



**METOKSILASI  $\alpha$ -PINENA DENGAN ALUM KALIUM  
[KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] SEBAGAI KATALIS MENGGUNAKAN  
*MICROWAVE***

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

Oleh  
Mei Dwi Herlinawati  
4311415044

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

## PERNYATAAN

Dengan ini, saya

nama : Mei Dwi Herlinawati

NIM : 4311415044

program studi : Kimia

menyatakan bahwa skripsi berjudul ‘Metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] sebagai Katalis Menggunakan Microwave’ ini benar-benar karya saya sendiri dan disusun berdasarkan hasil penelitian saya dengan arahan dosen pembimbing. Sumber informasi atau kutipan yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam daftar pustaka di bagian akhir skripsi ini. Skripsi ini belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar dalam program sarjana di perguruan tinggi manapun.

Semarang, 30 Juni 2020



Mei Dwi Herlinawati

4311415044

## **PERSETUJUAN BIMBINGAN**

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

Semarang, 30 Juni 2020  
Dosen Pembimbing



Dr. Nanik Wijayati, M.Si  
NIP. 196910231996032002

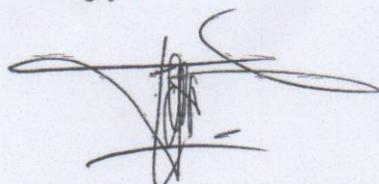
## PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] sebagai Katalis Menggunakan Microwave* Karya Mei Dwi Herlinawati NIM 4311415044 ini telah dipertahankan dalam Ujian Skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada Tanggal 18 Februari 2020 dan disahkan oleh Panitia Ujian.

Semarang, 30 Juni 2020



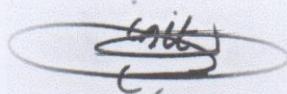
Penguji I



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

Panitia

Sekretaris



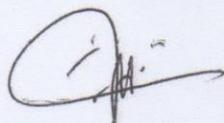
Dr. Sigit Priatmoko, M.Si  
NIP. 196504291991031001

Penguji II



Endah Fitriani Rahayu S.Si, M.Sc  
NIP. 198705202014042002

Penguji III / Pembimbing



Dr. Nanik Wijayati, M.Si  
NIP. 196910231996032002

## **MOTO DAN PERSEMBAHAN**

### **MOTO**

- Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. (QS. Al-insyirah)
- Setiap ujian pasti akan ada jalan keluarnya masing-masing.

### **PERSEMBAHAN**

Bapak dan Ibu, Kakak-kakak,  
Saudara, Keluarga serta Teman-  
teman seperjuangan Kimia 2015.

## PRAKATA

Puji syukur penulis haturkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] sebagai Katalis Menggunakan Microwave**. Sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Rasullullah Muhammad SAW yang selalu kita harapkan syafa'atnya.

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

1. Bapak Sugianto, selaku Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan dan Ketua Prodi Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang beserta jajarannya.
3. Kepala Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Ibu Dr. Nanik Wijayati, M.Si selaku Dosen Pembimbing yang telah membagikan ilmu, memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Bapak Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si selaku Dosen Penguji Utama yang telah memberikan saran, evaluasi dan pengarahan selama penyusunan skripsi.
6. Ibu Endah Fitriani Rahayu S.Si., M.Sc selaku Dosen Penguji Kedua yang telah memberikan saran dan pengarahan selama penyusunan skripsi.
7. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Kimia dan Teknisi di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah membekali ilmu pengetahuan dan membantu selama penulis mengikuti pendidikan di kampus UNNES.
8. Perhutani Pine Chemical Industry yang telah bersedia memberikan bahan guna melakukan penelitian sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
9. Seluruh pihak yang telah membantu dari pelaksanaan penelitian hingga tersusuhnya skripsi ini.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan serta dapat memberikan kontribusi positif bagi perkembangan ilmu pengetahuan dalam dunia penelitian.

Semarang, 30 Juni 2020

Penulis

## ABSTRAK

Herlinawati, M. D. 2020. Metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] sebagai Katalis Menggunakan *Microwave*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Dr. Nanik Wijayati, M.Si

Kata kunci : Reaksi Metoksilasi,  $\alpha$ -pinena, Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>], *Microwave*

Senyawa  $\alpha$ -pinena yang terkandung dalam minyak terpentin dapat diproses lebih lanjut untuk menghasilkan senyawa turunan lain yang dapat menambah nilai jualnya. Salah satu proses kimia yang dapat menambah nilai jual  $\alpha$ -pinena yaitu dengan melakukan reaksi metoksilasi menggunakan katalis. Reaksi metoksilasi adalah suatu reaksi untuk pembuatan senyawa eter dengan menggunakan ion metoksi. Pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh daya *microwave*, variasi massa katalis alum kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] dan variasi perbandingan mol reaktan yang paling baik dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yang akan menghasilkan senyawa  $\alpha$ -terpinil metil eter. Karakteristik katalis alum kalium dianalisis dengan menggunakan FT-IR untuk mengetahui gugus fungsinya dan analisis XRD untuk mengetahui sifatnya. Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dilakukan menggunakan *microwave* dengan variasi daya 320, 480 dan 640 watt, variasi massa katalis 0,3; 0,6 dan 0,9 g, serta varisai perbandingan mol reaktan 1:15, 1:30 dan 1:45 mol. Identifikasi hasil rekasi menggunakan GC (*Gas Chromatography*), GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*) dan FT-IR. Produk terbesar yang dihasilkan dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan katalis alum kalium yaitu mirtenil metil eter dan terpinil metil eter. Konversi terbesar diperoleh pada variasi daya *microwave* 480 watt dengan katalis sebesar 0,3 g dan perbandingan mol reaktan 1:15 pada waktu 120 detik yaitu sebesar 99,82%. Selektivitas mirtenil metil eter terbesar diperoleh pada variasi daya 480 watt dengan katalis 0,9 g dan perbandingan mol reaktan 1:15 pada waktu reaksi 60 detik yaitu sebesar 96,71 %. Selektivitas  $\alpha$ -terpinil metil eter tertinggi diperoleh pada variasi daya 480 watt dengan katalis 0,3 g dan perbandingan mol reaktan 1:45 pada waktu 90 detik sebesar 78,77%.

