



**ASETILASI PATCHOULI ALKOHOL MINYAK
NILAM (*Patchouli oil*) DENGAN KATALIS ZEOLIT
BETA TERMODIFIKASI**

SKRIPSI

Disusun sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia
Universitas Negeri Semarang

Oleh
Rinny Rachmayanti
4311412063

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2016**

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, 15 Desember 2016



Rinny Rachmayanti

NIM 4311412063

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Asetilasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam (*Patchouli oil*) Dengan Katalis Zeolit Beta Termodifikasi

Disusun oleh

Rinny Rachmayanti
4311412063

Telah dipertahankan dihadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang pada tanggal 15 Desember 2016.

Panitia Ujian Skripsi

Ketua



Prof. Dr. Zaenuri S.E, M.Si, Akt.
NIP. 196412231988031001

Sekretaris

Dr. Nanik Wijayati, M.Si
NIP. 196910231996032002

Ketua Penguji

Prof. Dr. Supartono, MS
NIP. 195412281983031003

Anggota Penguji/
Pembimbing I

Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 19641205199021001

Anggota Penguji/
Pembimbing II

Drs. Ersanghono Kusuma, MS
NIP. 195405101980121002

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, 14 Desember 2016

Pembimbing I,



Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 19641205199021001

Pembimbing II,



Drs. Ersanghono Kusuma, MS
NIP. 195405101980121002

MOTTO

“Do the best, be good, then you will be the best”

PERSEMBAHAN

Allah SWT dan Rasul-Nya

Mamak, terimakasih untuk dukungan, motivasi dan perjuangannya
selama ini

Alm.Bapak

Dak. Bibi terbaik.

Adikku tersayang, Ariestu Familidin.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Asetilasi Patchouli Alkohol Minyak Nilam (*Patchouli oil*) dengan Katalis Zeolit Beta Termodifikasi".

Dalam penyusunan skripsi ini, banyak pihak yang telah memberikan bantuan yang tidak ternilai harganya. Untuk itu, penulis menyampaikan rasa terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memberikan izin penelitian.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
4. Bapak Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si, Pembimbing I yang senantiasa memberi petunjuk dan pengarahan hingga terselesaikan skripsi ini.
5. Bapak Drs. Ersanghono Kusuma, M.S, Pembimbing II atas petunjuk dan bimbingan dalam penyelesaian skripsi ini.
6. Bapak Prof. Supartono, M.S, Penguji Utama yang telah memberikan pengarahan, kritikan membangun sehingga skripsi ini menjadi lebih baik.
7. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan bekal dalam penyusunan skripsi ini.

8. Laboran serta teknisi laboratorium Kimia Unnes atas bantuan yang diberikan selama pelaksanaan penelitian.
9. Kedua orang tua dan saudara atas doa dan motivasinya sehingga penulis dapat menyelesaikan studi.
10. Sahabat-sahabatku Balinda, Deden, Ria, Ittaqa, Solikha, Hana, Papah Sems, Puji, “Alpha Team” Dewangga, Lina dan teman-teman Rombel 2 Kimia 2012 yang tidak bisa disebutkan satu-satu. Terimakasih atas semangatnya selama penelitian.
11. Teman-teman Jurusan Kimia 2012 dan Pendidikan kimia 2012 atas kebersamaan dan kepeduliannya sehingga dapat terselesaikannya skripsi ini.
12. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Akhirnya, penulis berharap mudah-mudahan skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Semarang, Desember 2016

Penulis

ABSTRAK

Rachmayanti, Rinny. 2016. *Asetilasi Patchouli alkohol Minyak Nilam (Patchouli oil) Dengan Katalis Zeolit Beta Termodifikasi*. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama : Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si dan Pembimbing Pendamping: Drs. Ersanghono Kusuma, MS

Kata Kunci : Minyak nilam, Patchouli alkohol, Asetilasi, Zeolit beta Termodifikasi, Patchouli asetat

Minyak nilam merupakan minyak atsiri hasil penyulingan tanaman nilam terutama daun dan batang. Patchouli alkohol adalah senyawa utama minyak nilam dan digunakan sebagai standar mutu kualitas minyak nilam, karena semakin tinggi kadar patchouli alkohol maka kualitas minyak nilam akan semakin baik. Pengubahan komponen minyak atsiri menjadi produk turunan yang berguna dapat meningkatkan nilai daya guna dari minyak atsiri. Asetilasi patchouli alkohol merupakan salah satu usaha yang dilakukan untuk memperoleh produk turunan dari patchouli alkohol yaitu patchouli asetat. Pada reaksi organik penggunaan katalis homogen kurang disukai karena faktor lingkungan, dan pemisahan produk sehingga digunakan alternatif baru yaitu katalis heterogen. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh prekursor kation Zn^{2+} , Fe^{3+} , dan Zr^{4+} yang teremban pada zeolit beta (ZB) dengan metode pertukaran ion, serta mengetahui kondisi optimum (suhu dan waktu) reaksi asetilasi patchouli alkohol. Isolasi patchouli alkohol dilakukan dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan berdasarkan titik didih dan berat molekul. Preparasi katalis dilakukan dengan metode pertukaran ion menggunakan $ZnCl_2$, $FeCl_3$, dan $ZrCl_4$. Selektivitas katalis dilakukan pada kondisi temperatur $80^{\circ}C$ dan waktu reaksi 9 jam. Reaksi asetilasi dilakukan dengan katalis Zn^{2+} -ZB pada variasi temperatur $80^{\circ}C$ dan $110^{\circ}C$ dengan waktu reaksi 9 jam, 18 jam, dan 27 jam. Hasil penelitian menunjukkan, destilasi pengurangan tekanan diperoleh kadar patchouli alkohol sebesar 34,96% pada temperatur $80^{\circ}C$ dan tekanan ± -70 cmHg. Hasil uji selektivitas katalis diketahui Zn^{2+} -ZB relatif paling baik dengan konversi sebesar 39,92%. Hasil reaksi asetilasi optimum diperoleh pada kondisi temperatur $110^{\circ}C$ selama 9 jam sebesar 12,23%

ABSTRACT

Rachmayanti, Rinny. 2016. *Acetylation of Patchouli Alcohol from Patchouli Oil with Modified Beta Zeolite Catalyst*. Undergraduate Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Science, Semarang State University.

Primary Supervisor: Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si and Supervising Companion: Drs. Ersanghono Kusuma, MS

Keywords: Patchouli oil, Patchouli alcohol, Acetylation, Modified beta-Zeolite, Patchouli acetate

Patchouli oil is a distillates essential oil from patchouli plant, especially the leaves and stems. Patchouli alcohol is the main compound and determines the quality standards of patchouli oil because the higher content the patchouli alcohol of patchouli oil quality will be better. Component essential oil derivative can increase the value of the usefulness of essential oils. Patchouli alcohol acetylation is one of the efforts made to obtain products derived from patchouli-alcohol is patchouli-acetate. In organic reactions, homogeneous catalysts use is less preferred due to environmental factors and product separation. Therefore, used of new alternative is a heterogeneous catalyst. This research aims to determine the effect of precursor cations Zn^{2+} , Fe^{2+} , and Zr^{4+} zeolite beta (ZB) and optimum conditions acetylation reaction patchouli alcohol. Patchouli alcohol isolation with distillation fractionation under reduced pressure. Preparation of the catalyst by exchanging ions modification using $ZnCl_2$, $FeCl_3$, and $ZrCl_4$. The selectivity of the catalyst is conducted at a temperature of $80^\circ C$ and a reaction time of 9 hours. Acetylation reaction conducted with the catalyst Zn^{2+} -ZB at various temperatures of $80^\circ C$ and $110^\circ C$ with a reaction time of 9 hours, 18 hours and 27 hours. The results showed, reduced pressure distillation of patchouli alcohol levels obtained 34.96% at $80^\circ C$ and a pressure of ± -70 cmHg. The selectivity result Zn^{2+} -ZB is the highest conversion of 39.92%. Acetylation reaction optimum results obtained at the conditions of temperature of $110^\circ C$ for 9 hours value of 12.23%.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Minyak Nilam (<i>Patchouli oil</i>).....	7
2.2 Patchouli Alkohol.....	10
2.3 Patchouli Asetat	12
2.4 Zeolit sebagai Katalis Reaksi	13
2.5 Reaksi Asetilasi Terkatalis Zeolit Beta Termodifikasi	18

BAB III METODE PENELITIAN.....	20
3.1 Lokasi Penelitian.....	20
3.2 Variabel Penelitian.....	20
3.1.1 Variabel Bebas.....	20
3.1.2 Variabel Terikat.....	20
3.1.3 Variabel Terkendali.....	20
3.3 Alat dan Bahan.....	21
3.3.1 Alat.....	21
3.3.2 Bahan.....	21
3.4 Prosedur Kerja.....	21
3.4.1 Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam.....	21
3.4.2 Preparasi Katalis Zeolit Beta Termodifikasi.....	22
3.4.3 Reaksi Asetilasi Patchouli Alkohol.....	22
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Hasil Penelitian.....	25
4.1.1 Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam.....	25
4.1.2 Karakterisasi Katalis dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	30
4.1.3 Karakterisasi Katalis dengan BET.....	31
4.1.4 Karakterisasi Keasaman Katalis dan Uji Spektrofotometer-IR.....	32
4.1.5 Reaksi Asetilasi Variasi Katalis.....	33
4.1.6 Reaksi Asetilasi Variasi Temperatur dan Waktu.....	34
4.1.7 Analisis GC-Ms dan FTIR Hasil Reaksi Asetilasi.....	35
4.2 Pembahasan.....	40
4.2.1 Patchouli Alkohol.....	40

4.2.2.1 Preparasi dan Karakterisasi Katalis Zeolit Beta	
Termodifikasi	41
4.2.2.2 Karakterisasi Katalis dengan X-Ray Diffraction (XRD)	42
4.2.2.3 Karakterisasi Katalis dengan BET.....	43
4.2.2.4 Karakterisasi Keasaman Katalis dan	
Uji Spektrofotometer-IR.....	43
4.2.3 Reaksi Asetilasi Patchouli Alkohol	45
4.2.3.1 Reaksi Asetilasi Variasi Katalis	45
4.2.3.2 Reaksi Asetilasi Variasi Temperatur dan Waktu.....	48
BAB V PENUTUP	50
5.1 Simpulan.....	50
5.2 Saran.....	50
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	55

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Spesifikasi syarat mutu minyak nilam menurut SNI 06-2385-2006	10
2.2 Spesifikasi syarat mutu minyak nilam menurut EOA	10
2.3 Sifat fisik patchouli alkohol.....	11
2.4 Sifat fisik patchouli asetat.....	12
4.1 Hasil pengukuran luas permukaan, volume total pori dan rerata jejari pori.....	31
4.2 Nilai keasaman katalis H-Zeolit beta dan Zn^{2+} -Zeolit beta	32
4.3 Konversi dan selektivitas katalis pada temperatur 80°C selama 9 jam	34
4.4 Konversi aktivitas dan selektivitas katalis Zn^{2+} -zeolit beta.....	35
4.5 Interpretasi spektrum IR hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam	39
4.6 Analisis kromatogram GCMS minyak nilam sebelum dan sesudah destilasi pengurangan tekanan	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur Patchouli Alkohol.....	11
2.2 Struktur Patchouli Asetat.....	12
2.3 Reaksi esterifikasi dengan asam asetat pada patchouli alkohol menghasilkan patchouli asetat.....	13
2.4 Struktur kerangka zeolit.....	15
2.5 Mekanisme pertukaran ion pada kerangka zeolit	16
2.6 Struktur zeolit beta.....	18
4.1 Kromatogram GCMS komponen minyak nilam sebelum destilasi	26
4.2 Rangkaian alat destilasi pengurangan tekanan Teknologi Industri Pertanian UNPAD..	27
4.3 Kromatogram GCMS komponen minyak nilam setelah destilasi	28
4.4. Spektrum massa (a) patchouli alkohol, (b) delta-guaiene, (c) alpha-guaienen, (d) alpha-patchoulene...	29
4.5 Difraktogram XRD Katalis H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta	31
4.6 Pembacaan Spektra IR katalis H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta	33
4.7 Hasil asetilasi patchouli alkohol terkatalis zeolit beta termodifikasi Pada temperatur 80°C dan waktu 9 jam	34
4.8` Kromatogram GC-MS produk asetilasi	36
4.9 Spektrum massa senyawa patchouli alkohol puncak ke 12	36
4.10 Pola fragmentasi patchouli alkohol puncak ke 12	37
4.11 Spektrum massa senyawa patchouli puncak ke 14.....	37
4.12 Pola fragmentasi patchouli alkohol puncak ke 14	38
4.13 Spektra IR hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam.....	39

4.14	Katalis (a) Zn^{2+} -zeolit beta, (b) Fe^{3+} -zeolit beta, (c) Zr^{4+} -zeolit beta.....	42
4.15	Usulan mekanisme reaksi asetilasi patchouli alkohol terkatalis Zn^{2+} -zeolit beta menghasilkan produk patchouli asetat	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1	Skema kerja55
1.1.	Isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam.....55
1.2.	Preparasi katalis zeolit beta termodifikasi56
1.3.	Asetilasi patchouli alkohol57
2.	Dokumentasi58
3.	Hasil XRD katalis zeolit beta60
3.1.	JCPDS zeolit beta60
3.2.	XRD H-zeolit beta62
3.3.	XRD Zn ²⁺ -zeolit beta.....66
4	BET Katalis zeolit beta.....71
4.1.	H-zeolit beta.....71
4.2.	Zn ²⁺ -zeolit beta72
5.	Spektra IR uji keasaman katalis.....73
5.1.	Spektra IR katalis H-zeolit beta.....73
5.2.	Spektra IR katalis Zn ²⁺ -zeolit beta76
5.3.	Uji keasaman katalis metode gravimetri.....79
6.	Hasil analisis minyak nilam.....80
6.1.	GC-MS minyak nilam sebelum destilasi pengurangan tekanan80
6.2.	GC-MS minyak nilam setelah destilasi pengurangan tekanan88
6.3.	GC-MS produk hasil asetilasi.....123
7.	GC minyak hasil reaksi asetilasi.....139
7.1.	GC hasil asetilasi selektivitas katalis Zn ²⁺ -zeolit beta.....139
7.2.	GC hasil asetilasi selektivitas katalis Fe ³⁺ -zeolit beta140

7.3. GC hasil asetilasi selektivitas katalis Zr^{4+} -zeolit beta	141
7.4. GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 9 jam	142
7.5. GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 18 jam	143
7.6. GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 27 jam	144
7.7. GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam	145
7.8. GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 18 jam	146
7.9. GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 27 jam	147
8. FTIR produk hasil asetilasi	148

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Parfum kini merupakan produk yang sudah tidak asing lagi dalam kehidupan sehari-hari. Apalagi dengan perkembangan teknologi dan SDM manusia, saat ini parfum yang ditawarkan sudah semakin beragam, baik yang dikhususkan untuk pria, wanita, ataupun untuk anak-anak dengan pilihan aroma wewangian yang beragam dan kemasan yang menarik. Kata parfum sendiri berasal dari bahasa latin “*per fumum*” yang berarti melalui asap. Riwayat parfum telah ada sejak zaman mesopotamia kuno sekitar lebih dari 4000 tahun yang lalu. Pada zaman dahulu, orang-orang menggunakan tanaman herbal, rempah-rempah dan bunga dan dicampurkan bersama untuk membuat wewangian. Selanjutnya pada pertengahan abad ke-15 parfum mulai dicampur minyak dan alkohol (Prasasti *et al.*, 2014).

Dari hasil penelitian Borgave & Chaudari (2010), konsumen/pemakai akan merasa lebih baik dan merasa lebih percaya diri setelah menggunakan parfum dimana konsumen menilai wangi parfum berada di urutan pertama yang dipertimbangkan pada saat akan membeli parfum. Dengan urutan pilihan selanjutnya adalah merek, harga, dan kemasan parfum itu sendiri.

Minyak atsiri merupakan salah satu bahan baku untuk memproduksi parfum yang berfungsi sebagai bahan pengikat (*fixatif*) dalam pembuatan parfum.

Berdasarkan data Statistika Ekonomi Keuangan (2008) yang bersumber dari Ditjen Bea cukai, impor minyak atsiri dalam bentuk parfum sebesar 161 ton pertahun 2007. Padahal Indonesia merupakan pemasok utama 90% bahan baku parfum dunia, dimana pada tahun 2008 Indonesia mampu mengekspor minyak atsiri sebesar 573 ton. Hal ini terjadi karena belum maksimalnya pengolahan oleh para pelaku industri parfum di dalam negeri, yang akibatnya Indonesia hanya mampu mengekspor bahan baku minyak atsiri dan lebih banyak mengimpor barang jadinya salah satunya berupa parfum dengan harga yang relatif lebih mahal.

Nilam (*Pogostemon cablin* Benth) merupakan salah satu jenis tanaman yang menghasilkan minyak atsiri yang dikenal dengan minyak nilam. Masyarakat Indonesia pada awalnya mengenal tumbuhan nilam hanya dimanfaatkan untuk mencuci pakaian dan mandi. Namun semenjak pemerintahan Belanda pada tahun 1920, nilam mulai disuling untuk diambil minyaknya karena harganya yang sangat mahal. Sejak saat itulah masyarakat mulai mengenal minyak nilam. Di pasar perdagangan internasional, nilam diperdagangkan dalam bentuk minyak dan dikenal dengan nama *patchouli oil* (Santoso,1990) dengan senyawa utama yaitu patchouli alkohol (Su *et al.*, 2014). *Patchouli oil* biasanya digunakan sebagai bahan utama dalam parfum karena memiliki aroma yang khas dan mempunyai sifat aromaterapi yang menenangkan (Farooqui *et al.*, 2001 dalam Ramya 2013). Dalam industri parfum, patchouli oil telah banyak digunakan dalam berbagai parfum terkenal dunia terkenal seperti *Arpege, Tabu, Miss Dior, Opium, Paloma, Picasso, Ysatis dan Angel* (Singh *et al.*, 2002 dalam Ramya, 2013).

Dari berbagai jenis minyak atsiri yang ada di Indonesia, *patchouli oil* menjadi primadona dan Indonesia mampu mengekspor tidak kurang dari 600 ton minyak nilam pertahun dengan nilai ekspor \pm US\$ 3,8 juta (BPS,2005). Menurut Kardinan (2004) Sebagai tumbuhan penghasil minyak atsiri yang bernilai ekonomis tinggi, nilam bisa menjadi alternatif untuk meningkatkan ekspor non migas dan sebagai penyumbang devisa negara.

Pengubahan komponen minyak atsiri menjadi produk turunan yang berguna dapat meningkatkan nilai daya guna dari minyak atsiri tersebut. Usaha untuk memperoleh produk turunan patchouli alkohol adalah dengan reaksi asetilasi menghasilkan patchouli asetat yang beraroma harum dan memiliki harga jual yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan patchouli alkohol. Reaksi asetilasi banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, baik dalam industri maupun laboratorium. Asetilasi adalah pergantian hidrogen aktif dengan gugus asetil. Dalam industri, reaksi asetilasi biasanya digunakan pada pembuatan selulosa asetat dan pada pembuatan aspirin. Reaksi ini menggunakan anhidrida asetat yang tersedia secara komersial dan bersifat lebih reaktif dari pada asam karbosilat dan dapat digunakan untuk mensintesis ester (Fessenden, 1981). Bulan (2004) telah melakukan penelitian turunan patchouli alkohol melalui reaksi esterifikasi terhadap patchouli alkohol dengan asam asetat glasial dan katalis asam sulfat pekat menggunakan metode refluks pada suhu 100-110°C selama 6 jam. Reaksi tersebut menghasilkan rendemen patchouli asetat sebesar 75,38% yang berwarna hitam. Hapsari (2014) juga pernah mensintesis patchouli asetat dari patchouli alkohol dengan asam asetat anhidrat menggunakan katalis asam sulfat

pekat menggunakan metode refluks bervariasi waktu diperoleh rendemen patchouli asetat sebesar 99,09% pada waktu refluks selama 9 jam pada suhu 110°C dan dari uji organoleptik patchouli asetat menghasilkan aroma *soft-woody* dengan kecenderungan aroma *sineol (eucalyptus)*, sedangkan patchouli alkohol memiliki aroma *hard woody*. Akan tetapi, dari beberapa penelitian terdahulu menggunakan katalis asam sulfat pekat yang tidak ramah lingkungan, dan kecenderungan katalis homogen yang susah dipisahkan akan berpengaruh pada produk ester yang dihasilkan. Oleh sebab itu, diperlukan adanya metode alternatif lain guna memperoleh produk ester yang lebih baik salah satunya peneliti tertarik untuk menggunakan anhidrida asam dan katalis heterogen untuk memperoleh senyawa patchouli asetat yang diharapkan dapat memiliki kualitas yang lebih baik dan lebih stabil.

Penggunaan katalis heterogen menjadi alternatif dalam industri kimia karena kemudahan dalam pemisahan dan katalis heterogen dapat digunakan kembali. Selain itu, harga katalis heterogen relatif lebih murah dibandingkan dengan katalis homogen dan lebih ramah lingkungan. Salah satu katalis heterogen yang sering digunakan adalah H-zeolit beta. H-Zeolit beta banyak digunakan sebagai katalisator dalam banyak reaksi organik seperti reaksi alkilasi dan asilasi. Menurut Arvela (2004) hasil sintesis menggunakan zeolit beta lebih selektif dibandingkan dengan menggunakan zeolit lain berdasarkan urutan H-Beta-11 > H-MCM-41 > H-ZSM-5 > SiO₂.

Oleh karena itu, untuk memperoleh produk berupa patchouli asetat yang memiliki kualitas yang baik maka peneliti tertarik untuk menggunakan anhidrida

asam asetat yang reaktif, katalis H-Zeolit beta yang ramah lingkungan, dan penggunaan alat-alat yang tidak korosif. Pada penelitian ini juga dibandingkan konversi aktivitas dan selektivitas reaksi asetilasi patchouli alkohol menggunakan katalis Zr^{4+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zn^{2+} -zeolit beta.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan dari uraian latar belakang diatas dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

- a. Bagaimana pengaruh jenis prekursor kation pada zeolit beta termodifikasi terhadap aktivitasnya sebagai katalis reaksi asetilasi patchouli alkohol?
- b. Bagaimana kondisi optimum (waktu dan temperatur) sintesis patchouli asetat dari reaksi asetilasi patchouli alkohol?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas dapat dirumuskan tujuan sebagai berikut :

- a. Mengetahui pengaruh jenis prekursor kation pada zeolit termodifikasi terhadap aktivitasnya sebagai katalis reaksi asetilasi patchouli alkohol.
- b. Mengetahui kondisi optimum (waktu dan temperatur) sintesis patchouli asetat dari reaksi asetilasi patchouli alkohol

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memperoleh pengetahuan tentang selektivitas katalis Zn^{2+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta untuk mengkatalisis reaksi asetilasi patchouli alkohol. Kemudian mengetahui

kondisi optimum untuk memperoleh produk patchouli asetat dengan variasi waktu dan temperatur.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Nilam (*Pachouli oil*)

Tanaman nilam merupakan tanaman yang termasuk suku Labiate yang memiliki sekitar 200 genus. Menurut Rukmana (2003) berdasarkan taksonominya, kedudukan tanaman nilam diklasifikasikan sebagai berikut.

Kingdom	: Plantae
Divisi	: Sprematophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Ordo	: Labiales
Famili	: Labiatae
Genus	: Pogostemon
Spesies	: <i>Pogostemon cablin</i> Benth.

Minyak nilam (*patchouli oil*) adalah minyak yang dihasilkan dari penyulingan pada tumbuhan nilam, minyak ini digunakan sebagai bahan pengikat (fiksatif) dalam industri parfum, sabun, dan tonik rambut, minyak ini juga digunakan dalam pembuatan sabun dan kosmetik (Kateren, 1985). Minyak nilam dapat diperoleh dengan cara destilasi uap-air dari daun nilam yang dalam dunia perdagangan dikenal dengan nama patchouli oil. Pada mulanya tanaman nilam sering digunakan sebagai pewangi selendang orang india, karena baunya yang khas (Sastrohamidjojo, 2002).

Minyak nilam pada tanaman nilam terdapat pada bagian akar, batang, ranting maupun daun tanaman. Umumnya, kandungan minyak atsiri pada bagian akar, batang dan ranting tanaman nilam lebih kecil (0,4-0,5%) dibandingkan kandungan minyak atsiri pada daun (2,5-5,0%) (Kardinan,2004). Di Indonesia dikenal tiga jenis tanaman nilam yang dapat menghasilkan minyak nilam dengan kadar yang berbeda yaitu sebagai berikut (Kardinan, 2004) :

1. *Pogostemon cablin*, Benth atau dikenal sebagai nilam aceh banyak diusahakan di Provinsi Nagroe Aceh Darussalam dan Sumatera Utara. Nilam ini tidak berbunga dan daunnya berbulu halus. Kadar minyak aceh sebesar 2,5-5,0%. Varietas nilam ini diduga berasal dari Filipina. Nilam Aceh termasuk jenis nilam yang bermutu tinggi dan banyak diincar konsumen.
2. *Pogestemon heyneanus*, Benth dikenal juga sebagai nilam jawa atau nilam hutan. Nilam jenis ini diduga berasal dari India, dan banyak tumbuhan liar di hutan-hutan di Pulau Jawa. Nilam jawa berbunga , daunnya tipis, dan kadar minyaknya rendah, yaitu 0,5-1,5%.
3. *Pogestemon hortensis* Benth dikenal juga sebagai nilam jawa. Bedanya dengan nilam jawa lainnya (*Pogestemon heyneanus*) adalah nilam ini tidak berbunga. Nilam ini disebut juga nilam sabun karena daunnya bisa digunakan untuk mencuci tangan dan pakaian. Tanamannya berbentuk perdu dan tingginya mencapai 0,5-1,2 meter. Tetapi kandungan minyaknya rendah yaitu hanya 0,5-1,5%.

Pada umumnya senyawa penyusun minyak atsiri bersifat asam dan netral, begitu pula dengan minyak nilam, tersusun atas senyawa-senyawa yang bersifat asam dan netral misalnya senyawa asam *2-naftalenkarboksilat* yang merupakan salah satu komponen minor penyusun minyak nilam (Guenther, 1987).

Pada penelitian Aisyah (2014), hasil analisis minyak nilam menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa teridentifikasi 32 senyawa kimia penyusunnya dan diperoleh 4 komponen penyusun utama yaitu patchouli alkohol sebesar 33,61% pada waktu retensi 28,79 menit, delta-guaiene sebesar 20,08 pada waktu retensi 25,033 menit, alpha-guaiene sebesar 18,10% pada waktu retensi 23,28 menit, dan alpha-patchoulene sebesar 6,65% pada waktu retensi 23,819 menit.

Minyak nilam seperti kebanyakan minyak atsiri memiliki standar mutu untuk menentukan standar harga, akan tetapi standar mutu minyak nilam belum seragam untuk seluruh dunia, karena setiap negara penghasil dan pengeksport menentukan standar mutu minyak nilam sendiri. Spesifikasi minyak nilam menurut SNI (Standar Nasional Indonesia) dan EOA (*Essential Oil Association*) dapat dilihat pada Tabel 2.1 dan 2.2

Tabel 2.1 merupakan persyaratan mutu minyak nilam secara nasional, dengan warna kuning muda sampai kecoklatan yang memiliki berat jenis 0,945-0,975 /25°C dengan nilai bilangan asam maksimal sebesar 8 dan bilangan ester sebesar 20. Pada minyak nilam terdapat beberapa komponen utama yaitu Patchouli alkohol dengan kadar maksimal sebesar 30%, Alpha copaene maksimal 0,5% , dengan kandungan besi pada minyak nilam maksimal 25 mg/kg.

Tabel 2.1. Spesifikasi syarat mutu minyak nilam menurut SNI 06-2385-2006

Jenis Uji	Persyaratan
Warna	Kuning muda sampai coklat kemerahan
Berat jenis 25°C /25°C	0,945-0,975
Indeks bias (25°C)	1,507-1,515
Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 20°C ± 3°C	Larutan (jernih) atau opalesensi ringan dalam perbandingan
Putaran Optik (°)	(-48)-(-65)
Bilangan asam	Maks. 8,0
Bilangan ester	Maks. 20,0
Patchouli alcohol (C ₁₅ H ₂₆ O)	Maks. 30 %
Alpha copaene (C ₁₅ H ₂₄)	Maks. 0,5 %
Kandungan besi (Fe)	Maks.25 mg/kg

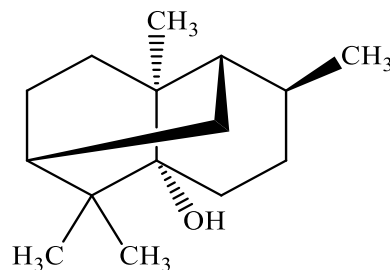
Tabel 2.2. Spesifikasi syarat mutu minyak nilam menurut EOA

Jenis uji	Persyaratan
Berat jenis 25°C /25°C	0,945 -0,975
Indeks bias (25°C)	1,570 -1,515
Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 20°C ± 3°C	Larutan (jernih) atau opalesensi ringan dalam perbandingan volume 1 : 10
Putaran Optik (°)	(-48) – (-65)
Bilangan Asam	Maks. 10,0
Bilangan Ester	Maks 20,0

2.2 Patchouli alkohol

Minyak nilam mengandung patchouli alcohol yang merupakan penyusun utama dan digunakan sebagai indikator untuk mengetahui kualitas dari minyak nilam, kadarnya mencapai 50-60%. Patchouli alcohol merupakan senyawa *seskuiterpen alkohol tersier trisiklik*, tidak larut dalam air, larut dalam alkohol,

eter atau pelarut organik yang lain, mempunyai titik didih $280,37^{\circ}\text{C}$ dan kristal yang terbentuk memiliki titik leleh 56°C . Patchouli alkohol merupakan komponen penyusun utama yang menentukan mutu minyak nilam dengan kadar tidak boleh kurang dari 30%. Struktur patchouli alkohol dapat dilihat pada Gambar 2.1 dan sifat fisik patchouli dapat dilihat pada Tabel 2.3 :



Gambar 2.1. Struktur Patchouli alkohol (Su *et al.*, 2014)

Tabel 2.3. Sifat fisik Patchouli Alkohol (Sastrohamidjojo, 2002)

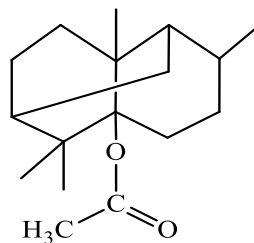
Sifat	Nilai
Bobot Jenis (20/4°C)	1.0284
Putaran Optik (pada kloroform)	(-) 97°42'
Indeks Bias (20°C) dan (25°C)	1.5245 dan 1.52029
Titik Didih (8 mmHg)	140°C

Dalam perdagangan minyak nilam dunia patchouli alcohol merupakan syarat mutu yang sangat memengaruhi harga minyak nilam (Guenther, 1987). Corinne dan Sellier (2004) mengidentifikasi 28 komponen-komponen kimia penyusun minyak nilam dengan GC-MS dengan komponen utama adalah patchouli alkohol (32,2%), δ -guaiene (16,7%), α -guaiene (15,6%), α -patchoulene (5,5%), dan seychellene (5,3%).

Isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam pernah dilakukan oleh Ma'mun (2008) dengan cara destilasi vakum fraksinasi memberikan hasil dengan konsentrasi tertinggi 91,5% pada temperatur 150°C-180°C dengan tekanan 0mmHg. Isolasi patchouli alkohol juga pernah dilakukan oleh Aisyah (2008) dengan menggunakan metode destilasi dan redestilasi fraksinasi dan diperoleh hasil akhir berupa patchouli alkohol dengan kadar 87,36% pada temperatur 135°C-136°C dan tekanan 4 mmHg.

2.3 Patchouli Asetat

Patchouli asetat merupakan ester dari turunan patchouli alkohol yang mempunyai aroma *soft woody*, mempunyai rumus molekul $C_{17}H_{28}O_2$ dengan berat molekul 264,40 g/mol. Struktur patchouli asetat dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan sifat fisik dapat dilihat pada Tabel 2.4.:



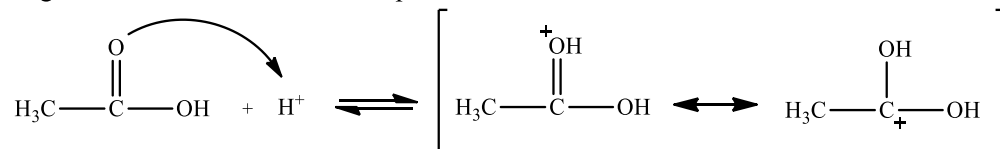
Gambar 2.2. Struktur Patchouli asetat

Tabel 2.4. Sifat Fisik Patchouli Asetat

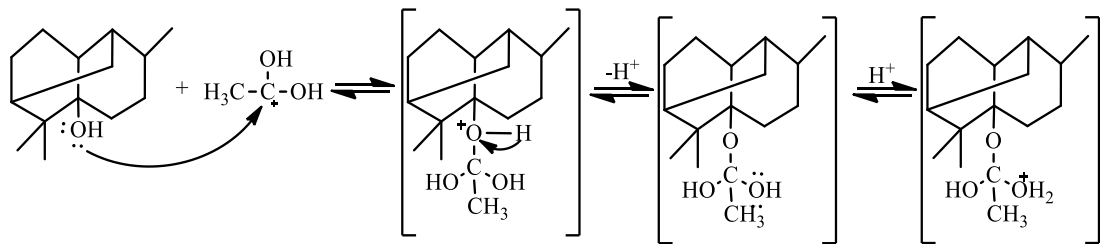
Sifat	Nilai
Warna	Kehijauan sampai kuning
Densitas	0,975-0,99 g/cm ³
Putaran Optik	-40°C / -70 °C
Indeks Bias	1,500 – 1,600

Dalam Bulan (2004) patchouli asetat diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara patchouli alkohol dengan asam asetat glasial dan katalis asam sulfat pekat, dan diperoleh rendemen patchouli asetat sebesar 75,38% pada suhu 110°C selama 6 jam. Reaksi esterifikasi dengan asam asetat pada patchouli alkohol menghasilkan patchouli asetat dan reaksinya dapat dilihat pada Gambar 2.3 sebagai berikut :

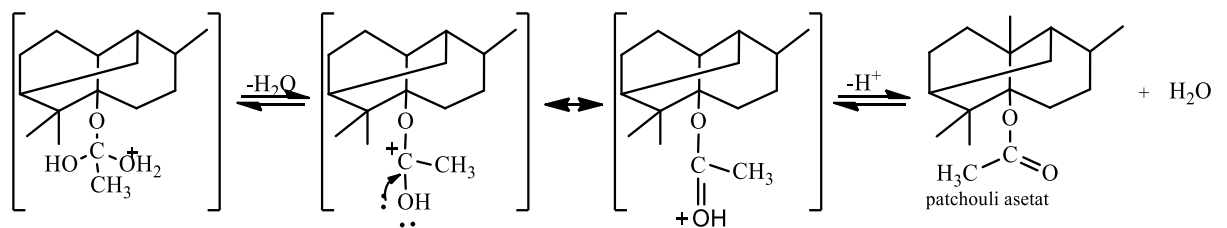
i. oksigen karbonil asam karbosilat diprotonasi oleh asam



ii. alkohol nukleofilik menyerang ion karbonium



iii. eliminasi molekul air dan diikuti penarikan H^+ oleh H_2O akan menghasilkan ester



Gambar 2.3. Reaksi esterifikasi dengan asam asetat pada patchouli alkohol menghasilkan patchouli asetat (Bulan, 2004)

Hal yang serupa juga pernah dilakukan oleh Hapsari (2014) dengan mereaksikan patchouli alkohol dengan asam asetat anhidrat dengan katalis asam sulfat pekat diperoleh rendemen patchouli asetat sebesar 99,09% pada suhu 110°C selama 9 jam.

2.4 Zeolit Sebagai Katalis Reaksi

Katalis merupakan sejumlah kecil materi yang ditambahkan kepada suatu reaksi kimia yang berjalan lambat dengan tujuan agar reaksi tersebut dapat berjalan lebih cepat. Katalis menurunkan energi aktivasi yang menyebabkan laju reaksi semakin cepat. Katalis dapat dibedakan menjadi dua bagian yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fase yang berbeda dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisisnya, sedangkan katalis homogen mempunyai fase yang sama dengan pereaksinya (Triyono,2002). Penggunaan katalis heterogen memiliki beberapa macam kelebihan, antara lain mudah dipisahkan dari produk, proses preparasi dan kontrol katalis yang mudah, dan kualitas produk yang dihasilkan baik.

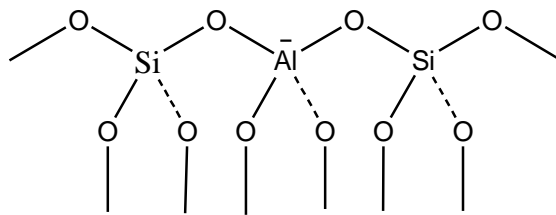
Persyaratan kunci dalam katalisis heterogen ialah bahwa pereaksi fase gas atau larutan diadsorpsi kepermukaan katalis. Tahapan reaksi pada sistem katalis heterogen, yaitu :

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi reaktan dengan katalis, dimana terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorpsi.
3. Reaksi molekul reaktan yang teradsorpsi dengan membentuk senyawa intermediet dan menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

Katalis dapat dinilai baik-buruknya berdasarkan pada beberapa parameter sebagai berikut:

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat salah satu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
4. Hasil (yield), yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

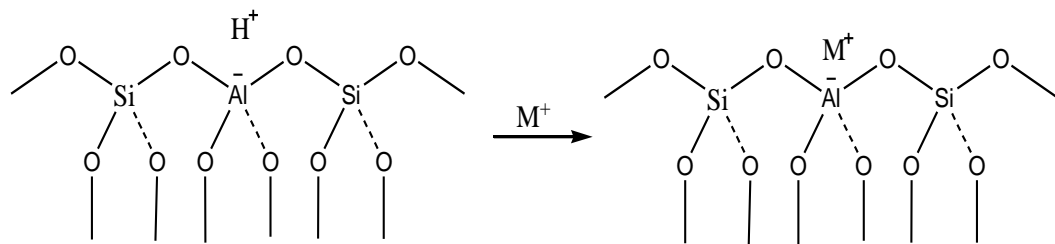
Zeolit merupakan senyawa aluminosilikat terhidrasi yang memiliki kerangka struktur tiga dimensi, mikroporus dan merupakan padatan kristalin serta mengikat sejumlah tertentu molekul air didalam porinya. Dimana struktur dari kerangka zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.4 :



Gambar 2.4. Struktur kerangka zeolit (Witanto *et al.*, 2010).

Kemampuan zeolit untuk mengkatalis suatu reaksi kimia terutama berhubungan dengan tersedianya pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit dan sifatnya sebagai padatan asam karena adanya situs-situs asam, baik situs asam Bronsted maupun Lewis (Witanto *et al.*, 2010). Sifat zeolit sebagai penukar ion

karena adanya kation logam. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama.



Gambar 2.5. Mekanisme pertukaran ion pada kerangka zeolit

Menurut Sadiana (1991) dalam Witanto (2010) Katalis sistem logam pengemban merupakan katalis yang baik karena logam dapat terdispersi merata pada permukaan pengemban. Anderson dan Dawson mengemukakan bahwa tahap awal yang penting dalam pembuatan katalis logam pengemban adalah pemilihan pengemban yang sesuai. Salah satu pengemban yang sudah banyak digunakan adalah zeolit. Logam-logam yang diembankan ke dalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang pada akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi berjalan cepat.

Zeolit mempunyai tiga tipe katalis selektif, bentuk :

1. Katalis selektif reaktan

Hanya molekul (reaktan) dengan ukuran tertentu yang dapat masuk kedalam pori dan akan bereaksi didalam pori.

2. Katalis selektif produk

Hanya produk yang berukuran tertentu yang dapat meninggalkan situs aktif dan berdifusi melewati saluran dan keluar sebagai produk.

3. Katalis selektif keadaan transisi

Reaksi yang terjadi melibatkan keadaan transisi dengan dimensi yang terbatas oleh ukuran pori.

