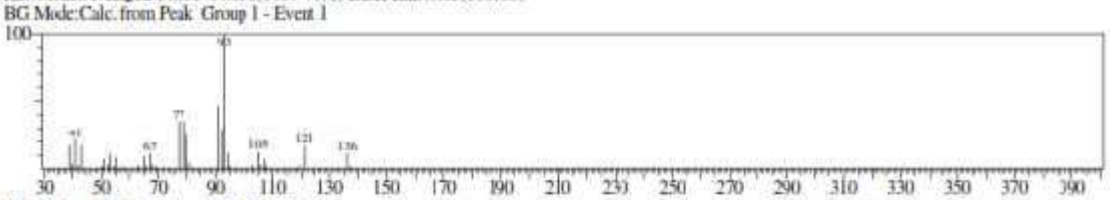
Hit#:4 Entry:6607 Library:NIST62.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:18172-67-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Bicyclo 3.1.1 heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)- $$ 2(10)-Pinene, (1S,5S)-(-)- $$ (-)-.beta.-Pinene $$ (-)-2(10)-Pinene $$ L-.beta.-piner



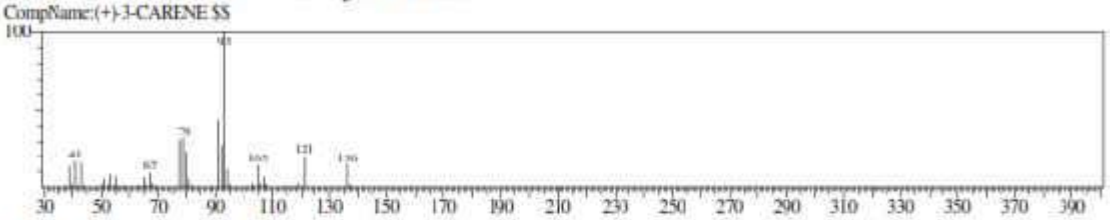
Hit#:5 Entry:19684 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:127-91-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.beta.-PINENE $$ 2(10)-PINENE $$



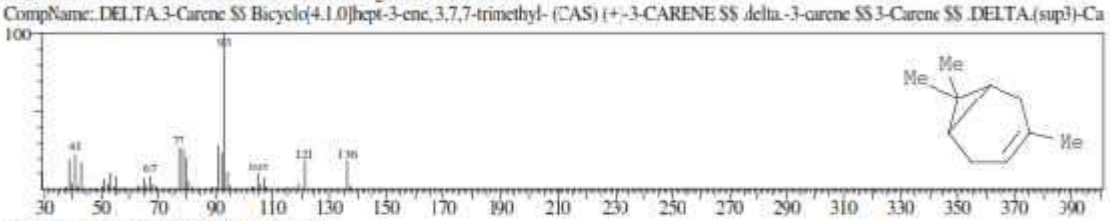
<< Target >>
Line#5 R.Time:14.042(Scan#:1470) MassPeaks:38
RawMode:Averaged 14.033-14.050(1469-1471) BasePeak:93.05(160108)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



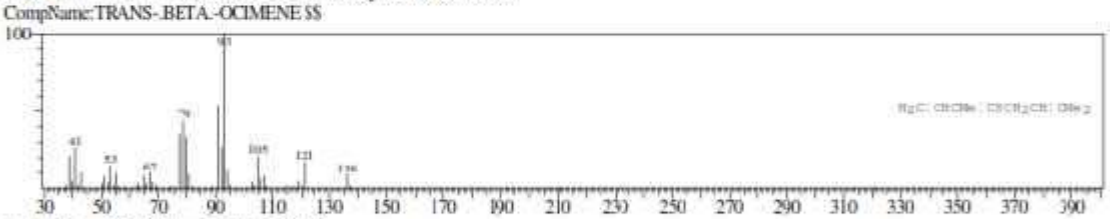
Hit#:1 Entry:19738 Library:WILEY229.LIB
SI:97 Formula:C10 H16 CAS:0-00-0 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:(+)-3-CARENE $$