## ABSTRACT

Herlinawati, M. D. 2020. Methoxylation of  $\alpha$ -pinene with Alum Potassium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] as a Catalyst Using a Microwave. Thesis, Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Main Advisor Dr. Nanik Wijayati, M.Si

**Keywords:** Methoxylation Reaction,  $\alpha$ -pinene, Alum Potassium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>], Microwave

The  $\alpha$ -pinene compound contained in turpentine oil can be further processed to produce other derivative compounds that can add to its selling value. One chemical process that can increase the selling value of  $\alpha$ -pinene is by conducting a methoxylation reaction using a catalyst. Methoxylation reaction is a reaction for the manufacture of ether compounds using methoxy ions. This study aims to determine the effect of microwave power, mass variation of the potassium alum catalyst [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] and the best variation of the reactant mole ratio in the  $\alpha$ -pinene methylation reaction which will produce  $\alpha$ -terpinyl methyl ether compounds. The characteristics of potassium alum catalysts were analyzed using FT-IR to determine the functional groups and XRD analysis to determine their properties. The  $\alpha$ -pinene methoxylation reaction was carried out using a microwave with power variations of 320, 480 and 640 watts, variations in the mass of the catalyst 0.3; 0.6 and 0.9 grams, and variants of mole ratio of reactants 1:15, 1:30 and 1:45 mole. Identification of the results of the reaction using GC (Gas Chromatography), GC-MS (Gas Chromatography Mass Spectrometry) and FT-IR. The largest product produced in the  $\alpha$ -pinene methoxylation reaction using an alum potassium catalyst is mirtenyl methyl ether and terpinyl methyl ether. The biggest conversion was obtained in the variation of 480 watt microwave power with a catalyst of 0.3 g and a reactant mole ratio of 1:15 at 120 seconds which is 99.82%. The greatest selectivity of mirtenyl methyl ether was obtained at a variation of 480 watts of power with a catalyst of 0.9 g and a mole ratio of 1:15 at a 60 second reaction time of 96.71%. The highest  $\alpha$ -terpinyl methyl ether selectivity was obtained at a variation of 480 watts of power with a catalyst of 0.3 g and a reactant mole ratio of 1:45 at 90 seconds at 78.77%.

## DAFTAR ISI

PERNYATAAN .....	ii
PERSETUJUAN BIMBINGAN .....	iii
PENGESAHAN .....	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN .....	v
PRAKATA.....	vi
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	4
1.3. Tujuan.....	4
1.4. Manfaat.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN KERANGKA TEORITIS .....	6
2.1 Tinjauan Pustaka .....	6
2.2 Kerangka Teoritis .....	7
2.2.1 Minyak atsiri .....	7
2.2.2 Minyak terpentin.....	8
2.2.3 Senyawa $\alpha$ -pinena .....	9
2.2.4 Reaksi Pembuatan Eter .....	10
2.2.5 Metoksilasi.....	12
2.2.6 $\alpha$ -Tepinil Metil Eter .....	12
2.2.7 Katalis .....	12
2.2.8 Alum Kalium .....	13
2.2.9 <i>Microwave</i> .....	14
BAB III METODE PENELITIAN .....	17
3.1. Tempat Penelitian.....	17
3.2. Variabel Penelitian .....	17
3.2.1 Variabel Bebas .....	17

3.2.2 Variabel Terikat .....	17
3.2.3 Variabel Terkendali .....	17
3.3 Alat dan Bahan .....	17
3.3.1 Alat Penelitian.....	17
3.3.2 Bahan Penelitian .....	18
3.4 Prosedur Penelitian.....	18
3.4.1 Preparasi Katalis .....	18
3.4.2 Kajian Pengaruh Daya <i>Microwave</i> .....	18
3.4.3 Kajian Pengaruh Massa Katalis .....	18
3.4.4 Kajian Pengaruh Perbandingan Mol Reaktan .....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	20
4.1 Preparasi Katalis Alum.....	20
4.2 Karakterisasi Katalis Alum.....	20
4.2.1 Analisis gugus fungsi pada katalis dengan FT-IR.....	20
4.2.2 Analisis difraksi sinar-X dengan XRD .....	21
4.3 Analisis $\alpha$ -pinena .....	22
4.4 Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	23
4.4.1 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Variasi Daya.....	24
4.4.2 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Variasi Massa Katalis.....	28
4.4.3 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Perbandingan Mol Reaktan .....	31
BAB V PENUTUP .....	35
5.1 Simpulan.....	35
5.2 Saran .....	35
DAFTAR PUSTAKA .....	36
LAMPIRAN .....	39