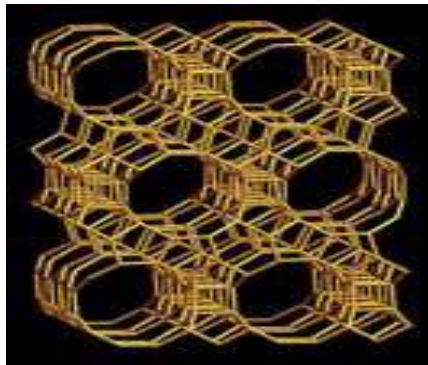
Zeolit sintesis

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

Zeolit sintesis dapat diproduksi dengan cara hydrothermal dan kebanyakan diproduksi dibawah kondisi tidak setimbang, akibatnya zeolit yang dihasilkan merupakan bahan metastabil atau mudah berubah. Tahap pertama dalam pembuatan zeolit adalah reaksi bahan dasar seperti gel atau zat padat amorf hidroksida alkali dengan pH tinggi dan basa kuat dengan kondisi operasi pada suhu hidrotermal rendah (Surtati & Rachmawati, 1994).

Salah satu zeolit sintesis adalah zeolit beta. Zeolit beta terdiri dari 2 struktur yang tumbuh berbeda disebut polimorf A dan B. Polimorf tersebut tumbuh sebagai lapisan 2 dimensi dan lapisan tersebut berubah secara acak antara keduanya. Kedua Polimorf tidak berpengaruh besar terhadap pori-pori struktur 2 dimensinya, tapi pada arah tertentu porosnya menjadi berliku-liku tapi bukan terintang (Kamimura *et al.*, 2011). Zeolit beta pada umumnya memiliki keasaman tinggi dan berpotensi aktif sebagai katalis heterogen dalam asilasi Friedel-Crafts

senyawa aromatik. Zeolit beta dengan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=30$ (H-Si-30) dan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=60$ (H-Si-60) telah disintesis menggunakan abu sekam padi melalui metode hidrotermal. Zeolit beta kemudian dimodifikasi menjadi bentuk hidrogen sebagai zeolit H-beta, menggunakan metode pertukaran ion dengan Ammonium nitrat.



Gambar 2.6. Struktur Zeolit beta

2.5 Reaksi Asetilasi Terkatalis Zeolit Beta

Reaksi asetilasi adalah salah satu contoh reaksi yang banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, reaksi ini banyak digunakan baik dalam industri maupun laboratorium. Reaksi yang melibatkan pergantian atom hidrogen dengan radikal atau kation asetil ($\text{CH}_3\text{CO}\cdot$ / CH_3CO^+).

Reaksi asetilasi terhadap gugus OH sangat penting dan biasanya digunakan pada transformasi senyawa organik. Diantara gugus-gugus pelindung untuk gugus OH, asetil adalah gugus yang biasa digunakan karena stabil dalam reaksi keadaan asam dan mudah dihilangkan dengan hidrolisis menggunakan alkali (Haravi *et al.*, 2007 dalam Kinantiningsih, 2012).

Peran zeolite sebagai katalis sintesis senyawa organik merupakan hal yang masih dikembangkan oleh para peneliti. Zeolite sebagai katalis menggantikan peran katalis konvensional yang kurang ramah lingkungan dan memerlukan biaya perawatan alat yang tinggi, zeolite cocok menggantikan katalis jenis homogen yang korosif dan memerlukan biaya pengolahan limbah yang tinggi. Berdasarkan rasio Si/Al yang tinggi, kekuatan asam zeolit beta menjadi relatif tinggi dan biasanya lebih disukai sebagai katalis daripada tipe zeolit lain untuk reaksi konversi hidrokarbon. Tingginya rasio Si/Al membuat zeolit beta bersifat hidropobik dan memiliki kestabilan termal yang tinggi. Kestabilan termal zeolit beta menjadikannya bahan yang tepat untuk reaksi katalisis pada temperatur yang relatif tinggi.

Berdasarkan penelitian Gauthier *et al* (2006) zeolit beta dapat meningkatkan hasil pada reaksi Friedel-Craft anisol dengan anhidrida asetat dan menggantikan penggunaan katalis konvensional seperti AlCl_3 , FeCl_3 dan ZnCl_2 . Berdasarkan hasil yang diperoleh katalis H-zeolit beta relatif tinggi dengan konversi mencapai 87% pada waktu reaksi 24 jam dan diperoleh hasil berupa p-metoksiasetofenon mencapai 97%.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Lokasi Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang dapat dilihat pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jenis katalis (Zr^{4+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta Zn^{2+} -zeolit beta), waktu reaksi (9 jam, 18 jam dan 27 jam) dan temperatur ($80^{\circ}C$ dan $110^{\circ}C$).

3.2.2 Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang menjadikan titik pusat penelitian variabel, dalam penelitian ini adalah hasil asetilasi patchouli alkohol.

3.2.3 Variabel terkontrol

Variabel terkontrol adalah faktor-faktor yang mempengaruhi hasil reaksi yang dikendalikan agar tidak mempengaruhi variabel bebas. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah jumlah katalis, jumlah reaktan, alat penelitian, cara kerja, dan kecepatan pengadukan.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:seperangkat alat destilasi, seperangkat alat refluks, *magnetic-stirrer*, *hotplate-stirrer*, *furnance*, oven, alat-alat gelas, desikator, *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) (QP2010S Shimadzu) untuk mengetahui senyawa penyusun minyak nilam , *X-ray Diffraction* (XRD) (Philipp Cu $\lambda=1,54060$) utuk mengetahui karakter kristalinitas zeolit sebelum dan sesudah dimodifikasi, BET (NOVA Instruments) untuk mengetahui luas permukaan zeolit sebelum dan sesudah dimodifikasi, FT-IR (PerkinElmer Spectrum Version 10.03.06) untuk mengetahui gugus fungsi senyawa hasil reaksi, GC untuk mengetahui kadar komponen minyak.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: minyak nilam, zeolit beta (*Tosoh Coperation*) bahan-bahan yang tersedia di *Merck* anhidrida asam asetat, $ZrCl_4$, $FeCl_3$, $ZnCl_2$, $AgNO_3$, n-heksana, aquademin.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam

Isolasi minyak nilam dilakukan dengan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan mengacu pada metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan yang dilakukan Bulan (2004) yang dilakukan di Fakultas Teknologi Industri Pertanian Universitas Padjadjaran. Sebanyak 2 L minyak nilam dimasukkan kedalam tabung destilasi. Kemudian di lakukan destilasi fraksinasi

dengan tekanan -60 cmHg, diperoleh 8 fraksi. Kemurnian destilat dicek dengan GCMS.

3.4.2 Preparasi Katalis Zeolit Beta Termodifikasi

Preparasi dan karakterisasi katalis zeolit beta termodifikasi dengan cara NH_4 -zeolit beta dipanaskan pada oven pada suhu 120°C selama 2 jam dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam sehingga terbentuk H-zeolit beta aktif. Kemudian H-Zeolit beta aktif sebanyak 10 gram direndam dengan masing-masing 50 mL (1) ZnCl_2 0,1M (2) FeCl_3 0,1M (3) ZrCl_4 0,1M selama 24 jam dan diaduk dengan menggunakan stirrer dengan kecepatan 500 rpm. Kemudian campuran disaring menggunakan vakum dan dicuci dengan aquademin. Setelah itu filtrat dideteksi dengan larutan AgNO_3 0,1M untuk mengetahui adanya ion Cl^- dalam filtrat kemudian residu dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam. Katalis dikarakterisasi kristalinitasnya dengan XRD, uji luas permukaan dengan BET, dan uji keasaman menggunakan pengadsorpsian piridin menggunakan FTIR

3.4.3 Reaksi Asetilasi Patchouli Alkohol

Reaksi asetilasi patchouli alkohol mengacu pada prosedur Hapsari (2014) dan Saputri (2012) yang dimodifikasi. Sebanyak 1 gram masing-masing katalis (a) Zn^{2+} -Zeolit beta, (b) Fe^{3+} -Zeolit beta, dan (c) Zr^{4+} -Zeolit beta ditambahkan anhidrida asam asetat 5,6 mL kedalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan refluks, termometer dan *hot-plate* diaduk dengan kecepatan 450 rpm selama 20 menit hingga homogen kemudian ditambahkan minyak nilam 10 mL sambil terus diaduk. Campuran dipanaskan pada temperatur konstan 80°C setelah 9 jam reaksi

pemanasan dihentikan. Selanjutnya hasil reaksi ditambahkan n-heksana dan air (1:3) kemudian dilakukan dekantasi untuk memisahkan larutan dengan padatan katalis, larutan dipindahkan kedalam corong pisah dan dilakukan pencucian dengan air sampai netral. Hasil kemudian di analisis menggunakan GC. Katalis yang menghasilkan produk dengan kadar yang lebih baik dilakukan reaksi lebih lanjut dengan variasi temperatur 80°C dan 110°C pada masing-masing variasi waktu 9 jam, 18 jam, dan 27 jam menggunakan cara kerja yang sama dan hasil dianalisis menggunakan GC, GC-MS, dan FTIR.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian asetilasi patchouli alkohol dari minyak nilam (patchouli oil) dengan katalis Zn^{+} -zeolit beta, Fe^{2+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta untuk menghasilkan patchouli asetat dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik dan Kimia Fisik Universitas Negeri Semarang. Penelitian ini meliputi isolasi senyawa patchouli alkohol dari minyak nilam, preparasi pertukaran kation katalis zeolit beta, dan reaksi asetilasi patchouli alkohol menjadi patchouli asetat dengan katalis zeolit beta termodifikasi. Kajian ini menggunakan katalis zeolit beta dengan hasil yang terbaik untuk reaksi asetilasi patchouli alkohol pada kondisi yang sama kemudian katalis zeolit beta dengan selektifitas yang terbaik dikarakterisasi luas permukaan, kristalinitas, keasaman, dan dilakukan reaksi asetilasi dengan pengaruh waktu dan temperatur dengan kondisi yang dijaga konstan.

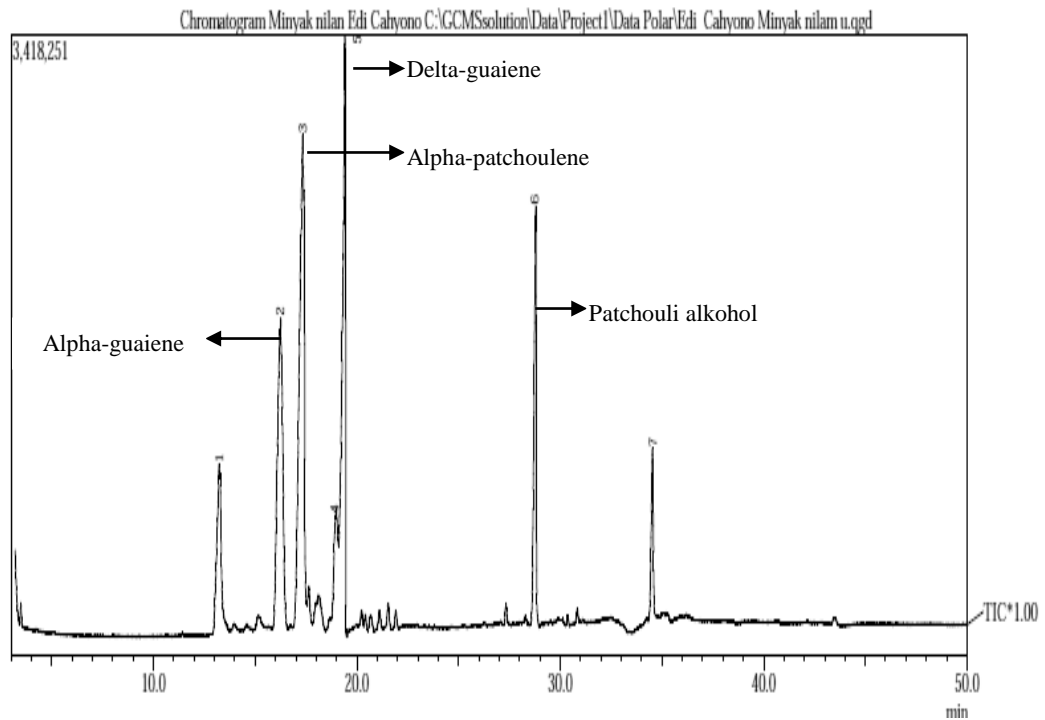
4.1 Hasil Penelitian

4.1.1 Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam

Isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam dilakukan dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Minyak nilam yang digunakan berasal dari produsen “DAI (Dewan Atsiri Indonesia)” dan destilasi fraksinasi dilakukan di Fakultas Teknologi Industri Pertanian Universitas Padjadjaran (UNPAD).

Minyak nilam yang digunakan untuk destilasi ini diperoleh dari produsen “DAI (Dewan Atsiri Indonesia)” dan perlu diidentifikasi komponen

penyusunnya. Identifikasi minyak nilam menggunakan GCMS-QP20108 SHIMADZU, kolom Carbowax, gas pembawa helium, laju alir helium 40 mL/menit. Identifikasi jumlah dan kadar komponen-komponen yang terdapat dalam minyak nilam dengan GC-MS disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Kromatogram GC-MS Komponen Minyak Nilam Sebelum Destilasi

Hasil kromatogram menunjukkan jenis dan kadar komponen yang terkandung dalam minyak nilam sebelum di destilasi, dalam minyak nilam terdapat 7 komponen penyusunnya. Komponen terbesar dari minyak nilam yaitu alpha-patchoulene (28,52%), delta-guaiene (22,55%), alpha-guaiene (19,99%), dan patchouli alkohol (11,43%). Minyak nilam yang telah di identifikasi komponennya kemudian di isolasi patchouli alkohol dengan destilasi pengurangan tekanan di Fakultas Teknologi Industri Pertanian Universitas Padjadjaran (UNPAD).

Destilasi dilakukan pada tekanan -60 cmHg sampai -70 cmHg dengan waktu isolasi selama 8 jam menghasilkan 8 fraksi.



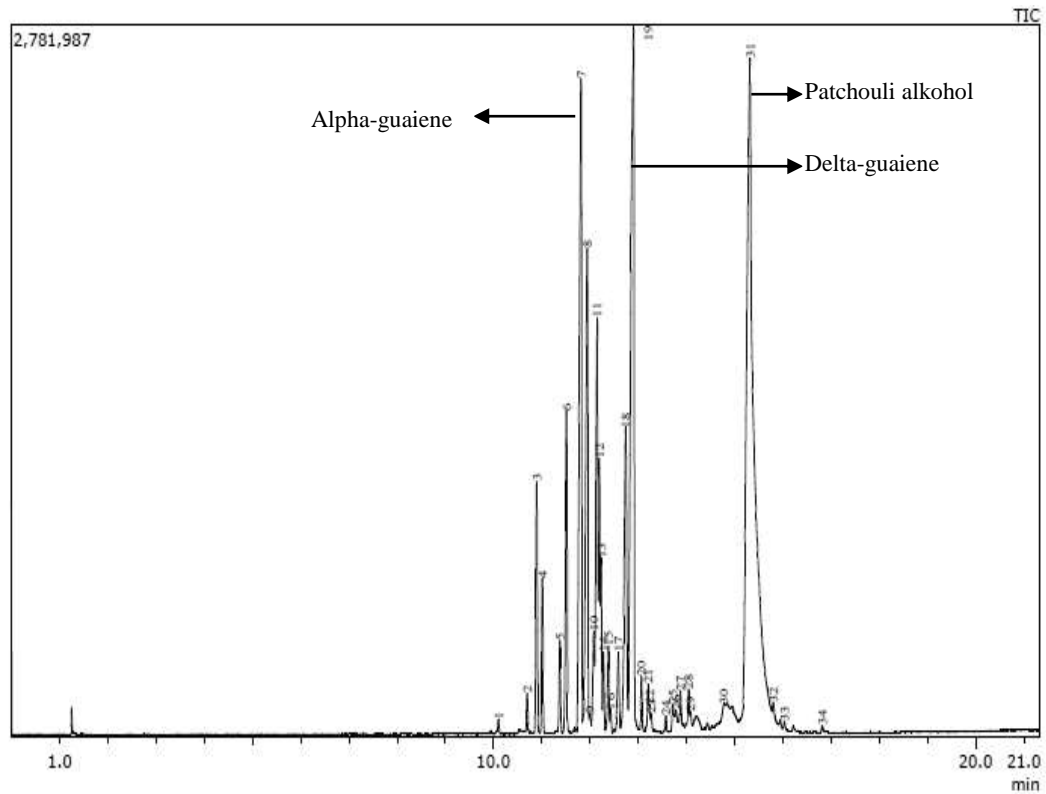
Keterangan:

- a. Tabung minyak nilam
- b. Tabung fraksinasi
- c. Kondensor
- d. Wadah sampling
- e. Tabung hasil destilasi
- f. Pompa

Gambar 4.2. Rangkaian Alat Destilasi Pengurangan Tekanan Teknologi Industri Pertanian UNPAD

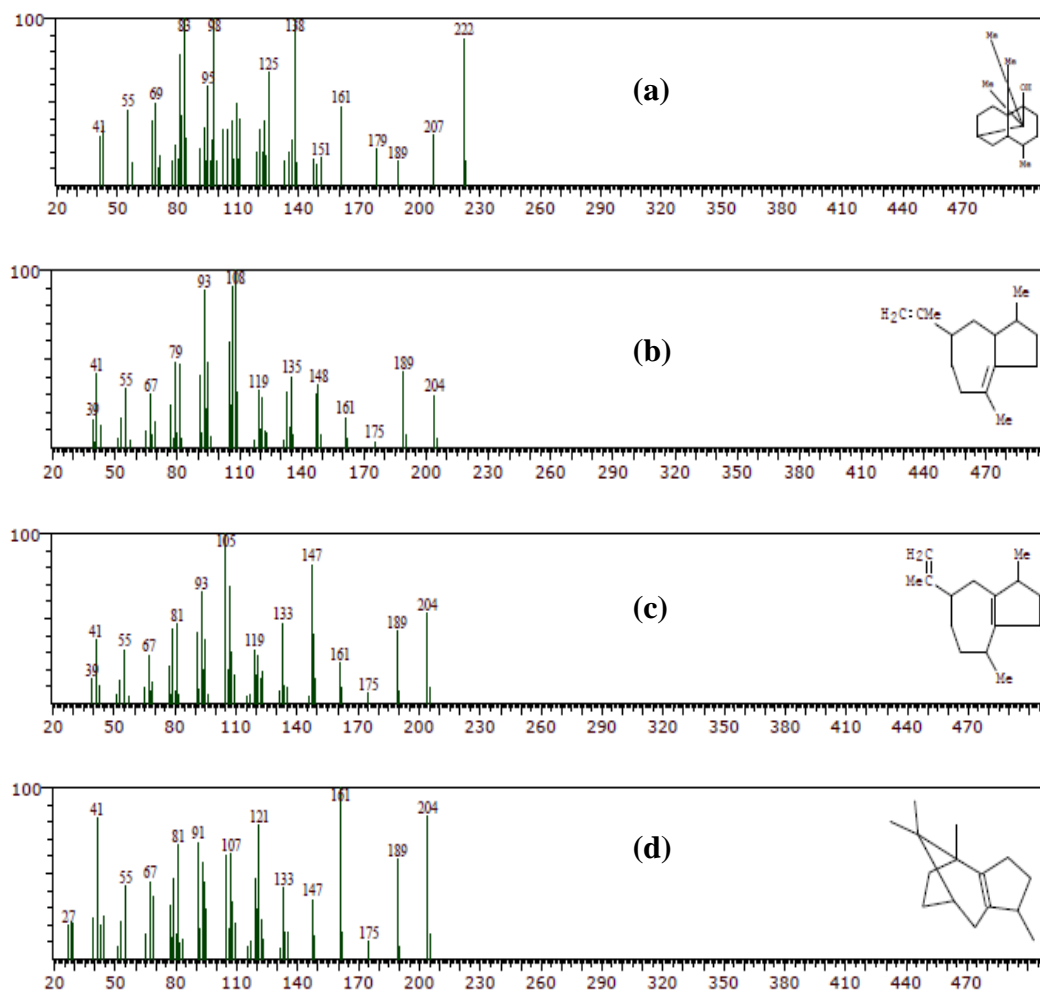
Patchouli alkohol dari minyak nilam merupakan komponen berat dan mempunyai titik didih yang lebih besar dibandingkan dengan senyawa lain penyusun minyak nilam. Oleh karena itu, hasil destilasi pengurangan tekanan yang digunakan adalah fraksi ke-8 yang merupakan fraksi akhir dari proses destilasi pengurangan

tekanan, kemudian diidentifikasi dengan GC-MS untuk mengetahui jenis dan kadar komponen yang terkandung setelah destilasi disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kromatogram GC-MS Komponen Minyak Nilam setelah Destilasi

Berdasarkan Gambar 4.3 terdeteksi 34 puncak dengan 4 puncak dominan yang dibandingkan dengan komponen minyak nilam sebelum dan sesudah destilasi pengurangan tekanan. Puncak utama dengan persen area yaitu 34,96% pada waktu retensi 15,32 menit merupakan patchouli alkohol. Puncak kedua yaitu dengan persen area sebesar 15,95% pada waktu retensi 12,9 menit merupakan delta-guaiene. Puncak ketiga dengan persen area 10,76% pada waktu retensi 11,81 menit merupakan alpha-guaiene. Puncak keempat dengan persen area 1,33% pada waktu retensi 12,23 menit merupakan alpha-patchoulene. Spektrum massa senyawa tersebut dapat dilihat struktur dan berat molekulnya sebagai berikut:



Gambar 4.4. (a) Spektrum Massa Patchouli alkohol, (b) Spektrum Massa Delta-guaiene, (c) Spektrum Massa Alpha-guaiene, dan (d) Spektrum Massa Alpha-patchoulene

Spektrum massa puncak Gambar 4.4 (a) dengan waktu retensi 15,32 menit dan kelimpahan 34,96% memiliki kesamaan fragmen dengan senyawa patchouli alkohol berdasarkan *Wiley Library*. Senyawa ini dikenal dengan rumus $C_{15}H_{26}O$. Puncak-puncak pada m/z 138, 151, 161, 179, 189, 207, dan 222. Puncak m/z 138 merupakan *base peak*.

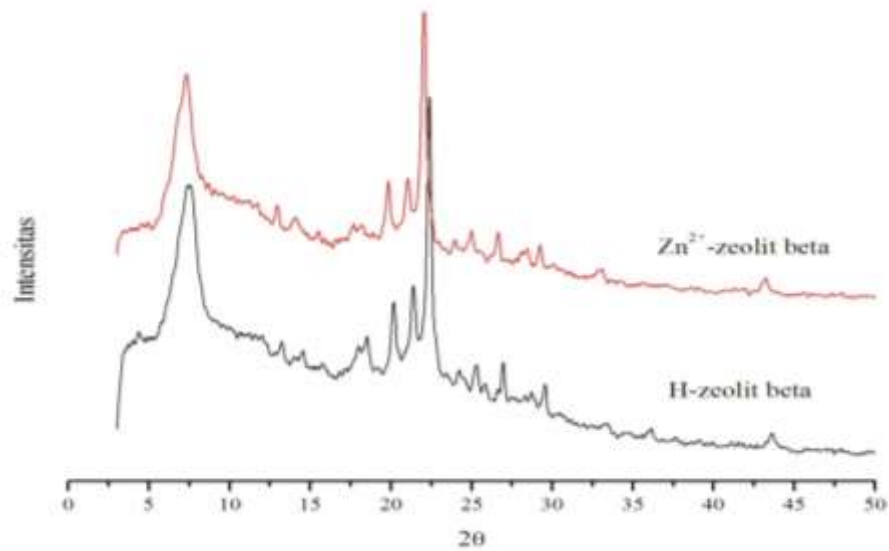
Spektrum massa puncak Gambar 4.4 (b) dengan waktu retensi 12,9 menit dan kelimpahan 15,95% memiliki kesamaan fragmen dengan senyawa delta-guaiene berdasarkan *Wiley Library*, senyawa ini memiliki rumus $C_{15}H_{24}$. Puncak-puncak pada m/z 107, 119, 135, 148, 161, 175, 189, dan 204. Puncak m/z 107 merupakan *base peak*.

Spektrum massa puncak Gambar 4.4 (c) dengan waktu retensi 11,81 menit dan kelimpahan 10,76% memiliki kesamaan fragmen dengan senyawa alpha-guaiene berdasarkan *Wiley Library*, senyawa ini memiliki rumus $C_{15}H_{24}$. Puncak-puncak pada m/z 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189 dan 204. Puncak m/z 105 merupakan *base peak*.

Spektrum massa puncak Gambar 4.4 (d) dengan waktu retensi 12,23 menit dan kelimpahan 1,33% memiliki kesamaan fragmen dengan senyawa patchoulene berdasarkan *NIST library*, senyawa ini memiliki rumus $C_{15}H_{24}$. Puncak-puncak pada m/z 107, 121, 133, 147, 161, 175, 189, dan 204. Puncak m/z 204 merupakan *base peak*.

4.1.2 Karakterisasi Katalis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur fasa H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta. Karakterisasi kristalinitas katalis zeolit beta menggunakan XRD Philips dengan kondisi operasi radiasi Cu pada 40 kV dengan arus 30 mA. Pola difraktogram H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta dapat dilihat pada Gambar 4.5 yang menunjukkan hubungan antara intensitas dan 2θ .



Gambar 4.5. Difraktogram XRD Katalis H-Zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta

Data yang diperoleh berupa intensitas dan besar sudut (2θ) yang dapat dilihat kristalinitas katalis melalui puncak tajam pada intensitas tinggi. Puncak H-zeolit beta teramati pada $2\theta = 22,3695^\circ$, $7,5600^\circ$, dan $7,4200^\circ$ dan pada Zn^{2+} -zeolit beta teramati pada $2\theta = 22,0349^\circ$, $7,3400^\circ$, dan $6,8800^\circ$.

4.1.3 Karakterisasi Katalis dengan BET (*Brunauer-Emmet-Teller*)

Karakterisasi katalis dengan metode BET pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat luas permukaan, rerata jari pori, dan volume total pori pada katalis H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta. Hasil karakterisasi katalis disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Hasil Pengukuran luas permukaan, volume total pori dan rerata jejari pori

Jenis Katalis	Luas Permukaan Spesifik (m^2/gram)	Rerata Jejari Pori (\AA)	Volume Total Pori (10^{-1} cc/gram)
H-Zeolit Beta	443,262	10,5	2,319
Zn^{2+} -Zeolit Beta	277,921	12,4	1,718

Berdasarkan Tabel 4.1 dengan membandingkan katalis zeolit beta terembankan logam Zn^{2+} dengan katalis zeolit beta sebelum terembankan logam, diketahui bahwa katalis Zn^{2+} -zeolit beta mengalami kenaikan rerata jejari pori dari 10,5 Å menjadi 12,4 Å dan mengalami penurunan luas permukaan spesifik dari 443,262 $m^2/gram$ menjadi 277,921 $m^2/gram$ serta mengalami penurunan total pori dari $2,319 \cdot 10^{-1}cc/gram$ menjadi $1,718 \cdot 10^{-1}cc/gram$.

4.1.4 Karakterisasi Keasaman Katalis dan Uji Spektrofotometer-IR

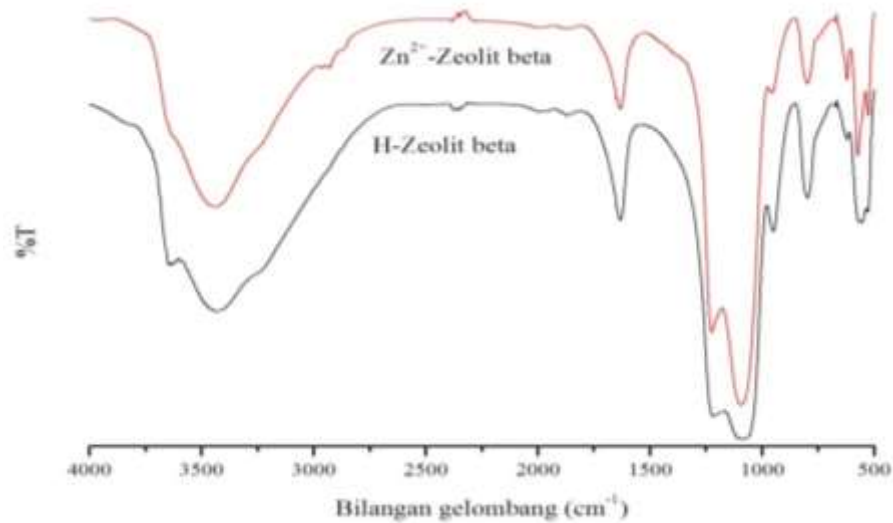
Uji keasaman katalis Zn^{2+} -zeolit beta dan H-zeolit beta sebagai pembandingan dilakukan dengan adsorpsi piridin metode gravimetri. Hasil uji keasaman katalis disajikan dalam Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Nilai Keasaman Katalis H-Zeolit beta dan Zn^{2+} -Zeolit beta

Sampel	Keasaman Permukaan (piridin) (mmol/g)
H-Zeolit beta	0,3399
Zn^{2+} -Zeolit beta	0,6032

Berdasarkan Tabel 4.2 katalis zeolit beta yang terembankan logam Zn^{2+} apabila dibandingkan dengan katalis zeolit beta sebelum terembankan logam mengalami kenaikan keasamaan permukaan dari 0,3399 mmol/g menjadi 0,6032 mmol/g.

Situs asam Brønsted maupun asam Lewis yang terdapat pada katalis dapat terukur dengan spektroskopi IR dengan membandingkan hasil pembacaan spektra IR katalis H-Zeolit beta dan Zn^{2+} -Zeolit beta. Pembacaan spektra IR katalis disajikan pada Gambar 4.6

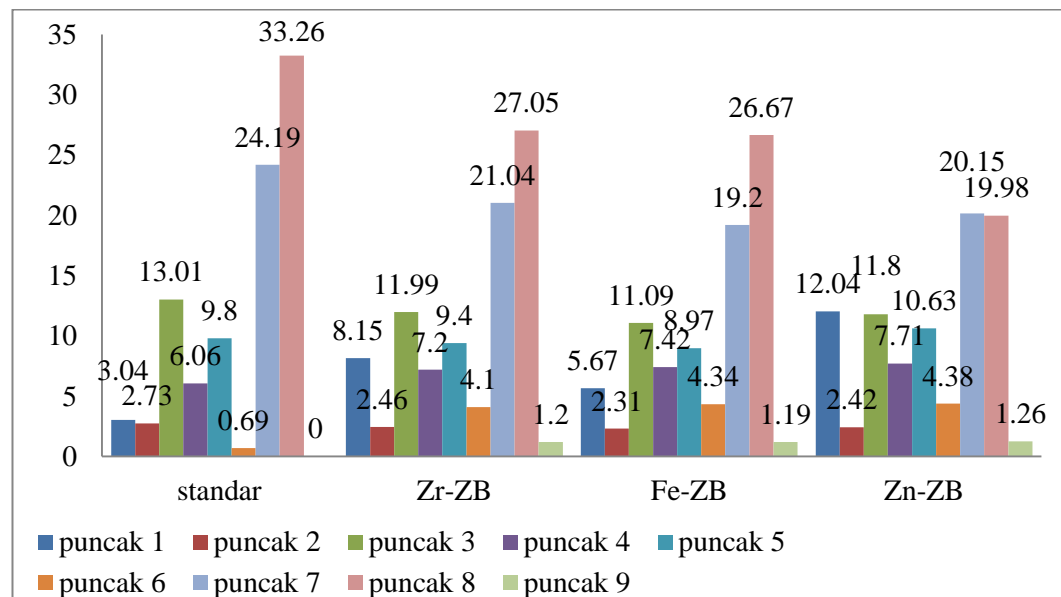


Gambar 4.6 Pembacaan Spektra IR Katalis H-Zeolit beta dan Zn^{2+} -Zeolit beta

Berdasarkan spektra IR Gambar 4.6 muncul puncak karakteristik katalis yang memiliki sifat asam Lewis pada bilangan gelombang 1632 cm^{-1} dan pada katalis Zn^{2+} -zeolit beta apabila dibandingkan dibandingkan dengan H-zeolit beta terjadi kenaikan %T dari 15,13% menjadi 20,71%. Hal ini menunjukkan bahwa pada katalis Zn^{2+} -zeolit beta yang terembankan logam terjadi kenaikan sifat asam Lewis.

4.1.5 Reaksi Asetilasi Variasi Katalis

Reaksi Asetilasi variasi katalis dilakukan pada kondisi temperatur 80°C dengan lama waktu reaksi 9 jam. Hasil reaksi asetilasi kemudian dianalisis kadarnya menggunakan GC. Berdasarkan kromatogram dihitung nilai konversi dan selektivitas untuk masing-masing variasi katalis zeolit beta yang telah terembankan logam Zn^{2+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta.



Gambar 4.7. Hasil asetilasi patchouli asetat terkatalis zeolit beta termodifikasi pada temperatur 80°C dan waktu 9 jam

Tabel 4.3. Konversi dan selektivitas katalis pada temperatur 80°C selama 9 jam

Katalis	Konversi (%)	Selektivitas (%)
Zn ²⁺ -Zeolit beta	39,92	3,16
Fe ³⁺ -zeolit beta	19,81	6,01
Zr ⁴⁺ -zeolit beta	18,67	6,42

Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh nilai konversi masing-masing katalis zeolit beta termodifikasi berturut-turut yaitu Zn²⁺-Zeolit beta 39,92%, Fe³⁺-zeolit beta 19,81%, dan Zr⁴⁺-zeolit beta 18,67%. Sedangkan selektivitas katalis zeolit beta termodifikasi berturut-turut yaitu Zn²⁺-Zeolit beta 3,16%, Fe³⁺-zeolit beta 6,01%, dan Zr⁴⁺-zeolit beta 6,42%.

4.1.6 Reaksi Asetilasi Variasi Temperatur dan Waktu

Berdasarkan hasil perbandingan variasi katalis untuk reaksi asetilasi patchouli alkohol untuk membentuk produk patchouli asetat menunjukkan bahwa penggunaan katalis Zn²⁺-Zeolit beta lebih baik untuk membentuk produk

patchouli asetat dibandingkan dengan penggunaan katalis Fe^{3+} -zeolit beta maupun Zr^{4+} -zeolit beta. Kemudian katalis Zn^{2+} -Zeolit beta dilakukan variasi temperatur (80°C dan 110°C) dan variasi waktu (9, 18, dan 27 jam).

Hasil asetilasi dengan variasi temperatur dan waktu kemudian dianalisis menggunakan GC. Dari kromatogram dapat diketahui bahwa adanya puncak yang terduga merupakan produk patchouli asetat yang muncul kemudian dihitung konversi aktivitas dan selektivitas produk yang disajikan dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Konversi aktivitas dan selektivitas katalis Zn^{2+} -zeolit beta

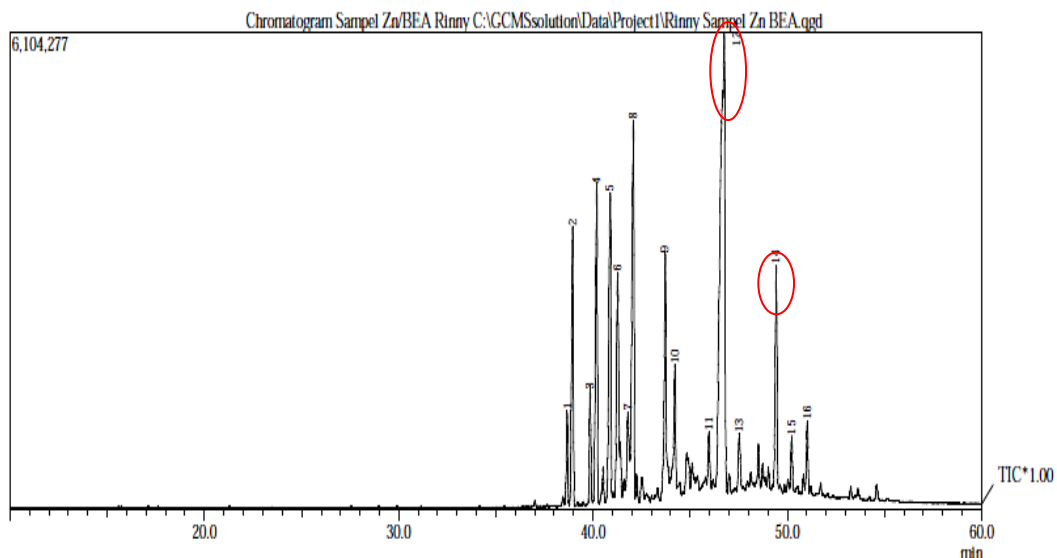
Temperatur	Konversi (%)			Selektivitas (%)		
	9 jam	18 jam	27 jam	9 jam	18 jam	27 jam
80°C	20,80	30,76	36,47	6,15	7,87	3,02
110°C	36,47	41,79	32,20	12,23	-	-

Konversi aktivitas pada temperatur 80°C dengan variasi waktu 9 jam, 18 jam, dan 27 jam masing-masing memberikan hasil sebesar 20,80%, 30,76%, dan 36,47% sedangkan untuk selektivitasnya pada waktu 8 jam dihasilkan 6,15%, 18 jam dihasilkan 7,87%, dan pada 27 jam dihasilkan 3,02%. Pada temperatur 110°C dengan variasi waktu 9 jam, 18 jam, dan 27 jam dihasilkan konversi aktivitas masing-masing 36,47%, 41,79%, dan 32,20%. Namun pada variasi waktu dengan temperatur 110°C , selektivitas hanya bisa dihitung pada waktu 9 jam yaitu sebesar 12,23%, sedangkan pada waktu 18 jam, dan 27 jam puncak produk yang diinginkan tidak muncul sehingga selektivitasnya tidak dapat dihitung.

4.1.7 Analisis GC-MS dan FTIR Hasil Reaksi Asetilasi

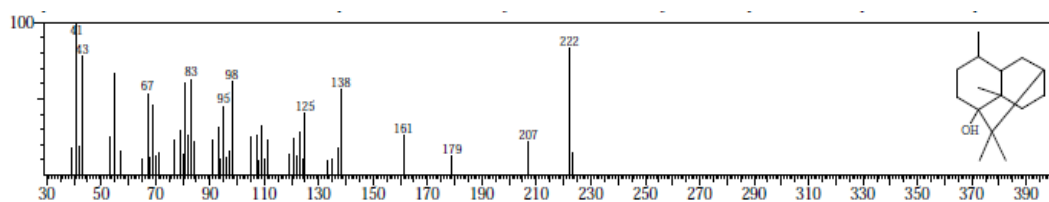
Hasil reaksi asetilasi dengan nilai konversi dan selektivitas terbaik kemudian dianalisis menggunakan GC-MS. Pada kromatogram muncul dua puncak patchouli alkohol yang berbeda jika dibandingkan dengan GC-MS

sebelum dilakukan asetilasi, dan salah satu puncak patchouli alkohol yang muncul diduga merupakan isomer dari patchouli alkohol.



