



**TRANSFORMASI α – PINENA MINYAK TERPENTIN
MENGUNAKAN KATALIS TCA/ZEOLIT Y**

Skripsi

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

oleh

Fira Nur Isnaini

4311414015

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2020**

PERNYATAAN

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

Semarang, 3 Februari 2020



Fira Nur Isnaini

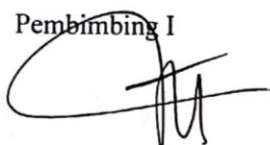
4311414015

PERSETUJUAN PEMBIMBING

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

Semarang, 3 Februari 2020

Pembimbing I



Dr. Nanik Wjayati, M.Si.

NIP. 196910231996032002

Pembimbing II



Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si.

NIP. 198212142009122004

PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Transformasi α -Pinena dari Minyak Terpentin Menggunakan Katalis TCA/Zeolit Y* karya Fira Nur Isnaini 4311414015 ini telah dipertahankan dalam Ujian Skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 13 Februari 2020 dan disahkan oleh Panitia Ujian.


Semarang, 3 Maret 2020


Panitia

Ketua


Dr. Sugianto, M.Si.
NIP. 196102191993031001


Sekretaris



Dr. Sigit Priatmoko, M.Si.
NIP. 196504291991031001

Penguji I

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

Penguji II/Pembimbing II


Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si.
NIP. 198212142009122004

Penguji III/Pembimbing I


Dr. Nanik Wijayati, M.Si.
NIP. 196910231996032002

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto:

- ❖ Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (urusan dunia), bersungguh-sungguhlah (dalam beribadah). Dan hanya kepada Tuhan-Mu lah kamu berharap” (QS Al-Insyirah: 5-8).
- ❖ Kegagalan adalah awal dari keberhasilan, tanpa kegagalan kita tidak akan pernah tahu kesalahannya.
- ❖ Pantang menyerah, bangkit dan terus berusaha.
- ❖ Selalu optimis dan berhusnudzon.

Persembahan;

Untuk kedua orangtua tercinta Ibu Rofiatun dan Bapak Nur Hadi Ikhwan, saudaraku Muhammad Amirul Ikhwan, Muhammad Irfan Rosyadi, serta sahabat-sahabatku Kimia 2014.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Transformasi α -Pinena Minyak Terpentin Menggunakan Katalis TCA/Zeolit Y”. Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam proses penelitian dan penyusunan skripsi ini, yang terhormat :

1. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
3. Dr. Nanik Wijayati, M.Si. Dosen pembimbing I yang telah memberikan dukungan, arahan, dan motivasi dalam penyusunan skripsi.
4. Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si. Dosen pembimbing II yang telah memberikan dukungan, arahan, dan motivasi dalam penyusunan skripsi.
5. Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si. Dosen Penguji yang memberikan saran dan masukan untuk menyempurnakan skripsi.
6. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat untuk berbagai pihak yang membutuhkan.

Semarang, 3 Februari 2020

ABSTRAK

Isnaini, Fira Nur. 2020. Transformasi α -Pinena Minyak Terpentin Menggunakan Katalis TCA/Zeolit Y. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Dr. Nanik Wijayati, M. Si., Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si.

Kata kunci: α -pinena, transformasi, reaksi esterifikasi, karvil asetat.

Minyak terpentin Indonesia mengandung α -pinena (70-90%), β -pinena (5-10%), dan 3-carena (4-10%). Senyawa α -pinena yang terkandung di dalam minyak terpentin dapat diproses lebih lanjut untuk menghasilkan senyawa turunan lain yang bernilai tinggi. Untuk mengembangkan hasil turunan senyawa α -pinena dapat dilakukan transformasi melalui reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan katalis asam. Katalis asam yang digunakan adalah katalis TCA/zeolit Y. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh temperatur, waktu, dan massa katalis dalam reaksi esterifikasi α -pinena. Karakterisasi terhadap katalis meliputi uji keasaman dengan metode gravimetri dan diuji dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) untuk mengetahui gugus fungsinya. Reaksi esterifikasi dilakukan pada temperatur 25, 40, dan 50 °C berlangsung selama 1, 2, 3, dan 4 jam dengan variasi massa katalis 100, 300, dan 500 mg. Reaksi ini dilakukan dalam labu alas bulat leher tiga dilengkapi dengan pemanas, termometer, dan pengaduk magnet. Senyawa hasil reaksi diuji menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*), GC (*Gas Chromatography*), dan GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*). Produk ester yang dihasilkan dalam transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi adalah senyawa karvil asetat. Dari hasil penelitian diperoleh hasil terbaik pada temperatur 40 °C dan penambahan katalis 500 mg dengan konversi α -pinena 67,81% serta selektivitas senyawa karvil asetat sebesar 81,92% selama 1 jam.

ABSTRACT

Isnaini, Fira Nur. 2020. Transformation of α -Pinene Turpentine Oil Using TCA/Zeolite Y Catalyst. Thesis, Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Advisor : Dr. Nanik Wijayati, M.Si., Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si.

Keywords: α -pinene, transformation, esterification reaction, carvyl acetate.

Indonesian turpentine oil contains α -pinene (70-90%), β -pinene (5-10%), and 3-carene (4-10%). The α -pinene compounds contained in turpentine oil can be further processed to produce other high-value derivative compounds. To develop the derivative of α -pinene compounds, transformation can be done through α -pinene reaction using acid catalyst. The acid catalyst used was the TCA/zeolite Y catalyst. The purpose of this study was to determine the effect of temperature, time, and mass of the catalyst in the α -pinene esterification reaction. Characterization of the catalyst includes acidity test with gravimetric method and tested with FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) to determine the functional group. The esterification reaction was carried out at 25, 40 and 50 °C for 1, 2, 3, and 4 hours with variations in the catalyst mass of 100, 300 and 500 mg. This reaction is carried out in a three neck round bottom flask equipped with a heater, thermometer and magnetic stirrer. Reaction compounds were tested using FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy), GC (Gas Chromatography), and GC-MS (Gas Chromatography Mass Spectrometry). The ester product produced in the α -pinene transformation through the esterification reaction is carvyl acetate compound. The optimum results were obtained at temperature of 40 °C and the addition of catalyst 500 mg with α -pinene conversion of 67,81% and selectivity of carvyl acetate compound at 81.92% for 1 hour.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN.....	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
HALAMAN MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Manfaat.....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Minyak Terpentin.....	6
2.2 α -Pinena.....	7
2.3 Isolasi α -Pinena dari Minyak Terpentin	9
2.4 Destilasi	9
2.5 Reaksi Esterifikasi α -pinena	10
2.6 Asam Trikloroasetat	11
2.7 Zeolit	12
2.8 Zeolit Y	14
2.9 Karakterisasi dan Instrumentasi	15
BAB III. METODE PENELITIAN	20
3.1 Tempat Penelitian	20

3.2 Variabel Penelitian	20
3.3 Alat dan Bahan.....	21
3.4 Prosedur Kerja	21
3.5 Karakterisasi dan Instrumentasi	25
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Preparasi katalis	27
4.2 Karakterisasi katalis	28
4.3 Analisis α -pinena	33
4.4 Analisis hasil reaksi esterifikasi.....	36
BAB V. PENUTUP	49
5.1 Simpulan.....	49
5.2 Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	55

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Karakteristik senyawa α -pinena.....	8
2.2 Bilangan gelombang sisi asam Lewis dan Bronsted.....	17
2.3 Contoh interpretasi spektra FTIR α -pinena	17
2.4 Contoh interpretasi spektra FTIR α -pinena	17
2.5 Contoh hasil waktu retensi senyawa α -pinena.....	18
4.1 Hasil analisis spektra FTIR katalis TCA/zeolit Y	30
4.2 Hasil analisis sisi asam Lewis dan Bronsted pada katalis	32
4.3 Hasil analisis spektra FTIR α -pinena	34
4.4 Interpretasi GC senyawa α -pinena hasil isolasi.....	35
4.5 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 25°C	37
4.6 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 40°C	38
4.7 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 50°C	38
4.8 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 1 jam.....	40
4.9 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 2 jam.....	40
4.10 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 3 jam.....	40
4.11 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 4 jam.....	41
4.12 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 100 mg.....	42
4.13 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 300 mg.....	43
4.14 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 500 mg.....	43
4.15 Interpretasi Spektrum IR produk	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Komponen penyusun minyak terpenin.....	7
2.2 Proses reaksi esterifikasi α -pinena	11
2.3 Struktur umum zeolit.....	13
2.4 Struktur zeolit Y.....	14
2.5 Sistem instrumentasi FTIR.	16
2.6 Contoh spektra FTIR H/ZY.....	16
2.7 Sistem instrumentasi GC.	18
2.8 Sistem instrumentasi GC-MS.	19
3.1 Rangkaian alat uji keasaman metode gravimetri	22
3.2 Rangkaian alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan	23
3.3 Reaktor reaksi esterifikasi	25
4.1 Katalis TCA/zeolit Y.....	28
4.2 Spektra IR (a) H-zeolit Y (b) TCA/zeolit Y.....	29
4.3 Spektra IR uji keasaman.....	31
4.4 Hasil destilat minyak terpenin	33
4.5 Spektra IR senyawa α -pinena	34
4.6 Kromatogram GC α -pinena hasil isolasi	35
4.7 Skema reaksi esterifikasi α -pinena.....	36
4.8 Pengaruh temperatur terhadap konversi α -pinena dan selektivitas produk karvil asetat.....	39
4.9 Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi α -pinena dan selektivitas produk karvil asetat.....	41
4.10 Pengaruh penambahan massa katalis konversi α -pinena dan selektivitas produk karvil asetat	44
4.11 Spektrum IR produk.....	45
4.15 Kromatogram GC-MS produk reaksi esterifikasi.....	46
4.16 Spektrum massa karvil asetat.....	46
4.17 Fragmentasi senyawa karvil asetat	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir.....	55
2. Perhitungan.....	59
3. Data Hasil Esterifikasi α -Pinena	61
4. Dokumentasi.....	63
5. Analisis data menggunakan FTIR.....	64
6. Analisis data meggunakan GC.....	70
7. Analisis data meggunakan GC MS	96
8. Metode GC	127
9. Meode GC MS.....	128

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia memiliki spesies pohon pinus yang tersebar di seluruh hutan Indonesia. Produk non kayu seperti pohon pinus yang dikembangkan adalah getah pinusnya. Getah pinus diolah dengan proses distilasi agar dihasilkan produk berupa rosin (gondorukem). Minyak terpentin adalah minyak atsiri yang diperoleh sebagai hasil samping pembuatan gondorukem. Secara tradisional minyak terpentin digunakan sebagai pelarut atau pembersih cat dan pernis, sehingga produk turunan terpentin perlu dikembangkan lebih luas lagi untuk menaikkan nilai jualnya (Daryono, 2015).

Terpentin termasuk minyak esensial yang penting dan mempunyai banyak aplikasi, yang secara luas digunakan sebagai pelarut dalam industri kimia, resin dan sebagai bahan dalam cat. Produksi terpentin tahunan di Indonesia adalah sekitar 50.000.000 kg (Budiman *et al.*, 2015).

Terpentin tidak dapat diubah langsung menjadi turunan karena di dalam terpentin mengandung beberapa komponen. Pohon pinus di Indonesia sebagian besar terdiri dari spesies *Pinus mercusii*, yang biasanya menghasilkan terpentin yang mengandung sekitar 82% α -pinena, 12% carena dengan berbagai komponen senyawa lain seperti campena, β -pinena dan limonen. Senyawa α -pinena dapat dihasilkan dari isolasi terpentin menggunakan destilasi fraksinasi dengan kemurnian mencapai 97% (Budiman *et al.*, 2015). Pemanfaatan α -pinena secara langsung mempunyai keterbatasan terkait masih rendahnya tingkat bioaktivitas dan volatilitasnya. Kapasitas senyawa α -pinena perlu dilakukan peningkatan untuk mendapatkan produksi senyawa α -pinena.

Minyak terpentin merupakan cairan ringan, biasanya tidak berwarna atau sedikit berwarna, dengan karakteristik bau yang khas. Kandungan utama minyak terpentin adalah α -pinena (70-90%), β -pinena (5-10%), dan 3-carena (4-10%). Penggunaan utama α -pinena adalah dapat memberi aroma seperti pinus. Hal ini sebagai dasar untuk membuat macam-macam produk parfum, ester, dan hidrokarbon terpena yang lain (Wijayati *et al.*, 2014).

Salah satu upaya agar minyak terpenin mempunyai nilai jual tinggi adalah dengan melakukan transformasi α -pinena menjadi derivatnya melalui reaksi esterifikasi α -pinena. Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Ester asam karboksilat ini merupakan suatu senyawa yang mengandung gugus $-\text{COOR}$ dengan R yang berbentuk alkil maupun aril (Fessenden & Fessenden, 2006).

Reaksi esterifikasi α -pinena telah dilakukan oleh beberapa peneliti terdahulu. Gainsford *et al.* (2000) melakukan reaksi esterifikasi α -pinena menghasilkan senyawa α -terpenil asetat yang digunakan secara luas dalam industri pewangi, terutama pada sabun. Senyawa α -terpenil asetat memiliki peranan penting dalam pembuatan parfum, pewangi, pembersih, dan kosmetik. Beberapa produk dari reaksi esterifikasi α -pinena adalah bornil asetat, fensil asetat, dan α -terpenil asetat. Senyawa α -terpenil asetat merupakan bahan kimia yang banyak digunakan di bidang obat-obatan, sintesis organik, parfum, dan kosmetik (Liu *et al.*, 2008). Reaksi esterifikasi bersifat reversibel dan umumnya berjalan sangat lambat sehingga memerlukan katalis untuk mempercepat reaksi. Selain itu, penambahan katalis dapat meningkatkan selektivitas suatu reaksi.

Penggunaan jenis katalis dalam suatu reaksi sangat penting agar reaksi dapat berlangsung lebih cepat sehingga dapat menghemat waktu dan biaya. Secara umum, katalis dibagi dalam dua macam yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Pada skala laboratorium, penggunaan katalis dalam reaksi esterifikasi menggunakan katalis homogen yaitu H_2SO_4 , namun katalis homogen sulit untuk dipisahkan dari produknya. Pemisahan katalis ini juga dapat menimbulkan masalah lingkungan yang serius (Diana *et al.*, 2014).

Menurut Triyono (2004) penggunaan katalis heterogen dapat menjadi suatu alternatif yang sangat menarik dalam industri kimia, karena kemudahan dalam proses pemisahan antara katalis dengan produk, lebih ramah lingkungan, katalis ini dapat digunakan kembali dan harga katalis heterogen pada umumnya lebih rendah daripada katalis homogen. Salah satu alternatif katalis yang dapat digunakan adalah katalis heterogen berupa zeolit.

Zeolit adalah katalis yang paling sering digunakan karena memiliki banyak karakteristik penyusun yang khas. Menurut Li *et al.* (2008) zeolit mempunyai aktivitas katalis yang tinggi, tidak mudah menggumpal, mempunyai porositas yang besar, dan stabil terhadap suhu tinggi. Berdasarkan proses pembuatannya, zeolit dibagi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam pada umumnya memiliki kristalinitas yang tidak terlalu tinggi, ukuran porinya sangat tidak beragam, aktivitas katalitiknya rendah, dan banyak mengandung pengotor. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas zeolit (Handoko, 2002). Menurut Trisunaryati (2005) zeolit sintesis memiliki keunggulan karena stabilitas termal dan kemurnian yang tinggi. Zeolit merupakan tipe katalis asam heterogen dalam wujud padat yang dapat digunakan untuk katalis reaksi esterifikasi. Jenis zeolit yang biasanya digunakan dalam reaksi organik adalah zeolit HZMS, Z5M-5, Z5M-11, Z5M-21, zeolit beta, dan zeolit Y. Salah satu zeolit yang baik untuk suatu reaksi organik adalah zeolit Y.

Zeolit Y merupakan jenis zeolit sintesis dengan ukuran mulut pori yang cukup besar dengan rerata jejari pori sekitar 0,75 nm. Mulut pori yang relatif besar ini mampu dilewati oleh molekul senyawa hidrokarbon rantai panjang dan besar. Sifat zeolit yang penting sebagai katalis heterogen adalah keasamannya sebagai situs aktif katalitik. Situs asam yang terdapat di dalam kerangka zeolit adalah situs asam Bronsted dan Lewis (Trisunaryanti, 2012). Salah satu upaya untuk meningkatkan aktivitas katalitik zeolit adalah dengan pengembangan asam pada permukaan katalis (Rianto *et al.*, 2012).

Avila *et al.* (2010) menggunakan asam trikloroasetat yang diimbangkan pada $ZrO_2 \cdot nH_2O$ sehingga diperoleh TCA/ $ZrO_2 \cdot nH_2O$, untuk katalis pada reaksi hidrasi α -pinena. Reaksi hidrasi α -pinena dengan katalis TCA/ $ZrO_2 \cdot nH_2O$ menghasilkan α -terpineol dengan selektivitas 57% pada konversi 57%.

Asam trikloro asetat (TCA) banyak digunakan sebagai katalis dalam reaksi α -pinena. Wijayati, *et al.* (2011) telah melakukan reaksi hidrasi α -pinena menggunakan katalis zeolit Y yang diimbangkan TCA pada temperatur 65 °C dengan penambahan katalis 600 mg menghasilkan konversi sebesar 66 % dan selektivitas untuk α -terpeniol sebesar 55%. Penelitian lain dilakukan Nurlitasari

(2014) dalam mengubah senyawa α -pinena menjadi senyawa α -terpeniol dengan penambahan variasi jumlah katalis TCA/Zeolit alam. Reaksi dengan jumlah penambahan katalis TCA/Zeolit alam 200, 400, dan 600 mg pada temperatur 70-75 °C selama 120 menit menghasilkan senyawa α -terpeniol terbesar pada penambahan katalis 600 mg dengan kadar 58,27 %. Pengembangan TCA pada zeolit bertujuan meningkatkan luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan tingkat keasamaan dari katalis berkorelasi dengan aktivitas katalis tersebut, semakin besar luas permukaan dan situs asam yang ada dalam katalis maka akan semakin baik aktivitas dari katalis

Penelitian tentang reaksi esterifikasi telah dilakukan oleh beberapa kelompok peneliti. Gainsford *et al.* (2001) telah melakukan konversi α -pinena menjadi terpenil asetat dengan katalis zeolit H-beta, hasil optimum diperoleh pada suhu kamar dengan waktu reaksi selama 24 jam. Li *et al.* (2012) melakukan sintesis terpenil asetat menggunakan cairan ionik oktadesil amina etoksilat sebagai katalis, kondisi optimum dicapai pada perbandingan $n(\alpha\text{-pinena}) : n(\text{cairan ionik}) : n(\text{asam asetat}) = 5:0,3:20$; dimana $n(\alpha\text{-pinena}) = 0,05$ mol; dilakukan pada temperatur 30 °C dengan waktu reaksi 10 jam sehingga didapatkan rendemen terpenil asetat sebesar 35,70%. Liu *et al.* (2008) melakukan reaksi esterifikasi α -pinena menjadi α -terpenil asetat dengan selektivitas α -terpenil asetat tertinggi 27,8% menggunakan katalis cairan ionik asam yaitu $[\text{HSO}_3^- (\text{CH}_2)_3\text{-NEt}_3]\text{H}_2\text{PO}_4$.

Diana *et al.* (2016) menggunakan katalis amberlyst 15 pada reaksi esterifikasi α -pinena. Kondisi optimum yang diperoleh yaitu 2 jam reaksi pada temperatur 100 °C menghasilkan selektivitas bornil asetat sebesar 50%. Reaksi esterifikasi α -pinena juga telah dilakukan oleh Wijayati *et al.* (2017) menggunakan zeolit alam teraktivasi pada temperatur 30, 40, dan 60 °C serta variasi waktu 2, 3, dan 4 jam diperoleh hasil optimum pada temperatur 40 °C selama 3 jam reaksi dengan rasio mol reaktan antara α -pinena dengan anhidrida asetat 1:15 menghasilkan α -terpenil asetat sebesar 21,40%.

Shofa (2017) melakukan reaksi esterifikasi α -pinena dengan dengan katalis zeolit alam, Zr-zeolit alam, dan zeolit Y dengan variasi waktu 1, 2, 3, dan

4 jam pada temperatur 40 °C diperoleh hasil optimum pada penggunaan katalis zeolit Y selama 4 jam dengan selektivitas α -terpenil asetat sebesar 61,38%.

Reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh berbagai faktor diantaranya penambahan massa katalis, waktu reaksi, dan temperatur. Oleh karena itu dilakukan penelitian mengenai reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan katalis heterogen berupa TCA/zeolit Y, dengan melakukan variasi temperatur, variasi waktu, dan variasi massa katalis TCA/zeolit Y.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh temperatur pada transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y?
2. Bagaimana pengaruh waktu pada transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y?
3. Bagaimana pengaruh penambahan jumlah massa katalis TCA/zeolit Y yang efektif terhadap hasil transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui pengaruh temperatur terhadap hasil transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y.
2. Mengetahui pengaruh waktu terhadap hasil transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y.
3. Mengetahui pengaruh jumlah massa katalis TCA/zeolit Y terhadap hasil transformasi α -pinena dari minyak terpenin menggunakan katalis TCA/zeolit Y.

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah mengembangkan turunan senyawa α -pinena menjadi senyawa yang lebih bermanfaat dan memperluas pemanfaatan zeolit.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Terpentin

Minyak terpentin merupakan salah satu minyak atsiri yang banyak diproduksi di Indonesia sebagai hasil penyulingan getah pohon pinus (famili Pinaceae). Sekitar 80% dari terpentin di Indonesia selama ini diekspor ke negara-negara di Eropa, India, Korea Selatan, Jepang dan Amerika Serikat. Minyak terpentin digunakan untuk bahan baku industri kosmetik, minyak cat, campuran bahan pelarut, antiseptik, kamfer, dan farmasi (Wijayati *et al.*, 2014). Minyak terpentin merupakan cairan yang tak berwarna dan berbau khas. Minyak terpentin sering disebut dengan *spirit of turpentine* berupa cairan yang mudah menguap, berasal dari hasil penyulingan getah jenis pohon yang tergolong dalam genus pinus.

Di Indonesia jenis pohon pinus penghasil minyak terpentin hampir seluruhnya berasal dari *Pinus merkusii Jungh et de Vr (famili pinaceae)*. Minyak terpentin secara garis besar dibagi menjadi dua jenis, yaitu yang dihasilkan dari getah pinus dan yang dihasilkan dari kayu pohon pinus. Secara umum minyak terpentin dapat diperoleh dengan 4 cara, yaitu:

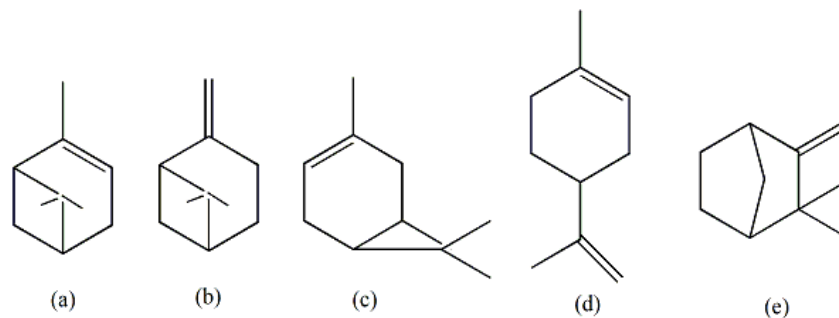
- a. Distilasi getah pinus yang diperoleh dengan menyadap pohon pinus yang masih hidup (terpentin dari getah).
- b. Ekstraksi irisan – irisan ujung batang pohon pinus yang tua, dilanjutkan dengan destilasi (terpentin kayu destilasi uap dan ekstraksi).
- c. Destilasi destruktif, yaitu destilasi terhadap potongan kayu pinus yang berumur tua (terpentin kayu destilasi destruktif).
- d. Proses sulfat, yaitu pemasakan bubur kayu pinus yang masih berumur muda (Sastrohamidjojo, 2002).

Menurut Wijayati (2016), minyak terpentin dapat digunakan dalam berbagai bidang industri. Kegunaan minyak terpentin sebagai berikut:

- a. Kegunaan paling penting minyak terpentin, sebagai bahan baku industri kimia dan farmasi seperti sintesis kamfer, terpineol, dan terpenil asetat.

- b. Minyak terpentin digunakan sebagai minyak dalam industri cat dan pernis.
- c. Kegunaan lain, yaitu dalam industri perekat dan pelarut lilin.

Komposisi minyak terpentin bervariasi tergantung pada jenis pohon penghasil, umur, musim sadap, dan cara isolasi. Pada umumnya minyak terpentin tersusun oleh campuran isomer tak jenuh, hidrokarbon monoterpena bisiklis ($C_{10}H_{16}$), yaitu α -pinena, β -pinena, 3-carena, limonen dan kamfena dengan struktur senyawanya ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Komponen penyusun minyak terpentin (a) α -pinena, (b) β -pinena, (c) 3-carena, (d) limonen, (e) kamfena (Haneke, 2002)

Minyak terpentin salah satu produk unggulan non-kayu dari Perum Perhutani Indonesia berupa minyak hasil penyulingan getah pohon pinus. Komponen utama minyak terpentin yaitu senyawa α -pinena. Pemanfaatan senyawa α -pinena secara langsung mempunyai keterbatasan terkait masih rendahnya tingkat bioaktivitas dan volatilitasnya. Dalam persaingan pasar global perlu dilakukan peningkatan kapasitas produksi senyawa α -pinena dan mendapatkan senyawa-senyawa turunannya (Ramadhan *et al.*, 2015).

2.2 α -Pinena

Komponen utama minyak terpentin yang mudah menguap (volatil) adalah α -pinena, yang merupakan jenis monoterpena bisiklis. Monoterpena merupakan suatu hidrokarbon tak jenuh yang terdiri dari dua unit isoprena. Rumus struktur α -pinena terdiri dari dua cincin yaitu siklobutana dan sikloheksena (Sastrohamidjojo, 2002).

Karakteristik senyawa α -pinena secara umum menurut (Budiman *et al.*, 2015) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Karakteristik senyawa α -pinena

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

Senyawa α -pinena mempunyai ikatan rangkap dua sehingga dapat dijadikan senyawa dasar yang baik dalam sintesis kimia dan merupakan senyawa penting dalam industri farmasi dan parfum. Senyawa α -pinena digunakan secara luas dalam industri parfum karena baunya menarik, berat molekulnya rendah, dan volatilitasnya tinggi. Untuk meningkatkan nilai komersial dari minyak terpenin, dilakukan konversi menjadi α -pinena atau menjadi senyawa lain yang lebih berharga.

Menurut Kumar dan Agarwal (2014) senyawa α -pinena digunakan dalam berbagai sintesis bahan kimia, seperti α -terpineol yang banyak digunakan sebagai aroma dalam industri kosmetik, sebagai antijamur dan disinfektan pada industri farmasi. Selain itu senyawa α -pinena dapat digunakan untuk sintesis senyawa parfum, resin, dan obat (Wijayati, 2016).

Senyawa α -pinena merupakan senyawa organik dari golongan senyawa terpen. Senyawa α -pinena juga termasuk ke dalam senyawa alkena yang mengandung cincin reaktif karena adanya ikatan rangkap dan dapat ditemukan pada berbagai minyak pohon jenis conifer terutama pinus. Senyawa α -pinena didapatkan dari proses produksi bubur kertas berbahan dasar kayu pinus dengan kandungan sekitar 92%. Selain itu senyawa α -pinena dapat dihasilkan dari isolasi minyak terpenin dengan destilasi pengurangan tekanan (Aguirre *et al.*, 2005).

2.3 Isolasi α -pinena dari Minyak Terpenin

Di Indonesia, minyak terpenin dihasilkan dari getah pinus jenis *Pinus merkusii*. Minyak terpenin merupakan salah satu produk unggulan non-kayu Perum Perhutani di Indonesia. Komponen utama minyak terpenin ialah α -

pinena. Minyak terpentin Indonesia mengandung 65-85 % α -pinena, kurang 1 % kamfena, 1-3 % β -pinena, 10-18 % 3-karena, dan 1-3 % limonena (Utami *et al.*, 2011).

Senyawa α -pinena dapat diisolasi menggunakan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Pengurangan tekanan pada saat destilasi tersebut bertujuan untuk mempermudah α -pinena untuk berubah dari fasa cair menjadi gas sehingga suhu yang digunakan tidak terlalu tinggi sehingga tidak merusak senyawa dalam minyak terpentin (Aguirre *et al.*, 2005). Penggunaan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan menjadi penting apabila cairan mempunyai titik didih yang sangat tinggi atau apabila senyawa terdekomposisi jika temperatur dinaikkan. Kebanyakan senyawa organik terdekomposisi pada temperatur tinggi. Oleh karena itu dilakukan destilasi pengurangan tekanan apabila titik didih normalnya lebih dari 150 °C. Senyawa α -pinena memiliki titik didih relatif tinggi yaitu sekitar 155 °C maka metode ini digunakan dalam teknik isolasi α -pinena.

2.4 Destilasi

Destilasi merupakan metode pemisahan untuk memperoleh suatu bahan atau senyawa yang berwujud cair. Dasar pemisahan destilasi adalah perbedaan titik didih antara zat yang dipisahkan dengan campurannya. Bahan yang dipisahkan biasanya berbentuk larutan atau cair, tahan terhadap pemanasan, dan perbedaan titik didihnya tidak terlalu dekat.

Proses pemisahan campuran dilakukan dengan pemanasan pada suhu di antara titik didih senyawa yang diinginkan. Senyawa yang diinginkan akan menguap kemudian dilewatkan melalui kondensor. Uap akan mencair kemudian ditampung dalam wadah yang biasanya disebut labu jantung. Zat hasil proses ini disebut destilat. Ada 4 jenis destilasi, yaitu destilasi sederhana, destilasi fraksinasi, destilasi uap, dan destilasi vakum.

1. Destilasi sederhana

Dasar pemisahan destilasi sederhana adalah perbedaan titik didih yang jauh dengan salah satu komponen yang bersifat volatil. Selain perbedaan titik didih

juga perbedaan kevolatilan, yaitu kecenderungan sebuah substansi menjadi gas yang dilakukan pada tekanan atmosfer.

2. Destilasi bertingkat (fraksinasi)

Destilasi bertingkat adalah proses penguapan yang diikuti pengembunan secara berulang-ulang yang terjadi pada kolom fraksinasi. Pada kolom ini terjadi pemanasan secara bertahap dengan suhu yang berbeda-beda pada setiap platnya. Pemanasan yang berbeda ini bertujuan untuk pemurnian destilat dari plat-plat dibawahnya. Semakin ke atas, cairannya semakin tidak volatil.

3. Destilasi uap

Destilasi uap digunakan pada campuran senyawa-senyawa yang memiliki titik didih mencapai 200°C atau lebih.

4. Destilasi vakum

Destilasi vakum biasanya digunakan jika senyawa yang ingin didestilasi tidak stabil yaitu dapat terdekomposisi sebelum atau mendekati titik didih. Komponen yang menguap tidak dapat dikondensasi oleh air, maka untuk mengurangi tekanan digunakan pompa vakum.

Pada penelitian ini, menggunakan gabungan dari dua metode destilasi, yaitu destilasi bertingkat dengan pengurangan tekanan atau destilasi fraksinasi vakum. Penggabungan dua metode ini bertujuan untuk mendapatkan destilat dengan kemurnian tinggi melalui kolom fraksinasi. Untuk mendapatkan kemurnian yang lebih tinggi dari hasil destilasi, dapat dilakukan redestilasi. Redestilasi adalah destilasi ulang dari destilat pertama untuk menghilangkan pengotor lain yang masih terdapat pada destilat pertama.

2.5 Reaksi Esterifikasi α -pinena

Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Turunan asam karboksilat membentuk ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-\text{COOR}$ dengan R dapat berupa alkil maupun aril. Reaksi esterifikasi

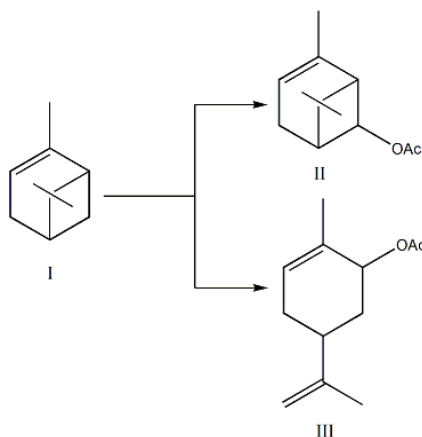
berkataliskan asam dan merupakan reaksi yang reversibel (Fessenden & Fessenden, 2006).

Esterifikasi pada dasarnya adalah reaksi yang bersifat reversibel dari asam karboksilat dengan alkil alkohol membentuk ester dan air seperti pada persamaan (2.1). Reaksi esterifikasi pada umumnya dilakukan dengan waktu reaksi yang cukup lama, selain itu pada reaksi ini membutuhkan pelarut organik dalam jumlah besar dan perlu adanya penambahan asam kuat sebagai katalis (Gupta dan Paul, 2014).



Reaksi esterifikasi α -pinena dapat dilakukan dengan mereaksikan α -pinena, anhidrida asetat, dan air dengan bantuan katalis. Penambahan air dimaksudkan untuk membentuk produk terpineol melalui reaksi hidrasi, kemudian terpineol akan bereaksi dengan air membentuk ester. Reaksi tersebut dimaksud dengan reaksi esterifikasi “*in situ*”.

Menurut (Kozitsyna *et al*, 2001) mekanisme reaksi esterifikasi α -pinena disajikan pada Gambar 2.2.



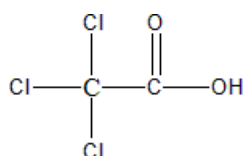
Gambar 2.2. Proses reaksi esterifikasi α -pinena (Kozitsyna *et al*, 2001)

2.6 Asam Trikloroasetat

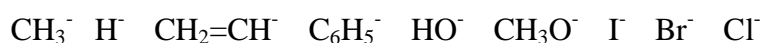
Asam trikloroasetat memiliki nama lain yaitu asam trikloroetanoat (CCl_3COOH). Kehadiran atom-atom klorin dalam gugus metil menyebabkan

elektron lepas dari gugus COOH dan membuat asam trikloroasetat menjadi asam yang lebih kuat daripada asam etanoat (Martin, 2012).

Asam trikloroasetat atau *trichloroacetic acid* (TCA) memiliki sifat dapat larut di dalam air maupun pelarut organik. Senyawa ini merupakan asam yang cukup kuat ($pK_a = 0.77$). Asam trikloroasetat telah digunakan sebagai katalis dalam hidrasi α -pinena menggunakan air sebagai pendonor gugus hidroksil. Berikut merupakan struktur asam trikloroasetat.



Kekuatan asam dari asam trikloroasetat diperbesar akibat efek induktif klor yang elektronegatif. Efek suatu gugus elektronegatif di dekat gugus karboksilat adalah memperkuat sifat asam dengan cara mendestabilkan asam itu dan menstabilkan anionnya. Gugus penarik elektron tambahan akan menggandakan efek induktif. Berikut ini daftar gugus dalam urutan daya menarik elektronnya:



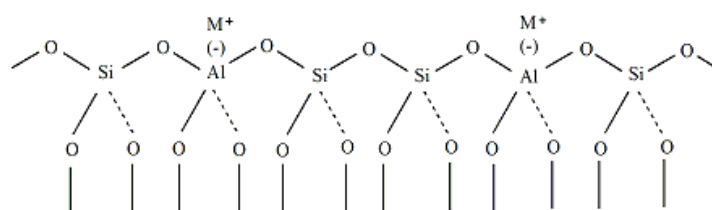
Bertambahnya daya menarik elektron

Gugus-gugus penarik elektron tambahan akan menggandakan efek induktif. Asam dikloroasetat merupakan asam yang lebih kuat daripada asam kloroasetat dan asam trikloroasetat merupakan asam terkuat diantara ketiganya (Fessenden & Fessenden, 2006).