## **DAFTAR TABEL**

Tabel	Halaman
2.1 Sifat Minyak Terpentin.....	9
2.2 Sifat Senyawa $\alpha$ -pinena.....	10
4.1 Sifat Fisik Alum Kalium.....	20
4.2 Sifat Fisik Senyawa $\alpha$ -pinena.....	22
4.3 Interpretasi Spektrum IR $\alpha$ -pinena.....	23
4.4 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena variasi daya.....	25
4.5 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena variasi massa katalis.....	28
4.6 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena variasi perbandingan mol reaktan.....	32

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur senyawa penyusun minyak terpentin.....	9
2.2 Struktur $\alpha$ -pinena.....	10
2.3 Mekanisme reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	12
4.1 Alum Kalium setelah dipreparasi.....	20
4.2 Spektra IR Alum Kalium.....	21
4.3 Hasil Difraktogram XRD Alum Kalium.....	21
4.4 Spektra IR $\alpha$ -pinena.....	22
4.5 Kromatogram GC $\alpha$ -pinena.....	23
4.6 Spektrum massa hasil reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	24
4.7 Pengaruh waktu reaksi dan daya terhadap konversi $\alpha$ -pinena.....	25
4.8 Pengaruh waktu dan daya terhadap selektivitas mirtenil metil eter.....	26
4.9 Pengaruh waktu dan daya terhadap selektivitas terpinil metil eter....	27
4.10 Spektra IR pada variasi daya <i>microwave</i> .....	28
4.11 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis terhadap konversi $\alpha$ -pinena..	29
4.12 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis alum kalium terhadap selektivitas mirtenil metil eter.....	30
4.13 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis terhadap selektivitas terpinil metil eter.....	31
4.14 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap konversi $\alpha$ -pinena.....	32
4.15 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap selektivitas mirtenil metil eter.....	33
4.16 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap selektivitas terpinil metil eter.....	33
4.17 Skema mekanisme reaksi metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	34

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran	Halaman
1. Diagram Kerja Penelitian.....	39
A. Preparasi Katalis.....	39
B. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Daya <i>Microwave</i> .....	40
C. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Massa Katalis.....	41
D. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Perbandingan Mol Reaktan.....	42
2. Hasil Analisis FT-IR Alum Kalium.....	43
3. Hasil Analisis XRD Alum Kalium.....	44
4. Hasil analisis FT-IR $\alpha$ -pinena.....	48
5. Hasil analisis GC $\alpha$ -pinena.....	50
6. Hasil Analisis GC Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	52
7. Hasil Analisis GC-MS Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	88
8. Spektrum Massa Hasil Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	89
9. Hasil Analisis FT-IR Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena.....	91
10. Dokumentasi Penelitian.....	95

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1. Latar Belakang**

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam melimpah, baik dari sektor pertanian, perkebunan, maupun sektor kehutanan (Sulistiwati *et al.*, 2017). Hutan merupakan salah satu sumber kekayaan alam yang dapat diperbarui dan mempunyai multi fungsi, seperti produksi dan fungsi konversi. Hutan dapat menghasilkan kayu dan non kayu yang berguna bagi kebutuhan hidup manusia. Oleh karena itu sumberdaya hutan harus dimanfaatkan secara maksimal dan rasional dengan tetap melaksanakan prinsip kelestariannya yang sejalan dengan sasaran yang dicapai oleh pemerintah dalam sektor kehutanan.

Sektor kehutanan memiliki sumber daya alam yang bersifat multifungsi. Hal ini karena selain hasil hutan berupa kayu, sektor kehutanan juga memiliki hasil hutan bukan kayu (HHBK) yang sangat beragam. Salah satu hasil hutan bukan kayu yang memiliki potensi yang besar dalam pemanfaatannya adalah tanaman *Pinus Merkusii*. *Pinus Merkusii* merupakan sumber penghasil getah pinus yang digunakan untuk memproduksi gondorukem dan minyak terpentin (Daryono, 2015).

Salah satu hasil hutan non kayu adalah getah pinus yang dihasilkan dari tegakan pinus (*Pinus merkusii*). Getah pinus yang telah disadap kemudian diolah dan menghasilkan gondorukem serta terpentin. Gondorukem biasanya digunakan sebagai bahan yang penting bagi industri-industri batik, kulit, sabun cuci, cat, isolator, kertas dan vernis (Siregar, 2005). Minyak terpentin telah digunakan dalam produk cat dan *thinner varnish*. Terpentin juga digunakan untuk cat semprot, pelapis keramik dan tembikar, semir sepatu dan furniture serta sebagai pembersih logam. Sekarang terpentin digunakan secara luas sebagai bahan baku pada industri kimia (Pragtito, *et al.*, 2015)

Saat ini, produk turunan terpentin dikembangkan untuk menaikkan nilai jualnya. Sebagian besar produk turunan terpentin adalah produk *intermediate*. Produk *intermediate* turunan terpentin digunakan sebagai bahan baku untuk produksi bahan kimia pada industri farmasi, *chemical fragrance*, anti bakteri dan industri parfum (Ringgani, *et al.*, 2016).

Komponen minyak terpentin Indonesia mengandung 65-85%  $\alpha$ -pinena, kurang 1% kamfena, 1-3%  $\beta$ -pinena, 10-18% 3-carena dan 1-3% limonena (Fleig, 2005). Alpha-pinene yang merupakan komponen utama penyusun terpentin inilah yang berpotensi untuk diolah menjadi produk kimia yang memiliki nilai jual yang lebih tinggi (Ringgani, *et al.*, 2016).