Gambar 4.8. Kromatogram GC-MS produk hasil asetilasi

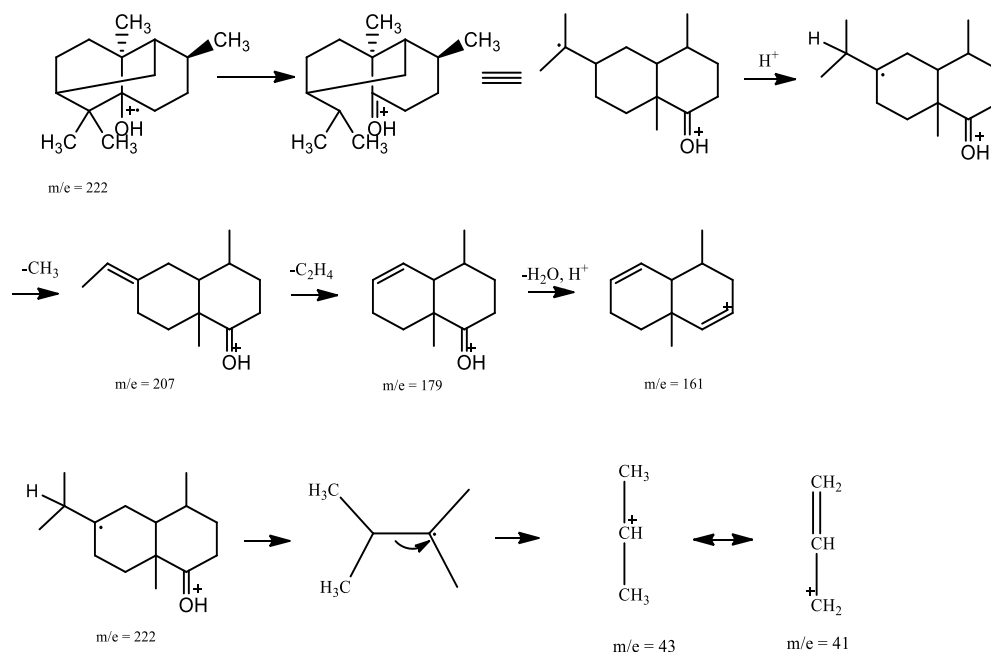
Spektrum massa puncak ke-12 pada waktu retensi 46,75 menit dengan persen area 28,79% disajikan pada Gambar 4.9



Gambar 4.9. Spektrum massa senyawa patchouli alkohol puncak ke-12

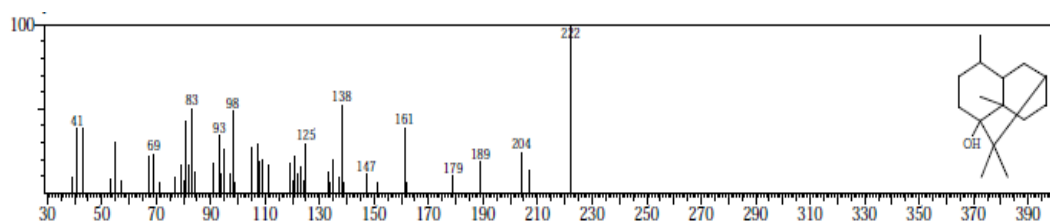
Pada puncak ke 12 diketahui merupakan senyawa patchouli alkohol dengan puncak ion molekul m/e 222. Spektrum massa menunjukkan puncak dengan m/e 41, 43, 67, 83, 95, 98, 125, 138, 161, 179, 207 dan 222. Fragmen pada 207 diduga dibentuk oleh lepasnya $-CH_3$ (m/e -15) kemudian melepaskan $-C_2H_4$ (m/e -28) membentuk m/z 179. Selanjutnya fragmen pada m/e 161 diduga merupakan lepasnya $-H_2O$ (m/e -18). Puncak dasar pada m/e 41 diduga terbentuk

dari lepasnya isopropyl pada m/e 222 yang membentuk m/e 43 dan selanjutnya melepaskan H₂ membentuk base peak m/e 41. Pola fragmentasi patchouli alkohol disajikan seperti pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Pola fragmentasi patchouli alkohol puncak ke 12 (Berdasarkan Berger, 2009 yang telah diolah kembali)

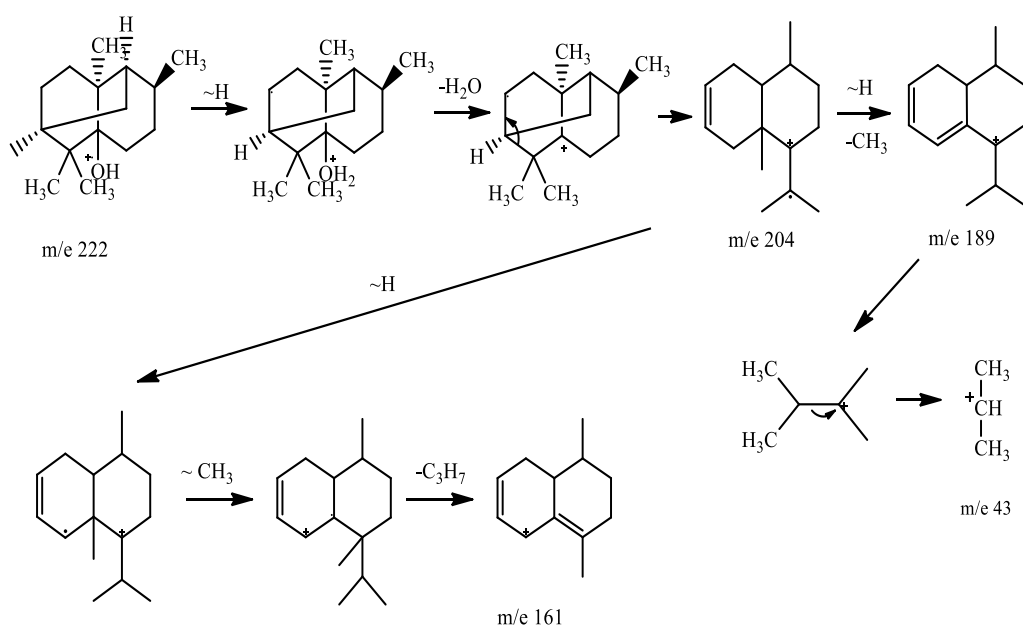
Spektrum massa puncak ke-14 pada waktu retensi 49,43 menit dengan persen area 5,41% disajikan pada Gambar 4.11



Gambar 4.11 Spektrum massa patchouli alkohol puncak ke 14

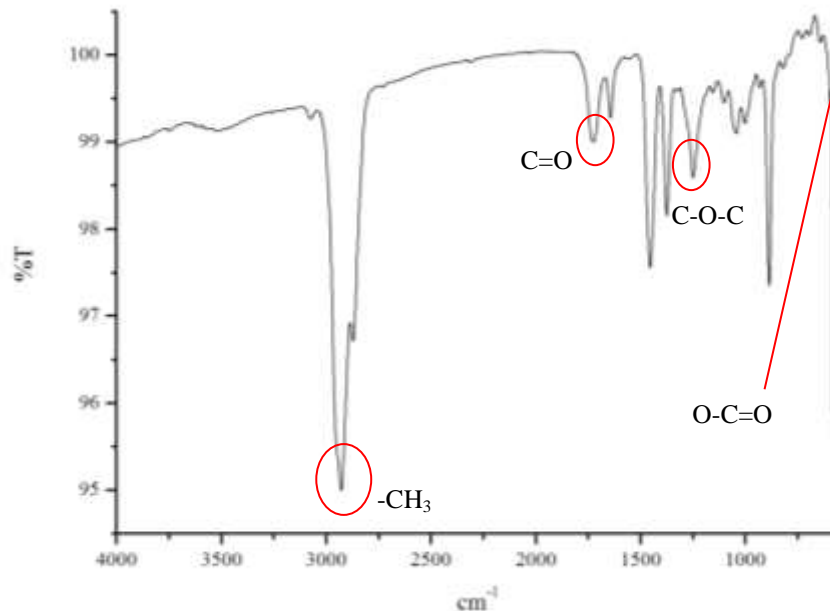
Pada puncak ke 14 diketahui merupakan spektrum massa senyawa yang sama dengan puncak ke 12 yang diduga merupakan isomer patchouli alkohol dengan m/e 222 yang sama, tetapi berbeda pada pola fragmentasinya. Spektrum massa menunjukkan puncak pada m/e 41, 69, 83, 93, 98, 125, 138, 147, 161, 179,

189, 204, dan 222. Berdasarkan pola fragmen pada m/e 204 diduga terbentuk dari lepasnya $\text{-H}_2\text{O}$ (m/e -18) selanjutnya lepas -CH_3 (m/e -15) membentuk fragmen pada m/e 189. Pada fragmen dengan m/e 161 diduga karena lepasnya $\text{-C}_3\text{H}_7$ (m/e -43) dari m/e 204. Sedangkan *Base peak* dengan m/e 43 diduga merupakan lepasnya isopropyl dari m/e 189.



Gambar 4.12 Pola fragmentasi patchouli alkohol puncak ke 14 (Berdasarkan Berger, 2009 yang telah diolah kembali)

Hasil reaksi asetilasi juga dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi. Disajikan dalam Gambar 4.13



Gambar 4.13 Spektra IR hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam

Tabel 4.5 Interpretasi spektrum IR hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam

No	Puncak Serapan (cm ⁻¹)	Jenis Vibrasi
1	2927,82	CH ₃ alkana
	1374,79	
2	1728,05	C=O
3	1249,07	C-O-C
4	594,18	O-C=O

Sesuai hasil spektra IR menunjukkan adanya beberapa serapan karakteristik.

Puncak 2927,82 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan gugus CH₃ alkana, 1374,79 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus CH₃ alkana, serapan 1728,05 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C=O, 1249,07 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C-O-C dan pada serapan 594,18 cm⁻¹ menunjukkan ikatan O-C=O. Berdasarkan spektra hasil analisis tersebut dimungkinkan bahwa produk hasil reaksi asetilasi yang dianalisis mengandung senyawa patchouli asetat ditandai dengan munculnya serapan karakteristik gugus ester.

4.2 Pembahasan

4.2.1 Patchouli Alkohol

Patchouli alkohol diisolasi dari minyak nilam dengan destilasi vakum fraksinasi pengurangan tekanan di Fakultas Teknologi Industri Pertanian Universitas Padjajaran dengan kondisi tekanan -60 cmHg sampai -70 cmHg. Hasil penelitian Aisyah *et al* (2014), dengan distilasi fraksinasi pada temperatur labu 30-190°C pada tekanan ± 2 KPa ($\pm 15,001$ mmHg) diperoleh 3 fraksi, yang dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu akan menghasilkan fraksi dengan kadar patchouli alkohol yang makin tinggi sebesar 81,34% pada temperatur titik didih destilat 180-190°C. Menurut Guenther (1987), patchouli alkohol mempunyai titik didih yang lebih tinggi dibandingkan dengan komponen penyusun minyak nilam yang lain (pada temperatur 140°C dan tekanan 8 mmHg).

Berdasarkan hasil analisis minyak nilam dengan GC-MS seperti yang disajikan pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.3 hasil kromatogram menunjukkan perbedaan pada jenis dan jumlah komponen penyusun minyak nilam sebelum dan sesudah destilasi. Analisis dari hasil GCMS minyak nilam sebelum dan sesudah destilasi disajikan dalam Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Analisis Kromatogram GCMS Minyak Nilam Sebelum dan Sesudah Destilasi pengurangan Tekanan

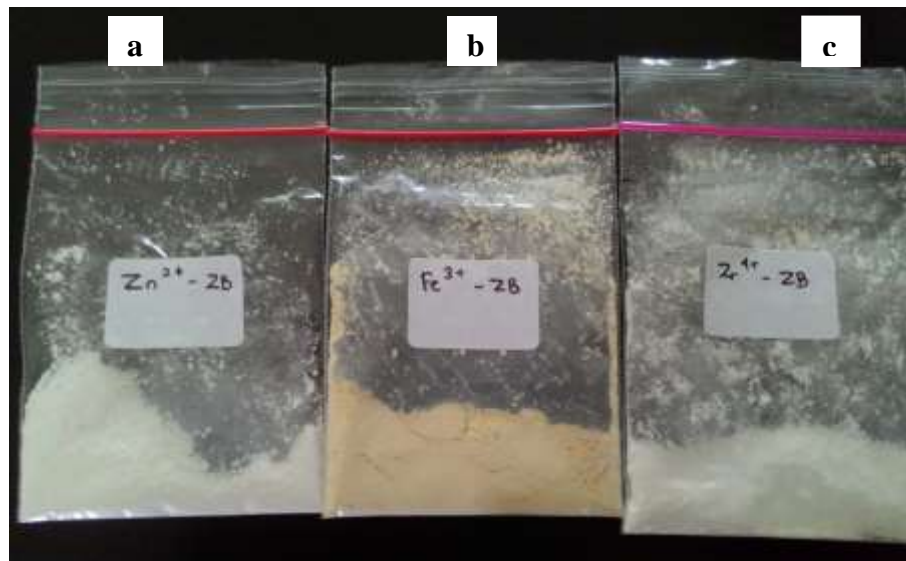
No	Senyawa	Sebelum destilasi	Setelah destilasi
1	Alpha-guaiene	19,99%	10,76%
2	Alpha-patchoulene	28,52%	1,33%
3	Delta-guaiene	22,55%	15,95%
4	Patchouli alkohol	11,43%	34,96%

Tabel 4.6 menunjukkan isolasi patchouli alkohol dengan metode destilasi pengurangan tekanan sudah berhasil dengan adanya peningkatan kadar patchouli alkohol dari 11,43% menjadi 34,96% dan penurunan senyawa non patchouli alkohol. Senyawa patchouli alkohol merupakan komponen utama yang menentukan bau minyak nilam (Su *et al.*, 2014).

4.2.2 Preparasi dan Karakterisasi Katalis Zeolit Beta Termodifikasi

Preparasi dan Karakterisasi zeolit beta menggunakan metode pertukaran ion. Katalis yang digunakan yaitu katalis heterogen zeolit beta termodifikasi (Zn^{2+} , Fe^{3+} , dan Zr^{4+}).

Modifikasi zeolit beta dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 120°C selama 2 jam yang bertujuan mengurangi kadar air, kemudian dikalsinasi pada temperatur 600°C untuk menghilangkan zat-zat organik dan membuka pori pada zeolit. Setelah diaktivasi H-zeolit beta dilakukan modifikasi dengan cara di rendam dalam masing-masing larutan ZnCl_2 0,1 M, FeCl_3 0,1 M dan ZrCl_4 0,1 M dan diaduk pada suhu kamar selama 24 jam. Proses ini bertujuan untuk menukarkan ion H pada zeolit beta dengan masing-masing ion Zn^{2+} , Fe^{3+} , dan Zr^{4+} di beberapa bagian pori permukaan zeolit. Kemudian dilakukan pencucian katalis dengan aquademin untuk menghilangkan ion Cl^- . Katalis Zn^{2+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta dikeringkan pada temperatur 120°C selama 2 jam, dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam yang bertujuan untuk menghilangkan zat-zat organik yang tertinggal selama proses pertukaran ion logam.



Gambar 4.14. Katalis (a) Zn^{2+} -zeolit beta, (b) Fe^{3+} -zeolit beta, (c) Zr^{4+} -zeolit beta

4.2.2.1 Karakterisasi Katalis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur fasa H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta. Berdasarkan difraktogram yang disajikan pada Gambar 4.5 puncak serapan pada katalis Zn^{2+} -zeolit beta yang dibandingkan dengan H-zeolit beta menunjukkan telah terjadi pergeseran nilai 2θ dan penurunan intensitas yang relatif kecil yang menunjukkan telah adanya penurunan kristalinitas pada katalis yang diimbangkan logam. Hal ini mungkin disebabkan oleh masuknya ion logam Zn^{2+} yang menggeser keteraturan dan kerapatan zeolit di beberapa bagian.

Pola difraksi yang ditunjukkan Gambar 4.5 antara H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta hampir sama yang menunjukkan tidak terjadi perubahan struktur padatan secara signifikan akibat perlakuan pertukaran ion dan kalsinasi pada temperatur 600°C . Hasil ini juga menunjukkan bahwa zeolit beta yang digunakan mempunyai kestabilan kerangka struktur yang cukup tinggi.

4.2.2.2 Karakterisasi Katalis dengan BET

Karakterisasi katalis dengan BET yang disajikan dalam Tabel 4.1 rerata jejari mempunyai hubungan dengan luas permukaan dan volume pori katalis, dimana semakin kecil rerata jari pori maka volume pori semakin besar sehingga dapat meningkatkan luas permukaan spesifik. Menurut Witanto *et al.*, (2010) logam-logam yang diimbangkan kedalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat. Namun pada katalis Zn^{2+} -zeolit beta diperoleh rerata jari pori semakin besar dan luas permukaan semakin kecil, hal ini diperkirakan karena proses kalsinasi pada temperatur tinggi yang dapat menyebabkan penyusutan ukuran partikel pori dipermukaan zeolit. Penurunan volume pori dan luas permukaan spesifik juga dapat disebabkan situs aktif katalis tertutup oleh logam yang diimbangkan pada katalis zeolit beta, sehingga luas permukaan Zn^{2+} -zeolit beta akan lebih kecil jika dibandingkan dengan katalis H-zeolit beta.

4.2.2.3 Keasaman Katalis dan Uji Spektrofotometer-IR

Pertukaran ion logam pada suatu material seperti zeolit dapat meningkatkan keasaman pada katalis. Keasaman katalis merupakan jumlah total situs asam Brønsted dan Lewis yang ada dalam katalis. Adanya ion logam pada struktur katalis akan meningkatkan sisi asam dan berperan sebagai sisi aktif pada proses katalitik. Uji keasaman dalam menentukan situs asam dalam katalis menggunakan metode gravimetri dengan piridin sebagai basa adsorbat untuk menentukan jumlah situs asam permukaan katalis dengan asumsi ukuran molekul

piridin yang lebih besar sehingga hanya teradsorpsi pada permukaan katalis. Sifat asam Brønsted maupun asam Lewis yang terdapat dalam katalis dapat terukur dengan spektroskopi IR setelah adsorpsi piridin.

Berdasarkan Tabel 4.2 pengembunan logam Zn^{2+} dapat menambah situs asam Lewis karena memiliki orbital d yang kosong. Hal ini sesuai dengan yang dikemukakan oleh Agustin dan Ratna (2011) yaitu logam berperan dalam meningkatkan jumlah sisi asam Lewis sehingga dapat menaikkan keasaman pada permukaan katalis.

Berdasarkan pembacaan spektra IR katalis yang disajikan pada Gambar 4.6. Menurut Vadrine (2015) katalis yang memiliki sifat asam lewis akan muncul puncak pada bilangan 1450 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya adsorpsi piridin pada sisi asam lewis sedangkan puncak yang muncul pada 1540 cm^{-1} mengindikasikan adanya adsorpsi piridin pada sisi asam Brønsted. Menurut Poh *et al.*, (2006) dalam Kholis (2015) peak keasaman dapat dibantu dengan puncak khusus yang muncul pada kisaran 1635 cm^{-1} yang memperkuat adanya asam Lewis. Pada pembacaan spektra IR pada H-Zeolit beta maupun Zn^{2+} -Zeolit beta hanya memiliki puncak pada kisaran bilangan 1632 cm^{-1} yang menunjukkan adanya sisi asam Lewis. Sedangkan sisi asam Brønsted dilihat berdasarkan area serapan pada gugus $-OH$, karena karakter ion piridium ($C_5H_5NH^+$) yang berikatan dengan proton dari gugus $-OH$ yang bersifat asam Brønsted (Prasetyoko 2000 dalam Agustin 2011).

Hasil spektra IR H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta setelah adsorpsi piridin menunjukkan tidak adanya perubahan pola spektra secara signifikan akibat

dari pertukaran kation. Hasil analisis menunjukkan bahwa H-zeolit beta dan Zn^{2+} -zeolit beta memiliki nilai sisi asam Lewis yang lebih besar dibandingkan dengan sisi asam Brønsted.

4.2.3 Reaksi Asetilasi Patchouli Alkohol

4.2.3.1 Reaksi Asetilasi Variasi Katalis

Reaksi asetilasi patchouli alkohol yang meliputi variasi katalis Zn^{2+} -zeolit beta, Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Universitas Negeri Semarang. Variasi katalis mula-mula yang digunakan untuk reaksi dilakukan dengan alat yang sama, waktu reaksi yang sama dan kondisi temperatur yang dijaga konstan. Dimana tujuan dari hal ini adalah untuk mencari katalis zeolit beta dengan konversi dan selektivitas terbaik. Selektivitas katalis dilakukan berdasarkan penelitian Hapsari (2014) pada kondisi temperatur $80^{\circ}C$ dengan waktu 9 jam.

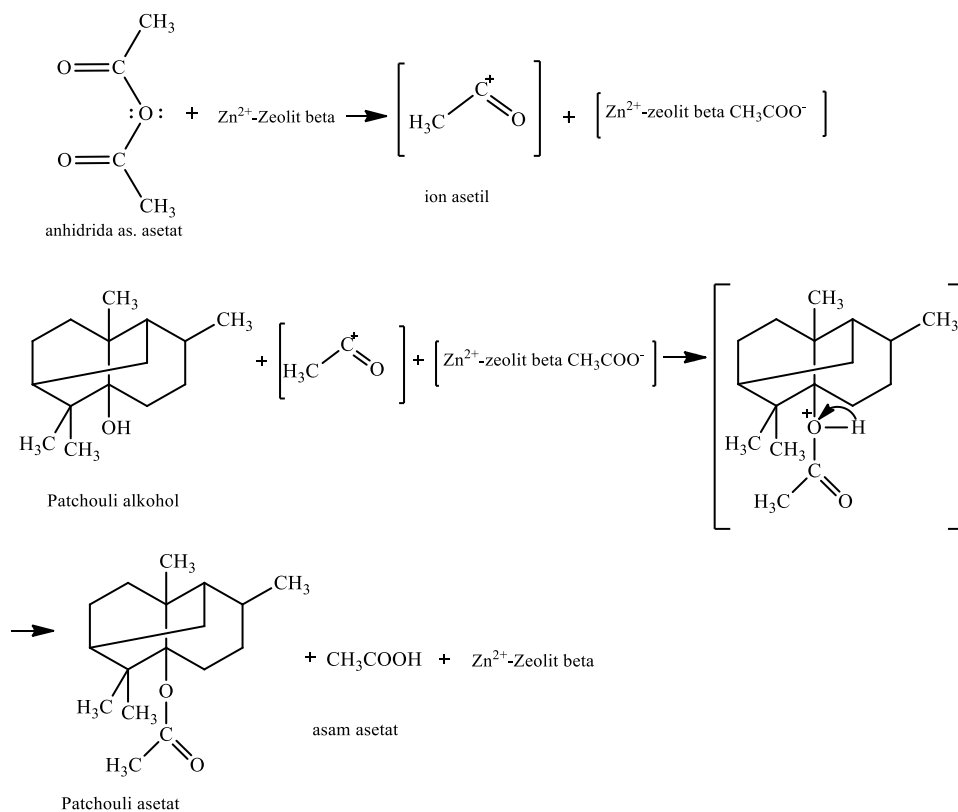
Reaksi asetilasi dilakukan dengan metode refluks dimana mula-mula anhidrida asam asetat dicampur dengan katalis Zn^{2+} -zeolit beta sambil diaduk selama 20 menit untuk membentuk ion asetil, kemudian ditambahkan minyak nilam tetes pertetes dengan tujuan agar reaksi yang terjadi dapat menghasilkan hasil yang optimal. Pada awalnya minyak nilam merupakan cairan berwarna kuning bening, dan anhidrida asam asetat berwarna bening tak berwarna. Namun setelah dicampurkan dengan minyak nilam campuran berubah warna menjadi kuning kecoklatan.

Pemanasan reaksi dihentikan setelah waktu reaksi telah tercapai. Pemisahan produk reaksi dengan katalis dilakukan dengan memasukkan campuran dalam corong pisah dan ditambahkan campuran n-heksana dan air kemudian dikocok. Pencucian dengan air bertujuan untuk menghilangkan asam yang masih terdapat dalam campuran reaksi dan menghilangkan asam asetat yang merupakan hasil samping reaksi dan menghilangkan anhidrida asam asetat yang tidak ikut bereaksi, karena sifat asam yang mudah larut dalam air. Pencucian campuran dengan air dilakukan berulang-ulang sampai air cucian menjadi netral ditandai dengan pH netral. Proses ini menghasilkan dua lapisan yaitu lapisan atas (fasa organik) yang berupa larutan kuning kecoklatan, dan lapisan bawah (fasa anorganik) larutan bening tidak berwarna.

Larutan hasil pemisahan kemudian dianalisis menggunakan GC dan dari kromatogram diperoleh hasil yang relatif rendah untuk produk patchouli asetat. Hal ini kemungkinan karena kondisi waktu yang kurang lama, temperatur yang kurang tinggi, dan kondisi patchouli alkohol yang tidak murni. Hasil selektivitas katalis disajikan dalam Gambar 4.7 dan Tabel 4.3, dimana dari hasil tersebut dapat diambil kesimpulan bahwa katalis Zn^{2+} -Zeolit beta memberikan hasil produk yang lebih baik walaupun belum maksimal dibuktikan dengan rendemen pada puncak yang terduga produk yang naik walaupun tidak memberikan perbedaan yang signifikan dengan katalis Fe^{3+} -zeolit beta maupun Zr^{4+} -zeolit beta. Berdasarkan hasil reaksi diasumsikan bahwa semakin tinggi nilai konversi maka kemungkinan terbentuknya produk juga semakin besar, yaitu pada kondisi awal patchouli alkohol memiliki rendemen sebesar 33,26%, sedangkan pada kondisi

variasi masing masing katalis zeolit beta termodifikasi diperoleh konversi dengan katalis Zn^{2+} -Zeolit beta sebesar 39,92%, Fe^{3+} -Zeolit beta sebesar 19,81%, dan pada Zr^{4+} -Zeolit beta sebesar 18,67%.

Mekanisme reaksi asetilasi patchouli alkohol menjadi produk patchouli asetat, apabila mengacu dari mekanisme reaksi yang telah dilakukan oleh Cahyono, 2010 dan Bonati *et al.*,2007 yang dilakukan dengan menggunakan anhidrida asam asetat dan katalis zeolit beta termodifikasi maka reaksi yang dimungkinkan sebagai berikut :



Gambar 4.15 Usulan mekanisme reaksi asetilasi patchouli alkohol terkatalis Zn^{2+} -zeolit beta menghasilkan produk patchouli asetat

4.2.3.2 Reaksi Asetilasi Variasi Temperatur dan Waktu

Berdasarkan Tabel 4.4 hasil konversi aktivitas menunjukkan bahwa katalis Zn^{2+} -zeolit beta cenderung reaktif terhadap patchouli alkohol yang ditandai dengan semakin meningkatnya konversi aktivitas yang diharapkan dapat berguna untuk memperoleh produk yang diharapkan. Namun dari hasil perhitungan selektivitas pada penelitian ini tidak dapat menjadi acuan terbentuknya produk patchouli asetat karena banyaknya komponen-komponen yang terkandung dalam minyak nilam, sehingga dapat mengurangi selektivitas produk yang diinginkan.

Hasil selektivitas katalis Zn^{2+} -zeolit beta untuk reaksi asetilasi patchouli alkohol tidak memberikan perubahan yang signifikan pada waktu reaksi 9 jam dan 18 jam, tetapi mengalami penurunan yang cukup besar pada waktu reaksi 27 jam. Pada temperatur $110^{\circ}C$ konversi aktivitas hanya bisa menghasilkan produk selektif pada 9 jam sebesar 12,23% tetapi tidak menghasilkan produk pada waktu reaksi 18 jam dan 27 jam. Penurunan selektivitas produk ini kemungkinan bisa disebabkan oleh produk yang dihasilkan merupakan senyawa yang tidak stabil seperti yang dikemukakan oleh Hapsari (2014) dengan mempelajari sifat patchouli asetat secara *in silico* bahwa patchouli asetat cenderung tidak stabil.

Penurunan selektivitas produk juga dapat disebabkan oleh deaktivasi katalis, dimana terjadi penurunan jumlah *active site* (situs aktif) akibat *fouling* (pengerakan) zat-zat didalam reactor sehingga membentuk gumpalan di permukaan katalis dan menutup pori-pori (*active site*) sehingga mempengaruhi aktivitas katalitiknya (Sheemol *et al.*, 2004). Hal ini dapat dilihat nilai selektivitas produk pada temperatur $110^{\circ}C$ dimana deaktivasi katalis yang disebabkan oleh

fouling (pengerakan) berlangsung sangat cepat pada suhu tinggi, sehingga pada suhu 110°C produk maksimal hanya bisa diperoleh pada waktu 9 jam, dan pada 18 jam dan 27 jam produk tidak terbentuk.

Berdasarkan hasil konversi dan selektivitas reaksi asetilasi patchouli alkohol untuk menghasilkan produk patchouli asetat apabila dibandingkan dengan penelitian Bulan (2004) dengan kadar patchouli asetat yang dihasilkan yaitu 75,38% dan Hapsari (2014) dengan kadar patchouli asetat 99,09% penelitian ini masih belum dapat dinyatakan sempurna, karena nilai konversi dan selektivitas yang masih kecil. Nilai konversi dan selektivitas yang kecil mungkin disebabkan karena terlalu banyaknya senyawa penyusun minyak nilam dan kecilnya rendemen patchouli alkohol yang merupakan senyawa awal untuk mendapatkan produk patchouli asetat. Tetapi dari penelitian ini dapat dilihat bagaimana pengaruh penggunaan katalis heterogen yang ramah lingkungan untuk reaksi sintesis patchouli asetat.

BAB V

PENUTUP

5.1. Simpulan

Berdasarkan permasalahan yang telah dirumuskan serta hasil penelitian yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa:

1. Katalis Zn^{2+} -Zeolit beta, Fe^{3+} -Zeolit beta, dan Zr^{4+} -Zeolit beta dengan masing-masing jenis prekursor kation mempunyai aktivitas katalis untuk reaksi asetilasi patchouli alkohol yang berbeda. Hasil konversi aktivitas yang diperoleh Zn^{2+} -Zeolit beta (39,92%) > Fe^{3+} -Zeolit beta (19,81%) > Zr^{4+} -Zeolit beta (18,64%) .
2. Reaksi dengan katalis Zn^{2+} -Zeolit beta berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa kondisi optimal yaitu pada temperatur 110° dan waktu reaksi 9 jam dengan selektifitas sebesar 12,23%.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, penulis dapat memberi saran yaitu:

1. Perlu dilakukan isolasi minyak nilam dengan metode berbeda (kromatografi kolom) untuk bisa memperoleh kadar patchouli alkohol dengan kemurnian yang tinggi.
2. Kondisi, temperatur, waktu dan kebersihan alat harus selalu dijaga pada saat reaksi asetilasi selektivitas katalis.

3. Penelitian lebih lanjut dengan menggunakan katalis, variasi temperatur dan variasi suhu yang berbeda. Sehingga dapat diketahui kondisi yang lebih optimum dan dapat diperoleh produk dengan kadar yang lebih tinggi.
4. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada temperatur 100°C dengan variasi waktu $t \geq 9$ jam.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustin, L.F. & R. Ediati. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Zr-Al-MCM-41 dengan Metode Hidrotermal*. Prosiding Skripsi Semester Gasal 2010/2011. Surabaya: Institute Teknologi Sepuluh November.
- Aisyah, Y., P. Hastuti., H. Sastrohamidjojo, & C. Hidayat. 2008. Komposisi Kimia dan Sifat Antibakteri Minyak Nilam (*Pogostemon cablin*). *Majalah Farmasi Indonesia*, (19), 151-56.
- Aisyah, Yuliani., 2011. Isolation and Crystallization of Patchouli Alcohol From Patchouli Oil. *Proceedings of The Annual International Conference Syariah Kuala University*, 1. 29-30.
- Aisyah, Yuliani. & N.E. Husna. 2014. *Esterifikasi Fraksi Minyak Nilam Hasil Isolasi dari Tanaman Nilam (Pogostemon cablin) dengan Asetat Anhidrida*. Prosiding Seminar dan Lokakarya Nasional FKPT-TPI 2014. Nangroe Aceh Darusalam: Universitas Syiah Kuala.
- Arvela, P.M., Kumar, N., Nieminen, V. & Sjöholm, R., 2004. Cyclization of citronellal over zeolites and mesoporous materials for production of isopulegol. *Journal of catalysis*, 2004(225). 155–69.
- Berger, Stefan. & D. Sicker. 2009. *Classics in spectroscopy*. Jons Wiley & Son.
- Bhatia, S.P., C.S. Letizia. & A.M. Api. 2008. Fragrance Material Review On Patchouli Alcohol. *Food and Chemical Toxicology*, (48), S225-S-226.
- Bonati, M.L.M., R.W. Joyner. & M. Stockenhuber. 2007. On The Mechanism of Aromatic Acylation Over Zeolite. *Microporous and Mesoporous Material*. 2007(104). 217-224.
- Borgave, S. & J. Chaudari., 2010. Adolascents' Preferences and Attitudes Lowards Perfumes in India. *Journal of Policy and Organizational Management*, 1(2). PP-01-08.
- Bulan, R., 2004. *Esterifikasi Patchouli Alkohol Hasil Isolasi Dari Minyak Daun Nilam (patchouli oil)*. Skripsi. Medan: FMIPA Universitas Sumatera Utara.
- Bulan, R., 2004. *Reaksi Asetilasi Eugenol dan Oksidasi Metil Iso Eugenol*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Cahyono, E., Muchalal., Triyono. & Pranowo, H.D., 2010. Cyclisation-Acetylation Kinetic of (R)-(+)-Citronellal by Zn^{2+} -Natural zeolite as Solid Solvent Catalyst. *Indo. J. Chem.* 10(2). 196-201.

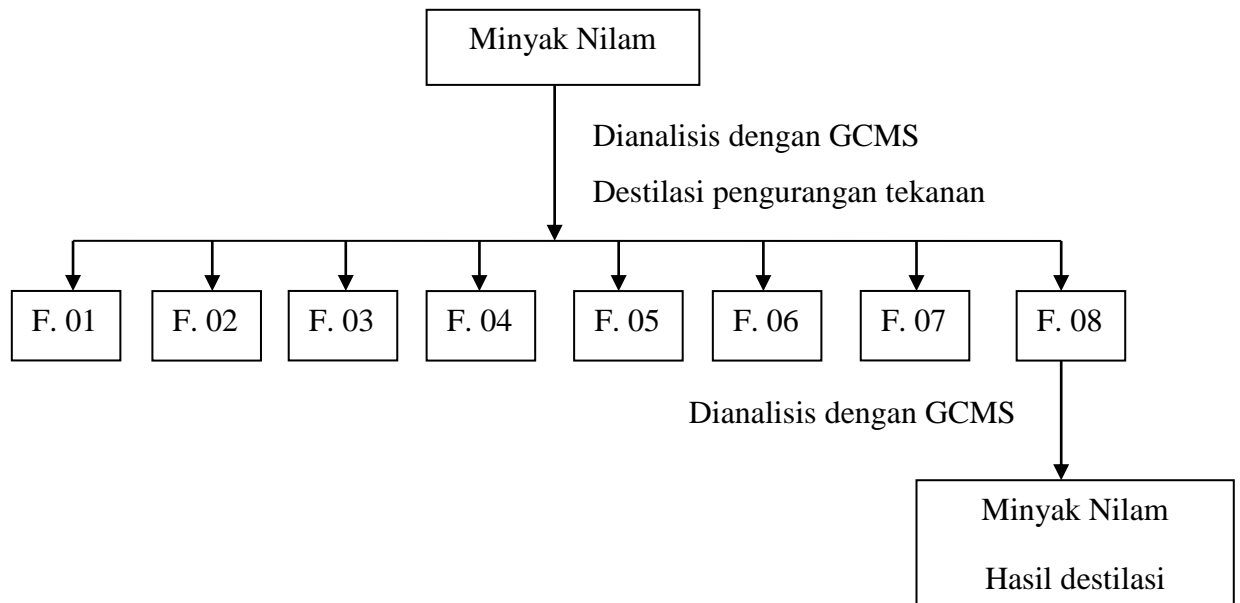
- Corinne, M.B. & N.M. Sellier., 2004. Analysis of the Essential Oil of Indonesian Patchouli (*Pogostemon cablin* Benth) Using GC/MS (EI/CI). *Journal of Essential Oil Research*. 16. 17-19.
- Fessenden, J., 1982. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Gaunthier, W., C. Pham-Huu. & M.J. Ledoux. 2006. Acylation of anisole by acetic anhydride catalysed by BETA zeolite supported on pre-shape silicon carbide. *Catalysis Communication*. 7(2006): 218-225
- Guenther, E., 1987. *Kimia Minyak Atsiri*. Jakarta: UI Press.
- Hapsari, F.R., E.P. Utomo. & S.M. Ulfa. 2014. Studi Molekul Odorant Dari Turunan Ester Asetat Berdasarkan Kajian In Silico Dan In Vitro. *Kimia Student journal*, 2(2). 161-67.
- Kammoun, N., Y.L Bigot., M. Delmas. & B. Boutevin. 2006. A New Simplified Method For Esterification Of Secondary and Tertiary Alkohol. *Synthetic Communications*, 27(16). 2777-81.
- Kardinan, A. & L. Mauludi. 2004. Nilam; Tanaman Beraroma Wangi untuk Industri Parfum & Kosmetik. In *E-book*. Argo Media Pustaka.
- Kateren, S., 1985. *Pengantar Teknologi Minyak Atsiri*. Jakarta: Penerbit Balai Pustaka.
- Kholis, M.N., 2015. *Aktivitas dan Selektivitas Zeolit Beta Termodifikasi sebagai Katalis Reaksi Asetilasi 1,3-Dihidroksibenzena*. Skripsi S-1. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Kinantiningsih, 2012. *Reaksi Siklisasi-Asetilasi Sitronelal Menjadi Isopulegil Asetat Dengan Katalis Zr^{4+} -zeolit beta*. Skripsi S-1. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Lutony, T.L. & Rahmayati, 1994. *Produksi dan Perdagangan Minyak atsiri*. Jakarta: Penerbit Penebar Swadaya.
- Ma'mun., & A. Maryadhi. 2008. Isolasi Patchouli Alkohol Dari Minyak Atsiri Nilam Untuk Bahan Referensi Pengujian Dalam Analisis Mutu. *Bul.Litro*, XIX(1). 95-99.
- Ningrum, N.S. 2009. Pengkajian Pengaruh Penambahan Krom dan Nikel Pada Katalis berbasis Besi Untuk Pencairan Batubara. *Jurnal Teknologi dan Batubara*, 05(03).
- Otera, J. & J. Nishikido. 2010. *Esterification: Methods, Reaction, and Application*. Germany: Wiley-VCH.

- Prasasti, F.I., D. Rubiyanto. & T.S. Julianto. 2014. Analisis Senyawa Berbahaya Dalam Parfum Dengan Kromatografi Gas-Spektrofotometer Massa Berdasarkan Material Safety Data Sheet (MDMS). *Indonesian Journal of Chemical Research*, 01.
- Ramya.G.H. & Rachna, S. 2013. An introduction to patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.)-A medicinal and aromatic plant: It's importance to mankind. *CIGR Journal*, 15(2). 234 - 250.
- Rodhie, S. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Jurnal Hibah Bersaing*, Vol.01(No 03).
- Rukmana, R. 2004. Prospek Agribisnis dan Teknik Budidaya Nilam. Yogyakarta : Kanisius.
- Santoso, H.B. 1991. *Bertanam nilam bahan industri Wewangian*. Yogyakarta: Kanisius.
- Saputri, I., E. Cahyono., & E. Kusumo. 2012. Peranan Katalis Fe³⁺-Zeolit Beta pada Reaksi Siklisasi-Asetilasi Sitronellal Menjadi Isopulegil Aetat. *Indonesian Journal Of Chemical Science*. 1(02).
- Sastrohamidjojo, H., 2002. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- SNI-6-2385-2006, 2007. *Minyak Nilam*. Badan Standarisasi Nasional.
- Sheemol, V.N., T. Beena. & V.J. Raksh. 2004. Zyclation of Toluene Using Rate Earth Cation Exchanged Zeolite β as Solid Acid Catalyst. *Journal of Molecular Catalysis*. Chemical 215 (2004). 201-208.
- Su, Z.Q., Xiao. L.W., Mei, J.B., Chu, W.L. & Song Z.K. 2014. Isolation of (-) Patchouli Alcohol from Patchouli Oil by Fractional Distillation and Crystallization. *Tropical Journal Pharmaceutical Research March 2014*. 13(3). 359-363.
- Sutarti, M. & Rachmawati, M. 1994. *Zeolit:Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat dokumentasi dan Informasi LIPI.
- Triyono. 2002. *Kimia Katalis*. Yogyakarta : FMIPA UGM.
- Védrine, J.C. 2015. Acid-Base Characterization of Heterogeneous Catalyst. *Res-Chem Intermed*. (2015) 41. 9387-9423.
- Witanto, E., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2010. *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Aktif*. Seminar Nasional VI. Yogyakarta: BATAN.