2.7 Zeolit

Zeolit merupakan material silikat kristal dengan struktur yang sangat teratur dan porositasnya tinggi. Rumus umum zeolit adalah $\text{M}_x/n(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y \cdot z \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Silalahi *et al.*, 2011). M merupakan logam alkali atau kation alkali tanah, n adalah valensi kation, w adalah jumlah molekul air per unit sel, x dan y adalah total jumlah tetrahedral per unit sel, dan rasio y/x biasanya bernilai 1 sampai 5, untuk silika zeolit y/x range dari 10 sampai 100 (Georgiev *et al.*, 2009).

Zeolit mempunyai kerangka struktur tiga dimensi tersusun atas unit-unit tetrahedron $[\text{AlO}]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang saling berikatan melalui atom oksigen, membentuk pori-pori dengan ukuran pori antara 2 sampai 8 Å, tergantung pada jenis mineralnya. Ion Si bervalensi 4 sedangkan Al bervalensi 3. Pada struktur zeolit Si^{4+} dapat diganti dengan Al^{3+} sehingga terbentuk muatan berlebih pada Al. Hal ini mengakibatkan struktur zeolit kelebihan muatan negatif. Untuk menetralkan muatan negatif kerangka zeolit, zeolit mengikat kation-kation alkali atau alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , atau Sr^{2+} . Kation-kation tersebut terletak di luar tetrahedral, dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit dan dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain. Struktur zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur umum zeolit (Tsitsishivili dan Andronikashvili, 1992).

Zeolit termasuk katalis yang paling sering digunakan karena memiliki banyak karakteristik penyusun yang khas. Zeolit memiliki karakteristik berongga dan biasanya dapat diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori tertentu. Oleh karena itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring penukar ion, penyerap bahan dan katalisator. Banyak cara dilakukan untuk meningkatkan kinerja zeolit salah satunya dengan mengaktifkan zeolit terlebih dahulu (Ramadhani *et al.*, 2017).

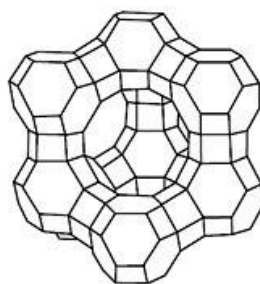
Zeolit merupakan kristal mikropori aluminosilikat dengan berbagai struktur yang memiliki keasaman kuat, luas permukaan tinggi, stabilitas termal yang tinggi, dan selektivitas, menyebabkan zeolit diaplikasi secara ekstensif sebagai katalis di bidang proses petrokimia (Hartmann *et al.*, 2016). Pemanfaatan zeolit yang sangat luas maka eksplorasi terhadap zeolit alam terus dilakukan sehingga menyebabkan semakin berkurangnya deposit mineral zeolit. Sebagai mineral alam zeolit merupakan bahan *unrenewable* sehingga semakin

lama akan habis. Oleh karena itu diupayakan untuk membuat zeolit tiruan/sintetik (Sriatun *et al.*, 2017).

2.8 Zeolit Y

Salah satu zeolit sintetis yang banyak dikembangkan adalah zeolit Y. Zeolit ini merupakan mineral Faujasit dengan rasio Si/Al 1-3 (Wang *et al.*, 2010), mempunyai stabilitas termal tinggi sehingga sesuai diaplikasikan pada proses yang memerlukan suhu tinggi seperti pada proses perengkahan katalitik cair.

Zeolit-Y merupakan jenis zeolit dengan ukuran mulut pori yang cukup besar dengan rerata jejari pori sekitar 0,75 nm. Mulut pori yang relatif besar ini mampu dilewati oleh molekul senyawa hidrokarbon rantai panjang dan besar. Sifat zeolit yang penting sebagai katalis heterogen adalah keasamannya sebagai situs aktif katalitik. Situs asam yang terdapat di dalam kerangka zeolit adalah situs asam Bronsted dan Lewis, sehingga zeolit Y dapat digunakan sebagai pengemban logam katalis. Logam dapat menempel pada seluruh permukaan zeolit Y, baik permukaan luar maupun permukaan yang berada di dalam pori. Zeolit Y sebagai katalis mempunyai keunggulan karena struktur kristal yang sangat teratur, ukuran pori yang seragam, dan adanya gugus hidroksil yang sangat asam yang merupakan situs aktif dalam katalisis. Struktur zeolit Y disajikan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur Zeolit Y (Lutz, 2014).

Salah satu upaya untuk meningkatkan aktivitas katalitik zeolit adalah dengan pengembanan asam pada permukaan zeolit. TCA/zeolit Y merupakan salah satu katalis padat heterogen dimana zeolit Y digunakan sebagai media

pengembangan dari TCA. Pengembangan TCA pada zeolit Y bertujuan meningkatkan luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan tingkat keasamaan dari katalis berkorelasi dengan aktivitas dari katalis tersebut, semakin besar luas permukaan dan situs asam yang ada dalam katalis maka akan semakin baik aktivitas dari katalis.

Penggunaan TCA/zeolit Y sebagai katalis heterogen mempertimbangkan hal-hal berikut :

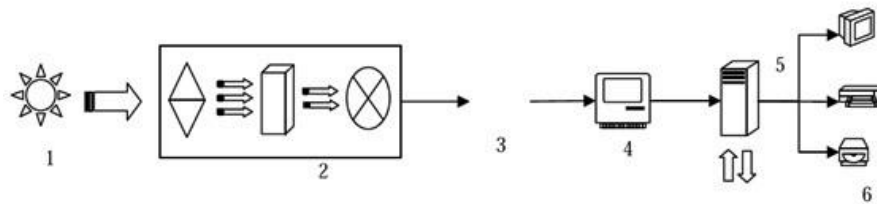
1. Katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dari produk maupun sisa reaktan dengan kemurnian yang relatif lebih tinggi,
2. Katalis heterogen lebih ramah lingkungan daripada katalis homogen,
3. Diperlukan dalam jumlah yang sedikit,
4. Dapat mengurangi korosi pada reaktor.

2.9 Karakterisasi dan Instrumentasi

2.9.1 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infrared (FT-IR) merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *fourier* untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode absorpsi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika terpenuhinya dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipole selama vibrasi.

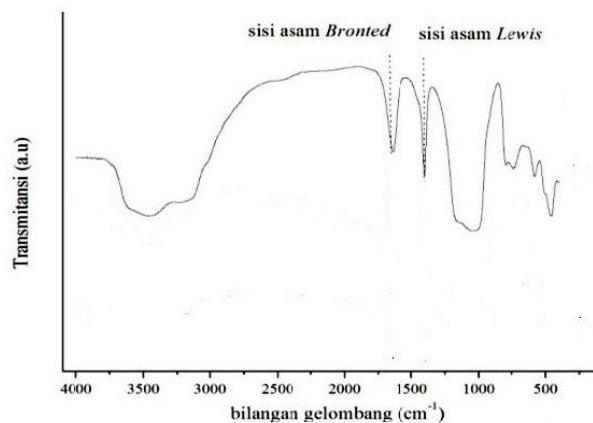
Analisis spektroskopi inframerah mencakup beberapa metode yang berdasarkan atas absorpsi atau refleksi dari radiasi elektromagnetik. Spektrum inframerah berada di antara daerah sinar tampak dan daerah *microwave*. Daerah spektrum yang paling baik digunakan untuk berbagai keperluan praktis dalam kimia organik adalah antara $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Rentang bilangan gelombang inframerah dibagi dalam tiga daerah inframerah jauh ($200\text{-}10\text{ cm}^{-1}$), inframerah tengah ($4000\text{-}200\text{ cm}^{-1}$), dan inframerah dekat ($12500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$) (Watson, 2009). Sistem instrumentasi FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Sistem instrumentasi spektroskopi FTIR (1) sumber cahaya inframerah (2) spektrometer, terdiri dari interferometer, sampel, dan detektor (3) penguat dan *Analog to Digital Converter* (4) port printer (5) komputer (6) periferal I/O terdiri dari monitor, printer, hard disk (Suseno dan Firdausi, 2008).

Instrumen inframerah transformasi *fourier* (*Fourier Transform Infra Red*) memiliki prinsip yaitu monokromator digantikan oleh suatu interferometer. Interferometer menggunakan cermin bergerak untuk memindahkan bagian radiasi yang dihasilkan oleh satu sumber, sehingga menghasilkan suatu interferogram yang dapat diubah dengan menggunakan suatu persamaan yang disebut “Transformasi *Fourier*” untuk mengekstraksi spektrum dari suatu seri frekuensi yang bertumpang tindih (Watson, 2009).

Contoh hasil analisis FTIR pada Gambar 2.6 dapat dilihat bahwa pada katalis zeolit Y memiliki situs asam Lewis dan Bronsted. Pada H/ZY ditunjukkan adanya puncak bilangan gelombang yang menunjukkan sisi asam Lewis dan Bronsted yang disajikan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.6 Contoh spektra FTIR H/ZY (Shofa, 2017)

Tabel 2.2 Bilangan gelombang sisi asam Lewis dan Bronsted

No	Bilangan gelombang (cm^{-1})		Referensi
	Asam Lewis	Asam Bronsted	
1	1401,25	1635,65	Shofa (2017)
2	1440-1450	1535-1550	Comelli <i>et al.</i> (2013)
3	1450	1550-1640	Ryczkowski (2001)

Nurlitasari *et al.* (2014) menyatakan bahwa hasil analisis spektra FTIR dari senyawa α -pinena sesuai yang disajikan pada Tabel 2.3. Sedangkan menurut Amalia *et al.* (2015) hasil analisis spektra FTIR senyawa α -pinena disajikan pada Tabel 2.4.

Tabel 2.3 Contoh interpretasi spektra FTIR α -pinena (Nurlitasari *et al.*, 2014)

No	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Interpretasi
1	2916,37	C-H alifatik
2	1658,78	C=C
3	1442,75	CH ₂
4	1373,22	CH ₃

Tabel 2.4 Contoh interpretasi spektra FTIR α -pinena (Amalia *et al.*, 2015)

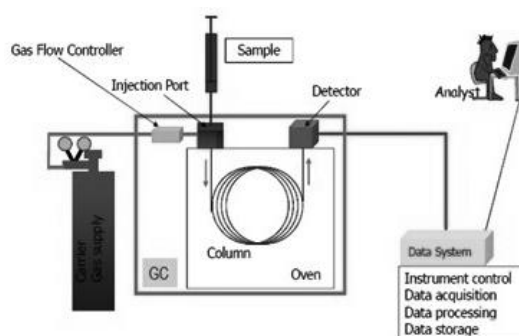
No	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Interpretasi
1	2870,80	C-H alifatik
2	1735,93	C=C
3	1442,75	CH ₂
4	1373,22	CH ₃

2.9.2 Gas Chromatography (GC)

Kromatografi pada dasarnya merupakan metode pemisahan yang melibatkan dua macam fasa, yaitu fasa gerak (*mobile phase*) dan fasa diam (*stationary phase*). Dalam kromatografi gas yang bertindak sebagai fasa gerak adalah gas, sedangkan yang berfungsi sebagai fasa diam adalah suatu padatan. Komponen-komponen suatu campuran dilewatkan pada fasa diam yang dibawa oleh aliran fasa gerak. Proses pemisahannya berdasarkan pada perbedaan laju pergerakan antar komponen-komponen dalam sampel.

Campuran yang dipisahkan dengan metode ini harus mudah menguap. Kromatografi gas dapat digunakan untuk analisis kuantitatif secara organik. Cuplikan dalam bentuk uap dapat dibawa oleh aliran gas ke dalam kolom pemisahan, hasil pemisahan dapat dianalisis dengan kromatografi ini. Jumlah puncak menunjukkan jumlah senyawa yang terdapat dalam cuplikan sedangkan

luas permukaan menunjukkan konsentrasi senyawa (Hendayana *et al.*, 1994). Sistem instrumentasi kromatografi gas dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Sistem instrumentasi *Gas Chromatography* (Al-Bukhaiti *et al.*, 2017)

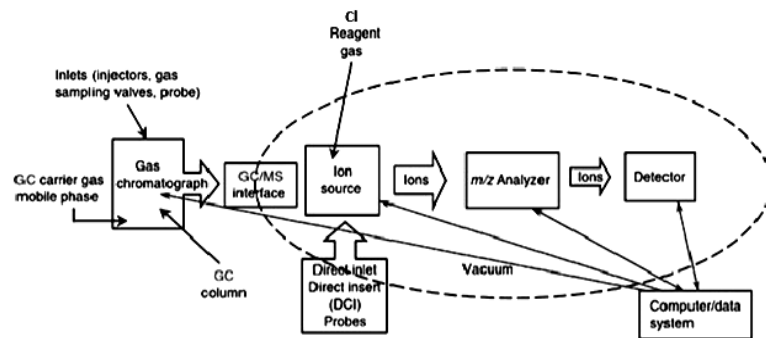
Prinsip kerja kromatografi gas adalah sampel diinjeksikan ke dalam injektor, sampel yang telah diuapkan masuk ke dalam kolom, kemudian komponen-komponen tersebut terdistribusi dalam keseimbangan antara fasa diam dan fasa gerak. Di dalam kolom akan terjadi pemisahan komponen-komponen cuplikan. Setelah melewati kolom, komponen yang keluar dari kolom diterima oleh detektor dan dideteksi oleh detektor, sinyalnya akan terekam oleh rekorder dalam bentuk kromatogram. Contoh hasil analisis GC pada senyawa α -pinena dapat dilihat pada Tabel 2.5

Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Referensi
2,175	98,10	Shofa (2017)
2,175	98,10	Purwodiningsih (2016)
5, 201	87,84	Nurlitasari, <i>et al.</i> (2014)
5,106	94,96	Ariani dan Wijayati (2015)
5,087	86,74	Pratigto, <i>et al.</i> (2015)

2.9.3 *Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)*

GC-MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Analisis Kromatografi Gas dapat digunakan untuk sampel gas maupun cair, yang diinjeksikan ke dalam

aliran gas inert sebagai fasa geraknya. Sampel kemudian dialirkan oleh gas pembawa menuju kolom kapiler, dimana komponen sampel akan terpisah berdasarkan kemampuan mereka untuk berinteraksi dengan fasa gerak (gas pembawa) serta fasa diam (material penyusun kolom kapiler). Kolom kromatografi gas dihubungkan langsung dengan spektrometer massa sebagai detektor (Hendayana *et al.*, 1994). Sistem instrumentasi GC-MS dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Sistem instrumentasi GC-MS (Sparkman *et al.*, 2011).

Prinsip kerja GC-MS didasarkan pada perbedaan kepolaran dan massa molekul sampel yang dapat diuapkan. Sampel yang berupa cairan atau gas langsung diinjeksikan ke dalam injektor, jika sampel berbentuk padatan maka harus dilarutkan pada pelarut yang dapat diuapkan. Aliran gas yang mengalir akan membawa sampel yang teruapkan untuk masuk ke dalam kolom. Komponen-komponen yang ada pada sampel akan dipisahkan berdasarkan partisi diantara fase gerak (gas pembawa) dan fase diam (kolom). Hasilnya adalah berupa molekul gas yang kemudian akan diionisasikan pada spektrofotometer massa sehingga molekul gas itu akan mengalami fragmentasi yang berupa ion-ion positif. Ion akan memiliki rasio yang spesifik antara massa dan muatannya.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Analisis data meliputi FTIR, GC, dan GC-MS dilakukan di Laboratorium 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 variasi temperatur (25, 40, 50 °C), waktu reaksi (1, 2, 3, dan 4 jam), serta variasi massa katalis TCA/zeolit Y (100, 300 dan 500 mg).

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat yang dipakai dalam penelitian ini adalah hasil produk dari reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan TCA/zeolit Y meliputi konversi dan selektivitas hasil reaksi.

3.2.3 Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol merupakan variabel yang dapat mempengaruhi produk hasil reaksi karena selama reaksi berlangsung berada pada keadaan konstan sampai reaksi selesai tetapi dapat dikendalikan, sehingga dianggap tidak memberikan hasil yang berbeda selain dari perlakuan variabel bebas. Variabel yang dikontrol dalam penelitian ini adalah perbandingan rasio mol jumlah antara α -pinena: anhidrida asetat sebesar 1:30, konsentrasi katalis yaitu 35%, dan kecepatan pengadukan yaitu 350 rpm dalam melangsungkan reaksi.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, oven, satu set alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan (labu alas bulat, kolom virgeux, kondensor, termometer, mantel, labu jantung, pompa vacuum), neraca analitik, corong pisah, labu alas bulat leher tiga, *hotplate*, *magnetic stirrer*, *centrifuge*, krus porselen, desikator, *furnace*, *Gas Chromatography (GC) Agilent 6820*, *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) QP-2010 SE*, dan *Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400 S*.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak terpenin (Perum Perhutani Unit 1 Jawa Tengah), anhidrida asetat (Panreac; Mr = 102,09; kadar 99%), diklorometana (Merck; Mr = 84,93 g/mol; kadar 99%), aquades, NH₄-Zeolit Y (Riogen, Si/Al = 2,55; kadar 98%), TCA (Merck; Mr = 163,38 g/mol; kadar = 99%), Na₂SO₄ anhidrat (Merck; Mr = 142,04 g/mol; kadar 96%), NaHCO₃ jenuh, NH₃ (Merck; kadar 25%), dan gas N₂.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi katalis TCA/zeolit Y (Wijayati *et al.*, 2011; Alwash *et al.*, 2013 dimodifikasi).

Preparasi katalis dimulai dengan mengaktivasi zeolit Y. Zeolit Y yang digunakan adalah NH₄-Zeolit Y. Sebanyak 50 g NH₄-Zeolit Y dikalsinasi dalam *furnace* pada temperatur 550°C selama 5 jam. Selanjutnya 3,5 g asam trikloroasetat dilarutkan dalam 25 mL aquades kemudian dipanaskan di atas *hotplate* sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan ditambah 10 g H-zeolit Y pada suhu 80°C selama 5 jam. Kecepatan pengadukan yang digunakan yaitu 250 rpm. Slury yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 4 jam kemudian dikalsinasi kembali pada temperatur 550 °C selama 5 jam menggunakan *furnace*. Katalis TCA/zeolit Y diuji keasamannya dengan metode gravimetri. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FT-IR.

3.4.2 Penentuan keasaman (Musta, 2010 dimodifikasi)

Keasaman yang ditentukan dalam penelitian ini merupakan keasaman total yang ditentukan dengan cara gravimetri. Mula-mula krus porselen kosong dioven selama 1 jam pada temperatur 110 °C. Setelah dioven, krus ditimbang dan beratnya dicatat sebagai W1. Sampel katalis seberat 0,1 gram dimasukkan ke dalam krus porselen tersebut dan krus dioven kembali pada suhu 110 °C selama 1 jam. Berat krus porselen berisi sampel ditimbang dan beratnya dicatat sebagai W2. Krus berisi sampel kemudian dimasukkan ke dalam desikator dan divakumkan menggunakan pompa vakum selama 30 menit. Selanjutnya kran selang yang berasal dari larutan amonia 25% yang telah dipanaskan dibuka kemudian uap amonia yang berasal dari larutan amonia 25% tersebut akan mengalir ke desikator sampai uap di dalam desikator penuh. Kran desikator ditutup dan desikator dibiarkan selama 24 jam agar gas amonia teradsorpsi secara sempurna. Kemudian krus porselen yang berisi sampel diangin-anginkan dan setelah itu beratnya ditimbang sebagai W3. Rangkaian alat uji keasaman menggunakan metode gravimetri disajikan pada Gambar 3.1. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FT-IR. Penentuan keasaman dapat dihitung menggunakan persamaan (3.1).



Gambar 3.1 Rangkaian alat uji keasaman metode gravimetri

$$\text{Keasaman} = \frac{(W3-W2)}{(W2-W1).M} \quad (3.1)$$

Keterangan :

W1 = Berat krus porselen kosong setelah dipanaskan (gram)

W2 = Berat krus porselen berisi sampel setelah dipanaskan (gram)

W_3 = Berat krus porselen setelah adsorpsi (gram)

M = Berat molekul NH_3 (g/mol)

3.4.3 Isolasi α -pinena dari Minyak Terpentin (Wijayati *et al.*, 2017)

Minyak terpentin sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan disaring menggunakan kertas saring. Selanjutnya ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat padat sedikit demi sedikit untuk mengikat air di dalam minyak sampai Na_2SO_4 anhidrat padat tidak menggumpal lagi dan disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapan dengan minyak. Minyak terpentin yang sudah bebas air dimasukkan ke dalam labu alas bulat lalu dipasang dengan alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan kemudian dipanaskan pada temperatur 70-90 °C dengan tekanan sistem 120 mmHg (dapat dilihat pada Gambar 3.2). Selanjutnya, memulai destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Pertama merangkai alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Labu alas bulat diletakkan di atas mantel atau pemanas selanjutnya memasukkan minyak terpentin yang sudah bebas air ke dalam labu alas bulat dan disambungkan dengan kolom virgeux. Selanjutnya kolom virgeux disambungkan dengan kondensor dan hasil destilat ditampung pada labu jantung serta pompa vacum dipasang pada alat destilasi. Hasil destilasi diuji dengan *Gas Chromatography* (GC) dan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR).



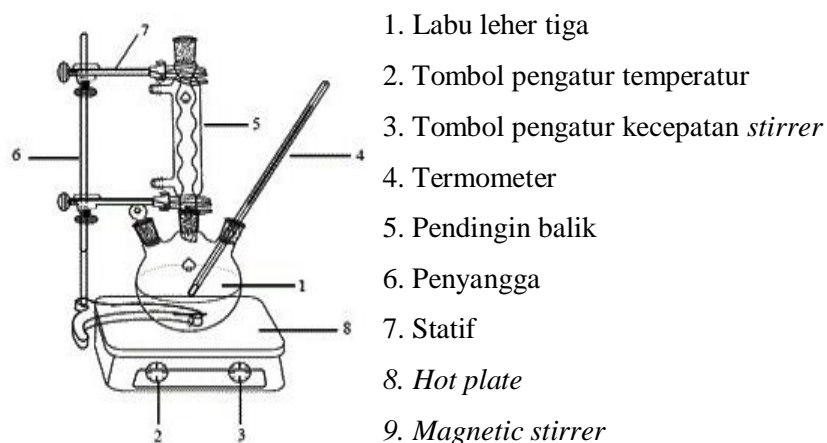
Gambar 3.2 Rangkaian alat destilasi fraksinasi pengurangan tekanan

3.4.4. Reaksi Esterifikasi α -pinena dengan katalis TCA/zeolit Y (Liu *et al.*, 2008; Wijayati, *et al.*, 2018 dimodifikasi)

Senyawa α -pinena yang diperoleh dari hasil isolasi minyak terpenin diambil sebanyak 0,8 mL ditambahkan 12,5 mL anhidrida asetat; 5 mL aquades; dan 10 mL diklorometana, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga (dapat dilihat pada Gambar 3.3). Labu dilengkapi dengan termometer dan *magnetic stirrer*. Selanjutnya campuran diaduk sambil dipanaskan sesuai variasi temperatur, waktu, dan massa katalis. Reaksi esterifikasi α -pinena dilakukan pada variasi temperatur 25, 40, dan 50 °C dengan penambahan katalis TCA/zeolit Y sebanyak 500 mg setelah suhu tercapai. Selama reaksi berlangsung diambil cuplikan 1 mL sampel setelah 1, 2, 3, dan 4 jam pada variasi temperatur supaya diperoleh temperatur optimum. Campuran hasil reaksi kemudian dipisahkan dari katalis dengan *centrifuge* selama 10 menit dengan kecepatan pengaduk 350 rpm. Campuran hasil reaksi yang telah dipisahkan dari katalis diekstraksi dengan 9 mL diklorometana 99% menggunakan corong pisah. Setelah pemisahan, fase organik (lapisan bawah) dicuci dengan aquades dan larutan NaHCO₃ jenuh untuk menetralkan campuran (pH = 7). Kemudian ditambahkan dengan Na₂SO₄ anhidrat padat sedikit demi sedikit sampai Na₂SO₄ anhidrat padat tidak menggumpal lagi kemudian disaring untuk memperoleh larutan organik yang murni lalu dialiri gas N₂ untuk menguapkan sisa pelarut. Reaksi esterifikasi α -pinena juga dilakukan pada variasi massa katalis TCA/zeolit Y 100, 300, 500 mg pada temperatur optimum supaya diperoleh penambahan massa katalis optimum. Hasil diuji dengan FTIR, GC, dan GC-MS. Kemudian ditentukan konversi (K) menggunakan persamaan (3.2) dan selektivitasnya (S) menggunakan persamaan (3.3) dari hasil analisis GC.

$$K = \frac{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}} - (\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{akhir}}}{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}}} \times 100\% \quad (3.2)$$

$$S = \frac{\text{peak area GC produk}}{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}} - (\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{akhir}}} \times 100\% \quad (3.3)$$



Gambar 3.2 Rangkaian alat refluks (Daryono, 2015)

3.5 Karakterisasi dan Instrumentasi

3.5.1 Analisis penentuan situs asam pada katalis TCA/zeolit Y menggunakan FT-IR

Analisis ini digunakan untuk mengetahui jenis situs asam Bronsted dan situs asam Lewis pada katalis TCA/zeolit Y dengan metode padatan (serbuk). Sebanyak 0,2 mg katalis TCA/zeolit Y yang akan dianalisis dihomogenkan dengan 200 mg KBr (perbandingan 1%) kemudian ditekan dengan tekanan 2000 psi hingga menjadi pelet yang tipis dan transparan. Pelet tersebut diletakkan dalam sel dan dianalisis pada bilangan gelombang $4000-500\text{ cm}^{-1}$. Pada analisis menggunakan FTIR akan diperoleh data berupa pita serapan bilangan gelombang. Menurut Shofa *et al.* (2017) katalis zeolit Y memiliki situs asam Lewis dan Bronsted yang ditunjukkan adanya puncak pada $1401,25$ dan $1639,65\text{ cm}^{-1}$. Menurut Ryczkowski (2001) adanya sisi asam Lewis dapat muncul pada puncak kisaran 1450 cm^{-1} , sedangkan sisi asam Bronsted muncul pada puncak kisaran $1550-1640\text{ cm}^{-1}$.

3.5.2 Analisis gugus fungsi senyawa α -pinena menggunakan FTIR dan GC

3.5.2.1 Analisis gugus fungsi senyawa α -pinena menggunakan FTIR

Analisis ini digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada senyawa α -pinena dan hasil reaksi esterifikasi α -pinena. Sampel cair dipipet kemudian diteteskan ke dalam sel inframerah berjendela kristal KBr. Meneteskan sedikit

cairan sampel yang akan diukur pada satu bagian jendela KBr, kemudian memasang satu bagian jendela KBr lagi sehingga cairan merata pada permukaan jendela. Menyiapkan jendela KBr pada holder dan selanjutnya dianalisis. Pada analisis senyawa α -pinena menggunakan FTIR dihasilkan data berupa pita serapan bilangan gelombang. Nurlitasari *et al.* (2014) menyatakan bahwa hasil analisis spektra FTIR dari senyawa α -pinena puncak $2916,37\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan C-H alkana; puncak $1658,78\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya rentangan C=C alkana; puncak $1442,75\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus CH_2 ; dan puncak $1373,22$ gugus CH_3 .

3.5.2.2 Analisis kromatogram senyawa α -pinena menggunakan GC

Alat GC dioptimasi terlebih dahulu yaitu dengan kondisi suhu injektor 240°C , suhu detektor 240°C , suhu kolom 80°C , jenis detektor FID, gas pembawa He, kecepatan alir gas $2,6\text{ mL}/\text{menit}$. Setelah optimasi dilakukan maka alat GC siap untuk digunakan. Sebanyak $1\ \mu\text{L}$ produk reaksi diinjeksikan dengan syringe pada alat GC. Pada hasil analisis menggunakan GC pada senyawa α -pinena diperoleh data berupa kromatogram waktu retensi. Senyawa α -pinena muncul pada waktu retensi 2,175 menit (Purwodiningsih, 2016), 5,201 menit (Nurlitasari, *et al.* 2014); 5,106 menit (Ariani dan Wijayati, 2015); 5,087 menit (Pratigto, *et al.* 2015).

3.5.3 Analisis jumlah dan struktur senyawa produk hasil esterifikasi α -pinena menggunakan GC-MS

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena dianalisis dengan menggunakan GC-MS. GC-MS dioptimasi terlebih dahulu dengan kondisi suhu injektor $250\ ^\circ\text{C}$, suhu kolom $50\ ^\circ\text{C}$, waktu pengambilan sampel 1 menit, gas pembawa He, tekanan $13,0\text{ kPa}$, aliran kolom $0,55\text{ mL}/\text{m}$, total *flow* $79,3\text{ mL}/\text{m}$, jenis pengion *Electron Impact* (EI). Setelah optimasi dilakukan maka GC-MS siap untuk digunakan. Sebanyak $1\ \mu\text{L}$ produk reaksi diinjeksikan dalam instrumen GC-MS. Pada analisis menggunakan GC-MS diperoleh data berupa kromatogram dan spektrum massa.

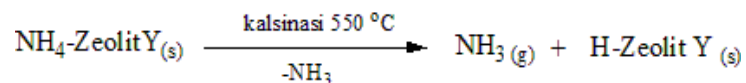
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengkaji pengaruh variasi temperatur, waktu, dan massa katalis paling terhadap transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi menggunakan katalis TCA/zeolit Y. Penelitian ini diawali dengan proses preparasi katalis TCA/zeolit Y dengan menggunakan metode impregnasi. Karakterisasi katalis TCA/zeolit Y meliputi analisis gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR), dan uji keasaman menggunakan metode gravimetri. Selanjutnya isolasi senyawa α -pinena dari minyak terpenin dianalisis menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrofotometer* untuk melihat senyawa penyusun produk. Sedangkan hasil reaksi esterifikasi dianalisa menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrofotometer* untuk melihat senyawa penyusun produk dan *Gas Chromatography* untuk mengetahui komposisi senyawa penyusun produk.

4.1 Preparasi Katalis

Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah NH_4 -Zeolit Y yang berasal dari *Riogen*, Amerika Serikat. Preparasi dilakukan dengan tujuan mengubah material pengemban NH_4 -Zeolit Y menjadi H-Zeolit Y melalui proses kalsinasi selama 5 jam pada suhu 550°C di dalam *furnace*. Kalsinasi NH_4 -Zeolit Y pada temperatur 550°C bertujuan untuk menghilangkan atau menguapkan NH_3 , sehingga ion NH_4^+ yang terikat pada zeolit Y berubah menjadi H^+ . Perubahan ini menyebabkan terbentuknya gugus asam Brönsted, yang berfungsi untuk memodifikasi sifat katalitik dari zeolit Y (Yusnani, 2008). Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Pengembanan TCA pada H-zeolit Y dilakukan dengan metode impregnasi. Metode impregnasi adalah metode penempelan suatu bahan pada material yang memiliki pori dan luas permukaan yang besar dalam pelarut. Katalis TCA/Zeolit Y disajikan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Katalis TCA/zeolit Y

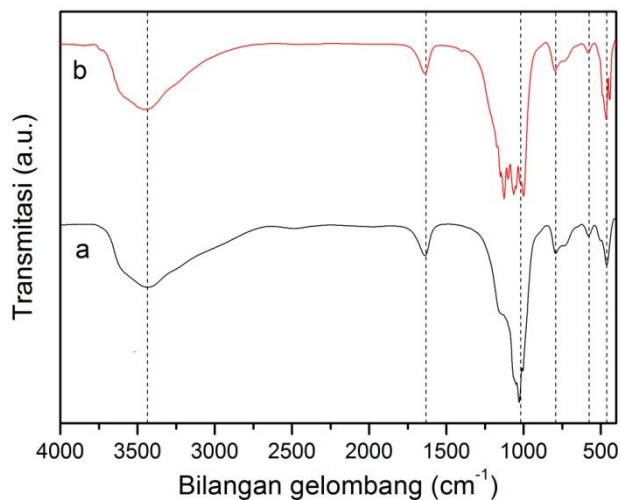
Senyawa TCA merupakan senyawa yang stabil karena mengikat 3 atom klorin sehingga mudah melepaskan gugus $-OH$ dan mudah diperoleh (Martin, 2012), sehingga senyawa ini dipilih untuk diimbaskan dalam zeolit. Asam trikloroasetat (TCA) telah banyak digunakan untuk diimbaskan dalam zeolit yang kemudian dijadikan suatu katalis. Senyawa ini merupakan asam yang cukup kuat karena efek induktif klor yang elektronegatif. Efek suatu gugus elektronegatif di dekat gugus karboksilat dapat memperkuat sifat asam dengan cara mendestabilkan asam itu dan menstabilkan anionnya. Gugus penarik elektron tambahan akan menggandakan efek induktif (Fessenden & Fessenden, 2006). Asam trikloroasetat (TCA) diharapkan dapat meningkatkan keasaman katalis secara maksimal dimana semakin besar situs asam yang ada dalam katalis maka akan semakin baik aktivitas dari katalis tersebut.

4.2. Hasil Karakterisasi Katalis

4.2.1 Hasil Analisis gugus fungsi katalis dengan FTIR

Analisis menggunakan spektrometer inframerah pada katalis untuk mengetahui adanya gugus fungsi pada H-zeolit Y dan TCA/zeolit Y serta untuk mengetahui terbentuknya struktur kerangka aluminasilikat zeolit. Spektra yang dihasilkan berupa pita-pita serapan, letak pita serapan dalam spektra IR dinyatakan dengan bilangan gelombang (cm^{-1}), sedangkan intensitas pita serapan dinyatakan dengan persen transmitansi (%T). Analisis FTIR dilakukan mulai dari bilangan gelombang $4000-300\ cm^{-1}$ pada rentang bilangan gelombang tersebut terdapat gugus fungsi serta sidik jari yang dimiliki oleh zeolit.

Hasil spektra IR katalis H-zeolit Y dan TCA/zeolit Y disajikan pada Gambar 4.2 dan interpretasinya pada Tabel 4.1



Gambar 4.2 Spektra IR (a) H-zeolit Y (b) TCA/zeolit Y

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan beberapa serapan gugus fungsi pada katalis H-zeolit Y yaitu serapan ikatan ulur O-H pada bilangan gelombang 3436 cm^{-1} , vibrasi tekuk O-H muncul pada bilangan gelombang 1637 cm^{-1} , vibrasi ulur asimetri O-Si-O/O-Al-O pada bilangan gelombang 1029 cm^{-1} , vibrasi ulur simetri O-Si-O/O-Al-O pada bilangan gelombang 791 cm^{-1} , *double ring* muncul pada bilangan gelombang 577 cm^{-1} dan vibrasi tekuk Si-O/Al-O pada bilangan gelombang 462 cm^{-1} . Sedangkan pada katalis TCA/zeolit Y juga tampak serapan gugus fungsi yang tidak jauh berbeda dengan serapan gugus fungsi H-zeolit Y. Pada katalis TCA/zeolit Y tampak serapan ikatan ulur O-H pada bilangan gelombang 3468 cm^{-1} , vibrasi tekuk O-H muncul pada bilangan gelombang 1637 cm^{-1} , vibrasi ulur asimetri O-Si-O/O-Al-O pada bilangan gelombang 1049 cm^{-1} , ikatan tunggal karbon oksigen C-O muncul pada bilangan gelombang 1099 cm^{-1} , vibrasi ulur simetri O-Si-O/O-Al-O pada bilangan gelombang 795 cm^{-1} , *double ring* muncul pada bilangan gelombang 579 cm^{-1} dan vibrasi tekuk Si-O/Al-O pada bilangan gelombang 465 cm^{-1} . Hasil serapan IR pada katalis H-zeolit Y dan TCA/zeolit Y disajikan pada Tabel 4.1.