Rumus struktur  $\alpha$ -pinena terdiri atas dua cincin yang menyatu yaitu siklobutana dan sikloheksana yang membentuk suatu bisiklo, mengandung atom karbon dan hidrogen yang tidak bersifat aromatik, serta tersusun atas jumlah karbon C<sub>10</sub> sehingga digolongkan ke dalam kelompok senyawa monoterpena bisiklis (Wijayati *et al.*, 2014). Senyawa  $\alpha$ -pinena merupakan komponen utama dari minyak terpentin. Senyawa  $\alpha$ -pinena atau 2,6,6-trimetil bisiklo [3.1.1]-2-heptena dengan rumus molekul C<sub>10</sub>H<sub>16</sub> adalah cairan yang tidak berwarna dengan bau karakteristik seperti terpentin (Nugroho, 2013).

Pada senyawa  $\alpha$ -pinena dapat menaikan nilai jualnya melalui reaksi-reaksi dengan proses katalitik, seperti isomerisasi, epoksidasi dan isomerisasi pinena oksida, hidrasi dan dehidroisomerisasi, esterifikasi, eterifikasi (Catrinescu *et al.*, 2015).

Salah satu reaksi yang dapat meningkatkan nilai jual  $\alpha$ -pinena yaitu dengan menggunakan reaksi metoksilasi. Reaksi metoksilasi yaitu proses reaksi pembuatan senyawa eter dengan menggunakan ion metoksi. Dari reaksi tersebut dihasilkan senyawa  $\alpha$ -terpinil metil eter sebagai produk utama. Beberapa produk lainnya yang terbentuk dari reaksi metoksilasi adalah  $\gamma$ -terpinil metil eter,  $\beta$ -terpinil metil eter, terpinolen, limonen, endo-bornil metil eter,  $\beta$ -fensil metil eter, exobornil metil eter, bornilen, dan kamfen (Matos *et al.*, 2014).

Senyawa  $\alpha$ -terpinil metil eter dapat dimanfaatkan sebagai *flavours* dan aroma untuk parfum dan produk kosmetik, sebagai bahan tambahan untuk obat-obatan dan bahan kimia pertanian, dan juga digunakan dalam industri makanan. Senyawa  $\alpha$ -terpinil metil eter mempunyai aroma seperti buah jeruk, sehingga dapat dimanfaatkan secara komersial (Catrinescu *et al.*, 2015).

Reaksi-reaksi kimia yang dilakukan tanpa menggunakan katalis berlangsung sangat lambat dan diperlukan waktu beberapa hari untuk mendapatkan produk. Katalis yang dapat digunakan membentuk asam, basa dan enzim (Nurita, 2014).

Katalis yang biasa digunakan ada dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Pada reaksi kimia katalis homogen tidak dapat digunakan kembali karena tidak stabil, selain itu proses pemisahan katalis dari produknya banyak mengalami kendala karena keduanya berada pada satu fase yang sama. Sedangkan pada katalis heterogen memiliki kelebihan saat digunakan pada suatu reaksi. Kelebihan katalis heterogen yaitu proses pemisahannya dengan produk yang dihasilkan lebih mudah, diperlukan dalam jumlah yang sedikit, korosi pada reaktor minimal, dan pada umumnya dapat diregenerasi untuk mendapatkan katalis yang hampir sama dengan katalis yang belum dipakai dalam reaksi katalis (Kurnia, 2007).

Penggunaan katalis padat lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan katalis asam cair, karena limbah yang dibuang tidak membahayakan lingkungan sekitar (Nuritasari, 2013). Pada penelitian ini akan digunakan senyawa alum kalium/tawas sebagai katalisnya.

Alum kalium/tawas adalah suatu senyawa aluminium sulfat dengan rumus kimia  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ . *Alum kalium*  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  merupakan senyawa yang tidak berwarna dan mempunyai bentuk kristal oktahedral atau kubus. Tawas larut dalam air tetapi tidak larut dalam alkohol, dalam udara bebas tawas bersifat stabil. Senyawa tawas bersifat sedikit asam tetapi dapat mengalami perubahan dalam suasana basa karena amfoterik aluminium (Ikhsan, 2013).

Alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ / tawas umumnya hanya digunakan sebagai flokulasi dalam proses penjernihan air. Alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  merupakan bahan kimia yang relatif murah, mudah didapat, stabil pada atmosfer normal, bersifat asam dan berbentuk padatan. Heterogenitas tawas dengan campuran reaksi diharapkan akan memudahkan pemisahannya pada akhir reaksi (Usman *et al.*, 2009). Alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  terus dieksplorasi dalam sintesis organik karena merupakan katalis yang tidak beracun, murah, ramah lingkungan, dan mudah ditangani. Alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  / tawas digunakan sebagai katalis dalam beberapa penelitian seperti pada sintesis 5-arylidene-2,4-thiazolidinedione yang dilakukan oleh Shelke *et al.*, (2010).