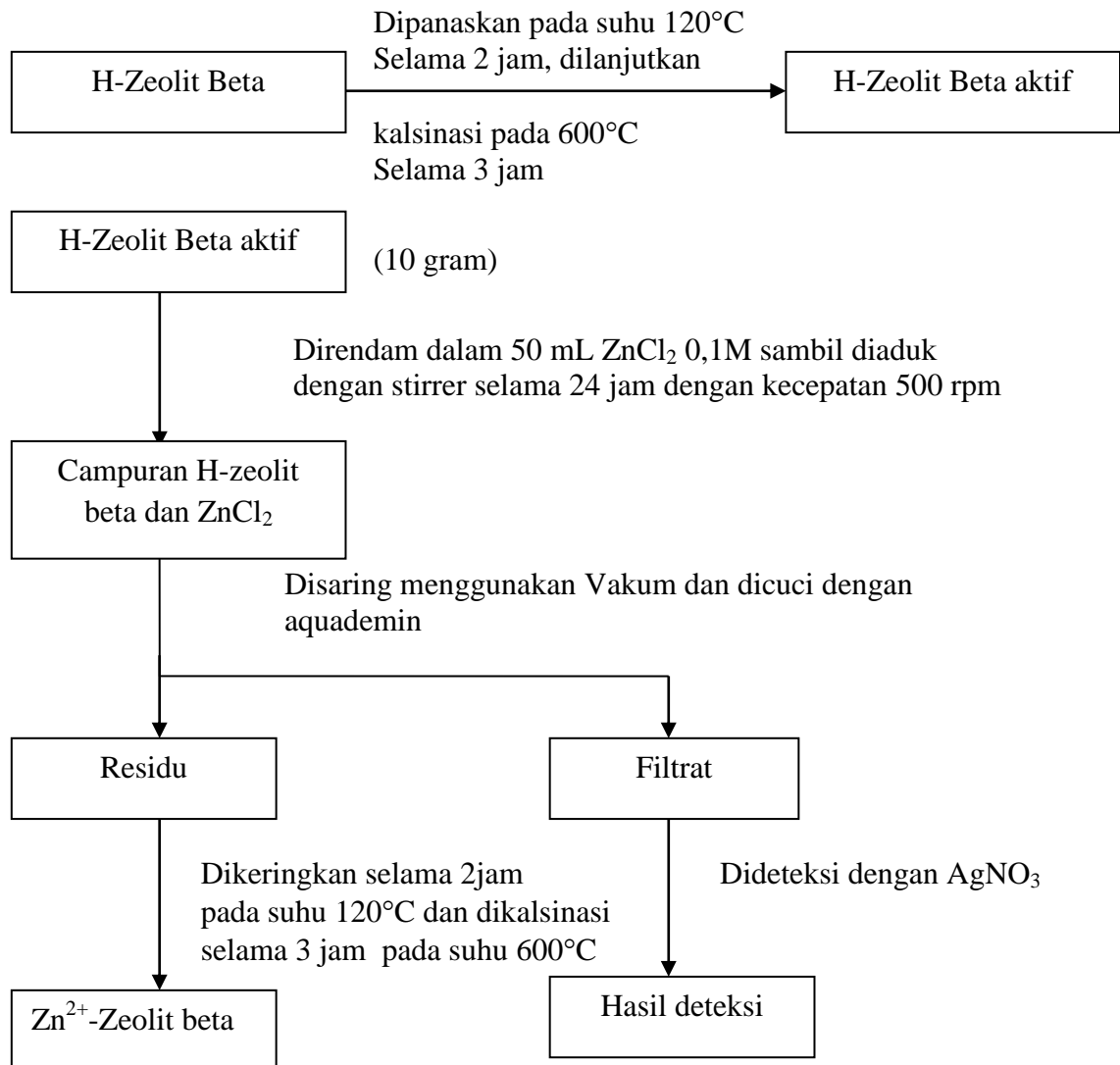
Lampiran

Lampiran 1 : Skema kerja

1.1 Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam



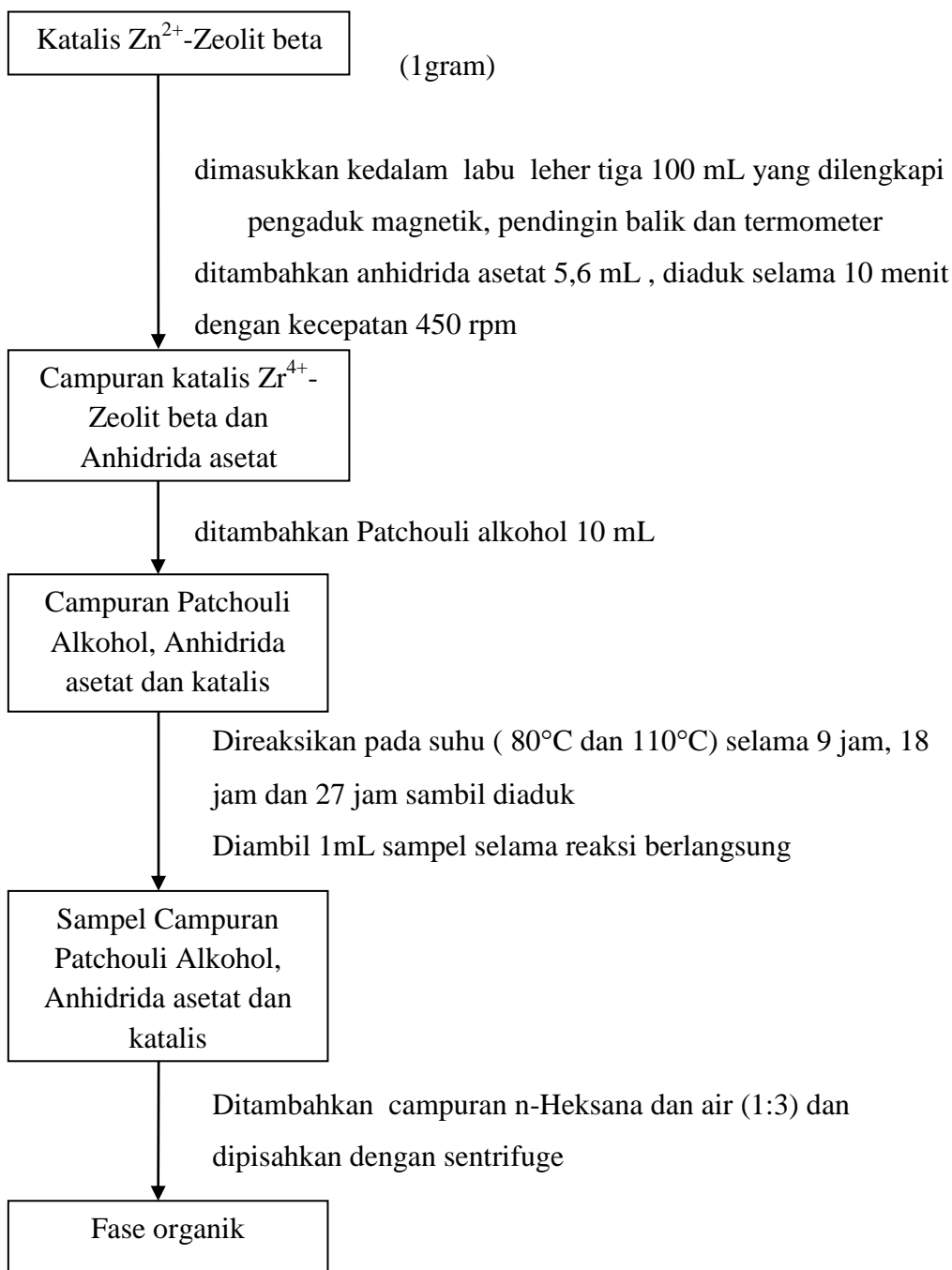
1.2 Preparasi katalis Zeolit Beta Termodifikasi



Dianalisis menggunakan XRD, BET, dan FTIR

Catatan : (b) untuk preparasi katalis Fe^{3+} -Zeolit beta ZnCl_2 diganti FeCl_3 dan (c) preparasi katalis Zr^{4+} -Zeolit beta ZnCl_2 diganti ZrCl_4

1.3 Asetilasi Patchouli Alkohol



Dianalisis dengan GC-MS dan FTIR

Catatan : Hal yang sama juga dilakukan dengan mengganti Zn^{2+} -Zeolit beta dengan Fe^{3+} -zeolit beta, dan Zr^{4+} -zeolit beta.

Lampiran 2 : Dokumentasi



Alat destilasi fraksinasi UNPAD



Minyak hasil destilasi fraksi 7



Zeolit beta setelah dikalsinasi



Proses pertukaran kation



Proses filtrasi katalis sampai bebas ion Cl



Zeolit beta termodifikasi



Adsorpsi piridin metode gravimetri



Proses reaksi asetilasi Patchouli alkohol selektivitas katalis



Produk hasil asetilasi setelah sentrifuge



Hasil asetilasi pada 80°C



Hasil asetilasi pada 80°C

Lampiran 3 : Hasil XRD Katalis Zeolit Beta

3.1 JCPDS Zeolit Beta

*BEA Beta, Polymorph A SiO₂ Framework

CHEMICAL COMPOSITION: [Si₆₄O₁₂₈]

REFINED COMPOSITION: [Si₆₄O₁₂₈]

CRYSTAL DATA: P4₁22 (No. 91)

a = 12.601 Å b = 12.661 Å c = 26.406 Å

α = 90° β = 90° γ = 90°

DLS refinement.

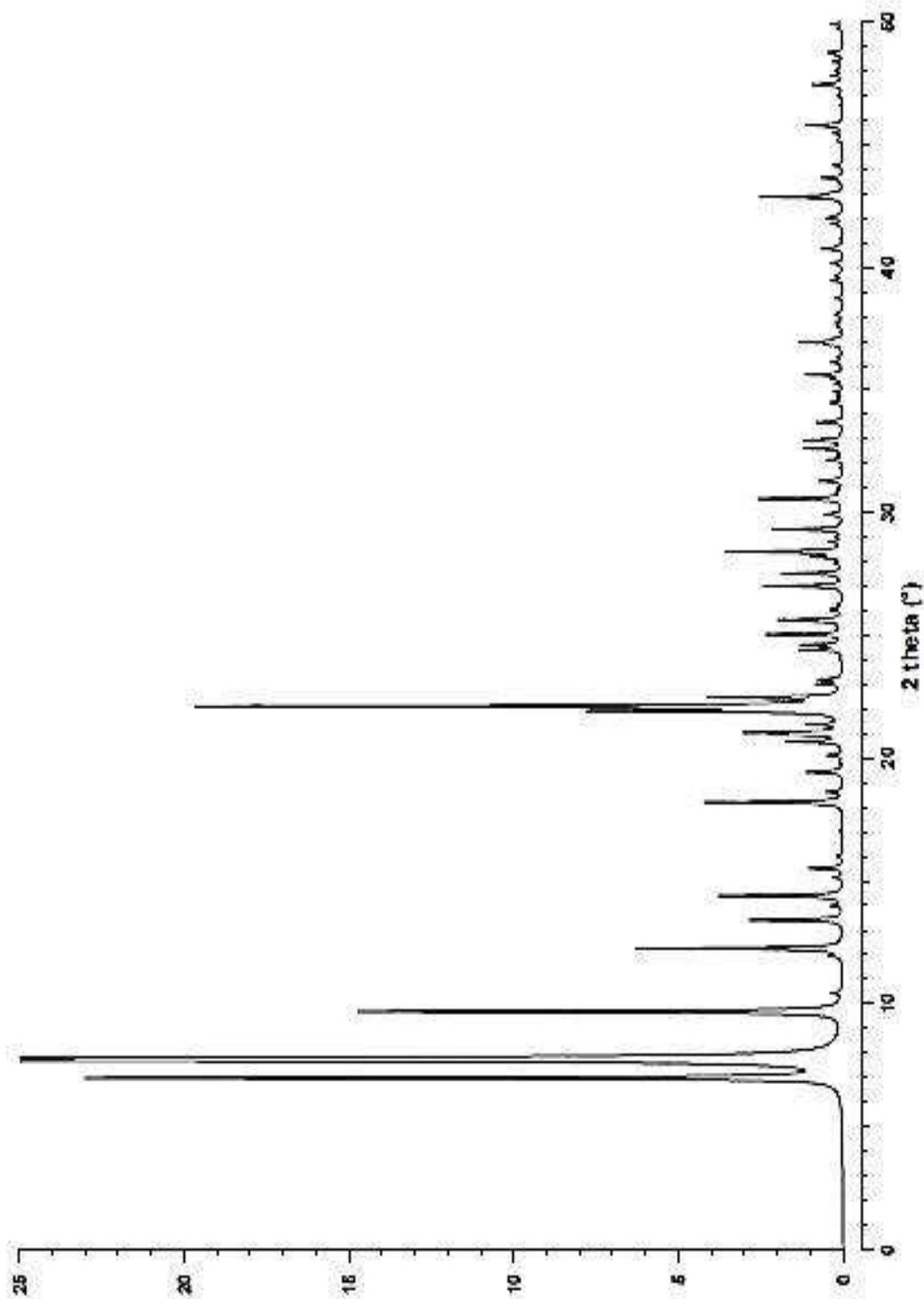
REFERENCE: J. M. Newsam, M. M. J. Treacy, W. T. Koetsier and C. H. deGruyter,
Proc. Roy. Soc. (London) A420 375-405 (1988).

h	k	l	2θ	d	M	I _{rel}	h	k	l	2θ	d	M	I _{rel}	h	k	l	2θ	d	M	I _{rel}
1	0	0	6.98	12.661	4	22.8	3	2	2	26.26	3.394	16	0.1	2	1	10	37.58	2.393	16	0.1
1	0	1	7.74	11.417	8	103.0	0	0	8	27.01	3.301	2	2.4	5	1	3	37.64	2.390	16	0.1
1	0	2	9.68	9.138	8	14.7	2	0	7	27.52	3.241	5	1.8	4	2	6	37.78	2.381	16	0.2
1	1	1	10.43	8.479	8	0.3	1	0	8	27.90	3.194	8	0.2	3	1	9	38.02	2.367	16	0.1
1	1	2	11.94	7.410	8	0.3	4	0	0	28.19	3.163	4	0.9	5	0	4	38.06	2.364	8	0.1
1	0	3	12.23	7.227	8	6.3	4	0	1	28.40	3.143	5	2.9	1	0	11	38.16	2.359	8	0.1
0	0	4	13.41	6.632	2	2.9	2	1	7	28.43	3.139	16	0.5	5	1	4	38.74	2.324	16	0.2
2	0	0	13.99	6.331	4	0.3	2	2	6	28.44	3.138	8	0.6	4	0	8	39.44	2.253	8	0.3
2	0	1	14.39	6.156	8	3.8	3	2	4	28.80	3.100	16	0.4	2	2	10	39.63	2.274	8	0.1
1	0	4	15.14	5.854	8	0.3	4	0	2	29.01	3.078	8	0.2	5	2	3	39.68	2.271	16	0.2
2	0	2	15.52	5.738	8	1.0	3	0	6	29.32	3.046	8	2.1	2	0	11	40.17	2.243	8	0.4
2	1	1	16.31	5.536	16	0.2	3	3	0	29.94	2.984	4	0.5	5	2	4	40.74	2.213	16	0.6
2	1	2	17.34	5.234	16	0.1	2	0	8	30.34	2.927	5	1.0	2	1	11	40.83	2.210	16	0.1
1	0	5	18.20	4.874	8	4.2	3	2	6	30.37	2.924	16	1.5	5	3	1	41.74	2.164	16	0.1
2	1	3	18.53	4.792	16	0.5	4	1	3	30.84	2.859	16	0.1	5	1	6	41.77	2.163	16	0.3
2	0	4	19.43	4.569	8	1.1	2	2	7	31.00	2.835	8	0.1	4	0	9	41.99	2.162	8	0.4
1	1	3	19.51	4.549	8	0.1	1	0	9	31.29	2.808	8	0.7	5	2	5	42.07	2.148	16	0.2
2	2	1	20.12	4.413	8	0.5	4	1	4	32.15	2.784	16	0.5	3	2	10	42.85	2.110	16	0.3
2	1	4	20.57	4.298	16	1.7	4	2	2	32.34	2.768	16	0.1	6	0	0	42.86	2.110	4	2.1
2	2	2	20.93	4.239	8	1.4	3	1	7	32.61	2.746	16	1.1	5	3	3	42.90	2.108	16	0.2
3	0	0	21.05	4.220	4	2.6	3	3	4	32.94	2.719	8	1.1	5	0	7	43.02	2.102	8	0.3
1	0	6	21.37	4.157	8	1.0	4	0	5	32.99	2.715	8	0.2	6	1	1	43.62	2.073	16	0.2
2	0	5	21.92	4.053	8	6.9	2	0	9	33.67	2.662	8	0.8	5	2	6	43.65	2.074	16	0.4
3	0	2	22.11	4.020	8	19.2	4	1	5	33.76	2.653	16	0.1	2	1	12	44.15	2.051	16	0.3
3	1	0	22.20	4.004	8	0.7	2	1	9	34.43	2.603	16	0.1	1	0	13	45.21	2.006	8	0.1
2	2	3	22.28	3.990	8	0.3	4	2	4	34.47	2.602	16	0.1	5	2	7	45.46	1.995	16	0.2
3	1	1	22.46	3.959	16	3.7	3	0	8	34.50	2.600	8	0.2	5	1	8	45.72	1.984	16	0.2
1	1	6	22.51	3.950	8	0.4	1	0	10	34.70	2.585	8	0.2	3	2	11	45.78	1.982	16	1.1
2	1	5	23.33	3.852	16	0.7	3	2	7	34.91	2.570	16	0.3	2	0	13	46.98	1.934	8	0.2
3	1	2	23.21	3.831	16	0.7	3	1	8	35.24	2.547	16	0.3	5	0	9	47.42	1.917	8	0.9
3	1	3	24.42	3.644	16	1.3	5	0	0	35.45	2.532	4	0.2	5	2	8	47.48	1.913	16	0.2
1	0	7	24.62	3.613	8	1.0	4	3	1	35.62	2.521	16	0.7	6	0	6	47.80	1.903	8	0.3
2	0	6	24.64	3.614	8	0.3	5	0	1	35.62	2.521	8	0.4	5	1	9	48.00	1.895	16	0.1
3	0	4	25.34	3.556	8	2.3	4	3	2	35.12	2.487	16	0.3	5	4	4	48.03	1.894	16	0.2
3	2	0	25.36	3.512	8	0.1	5	1	1	35.34	2.472	16	0.2	5	3	7	48.37	1.882	16	0.3
3	2	1	25.59	3.481	16	0.8	5	1	2	35.83	2.440	16	0.4	6	2	5	48.64	1.872	16	0.2
2	1	6	25.64	3.473	16	1.6	4	3	3	35.94	2.434	16	0.7	6	3	2	48.74	1.868	16	0.4
3	1	4	26.33	3.423	16	0.3	5	0	3	36.94	2.434	8	0.6	5	2	9	49.69	1.833	16	0.2
2	2	5	26.09	3.415	8	0.2	4	0	7	37.08	2.425	8	0.3	5	0	10	49.90	1.828	8	0.4

Zeolite beta and its mineral analog tschermakite are intergrown materials and *BEA represents the framework of a hypothetical end member. Simulated powder patterns for intergrown variants are presented later in this book.

Beta, Polymorph A SiO₂ Framework

*BEA



3.2 XRD H-Zeolit beta

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : 2016 I
Data Name : UNNES Rinny Rachmayanti-4
File Name : UNNES Rinny Rachmayanti-4.PKR
Sample Name : H-Zeolite Beta
Comment : H-Zeolite Beta

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
      no. (deg) (A)      (deg) (Counts) (Counts)
1 31 22.3695 3.97117 100 0.30420 650 11566
2 12 7.5600 11.68438 54 0.89000 349 8915
3 11 7.4200 11.90453 54 0.00000 348 0

# Peak Data List
peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A)      (deg) (Counts) (Counts)
1 3.3200 26.59103 19 0.33820 123 3599
2 3.6800 23.99050 22 0.00000 144 0
3 3.9800 22.18282 20 0.00000 131 0
4 4.3600 20.25027 20 0.00000 131 0
5 4.8800 18.09356 14 0.00000 90 0
6 5.1600 17.11235 11 0.00000 74 0
7 5.7800 15.27808 13 0.00000 83 0
8 6.0600 14.57278 16 0.00000 107 0
9 6.4600 13.67131 25 0.00000 161 0
10 6.9400 12.72678 40 0.00000 260 0
11 7.4200 11.90453 54 0.00000 348 0
12 7.5600 11.68438 54 0.89000 349 8915
13 8.2400 10.72160 17 0.48000 113 2360
14 8.5600 10.32150 8 0.74660 54 1688
15 9.2200 9.58408 4 0.00000 25 0
16 9.6200 9.18645 4 0.35000 24 579
17 10.0282 8.81341 4 0.44850 23 608
18 11.2260 7.87558 4 0.33200 26 600
19 11.5600 7.64877 5 0.24000 30 417
20 12.0200 7.35707 6 0.28000 36 773
21 13.2273 6.68815 6 0.27680 41 714
22 14.5140 6.09800 5 0.26800 34 662
23 15.7359 5.62713 3 0.24320 21 391
24 17.6600 5.01813 4 0.36660 29 734
25 17.9800 4.92954 10 0.57600 66 1421
26 18.5000 4.79213 14 0.32000 89 1658
27 20.1579 4.40159 25 0.31580 165 3250
28 20.5000 4.32890 7 0.00000 43 0
29 20.8200 4.26308 7 0.00000 48 0
30 21.3782 4.15302 32 0.38510 205 5689
31 22.3695 3.97117 100 0.30420 650 11566
32 22.8200 3.89378 11 0.26660 70 1632
33 23.4416 3.79191 3 0.17670 20 289
34 24.2183 3.67203 6 0.28330 39 527
35 24.5600 3.62171 4 0.18660 24 273
36 25.2550 3.52360 10 0.31000 64 1068
37 25.7815 3.45282 5 0.25300 30 416
38 26.6266 3.34512 4 0.18670 23 216
39 26.9370 3.30728 14 0.21590 90 1091
40 28.3150 3.14937 4 0.23000 23 392
41 28.7160 3.10630 6 0.31200 38 665
42 29.5273 3.02277 10 0.24320 67 985
43 33.2400 2.69314 3 0.37340 21 519
44 33.5000 2.67283 4 0.14660 23 217
45 36.1000 2.48607 4 0.24000 29 627
46 43.5883 2.07475 6 0.38330 37 1154

```

*** Basic Data Process ***

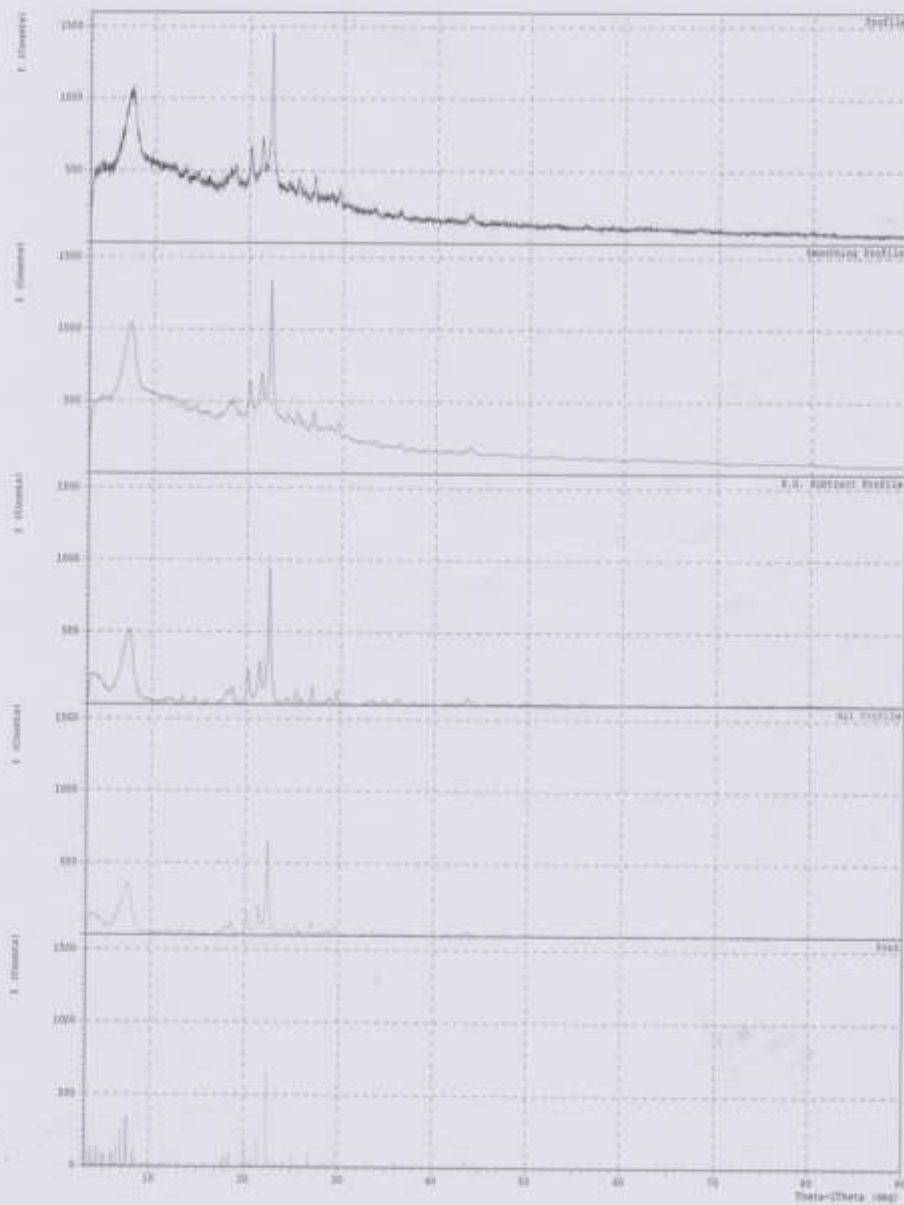
```
# Data Information
  Group Name      : 2016 I
  Data Name      : UNNES Rinny Rachmayanti-4
  File Name      : UNNES Rinny Rachmayanti-4.RAW
  Sample Name    : H-Zeolite Beta
  Comment       : H-Zeolite Beta
  Date & Time    : 09-26-16 07:41:35

# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)
  Slits
    divergence slit : 1.00 (deg)
    scatter slit    : 1.00 (deg)
    receiving slit  : 0.30 (mm)
  Scanning
    drive axis     : Theta-2Theta
    scan range     : 3.0200 - 90.0000 (deg)
    scan mode      : Continuous Scan
    scan speed     : 4.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time    : 0.30 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
    smoothing points : 19
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points  : 21
    repeat times     : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio     : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
    differential points : 15
    FWHM threshold     : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

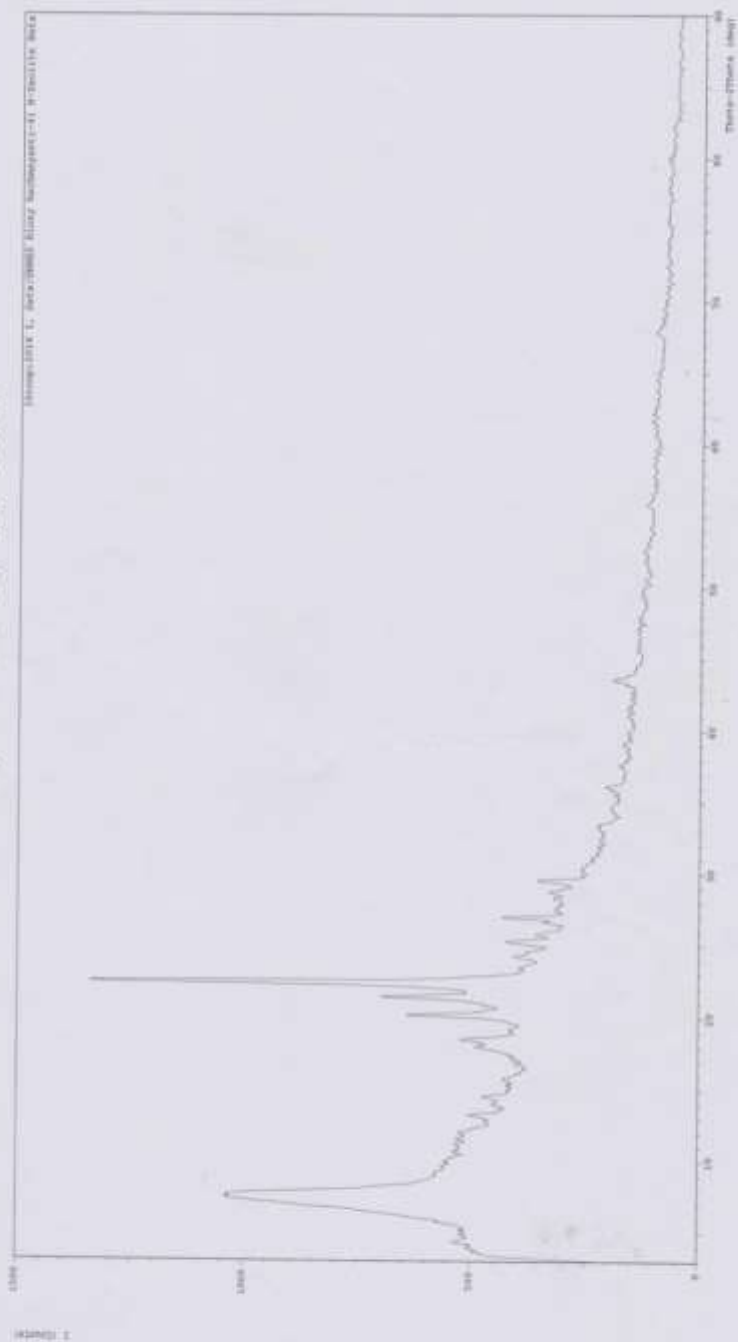
*** Basic Data Process ***

Group Name : 2016 I
Data Name : UNNES Rinny Rachmayanti-4
File Name : UNNES Rinny Rachmayanti-4.PKR
Sample Name : H-Zeolite Beta
Comment : H-Zeolite Beta



*** Multi Plot ***

File Name : 2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-4
 Sample Name : H-Zeolite Beta
 Date & Time : 09-26-16 07:41:35
 Condition :
 X-ray Tube : Cu(1.54060 Å) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
 Scan Range : 3.0000 <-> 90.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
 Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



3.3 XRD Zn-Zeolit beta

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : 2016 I
Data Name  : UNNES Rinny Rachmayanti-2
File Name  : UNNES Rinny Rachmayanti-2.PKR
Sample Name: Zn-BFA
Comment    : Zn-BFA

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
      no. (deg)      (A)      (deg)      (Counts)  (Counts)
1     32  22.0349    4.03071  100  0.34550    576    10886
2     8   7.3400   12.03410  55   0.84580    318     9640
3     7   6.8800   12.63764  42   0.87340    240     8009