Pada struktur zeolit diketahui karakter aluminosilikat terdapat jaringan internal dan eksternal, yang merupakan jaringan internal zeolit ditunjukkan pada

daerah serapan sekitar $500\text{-}420\text{ cm}^{-1}$, $820\text{-}650\text{ cm}^{-1}$, dan $1250\text{-}950\text{ cm}^{-1}$ (Zahro *et al.*, 2014). Spektra IR yang menunjukkan vibrasi tekuk Si-O/Al-O muncul pada bilangan gelombang $420\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada bilangan gelombang $3200\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur gugus -OH. Vibrasi cincin ganda zeolit Y muncul pada bilangan gelombang antara $580\text{-}610\text{ cm}^{-1}$ (Musta, 2010). Cincin ganda merupakan karakter kerangka zeolit pada jaringan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan yang lainnya. Karakter spesifik cincin ganda tersebut ditunjukkan pada daerah serapan $500\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ (Zahro *et al.*, 2014).

Tabel 4.1 Hasil analisis spektra FTIR katalis TCA/zeolit Y

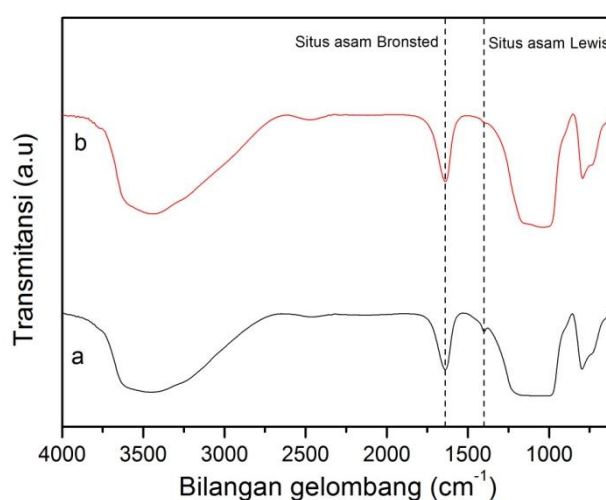
Interpretasi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Referensi
	H-zeolit Y	TCA/zeolit Y	Pembanding	
Vibrasi tekuk Si-O atau Al-O	462	465	458	Musta (2010)
			458	Zahro <i>et al.</i> (2014)
			443-465	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)
			420-500	Sriatun <i>et al.</i> , (2017)
Cincin ganda	577	579	586	Musta (2010)
			574	Zahro <i>et al.</i> , (2014)
			545	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)
			500-650	Sriatun <i>et al.</i> (2017)
Vibrasi ulur simetri O-Si-O atau O-Al-O	791	795	818	Musta (2010)
			713	Zahro <i>et al.</i> (2014)
			695	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)
			650-850	Sriatun <i>et al.</i> (2017)
Vibrasi ulur asimetri O-Si-O atau O-Al-O	1029	1049	1031	Musta (2010)
			1049	Zahro <i>et al.</i> , (2014)
			1010-1019	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)
			900-1250	Sriatun <i>et al.</i> (2017)
Ikatan ulur O-H	3436	3468	3437	Musta (2010)
			3447	Zahro <i>et al.</i> , (2014)
			3365-3489	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)
Vibrasi tekuk O-H	1637	1637	1647	Zahro <i>et al.</i> , (2014)
			1637	Ahmedzeki <i>et al.</i> , (2016)

Berdasarkan Gambar 4.2 dan Tabel 4.1 tidak ada perubahan ketajaman bilangan gelombang yang signifikan. Secara umum keduanya memiliki gugus fungsi yang sama. Pada katalis TCA/zeolit Y terdapat ikatan tunggal karbon oksigen C-O pada bilangan gelombang 1099 cm^{-1} yang berasal dari TCA (Pavia *et*

al., 2001). Vibrasi ulur gugus C-Cl pada katalis TCA/zeolit Y tidak tampak pada struktur katalis karena vibrasi ulur gugus Cl-C adalah 830 cm^{-1} (Avila *et al.*, 2010). Hal ini disebabkan kelemahan dari metode impregnasi yang digunakan. Pada metode impregnasi seharusnya tidak dilakukan kalsinasi kembali setelah slury dioven. TCA memiliki titik didih 196°C sehingga dapat menguap ketika dilakukan kalsinasi kembali.

4.2.2 Penentuan Keasaman Katalis

Keasaman merupakan salah satu faktor penting dalam penggunaan zeolit sebagai katalis. Uji keasaman katalis pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode gravimetri dengan amonia sebagai basa adsorbat. Jumlah situs asam dengan amonia sebagai basa adsorbat memberikan jumlah situs asam total katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul NH_3 yang kecil kemungkinan masuk sampai ke dalam pori-pori katalis (Kadarwati *et al.*, 2013) Hasil pengukuran keasaman katalis menggunakan metode gravimetri dengan amonia sebagai basa adsorbatnya. Dari hasil perhitungan diperoleh keasaman katalis H-zeolit Y sebesar $2,29\text{ mmol/g}$ dan TCA/zeolit Y sebesar $1,21\text{ mmol/g}$. Adanya pengembunan asam trikloroasetat menyebabkan penurunan keasaman pada katalis TCA/zeolit Y. Hal ini dikarenakan basa adsorbat yang digunakan adalah amonia. Hasil spektra IR untuk uji keasamaan disajikan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Spektra IR uji keasaman (a) TCA/zeolit Y (b) H-zeolit Y

Penentuan sifat asam Bronsted atau asam Lewis untuk tiap adsorben maupun suatu katalis bergantung pada sifat dari permukaan adsorben maupun suatu katalis tersebut. Jenis situs asam dalam sampel katalis ditentukan dengan menggunakan FTIR-adsorpsi amonia.

Asam Bronsted (donor proton) atau asam Lewis (akseptor pasangan elektron) dari hasil penelitian mengenai uji keasaman dengan metode adsorpsi amonia dari Gould & Bingjun (2018) sisi asam Lewis muncul pada puncak 1440 cm^{-1} sedangkan puncak pada 1545 cm^{-1} menunjukkan adanya asam Bronsted. Adanya sisi asam Lewis dapat muncul pada puncak 1450 cm^{-1} dan sisi asam Bronsted muncul pada puncak kisaran $1550\text{-}1640\text{ cm}^{-1}$ Ryczkowski (2001). Comelli *et al.* (2013) menunjukkan sisi asam Lewis dan Bronsted muncul pada puncak kisaran $1440\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$ dan $1550\text{-}1640\text{ cm}^{-1}$. Menurut Osman *et al.* (2017) sisi asam Lewis juga muncul pada puncak 1440 cm^{-1} dan sisi asam Bronsted muncul pada 1550 cm^{-1} .

Tabel 4.2 Hasil analisis situs asam Lewis dan Bronsted pada katalis

Situs asam	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Referensi
	H-zeolit Y	TCA/zeolit Y	Pembanding	
Asam Lewis	-	1400	1450	Ryczkowitzki (2001)
			1440-1450	Comelli <i>et al.</i> (2013)
			1440	Osman <i>et al.</i> (2017)
			1440	Gould & Bingjun (2018)
Asam Bronsted	1639	1639	1550-1640	Ryczkowitzki (2001)
			1550-1640	Comelli <i>et al.</i> (2013)
			1550	Osman <i>et al.</i> (2017)
			1545	Gould & Bingjun (2018)

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat disimpulkan bahwa katalis H-zeolit Y memiliki serapan pada bilangan gelombang 1639 cm^{-1} dan katalis TCA/zeolit Y memiliki serapan pada bilangan gelombang 1639 cm^{-1} yang merupakan serapan karakteristik dari situs asam Bronsted. Katalis TCA/zeolit Y memiliki serapan pada bilangan gelombang 1400 cm^{-1} yang merupakan situs asam Lewis. Pada katalis H-zeolit Y tidak memunculkan adanya asam Lewis. Hal ini dikarenakan

menggunakan basa adsorbat amonia. Amonia merupakan donor proton sehingga memunculkan situs asam Bronsted. Perbedaan situs asam Lewis dan situs asam Bronsted disajikan pada Tabel 4.2.

4.3 Analisis α -pinena

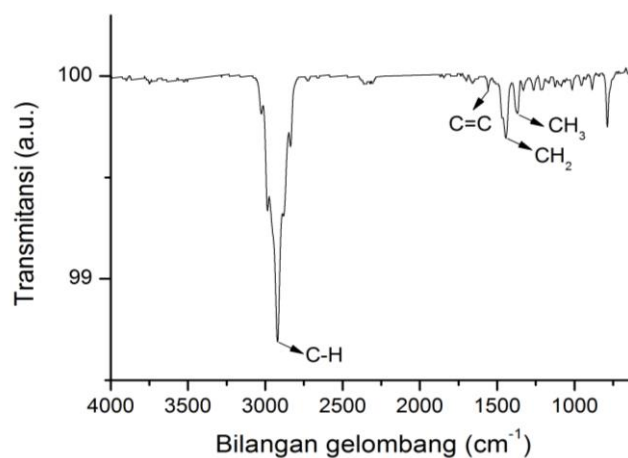
Bahan dasar α -pinena yang digunakan dalam penelitian ini merupakan minyak terpentin yang berasal dari Perum Perhutani Unit 1 Jawa Tengah dan diisolasi dengan cara destilasi pengurangan tekanan. Isolasi α -pinena dari minyak terpentin dilakukan sebanyak tiga kali dengan masing-masing 500 mL minyak terpentin yang menghasilkan destilat sebanyak 260 mL. Kemudian hasil destilat diredestilasi menghasilkan redestilat sebanyak 80 mL. Gambar hasil identifikasi fisik senyawa α -pinena disajikan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil destilat minyak terpentin

Minyak terpentin didestilasi menggunakan destilasi pengurangan tekanan untuk memisahkan senyawa α -pinena dari komponen lain. Pengurangan tekanan dengan vakum diperlukan karena destilasi pada tekanan atmosfer dan suhu tinggi dapat menyebabkan dekomposisi. Hasil identifikasi sifat fisik senyawa α -pinena hasil isolasi dari minyak terpentin berwujud cair, tidak berwarna, dan memiliki bau khas terpentin.

Analisis struktur senyawa α -pinena dilakukan menggunakan spektrofotometer inframerah. Analisis ini didasarkan pada serapan gugus fungsi pada bilangan gelombang tertentu. Hasil analisis FT-IR senyawa α -pinena disajikan pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.3.

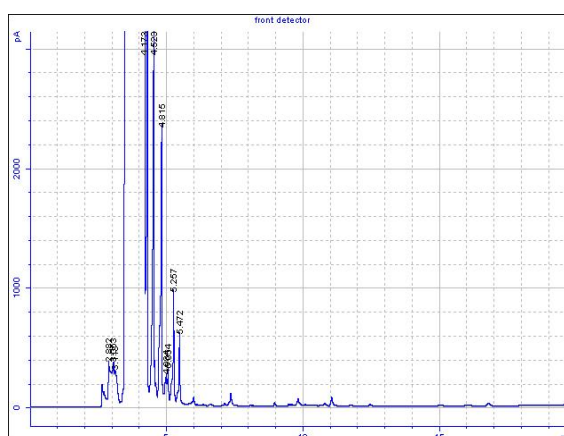
Gambar 4.5 Spektra IR senyawa α -pinenaTabel 4.3 Hasil analisis spektra FTIR senyawa α -pinena

Interpretasi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Referensi
	Hasil	Pembandingan	
Rentangan C-H alifatik	2911	2916	Nurlitasari <i>et al.</i> (2014)
		2870	Amalia <i>et al.</i> (2015)
		2916	Pratigto <i>et al.</i> (2015)
		2820-2980	Masruri <i>et al.</i> (2016)
Rentangan C=C	1558	1658	Nurlitasari <i>et al.</i> (2014)
		1735	Amalia <i>et al.</i> (2015)
		1651	Pratigto <i>et al.</i> (2015)
		1650	Masruri <i>et al.</i> (2016)
-CH ₂	1441	1442	Nurlitasari <i>et al.</i> (2014)
		1442	Amalia <i>et al.</i> (2015)
		1442	Pratigto <i>et al.</i> (2015)
		1442	Masruri <i>et al.</i> (2016)
-CH ₃	1397	1373	Nurlitasari <i>et al.</i> (2014)
		1373	Amalia <i>et al.</i> (2015)
		1373	Pratigto <i>et al.</i> (2015)
		1371	Masruri <i>et al.</i> (2016)

Gambar 4.5 menunjukkan beberapa serapan karakteristik suatu gugus fungsi. Pada bilangan gelombang 2911 cm^{-1} terjadi serapan yang menunjukkan daerah serapan C-H alifatik, pada bilangan gelombang 1558 cm^{-1} terjadi serapan yang menunjukkan daerah serapan C=C, pada bilangan gelombang 1441 cm^{-1} terjadi serapan yang menunjukkan daerah serapan CH₂, dan pada bilangan gelombang 1397 cm^{-1} terjadi serapan yang menunjukkan daerah serapan CH₃.

Serapan gugus fungsi dari minyak terpenin merupakan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa α -pinena (Fessenden & Fessenden, 2006).

Analisis kadar α -pinena yang terkandung dalam minyak terpenin menggunakan kromatografi gas (GC). Hasil analisis GC senyawa α -pinena yang terkandung dalam minyak terpenin disajikan pada Gambar 4.6 dan interpretasinya pada Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Kromatogram GC senyawa α -pinena hasil isolasi

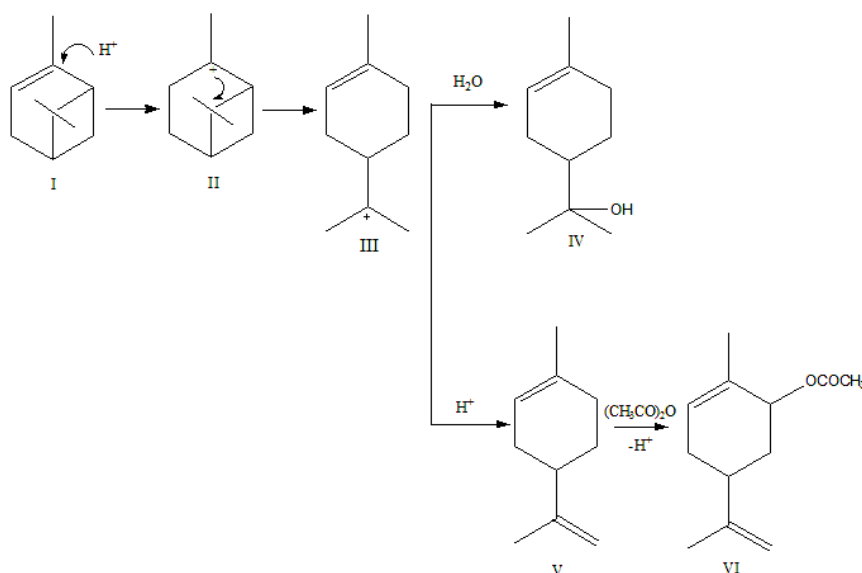
Tabel 4.4. Interpretasi GC senyawa α -pinena hasil isolasi

Puncak	Waktu Retensi (menit)	Kadar (%)
1	2,882	0,11
2	3,053	0,09
3	3,113	0,10
4	4,173	98,65
5	4,523	0,43
6	4,813	0,35
7	4,984	0,04
8	5,054	0,03
9	5,257	0,12
10	5,472	0,07

Pada Gambar 4.6. dapat dilihat bahwa puncak tertinggi terdapat pada waktu retensi 4,173 menit dengan kadar sebesar 98,65%. Puncak ini diyakini merupakan puncak senyawa α -pinena, diperkuat dengan hasil analisis strukturnya menggunakan spektrofotometer inframerah yang menunjukkan beberapa gugus fungsi yang menyusun senyawa α -pinena.

4.4 Analisis Hasil Transformasi α -pinena

Transformasi α -pinena dari minyak terpenin melalui reaksi esterifikasi α -pinena telah dilakukan pada penelitian ini dengan menggunakan katalis TCA/zeolit Y yang bersifat asam. Variasi yang dilakukan dalam reaksi esterifikasi α -pinena adalah variasi waktu (1, 2, 3 dan 4 jam), variasi temperatur (25, 40 dan 50 °C) dan variasi massa katalis (100, 300, dan 500 mg). Selanjutnya produk hasil reaksi dianalisis menggunakan GC dan spektrofotometer inframerah serta GC-MS pada hasil esterifikasi terbaik. Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi α -pinena disajikan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Skema reaksi esterifikasi α -pinena (I) α -pinene (II) pinanyl cation (III) *p*-menthenyl cation (IV) α -terpineol (V) limonene (VI) carvyl acetate

Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi terjadi dua tahapan reaksi menghasilkan senyawa α -terpineol dan karvil asetat. Tahapan pertama senyawa terpineol terbentuk melalui reaksi hidrasi pada penambahan air dan tahapan kedua senyawa α -pinena terjadi isomerisasi menjadi limonen. Selanjutnya bereaksi dengan anhidrida asetat membentuk senyawa karvil asetat.

Hasil analisis transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi menggunakan FTIR disajikan pada Gambar 4.11 yang menunjukkan bahwa spektra IR hasil redestilasi minyak terpenin (Gambar 4.5) telah mengalami perubahan setelah adanya reaksi esterifikasi. Hal ini menandakan bahwa telah

terbentuk senyawa baru. Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan kromatografi gas (GC) dan GC-MS. Kromatogram GC-MS produk reaksi esterifikasi α -pinena disajikan pada Gambar 4.12 dimana telah terbentuk senyawa baru berupa karvil asetat dan terpineol.

4.4.1 Hasil Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada variasi temperatur

Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi dilakukan pada variasi temperatur 25, 40, dan 50 °C. Hasil reaksi esterifikasi selama 1 jam penambahan massa katalis 500 mg dilakukan analisis menggunakan kromatografi gas (GC). Berdasarkan hasil analisis dengan kromatografi gas tampak beberapa puncak yang muncul dari masing-masing sampel. Dari hasil analisis GC dapat dihitung konversi menggunakan persamaan (3.2) dan selektivitas senyawa hasil reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan persamaan (3.3). Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 25 °C disajikan pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 25 °C

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,411	24,85	74,80	
2	5,244	50,90		82,53
3	7,760	11,64		15,78

Berdasarkan tabel 4.5 hasil transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada temperatur 25°C diperkirakan senyawa α -pinena muncul pada waktu retensi 3,411 menit memiliki kadar 24,85% dengan konversi sebesar 74,80%. Pada reaksi ini terbentuk senyawa produk karvil asetat dan terpineol yang muncul pada waktu retensi 5,244 dan 7,760 menit dengan kadar 50,90% dan 11,64%. Selektivitas pada karvil asetat dan terpineol adalah sebesar 82,53% dan 15,78%.

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 40 °C disajikan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 40 °C

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,446	37,92	61,55	
2	5,264	51,62		85,01
3	7,718	5,93		9,77

Berdasarkan Tabel 4.6 hasil transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada temperatur 40°C senyawa α -pinena meningkat yaitu 37,92%. Senyawa senyawa karvil asetat terjadi sedikit kenaikan menjadi 51,2% dan kadar terpineol menurun menjadi 5,93% .Selektivitas pada karvil asetat meningkat yaitu 85,01% dan selektivitas terpineol berkurang menjadi 9,77%. Sedangkan konversi α -pinena menurun yaitu 61,55%.

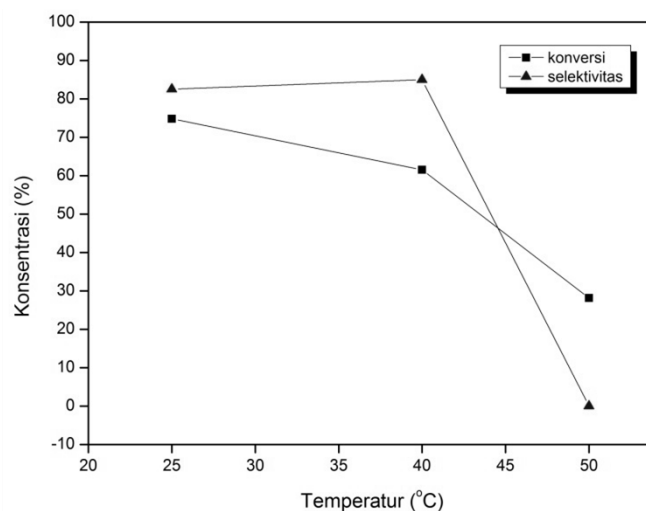
Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 50 °C disajikan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada temperatur 50 °C

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,435	70,85	28,17	
2	7,837	9,45		34,03

Berdasarkan Tabel 4.7 hasil transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada temperatur 40°C senyawa α -pinena semakin meningkat yaitu 70,85% dengan konversi yang semakin menurun menjadi 28,17%. Pada variasi temperatur sebesar 50°C hanya terbentuk senyawa terpineol dengan kadar 9,45% dan selektivitasnya 34,03%. Hal ini dikarenakan saat sebelum mencapai temperatur 50°C reaktan telah mencapai titik didihnya (menguap) sehingga pada temperatur tersebut tidak dihasilkan produk

Pengaruh temperatur terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat disajikan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Pengaruh temperatur terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat

Pada penelitian ini, selektivitas senyawa karvil asetat dengan variasi temperatur 25, 40, dan 50°C diperoleh hasil yang optimum pada pada temperatur 40°C dengan selektivitas sebesar 85,01%. Menurut Amalia *et al.*, (2015) bertambahnya temperatur mengakibatkan gerakan sangat aktif dari reaktan sehingga muncul rintangan antara sisi aktif molekul reaktan dengan situs aktif katalis. Selain itu menurunnya hasil konversi dapat disebabkan oleh kinerja katalis yang menurun akibat dari tertutupnya permukaan katalis oleh molekul-molekul reaktan yang tidak terdesorpsi (Kadarwati *et al.*, 2013).

4.4.2 Hasil Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada variasi waktu

Hasil transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi dilakukan pada variasi temperatur 25, 40, dan 50°C, diperoleh temperatur optimum pada temperatur 40°C. Selanjutnya dilakukan reaksi esterifikasi α -pinena dengan variasi waktu 1, 2, 3, dan 4 jam menggunakan temperatur optimum 40 °C dengan penambahan massa katalis 500 mg dan dianalisis dengan kromatografi gas (GC). Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi waktu 1 jam disajikan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 1 jam

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,446	37,92	61,55	
2	5,264	51,62		85,01
3	7,718	5,93		9,77

Pada reaksi esterifikasi yang berlangsung selama 1 jam, kadar senyawa α -sebesar 37,92% dengan konversi 61,55%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 5,93%. Pada reaksi ini terbentuk produk karvil asetat dengan kadar 51,62% dengan selektivitasnya 85,01%.

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi waktu 2 jam disajikan pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 2 jam

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,449	65,14	33,96	
2	5,221	21,98		65,63
3	7,752	6,05		18,07

Pada reaksi esterifikasi yang berlangsung selama 2 jam, senyawa α -pinena muncul pada waktu retensi 3,449 sebesar 65,14% dengan konversi sebesar 33,96%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 6,05%. Pada reaksi ini terbentuk produk karvil asetat dengan kadar 21,98% dengan selektivitasnya 65,63%.

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi waktu 3 jam disajikan pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 3 jam

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,457	82,77	16,09	
2	5,214	3,50		22,07
3	7,743	6,29		39,69

Pada reaksi esterifikasi yang berlangsung selama 3 jam, senyawa α -pinena muncul pada waktu retensi 3,457 sebesar 82,77% dengan konversi sebesar 16,09%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 6,29%. Pada reaksi ini

terbentuk produk karvil asetat dengan kadar sebesar 3,50% dan selektivitasnya 22,07%.

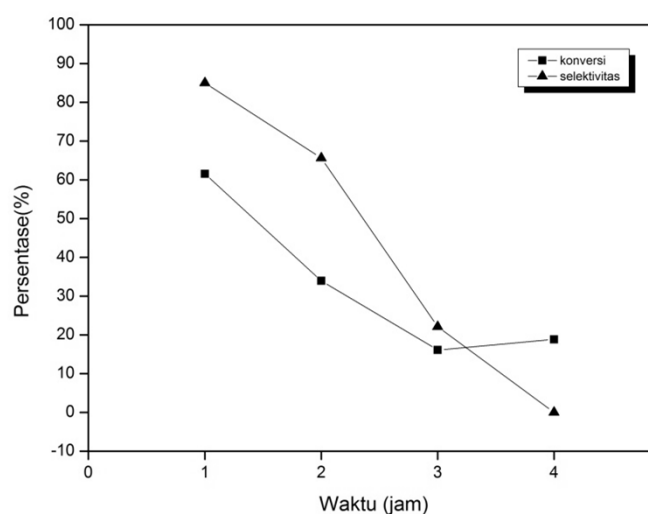
Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi waktu 4 jam disajikan pada Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada waktu 4 jam

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,445	80,04	18,85	
2	7,760	2,62		14,13

Pada reaksi esterifikasi yang berlangsung selama 4 jam, senyawa α -pinena muncul pada waktu retensi 3,445 sebesar 80,04% dengan konversi sebesar 18,85%. Pada reaksi ini hanya terbentuk senyawa terpineol dengan kadar 2,62%.

Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat disajikan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat

Gambar 4.9 menunjukkan pengaruh waktu reaksi terhadap α -pinena dan selektivitas karvil asetat. Berdasarkan hasil yang diperoleh konversi α -pinena terjadi penurunan dengan bertambahnya waktu reaksi. Sedangkan pada selektivitas produk karvil asetat terjadi penurunan dan sedikit kenaikan. Pada penelitian ini, selektivitas senyawa karvil asetat dengan variasi waktu reaksi 1, 2, 3, dan 4 jam diperoleh hasil yang optimum pada pada waktu reaksi 1 jam dengan konversi α -pinena sebesar 61,55 dan selektivitas sebesar 85,01%.

Menurut Diana *et al.*, (2014) dari hasil yang diperoleh seharusnya konversi semakin meningkat dengan bertambahnya waktu. Hal ini disebabkan senyawa α -pinena terus bereaksi dengan reaktan untuk menghasilkan produk selama waktu yang semakin bertambah. Sedangkan selektivitas yang meningkat menandakan bahwa produk yang diinginkan semakin bertambah dan selektivitas yang menurun disebabkan produk yang diinginkan telah mencapai titik maksimum atau mengalami reaksi kimia lebih lanjut sehingga berubah menjadi produk lain (Li *et al.*, 2013). Ketidaksesuaian hasil yang diperoleh disebabkan terjadinya hidrolisis ester. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel yang menghasilkan produk samping berupa air (Fessenden dan Fessenden, 2006). Keberadaan air akan menyebabkan reaksi bergeser ke arah kiri sehingga metil ester akan terhidrolisis. Selain itu, jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil.

4.4.3 Hasil Transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi pada variasi massa katalis

Hasil transformasi α -pinena melalui reaksi esterifikasi dilakukan pada variasi waktu 1, 2, 3, dan 4 jam diperoleh waktu optimum pada waktu reaksi 1 jam. Selanjutnya dilakukan reaksi esterifikasi α -pinena dengan variasi massa katalis 100, 300, dan 500 mg menggunakan temperatur optimum 40 °C dengan waktu reaksi 1 jam. Hasil transformasi α -pinena pada variasi penambahan massa katalis dianalisis dengan kromatografi gas menggunakan kolom HP-5 yang bersifat semi polar-non polar dan sampel yang diinjeksikan pada temperatur injektor 300°C, temperatur kolom 70°C, temperatur detektor 300°C, dan *running* selama 21 menit. Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 100 mg disajikan pada Tabel 4.12.

Tabel 4.12 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 100 mg

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,425	44,32	55,07	
2	5,190	41,41		76,23
3	7,557	8,43		15,52

Pada reaksi esterifikasi dengan penambahan massa katalis 100 mg kadar senyawa α -pinena sebesar 44,32% dengan konversi 55,07%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 8,43%. Pada reaksi ini terbentuk produk karvil asetat dengan kadar 41,41% dengan selektivitasnya 76,23%.

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 300 mg disajikan pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 300 mg

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	2,800	40,99	58,44	
2	5,214	32,62		56,59
3	7,443	8,81		15,28

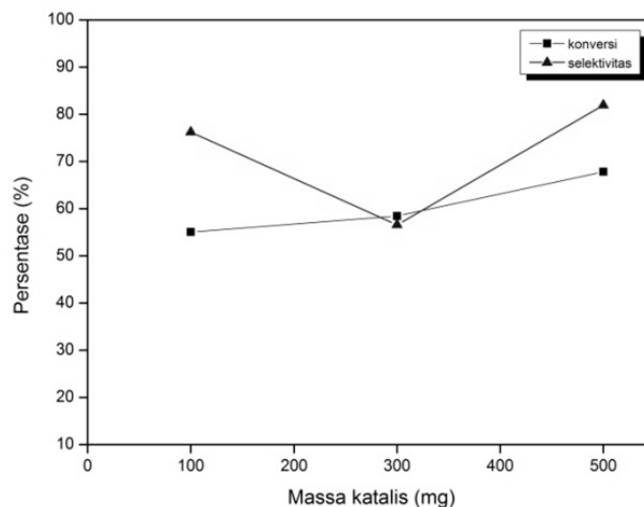
Pada reaksi esterifikasi dengan penambahan massa katalis 300 mg kadar senyawa α -pinena sebesar 40,99% dengan konversi 58,44%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 8,81%. Pada reaksi ini diperkirakan produk reaksi esterifikasi berupa karvil asetat dengan kadar sebesar 32,62% dan selektivitasnya 56,59%.

Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 500 mg disajikan pada Tabel 4.14.

Tabel 4.14 Hasil reaksi esterifikasi α -pinena pada variasi massa katalis 500 mg

No	Waktu retensi (menit)	Kadar (%)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
1	3,403	31,75	67,81	
2	5,182	54,80		81,92
3	7,499	12,33		18,44

Pada reaksi esterifikasi dengan penambahan massa katalis 300 mg kadar senyawa α -pinena sebesar sebesar 31,75% dengan konversi sebesar 67,81%. Senyawa terpineol yang terbentuk sebesar 12,33%. Pada reaksi ini diperkirakan produk reaksi esterifikasi berupa karvil asetat dengan kadar sebesar 54,80% dan selektivitasnya 81,92%. Pengaruh penambahan massa katalis terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat disajikan pada Gambar 4.10



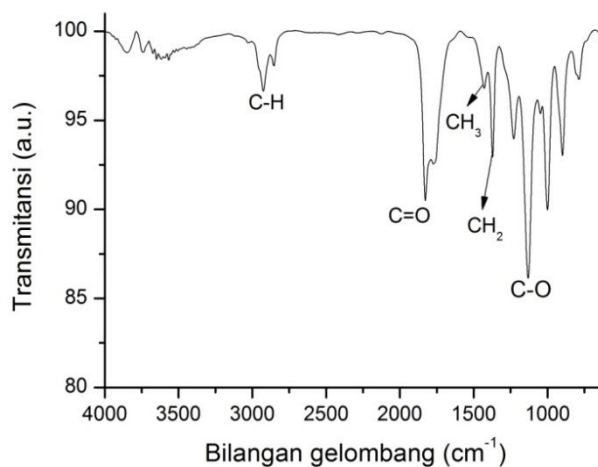
Gambar 4.10 Pengaruh penambahan massa katalis terhadap konversi α -pinena dan selektivitas karvil asetat

Berdasarkan Gambar 4.10 konversi α -pinena semakin meningkat dengan bertambahnya massa katalis yang digunakan. Sedangkan pada selektivitas produk karvil asetat terjadi penurunan dan kenaikan. Pada penelitian ini, penambahan massa katalis optimum yang diperoleh pada penambahan sebesar 500 mg dengan konversi α -pinena sebesar 67,81% dan selektivitas sebesar 81,92%.

Peningkatan jumlah massa katalis mengakibatkan jumlah sisi aktif semakin banyak yang akan memberikan peluang terjadinya reaksi pembentukan produk semakin banyak atau konversi yang semakin tinggi. Semakin banyak katalis yang digunakan, semakin luas permukaan katalis sehingga situs-situs asam pada katalis yang dimanfaatkan selama reaksi semakin banyak dan produk yang dihasilkan semakin besar (Nurlitasari *et al.*, 2014).

4.4.3 Analisis produk transformasi α -pinena dengan FTIR dan GC-MS

Hasil terbaik pada transformasi α -pinena dari minyak terpenin melalui reaksi esterifikasi diperoleh pada kondisi waktu reaksi 1 jam, temperatur 40 °C dan massa katalis 500 g. Untuk mengetahui perkiraan senyawa dan gugus fungsi yang terdapat pada hasil transformasi melalui reaksi esterifikasi dilakukan analisis dengan spektrofotometer inframerah (IR). Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.11 dan interpretasinya pada Tabel 4.15



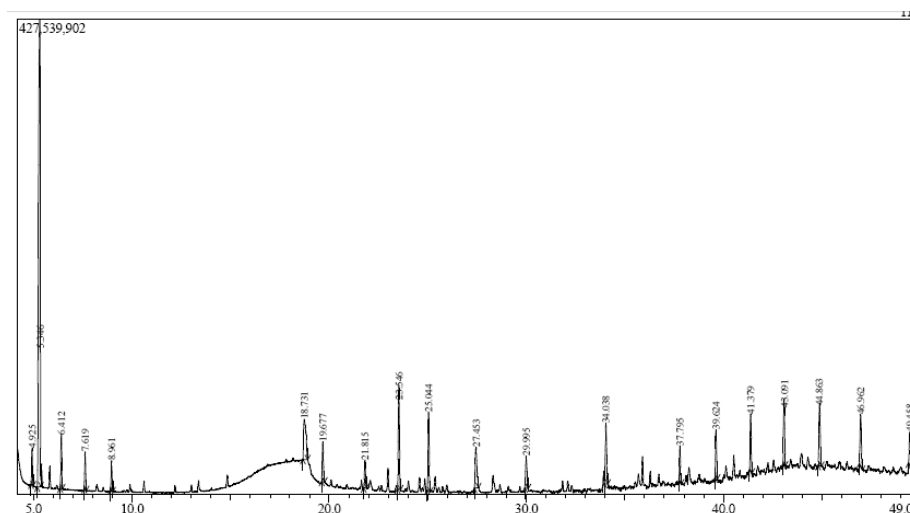
Gambar 4.11 Spektra IR produk

Tabel 4.15 Interpretasi spektra IR produk

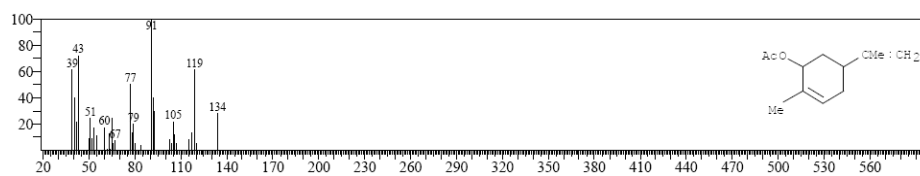
No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Interpretasi
1	2925,43	Rentangan C-H alkana
2	1828,14	Rentangan C=O
3	1429,23	-CH ₂
4	1371,87	-CH ₃
5	1131,66	Rentangan C-O

Hasil analisis menggunakan spektrofotometer inframerah pada Gambar 4.14 dan interpretasinya pada Tabel 4.5 menunjukkan adanya beberapa serapan karakteristik. Puncak 2925,43 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan gugus C-H alkana, puncak 1828,14 cm⁻¹ menunjukkan adanya rentangan C=O dan puncak gugus C-O pada bilangan gelombang 1132 cm⁻¹ yang merupakan serapan karakteristik ester, puncak 1429,23 cm⁻¹ menunjukkan gugus -CH₂ dan puncak 1371,80 cm⁻¹ menunjukkan gugus -CH₃. Dari senyawa α -pinena yang tidak adanya gugus C-O dan C=O menunjukkan bahwa senyawa hasil esterifikasi menghasilkan senyawa ester dari senyawa alkana. Untuk memperkuat hasil analisis tersebut maka dilakukan analisis menggunakan GC-MS.