Salah satu metode yang menerapkan *Green Chemistry* yaitu metode *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS). Metode MAOS adalah metode proses kimia yang menggunakan *microwave* dalam reaksinya. *Microwave*

memanfaatkan radiasi gelombang mikro yang dalam spektrum elektromagnetik berada di antara radiasi gelombang inframerah dan gelombang radio. Waktu reaksi yang singkat dan berbagai perluasan reaksi merupakan kelebihan dari *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS) yang sangat membantu terutama dalam peningkatan produk pada sebuah industri (Safitri *et al.*, 2016)

Metode pemanasan dengan gelombang mikro ini memiliki banyak keunggulan, seperti waktu reaksi lebih cepat, produk lebih bersih, selektivitas lebih tinggi, dan hasil yang lebih baik. Hal ini menjadi alternatif utama untuk memperoleh hasil sintesis dari berbagai senyawa organik yang lebih efisien, dengan operasional yang sederhana dan kondisi reaksi yang ringan (Bhuiyan *et al.*, 2011). Reaksi kimia yang menggunakan gelombang mikro dapat dilakukan tanpa pelarut. Pereaksi diadsorbsikan pada permukaan alumina, silika gel, *clay*, dan lain-lain (Rudyanto *et al.*, 2006).

Berdasarkan latar belakang di atas, penulis tertarik untuk membuat karya tulis ilmiah tentang Metoksilasi  $\alpha$ -Pinena dengan *alum kalium*  $[KAl(SO_4)_2]$  sebagai Katalis menggunakan *Microwave*.

## 1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh daya *microwave* terhadap reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena?
2. Bagaimana pengaruh massa katalis alum kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena?
3. Bagaimana pengaruh perbandingan mol reaktan terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena?

## 1.3. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk menganalisis pengaruh daya *microwave* dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena.
2. Untuk menganalisis pengaruh massa katalis alum kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena.

3. Untuk menganalisis perbandingan mol reaktan terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena.

#### **1.4. Manfaat**

Manfaat yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah :

1. Bagi Peneliti
  - a. Memberi informasi mengenai pengaruh daya *microwave* terhadap reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena.
  - b. Memberi informasi pengaruh massa katalis alum kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena.
  - c. Memberi informasi pengaruh perbandingan mol reaktan pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena terhadap senyawa hasil metoksilasi  $\alpha$ -pinena.
2. Bagi Pengembangan IPTEK

Hasil penelitian ini diharapkan bermanfaat sebagai acuan dalam pengembangan katalisis reaksi organik dan reaksi metoksilasi untuk meningkatkan nilai ekonomi bahan alam seperti  $\alpha$ -pinena.

## **BAB II**

### **TINJUAN PUSTAKA DAN KERANGKA TEORITIS**

#### **2.1 Tinjauan Pustaka**

Penelitian tentang reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena sudah dilakukan oleh Matos pada tahun 2014. Pada penelitian ini melakukan reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan karbon aktif. Tujuan utama dari penelitian ini adalah untuk membandingkan karbon aktif dengan sifat tekstur dan fisikokimia yang berbeda dalam metoksilasi  $\alpha$ -pinena.

Produk utama dari reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena adalah  $\alpha$ -terpinil metil eter tetapi secara bersamaan beberapa produk juga terbentuk:  $\gamma$ -terpinil metil eter,  $\beta$ -terpinil metil eter, terpinolena, limonene, endo-bornil metil eter,  $\beta$ -fenchil metil eter, ekso-bornil metil eter, bornilena dan kamfena. Alkoksilasi  $\alpha$ -pinena dimulai dengan protonasi ikatan rangkap  $\alpha$ -pinena untuk membentuk ion pinyl. Reaksi kemudian berlangsung melalui dua jalur paralel tergantung pada penataan ulang pinyl ion, yang salah satunya menghasilkan produk bi-siklik dan yang lainnya dalam produk monosiklik.

Tiga katalis yaitu karbon xerogel mesopori, karbon biomasa dan karbon norit menyajikan nilai selektivitas yang sama pada konversi maksimum. Dengan semua katalis tersebut, selektivitas sekitar 50% terhadap  $\alpha$ -terpinil metil eter yang diamati. Efek dari beberapa parameter dalam reaksi dievaluasi untuk menentukan kondisi reaksi yang dioptimalkan. Studi ini difokuskan pada karbon biomassa karena merupakan katalis yang paling menjanjikan. Menurunkan suhu reaksi mengakibatkan hilangnya aktivitas yang besar. Ketergantungan eksponensial pada suhu menegaskan bahwa sistem reaksi bekerja pada rezim kontrol kinetik dan suhu reaksi dijaga pada suhu 60°C untuk penyelesaian studi.

Konsentrasi awal  $\alpha$ -pinena bervariasi dari 0,06 M hingga 0,23 M, sementara suhu (60°C) dan muatan katalis dijaga konstan (0,2 g). Profil konsentrasi konversi tidak banyak berubah. Ini mungkin merupakan indikasi bahwa adsorpsi  $\alpha$ -pinena dengan pembentukan monolayer sedang berlangsung, sehingga jumlah yang sama dari  $\alpha$ -pinena dapat diakses ke situs aktif tidak peduli berapa konsentrasi awal.

Penelitian ini mengungkapkan bahwa peningkatan jumlah katalis, konversi meningkat seiring waktu yang mungkin terkait dengan peningkatan yang sesuai di pusat aktif. Namun, meningkatkan jumlah katalis dari 0,2 g menjadi 0,4 g hanya menghasilkan sedikit peningkatan konversi sehingga menunjukkan tidak ada keuntungan dalam menggunakan jumlah yang lebih tinggi. Selektivitas tidak terpengaruh oleh perubahan pada pemuatan katalis (sekitar 60% pada konversi tertinggi).