# Peak Data List
peak 2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.  (deg)      (A)      (deg)      (Counts)  (Counts)
1    3.3600    26.27456   7   0.53600    43     1317
2    3.8000    23.23317   6   0.00000    36      0
3    4.1200    21.42934   5   0.00000    27      0
4    4.5200    19.53380   5   0.50000    28     747
5    4.9400    17.87393   4   0.20000    21     236
6    5.9800    14.76755  12   0.37000    67    1820
7    6.8800    12.83764  42   0.87340   240    8009
8    7.3400    12.03410  55   0.84580   318    9640
9    7.9000    11.18226  22   0.00000   129      0
10   8.3400    10.59327  13   0.00000    75      0
11   8.7000    10.15572  10   0.48000    59    1753
12   9.0400     9.77450   7   0.00000    43      0
13   9.5400     9.26330   6   0.00000    37      0
14  10.2400     8.63159   6   0.36000    32    1412
15  10.2400     8.63159   6   0.36000    27      0
16  10.6000     8.33923   5   0.00000    31      0
17  10.9800     8.05147   5   0.00000    34     646
18  11.2400     7.86580   6   0.36000    34     716
19  11.6743     7.57414   6   0.34860    46     598
20  12.9614     6.82475   8   0.24290    36    1048
21  14.1216     6.26655   6   0.45670    27     346
22  15.5040     5.71077   5   0.20000    17     132
23  15.8833     5.57524   3   0.11330    18     381
24  16.6116     5.33241   3   0.25670    18     225
25  17.1270     5.17308   3   0.20600    44     894
26  17.6800     5.01250   8   0.47000    40     744
27  18.1600     4.88108   7   0.38280    17     162
28  18.5600     4.77678   3   0.14000    20     255
29  18.8840     4.69555   3   0.20800    137    3243
30  19.8236     4.47505   24  0.34070    37      0
31  20.5000     4.32890   6   0.00000   149    4637
32  21.0433     4.21835  26   0.46000   576   10886
33  22.0349     4.03071  100  0.34550   78    1747
34  22.5000     3.94843  14   0.26660    19     316
35  22.9350     3.87451   3   0.22000    32     579
36  23.9585     3.71126   6   0.23710    25     314
37  24.6800     3.60438   4   0.16000    63     915
38  24.9705     3.56310  11   0.31610    22     525
39  25.5400     3.48492   4   0.45000    18     244
40  26.1800     3.40116   3   0.20000    72    1064
41  26.6212     3.34579  13   0.26250    29     466
42  28.0800     3.17520   5   0.26000    38     610
43  28.4000     3.14014   7   0.32000    51     793
44  29.2187     3.05399   9   0.25250    26     331
45  32.7800     2.72988   5   0.15200    29     435
46  33.0800     2.70580   5   0.18660    26     378
47  43.0000     2.10177   5   0.30000    40     652
47  43.2000     2.09250   7   0.31000

```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	61.2466	1.51220	3	0.21330	17	408

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group Name       : 2016 I
  Data Name       : UNNES Rinny Rachmayanti-2
  File Name       : UNNES Rinny Rachmayanti-2.RAW
  Sample Name     : Zn-BFA
  Comment        : Zn-BFA
  Date & Time     : 08-22-16 14:28:52

# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)

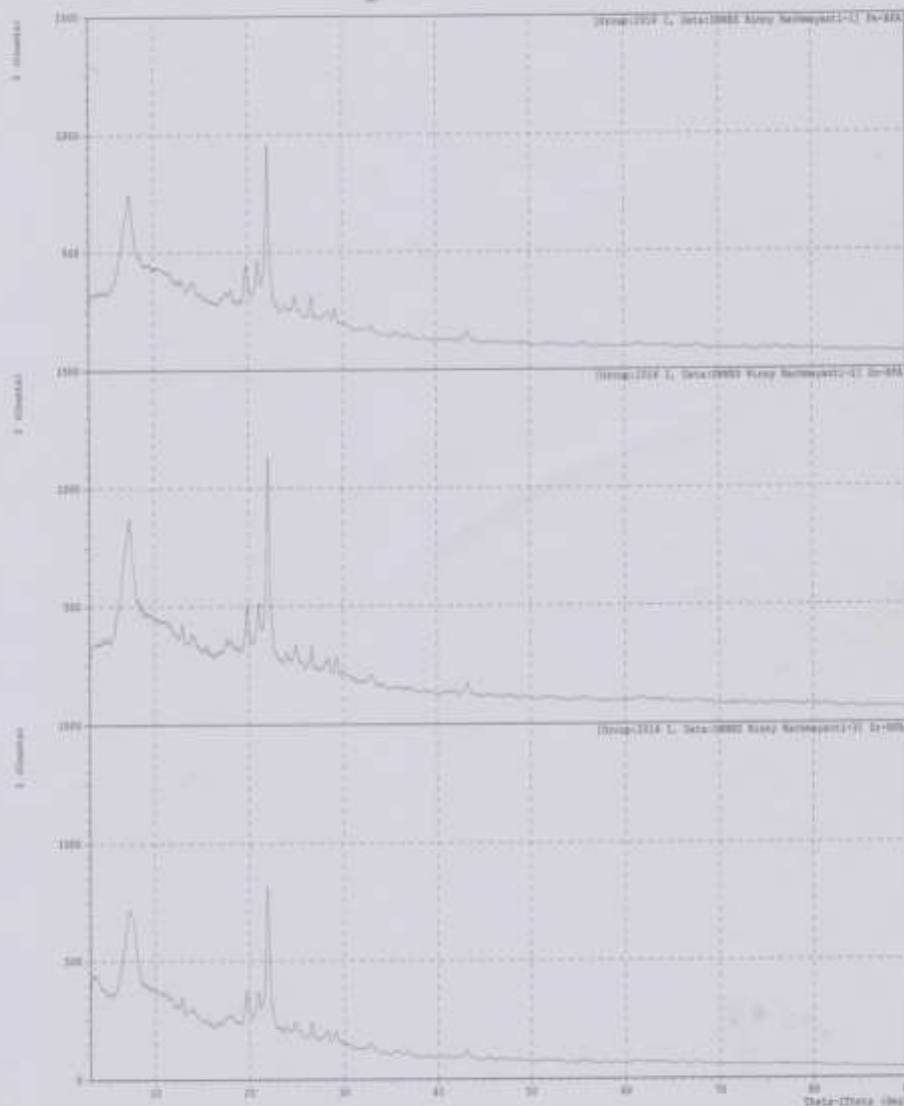
  Slits
    divergence slit : 1.00 (deg)
    scatter slit    : 1.00 (deg)
    receiving slit  : 0.30 (mm)

  Scanning
    drive axis     : Theta-2Theta
    scan range     : 3.0200 - 90.0000 (deg)
    scan mode      : Continuous-Scan
    scan speed     : 4.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time    : 0.30 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
    smoothing points : 19
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points : 23
    repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
    differential points : 17
    FWHM threshold   : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

*** Multi Plot ***

File Name : 2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-1
 Sample Name : Fe-BFA Comment : Fe-BFA
 Date & Time : 08-22-16 14:01:59
 Condition
 X-ray Tube : Cu(1.54060 Å) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
 Scan Range : 3.0000 <-> 90.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
 Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-1 Fe-BFA
 2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-2 Zn-BFA
 2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-3 Zr-BFA

Cont.Scan 4.0 deg/min C
 Cont.Scan 4.0 deg/min C
 Cont.Scan 4.0 deg/min C

*** Multi Plot ***

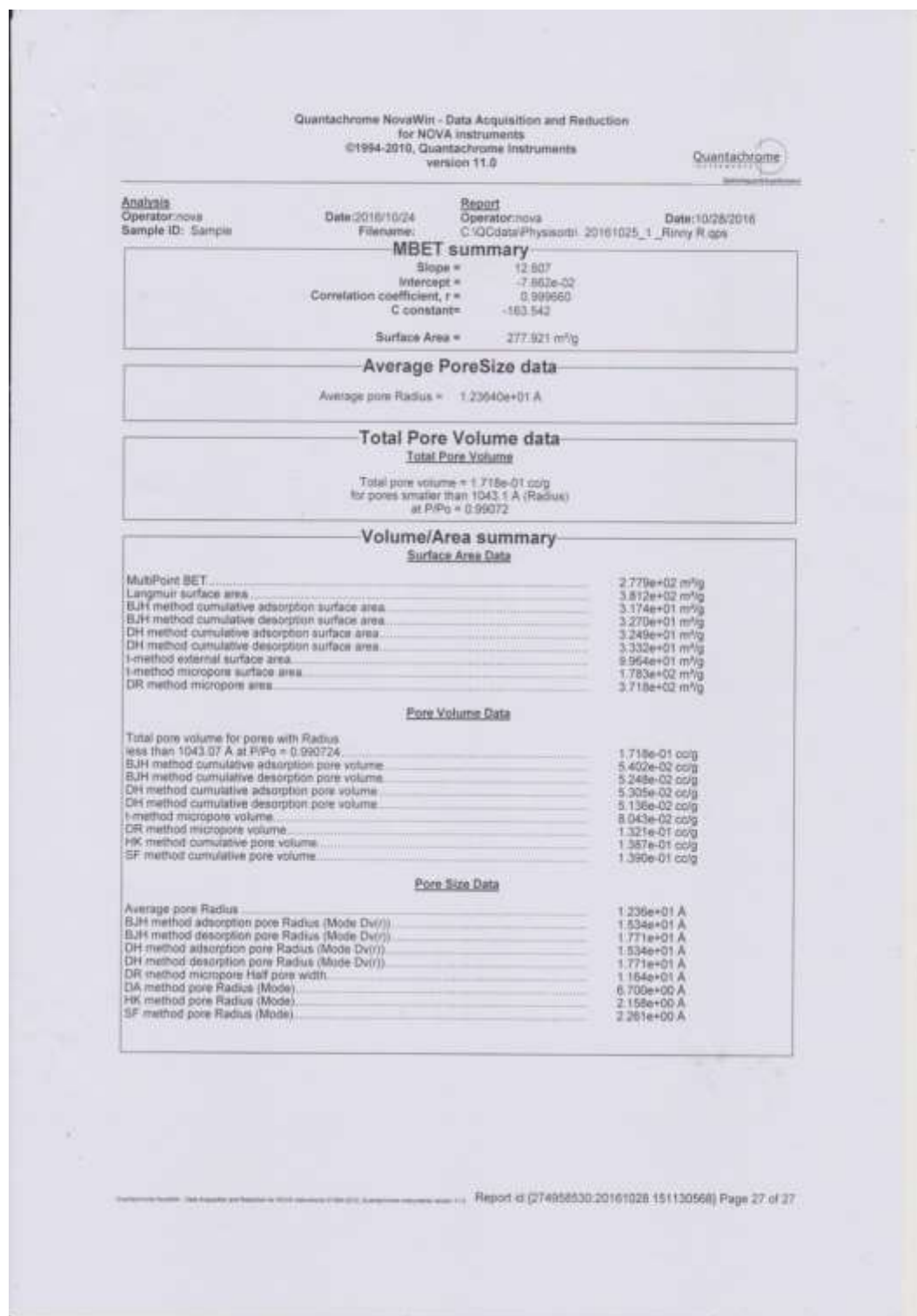
File Name : 2016 I\UNNES Rinny Rachmayanti-2
Sample Name : Zn-BFA Comment : Zn-BFA
Date & Time : 08-22-16 14:28:52
Condition
X-ray Tube : Cu(1.54060 Å) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 3.0000 <-> 90.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



Lampiran 4 : BET Katalis zeolit beta

4.1 H-Zeolit beta



4.2 Zn²⁺-Zeolit beta

Lampiran 5 : Spektra IR Uji Keasaman Katalis

5.1. Spektra IR Katalis H-Zeolit Beta

PerkinElmer Spectrum Version 10.03.06
Wednesday, September 28, 2016 9:37 AM

Report

Filename D:\Data FTIR\Spectra FTIR\Rinny Rachmayanti H
BEA_1.sp
Analyst Administrator
Description Sample H BEA By Administrator Date Wednesday,
September 28 2016

Sample Details

Creation Date 9/28/2016 9:25:38 AM
X-Axis Units cm-1
X-Axis start value 4000
X-Axis end value 450
Data interval -1
Number of points 3551
Y-Axis Units %T

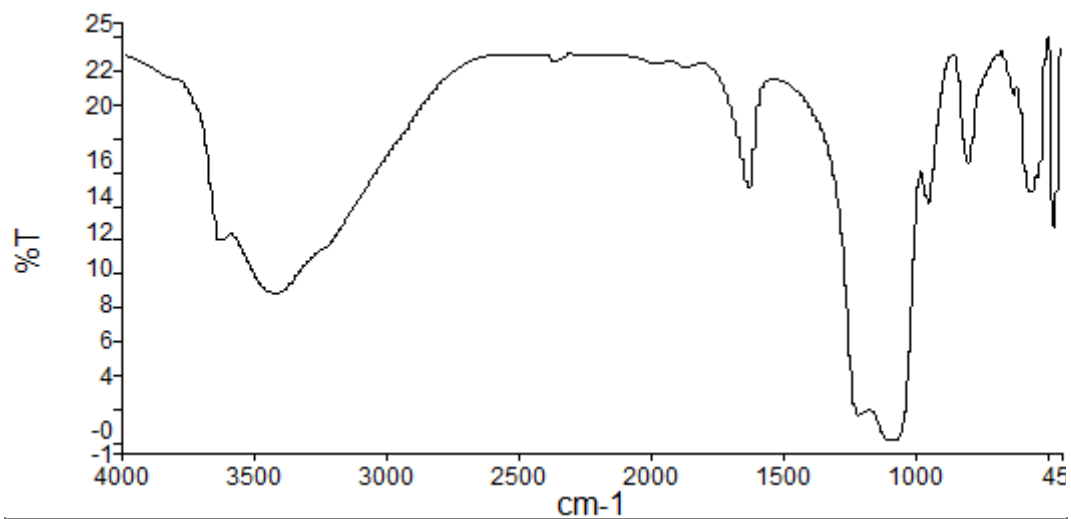
Instrument

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96681
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

History

Who	What	When	Parameters	Comment
Administrator	Created as New Dataset	9/28/2016 9:25:38 AM		Sample H BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016
Administrator	Atmospheric Correction	9/28/2016 9:25:38 AM		
Administrator	DataTuneUp	9/28/2016 9:25:48 AM	"Rinny Rachmayanti H BEA", "AutoSmooth", "AutoFlat2", "4000", "450"	

Spectrum Graph

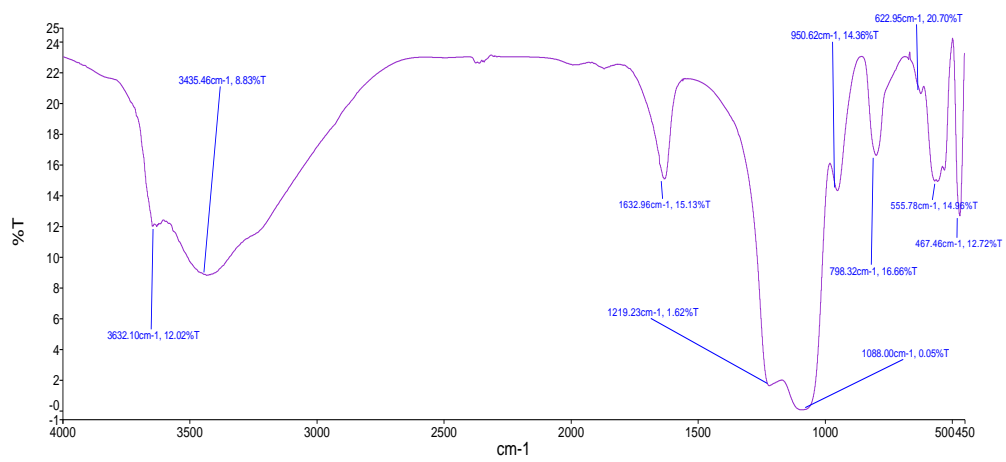


Name	Description
___ Rinny Rachmayanti H BEA_1	Sample H BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016

Peak Table Results

SpectrumName
Rinny Rachmayanti H BEA_1

PeakName	X	Y
10	467.46	12.72
9	555.78	14.96
8	622.95	20.7
7	798.32	16.66
6	950.62	14.36
5	1088	0.05
4	1219.23	1.62
3	1632.96	15.13
2	3435.46	8.83
1	3632.1	12.02



5.2. Spekta IR Katalis Zn²⁺-Zeolit Beta

PerkinElmer Spectrum Version 10.03.06
Wednesday, September 28, 2016 9:37 AM

Report

Filename D:\Data FTIR\Spectra FTIR\Rinny Rachmayanti Zn
BEA_1.sp
Analyst Administrator
Description Sample Zn BEA By Administrator Date Wednesday,
September 28 2016

Sample Details

Creation Date 9/28/2016 9:20:45 AM
X-Axis Units cm-1
X-Axis start value 4000
X-Axis end value 450
Data interval -1
Number of points 3551
Y-Axis Units %T

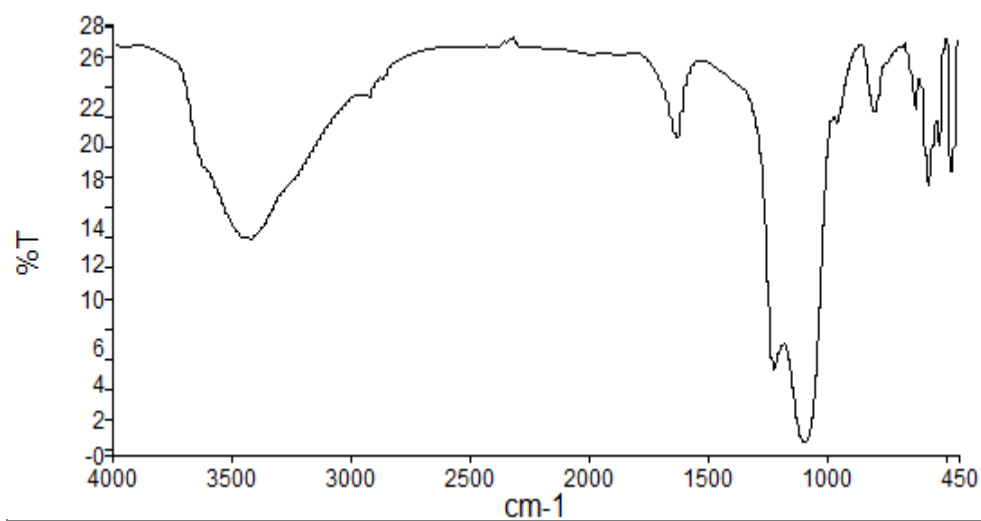
Instrument

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96681
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

History

Who	What	When	Parameters	Comment
Administrator	Created as New Dataset	9/28/2016 9:20:45 AM		Sample Zn BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016
Administrator	Atmospheric Correction	9/28/2016 9:20:45 AM		
Administrator	DataTuneUp	9/28/2016 9:21:03 AM	"Rinny Rachmayanti Zn BEA", "AutoSmooth", "AutoFlat2", "4000", "450"	

Spectrum Graph

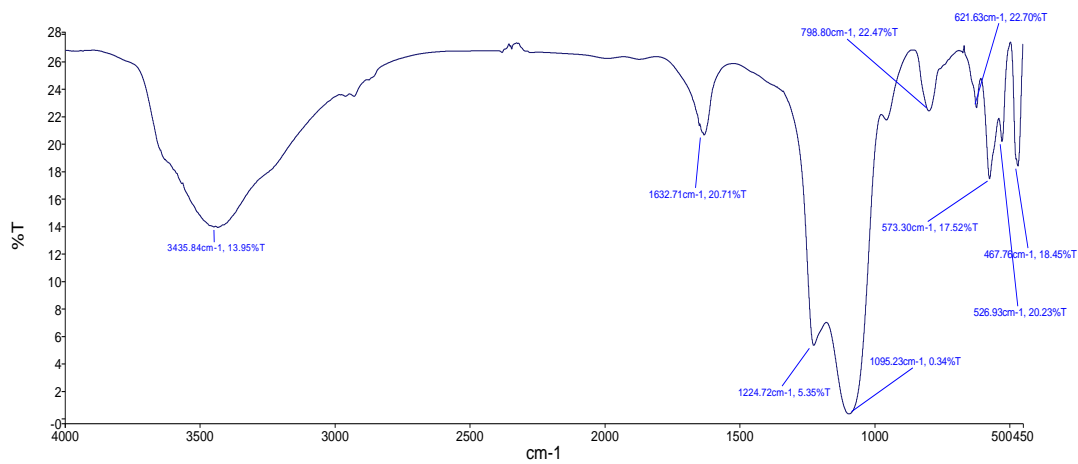


Name	Description
___ Rinny Rachmayanti Zn BEA_1	Sample Zn BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016

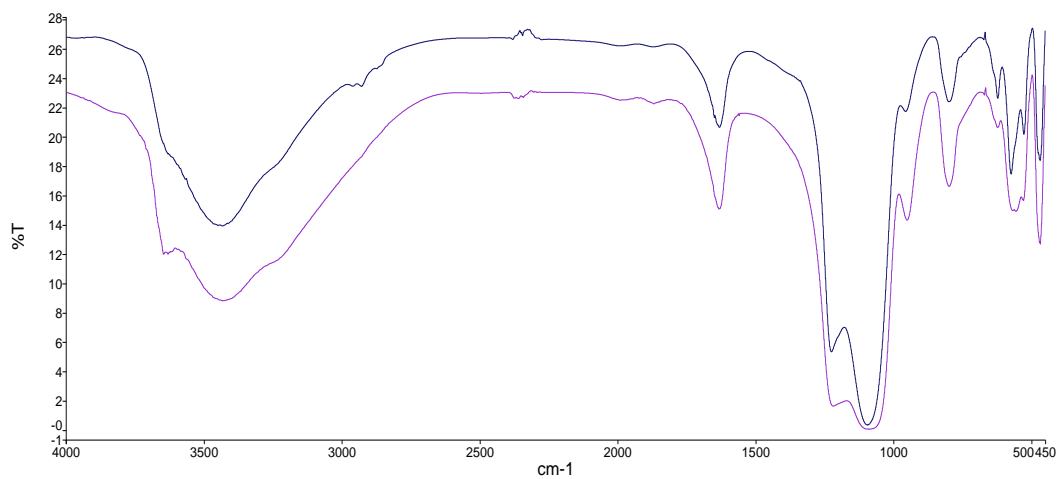
Peak Table Results

SpectrumName
Rinny Rachmayanti Zn BEA_1

PeakName	X	Y
9	467.76	18.45
8	526.93	20.23
7	573.3	17.52
6	621.63	22.7
5	798.8	22.47
4	1095.23	0.34
3	1224.72	5.35
2	1632.71	20.71
1	3435.84	13.95



PERBANDINGAN H BEA DAN Zn BEA



Name	Description
Rinny Rachmayanti H BEA_1	Sample H BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016
Rinny Rachmayanti Zn BEA_1	Sample Zn BEA By Administrator Date Wednesday, September 28 2016

5.3. Uji Keasaman Katalis Metode Gravimetri

No	Sampel	Berat Wadah (W ₀)	Wadah+Sampel (W ₁)	Wadah+Sampel + C ₅ H ₆ N (W ₂)	Keasaman
1	H-Zeolit beta	4,0376 gram	4,1380 gram	4,1407 gram	0,3399 mmol/gram
2	Zn ²⁺ -Zeolit beta	4,2194 gram	4,3200 gram	4,3248 gram	0,6032 mmol/gram

Perhitungan :

$$\text{Keasaman Katalis} = \frac{(W_2 - W_1)}{(W_1 - W_0) \times Mr} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman H-Zeolit beta} = \frac{(4,1417 - 4,1380)}{(4,1380 - 4,0376) \times 79,10} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

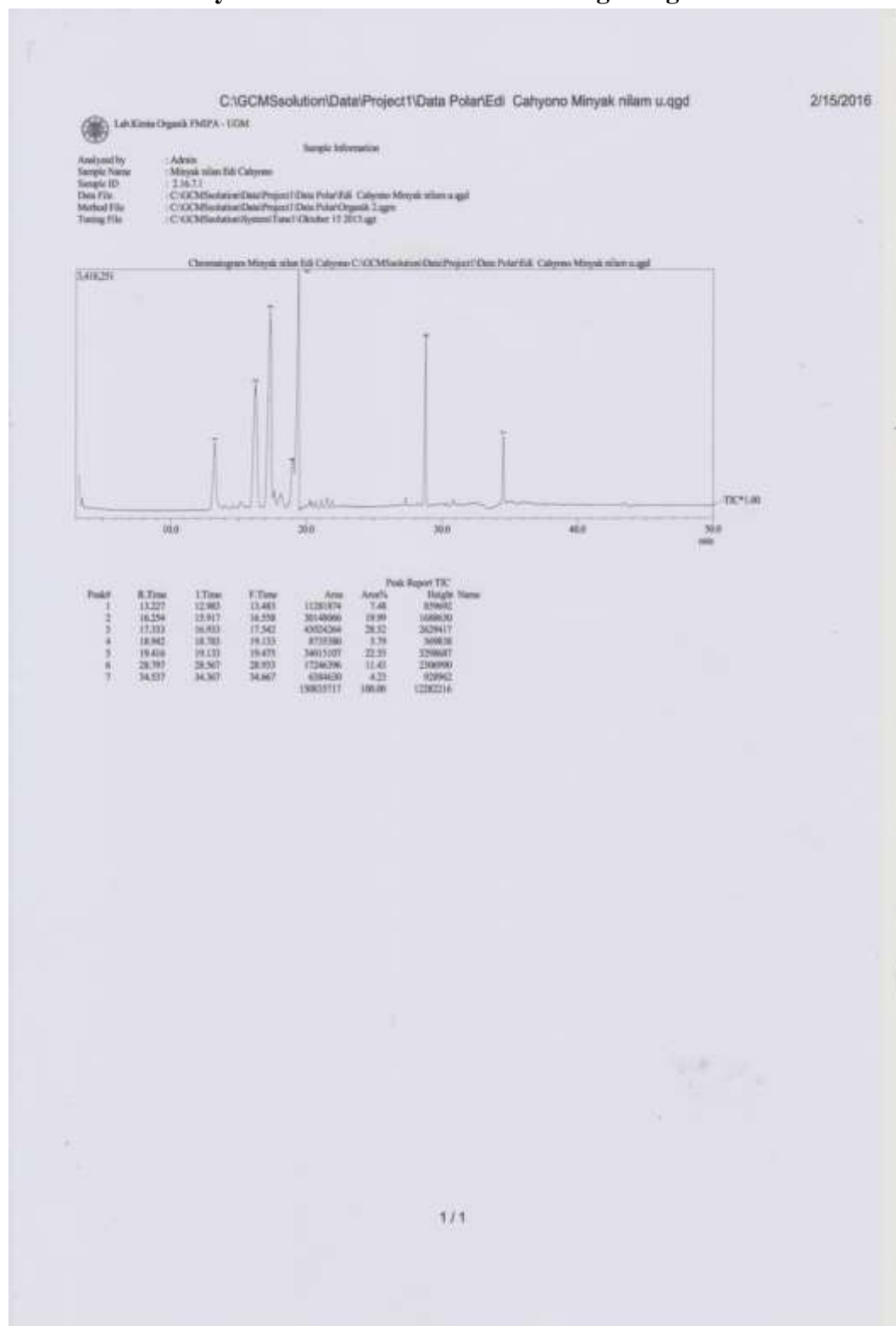
$$= 0,3399 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman Zn}^{2+}\text{-Zeolit Beta} = \frac{(4,3258 - 4,3200)}{(4,3200 - 4,2194) \times 79,10} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$= 0.6032 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

Lampiran 6 : Hasil Analisis Minyak Nilam

6.1. GC-MS Minyak Nilam Sebelum Destilasi Pengurangan Tekanan



Sample Information

Miyuki, silar Ed: Cabyoro
 C:\GCMS\Subst\Des\Project1\Des Polar Ed: Cabyoro Miyuki silar u.ggl

Library

<< Target >>

Hit# 1 Entry 20002 Library: WILEY229.LIB
 SI 92 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompoundName: beta-Pacholone SI 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9-oxonaphthyl- (CAS) 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-



Hit# 1 Entry 20002 Library: WILEY229.LIB

SI 92 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompoundName: beta-Pacholone SI 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9-oxonaphthyl- (CAS) 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-



Hit# 2 Entry 20972 Library: NIST02.LIB

SI 92 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompoundName: 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9-oxonaphthyl-, 1S-(1 alpha, 4 alpha, 7 alpha)- SI beta-Pacholone SI 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-



Hit# 3 Entry 71030 Library: WILEY229.LIB

SI 92 Formula: C15H24 CAS: 499-45-7 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompoundName: alpha-Gajane SI 10-Cyclopropyljaneolone, 1a,2,3,4,4a,5a,7b-octahydro-1,1,4,7-tetraethyl-, [10a-(1 alpha, 4 alpha, 4 alpha, 7 alpha)- SI beta-Pacholone SI 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-



Hit# 4 Entry 7725 Library: NIST12.LIB

SI 92 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompoundName: 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9-oxonaphthyl-, 1S-(1 alpha, 4 alpha, 7 alpha)-

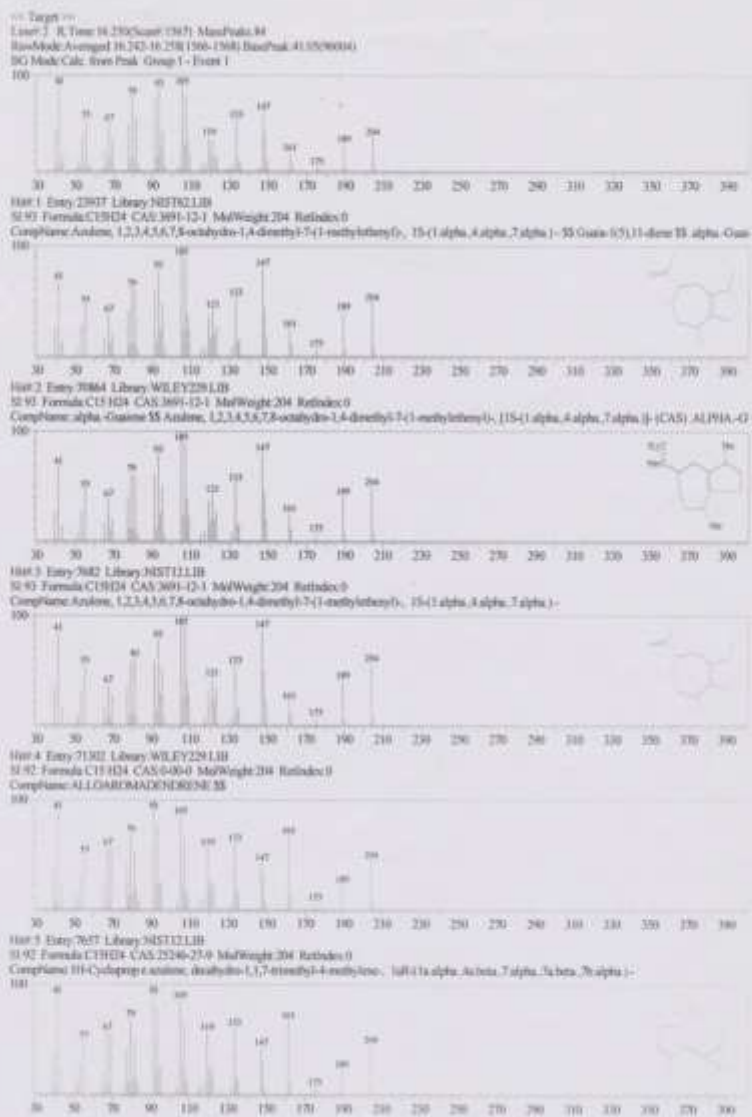


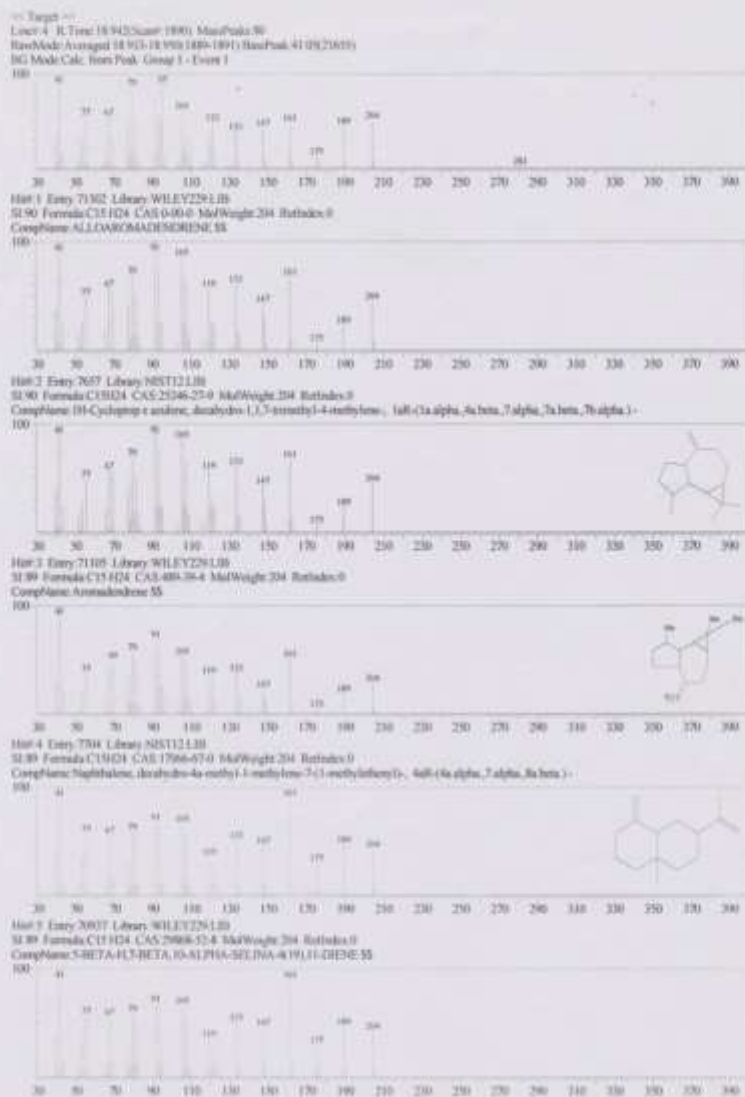
Hit# 5 Entry 20004 Library: WILEY229.LIB

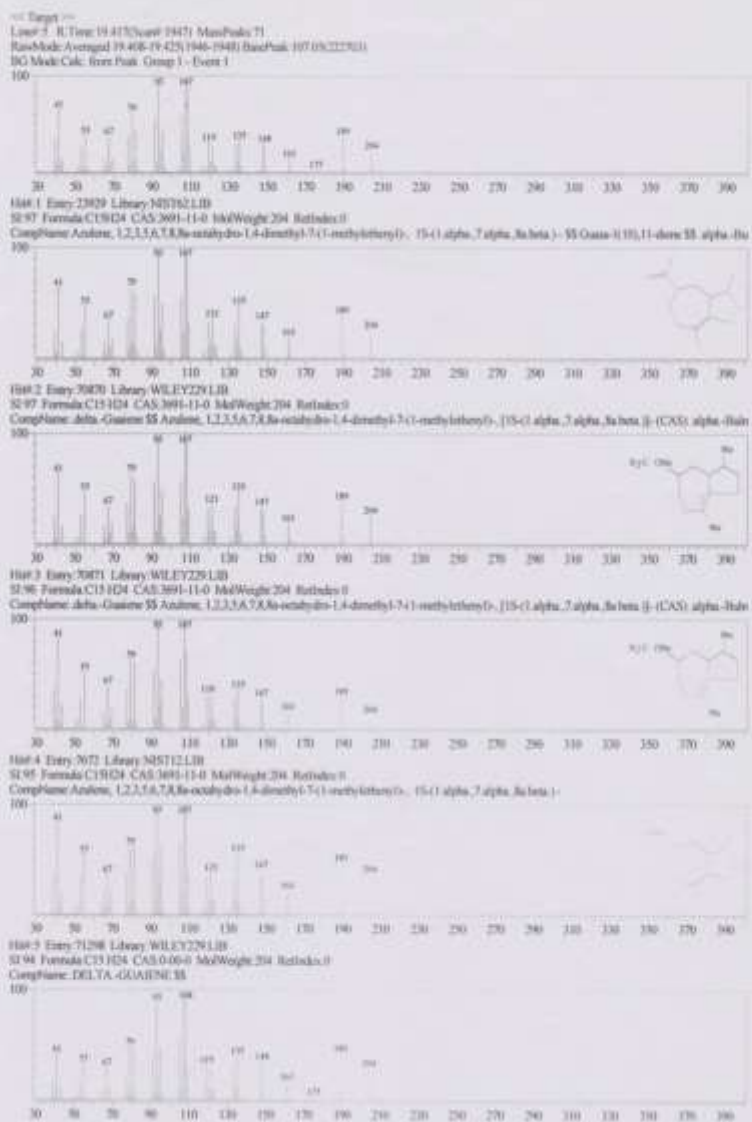
SI 92 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0

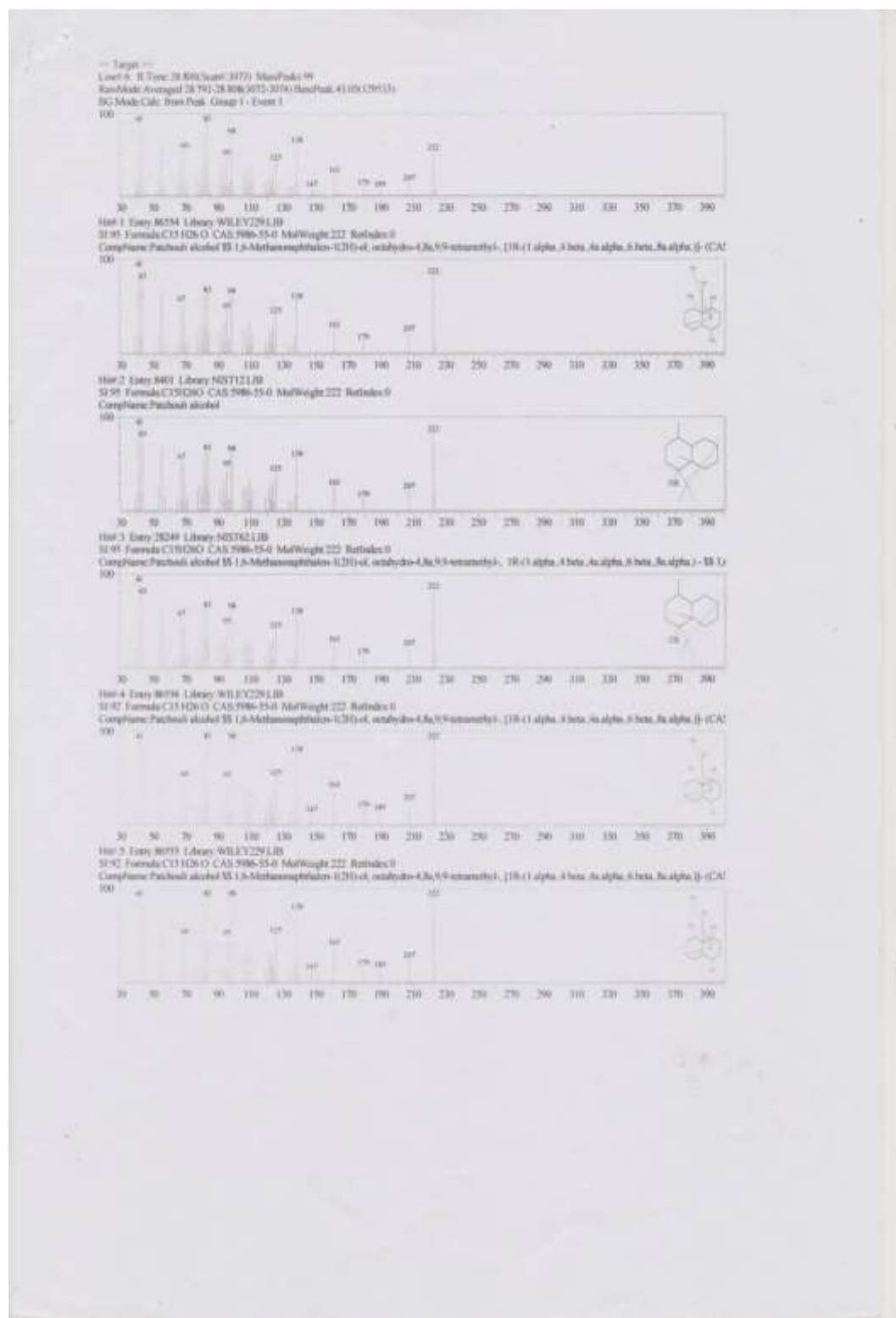
CompoundName: beta-Pacholone SI 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9-oxonaphthyl- (CAS) 4,7-Methanosalone, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-

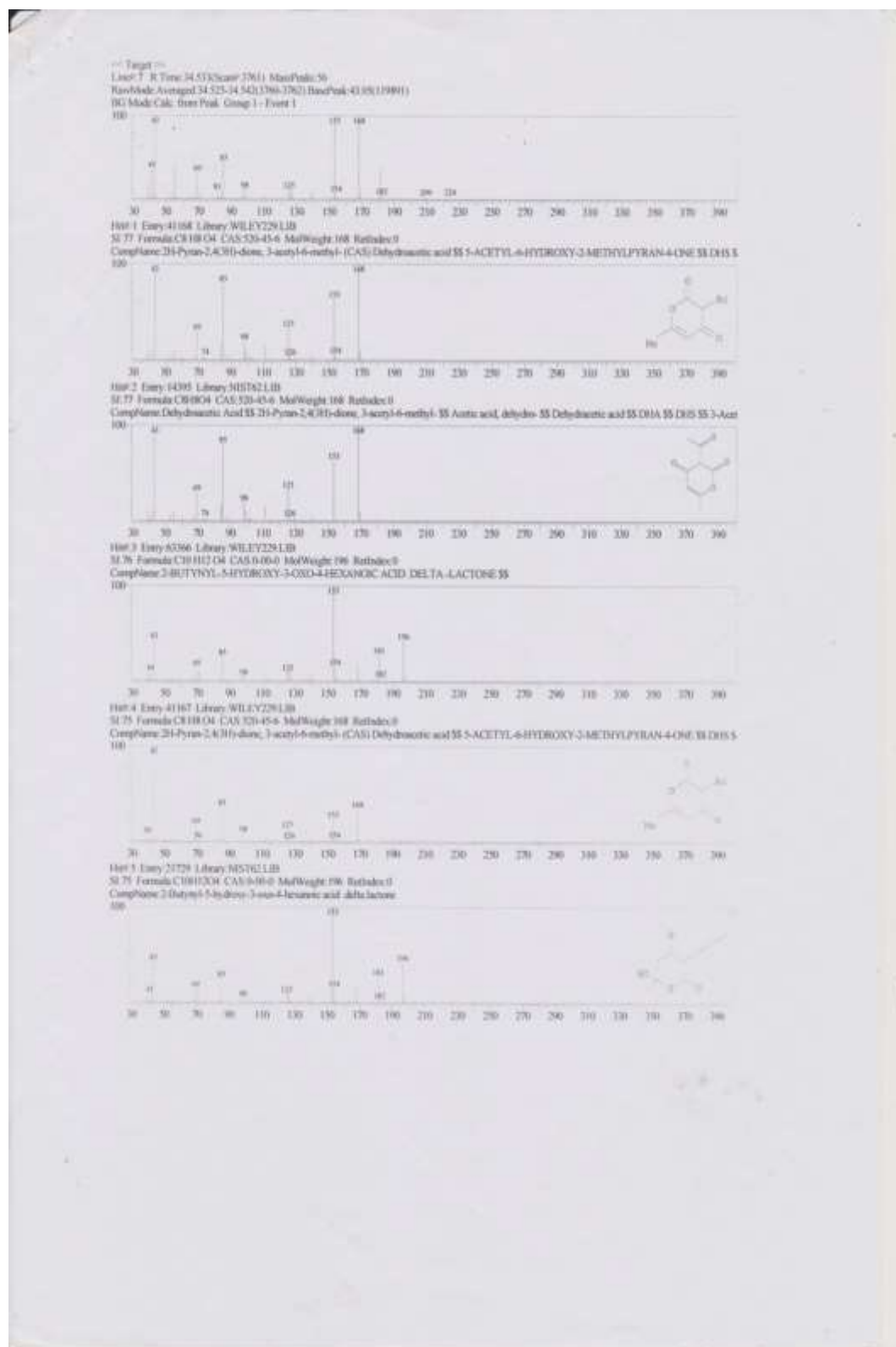




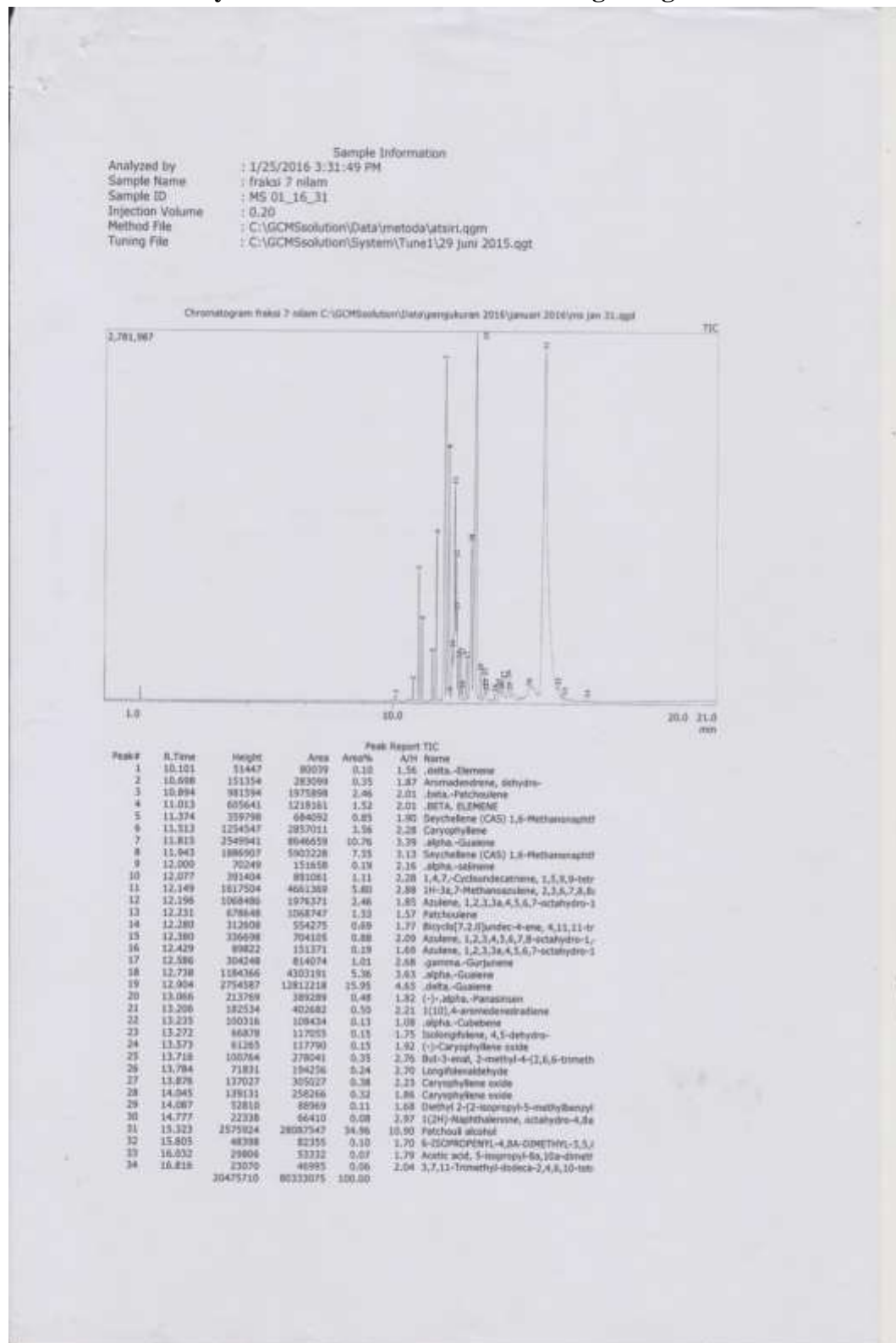








6.2. GC-MS Minyak Nilam Sesudah Destilasi Pengurangan Tekanan



Library

<< Target >>

Line# 1 RTime: 10.100 (Scan#: 2021) MassPeaks: 256
 ScanMode: Averaged 10.095-10.105 (2020-2022) BasePeak: 121.10 (9615)
 GC Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HE# 1 Entry: 150718 Library: WILEY7.LIB

SI: 94 Formula: C15 H24 CAS: 20307-64-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: alpha-Chamigrene $\beta\beta$ Cyclohexene, 4-ethyl-4-methyl-3-(1-methylethyl)-1-(1-methylethyl)-, (2E-trans)- (CAS)



HE# 2 Entry: 100759 Library: WILEY7.LIB

SI: 89 Formula: C15 H24 CAS: 10912-93-5 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: alpha-Chamigrene $\beta\beta$ Spiro[5.5]undeca-1,8-diene, 1,3,5,9-tetramethyl-, (R)- (CAS) ALPHA-CHAMIGRENE $\beta\beta$ L5



HE# 3 Entry: 6470 Library: NIST08.LIB

SI: 89 Formula: C15 H24 CAS: 99-80-3 MolWeight: 136 RefIndex: 998

Compound: 1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- $\beta\beta$ alpha-Terpinen $\beta\beta$ alpha-Terpinene $\beta\beta$ p-Menth-1,3-diene



HE# 4 Entry: 25445 Library: WILEY7.LIB

SI: 87 Formula: C10 H16 CAS: 586-63-0 MolWeight: 136 RefIndex: 0

Compound: Isoterpimene $\beta\beta$ Cyclohexene, 3-methyl-6-(1-methylethyl)- (CAS) 2,4(8-P-MENTHADIENE) $\beta\beta$ p-Mentha-2,4



HE# 5 Entry: 45484 Library: NIST08.LIB

SI: 87 Formula: C15 H24 CAS: 3242-06-8 MolWeight: 204 RefIndex: 1431

Compound: Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2-(1-methylethyl)-4-(1-methylethyl)- $\beta\beta$ p-Menth-8-ene, 4-isopropylidene



<< Target >>

Line# 2 R_Tot:10.700(Scan#:2142) MassPeak:286
 RawMode:Averaged 10.695-10.705(2140-2142) BasePeak:143.10(15440)
 BE Mode:Calc. From Peak Group 1 - Event 1



REF 1 Entry: 44166 Library: NIST08.LIB
 SI:86 Formula: C15H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 1396
 Compound: Aromadendrene, dehydro-



REF 2 Entry: 95242 Library: WILEY7.LIB
 SI:81 Formula: C15 H22 CAS: 112362-74-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 Compound: 1(10),4-arsmadienolane 88 (14R,7S)-14,2,3,5,6,7b-hexahydro-1,1,4,7-tetramethyl-1H-cyclopent[*e*]julene 1



REF 3 Entry: 44166 Library: NIST08.LIB
 SI:84 Formula: C15H22 CAS: 79718-83-5 MolWeight: 202 RetIndex: 1392
 Compound: 4,4-Dimethyl-3-[3-methyl-5-ene]bicyclo[2.2.1]heptane 88 (2E)-4,4-Dimethyl-3-(3-methyl-



REF 4 Entry: 97880 Library: WILEY7.LIB
 SI:83 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 Compound: 4,5-DEHYDRO-ISOLOGIPOLENE 88



REF 5 Entry: 44163 Library: NIST08.LIB
 SI:83 Formula: C15H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 1398
 Compound: Isologipolene, 4,5-dehydro-



<< Target >>

Line# 1: R-Time: 10.095 (Scan#: 2180) MassPeak: 204
 RawMode: Averaged 10.090-10.099 (179-218) BasePeak: 161.10(100%)
 MS Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 100867 Library: WILEY7.LIB

SI: 94 Formula: C15H24 CAS: 514-51-2 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: beta-Pitchulene **8** 4,7-Pitchenazulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9,9-tetraethyl- (CAS) 4,7-Pitchenazulene

Hit# 2 Entry: 100932 Library: WILEY7.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 4630-07-3 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: Valencene **8** Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methylethyl)-, [1R-(1.alpha.,7.beta.)]

Hit# 3 Entry: 45529 Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 5551-61-1 MolWeight: 204 RefIndex: 144

Compound: Naphthalene, 1,2,4a,5,8,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,4a.beta.,8a.alpha.)-(1*R*)- **8**

Hit# 4 Entry: 45530 Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 523-47-7 MolWeight: 204 RefIndex: 1440

Compound: Naphthalene, 1,2,4a,5,8,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, [1S-(1.alpha.,4a.beta.,8a.alpha.)]- **8** C

Hit# 5 Entry: 45522 Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 6813-21-4 MolWeight: 204 RefIndex: 1507

Compound: Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-4a,8-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, (4aR-trans)- **8** Eubene-1,7(1)

<< Target >>

Inet# 4 - 4, Time: 11.015 (Scan# 2204) - MassPeak: 109
 RawMode: Averaged 11.010-11.020 (203-220) BasePeak: 93.10 (47781)
 MS Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry: 100278 Library: WILEY7.LIB
 SI: 96 Formula: C15 H24 CAS: 515-13-9 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompName: 3ETA. ELEMENT 88



HR# 2 Entry: 45394 Library: NIST06.LIB
 SI: 91 Formula: C15H24 CAS: 75023-40-4 MolWeight: 204 RetIndex: 1570
 CompName: 1,5-Cyclohexadiene, 1,5-dimethyl-6-(1-methylethenyl)-, [5-(2,E)]- 88 8-Isopropenyl-1,5-dimethyl-1,5-cyclohexadiene



HR# 3 Entry: 45303 Library: NIST06.LIB
 SI: 91 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 1570
 CompName: 8-Isopropenyl-1,5-dimethyl-cyclohexa-1,5-diene



HR# 4 Entry: 100280 Library: WILEY7.LIB
 SI: 91 Formula: C15 H24 CAS: 21029-06-4 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompName: Elemene (CAS)



HR# 5 Entry: 101089 Library: WILEY7.LIB