Analisis menggunakan GC-MS bertujuan untuk mengetahui jumlah senyawa, konsentrasi senyawa, massa rumus, rumus struktur, dan massa peak senyawa produk hasil reaksi esterifikasi α -pinena. Hasil reaksi esterifikasi terbaik dianalisis menggunakan GC-MS disajikan pada Gambar 4.12 dan spektrum massa pada Gambar 4.13.

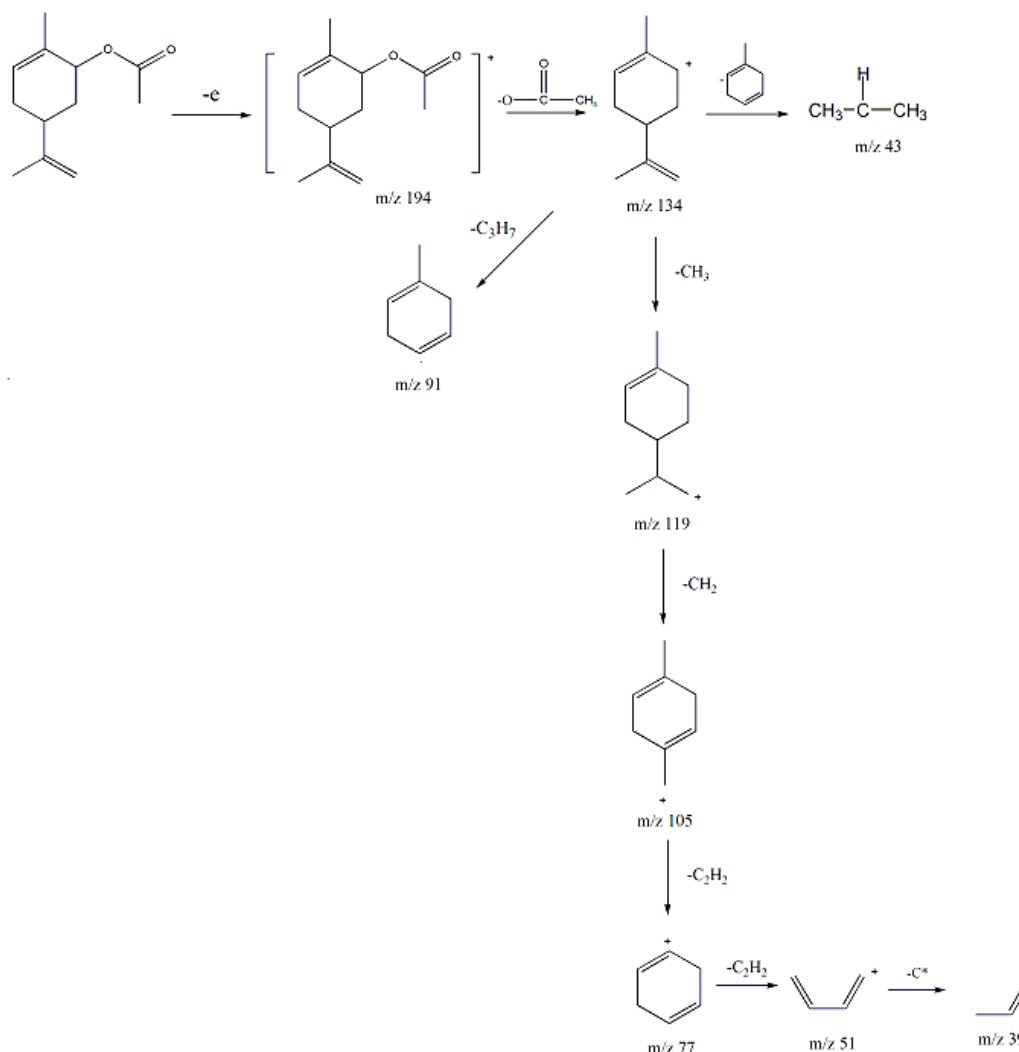


Gambar 4.12 Kromatogram GC-MS produk reaksi esterifikasi α -pinena



Gambar 4.13 Spektrum massa karvil asetat

Berdasarkan Gambar 4.12 menunjukkan adanya senyawa karvil asetat yang terbentuk pada waktu retensi 23,546 dengan persen area sebesar 8,33%. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa karvil asetat telah terbentuk melalui reaksi esterifikasi α -pinena. Senyawa karvil asetat mempunyai massa molekul m/z 194 tetapi tidak terdeteksi oleh spektrometer massa (MS) karena ion molekul yang tidak stabil. Fragmen yang terdeteksi adalah fragmen berikutnya yaitu m/z 134. Fragmentasi senyawa karvil asetat asetat disajikan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Fragmentasi senyawa karvil asetat

Ion molekul pada m/z 134 melepaskan CH_3 membentuk pecahan dengan m/z 119. Pecahan dengan m/z 91 dihasilkan dari pelepasan C_3H_7 oleh pecahan dengan m/z 119. Pecahan dengan m/z 105 dihasilkan dari pecahan dengan m/z 119 yang melepaskan CH_2 . Pecahan dengan m/z 105 selanjutnya melepaskan C_2H_4 menghasilkan pecahan m/z 77. Pecahan m/z 51 dihasilkan dari pelepasan C_2H_2 oleh m/z 77 lalu melepaskan C^* sehingga menjadi pecahan dengan m/z 39.

Menurut Wijayati, *et al.* (2017), senyawa terbanyak yang dihasilkan dalam reaksi esterifikasi adalah senyawa terpinil asetat. Hal ini berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan. Berdasarkan data yang telah diperoleh, diketahui bahwa hasil produk terbanyak dari reaksi esterifikasi α -pinena adalah senyawa karvil asetat. Ketidaksesuaian hasil produk yang dihasilkan dapat disebabkan oleh

berbagai faktor, antara lain metode yang dilakukan kurang tepat (metode pencampuran antara reaktan dan katalis), selain itu juga karena katalis yang digunakan kurang selektif untuk menghasilkan produk yang diinginkan. Alasan lain karena reaksi esterifikasi merupakan reaksi yang bersifat reversibel dan spesi yang kurang terintangi (pereaksi) lebih disukai. Rendemen ester akan berkurang jika bertambahnya halangan sterik dalam zat antara. Dalam hal ini, pereaksi kurang terintangi akan lebih disukai (Fessenden dan Fessenden 2006).

BAB V

PENUTUP

5.1 Simpulan

1. Penggunaan variasi temperatur terhadap reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan katalis TCA/zeolit Y secara keseluruhan hasil konversi dan selektivitas yang diperoleh mengalami penurunan. Selektivitas terbesar pada variasi temperatur terhadap reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan katalis TCA/zeolit Y adalah 40°C.
2. Penggunaan variasi waktu terhadap reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan katalis TCA/zeolit Y secara keseluruhan hasil konversi dan selektivitas yang diperoleh mengalami penurunan dan diperoleh waktu dengan hasil konversi dan selektivitas tertinggi pada waktu reaksi 1 jam.
3. Penambahan jumlah massa katalis TCA/zeolit Y pada reaksi esterifikasi α -pinena mengalami penurunan dan kenaikan terhadap hasil konversi dan selektivitas. Secara keseluruhan hasil terbaik diperoleh pada penambahan massa katalis 500 mg dengan konversi α -pinena 67,81% dan selektivitas senyawa karvil asetat sebesar 81,92%.

5.2 Saran

Perlu adanya penelitian lebih lanjut mengenai reaksi esterifikasi α -pinena menggunakan jenis katalis heterogen lainnya dengan jenis variasi mol, konsentrasi impregnasi katalis yang berbeda, uji keasaman menggunakan piridin, dan juga preparasi katalis TCA/zeolit Y (tidak perlu dilakukan kalsinasi kembali) mengingat TCA memiliki titik didih 196 °C sehingga dapat menguap ketika dikalsinasi kembali.

DAFTAR PUSTAKA

- Aguirre, M.R.L., Saenz, D.T., Flores, W.A., Sanchez A.R., & Elguezabal A.A. 2005. Synthesis of terpineol from α -pinene by homogeneous acid catalysis. *Journal of Catalysis Today*, 107(1): 310-314.
- Ahmedzeki, N.S., Yilmaz, S., Al-Tabbakh, B.A. 2016. Synthesis and Characterization of Nanocrystalline Zeolite Y. *Al-Khwarizmi Engineering Journal*, 12(1): 79-89.
- Al-Bukhaiti, Q.Q., Noman, A., Qasim, A.S., & Al-Farga, A. 2017. Gas Chromatography: principles, advantages and applications in food analysis. *International Journal of Agriculture Innovation and Research*, 6(1): 123-128.
- Alwash, A.H., Abdullah, A.Z., & Ismail, N. 2013. TiO₂-Zeolite Y catalyst prepared using impregnation and ion-exchange method for sonocatalytic degradation of amaranth dye in aqueous solution. *International Journal of Chemical and Molecular Engineering*, 7(6): 375-383.
- Amalia, N., Siadi, K., & Latifah. 2015. Pengaruh temperatur pada reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol terkatalisis zeolit alam teraktivasi. *Jurnal MIPA*, 38(1): 38-48.
- Ariani, F.G., & Wijayati N. 2015. Karakterisasi TCA-ZA pada hidrasi α -pinena dan uji hasil hidrasi sebagai antibakteri. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(3): 172-177.
- Avila, M. C., Nora A. C., Castellon E. R., & Lopez, A. J. 2010. Study of solid acid catalysis for the hydration of α -pinene. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 322(1):106-112.
- Budiman, A., Diana & Sutijan, 2015. Continuous production of α -terpineol from α -pinena isolated from Indonesian crude turpentine. *Modern Applied Science*, 9(4): 225-32.
- Comelli, N., Avila, M.C., Volzone, C., & Ponzi, M. 2013. Hydration of α -pinene catalyzed by acid clays. *Central European Journal of Chemistry*, 11(5): 689-697.
- Daryono, E.D. 2015. Sintesis α -pinene menjadi α -terpineol menggunakan katalis H₂SO₄ dengan variasi suhu reaksi dan volume etanol. *Jurnal Teknik Kimia*, 4(2): 1-6.
- Dewi, T.K., Mahdi, Novriyansyah, T Pengaruh rasio reaktan pada impregnasi dan suhu reduksi terhadap karakter katalis kobalt/zeolit alam aktif.. 2016. *Jurnal Teknik Kimia*, 3(22): 34-41.
- Diana, Sutijan, Rochmadi, & Budiman, A. 2014. Esterification of Indonesian turpentine with acetic acid over ion-exchange resin. *International Proceedings of Chemical Biological and Environmental Engineering*, 74(4): 64-68.
- Diana, Sutijan, Rochmadi, & Budiman, A. 2016. Simple kinetics model for esterification of Indonesian crude turpentine over amberlyst 15. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(8): 5232-5237.

- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 2006. *Kimia Organik Jilid I*. Jakarta: Erlangga.
- Freitas, E.F., Paiva, M.F., Dias, S.C.L., & Dias, J.A. 2017. Generation and characterization of catalytically active sites of heteropolyacids on zeolit Y for liquid-phase esterification. *Journal of Catalysis Today*, 289(1): 70-77.
- Gainsford, G.J., Hosie, C.F., & Wetson, R.J. 2001. Conversion of α -pinene to terpinyl acetate over H-beta zeolites. *Applied Catalysis A: General*, 209(1): 269–277.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Angelova, K., Markovska, I., & Hristov, Y. 2009. Synthetic zeolites-structure, clasification, current trends in zeolite synthesis. *International Science Conference Stara Zagora Bulgaria*, 7(1): 1-5.
- Gould, N.S. & Bingjun, X. 2018. Quantification of acid site densities on zeolites in the presence of solvents via determination of extinction coefficients of adsorbed pyridine. *Journal of Catalysis*, 358: 80-88.
- Gupta, P. & Paul, S. 2014. Solid acids : Green alternatives for acid catalysis. *Journal of Catalysis*, 236: 153-170.
- Handoko, D.S.P. 2002. Pengaruh perlakuan asam hidrotermal dan impregnasi logam kromiumpada zeolit alam dalam preparasi katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*, 3(2): 103-109.
- Haneke, K.E. 2002. *Turpentine (Turpentine Od, Wood Turpentine, Sulfate Turpentine, Sulfit Turpentine)*. North Carolina: Research Triangle Park.
- Hartman, M., Machoke, A.G., & Schwieger, W. 2016. Catalytic test reactions for the evaluation of hierarchical zeolites. *Chemical Society Reviews*, 45(12): 3313-3330.
- Hendayana, S., Kadarohman, A., Sumarna, A.A., & Supriatna, A. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Kadarwati, S. Rahmawati, F., Rahayu, P.E., Wahyuni, S., Supardi, K. I. 2013. Kinetics and mechanism of Ni/Zeolite-catalyzed hydrocracking of palm oil into bio-fuel. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13(1): 77-85.
- Kozitsyna, N.Y., Bukharkina, A.A., Martens, M.V., Vargaftik, M.N., & Moiseev, I.I. 2001. Oxidative esterification of alkenes via π - and σ -organopalladium complexes: new pathways for the reaction. *Journal of Organometallic Chemistry*, 636(1): 69-75.
- Kumar, V. & Agarwal, A.K., 2014. A review on catalytic terpene transformation over heterogeneous catalyst. *International Journal Current Research in Chemistry Pharmaceutical Science*, 1(2): 78-88.
- Li, L., Liu, S., Shi, Y., Yu, S., Xie, C., & Qi, C. 2012. Synthesis of terpinyl acetate using octadecylamine ethoxylate ionic liquids as catalysts. *Research Chemical Intermediates*, 39(5): 2095–2105.

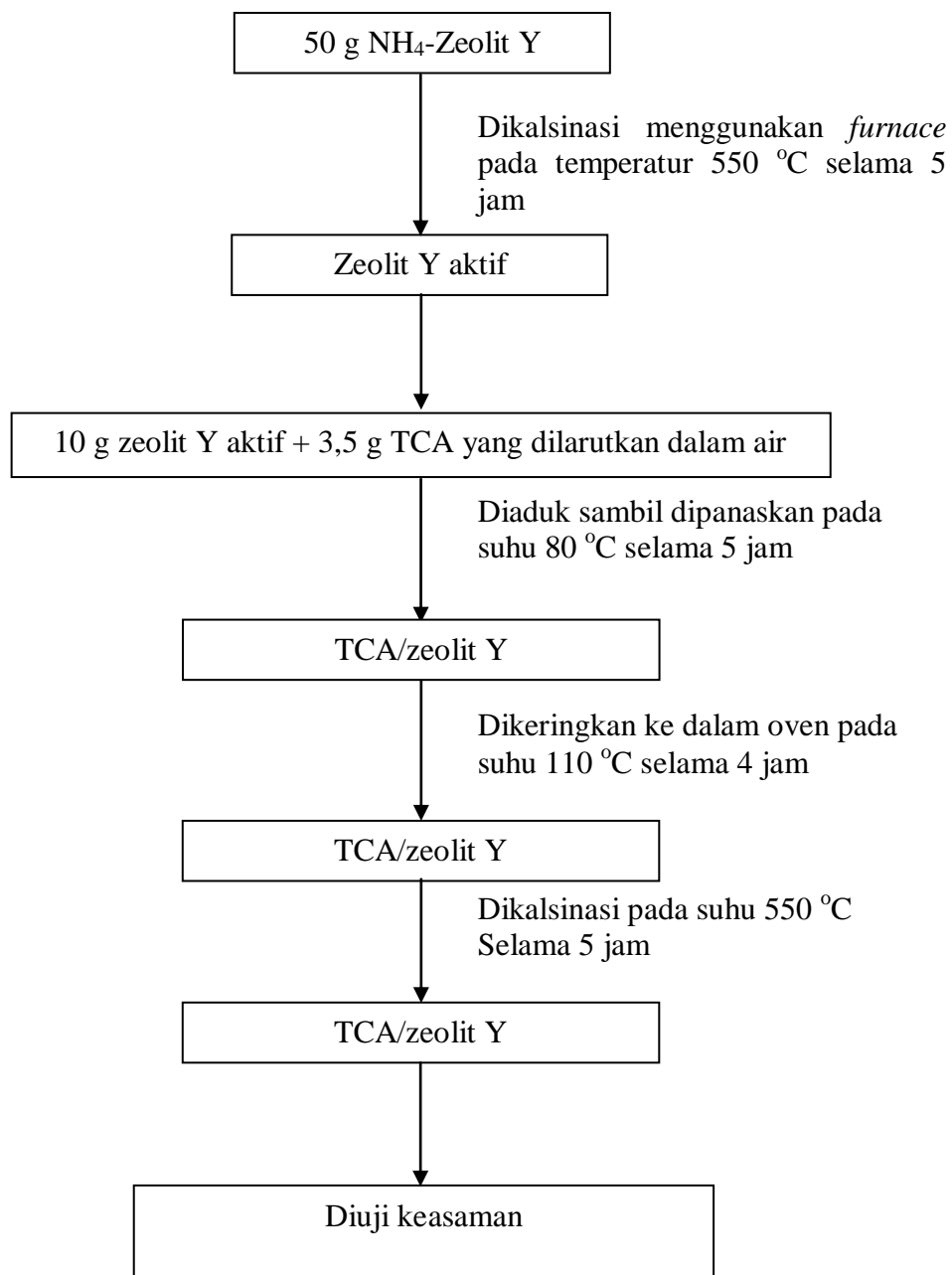
- Liaw, E. & Liu, K. J. 2010. Synthesis of terpenyl acetat by lipase-catalyzed esterification in supercritical carbon dioxide. *Bioresource Technology*, 101(10): 3320-3324.
- Liu, S., Xie, C., Yu, S., Liu, F., & Ji, K. 2008. Esterification of α -pinene and acetic acid using ionic liquids as catalysts. *Catalysis Communications*, 9(7): 1634-1638.
- Lutz, W. 2014. Zeolite Y: synthesis, modification, and properties—a case revisited. *Advances in Materials Science and Engineering*, 201(1): 1-20.
- Martin, A. E., 2012. *Kamus Sains*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Masruri, Rahman, M.F., Ramadhan, B.N. 2016. Acidity-controlled selective oxidation of alpha-pinene isolated from Indonesian pine's turpentine oils (pinus merkusii). *Materials Science and Engineering*, 107(1): 1-6.
- Musta, R. 2010. Preparasi dan karakterisasi katalis CoMo/H-Zeolit Y. *Jurnal Fisika FLUX*, 7(2): 149-159.
- Nurlitasari, A.L., Siadi, K., & Kusumo E. 2014. Pengaruh katalis H-ZA & TCA-ZA dalam reaksi hidrasi α -pinena menjadi α -terpineol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 3(2): 125-129.
- Osman, A.I., Abu-Dahrieh, J.K., McLaren, M., Laffir, F., Nockemann, P., & Rooney, D. 2017. A Facile Green Synthetic Route for the Preparation of Highly Active γ -Al₂O₃ from Aluminum Foil Waste. *Scientific Reports*, 3593(7): 1-11.
- Pratigto, S., Siadi, K., & Cahyono, E. 2015. Efek penambahan konsentrasi pada hidrasi α -pinena dari terpenin dengan katalis asam trikloroasetat. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(2): 111-116.
- Ramadhan, B.N., Masruri & Rahman, M.F., 2015. Studi reaksi oksidasi α -pinena menjadi pinonaldehida (3-Asetil-2,2-dimetilsiklobutanasetaldehida) dengan potasium permanganat (KMnO₄) pada pH 3. *FMIPA, Universitas Brawijaya*, 1-5.
- Ramadhani, D.G., Fatimah, N.F., & Sarjono, A.W. 2017. Sintesis zeolit alam teraktivasi asam sebagai katalis pada biodiesel minyak bumi biji ketapang. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*, 2(1): 72-79.
- Rasmita, I. 2011. Sintesis terpenil asetat dari terpineol dan anhidrida asetat melalui reaksi esterifikasi. *Artikel Karya Ilmiah*. Malang: Universitas Negeri Malang.
- Rianto, L.B., Amalia, S., & Khalifah, S.N. 2012. Pengaruh impregnasi logam titanium pada zeolit alam malang terhadap luas permukaan zeolit. *Alchemy*, 2(1): 58-67.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., and Kriz-jr. G.S. 2001. *Introdoction to Spectroscopy: A Guide for Students of Organic Chemistry, 3th Edition*. London: Thomson Learning Inc.
- Purwodiningsih, R. 2016. Reaksi esterifikasi α -pinena menjadi α -terpenil asetat dengan katalis zeolit alam. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

- Ryczkowski, J. 2001. IR Spectroscopy in catalysis. *Catalysis Today*, 68(1): 263-381.
- Sastrohamidjojo, H., 2002. *Buku Ajar: Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Shofa, A., Wijayati, N., & Mahatmanti, F.W. 2017. Efektivitas jenis katalis pada sintesis terpenil asetat melalui reaksi esterifikasi α -pinena. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Silalahi, I.H. & Sayekti, E. 2011. Modifikasi zeolit alam menjadi material katalis perengkah. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 8(2): 89-93.
- Sparkman, D.O., Penton, Z., & Kitson, F.G. 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry A Practical Guide*. San Diego: Academic Press.
- Sriatun, Taslimah, Cahyo, E.N., & Saputro, F.D. 2017. Sintesis dan karakterisasi zeolit Y. *Jurnal Sains dan Aplikasi*, 20(1): 19-24.
- Suseno, J.E., & Firdausi, K.S. 2008. Rancang bangun spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk penentuan kualitas susu sapi. *Berkala Fisika*, 11(1): 23-28.
- Trisunaryanti, W., Endang, T., & Sri S. 2005. Preparasi, modifikasi, dan karakterisasi katalis Ni-Mo/zeolit alam dan Mo-Ni/zeolit alam. *TEKNOI* 10(4): 269-282.
- Trisunaryanti, W., Triyono, Wijaya, K., Majid, A.B., Priastomo, Y., Febriyanti E., Syafitri, Hasyati, & Nugroho, A. 2012. Karakterisasi dan uji aktivitas katalis mordenit dan zeolit-Y pada hidrengkahan ban bekas menjadi fraksi bahan bakar. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Unesa* : 102-113.
- Triyono. 2004. *Kimia Katalis*. Yogyakarta : FMIPA UGM.
- Tsitsishivili & Andronikashvili. 1992. *Natural Zeolites*. England: Ellis Horwood Limited.
- Utami, H., Budiman, A., Sutijan, Roto, & Sediawan, W.B. 2011. Studi kinetika reaksi heterogen α -pinene menjadi terpineol dengan katalisator asam khloro asetat. *Reaktor*, 13(4): 248-253.
- Wang, J., Hua, W., Yue, Y., & Gao, Z. 2010. MSU-S mesoporous materials: An efficient catalyst for isomerization of α -pinene. *Bioresource Technology*, 101(19): 7224-7230.
- Watson, D.G. 2009. *Analisis Farmasi : Buku Ajar untuk Mahasiswa Farmasi dan Praktisi Kimia Farmasi Edisi ke 2*. Jakarta: EGC.
- Wijayati, N. 2016. *Biotransformasi Alfa Pinena dari Minyak Terpentin*. Semarang: UNNES Press.

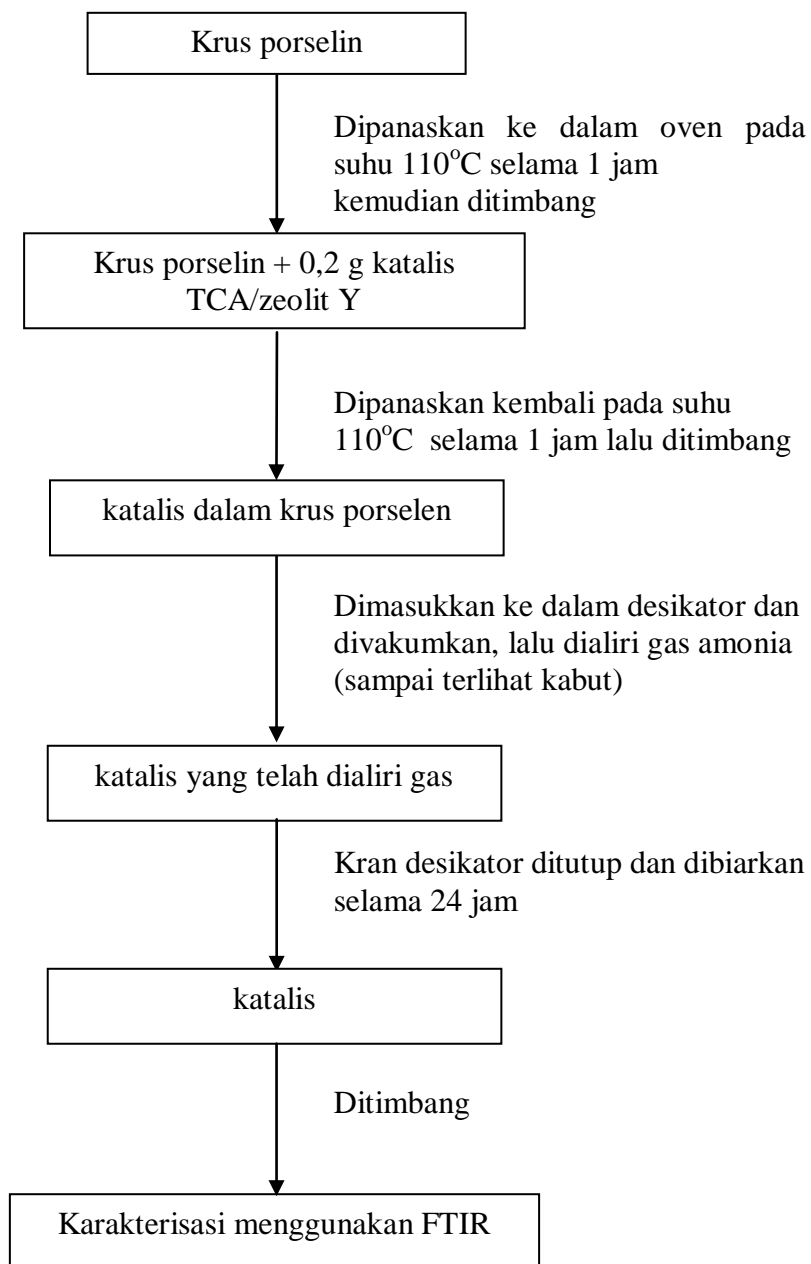
- Wijayati, N., Supartono & Kusuma, S.B.W., 2014. Pengaruh temperatur dan waktu pada reaksi hidrasi α -pinena dari minyak terpenin dengan katalis zeolit alam. *Jurnal MIPA*, 37(2): 146-53.
- Wijayati, N., Pranowo, H.D., & Triyono. 2011. Synthesis of terpineol from α -pinena catalyzed by TCA/Y-zeolite. *Indonesian Journal of Chemistry*, 11(3): 234-237.
- Wijayati, N., Purwodiningsih, R., Widiarti, N., & Kusumawati, E. 2017. Reaksi esterifikasi α -pinene menjadi α -terpenil asetat dengan katalis zeolit alam. *Saintekno*, 15(2): 209-218.
- Zahro, A., Amalia, S., Adi, T.K., & Aini N. 2014. Sintesis dan karakterisasi zeolit Y dari abu ampas tebu variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan metode sol gel hidrotermal. *Alchemy*, 3(2):108 - 117.

LAMPIRAN**Lampiran 1. Diagram Kerja Penelitian**

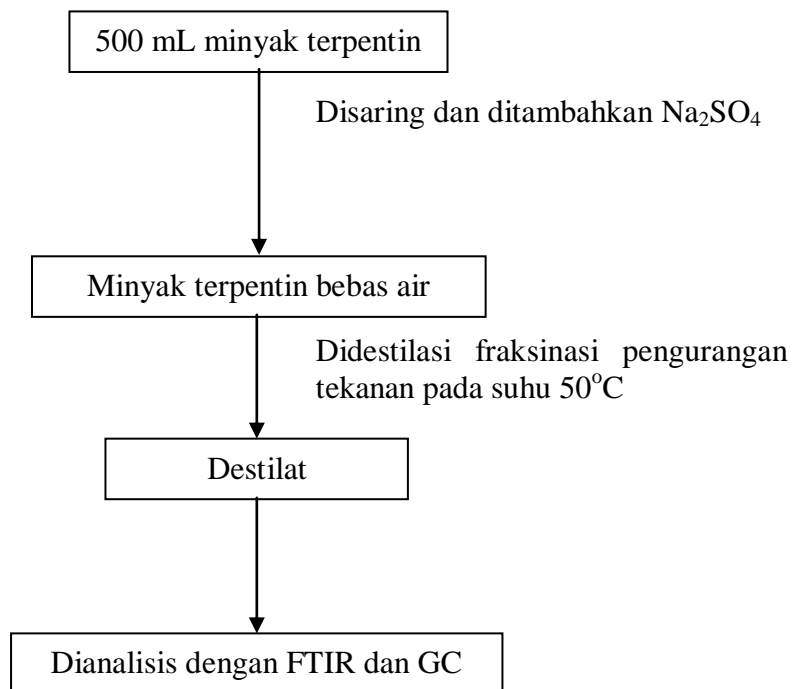
1. Preparasi katalis TCA/zeolit Y

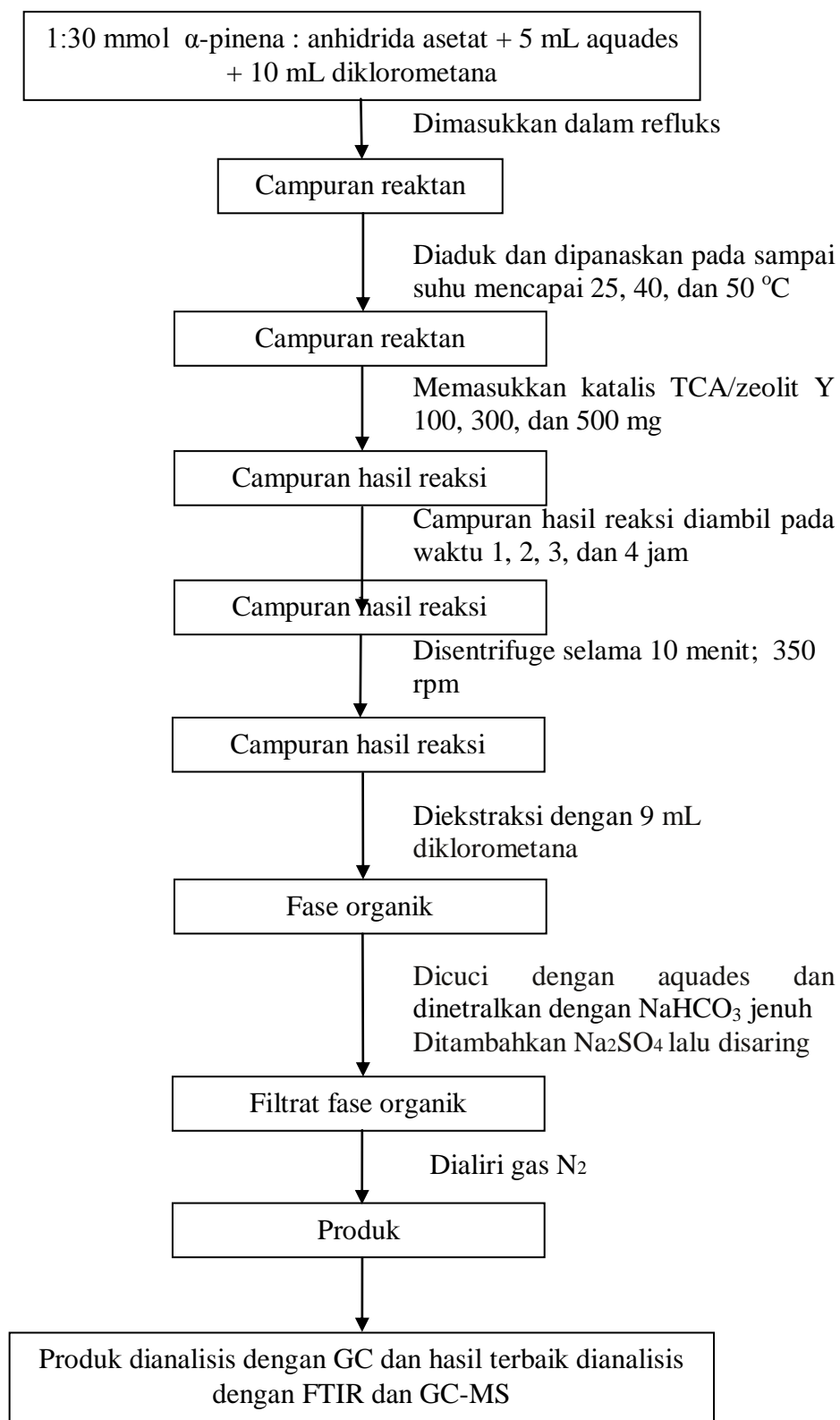


2. Penentuan Keasaman



3. Isolasi α -pinena dari minyak terpentin



4. Reaksi esterifikasi α -pinena

Lampiran 2. Perhitungan Uji Keasaman

Keasaman katalis (mmol/g) ditentukan menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Keasaman} = \frac{(W3-W2)}{(W2-W1) \cdot M} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

Keterangan :

$W1$ = Berat krus porselen kosong setelah dipanaskan (gram)

$W2$ = Berat krus porselen berisi sampel setelah dipanaskan (gram)

$W3$ = Berat krus porselen setelah adsorpsi (gram)

M = Berat molekul NH_3 (g/mol)

1. Keasaman total H-zeolit Y

$$M = 17,0306 \text{ g/mol}$$

$$W1 = 11,1754 \text{ g}$$

$$W2 = 11,2702 \text{ g}$$

$$W3 = 11,2739 \text{ g}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{(W3-W2)}{(W2-W1) \cdot M} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{(11,2739 - 11,2702)}{(11,2702 - 11,1754) \cdot 17,0306} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{0,0037}{1,6145 \cdot 17,0306} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = 2,29 \text{ mmol/g}$$

2. Keasaman total TCA/Zeolit Y

$$M = 17,0306 \text{ g/mol}$$

$$W1 = 12,2800 \text{ g}$$

$$W2 = 12,3774 \text{ g}$$

$$W3 = 12,3794 \text{ g}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{(W3-W2)}{(W2-W1) \cdot M} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{(12,3794 - 12,3774)}{(12,3774 - 12,2800) \cdot 17,0306} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = \frac{0,002}{0,0974 \cdot 17,0306} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{gram}}$$

$$\text{Keasaman total} = 1,21 \text{ mmol/g}$$

Lampiran 3 Data Hasil Esterifikasi α -Pinena

Perhitungan koversi dan selektivitas dari reaksi esterifikasi α -pinena digunakan persamaan sebagai berikut

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}} - (\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{akhir}}}{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$\text{Selektivitas (\%)} = \frac{\text{peak area GC produk}}{(\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{awal}} - (\text{peak area GC } \alpha\text{-pinena})_{\text{akhir}}} \times 100\%$$

a. Konversi α -pinena pada variasi temperatur dan waktu

Temperatur °C	Waktu (jam)	Konversi (%)
25	1	74,80
	2	75,96
	3	58,11
	4	57,96
40	1	61,55
	2	33,96
	3	16,09
	4	18,85
50	1	28,17
	2	73,31
	3	61,34
	4	44,04

b. Konversi α -pinena pada variasi penambahan katalis dan waktu

Massa katalis (mg)	Waktu (jam)	Konversi (%)
100	1	55,07
	2	23,47
	3	19,43
	4	31,83
300	1	58,44
	2	49,30
	3	27,47
	4	38,40
500	1	67,81
	2	20,95
	3	24,03
	4	29,33

c. Selektivitas karvill asetat pada variasi temperatur dan waktu

Temperatur °C	Waktu (jam)	Selektivitas (%)
25	1	82,53
	2	59,65
	3	74,24
	4	68,61
40	1	85,01
	2	65,63
	3	22,07
	4	-
50	1	-
	2	-
	3	-
	4	-

d. Selektivitas karvil asetat pada variasi penambahan massa katalis dan waktu

Massa katalis (mg)	Waktu (jam)	Selektivitas (%)
100	1	76,23
	2	7,60
	3	-
	4	-
300	1	56,59
	2	52,51
	3	6,83
	4	-
500	1	81,92
	2	25,17
	3	23,73
	4	-