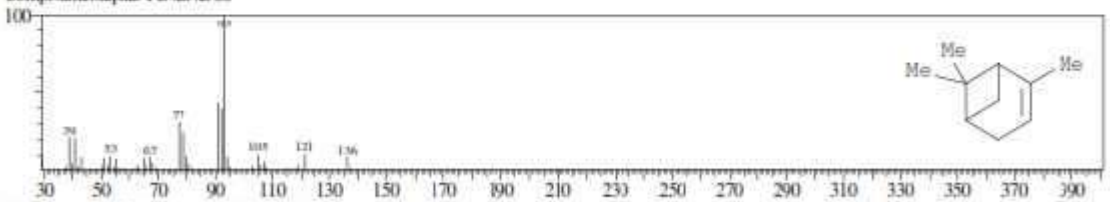
Hit#:2 Entry:19673 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:13466-78-9 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.DELTA.3-Carene $$ Bicyclo[4.1.0]hept-3-ene, 3,7,7-trimethyl- (CAS) (+)-3-CARENE $$ .delta.-3-carene $$ 3-Carene $$ .DELTA.(sup3)-Ca



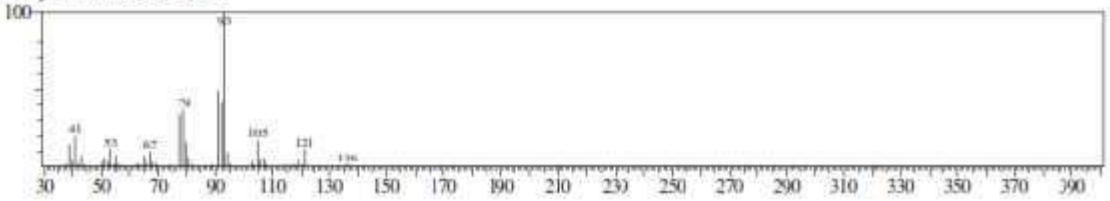

Hit#:3 Entry:19676 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:3779-61-1 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:TRANS-.BETA.-OCIMENE $$



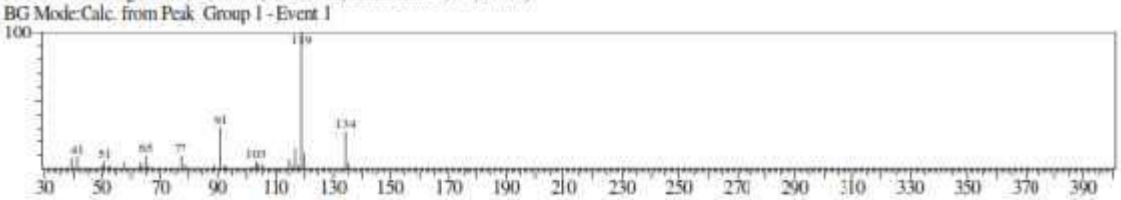
Hit#:4 Entry:19707 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:.alpha.-PINENE $$



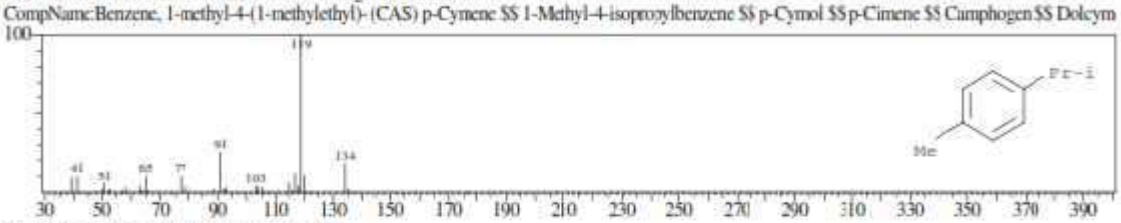

Hit#:5 Entry:19677 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:27400-71-1 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:CIS-OCIMENE $$



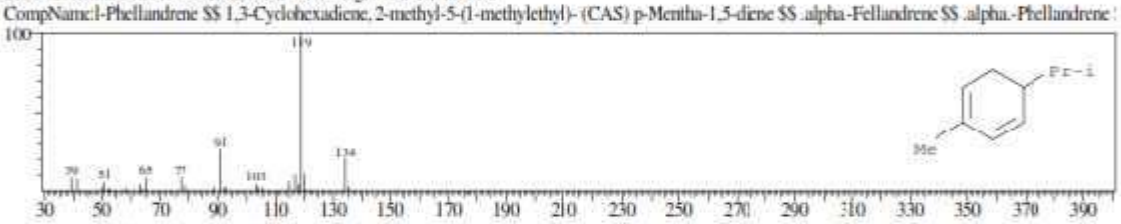
<< Target >>
Line#:6 R.Time:14.300(Scan#:1501) MassPeaks:30
RawMode:Averaged 14.292-14.308(1500-1502) BasePeak:119.05(24748)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