Ada banyak karbon aktif berbasis biomassa dan prosedur berbeda untuk memperolehnya. Dalam tulisan ini digunakan karbon aktif komersial (Norit) dan karbon aktif berbasis batu zaitun, keduanya berasal dari biomassa. Karbon berbasis batu zaitun diperoleh dengan aktivasi kimia dengan asam fosfat. Diamati bahwa ini menghasilkan katalis biomassa dengan karakteristik yang lebih baik untuk reaksi yang dipelajari, menghasilkan nilai tambah yang jelas pada bahan. Aktivitas katalitik meningkat dalam urutan karbon norit < karbon xerogel mesopori < karbon biomasa. Katalis komersial ternyata kurang cocok.

## 2.2 Kerangka Teoritis

### 2.2.1 Minyak atsiri

Minyak atsiri yang dikenal sebagai minyak eteris atau minyak terbang dihasilkan oleh tanaman. Minyak tersebut mudah menguap pada suhu kamar tanpa mengalami dekomposisi, mempunyai rasa getir, berbau wangi sesuai dengan bau tanaman penghasilnya, umumnya larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air (Guenther, 2006).

Minyak atsiri yang dikenal dengan nama minyak terbang (volatile oil) atau minyak eteris (essential oil) adalah minyak yang dihasilkan dari tanaman dan mempunyai sifat mudah menguap pada suhu kamar tanpa mengalami dekomposisi. Minyak atsiri merupakan salah satu hasil proses metabolisme dalam tanaman, yang terbentuk karena reaksi berbagai senyawa kimia dan air. Sifat dari minyak atsiri yang lain adalah mempunyai rasa getir (pungent taste), berbau wangi sesuai dengan bau tanaman penghasilnya, yang diambil dari bagian-bagian tanaman seperti daun, buah, biji, bunga, rimpang, kulit kayu, bahkan seluruh bagian tanaman. Minyak

atsiri mudah larut dalam pelarut organik seperti alkohol, eter, petroleum, benzene, dan tidak larut dalam air (Ketaren, 1985).

Minyak atsiri bersifat mudah menguap karena titik uapnya rendah. Sebagaimana minyak lainnya, sebagian besar minyak atsiri tidak larut dalam air dan pelarut polar lainnya. Secara kimiawi, minyak atsiri tersusun dari campuran yang rumit berbagai senyawa, namun suatu senyawa tertentu biasanya bertanggung jawab atas suatu aroma tertentu. Sebagian besar minyak atsiri termasuk dalam golongan senyawa organik terpena dan terpenoid yang bersifat larut dalam minyak (lipofil).

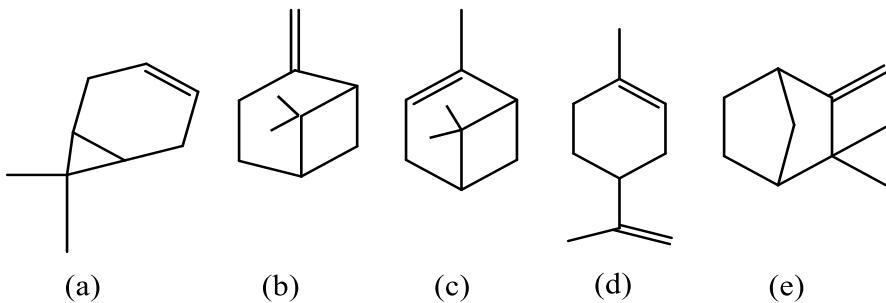
Minyak atsiri dapat bersumber pada setiap bagian tanaman yaitu dari daun, bunga, buah, biji, batang atau kulit dan akar atau rhizome. Berbagai macam tanaman yang dibudidayakan atau tumbuh dengan sendirinya di berbagai daerah di Indonesia memiliki potensi yang besar untuk diolah menjadi minyak atsiri, baik yang unggulan maupun potensial untuk dikembangkan.

### 2.2.2 Minyak terpentin

Minyak terpentin merupakan salah satu minyak atsiri yang banyak diproduksi di Indonesia sebagai hasil penyulingan getah pohon pinus. Sekitar 80% dari terpentin di Indonesia selama ini dieksport ke negara-negara di Eropa, India, Korea Selatan, Jepang dan Amerika Serikat. Minyak terpentin digunakan sebagai bahan baku industri kosmetik, minyak cat, capuran bahan pelarut, antisептик, kamfer dan farmasi (Wijayati, 2014).

Minyak terpentin termasuk dalam kategori minyak atsiri hidrokarbon yang mempunyai sifat-sifat seperti larut dalam alkohol, eter, kloroform, asam asetat glasial, serta bersifat aktif (Muharani *et al.*, 2013).

Minyak terpentin Indonesia mengandung (a) 10-18 % 3-carena, (b) 65-85 %  $\alpha$ -pinena, (c) 1-3 %  $\beta$ -pinena, (d) 1-3 % limonene, dan (e) kurang dari 1 % camphena. Komponen tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Wijayati *et al.*, 2014). Komponen  $\alpha$ -pinena dan  $\beta$ -pinena yang berasal dari minyak terpentin dan diproses lebih lanjut mempunyai nilai ekonomis yang lebih tinggi dari sebelumnya (Adhiati *et al.*, 2014).