Lampiran 4 Dokumentasi Penelitian



Rangkaian alat destilasi fraksinasi



Proses impregnasi katalis TCA/zeolit Y



Uji keasaman katalis



Rangkaian alat esterifikasi



Pemisahan fase organik



Sampling

Lampiran 5 Analisis FTIR

1. FTIR hasil isolasi α -pinena

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 07, 2018 1:11 PM

Report Details

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_Fira Nur Isnaini_001_1_1_1.rtf
Report Creator labkim
Report Date Friday, September 07, 2018 1:11 PM

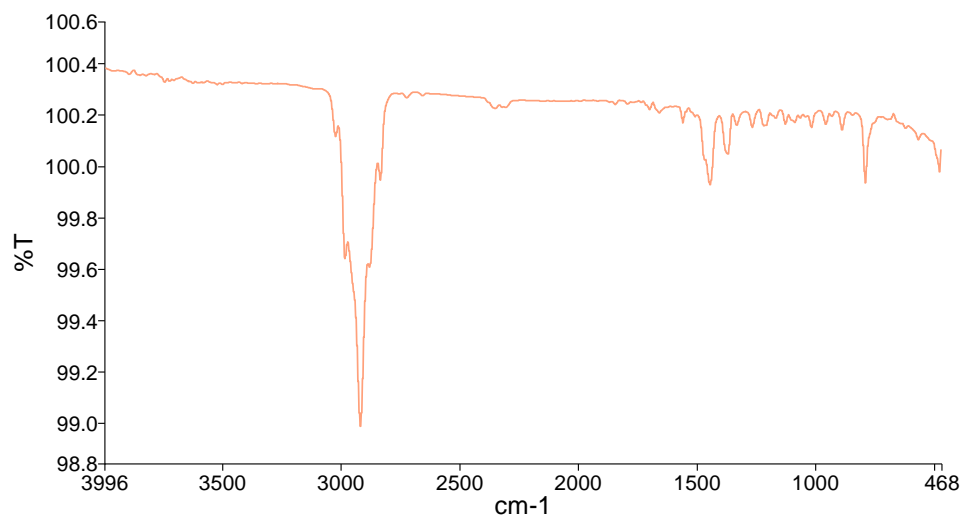
Sample Details

Sample Name Fira Nur Isnaini_001_1_1_1
Sample Description alfa pinena
Analyst labkim
Creation Date 9/7/2018 1:01:32 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 2

Spectrum



Name	Description
Fira Nur Isnaini_001_1_1_1	alfa pinena

2. FTIR katalis H-zeolit Y

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, August 24, 2018 1:26 PM

Report Details

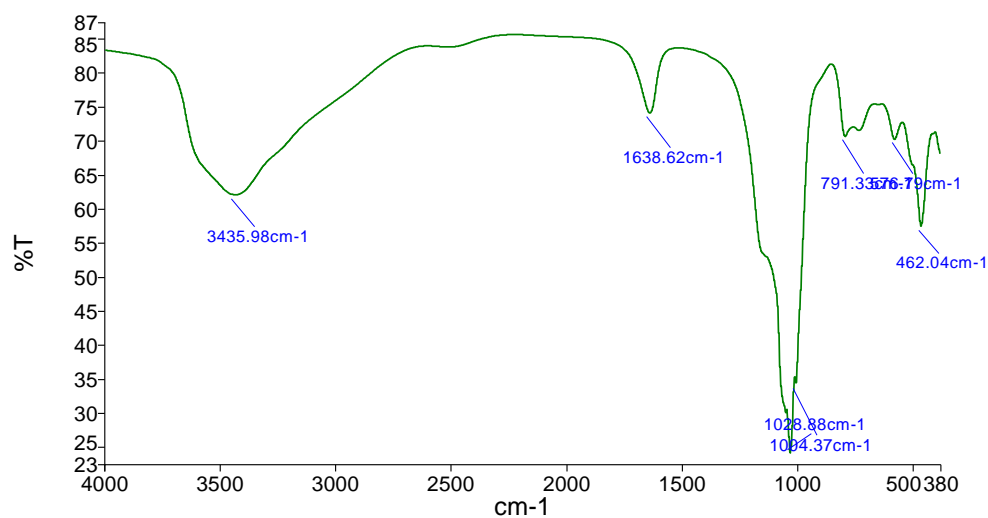
Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_Fira Nur_2_1_1_1.rtf
Report Creator labkim
Report Date Friday, August 24, 2018 1:26 PM

Sample Details

Sample Name Fira Nur_2_1_1
Sample Description H-Zeolit Y
Analyst labkim
Creation Date 8/24/2018 1:05:46 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 2

Spectrum

Name	Description
Fira Nur_2_1_1	H-Zeolit Y

3. FTIR katalis TCA/zeolit Y

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, August 24, 2018 1:28 PM

Report Details

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_Fira Nur Isnaini_1_1_2.rtf
Report Creator labkim
Report Date Friday, August 24, 2018 1:28 PM

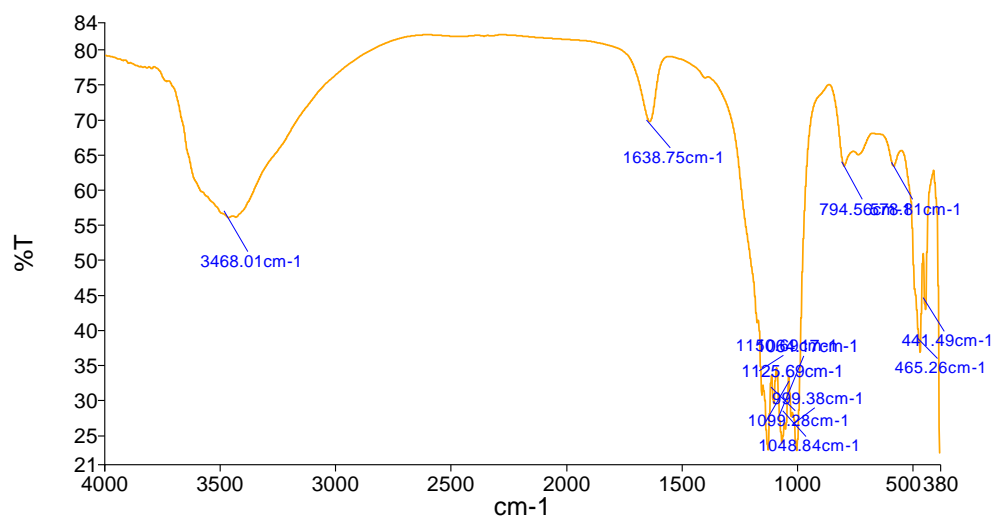
Sample Details

Sample Name Fira Nur Isnaini_1_1
Sample Description TCA/Zeolit Y
Analyst labkim
Creation Date 8/24/2018 12:54:53 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 2

Spectrum



Name	Description
Fira Nur Isnaini_1_1	TCA/Zeolit Y

4. FTIR katalis H-zeolit Y asam

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, August 29, 2018 11:33 AM

Report Details

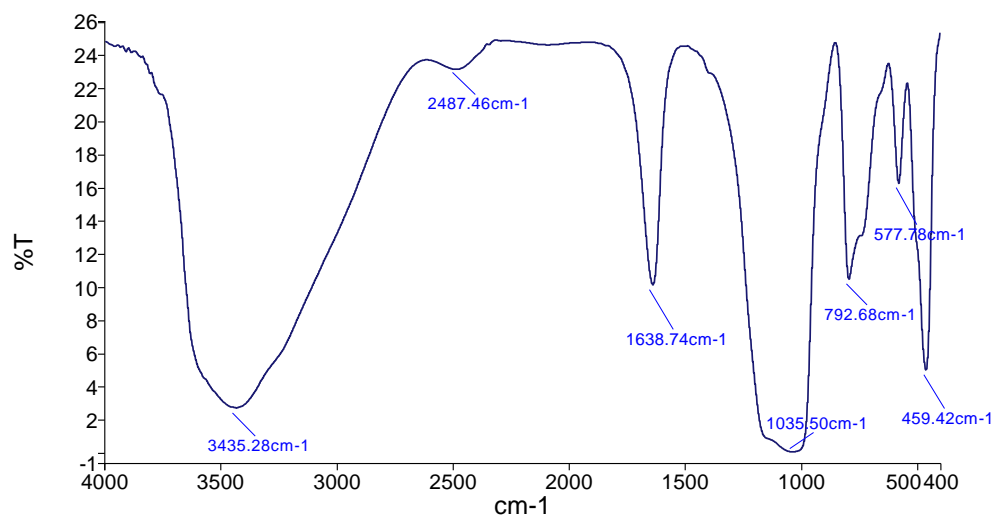
Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_Fira_2_1_1_1.rtf
 Report Creator Labkim
 Report Date Wednesday, August 29, 2018 11:33 AM

Sample Details

Sample Name Fira_2_1_1
 Sample Description H-Zeolit Y.As
 Analyst Labkim
 Creation Date 8/29/2018 11:25:05 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
 Instrument Serial Number 96772
 Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
 Number of Scans 3
 Resolution 2

Spectrum

Name	Description
___ Fira_2_1_1	H-Zeolit Y.As

5. FTIR katalis TCA/zeolit Y asam

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, August 29, 2018 11:32 AM

Report Details

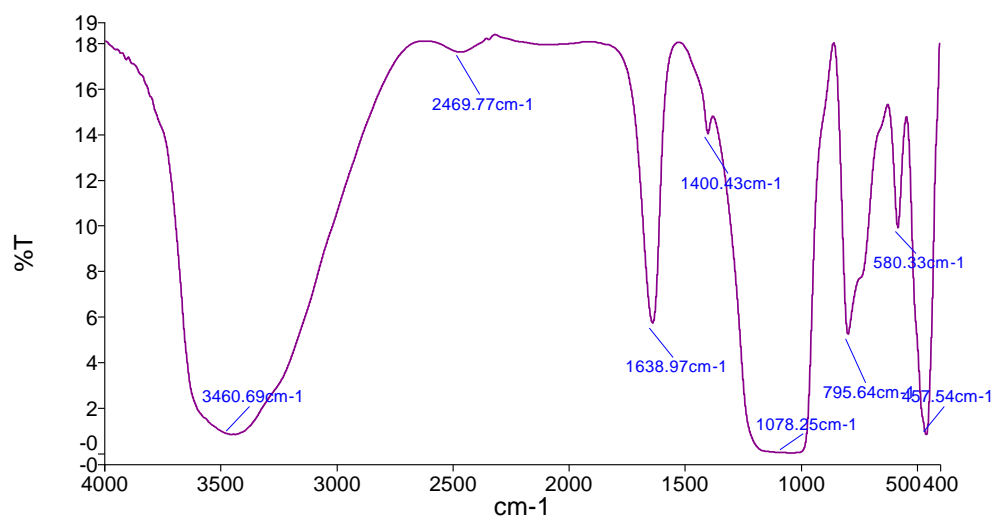
Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_Fira_1_1_1.rtf
 Report Creator Labkim
 Report Date Wednesday, August 29, 2018 11:32 AM

Sample Details

Sample Name Fira_1_1
 Sample Description TCA/Zeolit Y.As
 Analyst labkim
 Creation Date 8/29/2018 11:11:05 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
 Instrument Serial Number 96772
 Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
 Number of Scans 3
 Resolution 2

Spectrum

Name	Description
Fira_1_1	TCA/Zeolit Y.As

6. FTIR hasil reaksi esterifikasi

PerkinElmer Spectrum Version 10.03.06
 Wednesday, July 03, 2019 9:40 PM

Report

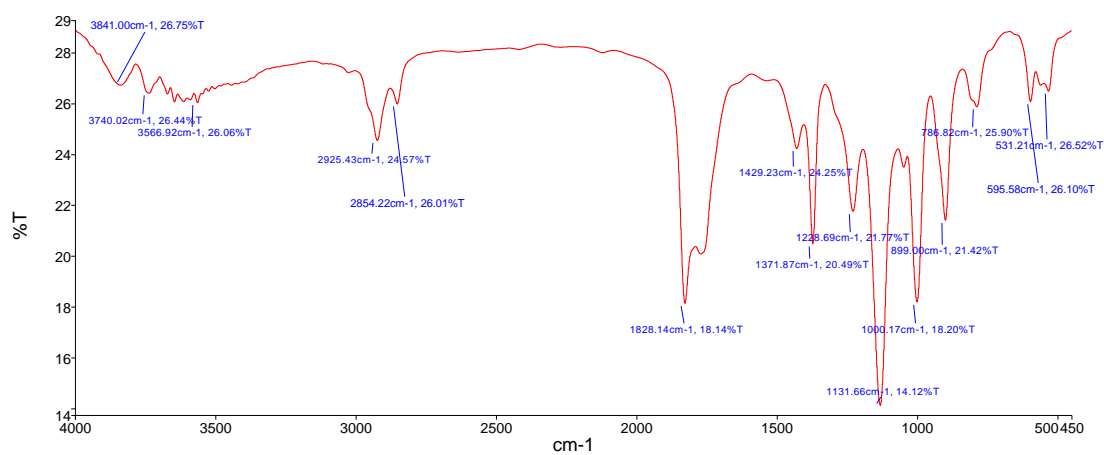
Filename Fira Nur W1 T40 K05_1
 Analyst Administrator
 Description Sample w1 t4 k05 By Administrator Date Wednesday, July 03 2019

Sample Details

Creation Date 7/3/2019 9:39:22 PM
 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

Spectrum Graph

Name	Description
___ Fira Nur W1 T40 K05_1	Sample w1 t4 k05 By Administrator Date Wednesday, July 03 2019

Lampiran 6 Analisis GC

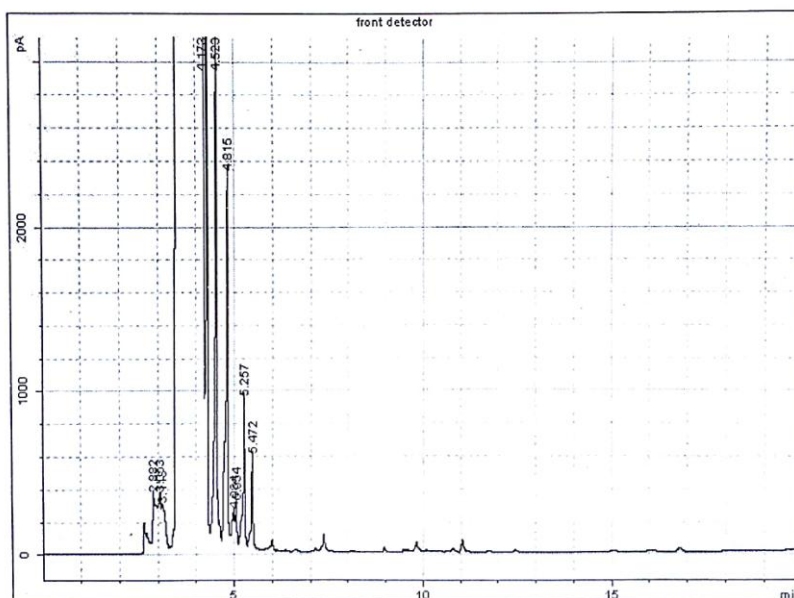
1. GC hasil isolasi minyak terpenin

Report date: Saturday, September 08, 2018 2:14:29 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	Fira Nur Isnaini
Sample note:	sampel a pinena
Submission time:	Saturday, September 08, 2018 10:53:46 AM
Operator:	
Injection date:	Saturday, September 08, 2018 1:53:29 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, July 20, 2017 4:08:01 PM



Report date: Saturday, September 08, 2018 2:14:29 PM

Page 2 of 2

Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.882	VV	0.087	2554.65211	0.11519
1	3.053	VV	0.067	1930.64357	0.08705
1	3.113	VV	0.118	2253.97464	0.10163
1	4.173	VV S	0.321	2187762.31455	98.64798
1	4.523	BV X	0.045	9497.20930	0.42824
1	4.815	VV X	0.046	7758.16951	0.34982
1	4.984	VV X	0.061	936.55592	0.04223
1	5.054	VV X	0.034	616.62289	0.02780
1	5.257	VV X	0.041	2739.84220	0.12354
1	5.472	VV X	0.042	1696.78676	0.07651

Total Area = 2217746.771

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

2. GC hasil reaksi esterifikasi

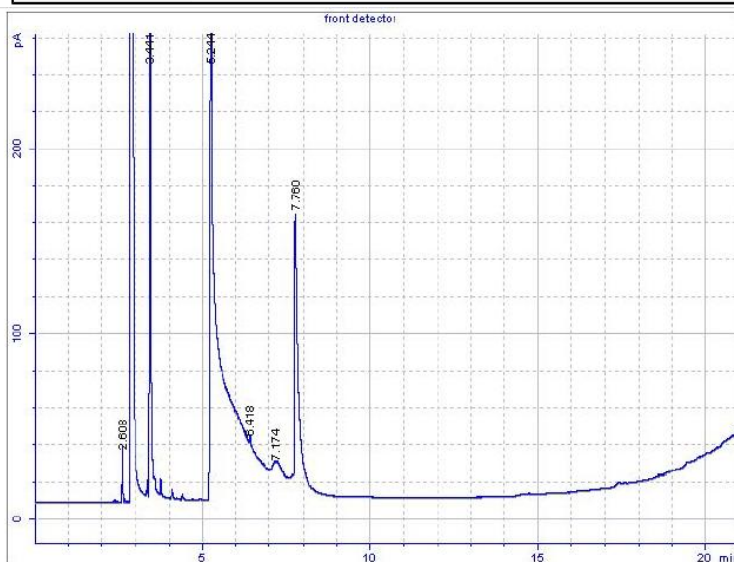
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 25°C t=60 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:10:24 PM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 2
 Sample note: w1 t k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 10:02:50 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 10:37:12 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:10:19 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.608	BV	0.023	40.69533	0.40165
1	3.441	VV X	0.029	2518.02083	24.85185
1	5.244	BV	0.133	5157.72042	50.90462
1	6.418	VV	0.276	737.34523	7.27730
1	7.174	VV	0.331	498.14374	4.91648
1	7.760	VB	0.098	1180.20163	11.64811

Total Area = 10132.127

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

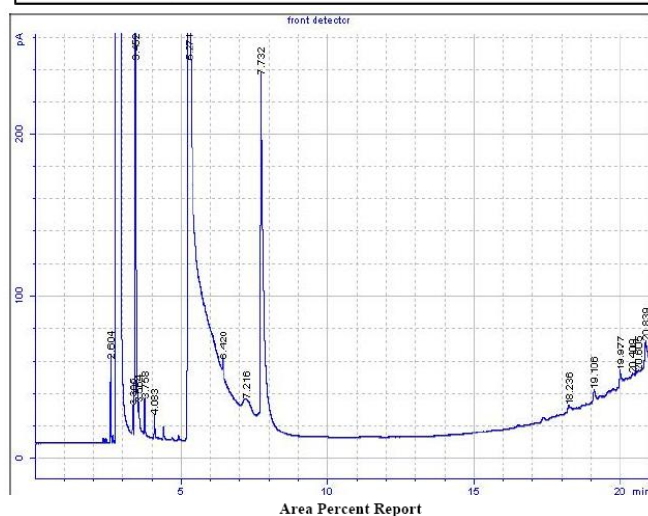
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 25°C t=120 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:11:04 PM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 3
 Sample note: w2 t k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 10:02:52 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 11:08:23 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:11:02 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.604	BV	0.022	71.24483	0.29930
1	3.365	BV X	0.027	27.73131	0.11650
1	3.452	VV X	0.026	5644.85783	23.71444
1	3.564	VV X	0.062	75.53501	0.31733
1	3.758	VB X	0.029	46.57464	0.19566
1	4.083	BB	0.029	25.54684	0.10732
1	5.271	BV	0.085	10640.69451	44.70229
1	6.420	VV	0.266	1079.90575	4.53676
1	7.216	VV	0.322	625.70749	2.62864
1	7.732	VB	0.096	1673.68607	7.03127
1	18.236	VV	0.360	351.39154	1.47622
1	19.106	VV	0.369	655.93285	2.75562
1	19.977	VV	0.420	1165.83042	4.89773
1	20.409	VV	0.263	689.13704	2.89511
1	20.605	VV	0.107	276.42352	1.16127
1	20.839	VV	0.189	753.26455	3.16452

Total Area = 23803.464

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

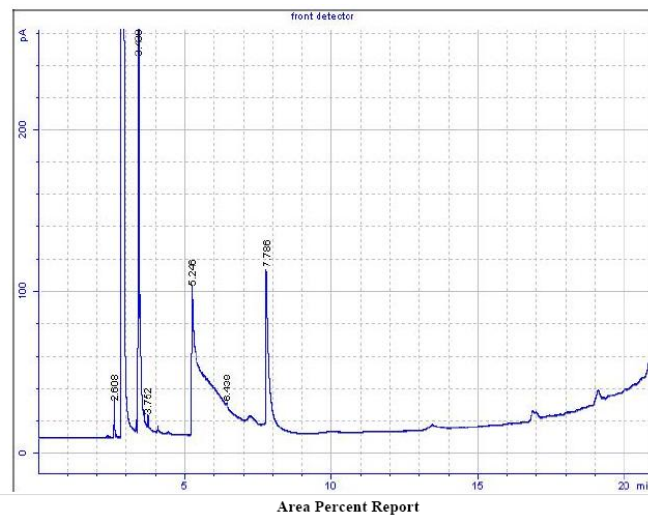
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 25°C t=180 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:11:46 PM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 4
 Sample note: w3 t k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 10:02:53 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 11:38:14 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:11:44 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.608	BV	0.025	36.85966	0.67121
1	3.438	VV X	0.026	2269.10457	41.32036
1	3.752	VV X	0.055	43.97194	0.80073
1	5.246	PV	0.308	2337.14429	42.55937
1	6.438	VB	0.169	187.83617	3.42049
1	7.786	BB	0.082	616.57564	11.22783

Total Area = 5491.492

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

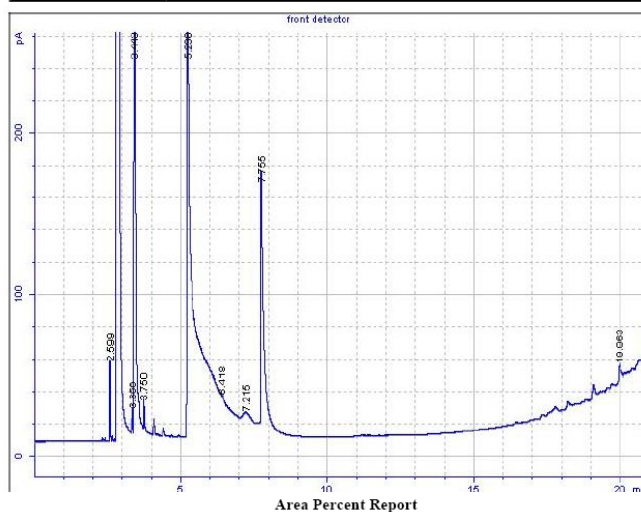
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 25°C t=240 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:12:52 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 5
 Sample note: w4 t k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 10:02:55 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 12:09:02 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:12:50 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.599	BV	0.024	68.52911	0.54970
1	3.356	BV X	0.024	23.35796	0.18736
1	3.443	VV X	0.027	5189.63846	41.46799
1	3.750	VV X	0.045	69.11624	0.55441
1	5.238	BV	0.120	4890.70341	39.23053
1	6.418	VB	0.270	575.66014	4.61763
1	7.215	BV	0.339	398.10564	3.19338
1	7.755	VB	0.091	1133.98642	9.09621
1	19.963	VV	0.085	63.22679	0.50717
1	20.829	VBA	0.084	74.25091	0.59560

Total Area = 12466.575

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

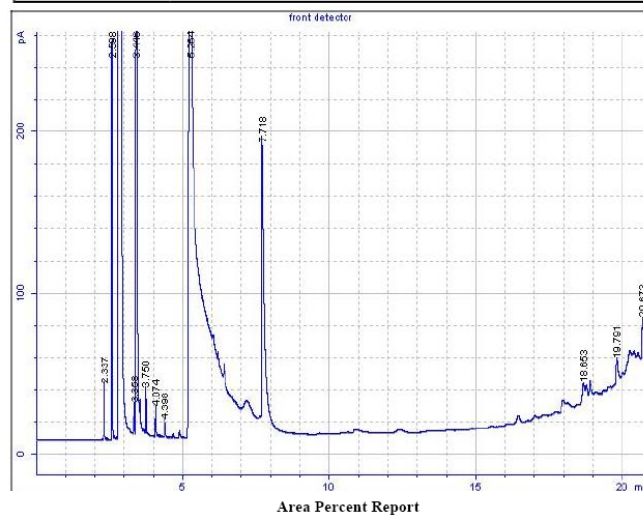
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 40°C t=60 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:32:26 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 18 Feb 2
 Sample note: w1 t40 k05
 Submission time: Monday, February 18, 2019 1:32:41 PM
 Operator:
 Injection date: Monday, February 18, 2019 2:18:58 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:32:24 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.337	PB	0.019	37.16652	0.23879
1	2.598	PB	0.020	282.48451	1.81493
1	3.358	PP	0.024	28.93901	0.18593
1	3.446	VB	0.027	5902.56936	37.92325
1	3.750	PB	0.023	41.19445	0.26467
1	4.074	PB	0.027	29.72758	0.19100
1	4.398	PB	0.028	21.00991	0.13499
1	5.264	PB	0.060	8034.36545	51.61976
1	7.718	BB	0.073	923.47006	5.93318
1	18.653	PV	0.129	108.87372	0.69950
1	19.791	PP	0.065	63.82139	0.41004
1	20.673	PP	0.056	90.89334	0.58398

Total Area = 15564.515

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

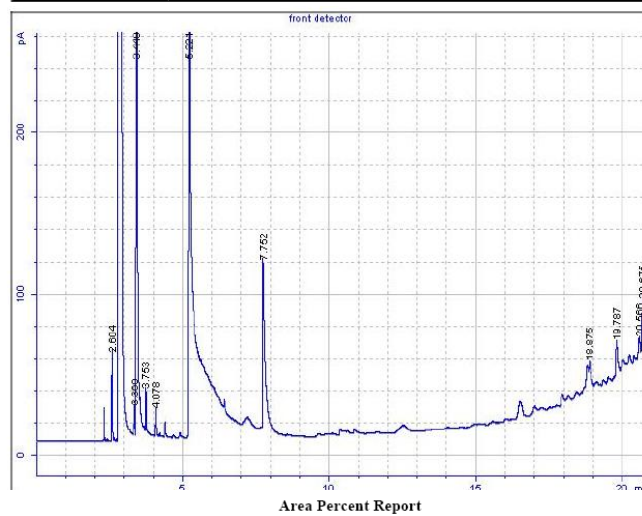
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 40°C t=120 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:34:05 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 18 Feb 3
 Sample note: w2 140 k05
 Submission time: Monday, February 18, 2019 1:32:42 PM
 Operator:
 Injection date: Monday, February 18, 2019 2:54:15 PM
 GC Description: GC 1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:34:03 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.604	BP	0.026	94.86008	1.06996
1	3.360	PP	0.027	28.13543	0.31735
1	3.449	VB	0.025	5775.55799	65.14458
1	3.753	PB	0.027	42.08815	0.47473
1	4.078	PP	0.029	29.26273	0.33006
1	5.221	PB	0.053	1949.40978	21.98809
1	7.752	PB	0.073	536.93764	6.05631
1	18.875	BB	0.132	169.17134	1.90814
1	19.787	PB	0.061	89.11578	1.00517
1	20.566	PV	0.052	33.46493	0.37746
1	20.675	VB	0.054	117.75039	1.32815

Total Area = 8865.754

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

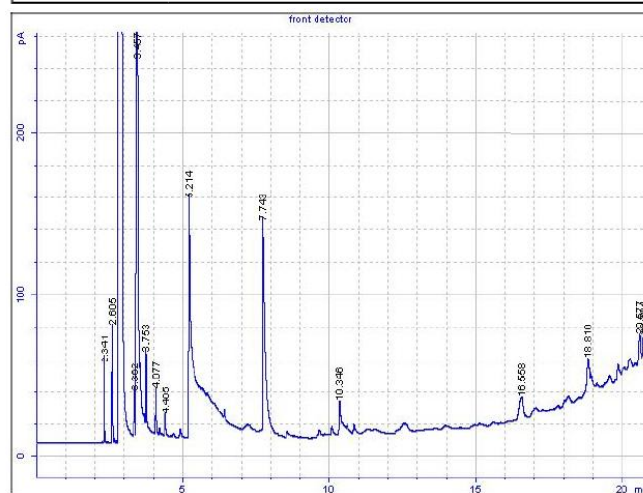
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 40°C t=180 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:35:03 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 18 Feb 4
 Sample note: w3 t40 k05
 Submission time: Monday, February 18, 2019 1:32:44 PM
 Operator:
 Injection date: Monday, February 18, 2019 3:26:45 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:35:01 PM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.341	PB	0.019	55.62477	0.49812
1	2.605	PB	0.025	107.72225	0.96465
1	3.362	PP	0.027	43.68463	0.39119
1	3.457	VB	0.029	9243.47879	82.77502
1	3.753	PP	0.027	69.82848	0.62531
1	4.077	PB	0.027	48.23075	0.43190
1	4.405	BP	0.045	38.90387	0.34838
1	5.214	PB	0.046	391.33018	3.50435
1	7.743	PB	0.076	703.48904	6.29972
1	10.346	BB	0.044	49.47073	0.44301
1	16.558	PP	0.138	126.73202	1.13488
1	18.810	BB	0.108	151.36275	1.35545
1	20.577	PV	0.068	69.77270	0.62481
1	20.704	VB	0.069	67.35938	0.60320

Total Area = 11166.990

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

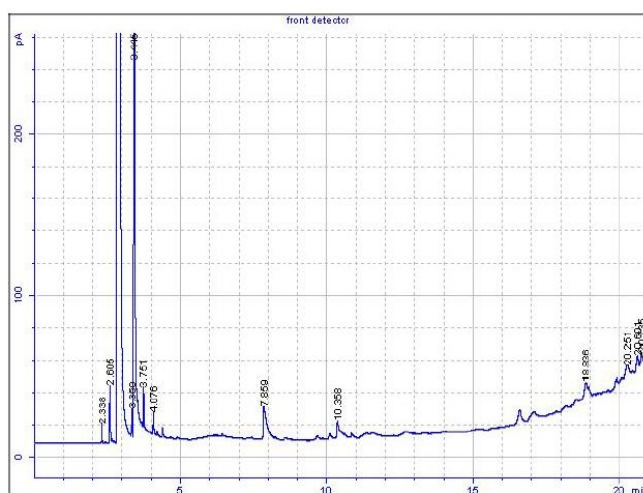
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 40°C t=240 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:41:31 PM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: fira 18 Feb 5
Sample note:	w4 t40 k05
Submission time:	Monday, February 18, 2019 1:32:45 PM
Operator:	
Injection date:	Monday, February 18, 2019 3:53:23 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Tuesday, February 19, 2019 2:41:28 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.338	PB	0.019	13.18290	0.21238
1	2.605	PB	0.029	63.06950	1.01605
1	3.359	BP	0.025	23.39426	0.37688
1	3.445	VV	0.026	4968.71936	80.04629
1	3.751	VB	0.030	57.44378	0.92542
1	4.076	PB	0.026	23.39134	0.37684
1	7.859	PB	0.113	163.17776	2.62880
1	10.358	BB	0.094	74.97880	1.20791
1	18.836	PV	0.147	109.78274	1.76860
1	20.251	VV	0.196	249.01702	4.01168
1	20.601	VV	0.153	250.43568	4.03453
1	20.735	VV	0.119	210.71468	3.39462

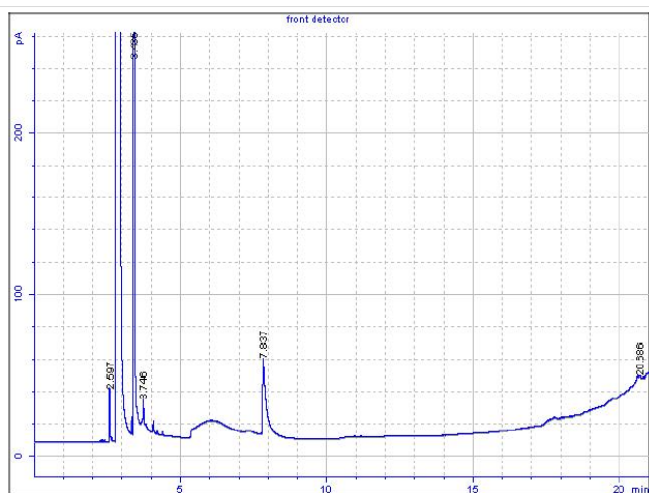
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 50°C t=60 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:14:11 PM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 7
 Sample note: w1 t50 k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 1:03:26 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 1:05:36 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:14:10 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.597	BB	0.025	53.76450	1.38885
1	3.435	VV T	0.023	2743.05253	70.85856
1	3.746	VB T	0.040	45.96342	1.18733
1	7.837	BB	0.104	366.04399	9.45565
1	20.686	BV	0.424	662.34179	17.10962

Total Area = 3871.166

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

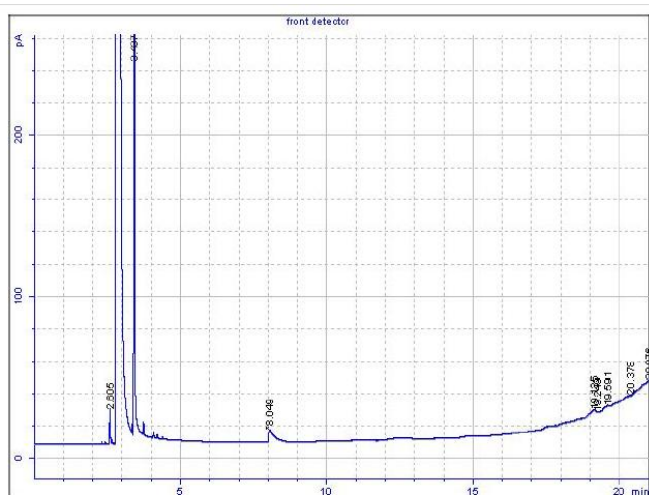
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 50°C t=120 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:15:45 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 8
 Sample note: w2 t50 k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 1:03:29 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 1:34:36 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:15:43 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.605	BV	0.025	34.98808	0.62889
1	3.437	VV X	0.024	1464.41131	26.32186
1	8.049	MM m	0.198	92.05161	1.65457
1	19.135	VV	0.708	1162.37514	20.89295
1	19.249	VV	0.048	69.76884	1.25405
1	19.591	VV	0.243	440.84604	7.92393
1	20.378	VV	0.478	1127.28774	20.26228
1	20.976	VV	0.368	1171.75174	21.06149