 SI: 90 Formula: C15 H24 CAS: 28387-44-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompName: germacrene A (CAS) 1,5-Cyclohexadiene, 1,5-dimethyl-9-(1-methylethenyl)-, [5-(E,E)]- 88 Germacre-3,8,11-trien



<< Target >>

Line: 5 RTime: 11.375 (Score: 2276) MassPeaks: 114
 RawMode: Averaged (1.370-11.380(2275-2277) BasePeak: 123.15(63122)
 MS Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit: 1 Entry: 101091 Library: WILEY7.LIB

SI: 82 Formula: C15 H24 CAS: 20085-03-2 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: Seychellene (CAS) 1,6-Methanonaphthalene, dihydro-1,4,8a-trimethyl-2-methylene-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,8a



Hit: 2 Entry: 100825 Library: WILEY7.LIB

SI: 80 Formula: C15 H24 CAS: 469-61-4 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: 1H-3a,7-Methanonaphthalene, 2,3,4,7,8,8a-hexahydro-1,6,8,8a-tetramethyl-, [1R-(1.alpha.,3a.beta.,7.beta.,8a.alpha.)



Hit: 3 Entry: 45513 Library: NIST08.LIB

SI: 80 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 1411

Compound: 1,4-Dimethyl-8-oxapropylidenebicyclo[5.3.0]decane



Hit: 4 Entry: 100376 Library: WILEY7.LIB

SI: 79 Formula: C15 H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: LONGIPOLIN-VI 99



Hit: 5 Entry: 17142 Library: NIST08.LIB

SI: 78 Formula: C15H24 CAS: 470-40-0 MolWeight: 204 RetIndex: 1416

Compound: Thujoprene 88 Cyclopropylidene[naphthalene, 1,1a,4,4a,5,6,7,8-octahydro-2,4a,8,8-tetramethyl-, [1aS-(1a.alpha.,4a



<< Target >>

Line# 6, R_Time: 11.515 (Scan# 2304), MassPeaks: 252
 RawMode: Averaged 11.510-11.520 (2303-2305) BasePeak: 93.10 (68510)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry: 17105 Library: NIST08a.LIB

SI: 96 Formula: C15H24 CAS: 87-44-5 MolWeight: 204 RefIndex: 1494

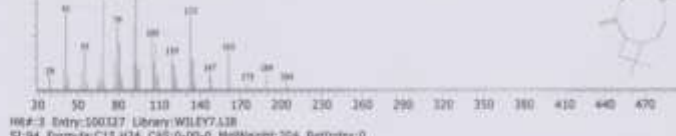
Compound: Caryophyllene Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-methylene-, [1R-(1R',4E,9E')] Bicyclo[7.2.



HR# 2 Entry: 17104 Library: NIST08a.LIB

SI: 94 Formula: C15H24 CAS: 13877-93-5 MolWeight: 204 RefIndex: 1494

Compound: Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-methylene- Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-ene



HR# 3 Entry: 100137 Library: WILEY7.LIB

SI: 94 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: TRANS(BETA)-CARYOPHYLLENE B



HR# 4 Entry: 45430 Library: NIST08a.LIB

SI: 94 Formula: C15H24 CAS: 242794-75-9 MolWeight: 204 RefIndex: 1407

Compound: Bicyclo[3.2.0]nonane, 2-methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl- Bicyclo[3.2.0]nonane, 2-methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl-



HR# 5 Entry: 100155 Library: WILEY7.LIB

SI: 94 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: BICYCLO[3.2.0]NONANE, 2-METHYLENE-4,8,8-TRIMETHYL-4-VINYL- (CARYOPHYLLEN "V1") B



<< Target >>

Scan#: 7 R-Time: 11.815(Scan#: 2364) PhotoPeak: 100
RawData: Averaged 11.815-11.820(2363-2365) BasePeak: 105.10(204605)
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



He# 1 Entry: 100815 Library: WILEY7.LIB

SI: 96 Formula: C13 H24 CAS: 3601-12-1 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: alpha-Gualene \$\$ Azulene, 1,2,3,4,1,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.)



He# 2 Entry: 45343 Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1474

Compound: 2-Isopropenyl-4a,8-dimethyl-1,2,3,4,4a,5,8a-octahydroazulene



He# 3 Entry: 101119 Library: WILEY7.LIB

SI: 88 Formula: C15 H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: 2-Isopropenyl-4a,8-dimethyl-1,2,3,4,4a,1,6,8a-octahydro-naphthalene \$\$



He# 4 Entry: 100777 Library: WILEY7.LIB

SI: 88 Formula: C13 H24 CAS: 87-44-5 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: trans-Caryophyllene \$\$ Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R*,4E,9S*)]- (CAS) 1-C



He# 5 Entry: 17157 Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H24 CAS: 22567-17-5 MolWeight: 204 RefIndex: 1481

Compound: Azulene, 1,2,3,3a,4,5,6,7-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,7.beta.)]



<< Targets >>

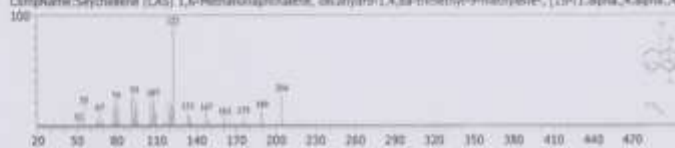
Line# 8 R.T(mn):11.945(Scan#:2290) PeakPeak:348
 RawMode:Averaged 11.940-11.950(2189-2381) BasePeak:122.15(347321)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry:101081 Library:WILEY7.LIB

SI:83 Formula:C15H24 CAS:20085-93-2 MolWeight:204 RetIndex:0

Compound:Seychellene (CAS) 1,6-Methanonaphthalene, bicyclo[1,4,8a-trimethyl-3-methylene-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,4a.



Hit# 2 Entry:45487 Library:NIST08.LIB

SI:82 Formula:C15H24 CAS:56635-28-4 MolWeight:204 RetIndex:1416

Compound:(-)-alpha-Pinasonen S5 2,2,4a,8-Tetramethyl-1,2,2a,1,4,4a,5,6-octahydrocyclohexa[1]indene # 55



Hit# 3 Entry:100348 Library:WILEY7.LIB

SI:82 Formula:C15H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RetIndex:0

Compound:(-)-ALPHA-PINASONEN S5



Hit# 4 Entry:100905 Library:WILEY7.LIB

SI:81 Formula:C15H24 CAS:6813-21-4 MolWeight:204 RetIndex:0

Compound:Selina-3,7(11)-diene S5 Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,8a-octahydro-4a,8-dimethyl-2-(1-methylethylidene)-, (4R)-



Hit# 5 Entry:45511 Library:NIST08.LIB

SI:80 Formula:C15H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RetIndex:2411

Compound:L,4-Dimethyl-8-isopropylidenetetracyclo[5.3.0.0(4,10).0(1,6)]decane



<< Target >>

Line# 9 RTime:12.000(Scan#:2421) PeakPeaks:284
 RawData: Averaged 11.995-12.005(2400-2421) BasePeak:107.10(185%)
 MS Mode: Calc. from Peak Group 1 - Entry 1



HE# 1 Entry:101103 Library:WILEY7.LIB
 SM:86 Formula:C15-H24 CAS:473-13-2 MolWeight:204 RefIndex:0
 Compound:alpha-selinene S8



HE# 2 Entry:100150 Library:WILEY7.LIB
 SM:86 Formula:C15-H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RefIndex:0
 Compound:beta-HUMULENE S8



HE# 3 Entry:100821 Library:WILEY7.LIB
 SM:86 Formula:C15-H24 CAS:3691-11-0 MolWeight:204 RefIndex:0
 Compound:delta-Guaiene S8 Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethyl)-, [1S-(1.alpha.,7.alpha.)]



HE# 4 Entry:45461 Library:NIST08.LIB
 SM:86 Formula:C15H24 CAS:116-04-1 MolWeight:204 RefIndex:1574
 Compound:beta-Humulene S8 1,4,4-Trimethyl-8-methylene-1,3-cycloundecalene # 88



HE# 5 Entry:17157 Library:NIST08.LIB
 SM:86 Formula:C15H24 CAS:22987-17-9 MolWeight:204 RefIndex:1461
 Compound:Azulene, 1,2,3,3a,4,5,6,7-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethyl)-, [1R-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,7.beta.)]



<< Target >>

Line# 10 RTime: 12.075(Score: 2418) MassPeak: 246
 RefMode: Averaged 12.070-12.080(2415-2417) BasePeak: 61.19(58384)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit 1 Entry: 45425 Library: NIST08.LIB
 SI: 94 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 1579
 CompName: 1,4,7-Cycloundecatriene, 1,5,8,9-tetramethyl-, Z,Z,Z'



Hit 2 Entry: 100734 Library: WILEY7.LIB
 SI: 93 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 4753-98-6 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompName: alpha-Humulene S5 1,4,8-Cycloundecatriene, 2,6,8,9-tetramethyl-, (E,E,E)- (CAS) 4,7,10-CYCLOUNDECATRISENE



Hit 3 Entry: 100810 Library: WILEY7.LIB
 SI: 89 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 17096-07-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0
 CompName: beta-Selinene S5 Naphthalene, decalidin-4a-methyl-1-methylidene-7-(1-methylethenyl)-, [4aR-(4a.alpha.,7.alpha.)]



Hit 4 Entry: 26445 Library: WILEY7.LIB
 SI: 85 Formula: C₁₀H₁₆ CAS: 80-56-8 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: ALPHA-PINENE, (-)- S5 Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- (CAS) Pinene S5 2-Pinene S5 alpha-Pinene S5



Hit 5 Entry: 9782 Library: NIST08.LIB
 SI: 84 Formula: C₁₀H₁₆ CAS: 498-15-7 MolWeight: 136 RetIndex: 948
 CompName: Bicyclo[4.1.0]hept-3-ene, 1,7,7-trimethyl-, (1S)- S5 3,7,7-Trimethylbicyclo[4.1.0]hept-3-ene S5



<< Target >>

Scan# 11 RTime: 12.150 (Scan# 1471) MassPeak: 300
 ScanMode: Averaged 12,145-12,155 (2430-2432) BasePeak: 125.15 (163428)
 MS Mode: Cal. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry: 45492 Library: NIST08.LIB

SI: 91 Formula: C15H24 CAS: 550-32-7 MolWeight: 204 RefIndex: 1493

Compound: 1H-3a,7-Methanoazulene, 2,3,6,7,8,8a-hexahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, (1.alpha.,3a.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)- 88



HR# 2 Entry: 17132 Library: NIST08.LIB

SI: 79 Formula: C15H24 CAS: 3401-11-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1490

Compound: Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylphenyl)-, [1S-(1.alpha.,3a.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- 88



HR# 3 Entry: 100117 Library: WILEY.LIB

SI: 79 Formula: C14H20O CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: 2,10,10-TRIMETHYL-TRICYCLO[7.1.1.0(2,7)]UNDEC-7-EN-6-ONE 88



HR# 4 Entry: 45347 Library: NIST08.LIB

SI: 79 Formula: C14H20O CAS: 148323-04-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1513

Compound: 2,10,10-Trimethyltricyclo[7.1.1.0(2,7)]undec-7-en-6-one



HR# 5 Entry: 45459 Library: NIST08.LIB

SI: 79 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1480

Compound: 1-Cycloheptane, 1,4-dimethyl-2-(2-methyl-1-propene-1-yl)-4-vinyl-



<< Target >>

Line: 12 RTime: 12.195(Scan: 2442) MassPeak: 291
 BaseMode: Averaged 12.190-12.200(1439-2441) BasePeak: 161,20(44528)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit 1 Entry: 17157 Library: NIST08.LIB

SI: 87 Formula: C19H24 CAS: 22587-17-5 MolWeight: 264 RefIndex: 1441

Compound: Azulene, 1,2,3,3a,5,6,7-tetrahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [18-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,7.beta.)]



Hit 2 Entry: 45513 Library: NIST08.LIB

SI: 86 Formula: C15H24 CAS: 22468-52-6 MolWeight: 204 RefIndex: 1125

Compound: 1,2,4-Phester-1H-indene, octahydro-1,7a-dimethyl-5-(1-methylthio)-, [15-(1.alpha.,2.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,5



Hit 3 Entry: 45534 Library: NIST08.LIB

SI: 86 Formula: C15H24 CAS: 60929-28-6 MolWeight: 204 RefIndex: 1494

Compound: 10s,11s-Himachal-3(12),4-diene 8s,5,5,9-Trimethyl-3-methylene-2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1H-benzo[a]cyclohe



Hit 4 Entry: 100932 Library: WILEY7.LIB

SI: 85 Formula: C15H24 CAS: 4635-07-3 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: Valencene 8s Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [18-(1.alpha.,7.beta.



Hit 5 Entry: 45525 Library: NIST08.LIB

SI: 84 Formula: C15H24 CAS: 23071-49-2 MolWeight: 204 RefIndex: 1398

Compound: 1H-Cyclopropano[naphthalene, decahydro-1,1,3a-trimethyl-7-methylene-, [1a5-(1.alpha.,3a.alpha.,7a.beta.,7b.4



<< Target >>

Line# 1:1 R Time: 12.230(Scan: 1447) MassPeak: 281
 Sample#: Average(12.225-12.235(1446-1448) BasePeak: 204.10(10122)
 GC Mode: Cal. from Peak Group 1 - Event 1



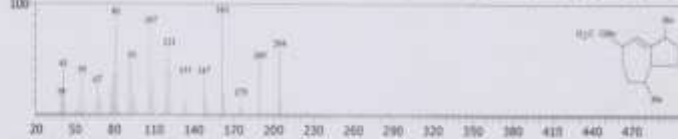
HR# 1 Entry: 45531 Library: NIST08.LIB
 SI: 81 Formula: C15H24 CAS: 1405-16-9 MolWeight: 204 RetIndex: 1432
 CompName: Patchoulene



HR# 2 Entry: 100810 Library: WILEY.LIB

SI: 81 Formula: C15H24 CAS: 22567-17-5 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: gamma-Gurjunene #9 Azulene, 1,2,3,3a,4,5,6,7-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [(1S-(1.alpha.,3a



HR# 3 Entry: 100046 Library: WILEY.LIB

SI: 90 Formula: C15H24 CAS: 1135-66-4 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: Isoburgholene #8 2H-2,4a-Methanonaphthalene, 1,2,4,5,6,7-hexahydro-1,1,3,5-tetramethyl-, (2S)- (CAS) 2H-2,4a



HR# 4 Entry: 105849 Library: WILEY.LIB

SI: 89 Formula: C15H24 CAS: 475-25-7 MolWeight: 204 RetIndex: 0

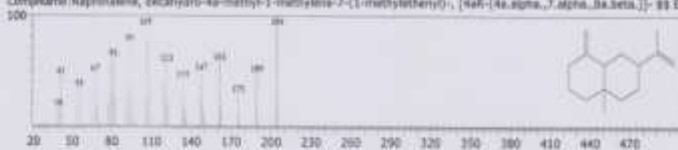
CompName: Xiphenene #3 1,4-Methanonaphthalene, decahydro-4,6,8-trimethyl-6-methylene-, [1S-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,6a.beta



HR# 5 Entry: 17190 Library: NIST08.LIB

SI: 89 Formula: C15H24 CAS: 17066-67-0 MolWeight: 204 RetIndex: 1489

CompName: Naphthalene, decahydro-4a-methyl-1-methylene-7-(1-methylethenyl)-, [(4R-(4.alpha.,7.alpha.,8a.beta.))-] #9 Eu



<< Target >>

Line# 14 X.Time: 12.285 (Scan# 2457) MassPeak: 257
 RefMode: Averaged 12.275-12.285 (456-458) BasePeak: 83.10 (20645)
 RI Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit 1 Entry 17104 Library: NIST08.LIB

SI: 95 Formula: C13H24 CAS: 13877-93-5 MolWeight: 204 RefIndex: 1494

CompName: Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-methylene- 88 Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-m-



Hit 2 Entry 100775 Library: WILEY.LIB

SI: 95 Formula: C13H24 CAS: 87-44-5 MolWeight: 204 RefIndex: 0

CompName: trans-Caryophyllene 88 Bicyclo[7.2.0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-methylene-, [1R-(1R*,4E,9E*)]- (CAS) 1-C



Hit 3 Entry 100127 Library: WILEY.LIB

SI: 95 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

CompName: TRANS,BETA,1-CARYOPHYLLENE 88



Hit 4 Entry 45421 Library: NIST08.LIB

SI: 93 Formula: C13H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1494

CompName: Isocaryophyllene



Hit 5 Entry 100355 Library: WILEY.LIB

SI: 93 Formula: C15H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

CompName: BICYCLO[5.1.0]NONAN, 2-ETHYLENE-4,8,9-TRIMETHYL-4-VINYL-, (CARYOPHYLLEN "V1") 88



<< Target >>

Index: 11, 8, Time: 12.280, Scan: 2477, MassPeak: 290
 RawMode: Average, 12.175-12.285 (2476-2478), BasePeak: 147.15(26337)
 MS Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



H8F-1 Entry: 45447, Library: NIST08.LIB

SI: 87 Formula: C15H14 CAS: 3891-12-1 MolWeight: 204 RefIndex: 1400

Compound: Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]- 88 Gm



H8F-2 Entry: 17132, Library: NIST08.LIB

SI: 88 Formula: C15H14 CAS: 3891-11-0 MolWeight: 204 RefIndex: 1490

Compound: Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- 88 Gm



H8F-3 Entry: 100155, Library: WILEY7.LIB

SI: 87 Formula: C15H14 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: BICYCLO[5.2.0]NONAN, 2-METHYLENE-4,8,8-TRIMETHYL-4-VINYL- (CARYOPHYLLEN "VI") 88



H8F-4 Entry: 45430, Library: NIST08.LIB

SI: 87 Formula: C15H14 CAS: 242794-76-9 MolWeight: 204 RefIndex: 1407

Compound: Bicyclo[5.2.0]nonane, 2-methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl- 88 4,8,8-trimethyl-2-methylene-4-vinylbicyclo[5.2.0]



H8F-5 Entry: 101159, Library: WILEY7.LIB

SI: 87 Formula: C15H14 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RefIndex: 0

Compound: 2-ISOPROPENYL-4A,8-DIMETHYL-1,2,3,4,4A,5,6,8A-OCTAHYDRO-NAPHTHALENE 88



<< Target >>

Line# 16 8, Time: 12.430(Score: 2487) MassPeak: 204
 BasePeak: Averaged 12.425-12.435(2486-2488) BasePeak: 81.10(2642)
 80 Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 17096 Library: NIST06b.LIB

SI: 83 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 22267-17-5 MolWeight: 204 RetIndex: 1461

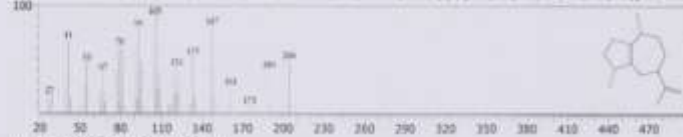
Compound: Azulene, 1,2,3,3a,4,5,6,7-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,7.beta.)]



Hit# 2 Entry: 17121 Library: NIST06b.LIB

SI: 89 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 3661-12-1 MolWeight: 204 RetIndex: 1490

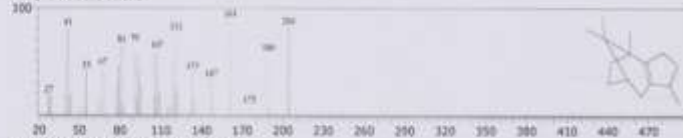
Compound: Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)] -55 Gua



Hit# 3 Entry: 45531 Library: NIST06.LIB

SI: 89 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 1455-16-8 MolWeight: 204 RetIndex: 1431

Compound: Patchouliene



Hit# 4 Entry: 100350 Library: WILEY7.LIB

SI: 89 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: BETA-HUMULEN 88



Hit# 5 Entry: 17159 Library: NIST06b.LIB

SI: 88 Formula: C₁₅H₂₄ CAS: 475-20-7 MolWeight: 204 RetIndex: 1378

Compound: 1,4-Methanoazulene, decahydro-4,8,9-trimethyl-9-methylene-, [1S-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,8a.beta.)] -88 1,4-



<< Target >>

Line# 16 RTime:12.430(Score:2487) BasePeak:204
 RawData:Averaged 12.425-12.435(2486-2488) BasePeak:21.10(2642)
 80 Mode:Cal. from Peak Group 1 - Event 1



<< Target >>

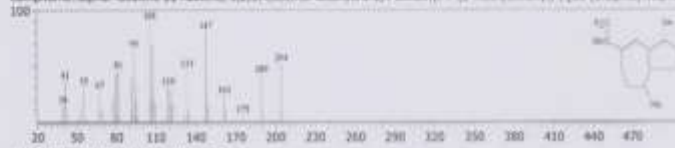
Line# 18 RTime:12.740(Scan#:2549) MassPeak:267
 RawMode:Averaged 12.739-12.745(2548-2550) BasePeak:95.10(8493)