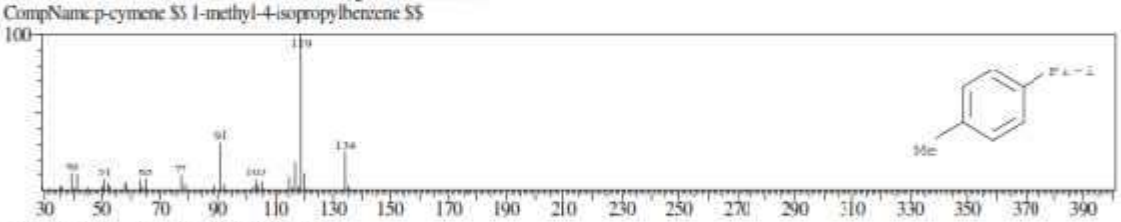
Hit#:1 Entry:18076 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H14 CAS:99-87-6 MolWeight:134 RetIndex:0
CompName:Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- (CAS) p-Cymene $$ 1-Methyl-4-isopropylbenzene $$ p-Cymol $$ p-Cimene $$ Camphogen $$ Dolcym



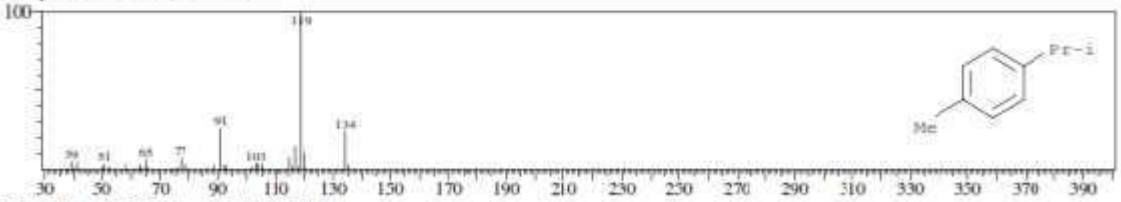

Hit#:2 Entry:19379 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H16 CAS:99-83-2 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:l-Phellandrene $$ 1,3-Cyclohexadiene, 2-methyl-5-(1-methylethyl)- (CAS) p-Mentha-1,5-diene $$ .alpha.-Fellandrene $$ .alpha.-Phellandrene



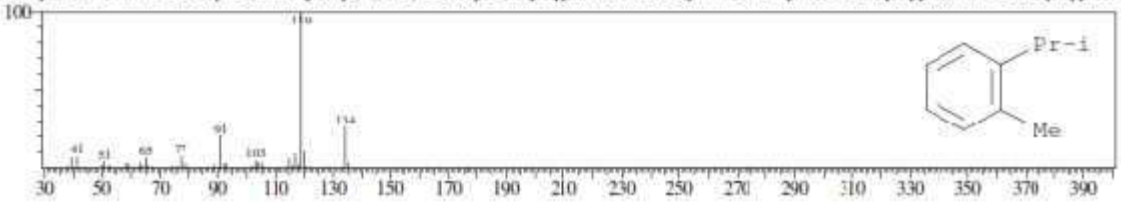

Hit#:3 Entry:18183 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H14 CAS:99-87-6 MolWeight:134 RetIndex:0
CompName:p-cymene $$ 1-methyl-4-isopropylbenzene $$



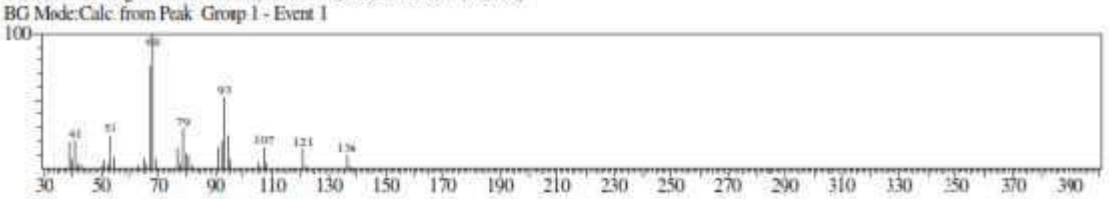

Hit#:4 Entry:18199 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H14 CAS:99-87-6 MolWeight:134 RetIndex:0
CompName:PARA CYMENE $$