Total Area = 5563.480

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

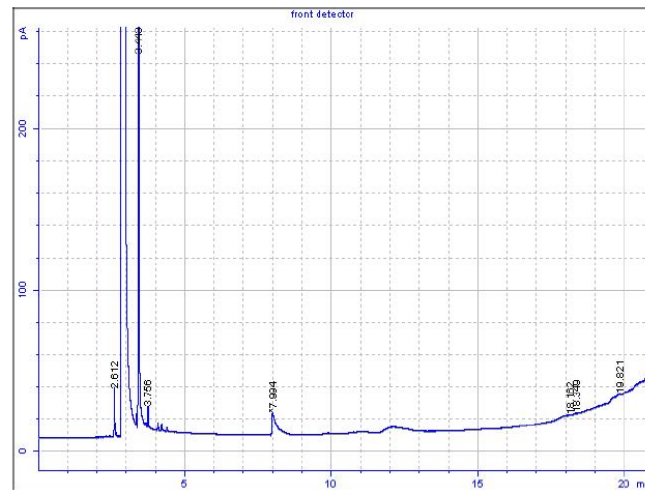
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 50°C t=180 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:16:04 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 9
 Sample note: w3 t50 k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 1:03:30 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 2:05:50 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:16:01 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.612	BV	0.025	49.10952	0.95625
1	3.443	VV X	0.023	1958.48739	38.13533
1	3.756	VV X	0.033	31.42854	0.61197
1	7.994	MM m	0.189	156.44090	3.04619
1	18.162	VV	1.062	1137.15711	22.14253
1	18.349	VV	0.124	130.20245	2.53528
1	19.821	VV	0.786	1672.79843	32.57245

Total Area = 5135.624

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

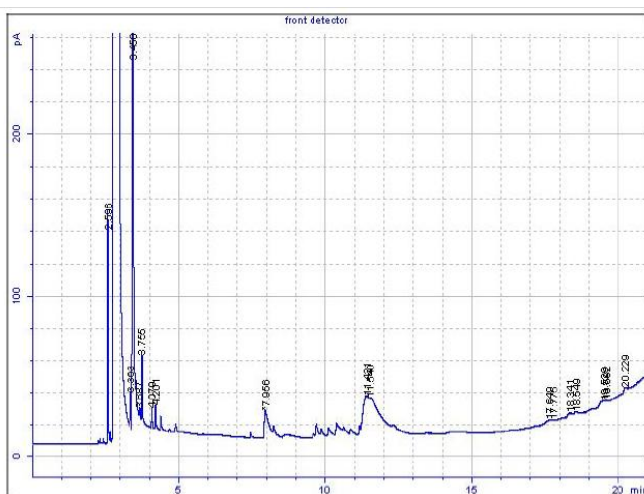
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi T= 50°C t=240 menit

Report date: Tuesday, February 19, 2019 2:16:22 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 13 Feb 10
 Sample note: w4 t50 k05
 Submission time: Wednesday, February 13, 2019 1:03:32 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, February 13, 2019 2:33:51 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Tuesday, February 19, 2019 2:16:20 PM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.596	BV	0.022	184.11060	1.73865
1	3.363	BV X	0.023	30.63568	0.28931
1	3.450	VV X	0.026	5845.54379	55.20256
1	3.687	VV X	0.038	35.35752	0.33390
1	3.755	VV X	0.040	132.95624	1.25558
1	4.079	VV X	0.036	32.21212	0.30420
1	4.201	VV X	0.040	41.16841	0.38878
1	7.956	MM m	0.106	45.25365	0.42735
1	11.421	VV	0.189	413.05899	3.90073
1	11.540	VV	0.311	652.41691	6.16112
1	17.649	VV	0.272	249.15400	2.35289
1	17.775	VV	0.129	115.54411	1.09114
1	18.341	VV	0.343	442.78269	4.18143
1	18.549	VV	0.183	242.95584	2.29436
1	19.529	VV	0.492	943.91313	8.91387
1	19.582	VV	0.094	175.53469	1.65767
1	20.229	VV	0.395	1006.66360	9.50646

Total Area = 10589.262

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

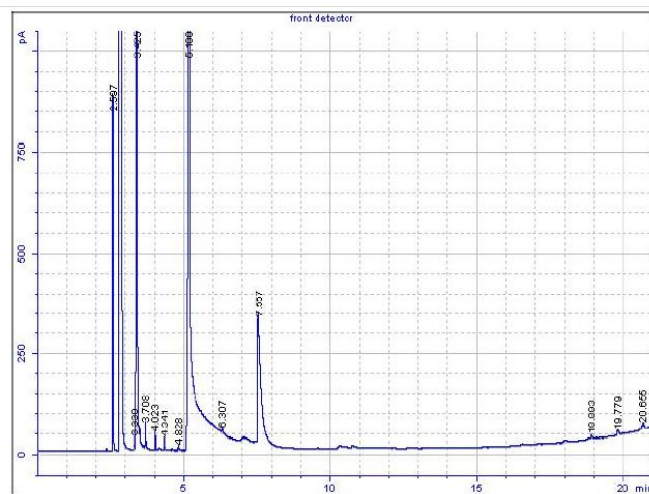
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,1 g; t=60 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 10:46:35 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 2
 Sample note: w1 t 40 k01
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 10:19:58 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 10:48:10 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 10:46:34 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.597	PB	0.020	1012.29202	3.78534
1	3.330	PV	0.028	57.12214	0.21360
1	3.425	VB S	0.031	11852.15632	44.31964
1	3.708	BB X	0.023	91.63459	0.34266
1	4.023	BB	0.024	67.48560	0.25235
1	4.341	PB	0.032	65.29978	0.24418
1	4.828	PB	0.037	25.29407	0.09458
1	5.190	PB	0.069	11075.91288	41.41698
1	6.307	PP	0.031	24.17628	0.09040
1	7.557	BB	0.098	2254.39600	8.43003
1	18.893	BB	0.084	61.51065	0.23001
1	19.779	BB	0.079	54.39105	0.20339
1	20.655	PB	0.086	100.77609	0.37684

Total Area = 26742.447

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

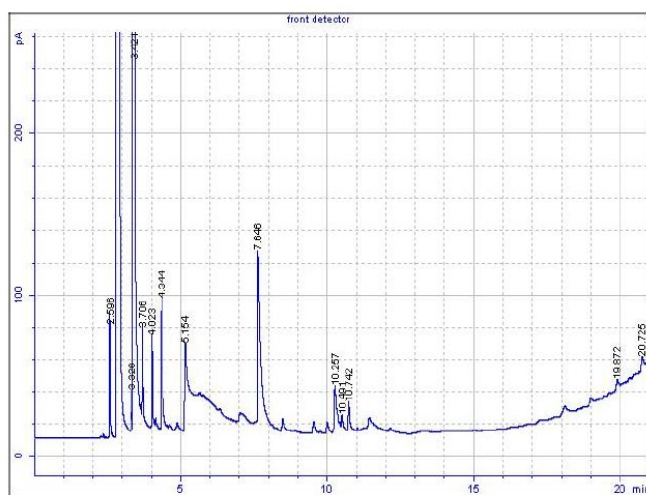
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,1 g; t=120 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 10:42:33 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 1
 Sample note: w2 140 k01
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 10:19:57 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 10:21:09 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 10:42:06 AM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.596	BP	0.026	117.48593	0.83335
1	3.326	BV T	0.027	42.12755	0.29882
1	3.421	VV T	0.030	10643.18001	75.49410
1	3.706	VV T	0.028	103.73993	0.73585
1	4.023	VV T	0.026	79.04308	0.56067
1	4.344	VV T	0.029	128.81021	0.91368
1	5.154	VV T	0.091	248.09087	1.75976
1	7.646	VB	0.098	799.03764	5.66773
1	10.257	VV	0.095	198.36458	1.40704
1	10.491	VV	0.076	64.48883	0.45743
1	10.742	VB	0.070	95.71276	0.67891
1	19.872	BV	0.294	455.48548	3.23085
1	20.725	VV	0.402	1122.46139	7.96183

Total Area = 14098.028

Report summary:

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

Instrument run log:

No deviations found

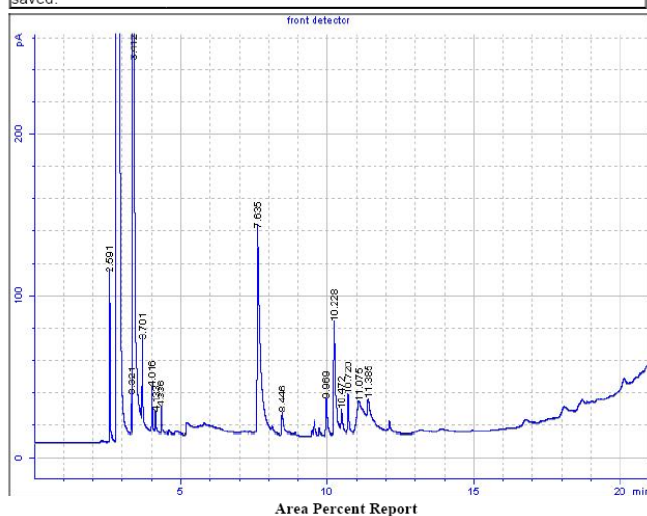
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,1 g; t=180 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 10:59:03 AM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 4
 Sample note: w3 t40 k01
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 10:20:00 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 11:42:37 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 10:59:01 AM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.591	PB	0.022	144.01288	1.32145
1	3.321	PP	0.027	38.19836	0.35051
1	3.412	VV	0.031	8661.91894	79.48119
1	3.701	VB	0.032	112.38149	1.03121
1	4.016	PB	0.027	49.42248	0.45350
1	4.133	BB	0.035	27.78773	0.25498
1	4.336	PB	0.041	43.29757	0.39730
1	7.635	PB	0.092	834.93715	7.66133
1	8.446	PB	0.064	60.99189	0.55966
1	9.969	PB	0.057	87.74611	0.80515
1	10.228	PB	0.065	316.49095	2.90410
1	10.472	BB	0.068	71.46597	0.65577
1	10.720	PB	0.044	68.33890	0.62707
1	11.075	BV	0.187	244.56414	2.24410
1	11.385	VB	0.108	136.51964	1.25270

Total Area = 10898.074

Report summary:

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

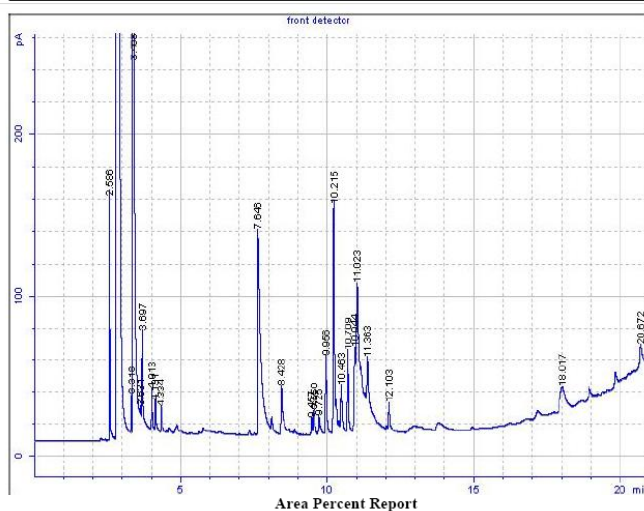
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,1 g; t=240 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:00:23 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 5
 Sample note: w4 140 k01
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 10:20:00 AM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 12:09:07 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:00:15 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA's]	Area %
1	2.586	PB	0.021	200.69920	1.60725
1	3.318	PV	0.025	38.11372	0.30523
1	3.408	VV	0.029	8395.73943	67.23539
1	3.631	VV	0.037	36.16461	0.28962
1	3.697	VB	0.031	129.95674	1.04073
1	4.013	PB	0.031	48.28269	0.38666
1	4.131	BB	0.034	44.15298	0.35359
1	4.334	PP	0.045	48.88774	0.39151
1	7.646	PB	0.094	901.51703	7.21960
1	8.428	PB	0.062	125.27863	1.00327
1	9.457	PV	0.038	25.34800	0.20299
1	9.550	VV	0.077	74.60355	0.59745
1	9.725	VB	0.053	42.09103	0.33708
1	9.956	BB	0.045	145.18733	1.16270
1	10.215	BV	0.050	465.62214	3.72883
1	10.463	VB	0.049	101.43326	0.81231
1	10.709	BB	0.039	132.90963	1.06438
1	10.944	PV	0.045	155.59060	1.24601
1	11.023	VV	0.120	826.24492	6.61680
1	11.363	VB	0.078	238.57128	1.91054
1	12.103	PB	0.043	44.55506	0.35681
1	18.017	PB	0.168	191.64017	1.53471

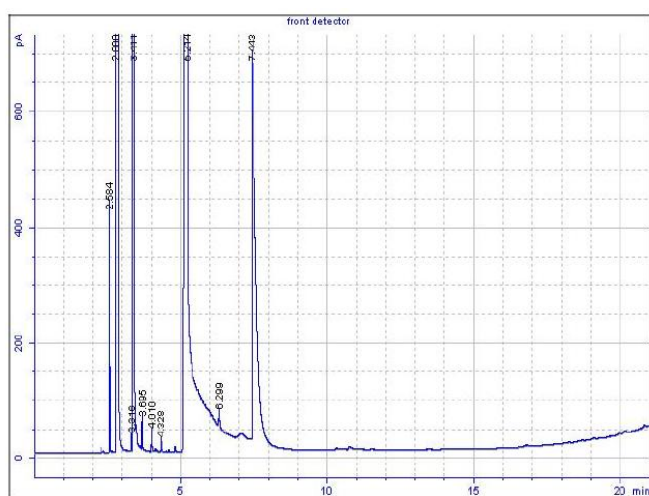
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,3 g; t=60 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:03:55 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 7
 Sample note: w1 t40 k03
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 12:04:42 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 1:08:32 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:03:55 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.584	PB	0.020	508.55603	0.73615
1	2.800	PB S	0.040	28322.86821	40.99829
1	3.316	PV	0.028	53.45864	0.07738
1	3.411	VV	0.030	11146.73895	16.13527
1	3.695	VB	0.025	97.22076	0.14073
1	4.010	PB	0.024	61.25612	0.08867
1	4.328	PB	0.032	50.41471	0.07298
1	5.214	PV	0.098	22539.26148	32.62632
1	6.299	VB	0.064	215.78988	0.31236
1	7.443	BB	0.118	6087.48898	8.81184

Total Area = 69083.054

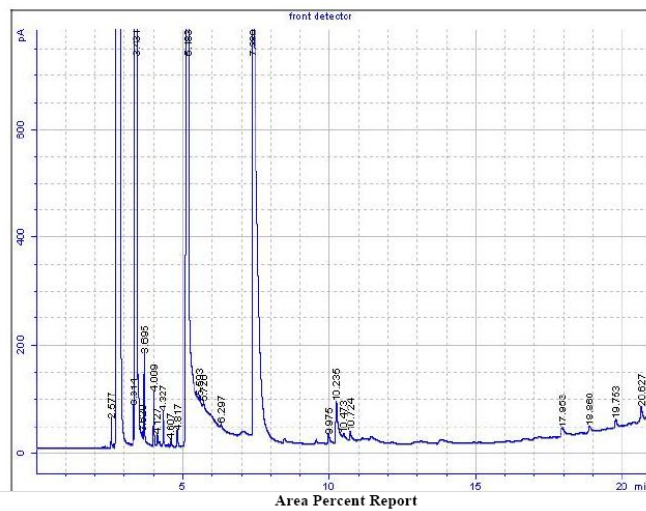
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,3 g; t=120 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:39:00 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 8
 Sample note: w2 t40 k03
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 12:04:43 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 1:38:51 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:38:59 AM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.577	PV	0.021	68.46004	0.12205
1	3.314	VV	0.029	131.25890	0.23400
1	3.431	VV	0.044	28053.74021	50.01198
1	3.629	VV	0.033	55.60419	0.09913
1	3.695	VB	0.026	285.60319	0.50915
1	4.009	BB	0.025	158.68952	0.28290
1	4.127	BB	0.045	60.55516	0.10795
1	4.327	PB	0.033	136.72331	0.24374
1	4.607	VP	0.040	35.51528	0.06331
1	4.817	PP	0.040	75.67295	0.13490
1	5.183	PV	0.075	14325.71352	25.53874
1	5.593	VV	0.083	522.24228	0.93101
1	5.720	VV	0.232	1334.57038	2.37917
1	6.297	VB	0.067	100.43052	0.17904
1	7.389	VB	0.137	9603.59359	17.12052
1	9.975	PB	0.065	69.67976	0.12422
1	10.235	PV	0.083	448.73956	0.79998
1	10.473	VB	0.093	106.85992	0.19050
1	10.724	BP	0.068	86.83123	0.15480
1	17.953	PB	0.127	145.62039	0.25960
1	18.860	PB	0.083	70.80880	0.12623
1	19.753	PV	0.060	61.41585	0.10949
1	20.627	BV	0.075	155.71099	0.27759

Total Area = 56094.040

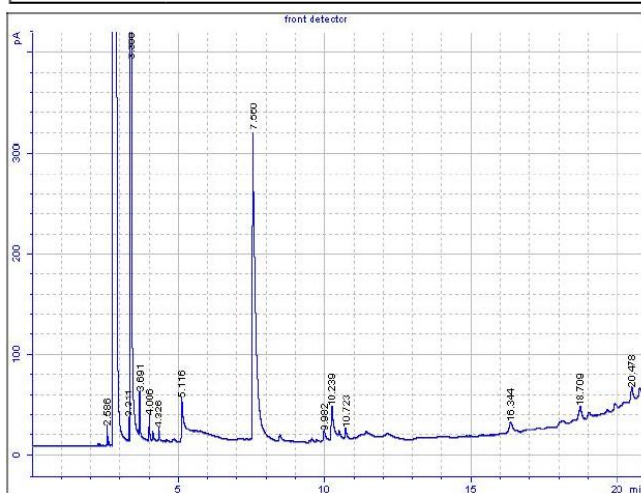
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,3 g; t=180 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:40:41 AM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 8 mei 9
 Sample note: w3 t40 k03
 Submission time: Wednesday, May 08, 2019 12:04:44 PM
 Operator:
 Injection date: Wednesday, May 08, 2019 2:07:46 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:40:40 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.586	PB	0.025	30.11790	0.28535
1	3.311	PV	0.023	34.68253	0.32859
1	3.399	VV	0.028	7551.78770	71.54811
1	3.691	VB	0.028	87.99652	0.83371
1	4.006	PB	0.029	43.33189	0.41054
1	4.326	PB	0.040	35.90671	0.34019
1	5.116	PB	0.063	195.31132	1.85044
1	7.560	PB	0.082	2003.15219	18.97852
1	9.982	PB	0.077	52.02502	0.49290
1	10.239	BV	0.089	212.31543	2.01155
1	10.723	BB	0.059	45.64465	0.43245
1	16.344	PB	0.126	100.28257	0.95011
1	18.709	BB	0.093	86.70046	0.82143
1	20.478	PB	0.081	75.58409	0.71611

Total Area = 10554.839

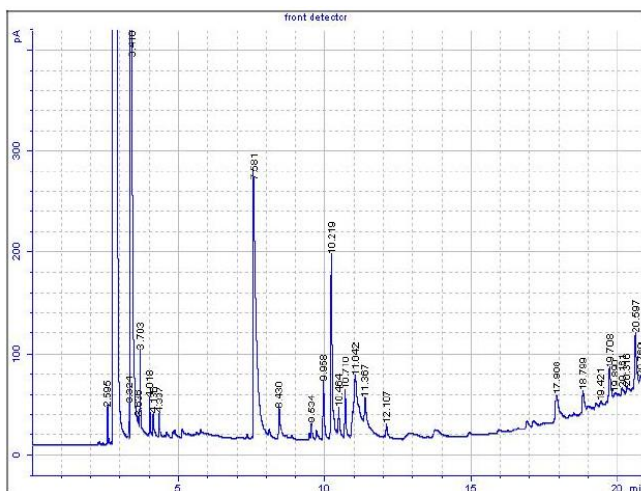
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,3 g; t=240 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:41:44 AM

Page 1 of 3

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 9 mei 1
 Sample note: w4 t40 k03
 Submission time: Thursday, May 09, 2019 9:11:18 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, May 09, 2019 9:12:13 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:41:43 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.595	BV	0.022	50.51918	0.26190
1	3.324	PV	0.024	53.23124	0.27596
1	3.418	VV	0.034	11720.92881	60.76378
1	3.636	VV	0.035	45.86524	0.23778
1	3.703	VB	0.030	173.27239	0.89828
1	4.018	PV	0.028	69.78259	0.36177
1	4.136	VB	0.036	57.51592	0.29817
1	4.337	PP	0.042	65.44640	0.33929
1	7.581	BB	0.094	1833.14961	9.50344
1	8.430	PB	0.060	128.73325	0.66738
1	9.534	VB	0.063	78.91589	0.40912
1	9.958	PB	0.048	182.50467	0.94614
1	10.219	BV	0.054	656.49767	3.40342
1	10.464	VB	0.052	106.44181	0.55182
1	10.710	BP	0.043	132.74732	0.68819
1	11.042	BV	0.162	723.38792	3.75020
1	11.367	VB	0.099	267.63775	1.38749
1	12.107	PB	0.047	43.09656	0.22342
1	17.908	PB	0.136	259.85421	1.34714
1	18.799	BB	0.088	146.71813	0.76062
1	19.421	BV	0.110	112.23781	0.58186
1	19.708	VV	0.115	393.96541	2.04240
1	19.890	VB	0.166	282.88341	1.46653
1	20.161	BV	0.126	267.17144	1.38507
1	20.316	VB	0.128	281.19605	1.45778
1	20.597	BV	0.105	615.03497	3.18847
1	20.769	VV	0.179	540.59760	2.80257

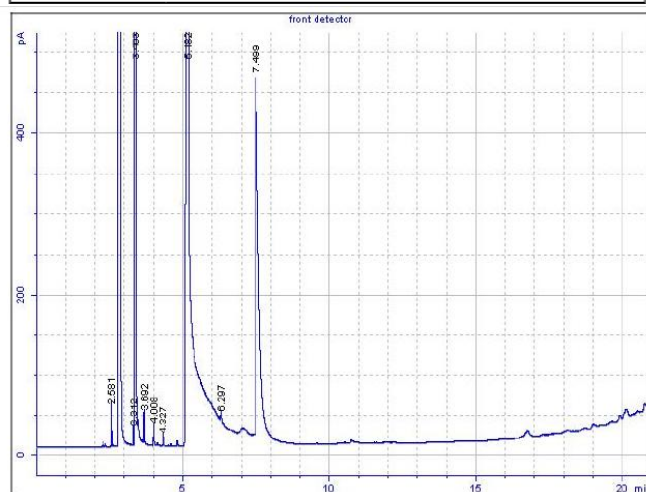
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,5 g; t=60 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:46:14 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 9 mei 3
 Sample note: w1 t40 k05
 Submission time: Thursday, May 09, 2019 9:11:20 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, May 09, 2019 10:06:40 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:46:13 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.581	PB	0.023	76.94810	0.29712
1	3.312	PV	0.027	40.58353	0.15671
1	3.403	VB	0.027	8223.16448	31.75224
1	3.692	BB	0.025	71.21947	0.27500
1	4.008	PB	0.024	43.01650	0.16610
1	4.327	PB	0.032	32.51431	0.12555
1	5.182	PB	0.072	14193.07078	54.80394
1	6.297	PP	0.032	22.42409	0.08659
1	7.499	BB	0.099	3194.96144	12.33676

Total Area = 25897.903

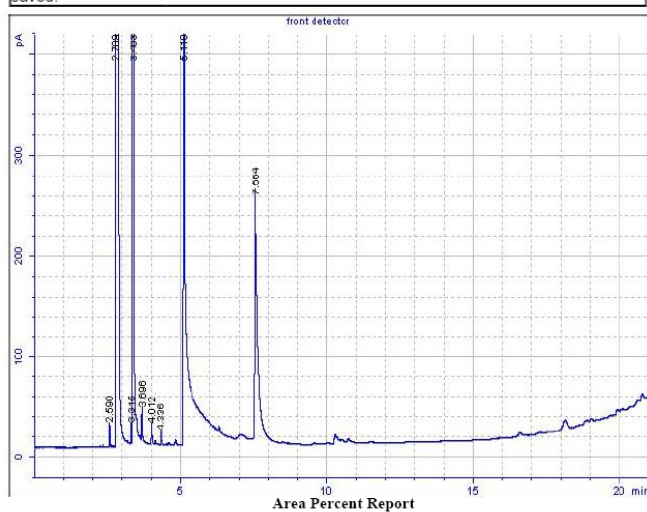
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,5 g; t=120 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:46:51 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 9 mei 4
 Sample note: w2 t40 k05
 Submission time: Thursday, May 09, 2019 9:11:21 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, May 09, 2019 10:33:50 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:46:50 AM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.590	PP	0.024	36.40709	0.07213
1	2.789	PB S	0.050	39359.60456	77.97621
1	3.315	PV	0.024	31.98691	0.06337
1	3.403	VB	0.026	6765.75537	13.40379
1	3.696	BB	0.029	70.84403	0.14035
1	4.012	PB	0.030	38.09560	0.07547
1	4.336	PB	0.039	35.89567	0.07111
1	5.118	PB	0.058	2626.86027	5.20413
1	7.564	BB	0.081	1510.97753	2.99343

Total Area = 50476.427

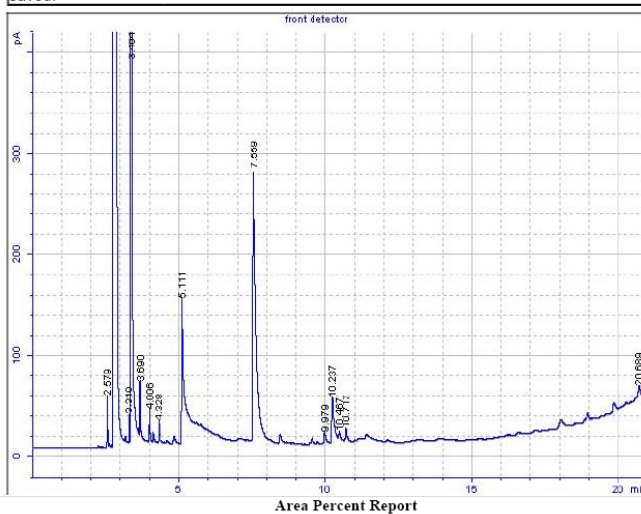
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,5 g; t=180 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:49:48 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 9 mei 5
 Sample note: w3 t40 k05
 Submission time: Thursday, May 09, 2019 9:11:22 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, May 09, 2019 11:00:35 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:49:47 AM



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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.579	BP	0.028	86.69386	0.66459
1	3.310	VV T	0.022	35.20388	0.26987
1	3.404	VV T	0.029	9776.79883	74.94835
1	3.690	VB T	0.028	105.51916	0.80890
1	4.006	PB	0.030	58.50261	0.44848
1	4.328	PB	0.045	67.45498	0.51711
1	5.111	PB	0.069	733.54600	5.62332
1	7.559	BB	0.085	1690.37625	12.95832
1	9.979	PB	0.071	53.25695	0.40826
1	10.237	BV	0.080	258.97435	1.98528
1	10.467	VB	0.070	55.37202	0.42448
1	10.717	BB	0.058	53.30666	0.40865
1	20.689	PB	0.085	69.70951	0.53439

Total Area = 13044.715

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

Instrument run log:

No deviations found

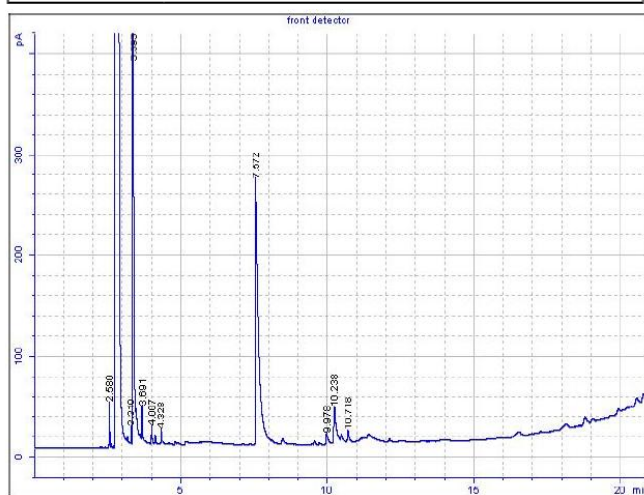
Kromatogram hasil reaksi esterifikasi massa katalis=0,5 g; t=240 menit

Report date: Friday, May 10, 2019 11:50:28 AM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: fira 9 mei 6
 Sample note: w4 t40 k05
 Submission time: Thursday, May 09, 2019 9:11:23 AM
 Operator:
 Injection date: Thursday, May 09, 2019 11:27:25 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Pinena & Terpena
 Method last saved: Friday, May 10, 2019 11:50:26 AM



Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.580	BV	0.026	72.17329	0.93666
1	3.310	VV T	0.022	23.11050	0.29993
1	3.393	VV T	0.027	5371.25153	69.70753
1	3.691	VB T	0.026	60.55789	0.78591
1	4.007	PB	0.030	33.08407	0.42936
1	4.328	PB	0.039	40.40837	0.52442
1	7.572	PB	0.085	1783.19317	23.14209
1	9.978	PB	0.071	55.30574	0.71775
1	10.238	BV	0.083	218.88388	2.84065
1	10.718	BB	0.057	47.44228	0.61570

Total Area = 7705.411

Report summary:

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

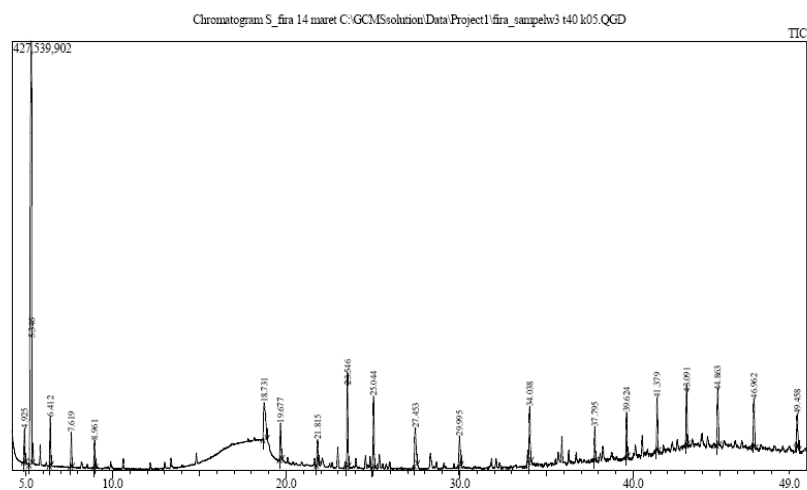
Instrument run log:

No deviations found

Lampiran 7 Analisis GC MS

Sample Information

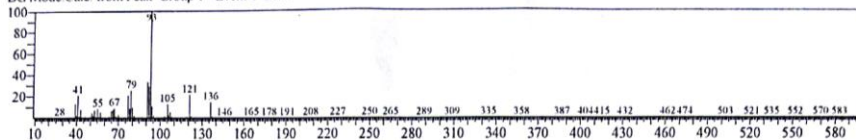
Analyzed by : Admin
 Analyzed : 3/14/2019 10:18:40 AM
 Sample Type : Unknown
 Level # : 1
 Sample Name : S_fira 14 maret
 Sample ID : fira_sampelw3 t40 k05
 IS Amount : [1]-1
 Sample Amount : 1
 Dilution Factor : 1
 Vial # : 1
 Injection Volume : 0.20
 Data File : C:\GCMSSolution\Data\Project1\fira_sampelw3 t40 k05.QGD
 Org Data File : C:\GCMSSolution\Data\Project1\fira_sampelw3 t40 k05.QGD
 Method File : C:\GCMSSolution\Data\Project1\M_pinena&terpena.gqm
 Org Method File : C:\GCMSSolution\Data\Project1\M_pinena&terpena.gqm
 Report File :
 Tuning File : C:\GCMSSolution\System\Tune1\Tuning 20122018.qgt
 Modified by : Admin
 Modified : 5/27/2019 9:35:13 AM



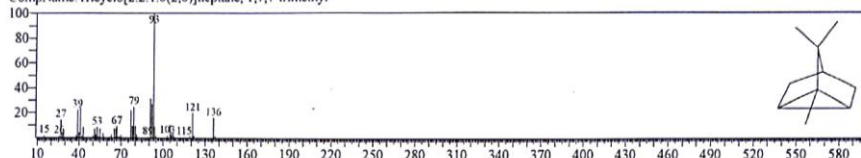
Peak#	RTime	ITime	FTime	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	4.925	4.875	4.983	96452645	2.35	33330254	3.74	2.89		Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trim
2	5.346	5.183	5.575	649828153	15.67	73929843	8.30	8.79	E	9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl es
3	6.412	6.350	6.475	158559149	3.82	48264204	5.42	3.29		Camphene
4	7.619	7.567	7.692	110358741	2.66	33903910	3.81	3.26		Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-m
5	8.961	8.908	9.033	85843295	2.07	27115907	3.04	3.17		DELTA,3-Carene
6	18.731	18.667	18.908	301915994	7.28	36291136	4.07	8.32		Methanamine, N-methoxy- (CAS) O,N-I
7	19.677	19.617	19.775	139993521	3.38	35803702	4.02	3.91		alpha-Campholenal
8	21.815	21.750	21.900	99281116	2.31	24875510	2.79	3.86		Pinocarvone
9	23.546	23.458	23.617	345557335	8.33	76309436	8.57	4.53	E	p-Mentha-6,8-dien-2-ol, acetate, cis-
10	25.044	24.975	25.133	272260516	6.57	70867887	7.95	3.84		alpha-Terpineol
11	27.453	27.367	27.575	226721805	5.47	36801631	4.13	6.16		Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) M
12	29.995	29.925	30.092	135054584	3.26	29059557	3.26	4.65		CIS-PINONSAEURE
13	34.038	33.967	34.133	235913638	5.69	54143587	6.08	4.36		(1S,2R,5R)-2-(2-Hydroxypropan-2-yl)-5
14	37.795	37.742	37.858	104708467	2.52	32645013	3.66	3.21		Heicosane
15	39.624	39.567	39.692	149610635	3.61	43830941	4.92	3.41		Eicosane
16	41.379	41.325	41.458	186021983	4.49	51506016	5.78	3.61		Eicosane
17	43.091	43.017	43.142	221888911	5.35	51644214	5.80	4.30	E	Octadecane (CAS) n-Octadecane
18	44.863	44.800	44.975	252601701	6.09	53528869	6.01	4.72	E	Octadecane (CAS) n-Octadecane
19	46.962	46.892	47.058	223939816	5.40	46276529	5.19	4.84		Tetratetracontane
20	49.458	49.392	49.567	153789796	3.71	30784982	3.46	5.00		Tetratetracontane (CAS) n-Tetratetracont
				4146948801	100.00	890912128	100.00			

Library

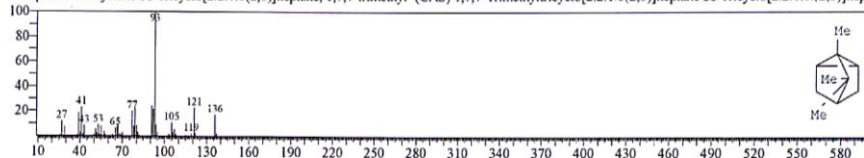
<< Target >>
 Line# 1 R Time: 4.925(Scan# 88) MassPeaks: 254
 RawMode: Single 4.925(88) BasePeak: 93.10(8015029)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



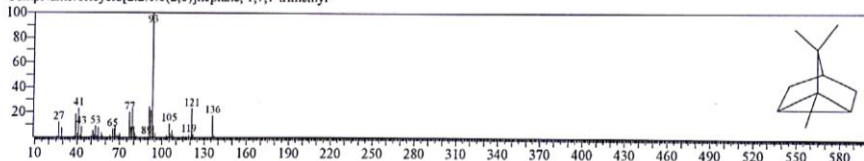
Hit# 1 Entry: 18275 Library: NIST17.LIB
 S1:96 Formula: C10H16 CAS: 508-32-7 MolWeight: 136 RetIndex: 729
 CompName: Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl-