Gambar 2.1 Struktur senyawa penyusun minyak terpentin (a) 3-karena, (b)  $\beta$ -pinena, (c)  $\alpha$ -pinena, (d) limonena, (e) kamfena (Wijayati *et al.*, 2014)

Sifat minyak terpentin disajikan pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Sifat Minyak Terpentin

Sifat	Keterangan
Penampakan fisik	Cairan tak berwarna
Titik didih	150 – 160 °C
Titik lebur	-60 sampai -50 °C
Densitas	0,854 – 0,868 g/cm <sup>3</sup>
Kelarutan dalam air	Tidak larut (larut dalam benzena, kloroform, eter, petroleum eter, minyak)
Bau	Memiliki bau khas

Sumber : SNI minyak terpentin

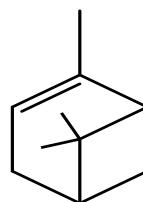
### 2.2.3 Senyawa $\alpha$ -pinena

Senyawa  $\alpha$ -pinena merupakan senyawa organik dari golongan senyawa terpen dan termasuk ke dalam senyawa alkena yang mengandung cincin reaktif karena adanya ikatan rangkap dan dapat ditemukan pada berbagai minyak pohon jenis konifer terutama pinus (Amalia, 2015). Senyawa  $\alpha$ -pinena mempunyai gugus alkena, sehingga berpotensi sebagai *starting material* yang mudah untuk dikonversi menjadi senyawa lain (Wulandari, 2013).

Senyawa  $\alpha$ -Pinene adalah senyawa hidrokarbon tak jenuh yang mempunyai 10 atom karbon, dimana satuan terkecil dalam molekulnya disebut isoprena. Senyawa monoterpena digunakan secara luas dalam industri parfum karena baunya menarik, berat molekulnya rendah dan volalitasnya tinggi (Sastroamidjojo, 2004).

Senyawa  $\alpha$ -pinena merupakan komponen utama dari minyak terpentin. Senyawa  $\alpha$ -pinena atau 2,6,6-trimetil bisiklo [3.1.1]-2-heptena dengan rumus molekul C<sub>10</sub>H<sub>16</sub> adalah cairan yang tidak berwarna dengan bau karakteristik seperti terpentin. Rumus strukturnya terdiri atas dua cincin yaitu siklobutana dan

sikloheksena, sehingga  $\alpha$ -pinena termasuk bisiklis. Struktur  $\alpha$ -pinena dapat dilihat pada gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur  $\alpha$ -pinena (Nugroho, 2013)

Senyawa  $\alpha$ -pinena mempunyai kegunaan yang penting sebagai campuran dalam pembuatan lilin, sintesis kamfer, pembuatan geraniol, dan sebagainya. Senyawa  $\alpha$ -pinena bila terkena cahaya dapat mengalami autooksidasi, dan untuk menstabilkan dapat dilakukan dengan menambah hidrokuinon (Nugroho, 2013). Sifat senyawa  $\alpha$ -pinena ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sifat Senyawa  $\alpha$ -pinena

Sifat	Keterangan
Rumus molekul	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
Kenampakan	Tidak berwarna
Densitas (20 °C)	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

Pada rumus struktur pada Gambar 2.2 dapat dilihat bahwa  $\alpha$ -pinena mempunyai ikatan rangkap dua sehingga dapat dijadikan senyawa dasar untuk dikonversi menjadi senyawa lain (Nugroho, 2013). Sintesis beberapa senyawa berbahan dasar  $\alpha$ -pinena menghasilkan terpineol, kamfer, bornil klorida, dan kamfena dalam skala industri memiliki harga jual yang tinggi (Masruri *et al.*, 2014).

#### 2.2.4 Reaksi Pembuatan Eter

Senyawa eter dapat disintesis melalui beberapa cara, yaitu:

- Dehidrasi alkohol

Dehidrasi senyawa alkohol dapat menghasilkan eter:

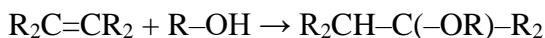


Reaksi ini memerlukan temperatur yang tinggi (sekitar 125°C). Reaksi ini dikatalis oleh asam, biasanya asam sulfat. Metode ini efektif untuk menghasilkan eter simetris, namun tidak dapat digunakan untuk menghasilkan eter tak simetris.

Dietil eter dihasilkan dari etanol menggunakan metode ini. Eter siklik dapat pula dihasilkan menggunakan metode ini (Heitmann, 2005).

b. Adisi elektrofilik alkohol ke alkena

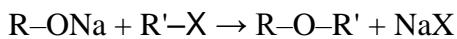
Alkohol dapat melakukan reaksi adisi dengan menggunakan alkena yang sudah diaktivasi secara elektrofilik.



Katalis asam diperlukan agar reaksi ini dapat berjalan. Biasanya katalis yang digunakan untuk reaksi ini adalah merkuri trifluoroasetat ( $\text{Hg}(\text{OCOCF}_3)_2$ ) (Heitmann, 2005).

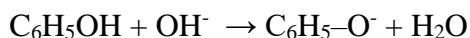
c. Sintesis eter Williamson

Eter dapat pula dibuat melalui substitusi nukleofilik alkil halida oleh alkoksida.



Reaksi ini dinamakan sintesis eter Williamson. Reaksi ini melibatkan penggunaan alkohol dengan basa kuat, menghasilkan alkoksida yang diikuti oleh adisi pada senyawa alifatik terkait yang memiliki gugus lepas ( $\text{R}-\text{X}$ ). Gugus lepas tersebut dapat berupa iodida, bromida maupun sulfonat. Metode ini biasanya tidak bekerja secara baik dengan aril halida (misalnya bromobenzene). Reaksi ini menghasilkan rendemen reaksi yang tinggi untuk halida primer. Halida sekunder dan tersier sangat rawan menjalani reaksi eliminasi E2 seketika berpaparan dengan anion alkoksida yang sangat basa (Heitmann, 2005).