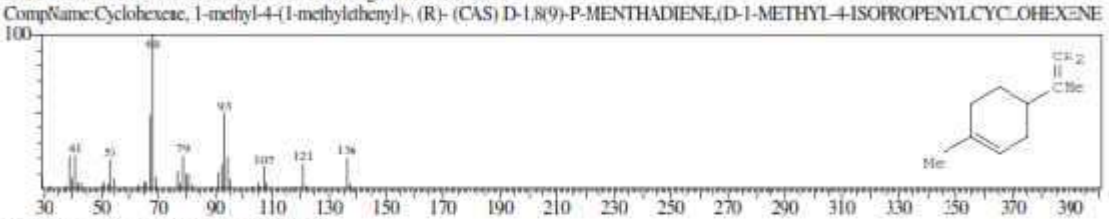

Hit#:5 Entry:18057 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H14 CAS:527-84-4 MolWeight:134 RetIndex:0
CompName:Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)- (CAS) 1-Methyl-2-isopropylbenzene $$ o-Cymene $$ o-Cymol $$ o-Isopropyltoluene $$ 2-Isopropyltol



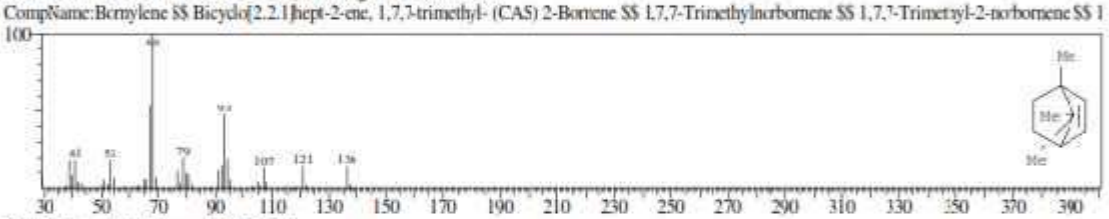
<< Target >>
Line#:7 R.Time:14.658(Scan#:1544) MassPeaks:36
RawMode:Averaged 14.650-14.667(1543-1545) BasePeak:68.00(159588)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



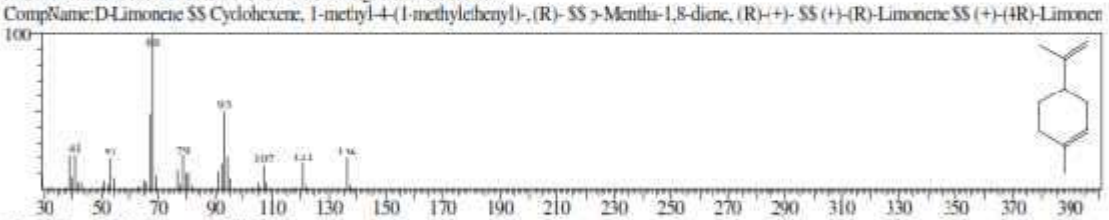
Hit#:1 Entry:13412 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H16 CAS:5989-27-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (R)- (CAS) D-1,8(9)-P-MENTHADIENE,(D-1-METHYL-4-ISOPROPENYLCYC_OHEX=NE



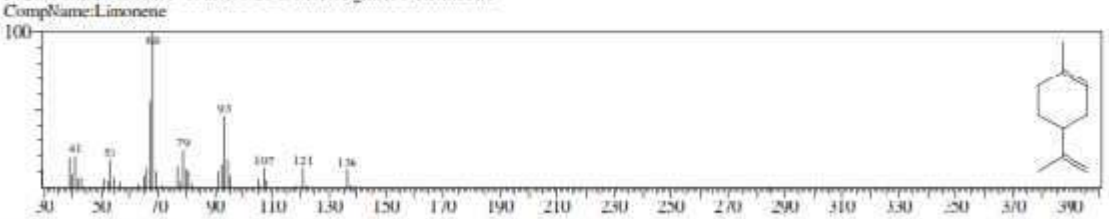
Hit#:2 Entry:13496 Library:WILEY229.LIB
SI:96 Formula:C10 H16 CAS:464-17-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Bornylene $$ Bicyclo[2.2.1]hept-2-ene, 1,7,7-trimethyl- (CAS) 2-Bornene $$ 1,7,7-Trimethylnorbornene $$ 1,7,7-Trimetnyl-2-norbornene $$ 1