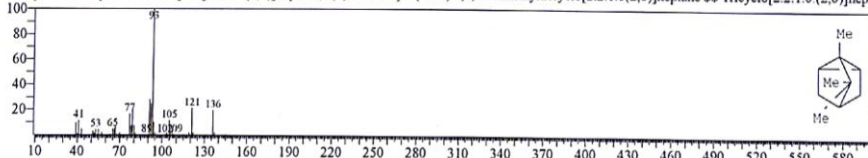
Hit# 2 Entry: 26510 Library: WILEY7.LIB
 S1:96 Formula: C10H16 CAS: 508-32-7 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: Tricyclene \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl- (CAS) 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]hept



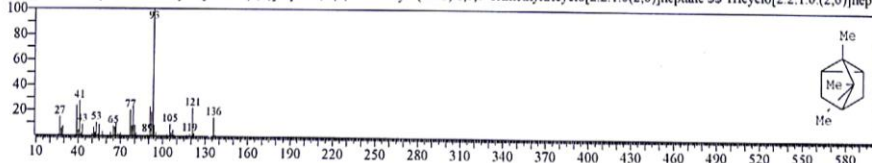
Hit# 3 Entry: 18398 Library: NIST17.LIB
 S1:96 Formula: C10H16 CAS: 508-32-7 MolWeight: 136 RetIndex: 729
 CompName: Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl-



Hit# 4 Entry: 26509 Library: WILEY7.LIB
 S1:95 Formula: C10H16 CAS: 508-32-7 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: Tricyclene \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl- (CAS) 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]hept

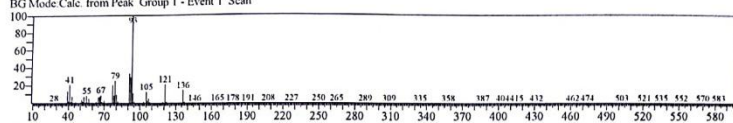


Hit# 5 Entry: 26511 Library: WILEY7.LIB
 S1:95 Formula: C10H16 CAS: 508-32-7 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: Tricyclene \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl- (CAS) 1,7,7-Trimethyltricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane \$\$ Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]hept

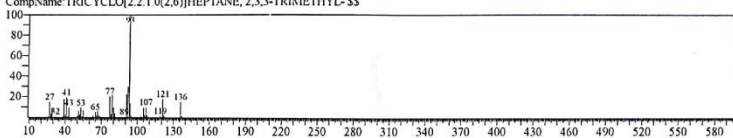


<<Target >>

Line# 1 R-Time 4.925(Scan# 88) MassPeaks 254
RawMode Single 4.925(88) BasePeak: 93 10(8015029)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

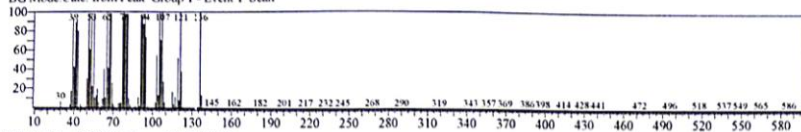


Hit# 6 Entry 25491 Library: WILEY7.LIB
SI: 95 Formula: C10H16 CAS: 0-00-0 MolWeight: 136 RetIndex: 0
CompName: TRICYCLO[2.2.1.0(2,6)]HEPTANE, 2,3,3-TRIMETHYL-5S



<< Target >>

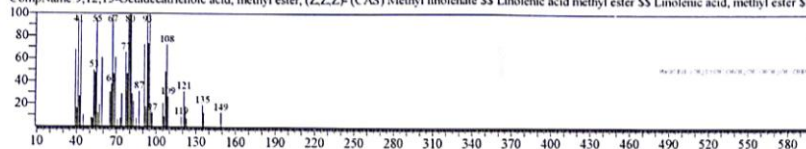
Line# 2 R.Time:5.342(Scan# 138) MassPeaks 289
 RawMode Single 5.342(138) BasePeak:136 15(8335148)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry:203790 Library:WILEY7.LIB

SI 77 Formula C19 H32 O2 CAS 301-00-8 MolWeight:292 RetIndex:0

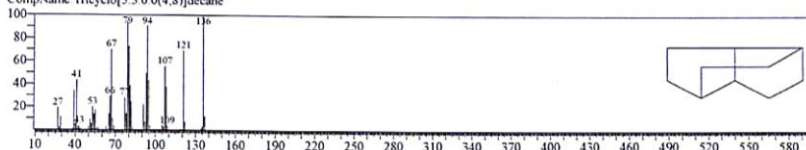
CompName 9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester, (Z,Z,Z)- (CAS) Methyl linolenate SS Linolenic acid methyl ester SS Linolenic acid, methyl ester SS



Hit# 2 Entry:18337 Library:NIST17.LIB

SI 75 Formula C10 H16 CAS 19485-20-2 MolWeight:136 RetIndex:1003

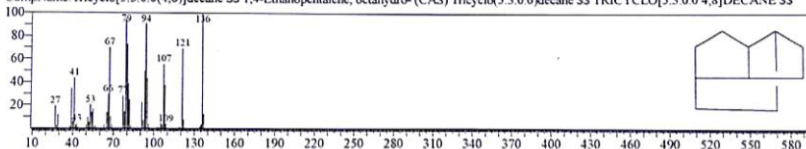
CompName Tricyclo[5.3.0.0(4,8)]decane



Hit# 3 Entry:26538 Library:WILEY7.LIB

SI 75 Formula C10 H16 CAS 19485-20-2 MolWeight:136 RetIndex:0

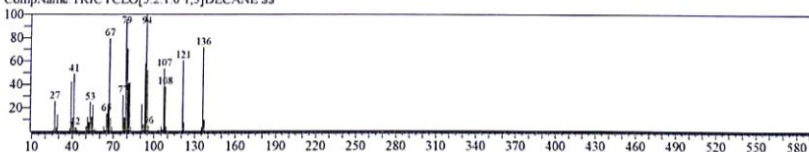
CompName Tricyclo[5.3.0.0(4,8)]decane SS 1,4-Ethano-pentalene, octahydro- (CAS) Tricyclo[5.3.0.0]decane SS TRICYCLO[5.3.0.0.4,8]DECANE SS



Hit# 4 Entry:26556 Library:WILEY7.LIB

SI 74 Formula C10 H16 CAS 0-00-0 MolWeight:136 RetIndex:0

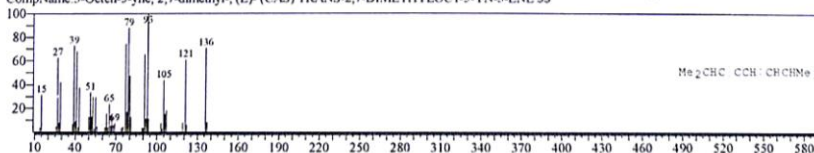
CompName TRICYCLO[5.2.1.0 1,5]DECANE SS

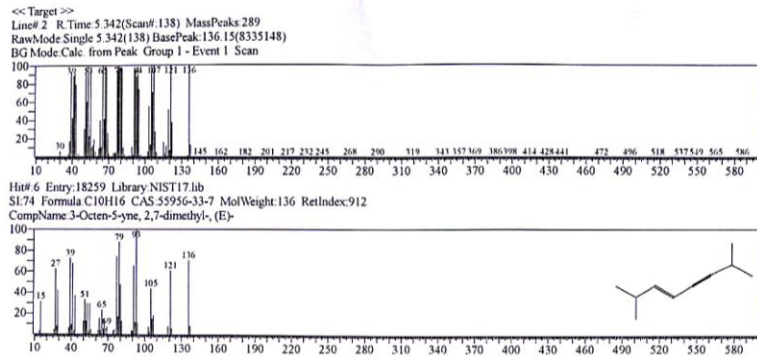


Hit# 5 Entry:25417 Library:WILEY7.LIB

SI 74 Formula C10 H16 CAS 55956-33-7 MolWeight:136 RetIndex:0

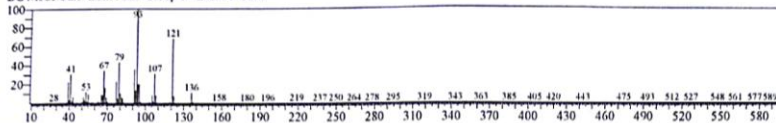
CompName 3-Octen-5-yne, 2,7-dimethyl-, (E)- (CAS) TRANS-2,7-DIMETHYLOCT-5-YN-3-ENE SS





<< Target >>

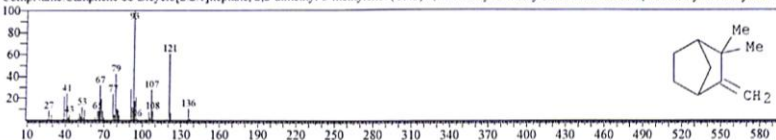
Line# 3 R Time 6.408(Scan# 266) MassPeaks 257
 RawMode Single 6.408(266) BasePeak 93.10(7920536)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry:26396 Library:WILEY7.LIB

SI 97 Formula C10 H16 CAS 79-92-5 MolWeight 136 RetIndex 0

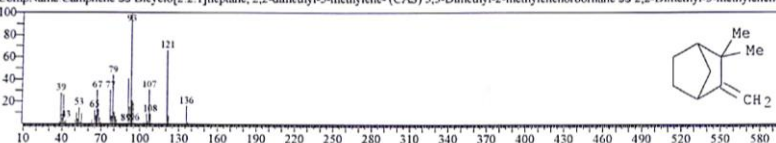
CompName Camphene S5 Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene- (CAS) 3,3-Dimethyl-2-methylenenorbornane S5 2,2-Dimethyl-3-methylenor



Hit# 2 Entry:26393 Library:WILEY7.LIB

SI 97 Formula C10 H16 CAS 79-92-5 MolWeight 136 RetIndex 0

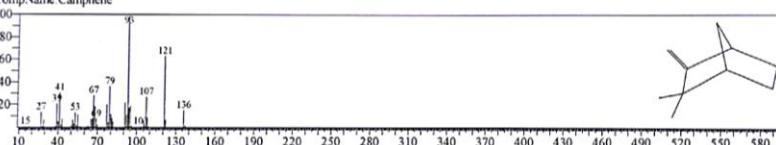
CompName Camphene S5 Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene- (CAS) 3,3-Dimethyl-2-methylenenorbornane S5 2,2-Dimethyl-3-methylenor



Hit# 3 Entry:18420 Library:NIST17.lib

SI 97 Formula C10H16 CAS 79-92-5 MolWeight 136 RetIndex 943

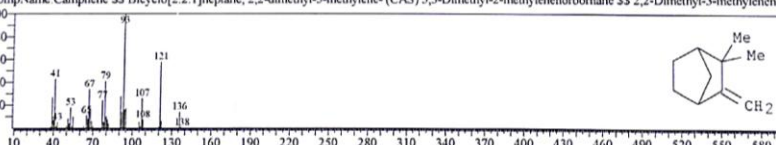
CompName Camphene



Hit# 4 Entry:26400 Library:WILEY7.LIB

SI 96 Formula C10 H16 CAS 79-92-5 MolWeight 136 RetIndex 0

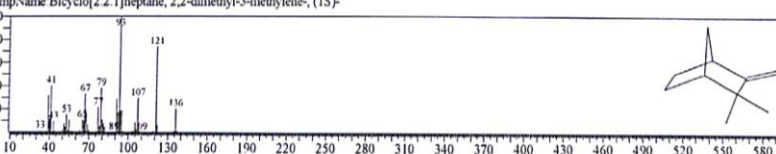
CompName Camphene S5 Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene- (CAS) 3,3-Dimethyl-2-methylenenorbornane S5 2,2-Dimethyl-3-methylenor

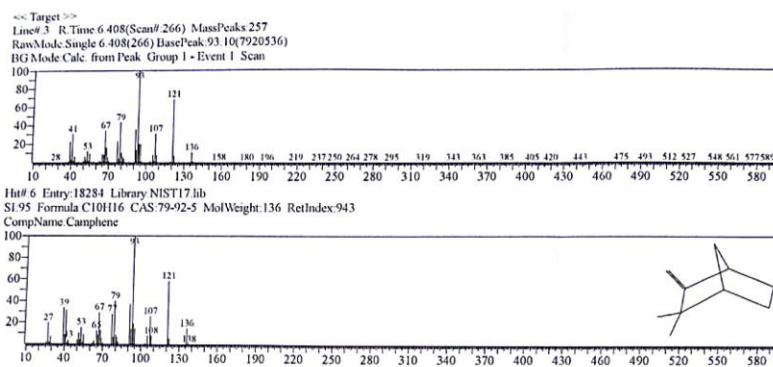


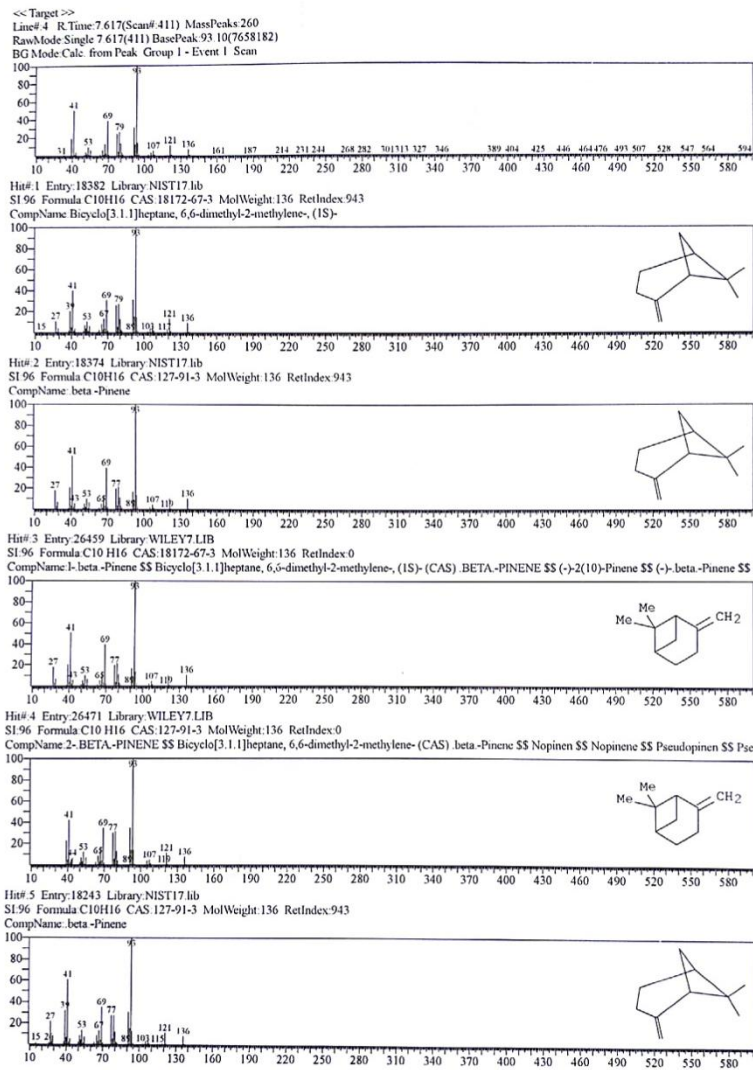
Hit# 5 Entry:18282 Library:NIST17.lib

SI 96 Formula C10H16 CAS 5794-04-7 MolWeight 136 RetIndex 943

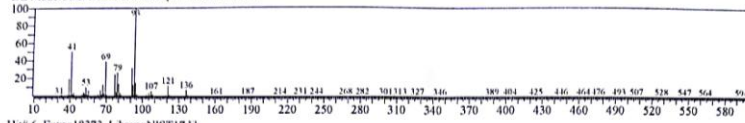
CompName Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene-, (1S)-



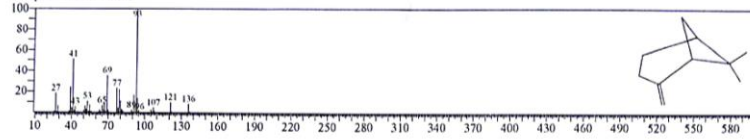




<< Target >>
Scan# 4 R Time 7.617(Scan# 411) MassPeak 260
RawMode Single 7.617(411) BasePeak 93.10(7658182)
HG Mode Calc: from Peak Group 1 - Event 1 Scan

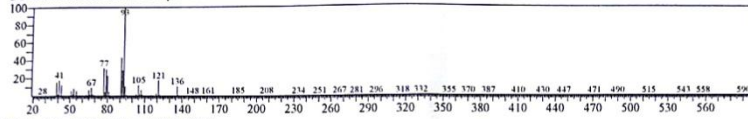


Hit# 6 Entry: 18373 Library: NIST17.lib
SI: 95 Formula: C10H16 CAS: 127-91-3 MolWeight: 136 RefIndex: 943
CompName: beta-Pinene

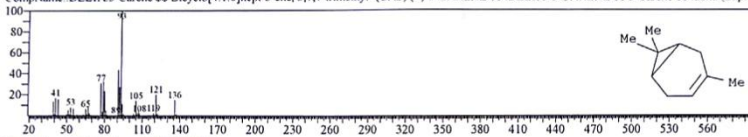


<< Target >>

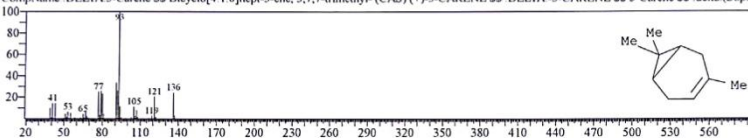
Line# 5 R Time: 8.958(Scan#: 572) MassPeaks: 257
 RawMode Single 8.958(572) BasePeak: 93.10(6180459)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



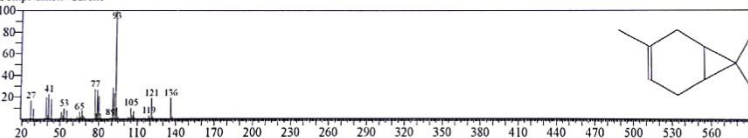
Hit# 1 Entry: 26489 Library: WILEY7.LIB
 SI 98 Formula: C10H16 CAS: 13466-78-9 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: DELTA-3-Carene SS Bicyclo[4.1.0]hept-3-ene, 3,7,7-trimethyl- (CAS) (+)-3-CARENE SS DELTA-3-CARENE SS 3-Carene SS delta (Sup3)-



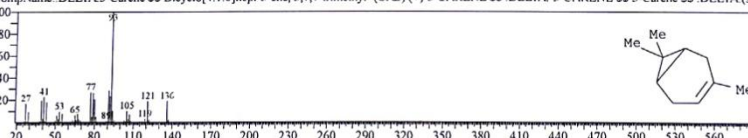
Hit# 2 Entry: 26487 Library: WILEY7.LIB
 SI 95 Formula: C10H16 CAS: 13466-78-9 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: DELTA-3-Carene SS Bicyclo[4.1.0]hept-3-ene, 3,7,7-trimethyl- (CAS) (+)-3-CARENE SS DELTA-3-CARENE SS 3-Carene SS delta (Sup3)-



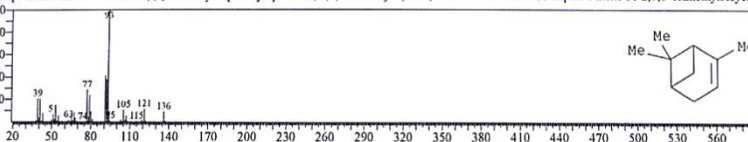
Hit# 3 Entry: 18404 Library: NIST17.lib
 SI 95 Formula: C10H16 CAS: 13466-78-9 MolWeight: 136 RetIndex: 948
 CompName: 3-Carene



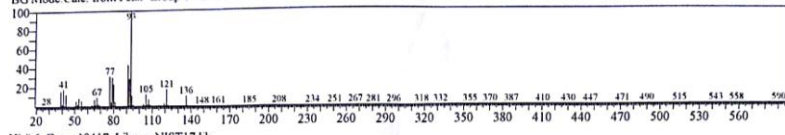
Hit# 4 Entry: 26485 Library: WILEY7.LIB
 SI 95 Formula: C10H16 CAS: 13466-78-9 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: DELTA-3-Carene SS Bicyclo[4.1.0]hept-3-ene, 3,7,7-trimethyl- (CAS) (+)-3-CARENE SS DELTA-3-CARENE SS 3-Carene SS DELTA (sup3)-



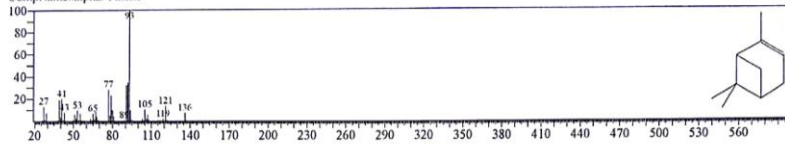
Hit# 5 Entry: 26447 Library: WILEY7.LIB
 SI 95 Formula: C10H16 CAS: 80-56-8 MolWeight: 136 RetIndex: 0
 CompName: ALPHA-PINENE, (-)- SS Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl- (CAS) Pinene SS 2-Pinene SS alpha -Pinene SS 2,6,6-Trimethylbicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl-



<< Target >>
Line# 5 R-Time 8.958(Scan# 572) MassPeaks 257
RawMode:Single 8.958(572) BasePeak 93.10(6180459)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

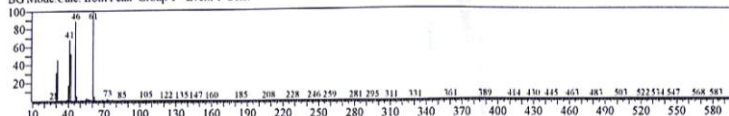


Hit# 6 Entry:18417 Library:NIST17.lib
SI 95 Formula:C10H16 CAS:80-56-8 MolWeight:136 RetIndex:948
CompName:alpha-Pinene



<< Target >>

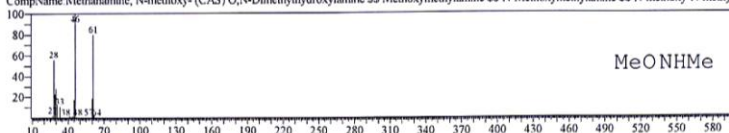
Line# 6 R-Time: 18.733(Scan# 1745) MassPeaks 259
 RawMode Single 18.733(1745) BasePeak 60 85(8081763)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry: 747 Library: WILEY7.LIB

SI: 77 Formula: C2H7NO CAS: 1117-97-1 MolWeight: 61 RetIndex: 0

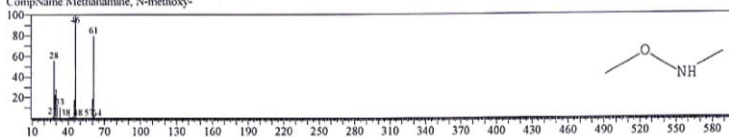
CompName: Methanamine, N-methoxy- (CAS) O,N-Dimethylhydroxylamine \$\$ Methoxymethylamine \$\$ N-Methoxymethylamine \$\$ N-methoxy-N-methyla



Hit# 2 Entry: 366 Library: NIST17.LIB

SI: 77 Formula: C2H7NO CAS: 1117-97-1 MolWeight: 61 RetIndex: 494

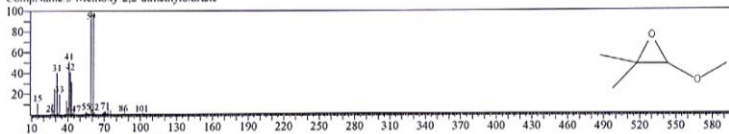
CompName: Methanamine, N-methoxy-



Hit# 3 Entry: 4743 Library: NIST17.LIB

SI: 75 Formula: C5H10O2 CAS: 26196-04-3 MolWeight: 102 RetIndex: 620

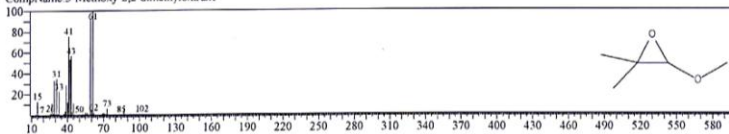
CompName: 3-Methoxy-2,2-dimethyloxirane



Hit# 4 Entry: 4817 Library: NIST17.LIB

SI: 75 Formula: C5H10O2 CAS: 26196-04-3 MolWeight: 102 RetIndex: 620

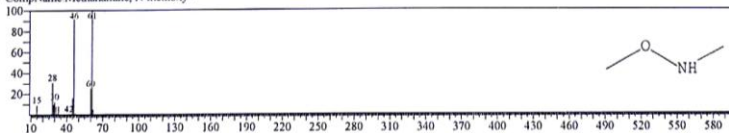
CompName: 3-Methoxy-2,2-dimethyloxirane

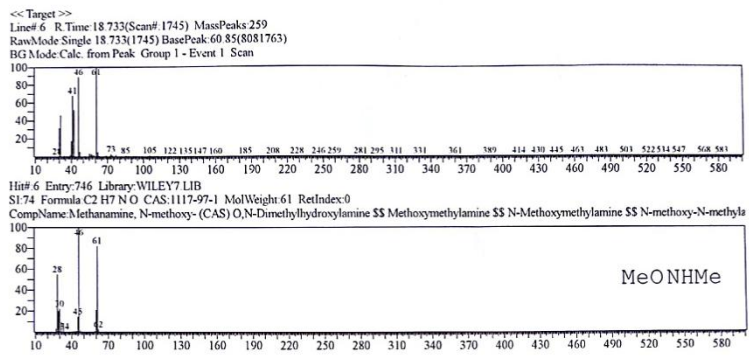


Hit# 5 Entry: 362 Library: NIST17.LIB

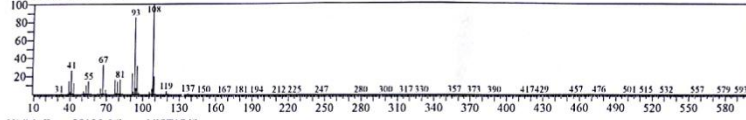
SI: 74 Formula: C2H7NO CAS: 1117-97-1 MolWeight: 61 RetIndex: 494

CompName: Methanamine, N-methoxy-

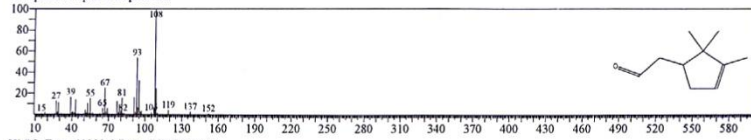




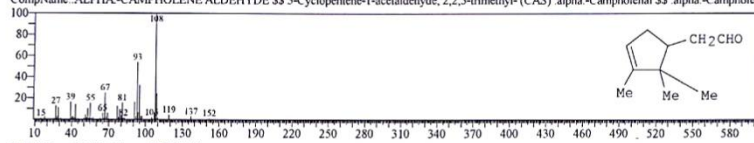
<< Target >>
 Line# 7 R.Time: 19.675(Scan# 1858) MassPeaks: 238
 RawMode: Single 19.675(1858) BasePeak: 108.15(7168911)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



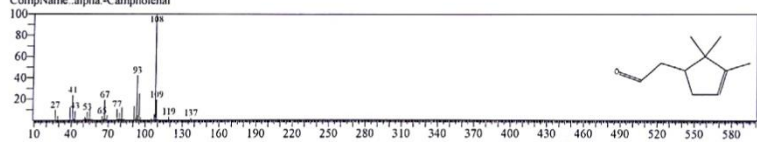
Hit# 1 Entry: 29135 Library: NIST17.LIB
 SI: 93 Formula: C10H16O CAS: 4501-58-0 MolWeight: 152 RetIndex: 1155
 CompName: alpha-Campholenal



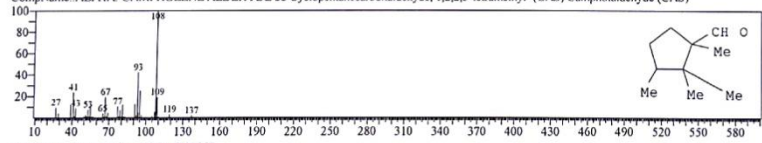
Hit# 2 Entry: 41009 Library: WILEY7.LIB
 SI: 93 Formula: C10H16O CAS: 4501-58-0 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: ALPHA-CAMPHOLENE ALDEHYDE \$\$ 3-Cyclopentene-1-acetaldehyde, 2,2,3-trimethyl- (CAS) alpha-Campholenal \$\$ alpha-Campholenal



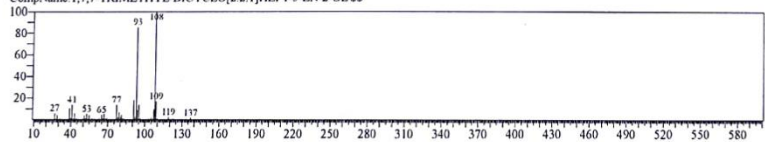
Hit# 3 Entry: 29136 Library: NIST17.LIB
 SI: 91 Formula: C10H16O CAS: 4501-58-0 MolWeight: 152 RetIndex: 1155
 CompName: alpha-Campholenal



Hit# 4 Entry: 41309 Library: WILEY7.LIB
 SI: 91 Formula: C10H16O CAS: 26882-03-1 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: ALPHA-CAMPHOLENE ALDEHYDE \$\$ Cyclopentanecarboxaldehyde, 1,2,2,3-tetramethyl- (CAS) Campholaldehyde (CAS)

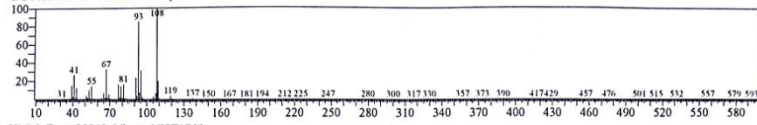


Hit# 5 Entry: 40335 Library: WILEY7.LIB
 SI: 91 Formula: C10H16O CAS: 0-00-0 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: 1,7,7-TRIMETHYL-BICYCLO[2.2.1]HEPT-5-EN-2-OL \$\$

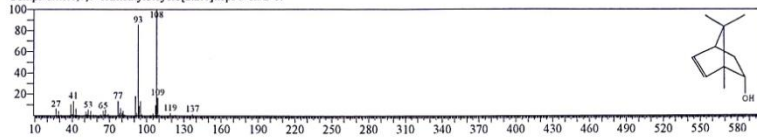


<<Target>>

Line# 7 R Time: 19.675(Scan# 1858) MassPeaks: 238
RawMode: Single 19.675(1858) BasePeak: 108 15(7168911)
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

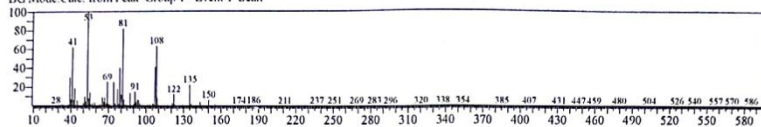


Hit# 6 Entry: 28940 Library: NIST17.lib
SI: 91 Formula: C10H16O CAS: 0-00-0 MolWeight: 152 RetIndex: 1120
CompName: 1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-ol

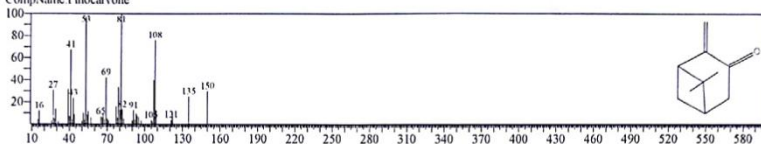


<< Target >>

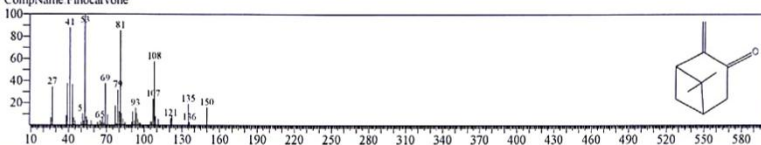
Line# 8 R Time: 21.817(Scan#: 2115) MassPeaks: 251
 RawMode: Single 21.817(2115) BasePeak: 53.05(3224401)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



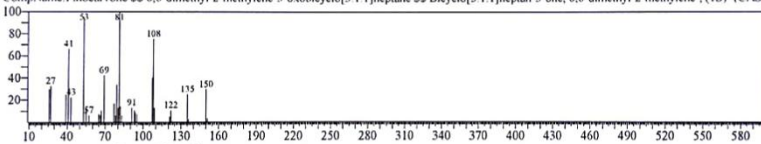
Hit# 1 Entry: 27322 Library: NIST17.lib
 SI 90 Formula: C10H14O CAS: 30460-92-5 MolWeight: 150 RetIndex: 1114
 CompName: Pinocarvone



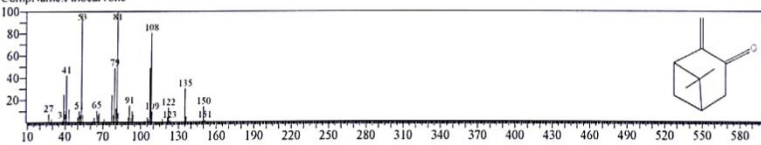
Hit# 2 Entry: 27303 Library: NIST17.lib
 SI 87 Formula: C10H14O CAS: 30460-92-5 MolWeight: 150 RetIndex: 1114
 CompName: Pinocarvone



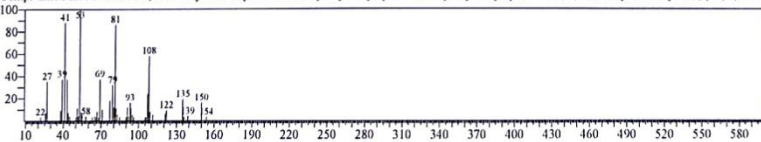
Hit# 3 Entry: 38815 Library: WILEY7.LIB
 SI 87 Formula: C10H14O CAS: 19890-00-7 MolWeight: 150 RetIndex: 0
 CompName: Pinocarvone SS 6,6-dimethyl-2-methylene-3-oxobicyclo[3.1.1]heptane SS Bicyclo[3.1.1]heptan-3-one, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)- (CAS)



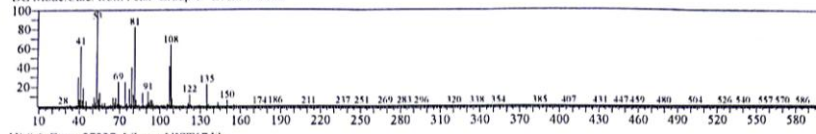
Hit# 4 Entry: 27323 Library: NIST17.lib
 SI 87 Formula: C10H14O CAS: 30460-92-5 MolWeight: 150 RetIndex: 1114
 CompName: Pinocarvone



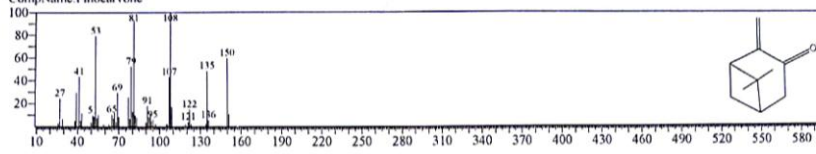
Hit# 5 Entry: 38816 Library: WILEY7.LIB
 SI 87 Formula: C10H14O CAS: 19890-00-7 MolWeight: 150 RetIndex: 0
 CompName: Pinocarvone SS 6,6-dimethyl-2-methylene-3-oxobicyclo[3.1.1]heptane SS Bicyclo[3.1.1]heptan-3-one, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)- (CAS)



<< Target >>
Line# 8 R: Time 21.817(Scan# 2115) MassPeaks 251
RawMode Single 21.817(2115) BasePeak: 53.05(3224401)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

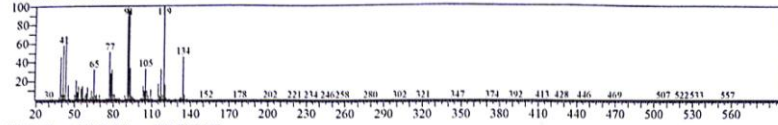


Hit# 6 Entry: 27227 Library: NIST17.lib
SI: 86 Formula: C₁₀H₁₄O CAS: 30460-92-5 MolWeight: 150 RetIndex: 1114
CompName: Pinocarvone



~: Target ~:

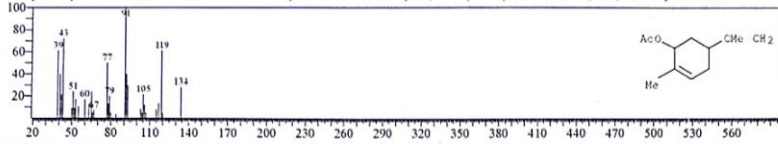
Line# 9 R Time: 23.542 (Scan# 2322) MassPeaks: 249
RawMode: Single 23.542 (2322) BasePeak: 119.15 (8251153)
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry: 88369 Library: WILEY7.LIB

SI: 86 Formula: C12H18O2 CAS: 120542-1 MolWeight: 194 RetIndex: 0

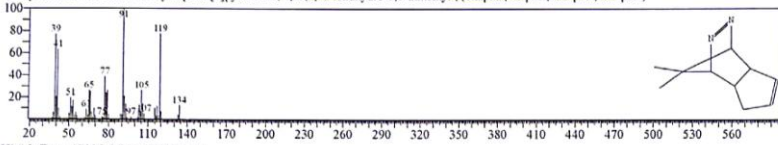
CompName: p-Mentha-6,8-dien-2-ol, acetate, cis-5S-2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, acetate, cis- (CAS) cis-Caryyl acetate 5S



Hit# 2 Entry: 36614 Library: NIST17.lib

SI: 84 Formula: C10H14N2 CAS: 0-00-0 MolWeight: 162 RetIndex: 0

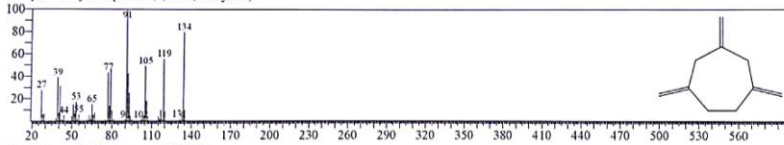
CompName: 1,4-Methano-1H-cyclopenta[d]pyridazine, 4,4a,5,7a-tetrahydro-8,8-dimethyl-, (1.alpha.,4.alpha.,4a.alpha.,7a.alpha.)-



Hit# 3 Entry: 17006 Library: NIST17.lib

SI: 83 Formula: C10H14 CAS: 68284-24-2 MolWeight: 134 RetIndex: 1039

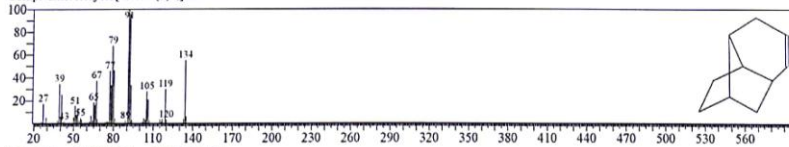
CompName: Cycloheptane, 1,3,5-tris(methylene)-



Hit# 4 Entry: 16988 Library: NIST17.lib

SI: 83 Formula: C10H14 CAS: 0-00-0 MolWeight: 134 RetIndex: 986

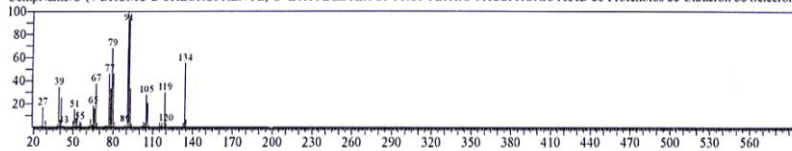
CompName: Tricyclo[4.4.0.0(2,8)]dec-4-ene



Hit# 5 Entry: 24520 Library: WILEY7.LIB

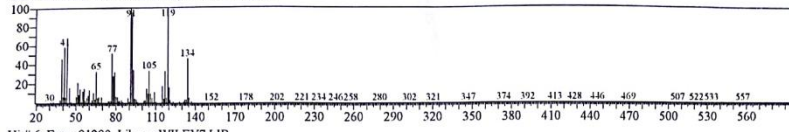
SI: 83 Formula: C10H14 CAS: 41198-08-7 MolWeight: 134 RetIndex: 0

CompName: O-(4-BROMO-2-CHLOROPHENYL)-O-ETHYL ESTER OF PROPYLTHIO-PHOSPHORIC ACID 5S Profenofos 5S Curacron 5S Selecron 5



<< Target >>

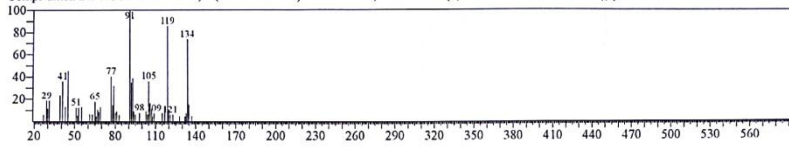
Line# 9 R Time 23.542(Scan# 2322) MassPeaks 249
RawMode:Single 23.542(2322) BasePeak:119,15(8251153)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 6 Entry:91290 Library:WILEY7.LIB

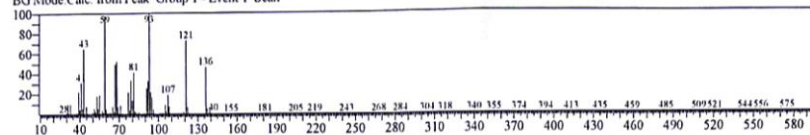
SI.83 Formula: C12 H20 O2 CAS: 62675-96-1 MolWeight: 196 RetIndex: 0

CompName: ANDROSTAN-17-ONE, 3-(ACETYLOXY)-16-BROMO-, CYCLIC 17-(1,2-ETHANEDIYL ACETAL), (3 S) 6-ISOPROPENYL-3-METHO

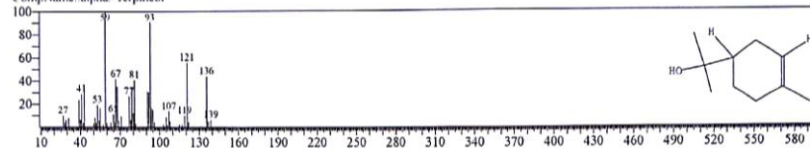


<< Target >>

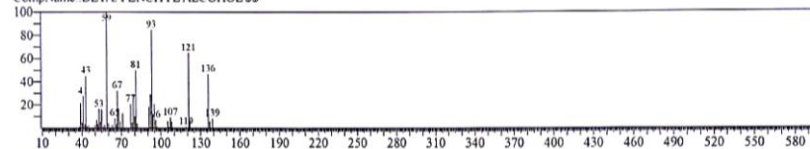
Line# 10 R.Time:25.042(Scan#:2502) MassPeaks:249
 RawMode:Single 25.042(2502) BasePeak:93 10(7248131)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



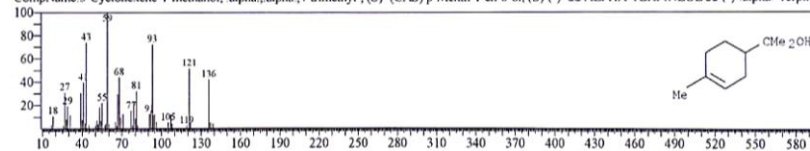
Hit# 1 Entry:30626 Library:NIST7.LIB
 SI 94 Formula C10H18O CAS:98-55-5 MolWeight:154 RetIndex:1143
 CompName: alpha-Terpineol



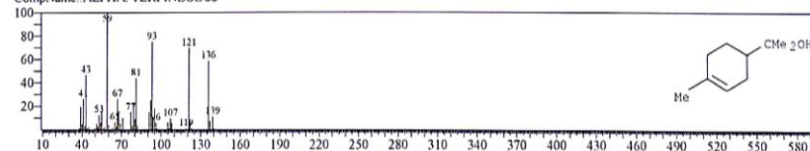
Hit# 2 Entry:42928 Library:WILEY7.LIB
 SI 92 Formula C10H18O CAS:470-08-6 MolWeight:154 RetIndex:0
 CompName: BETA-FENCHYL ALCOHOL SS



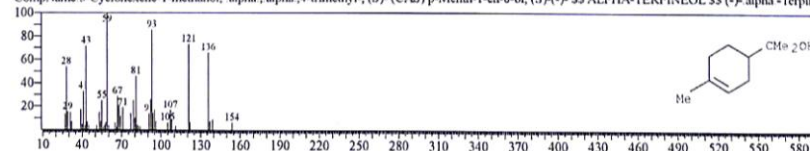
Hit# 3 Entry:43787 Library:WILEY7.LIB
 SI 92 Formula C10H18O CAS:10482-56-1 MolWeight:154 RetIndex:0
 CompName: 3-Cyclohexene-1-methanol, alpha, alpha, 4-trimethyl-, (S)- (CAS) p-Menth-1-en-8-ol, (S)-(-)- SS ALPHA-TERPINEOL SS (-)-alpha-Terpineol



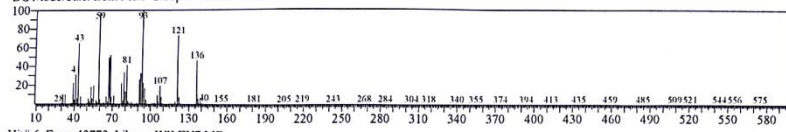
Hit# 4 Entry:42933 Library:WILEY7.LIB
 SI 91 Formula C10H18O CAS:98-55-5 MolWeight:154 RetIndex:0
 CompName: ALPHA-TERPINEOL SS



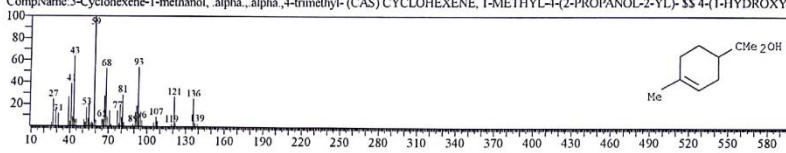
Hit# 5 Entry:43790 Library:WILEY7.LIB
 SI 91 Formula C10H18O CAS:10482-56-1 MolWeight:154 RetIndex:0
 CompName: 3-Cyclohexene-1-methanol, alpha, alpha, 4-trimethyl-, (S)- (CAS) p-Menth-1-en-8-ol, (S)-(-)- SS ALPHA-TERPINEOL SS (-)-alpha-Terpineol



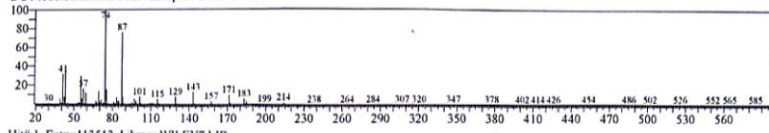
<< Target >>
Line#: 10 R. Time: 25.042 (Scan#: 2502) MassPeaks: 249
RawMode: Single 25.042(2502) BasePeak: 93.10(7248131)
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



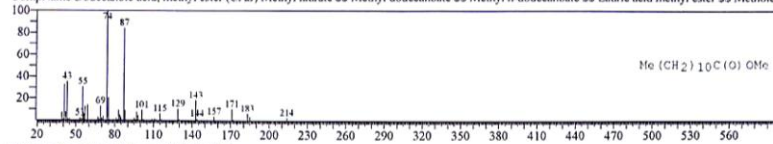
Hit#: 6 Entry: 43773 Library: WILEY7.LIB
SI: 89 Formula: C₁₀H₁₈O CAS: 98-55-5 MolWeight: 154 RetIndex: 0
CompName: 3-Cyclohexene-1-methanol, alpha, alpha, 4-trimethyl- (CAS) CYCLOHEXENE, 1-METHYL-1-(2-PROPANOL-2-YL)- 5S 4-(1-HYDROXY-1



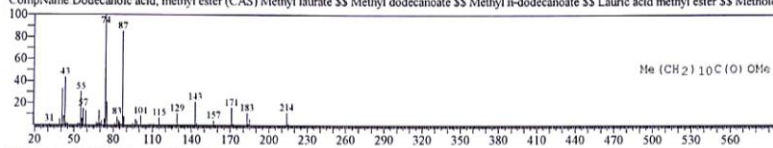
<< Target >>
 Line# 11 R.Time 27.450(Scan# 2791) Mass/Peak: 224
 RawMode Single 27.450(2791) BasePeak: 74, 10(7560287)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



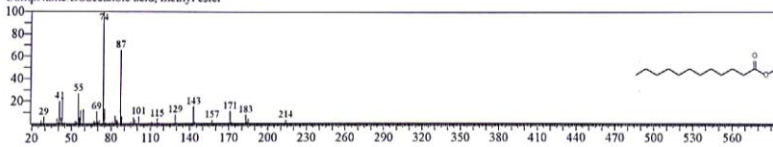
Hit# 1 Entry: 113513 Library: WILEY7.LIB
 SI 97 Formula: C13 H26 O2 CAS: 111-82-0 MolWeight: 214 RetIndex: 0
 CompName: Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl laurate \$\$ Methyl dodecanoate \$\$ Methyl n-dodecanoate \$\$ Lauric acid methyl ester \$\$ Metholen



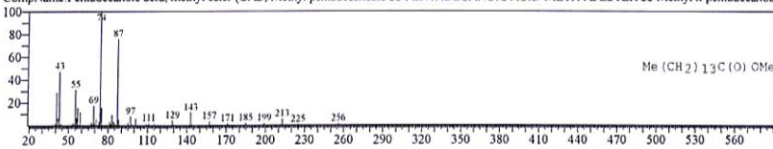
Hit# 2 Entry: 113511 Library: WILEY7.LIB
 SI 95 Formula: C13 H26 O2 CAS: 111-82-0 MolWeight: 214 RetIndex: 0
 CompName: Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl laurate \$\$ Methyl dodecanoate \$\$ Methyl n-dodecanoate \$\$ Lauric acid methyl ester \$\$ Metholen



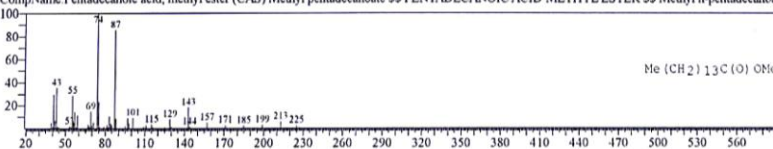
Hit# 3 Entry: 85600 Library: NIST17.lib
 SI 95 Formula: C13H26O2 CAS: 111-82-0 MolWeight: 214 RetIndex: 1481
 CompName: Dodecanoic acid, methyl ester



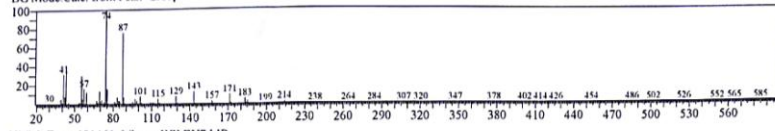
Hit# 4 Entry: 164480 Library: WILEY7.LIB
 SI 93 Formula: C16 H32 O2 CAS: 7132-64-1 MolWeight: 256 RetIndex: 0
 CompName: Pentadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl pentadecanoate \$\$ PENTADECANOIC ACID-METHYL ESTER \$\$ Methyl n-pentadecanoate



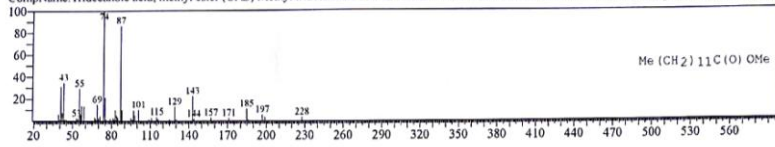
Hit# 5 Entry: 164479 Library: WILEY7.LIB
 SI 93 Formula: C16 H32 O2 CAS: 7132-64-1 MolWeight: 256 RetIndex: 0
 CompName: Pentadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl pentadecanoate \$\$ PENTADECANOIC ACID-METHYL ESTER \$\$ Methyl n-pentadecanoate



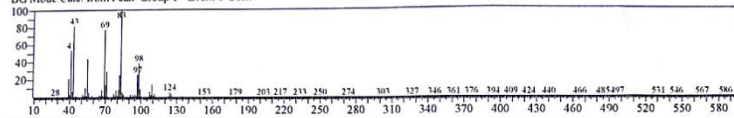
<< Target >>
Line# 11 R.Time 27.450(Scan# 2791) MassPeaks:224
RawMode:Single 27.450(2791) BasePeak:74 10(7560287)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



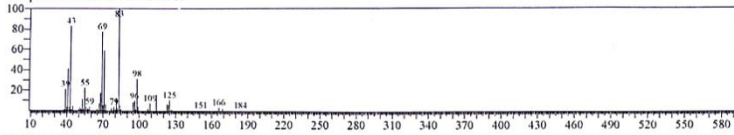
Hit# 6 Entry:131461 Library:WILEY7.LIB
SI:93 Formula:C14H28O2 CAS:1731-88-0 MolWeight:228 RetIndex:0
CompName:Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl tridecanoate \$\$ METHYL N-TRIDECANOATE \$\$ Tridecanoic acid methyl ester \$\$ Methyl ester



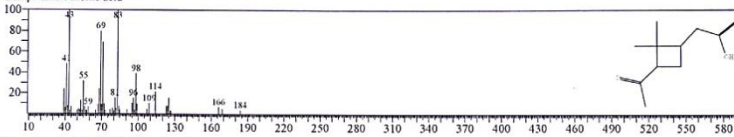
<< Target >>
 Line# 12 R-Time 29.992(Scan# 3096) MassPeaks 219
 RawMode Single 29.992(3096) BasePeak 83.05(4351818)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



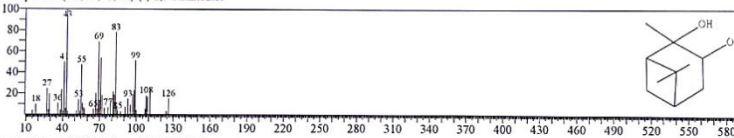
Hit# 1 Entry: 75861 Library: WILEY7.LIB
 SI: 87 Formula: C10H16O3 CAS: 0-00-0 MolWeight: 184 RetIndex: 0
 CompName: CIS-PINONSAEURE.SS



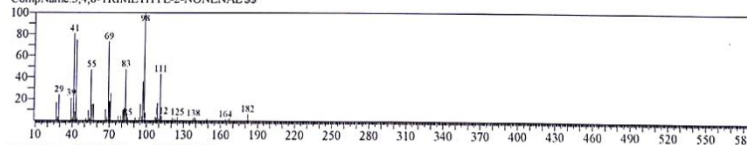
Hit# 2 Entry: 55718 Library: NIST17.LIB
 SI: 86 Formula: C10H16O3 CAS: 473-72-3 MolWeight: 184 RetIndex: 1428
 CompName: Pinonic acid



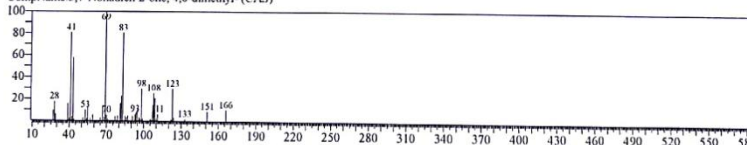
Hit# 3 Entry: 43522 Library: NIST17.LIB
 SI: 86 Formula: C10H18O2 CAS: 22422-34-0 MolWeight: 170 RetIndex: 1276
 CompName: (1R,2R,3S,5R)-(-)-2,3-Pinenediol



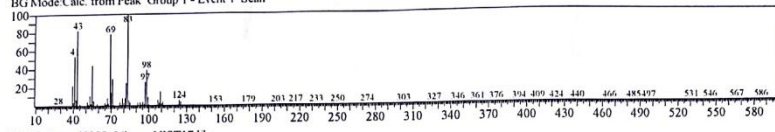
Hit# 4 Entry: 73890 Library: WILEY7.LIB
 SI: 86 Formula: C12H22O CAS: 0-00-0 MolWeight: 182 RetIndex: 0
 CompName: 3,4,8-TRIMETHYL-2-NONENAL.SS



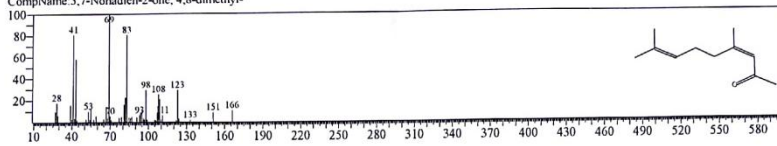
Hit# 5 Entry: 55645 Library: WILEY7.LIB
 SI: 83 Formula: C11H18O CAS: 817-88-9 MolWeight: 166 RetIndex: 0
 CompName: 3,7-Nonadien-2-one, 4,8-dimethyl- (CAS)



<< Target >>
Line# 12 R.Time 29.992(Scan# 3096) MassPeaks 219
RawMode Single 29.992(3096) BasePeak 83.05(4351818)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

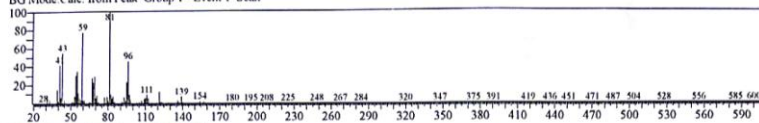


Hit# 6 Entry: 40232 Library: NIST17.lib
SI: 83 Formula: C₁₁H₁₈O CAS: 817-88-9 MolWeight: 166 RetIndex: 1221
CompName: 3,7-Noradien-2-one, 4,8-dimethyl-

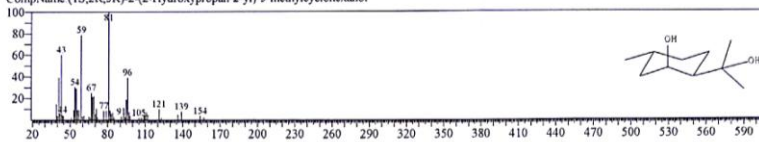


<< Target >>

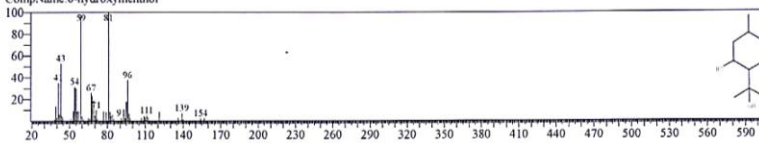
Line# 13 R.Time: 34.042(Scan#: 3582) MassPeak: 263
 RawMode: Single 34.042(3582) BasePeak: 81.10(7501999)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



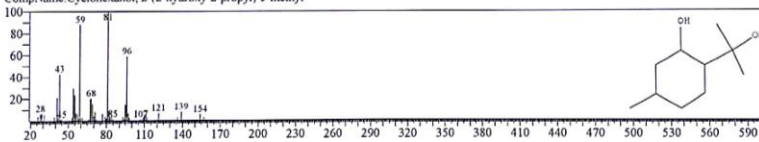
Hit# 1 Entry: 45600 Library: NIST17.lib
 SI 95 Formula: C₁₀H₂₀O₂ CAS: 92471-23-3 MolWeight: 172 RetIndex: 1320
 CompName: (1S,2R,5R)-2-(2-Hydroxypropan-2-yl)-5-methylcyclohexanol



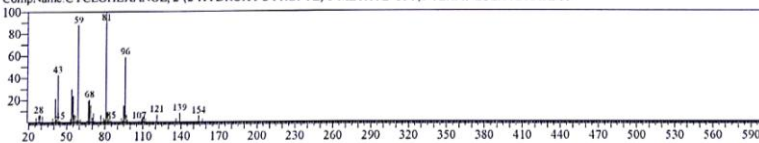
Hit# 2 Entry: 45477 Library: NIST17.lib
 SI 94 Formula: C₁₀H₂₀O₂ CAS: 0-00-0 MolWeight: 172 RetIndex: 1320
 CompName: 8-hydroxymenthol



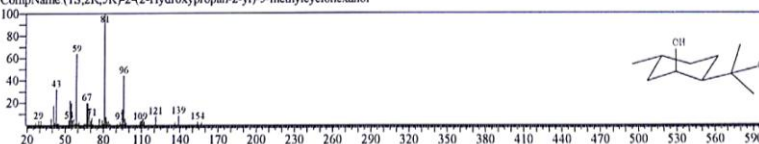
Hit# 3 Entry: 45478 Library: NIST17.lib
 SI 92 Formula: C₁₀H₂₀O₂ CAS: 138663-70-4 MolWeight: 172 RetIndex: 1320
 CompName: Cyclohexanol, 2-(2-hydroxy-2-propyl)-5-methyl-



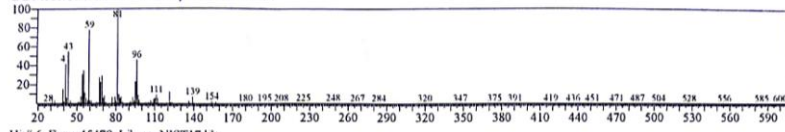
Hit# 4 Entry: 63367 Library: WILEY7.LIB
 SI 92 Formula: C₁₀H₂₀O₂ CAS: 42822-86-6 MolWeight: 172 RetIndex: 0
 CompName: CYCLOHEXANOL, 2-(2-HYDROXY-2-PROPYL)-5-METHYL- SS 3,8-TERPINEOLHYDRATE SS



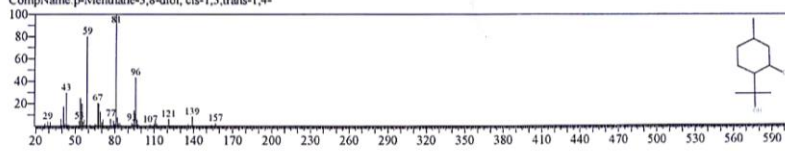
Hit# 5 Entry: 45480 Library: NIST17.lib
 SI 91 Formula: C₁₀H₂₀O₂ CAS: 92471-23-3 MolWeight: 172 RetIndex: 1320
 CompName: (1S,2R,5R)-2-(2-Hydroxypropan-2-yl)-5-methylcyclohexanol

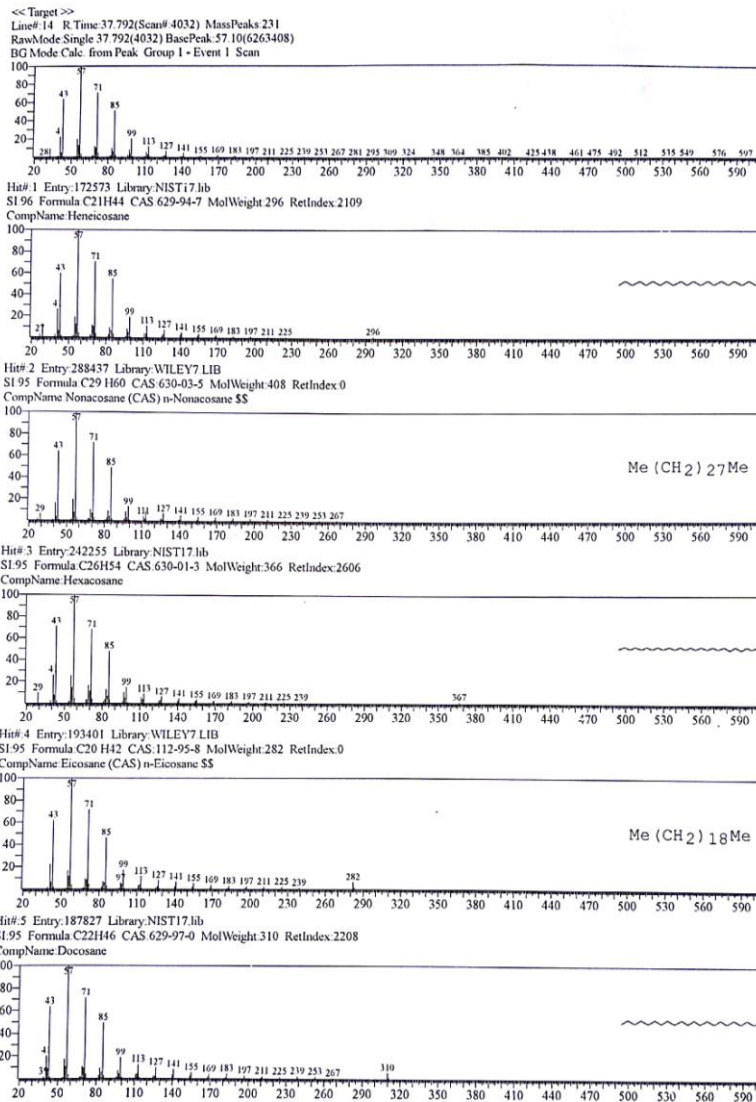


<< Target >>
Line# 13 R Time 34.042(Scan# 3552) MassPeaks:263
RawMode Single 34.042(3582) BasePeak 81.10(7501099)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



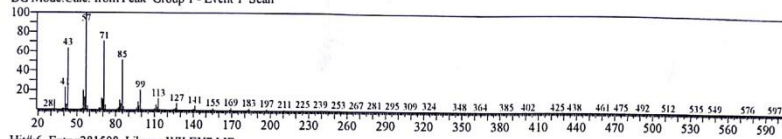
Hit# 6 Entry:45479 Library:NIST17.lbr
SI:90 Formula C10H20O2 CAS:3564-98-5 MolWeight:172 RetIndex:1320
CompName p-Menthane-3,8-diol, cis-1,3,trans-1,4-



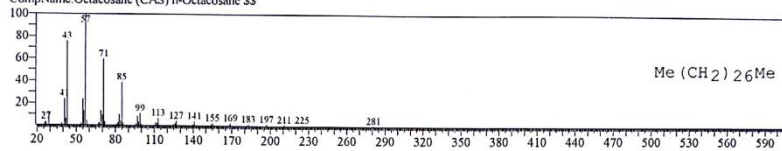


<< Target >>

Line# 14 R.Time:37.792(Scan#:4032) MassPeaks:231
RawMode:Single 37.792(4032) BasePeak:57.10(6263408)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan

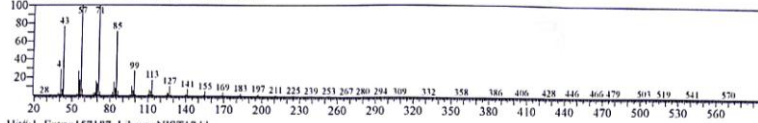


Hit# 6 Entry:281508 Library:WILEY7.LIB
SI:95 Formula C₂₈H₅₈ CAS:630-02-4 MolWeight:394 RetIndex:0
CompName:Octacosane (CAS) n-Octacosane SS



<< Target >>

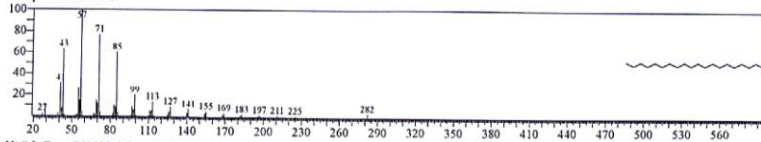
Line# 15 R Time 39.625(Scan# 4252) MassPeaks 247
 RawMode Single 39.625(4252) BasePeak 57.10(6674033)
 BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry: 157187 Library: NIST17.lib

SI 95 Formula C20H42 CAS 112-95-8 MolWeight: 282 RetIndex: 2009

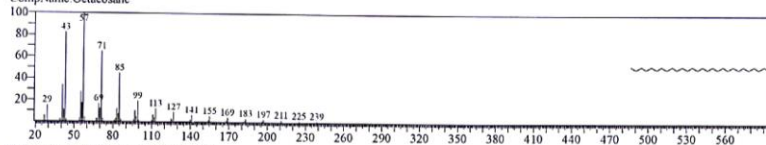
CompName: Eicosane



Hit# 2 Entry: 261929 Library: NIST17.lib

SI 95 Formula C28H58 CAS 630-02-4 MolWeight: 394 RetIndex: 2804

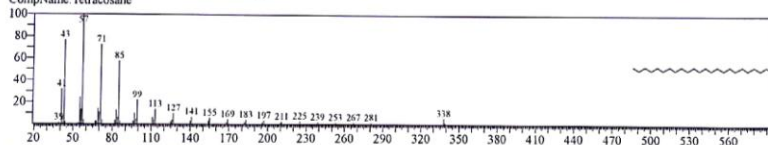
CompName: Octacosane



Hit# 3 Entry: 217278 Library: NIST17.lib

SI 94 Formula C24H50 CAS 646-31-1 MolWeight: 338 RetIndex: 2407

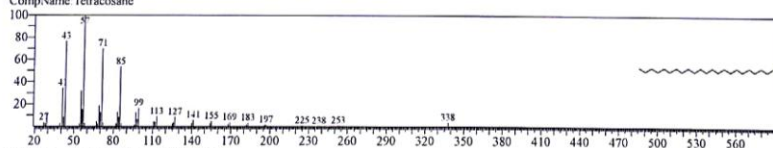
CompName: Tetracosane



Hit# 4 Entry: 217279 Library: NIST17.lib

SI 94 Formula C24H50 CAS 646-31-1 MolWeight: 338 RetIndex: 2407

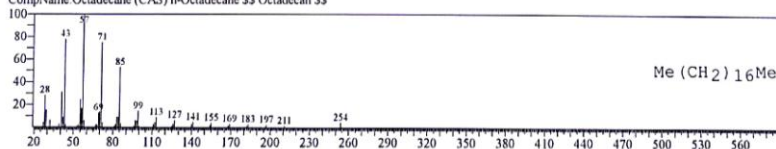
CompName: Tetracosane



Hit# 5 Entry: 162353 Library: WILEY7.LIB

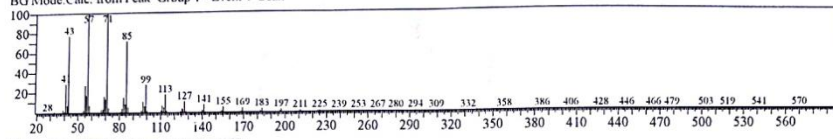
SI 94 Formula C18 H38 CAS 593-45-3 MolWeight: 254 RetIndex: 0

CompName: Octadecane (CAS) n-Octadecane SS Octadecan SS



<< Target >>

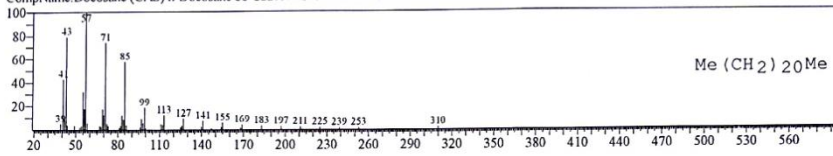
Line#: 15 R Time: 39.625 (Scan#: 4252) MassPeaks: 247
RawMode: Single 39.625(4252) BasePeak: 57.10(6674033)
BG Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 6 Entry: 221426 Library: WILEY7.LIB

SI 94 Formula: C₂₂H₄₆ CAS: 629-97-0 MolWeight: 310 RefIndex: 0

CompName: Docosane (CAS) n-Docosane SS C22H46 STANDARD SS Normal-docosane SS



Lampiran 8. Metode GC

Method : Pinena & Terpena
GC Description : GC1-SN : CN10713006
GC AGILENT 6820
Oven Temp. : 70°C
Maximum Temp. : 300°C
Rate : 10.00
Run Time : 21.00 min
Initial Time : 280°C
Gas Type : Helium

Column
Capillary Column
Description : HP-5
Maximum Temp. : 300°C
Length : 30.0 m
Diameter : 320 µm
Thickness : 0.25 µm

Detector (FID)
Temperature : 300°C
Gas Type : Helium

Lampiran 9 Metode GC-MS

GCMS-QP2010 SE SHIMADZU

Column : AGILENT HP 1 MS
Length : 30 m
ID : 0.25 mm
Film : 0.25 μ m
Gas Type : Helium

[GC-2010]

Column Oven Temp. : 50
Injection Temp. : 250.00
Pressure : 13.0 kPa
Total Flow : 79.3 mL/min
Column Flow : 0.55 mL/min
Linear Velocity : 26.8 cm/sec
Purge Flow : 3.0 mL/min
Split Ratio : 139.0
Rate : 5.00
Start Time : 4.20 min
End Time : 50.00 min