 80 MolarCalc. from Peak Group 1 - Exent 1



REF:1 Entry:100815 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C15 H24 CAS:3693-12-1 MolWeight:204 RefIndex:0

CompName:Alpha-Guaine 55 Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,



REF:2 Entry:101159 Library:WILEY7.LIB

SI:89 Formula:C15 H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RefIndex:0

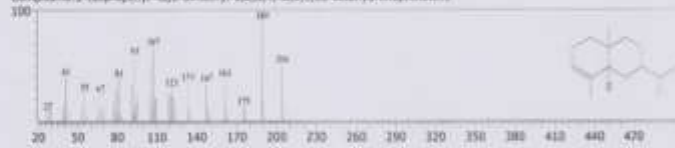
CompName:2-ISOPROPENYL-4A,8-DIMETHYL-1,2,3,4,4A,5,6,8A-OCTAHYDRO-NAPHTHALENE 55



REF:3 Entry:45543 Library:WILEY7.LIB

SI:89 Formula:C15H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RefIndex:1474

CompName:2-Isopropenyl-4a,8-dimethyl-1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydronaphthalene



REF:4 Entry:100844 Library:WILEY7.LIB

SI:89 Formula:C15 H24 CAS:1133-66-6 MolWeight:204 RefIndex:0

CompName:beta-guaine 55 2H-2,4a-Methanonaphthalene, 1,3,4,5,6,7-hexahydro-1,1,5,5-tetramethyl-, [2S]- [CAS] 2H-2,4a



REF:5 Entry:100250 Library:WILEY7.LIB

SI:89 Formula:C15 H24 CAS:0-00-0 MolWeight:204 RefIndex:0

CompName:BETA-NAMULEN 55



<< Target >>

Run: 10 RTime: 12.905 (Scan#: 2582) MassPeaks: 175
 RawFile: Averaged_12.900-12.910_(2581-2583).Raw Peak: 107.10(210087)
 MS Made: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit: 1 Entry: 100823 Library: WILEY7.LIB

SI: 96 Formula: C15 H24 CAS: 3691-11-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: .delta.-Guaiene SS Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,7.alpha.



Hit: 2 Entry: 100815 Library: WILEY7.LIB

SI: 90 Formula: C15 H24 CAS: 3691-12-1 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: .alpha.-Guaiene SS Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.



Hit: 3 Entry: 45461 Library: NIST08.LIB

SI: 89 Formula: C15H24 CAS: 118-04-1 MolWeight: 204 RetIndex: 1574

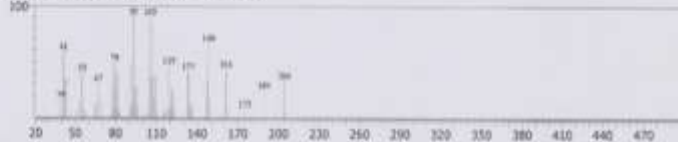
CompName: .beta.-Humulene SS 1,4,4-Trimethyl-6-methylene-1,5-cycloundecadiene # 55



Hit: 4 Entry: 100330 Library: WILEY7.LIB

SI: 89 Formula: C15 H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: (-)-DEHYDROAROMADENDICANE # 5



Hit: 5 Entry: 100350 Library: WILEY7.LIB

SI: 89 Formula: C15 H24 CAS: 0-00-0 MolWeight: 204 RetIndex: 0

CompName: BETA-HUMULEN # 5



<< Target >>

InvF:20 RTime:13.063(Score:2614) MassPeak:307
 RefMod:Averaged (13.040-13.070)(2613-2615) BasePeak:161.10(27948)
 BG Mode:Cal. from Peak Group 1 - Event 1



Hit 1 Entry:45467 Library:NESTOR.LIB

SI:52 Formula:C15H24 CAS:58633-28-4 MolWeight:204 RefIndex:1416

CompName:(-)-alpha-Pinosen $\S\S$ 2,2,4a,8-Tetramethyl-1,2,3a,3,4,4a,5,6-octahydrocyclobuta[2]indene # $\S\S$



Hit 2 Entry:100349 Library:WILEY.LIB

SI:52 Formula:C15H24 CAS:5813-21-4 MolWeight:204 RefIndex:0

CompName:(-)-ALPHA-PINACEN $\S\S$



Hit 3 Entry:45522 Library:NESTOR.LIB

SI:88 Formula:C15H24 CAS:6813-21-4 MolWeight:204 RefIndex:1507

CompName:Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,8,8a-octahydro-4a,8-dimethyl-2-(1-methylethylidene)-, (4aR-trans)- $\S\S$ Esculene-3,7(1



Hit 4 Entry:101133 Library:WILEY.LIB

SI:87 Formula:C15H24 CAS:5813-21-4 MolWeight:204 RefIndex:0

CompName:(+)-CALARENE OR (+)-BETA-GURJURENE $\S\S$ (+)-BETA-GURJURENE (CALARENE) $\S\S$



Hit 5 Entry:17162 Library:NESTOR.LIB

SI:87 Formula:C15H24 CAS:17234-35-3 MolWeight:204 RefIndex:1403

CompName:1H-Cyclopropa[*a*]naphthalene, 1a,2,3,5,6,7,7a,7b-octahydro-1,1,7,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,7.alpha.,7a.alpha

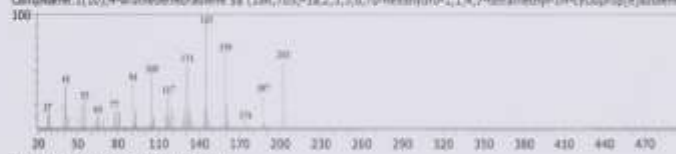


<< Target >>

Line# 21 RTime: 13.205(Score: 2642) MassPeak: 202
 BasePeak: Averaged 13.200-13.210(2642-2647) BasePeak: 145.10(11078)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



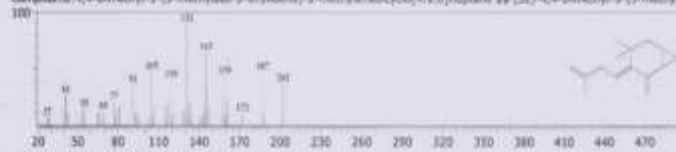
Hit# 1 Entry: 98242 Library: WILEY.LIB
 SI: 82 Formula: C13 H22 CAS: 112362-74-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 CompName: 1-(10,4-arsinedehedralesine 58 (1aR,7S)-1a,2,3,5,6,7b-hexahydro-1,1,4,7-tetramethyl-1H-cycloprop(c)azulene 1



Hit# 2 Entry: 44166 Library: NIST08.LIB
 SI: 82 Formula: C13 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 1396
 CompName: Aromadendrine, dehydro-



Hit# 3 Entry: 44166 Library: NIST08.LIB
 SI: 81 Formula: C13 H22 CAS: 79718-83-5 MolWeight: 202 RetIndex: 1362
 CompName: 4,4-Dimethyl-3-(3-methylbut-3-enylidene)-2-methylenebicyclo[4.1.0]heptane 55 (3E)-4,4-Dimethyl-3-(3-methyl-



Hit# 4 Entry: 97882 Library: WILEY.LIB
 SI: 80 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 CompName: 8,9-DEHYDRO-NEOSOLONGIFOLINE 58



Hit# 5 Entry: 97918 Library: WILEY.LIB
 SI: 80 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 CompName: NEOSOLONGIFOLINE, 8,9-DEHYDRO- 58



<< Target >>

Line# 22 KTime:13.231(Scan#:2648) MassPeak:238
 RowMode:Averaged (13.230-13.240/2647-2649) BasePeak:161.10(1773)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry:45513 Library:NIST08.LIB

SI:80 Formula:C15H24 CAS:17999-14-8 MolWeight:204 RetIndex:1344

CompName:.alpha.-Cubebene \$\$ 1H-Cyclopenta[1,3]cyclohexa[1,2]benzene, 3a,3b,4,5,6,7-hexahydro-3,7-dimethyl-4-(1-methyl-2-propenyl)-



HR# 2 Entry:45509 Library:NIST08.LIB

SI:79 Formula:C15H24 CAS:13744-15-5 MolWeight:204 RetIndex:1339

CompName:1H-Cyclopenta[1,3]cyclohexa[1,2]benzene, octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-, [3a]-(3a.alpha.)



HR# 3 Entry:100272 Library:WILEY7.LIB

SI:78 Formula:C15H24 CAS:23886-74-5 MolWeight:204 RetIndex:0

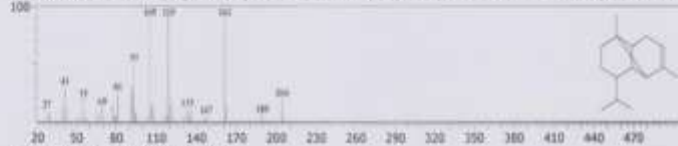
CompName:GERMACHENE-D \$\$



HR# 4 Entry:45521 Library:NIST08.LIB

SI:76 Formula:C15H24 CAS:3856-25-3 MolWeight:204 RetIndex:1121

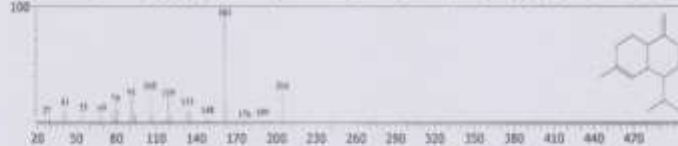
CompName:Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0.0,2,7]dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl)-, stereoisomer \$\$ Tricyclo[4.4.0.0,2,7]



HR# 5 Entry:45519 Library:NIST08.LIB

SI:75 Formula:C15H24 CAS:39029-41-8 MolWeight:204 RetIndex:1435

CompName:Mapthalene, 1,2,3,4,4a,5,8a-octahydro-7-methyl-4-methylene-1-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,4a.beta.,8a.alpha.)



HR# 6 Entry:45518 Library:NIST08.LIB

SI:74 Formula:C15H24 CAS:39029-41-8 MolWeight:204 RetIndex:1435

CompName:Mapthalene, 1,2,3,4,4a,5,8a-octahydro-7-methyl-4-methylene-1-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,4a.beta.,8a.alpha.)

<< Target >>

Line# 23 A.Time:13.270(Scan#:2655) PeakPeak:264
 RawFile:Averaged_13.265-13.275(2634-2696) BasePeak:133.10(4098)
 %I Made Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: A4163 Library: NIST08.LIB
 SI: 81 Formula: C15H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RefIndex: 1398
 CompName: Isolongolene, 4,5-dehydro-



Hit# 2 Entry: S7520 Library: WILEY7.LIB
 SI: 81 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RefIndex: 0
 CompName: ISOLONGOLENE, 4,5-DEHYDRO- ##



Hit# 3 Entry: S7680 Library: WILEY7.LIB
 SI: 81 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RefIndex: 0
 CompName: 4,5-DEHYDRO-ISOLONGOLENE ##



Hit# 4 Entry: A4160 Library: NIST08.LIB
 SI: 77 Formula: C15H22 CAS: 79718-83-5 MolWeight: 202 RefIndex: 1392
 CompName: 4,4-Dimethyl-3-(3-methylbut-3-enylidene)-2-methylenedicyclo[4.1.0]heptane ## (3E)-4,4-Dimethyl-3-(3-methyl-



Hit# 5 Entry: A4166 Library: NIST08.LIB
 SI: 77 Formula: C15H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RefIndex: 1396
 CompName: Anisodendrene, dehydro-



<< Target >>

Line# 24 R_Time: 13.571 (Scan# 2716) MassPeak: 323
 RawMode: Averaged 13.570-13.580 (2715-2717) BasePeak: 79.05 (3357)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



REF 1 Entry: 121016 Library: WILEY7.LIB

SI: 90 Formula: C13 H24 O CAS: 1139-30-4 MolWeight: 220 RefIndex: 0

Compound: (-)-Caryophyllene oxide §§ (-)-5-Oestradiol(8,2,0,0,4,6)§§(adamane, 12-nimethyl-9-methylene, [1R-(1R*,4R*,6R



REF 2 Entry: 09106 Library: WILEY7.LIB

SI: 81 Formula: C13 H18 O CAS: 704-25-4 MolWeight: 178 RefIndex: 0

Compound: L-PROLINE, 1-GLYCYL- §§ 1-METHYL-6-(3-METHYL-BUTA-1,3-DIENYL)-7-OXA-BICYCLO[4.1.0]HEPTANE §§



REF 3 Entry: 121055 Library: WILEY7.LIB

SI: 81 Formula: C13 H24 O CAS: 85710-29-0 MolWeight: 220 RefIndex: 0

Compound: AROMADENDRENOFIDE(-) §§ ALLAROMADENDRENOLID(-) §§ ALLAROMADENDRENOLID(-) §§ AROMADE



REF 4 Entry: 29945 Library: NIST08.LIB

SI: 83 Formula: C12H18O CAS: 0-00-0 MolWeight: 178 RefIndex: 1330

Compound: 1-Methyl-4-(3-methylbuta-1,3-dienyl)-7-oxabicyclo[4.1.0]heptane



REF 5 Entry: 55912 Library: NIST08.LIB

SI: 81 Formula: C13H24O CAS: 0-00-0 MolWeight: 220 RefIndex: 1462

Compound: AROMADENDRENOFIDE(-)



<< Target >>

LineP: 25 K: Time: 13.715 (Scan#: 2744) MassPeak: 281
 RawMode: Averaged (13.710-13.720) (2743-2745) BasePeak: 122.10(1560)
 RG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



REF: 1 Entry: 46756 Library: NIST08.LIB

SI: 62 Formula: C₁₄H₂₂O CAS: 104900-29-6 MolWeight: 206 RefIndex: 1341

Compound: but-3-enal, 2-methyl-4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexenyl)- 84 (Z)-2-Methyl-4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-



REF: 2 Entry: 46754 Library: NIST08.LIB

SI: 81 Formula: C₁₄H₂₂O CAS: 0-00-0 MolWeight: 206 RefIndex: 1331

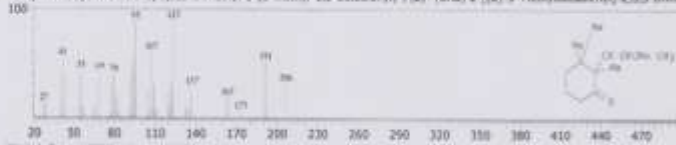
Compound: 1,3,3-Trimethyl-2-(3-methyl-but-1,3-dienyl)-cyclohexane



REF: 3 Entry: 103605 Library: WILEY7.LIB

SI: 81 Formula: C₁₄H₂₂O CAS: 69296-90-8 MolWeight: 206 RefIndex: 0

Compound: Cyclohexanone, 2,3,3-trimethyl-2-(3-methyl-1,3-butadienyl)-, (Z)- (CAS) 2-(1,2)-2-Methylbutadienyl]-2,3,3-trimethyl-



REF: 4 Entry: 46736 Library: NIST08.LIB

SI: 80 Formula: C₁₄H₂₂O CAS: 3155-71-3 MolWeight: 206 RefIndex: 1384

Compound: 2-Butenal, 2-methyl-4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)- 84 (E)-2-Methyl-4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-



REF: 5 Entry: 124146 Library: WILEY7.LIB

SI: 78 Formula: C₁₅H₂₆O CAS: 83090-84-4 MolWeight: 222 RefIndex: 0

Compound: 9-Chloro-8-oxotetracyclo[7.3.1.0(2,7).0(8,11)]nonan-12-ene of 88 2,8,4-[1,2,3]Propanetriyl-2H-1-benzopyran-



<< target >>

Scan: 25 A-Time: 13.785 (Scan: 2758) MassPeaks: 292
 RawMode: Averaged 13.780-13.790 (2757-2759) RawPeak: (121.10)(1243)
 RG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry: 59558 Library: NIST08.LIB
 SI: 80 Formula: C15H24O CAS: 39850-84-7 MolWeight: 220 RetIndex: 1581
 CompName: Longifolenaldehyde



HR# 2 Entry: 143269 Library: WILEY7.LIB
 SI: 77 Formula: C15 H26 O2 CAS: 0-00-0 MolWeight: 238 RetIndex: 0
 CompName: SS - 11 88



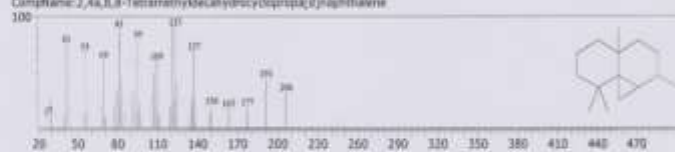
HR# 3 Entry: 217619 Library: WILEY7.LIB
 SI: 76 Formula: C20H34O2 CAS: 7220-79-2 MolWeight: 306 RetIndex: 0
 CompName: DUATRENDIOL 88



HR# 4 Entry: 24618 Library: NIST08.LIB
 SI: 76 Formula: C20H34O2 CAS: 7220-79-2 MolWeight: 306 RetIndex: 3400
 CompName: 4,8,13-Cyclotridodecatriene-1,3-diol, 1,3,9-trimethyl-12-(1-methylethyl)- 88 FW 306 88 4,8,13-Oxatrate-1,3-Di



HR# 5 Entry: 46831 Library: NIST08.LIB
 SI: 75 Formula: C15H26 CAS: 74022-04-1 MolWeight: 206 RetIndex: 1405
 CompName: 2,4a,8,8-Tetraethyldecalylidene[5c]pentalene



<< Target >>

Line# 27, RTime:13.875(Scan#:2776) MassPeak:289
 RawMode:Averaged 13.870-13.880(2775-2777) BasePeak:107,110,770(2)
 RG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HR# 1 Entry:18865 Library:NIST08.LIB
 SI:R1 Formula:C15H24O CAS:1129-30-6 MolWeight:220 RefIndex:1507
 CompName:Caryophyllene oxide # 5-Oxatricyclo[8.2.0.0(A,G)-]undecane, 4,12,12-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R*,6R*,6R*)



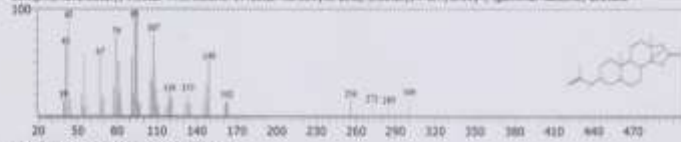
HR# 2 Entry:57434 Library:NIST08.LIB
 SI:R0 Formula:C15H26O CAS:0-00-0 MolWeight:222 RefIndex:1530
 CompName:spigolbutol



HR# 3 Entry:124084 Library:WILEY.LIB
 SI:R0 Formula:C15 H26 O CAS:352-02-3 MolWeight:222 RefIndex:0
 CompName:EPIGLOBULOL # 8



HR# 4 Entry:150515 Library:NIST08.LIB
 SI:R0 Formula:C20H32O4 CAS:10124-02-4 MolWeight:360 RefIndex:2477
 CompName:5,14,14-trihydroxy-17,17-dimethyl-1,3-dioxolane-2,6-dione, 1,3-dimethyl-, 1,3-dihydroxy-, gamma-lactone, acetate



HR# 5 Entry:186800 Library:NIST08.LIB
 SI:R0 Formula:C17H26O CAS:105794-58-9 MolWeight:254 RefIndex:3942
 CompName:1-Heptatriacetal # 8



<< Target >>

Line# 26 RTime: 14.045(Score: 2810) NewPeak: 261
 RawMode: Averaged 14.040-14.050(2009-2811) BasePeak: 79.05(8797)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit #1 Entry: 18865 Library: NIST06.LIB

SI: 91 Formula: C15H26O CAS: 1139-30-6 MolWeight: 226 RefIndex: 1507

CompName: Caryophyllene oxide S5 5-Oxatricyclo[8.2.0.0(4,8)]undecane, 4,12,12-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R*,4R*,8R*)]



Hit #2 Entry: 57482 Library: NIST06.LIB

SI: 84 Formula: C15H26O CAS: 1139-17-9 MolWeight: 226 RefIndex: 1615

CompName: 1,4-Methanocyclohex-9-ene-9-methanol, decalylidene-4,8,8-trimethyl-, (1S-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha.,8a.beta.,9R*))]- S5 (



Hit #3 Entry: 55966 Library: NIST06.LIB

SI: 84 Formula: C15H26O CAS: 29520-36-6 MolWeight: 226 RefIndex: 1614

CompName: Spiro[4.5]dec-6-en-9-one, 1,7-dimethyl-4-(1-methyl-1-ethyl-1-propenyl)-8,8-dimethylspiro[4.5]dec-6-en-7-one



Hit #4 Entry: 46713 Library: NIST06.LIB

SI: 83 Formula: C14H22O CAS: 6-00-0 MolWeight: 206 RefIndex: 1431

CompName: 1-Oxabipro[2.2]octane, 5,5-dimethyl-4-(3-methyl-1,3-butadienyl)-



Hit #5 Entry: 102223 Library: WILEY.LIB

SI: 83 Formula: C14H22O CAS: 6-00-0 MolWeight: 206 RefIndex: 0

CompName:

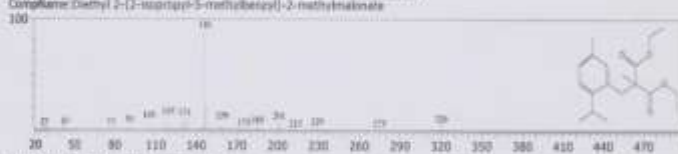


<< Target >>

Line# 29 RTime: 14.085 (Scan# 2818) MassPeak: 261
 RawData: Averaged [4.060-14.090] (817-2819) BasePeak: 146.10 (5967)
 RG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 126094 Library: NIST08.LIB
 SI: 75 Formula: C19H28O4 CAS: 22291-53-8 MolWeight: 320 RetIndex: 2200
 CompName: Diethyl 2-(2-isopropyl-5-methylbenzyl)-2-methylmalate



Hit# 2 Entry: 8061 Library: NIST08.LIB
 SI: 74 Formula: C13H14 CAS: 709-25-5 MolWeight: 146 RetIndex: 1223
 CompName: Benzene, 2-ethyl-1,3,5-trimethyl- §§ Styrene, 2,4,6-trimethyl- §§ Mesitylene §§ Vinylmethylene §§ 2-Vinyl



Hit# 3 Entry: 44195 Library: NIST08.LIB
 SI: 72 Formula: C13H12 CAS: 16982-00-6 MolWeight: 202 RetIndex: 1356
 CompName: Benzene, 1-methyl-4-(1,2,2-trimethylcyclopentyl)-, (R)- §§ Toluene, p-[1,2,2-trimethylcyclopentyl]-, (R)-(+)- §§ 2-



Hit# 4 Entry: 44163 Library: NIST08.LIB
 SI: 72 Formula: C15H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 1399
 CompName: Isolongifolene, 4,5-dehydro-



Hit# 5 Entry: 57520 Library: WILEY.LIB
 SI: 72 Formula: C15 H22 CAS: 0-00-0 MolWeight: 202 RetIndex: 0
 CompName: ISOLONGIFOLEN, 4,5-DEHYDRO- §§



<< Target >>

Line# 21 RTime: 15.225 (Scan# 2066) MassPeak: 324
ScanMode: Averaged 15.220-15.230 (1055-2067) BasePeak: 138.10 (175200)
RG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1: Entry: 124016 Library: WILLY2.LIB

SI: 02 Formula: C15 H26 O CAS: 5966-51-0 MolWeight: 222 RefIndex: 5

Compound: Pivchouk alkaloid 88 1,6-Methanonaphthalen-2(1H)-ol, octahydro-4,8a,9,9a-tetrahydro-, [1R-(1.alpha.,4.beta.,8a.



Hit# 2: Entry: 57480 Library: NIST08.LIB

SI: 78 Formula: C15H26O CAS: 1803-39-0 MolWeight: 222 RefIndex: 1615

Compound: (2H)-Naphthalenone, octahydro-4a,8a-dimethyl-7-(1-methylethyl)-, [4aR-(4a.alpha.,7.beta.,8a.alpha.)]-88 1[2P-



Hit# 3: Entry: 19084 Library: NIST08.LIB

SI: 77 Formula: C15H26O CAS: 25826-85-1 MolWeight: 222 RefIndex: 1551

Compound: 5.beta.,7.beta.-H.13.alpha.-Eudesm-11-en-1.alpha.-yl 88 9-Isopropenyl-4,8a-dimethyldecahydro-1-naphthalenol 8



Hit# 4: Entry: 17500 Library: NIST08.LIB

SI: 77 Formula: C15H26O CAS: 61050-89-3 MolWeight: 222 RefIndex: 1830

Compound: Spiro[4.5]dec-9-en-7-yl, 6,8-dimethyl-1-(1-methylethyl)- 88 1-Isopropenyl-4,8-dimethylspiro[4.5]dec-9-en-7-yl 4 8



Hit# 5: Entry: 57517 Library: NIST08.LIB

SI: 78 Formula: C15H26O CAS: 88644-30-8 MolWeight: 222 RefIndex: 1555

Compound: 8aH-2,4a-methanonaphthalen-6a-ol, octahydro-1,1,5,5-tetramethyl-

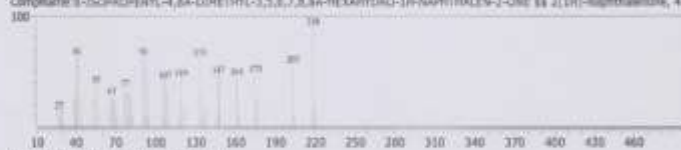


<< Target >>

Scan 17 X:Time:15.805 Scan# 1162 MassPeak:219