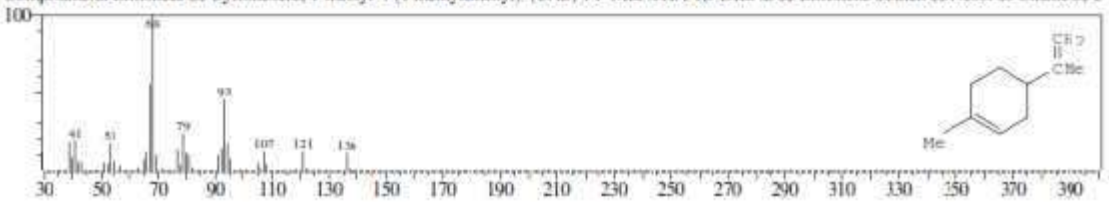
Hit#:3 Entry:6664 Library:NIST62.LIB
SI:96 Formula:C10H16 CAS:5989-27-5 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:D-Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, (R)- $$ p-Mentha-1,8-diene, (R)-(+)- $$ (+)-(R)-Limonene $$ (+)-(4R)-Limonen



Hit#:4 Entry:3541 Library:NIST12.LIB
SI:95 Formula:C10H16 CAS:138-86-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Limonene



Hit#:5 Entry:13416 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10 H16 CAS:138-86-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:dl-Limonene $$ Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)- (CAS) 1-P-MENTHA-1,8-DIENE $$ Limonene $Cinen $$ Nesol $$ Cinene $$ L



4. Rekap Hasil Isomerisasi α-Pinena

4.1. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan H/ZA

| Konsentrasi (%) | | | Nama Senyawa |
|---|---|---|---|
| 90 menit | 180 menit | 270 menit | |
| 91,96 | 91,29 | 90,83 | α-pinena |
| 0,68 | 0,92 | 1,13 | kamfena |
| 1,31 | 1,27 | 1,28 | ß-pinena |
| 3,09 | 3,08 | 2,99 | 3-karena |
| 1,08 | 2,78 | 3,24 | p-simena |
| 0,21 | 0,19 | 0,203 | limonena |

4.2. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan $Zr^{4+}$/ZA 10%

| Konsentrasi (%) | | | Nama Senyawa |
|---|---|---|---|
| 90 menit | 180 menit | 270 menit | |
| 92,08 | 91,44 | 91,18 | α-pinena |
| 0,32 | 0,26 | 0,24 | kamfena |
| 1,55 | 1,32 | 1,52 | ß-pinena |
| 3,04 | 3,02 | 3,13 | 3-karena |
| 0,96 | 2,88 | 1,32 | p-simena |
| 0,32 | 0,26 | 0,24 | limonena |

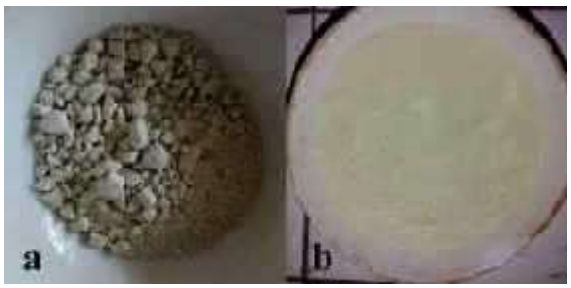
4.3. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan $Zr^{4+}$/ZA 15%

| Konsentrasi (%) | | | Nama Senyawa |
|---|---|---|---|
| 90 menit | 180 menit | 270 menit | |
| 92,14 | 91,84 | 91,35 | α-pinena |
| 0,703 | 0,708 | 0,87 | kamfena |
| 1,49 | 1,34 | 1,31 | ß-pinena |
| 4.304 | 2,99 | 3,11 | 3-karena |
| 1,14 | 1,206 | 3,106 | p-simena |
| 0,21 | 0,27 | 0,23 | limonena |

4.4. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan $Zr^{4+}$/ZA 20%

| Konsentrasi (%) | | | Nama Senyawa |
|---|---|---|---|
| 90 menit | 180 menit | 270 menit | |
| 92,59 | 91,87 | 91,7 | α-pinena |
| 0,41 | 0,63 | 0,78 | kamfena |
| 1,59 | 1,55 | 1,46 | ß-pinena |
| 4,4 | 4,61 | 3,19 | 3-karena |
| 0,77 | 1,07 | 2,8 | p-simena |
| 0,23 | 0,25 | 0 | limonena |

4.5. Reaksi Isomerisasi α-Pinena dengan $Zr^{4+}$/ZA 10% regenerasi

| Waktu Retensi | Kadar (%) | Senyawa |
|---|---|---|
| 3,552 | 90,83 | α-pinena |
| 3,987 | 0,82 | Kamfena |
| 4,204 | 2,46 | ß-pinena |
| 4,481 | 1,54 | 3-karena |
| 5,446 | 1,68 | p-simena |

5. Foto Dokumentasi Penelitian