 BasePeak:Average# 15.850:15.810(151-161) BasePeak:218.10(2751)
 RG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



HEF-1 Entry:117846 Library:WILEY7.LIB
 SMILES: Formula: C₁₅H₁₂O CAS: 96941-63-1 MolWeight: 218 RefIndex: 0
 Compound: 8-ISOPROPENYL-4,8A-DIMETHYL-3,5,6,7,8,8A-HEXAHYDRO-1H-NAPHTHALEN-2-ONE §§ 2(1H)-Naphthalenone, 4a



HEF-2 Entry:54648 Library:NIST08.LIB
 SMILES: Formula: C₁₅H₂₂O CAS: 0-00-0 MolWeight: 218 RefIndex: 1673
 Compound: 2(1H)-Naphthalenone, 3,5,6,7,8,8a-Hexahydro-4,8a-dimethyl-6-(1-methylethenyl)-



HEF-3 Entry:118227 Library:WILEY7.LIB
 SMILES: Formula: C₁₅H₁₂O CAS: 4831-17-0 MolWeight: 218 RefIndex: 0
 Compound: Anilone §§ 2H-Cyclopropa(a)naphthalen-2-one, 1,1a,4,5,6,7,7a,7b-octahydro-1,1,7a-tetramethyl-, (1a,4a)



HEF-4 Entry:54632 Library:NIST08.LIB
 SMILES: Formula: C₁₅H₂₀O CAS: 77822-57-2 MolWeight: 218 RefIndex: 1599
 Compound: 2,3,3-Trimethyl-2-(3-methylbuta-1,3-dienyl)-6-methylenecyclohexanone §§ 2,3,3-Trimethyl-2-((1E)-3-methyl-1,3



HEF-5 Entry:54642 Library:NIST08.LIB
 SMILES: Formula: C₁₅H₂₀O CAS: 102881-49-2 MolWeight: 218 RefIndex: 1438
 Compound: 2H-Cyclopropa(g)benzofuran, 4,5,5a,6,6a,6b-hexahydro-4,6,6b-trimethyl-2-(1-methylethenyl)- §§ 2-Isopropenyl-



<< Target >>

Line# 31 R_Time: 16.030(Scan#: 1207) MassPeak: 294

RawData: Averaged 16.025-16.035(1206-1208) BasePeak: 83.03(3621)

BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit #1 Entry: 157714 Library: NIST08.LIB

SI: 74 Formula: C23H34O4 CAS: 24634-28-4 MolWeight: 374 RetIndex: 2515

Compound: Acetic acid, 5-isopropyl-6a,10a-dimethyl-4,6-dioxoheptahydroindolizino[1,2-b]pyridin-3-yl ester SS 5-Isop



Hit #2 Entry: 270298 Library: WILEY7.LIB

SI: 74 Formula: C23 H34 O4 CAS: 0-00-0 MolWeight: 374 RetIndex: 0

Compound: ACETIC ACID 5-ISOPROPYL-6A,10A-DIMETHYL-4,6-DIOXO-HEXADECAYHORO-DICYCLOPENTA[A,F] SS



Hit #3 Entry: 43837 Library: WILEY7.LIB

SI: 72 Formula: C10 H18 O CAS: 54244-81-4 MolWeight: 154 RetIndex: 0

Compound: Cyclohexanol, 2-methyl-3-(1-methylphenyl)-, (1.alpha.,2.alpha.,3.alpha.)- (CAS) CIS,CIS-ISOPROPENYL-2-METH



Hit #4 Entry: 274357 Library: WILEY7.LIB

SI: 72 Formula: C19 H26 O6 CAS: 0-00-0 MolWeight: 382 RetIndex: 0

Compound: 7-HYDROXYOACETOXYSCOPENOL SS



Hit #5 Entry: 132250 Library: WILEY7.LIB

SI: 71 Formula: C13 H26 O CAS: 0-00-0 MolWeight: 222 RetIndex: 0

Compound: spathulenol SS



<< Target >>

Line# 34 RTime:16.815[Scan#:1364] MassPeak:251
 RawMode:Averaged 16.810-16.820[1363-1365] BasePeak:149.30(2952)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry:54592 Library:NIST08.LIB

SI:78 Formula:C15H22O CAS:13832-89-8 MolWeight:218 RefIndex:1864

Compound:3,7,11-Trimethyl-dodeca-2,4,6,10-tetraenal \$\$(E,E,E,E)-3,7,11-Trimethyl-2,4,6,10-dodecatetraenal # 99



Hit# 2 Entry:54592 Library:NIST08.LIB

SI:75 Formula:C15H22O CAS:39057-83-7 MolWeight:218 RefIndex:1997

Compound:Sesquiosafuran \$\$(E)-3,7-Dimethyl-2,6-octadienyl-3-methylurea # 99



Hit# 3 Entry:117827 Library:WILEY7.LIB

SI:74 Formula:C18H32O CAS:0-00-0 MolWeight:238 RefIndex:0

Compound:8-Isopropenyl-1,3,3,7-tetramethyl-bicyclo[5.1.0]oct-5-en-2-one # 99



Hit# 4 Entry:54610 Library:NIST08.LIB

SI:74 Formula:C15H22O CAS:0-00-0 MolWeight:218 RefIndex:1334

Compound:8-Isopropenyl-1,3,3,7-tetramethyl-bicyclo[5.1.0]oct-5-en-2-one



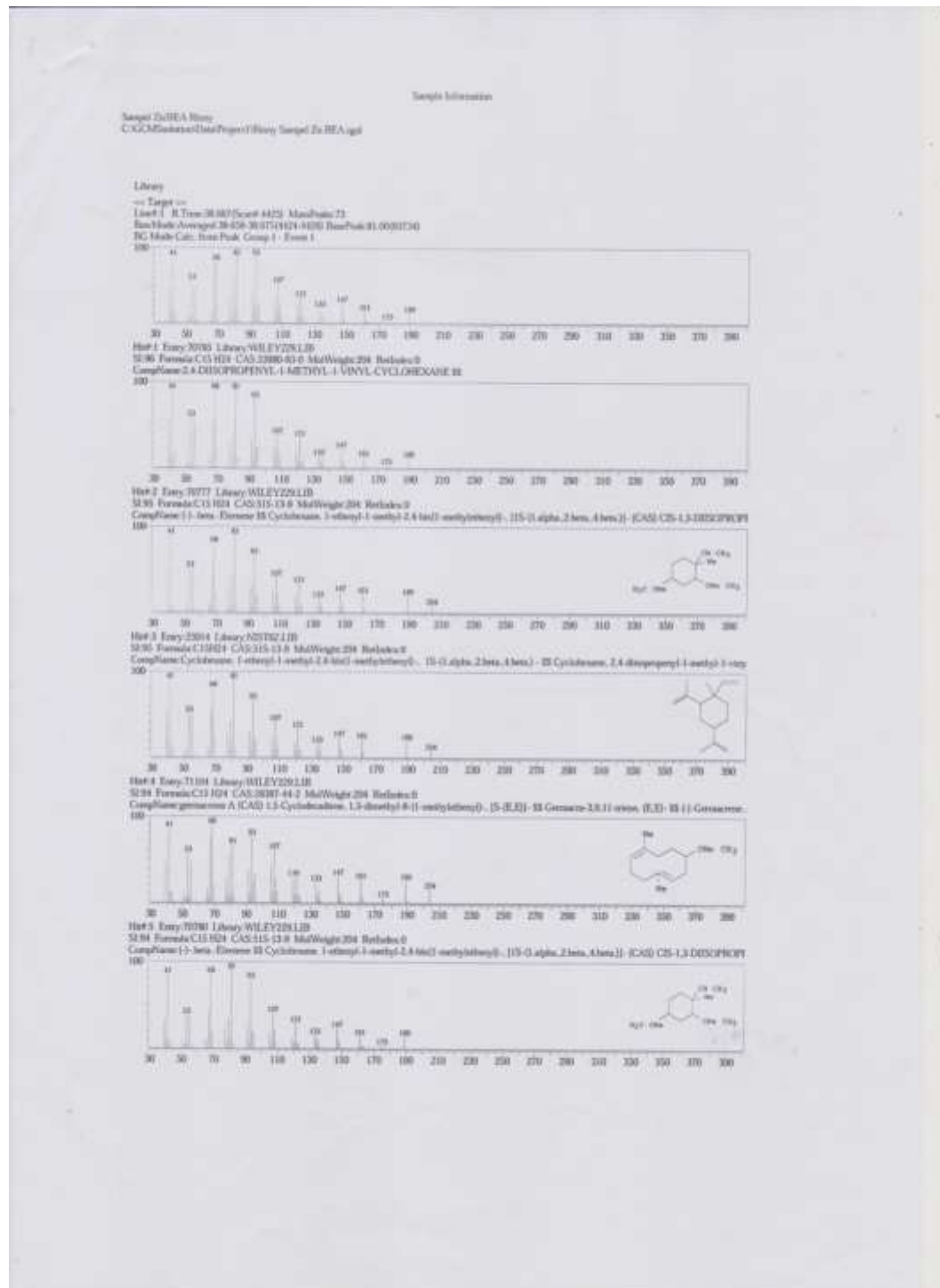
Hit# 5 Entry:117825 Library:WILEY7.LIB

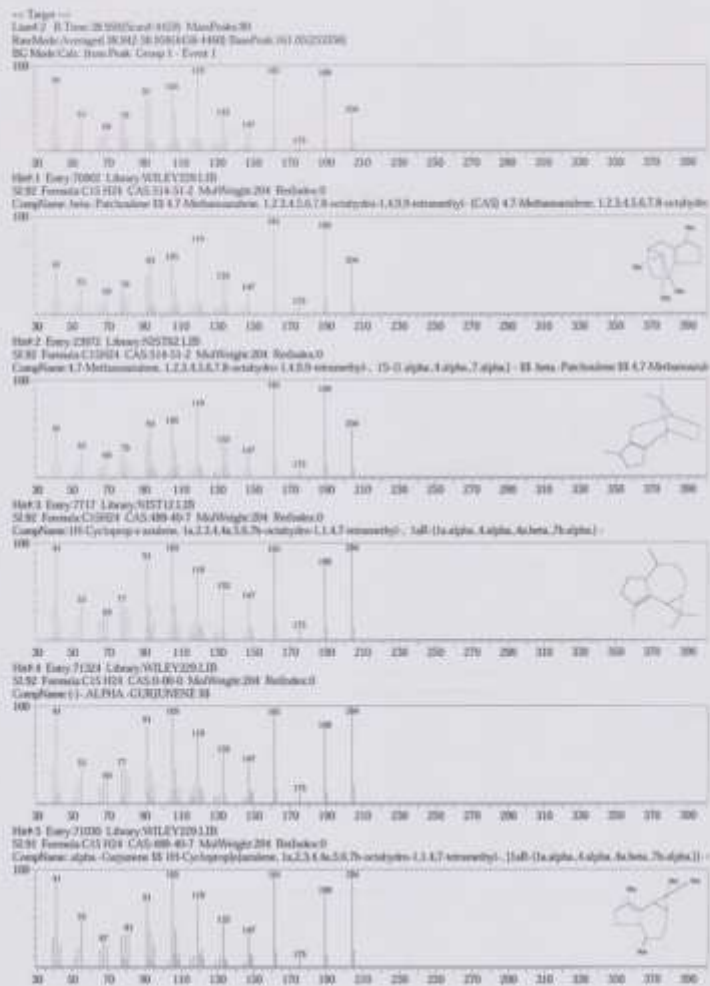
SI:74 Formula:C15H22O CAS:0-00-0 MolWeight:218 RefIndex:0

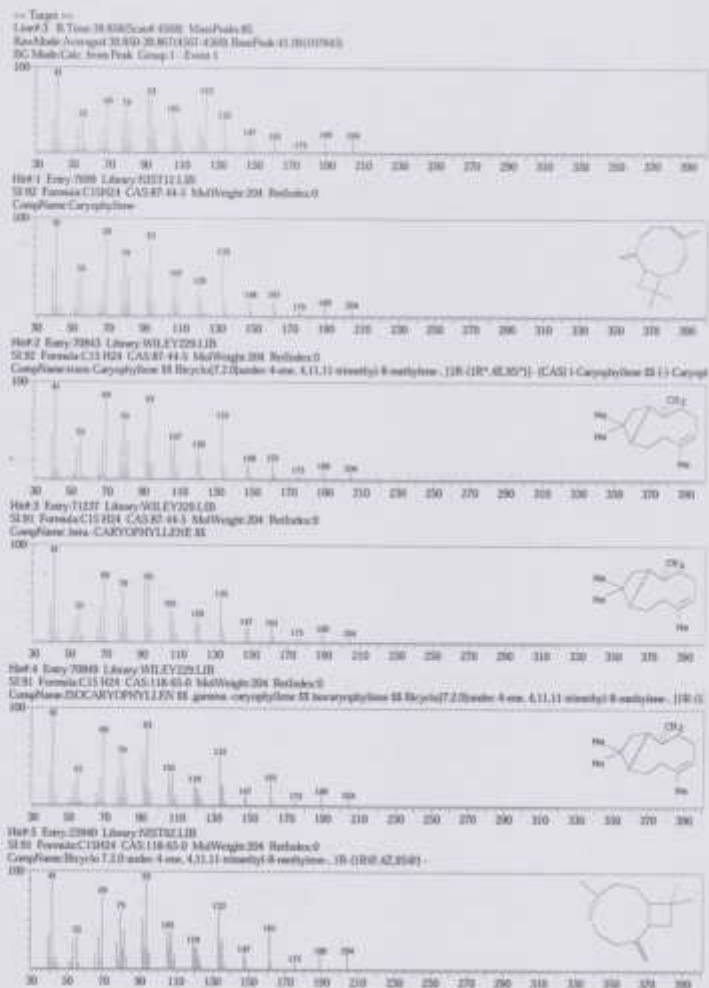
Compound:LOWGERBENON (VULGARON B) # 99

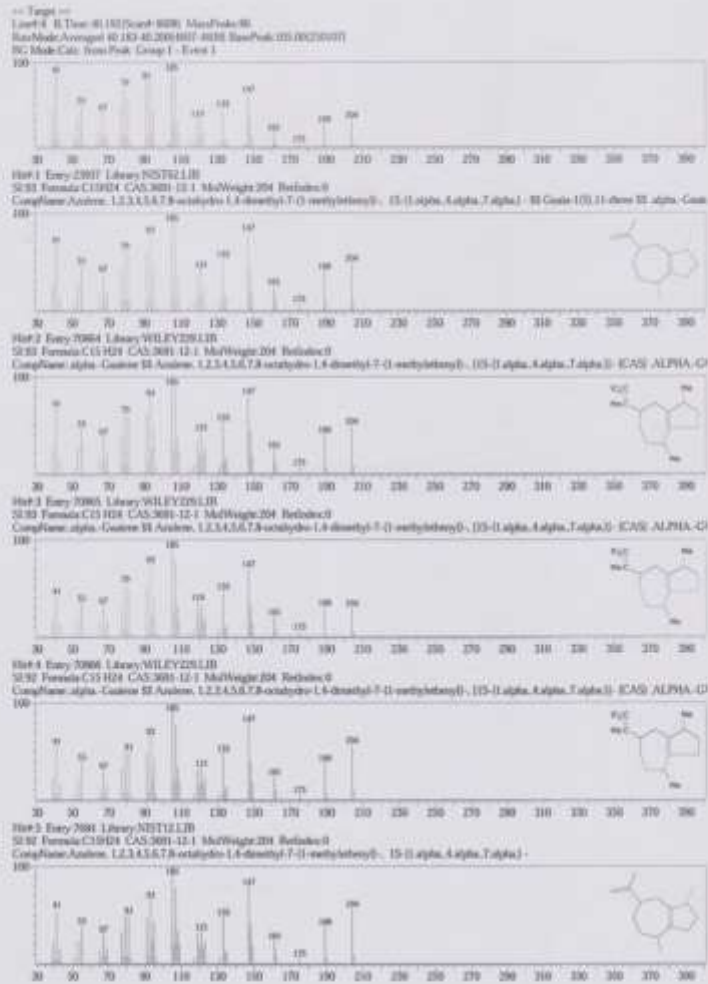


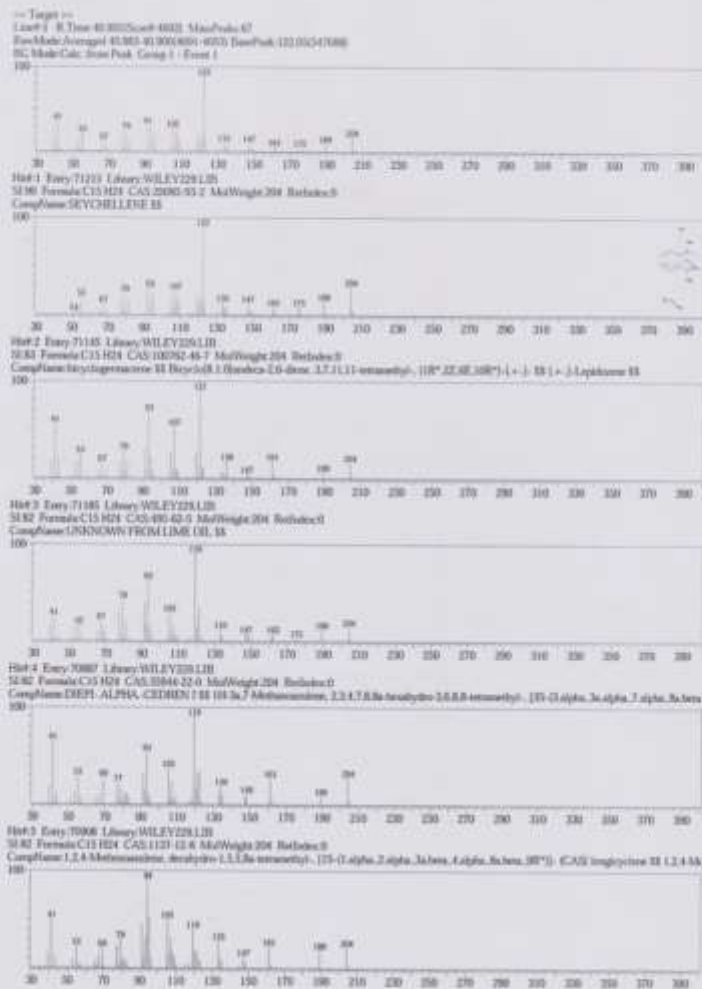
6.3 GCMS Produk hasil asetilasi











-- Target --

Library: NIST02.LIB; MassPeak: 104
 RawData: Average 41,700-41,800 (400-400) ScanPeak: 104 (400)
 IC: Modr: Calc: ScanPeak: Group: 1 - Exact: 1



#164.1 Entry 7082 Library: NIST02.LIB

51.96 Formula: C12H14 CAS: 488-90-1 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: 2a,7-Methano-3aH-cyclopentacyclopent-1,4,5,6,7,8,9a-octahydro-1,1,7-trimethyl-, [3aH]-(2a.alpha.,7.alpha.,9a.beta.)- (CAS: C

104)



#164.2 Entry 7700 Library: NIST02.LIB

51.96 Formula: C12H14 CAS: 488-90-1 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: 2a,7-Methano-3aH-cyclopentacyclopent-1,4,5,6,7,8,9a-octahydro-1,1,7-trimethyl-, 3aH-(2a.alpha.,7.alpha.,9a.beta.)-

104)



#164.3 Entry 7843 Library: NIST02.LIB

51.95 Formula: C15H20 CAS: 17204-51-3 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: 1H-Cyclopenta naphthalene, 1a,2,3,5,6,7a,7b-octahydro-1,1,7-trimethyl-, [3aH]-(2a.alpha.,7.alpha.,9a.alpha.,9a.beta.)-

104)



#164.4 Entry 7104 Library: NIST02.LIB

51.85 Formula: C15H20 CAS: 17204-51-3 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: Colanone 1H-Cyclopenta naphthalene, 1a,2,3,5,6,7a,7b-octahydro-1,1,7-trimethyl-, [3aH]-(2a.alpha.,7.alpha.,9a.alpha.,9a.beta.)-

104)

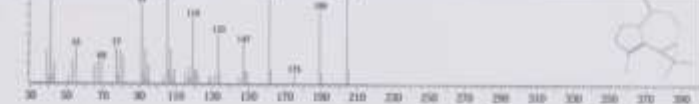


#164.5 Entry 7114 Library: NIST02.LIB

51.84 Formula: C15H20 CAS: 680-63-7 MolWeight: 204 RetIndex: 0

Compound: 1H-Cyclopenta naphthalene, 1a,2,3,4,6,6a,7a-octahydro-5,5,7-trimethyl-, [3aH]-(2a.alpha.,4.alpha.,6.alpha.,7a.alpha.)-

104)



-- Target --

Line# 6: B:Line-01252out-0102_MsdPeak07
RawData: Averaged_43.717-43.723001_0020_BsdPeak_01020020
DG_MaskCalc: DsdPeak_Group1_Event1



Hit#1: Emory 84027 Library: WILEY229.LIB

SI: 91 Formula: C15 H28 O CAS: 1120-30-6 MolWeight: 220 RetIndex: 0

Compound: 1-(Cyclopropyl)oxolan-4-ol, decalylidene-1,1,1,3-tetraethyl-, [(1R,1R',3R',3R'')]- (CAS) (1)-beta-C



Hit#2: Emory 80004 Library: WILEY229.LIB

SI: 85 Formula: C15 H28 O CAS: 577-27-3 MolWeight: 220 RetIndex: 0

Compound: 1H-Cyclopropyl)oxolan-4-ol, decalylidene-1,1,1,3-tetraethyl-, [(1R,1S,4S,6S,7S,8S,9S,10S)-] (CAS) Lactol 10 a 1



Hit#3: Emory 80006 Library: WILEY229.LIB

SI: 84 Formula: C15 H28 O CAS: 577-27-3 MolWeight: 220 RetIndex: 0

Compound: 1H-Cyclopropyl)oxolan-4-ol, decalylidene-1,1,1,3-tetraethyl-, [(1R,1S,4S,6S,7S,8S,9S,10S)-] (CAS) Lactol 10 a 1



Hit#4: Emory 84886 Library: WILEY229.LIB

SI: 84 Formula: C15 H24 O CAS: 1120-30-6 MolWeight: 220 RetIndex: 0

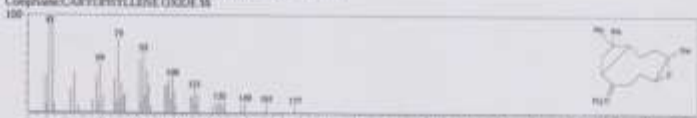
Compound: CARVOPHYLLONE OXIDE 18

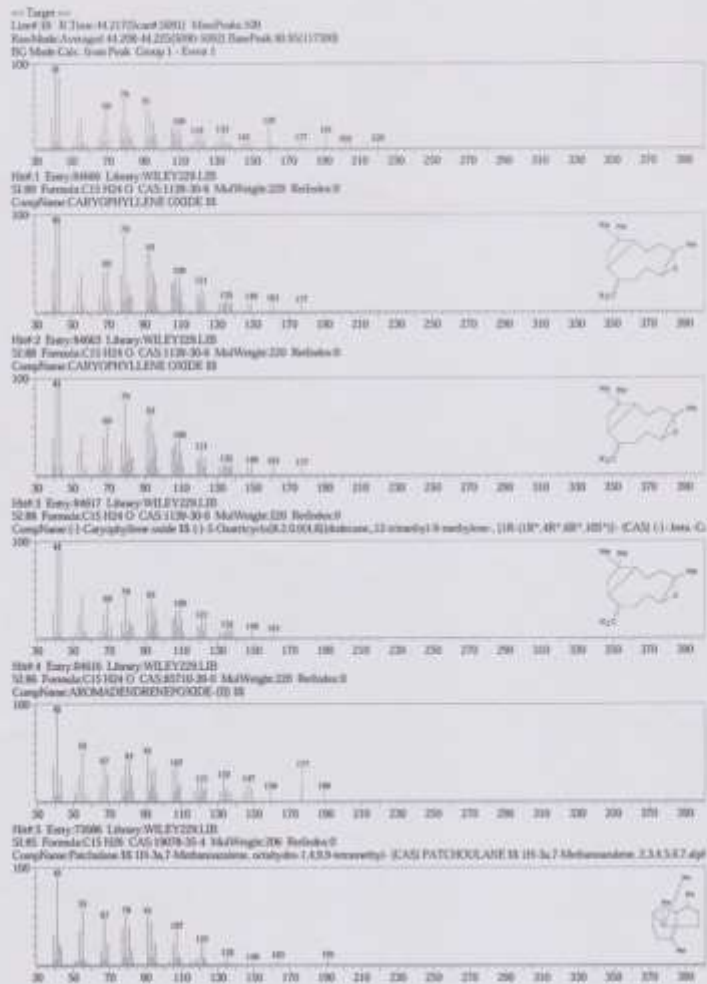


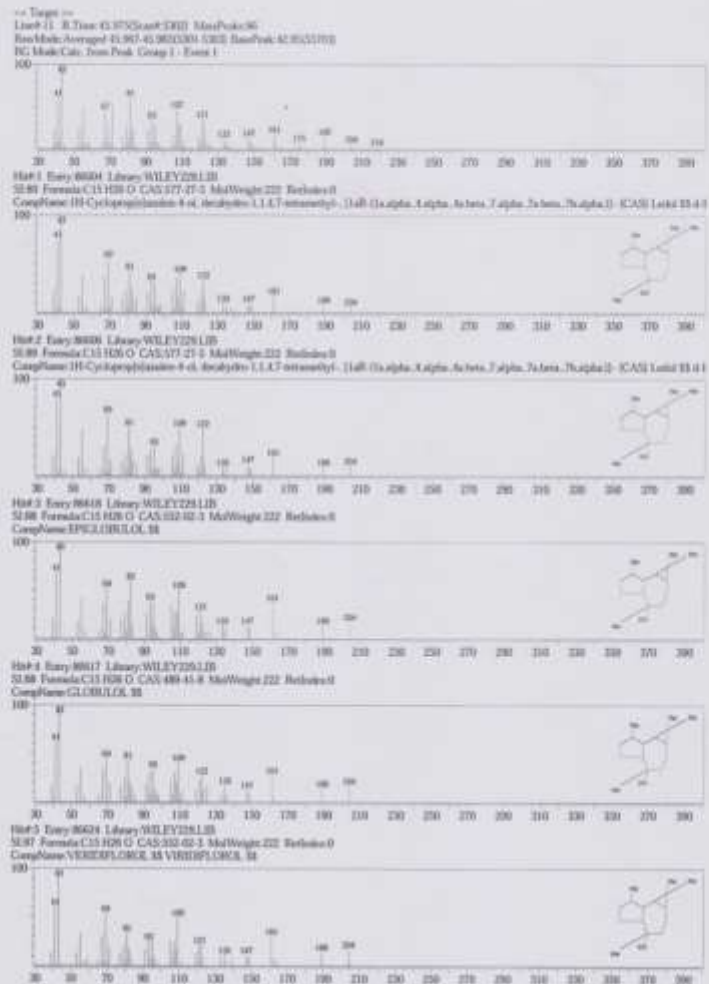
Hit#5: Emory 84403 Library: WILEY229.LIB

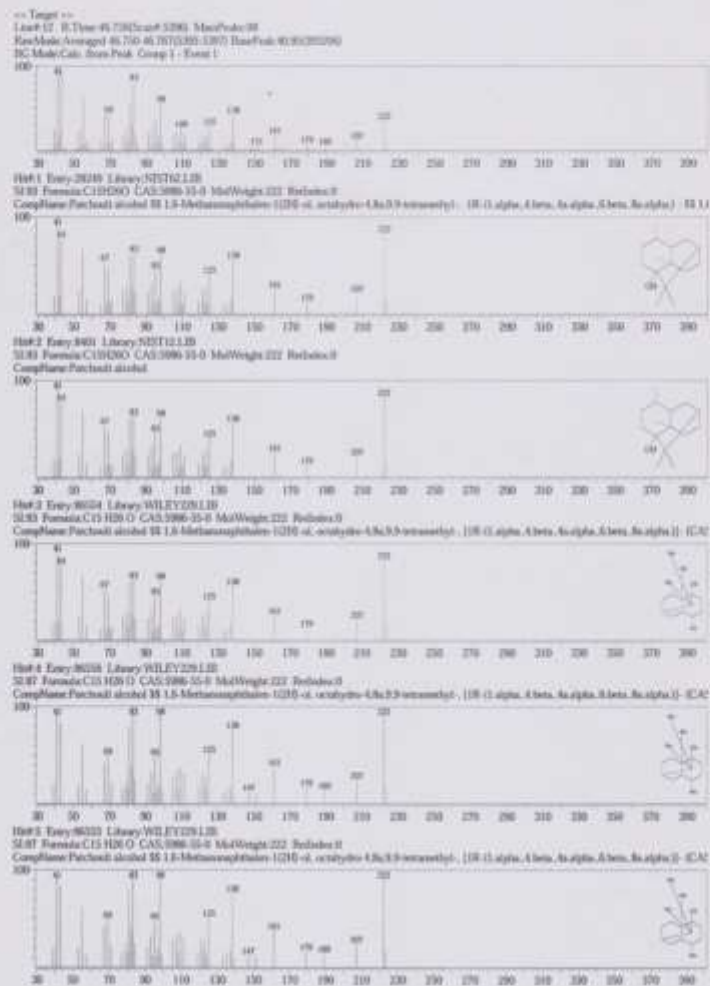
SI: 83 Formula: C15 H24 O CAS: 1120-30-6 MolWeight: 220 RetIndex: 0

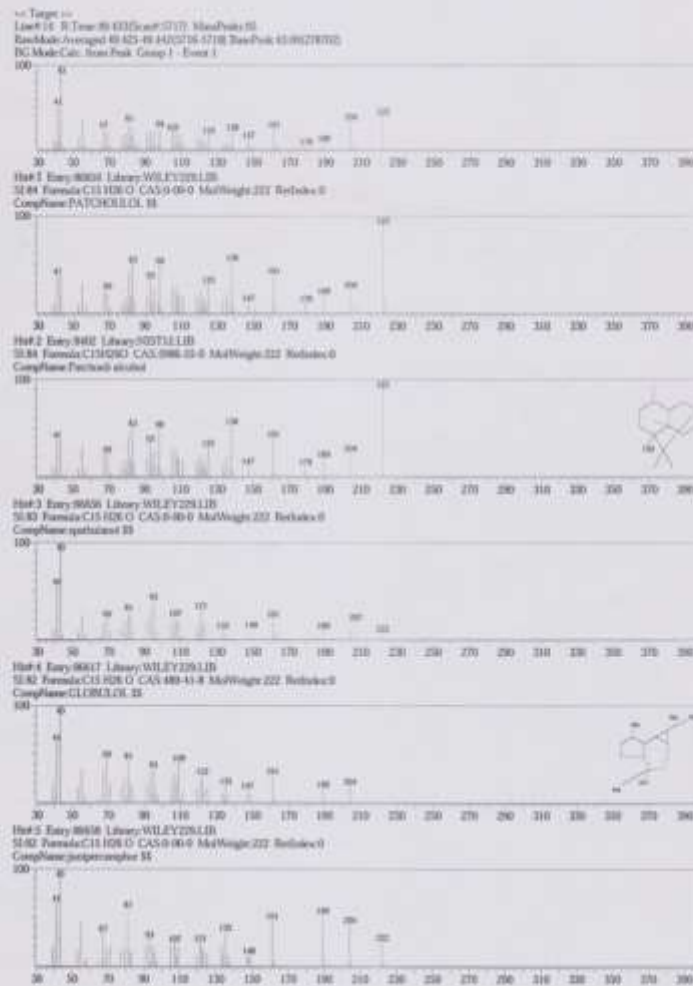
Compound: CARVOPHYLLONE OXIDE 18

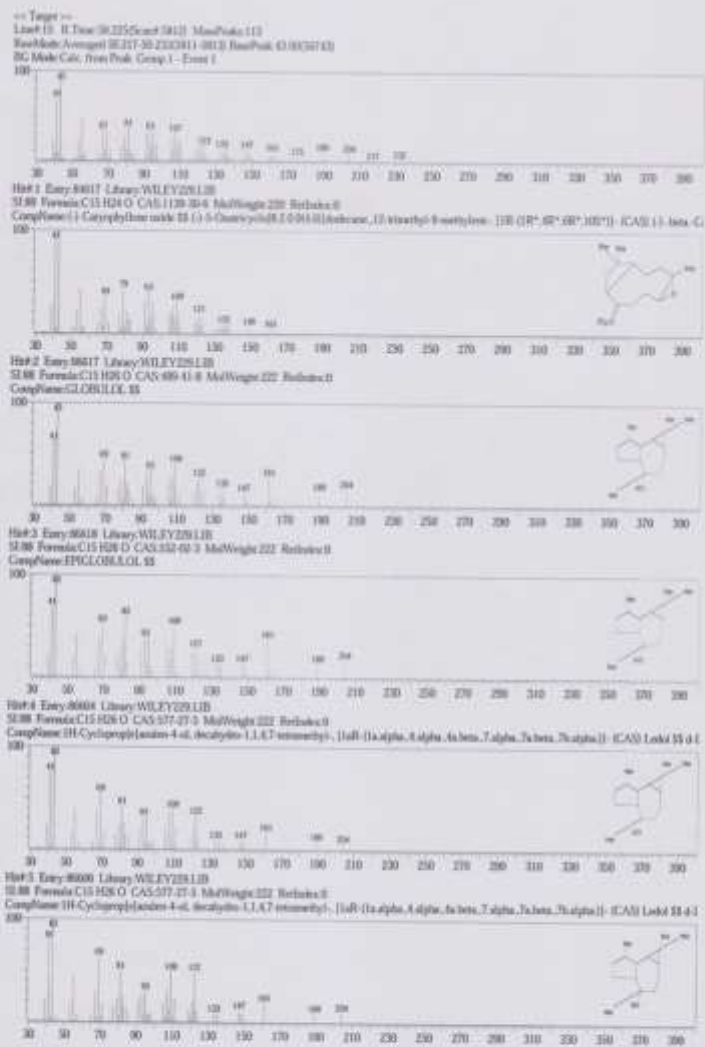


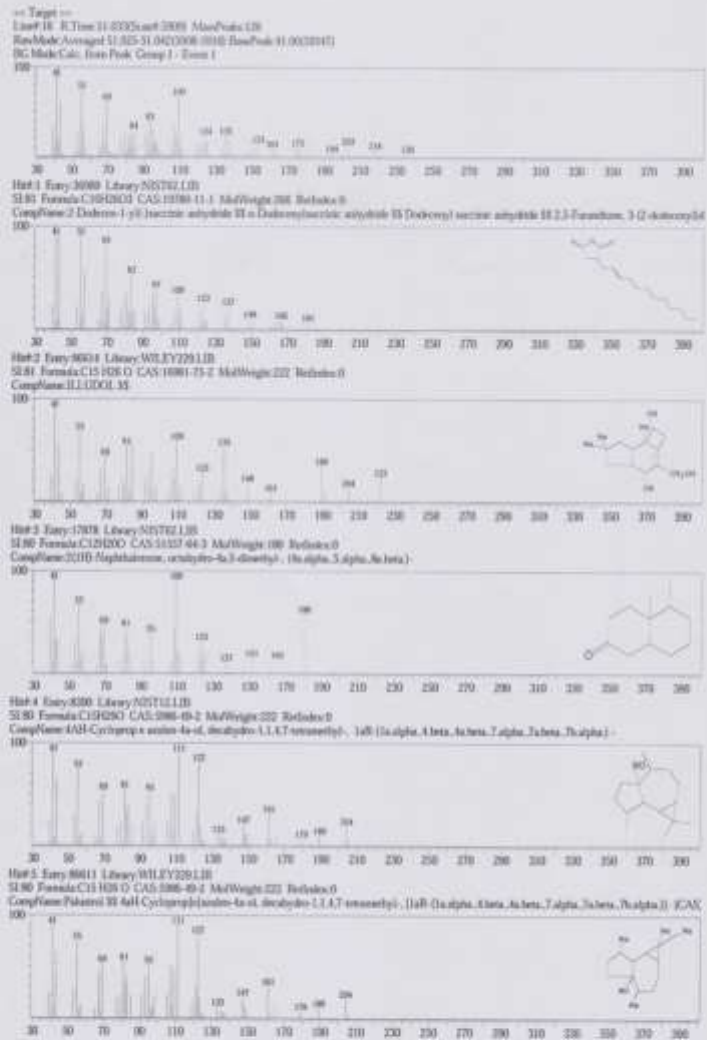






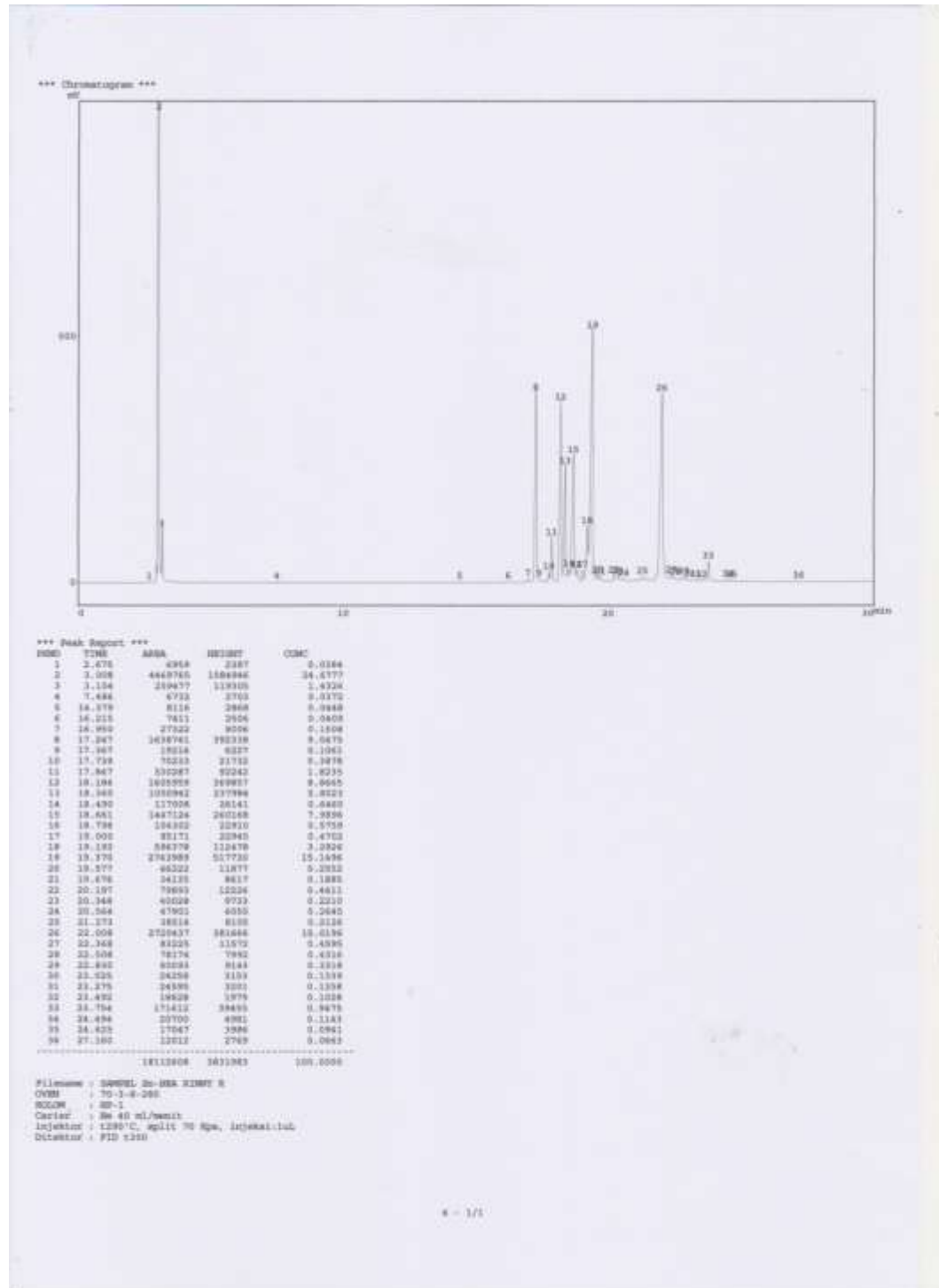




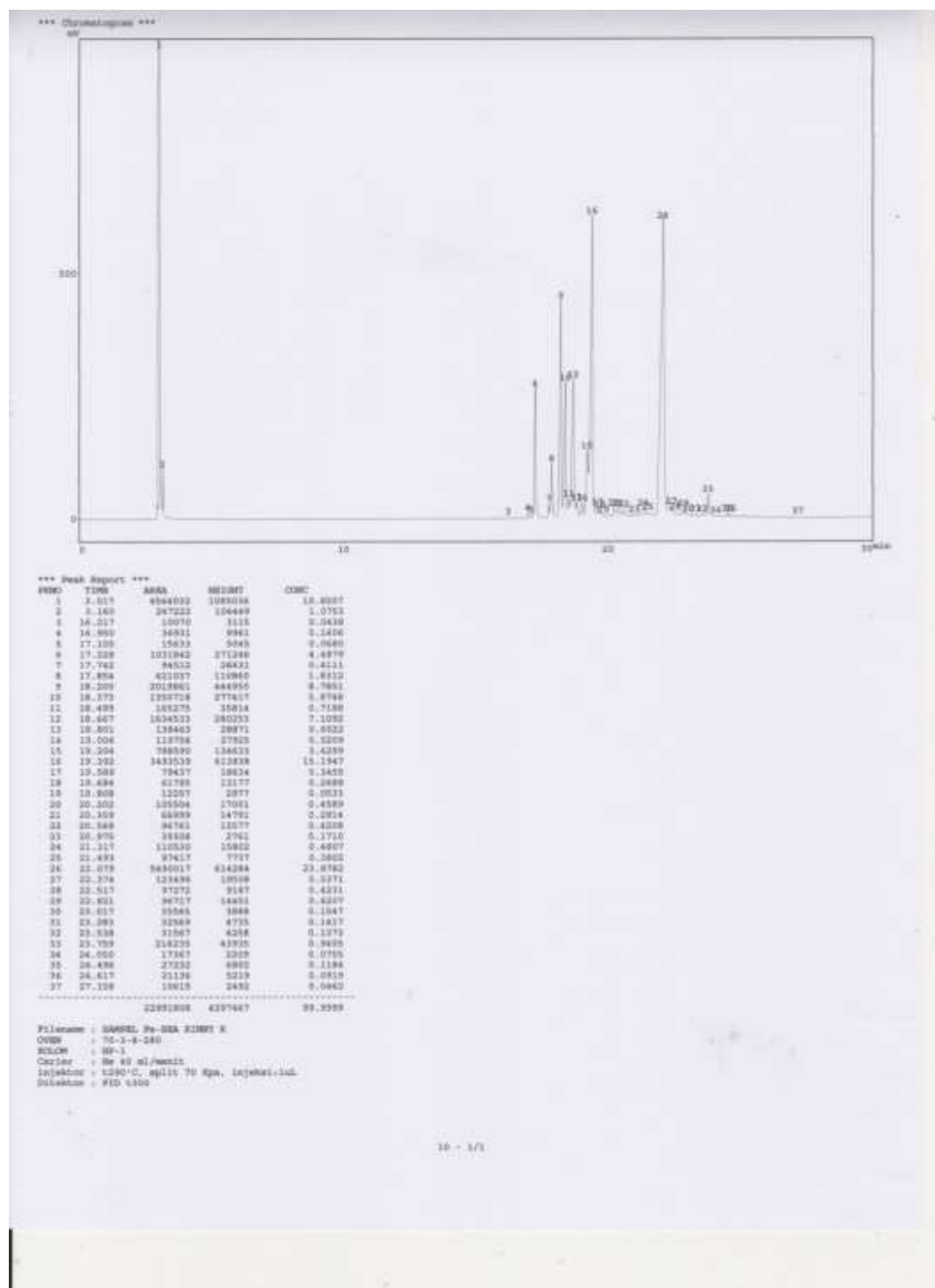


Lampiran 7: GC minyak hasil reaksi asetilasi

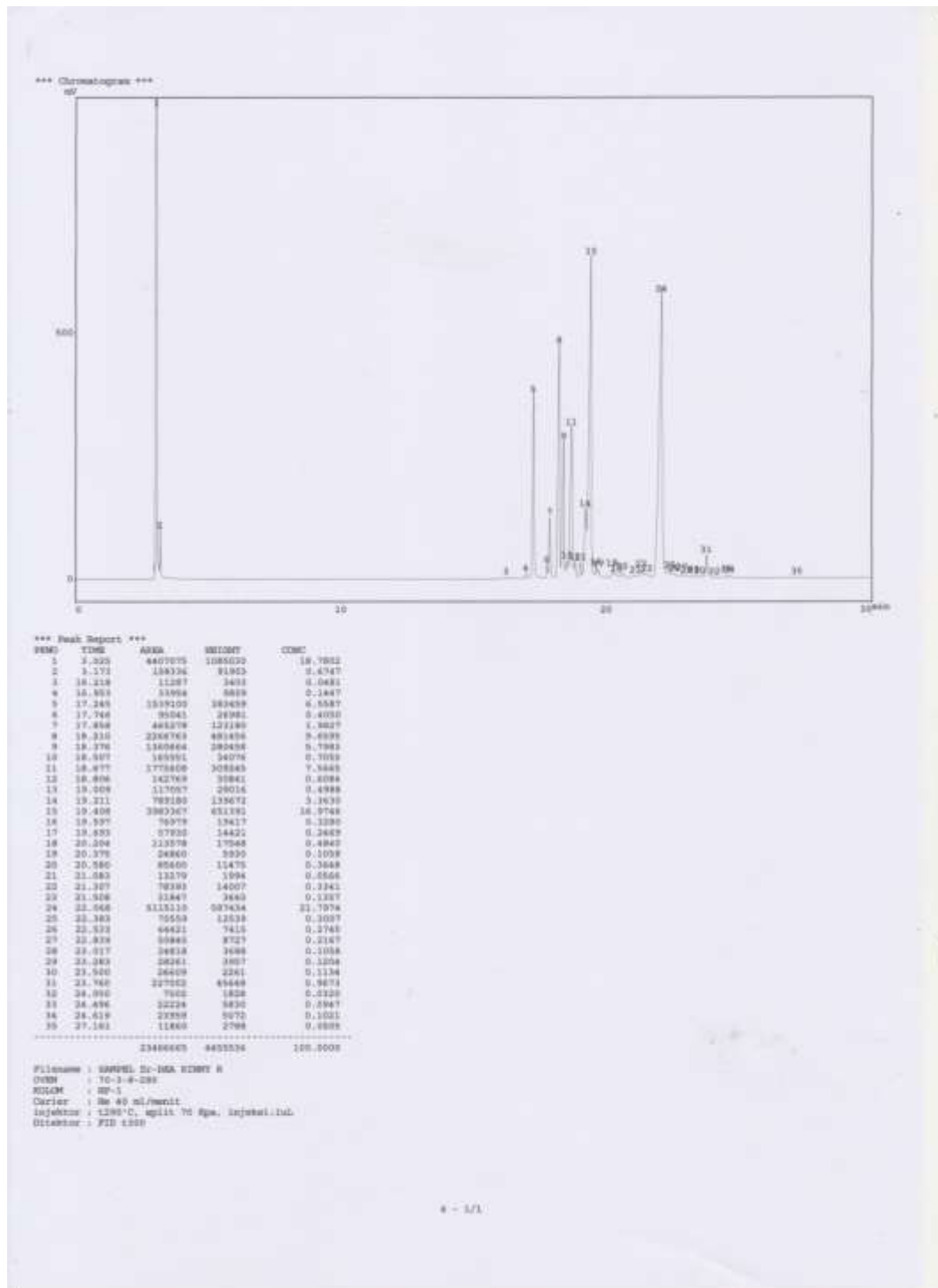
7.1 GC hasil asetilasi selektivitas katalis Zn^{2+} -zeolit beta



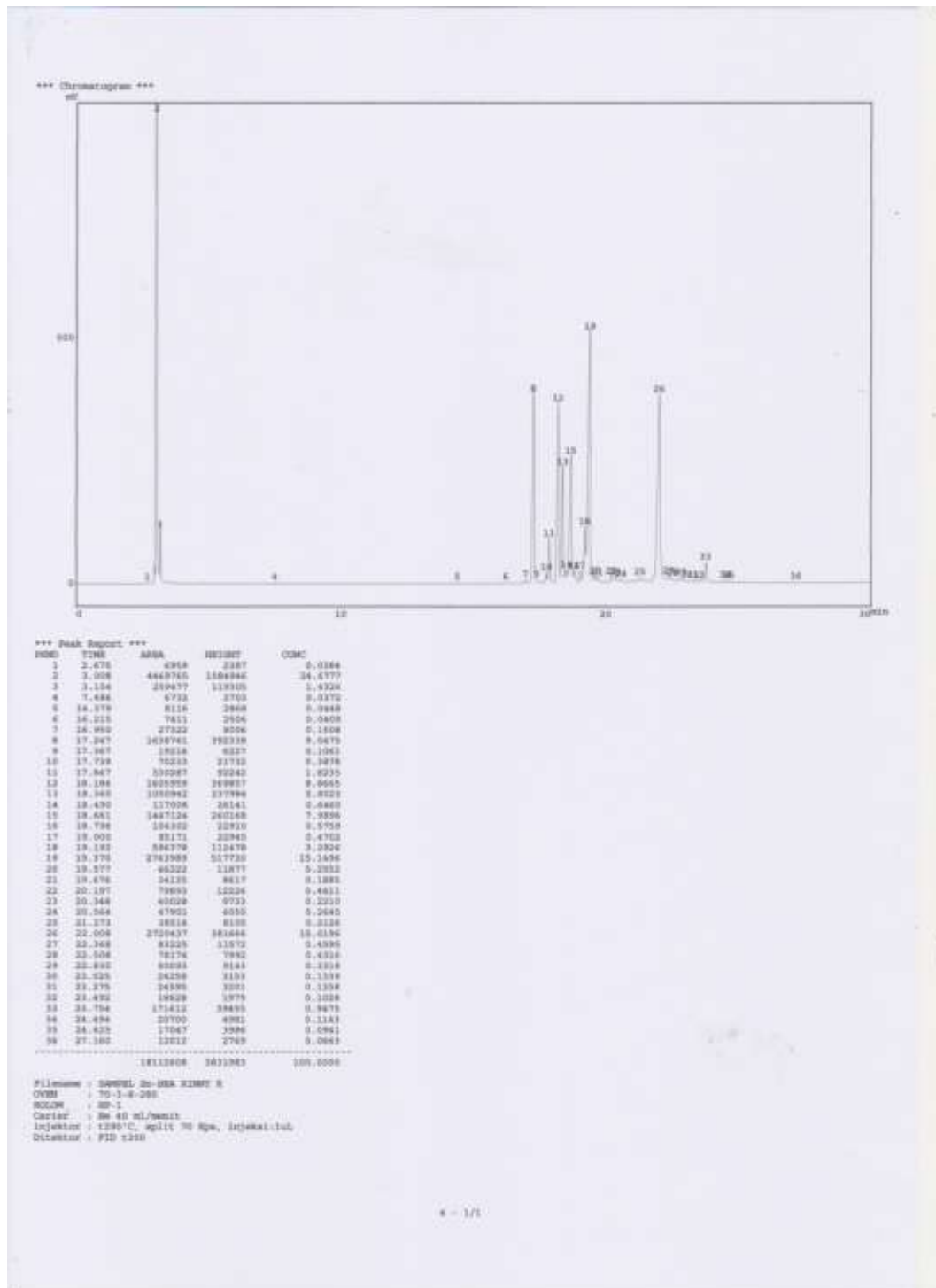
7.2 GC hasil asetilasi selektivitas katalis Fe^{3+} -zeolit beta



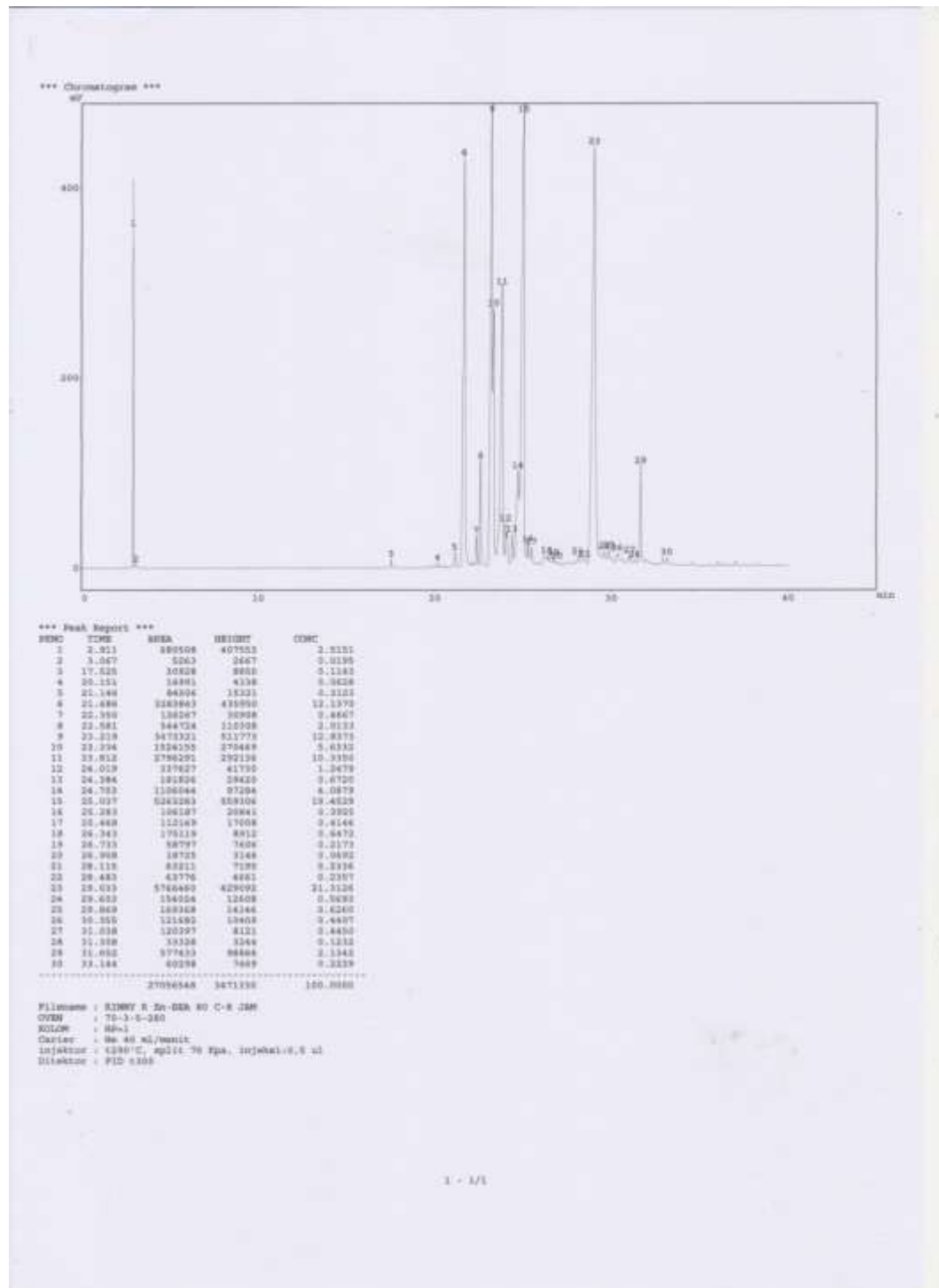
7.3 GC hasil asetilasi selektivitas katalis Zr^{4+} -zeolit beta



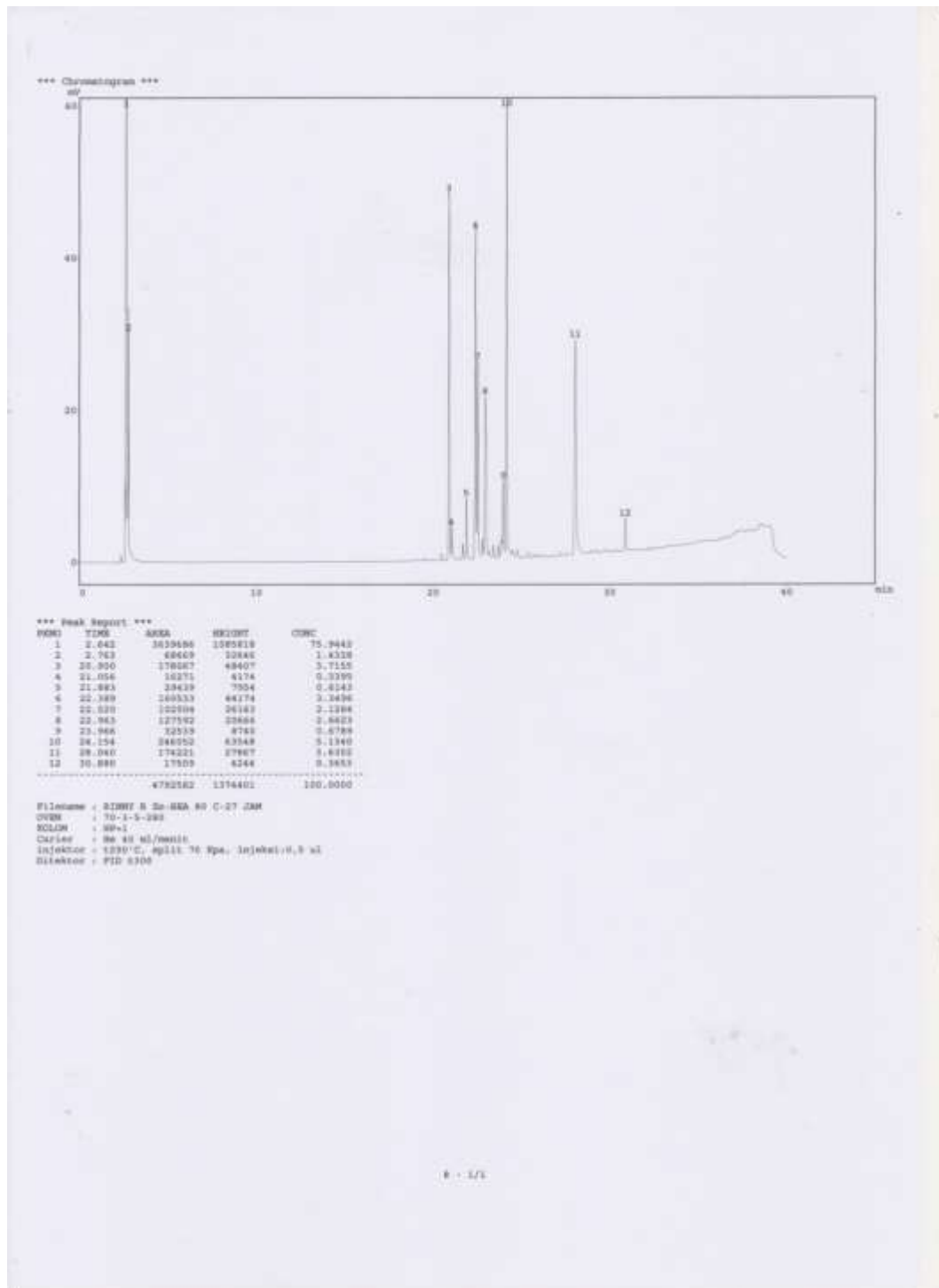
7.4 GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 9 jam



7.5 GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 18 jam



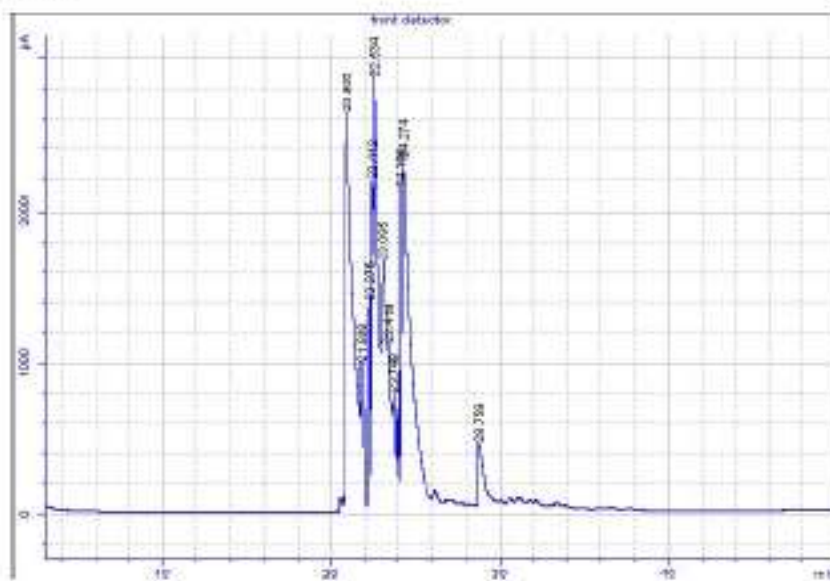
7.6 GC hasil asetilasi pada temperatur 80°C selama 27 jam



7.7 GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 9 jam

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: Rini 27 okt 1
Sample note:	Zn-26 9 jam/110 C
Submission time:	Thursday, October 27, 2016 8:51:57 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, October 27, 2016 8:58:14 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Patchouli Alcohol
Method last saved:	Tuesday, November 01, 2016 10:22:32 AM



Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.741	PB S	0.051	482093.12006	60.68346
1	20.906	VV	0.355	76117.56864	9.58130
1	21.808	VV	0.140	9346.17534	1.17645
1	22.275	VV	0.101	9152.71471	1.15210
1	22.412	VV	0.063	9404.72598	1.18382
1	22.534	VV	0.220	47807.54358	6.01777
1	23.085	VV	0.326	39513.13090	4.97371
1	23.419	VV	0.173	14321.86154	1.80276
1	23.748	VV	0.133	7121.06383	0.89636
1	24.156	VV	0.091	12715.82721	1.60060
1	24.274	VB	0.413	78138.77370	9.83572
1	28.759	PB	0.290	8706.55560	1.09594

Total Area = 794439.061

Report summary:

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

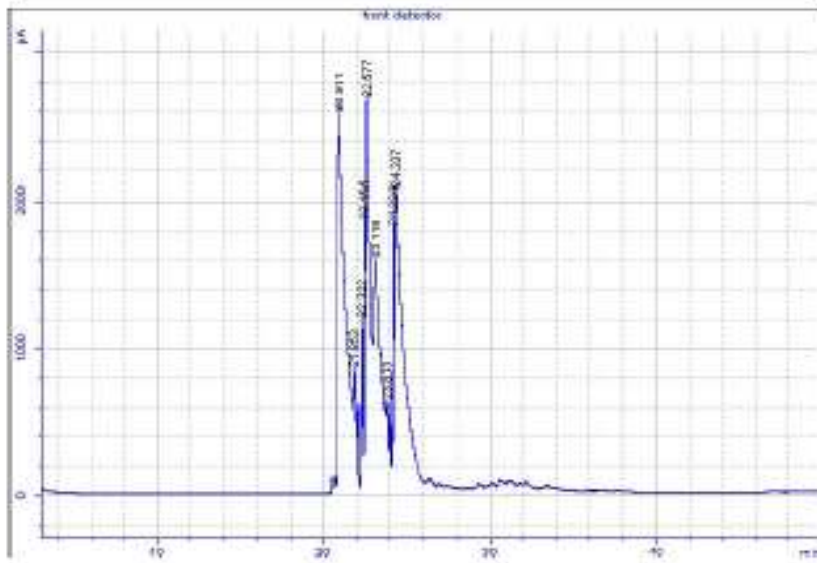
Instrument run log:

No deviations found

7.8 GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 18 jam

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: RInl 27 okt 2
Sample note:	Zn-2B 18 jam/110 C
Submission time:	Thursday, October 27, 2016 8:51:58 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, October 27, 2016 10:57:26 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Patchouli Alcohol
Method last saved:	Tuesday, November 01, 2016 10:23:49 AM



Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.750	PB S	0.051	449161.55134	61.88523
1	20.911	WV	0.372	76754.20134	10.57515
1	21.853	WV	0.142	8180.81305	1.12715
1	22.322	WV	0.101	7692.79438	1.05991
1	22.455	WV	0.069	8357.83598	1.15154
1	22.577	WV	0.212	42716.46578	5.88545
1	23.119	WV	0.428	51502.27651	7.09595
1	23.813	WV	0.130	5391.92105	0.74290
1	24.224	WV	0.075	8420.34985	1.16015
1	24.337	VB	0.411	67619.47288	9.31657

Total Area = 725797.682

Report summary:

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

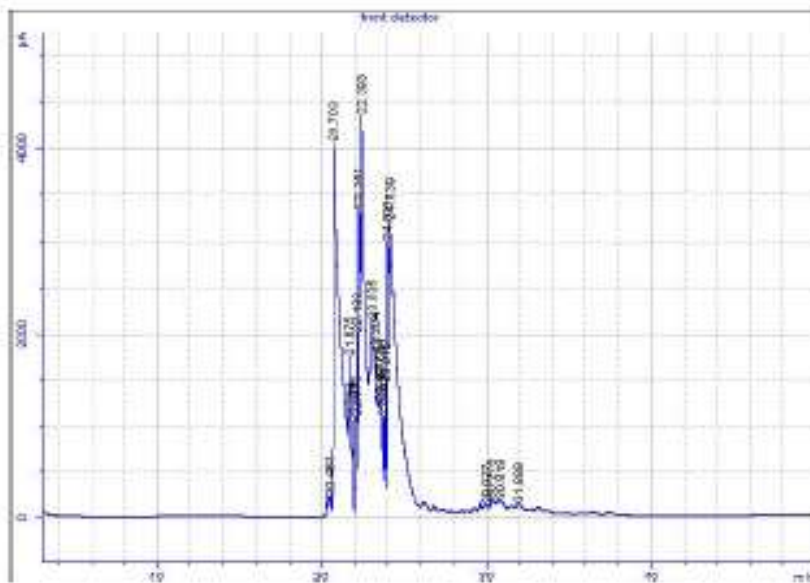
Instrument run log:

No deviations found

7.9 GC hasil asetilasi pada temperatur 110°C selama 27 jam

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: RInI 27 okt 3
 Sample note: Zn-2B 27 jam/110 C
 Submission time: Thursday, October 27, 2016 8:51:59 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, October 27, 2016 12:31:25 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Patchouli Alcohol
 Method last saved: Tuesday, November 01, 2016 10:25:39 AM



Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.726	PB S	0.037	844115.65096	64.07745
1	20.463	VV	0.099	1672.24532	0.12694
1	20.703	VV	0.381	125736.97880	9.54479
1	21.675	VV	0.114	14409.00863	1.09380
1	21.839	VV	0.079	5010.92370	0.38038
1	22.073	VV	0.044	3104.96179	0.23570
1	22.133	VV	0.074	9024.74567	0.68508
1	22.257	VV	0.065	15603.54981	1.18448
1	22.393	VV	0.220	73787.57778	5.60127
1	23.035	VV	0.293	51322.86958	3.89696
1	23.304	VV	0.114	14987.23058	1.13769
1	23.491	VV	0.057	4813.37084	0.36539
1	23.594	VV	0.140	14834.15469	1.12607
1	23.782	VV	0.067	4817.09726	0.36567
1	23.915	VV	0.042	3761.56122	0.28554
1	24.008	VV	0.080	14599.55332	1.10826
1	24.139	VB	0.405	105722.47842	8.10138
1	29.927	VV	0.225	1491.54621	0.11322
1	30.275	VV	0.234	2451.60356	0.18610
1	30.818	VV	0.325	3593.77931	0.27281
1	31.899	BB	0.209	1475.62191	0.11202

Total Area = 1317336.509

Lampiran 8 : FTIR minyak hasil reaksi asetilasi

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Wednesday, November 09, 2016 12:00 PM**Sample Details**

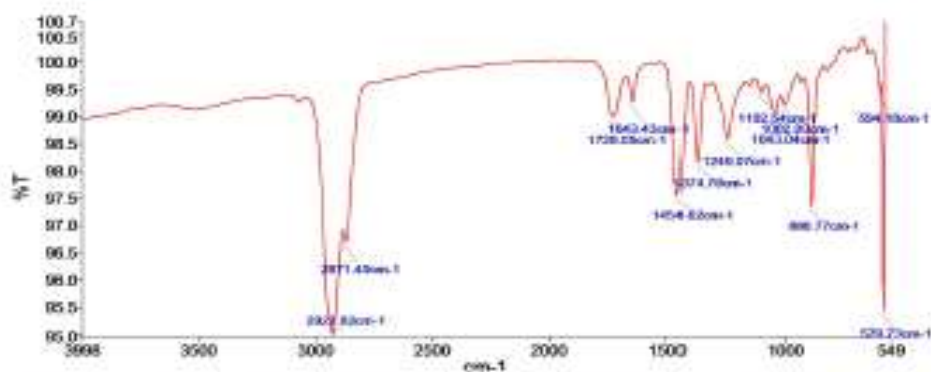
Sample Name Rinny R Kimia Unnes_1
 Sample Description Zn Zeolit Beta
 Analyst jebdm
 Creation Date 11/09/2016 11:54:35 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-60
 Instrument Serial Number 95772
 Software Revision CPLD32 Main 00.09.0061 07-September-2011 11:49:41
 Number of Scans 3
 Resolution 4

Accessory

Manufacturer PE
 Part Number L1250048
 Serial Number 35200
 Description DATR 1 bounce Ge/Ge
 Default Scan Range / cm-1 5000-400
 Force Applied / N 5
 Accessory Type Universal ATR
 UATR Crystal Combination Germanium/Ge
 UATR Number of Bounces 1
 UATR Option ViewIR

Spectrum

Name	Description
Rinny R Kimia Unnes_1	Zn Zeolit Beta

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	2927.82	95	-354.66	3131.56	2885.26	3131.56

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Wednesday, November 09, 2016 12:00 PM

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
2	2871.4	96.7	2891.56	2885.26	1925.48	2885.26
3	1728.05	99	-70.94	1925.48	1668.05	1925.48
4	1643.43	99.28	11.91	1668.05	1521.65	1668.05
5	1454.62	97.56	-114.94	1521.65	1408.83	1521.65
6	1374.76	98.16	-44	1408.83	1312.27	1408.83
7	1249.07	98.6	-53.62	1312.27	1131.8	1312.27
8	1102.54	99.45	-6.87	1131.8	1081.47	1131.8
9	1043.04	99.1	-18.45	1081.47	1021.1	1081.47
10	1002	99.22	4.7	1021.1	949.02	1021.1
11	886.77	97.35	3.94	949.02	668.76	949.02
12	594.18	99.43	-28.52	668.76	589.79	668.76
13	579.73	95.45	446.57	589.79	555.66	589.79
14	537.95	93.77	-884.49	555.66	512.36	555.66
15	506.09	172.9	-25.49	512.36	503.23	512.36
16	487.36	128.15	-909.43	503.23	473.2	503.23
17	469.3	136.68	7752.69	473.2	453.01	473.2
18	436.69	107.58	-28414.02	453.01	416.83	453.01

Lampiran 9 : Konversi dan Selektivitas Katalis

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ senyawa awal} - \% \text{ senyawa setelah reaksi}}{\% \text{ senyawa awal}} \times 100$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{\% \text{ produk}}{\text{konversi}} \times 100$$

$$\% \text{ patchouli awal} = 33,26\%$$

1) Selektivitas Katalis Zn^{2+} , Fe^{3+} , Zr^{4+} - Zeolit beta

a. Zn^{2+} -Zeolit beta

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 19,28 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 1,26 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 19,28}{33,26} \times 100 = \mathbf{39,92\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{1,26}{39,92} \times 100 = \mathbf{3,16 \%}$$

b. Fe^{3+} -Zeolit beta

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 26,67 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 1,19 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 26,67}{33,26} \times 100 = \mathbf{19,81\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{1,19}{19,81} \times 100 = \mathbf{6,01 \%}$$

c. Zr^{4+} -Zeolit beta

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 27,05 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 1,20 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 27,05}{33,26} \times 100 = \mathbf{18,67\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{1,20}{18,67} \times 100 = 6,42 \%$$

2) Konversi dan Selektivitas Katalis Zn^{2+} -Zeolit Beta Variasi

Temperatur dan Waktu

TEMPERATUR 80°C

a. 9 Jam

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 26,34 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 1,28 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 26,34}{33,26} \times 100 = 20,8\%$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{1,28}{20,8} \times 100 = 6,15 \%$$

b. 18 jam

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 23,03\%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 2,42 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 23,03}{33,26} \times 100 = 30,76\%$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{2,42}{30,76} \times 100 = 7,87 \%$$

c. 27 Jam

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 15,87 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 1,58 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 27,05}{33,26} \times 100 = 52,28\%$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{1,20}{52,28} \times 100 = 3,02 \%$$

TEMPERATUR 110°C**a. 9 Jam**

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 21,13 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 4,46 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 21,13}{33,26} \times 100 = \mathbf{35,47\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{4,48}{35,47} \times 100 = \mathbf{12,23 \%}$$

b. 18 jam

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 19,36\%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 0\%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 19,36}{33,26} \times 100 = \mathbf{41,79\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \mathbf{0 \%}$$

c. 27 Jam

$$\% \text{ P. Alkohol stlh rx} = 22,55 \%$$

$$\% \text{ P.asetat} = 0 \%$$

$$\% \text{konversi} = \frac{33,26 - 22,55}{33,26} \times 100 = \mathbf{32,20\%}$$

$$\text{Selektivitas} = \mathbf{0 \%}$$