Dalam reaksi lainnya yang terkait, alkil halida menjalani substitusi nukleofilik oleh fenoksida.  $\text{R}-\text{X}$  tidak dapat digunakan untuk bereaksi dengan alkohol. Namun, fenol dapat digunakan untuk menggantikan alkohol. Oleh karena fenol bersifat asam, ia dapat bereaksi dengan basa kuat seperti natrium hidroksida, membentuk ion fenoksida. Ion fenoksida ini kemudian mensubstuisikan gugus  $-\text{X}$  pada alkil halida, menghasilkan eter dengan gugus aril yang melekat padanya melalui mekanisme reaksi  $\text{S}\text{N}2$  (Heitmann, 2005).

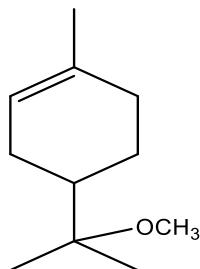


### 2.2.5 Metoksilasi

Metoksilasi merupakan salah satu reaksi pembuatan senyawa eter dengan menggunakan ion metoksida. Produk utama dari metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan katalis adalah  $\alpha$ -terpinil metil eter, tetapi secara simultan beberapa produk juga terbentuk diantaranya adalah  $\gamma$ -terpinil metil eter,  $\beta$ -terpinil metil eter, terpinolen, limonen, endo-bornil metil eter,  $\beta$ -fensil metil eter, exobornil metil eter, bornilen, dan kamfen (Pito *et al.*, 2010).

### 2.2.6 $\alpha$ -Terpinil Metil Eter

Senyawa  $\alpha$ -terpinil metil eter atau *1-methyl-4-[alpha-methoxy-isopropyl]-1-cyclohexene* bisa dimanfaatkan sebagai flavours dan aroma untuk parfum dan produk kosmetik, sebagai bahan tambahan untuk obat-obatan dan bahan kimia pertanian dan juga digunakan dalam industri makanan. Senyawa ini mempunyai aroma seperti buah jeruk, sehingga dapat dimanfaatkan secara komersial (Catrinescu *et al.*, 2015).  $\alpha$ -Terpinil metil eter merupakan produk utama dari reaksi metoksilasi dengan menggunakan katalis (Matos *et al.*, 2014). Struktur  $\alpha$ -terpinil metil eter disajikan pada gambar 2.3



Gambar 2.3 Struktur  $\alpha$ -terpinil metil eter (Pito *et al.*, 2010)

### 2.2.7 Katalis

Katalis adalah suatu senyawa kimia yang menyebabkan reaksi menjadi lebih cepat untuk mencapai kesetimbangan tanpa mengalami perubahan kimiawi diakhir reaksi. Katalis tidak mengubah nilai kesetimbangan dan berperan dalam menurunkan energi aktivasi. Penurunan energi aktivasi ini, maka energi minimum yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukan berkurang sehingga terjadinya reaksi berjalan cepat. Katalis pada umumnya mempunyai sifat-sifat sebagai berikut: aktivitas, stabilitas, selektivitas, umur, regenerasi dan kekuatan mekanik. Secara

umum katalis mempunyai 2 fungsi yaitu mempercepat reaksi menuju kesetimbangan atau fungsi aktivitas dan meningkatkan hasil reaksi yang dikehendaki atau fungsi selektivitas (Nasikin dan Susanto, 2010)

Katalis dapat digolongkan ke dalam 2 jenis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Dalam reaksi dengan katalis homogen, katalis berada dalam fase yang sama dengan reaktan. Biasanya, semua reaktan dan katalis berada dalam satu fasa tunggal cair atau gas. Produksi biodiesel dengan katalis homogen secara umum menggunakan katalis  $H_2SO_4$ , NaOH dan KOH (Busca, 2014). Dalam reaksi dengan katalis heterogen, katalis dan reaktan berada dalam fase yang berbeda. Katalis heterogen cenderung lebih mudah untuk dipisahkan dan digunakan kembali dari campuran reaksi karena fasa yang digunakan berbeda dengan produk reaksinya. Katalis heterogen juga lebih mudah dibuat dan mudah diletakkan pada reaktor karena fasa yang berbeda dengan pereaktannya. Biasanya katalis heterogen yang digunakan berupa fase padat (Istadi, 2011).

Adanya beda fasa pada katalis dan pereaktan menjadikan mekanisme reaksi menjadi sangat kompleks. Fenomena antarmuka menjadi sesuatu yang sangat penting dan berperan. Laju reaksi dikendalikan oleh fenomena-fenomena adsorbsi, absorpsi dan desorbsi. Reaksi cairan atau gas dengan adanya katalis padat adalah contoh yang khas (Busca, 2014)

### 2.2.8 Alum Kalium

Tawas atau alum kalium adalah suatu senyawa aluminium sulfat dengan rumus kimia  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ . Tawas atau aluminium sulfat merupakan bahan koagulan yang paling banyak digunakan karena bahan ini yang paling ekonomis, mudah diperoleh di pasaran serta mudah penyimpanannya. Aluminium sulfat digunakan secara luas dalam industri kimia, aluminium sulfat banyak digunakan dalam proses air bersih, pengolahan air limbah dan juga digunakan dalam pembuatan kertas untuk meningkatkan ketahanan dan penyerapan tinta. Aluminium sulfat jarang ditemukan dalam bentuk garam *anhydrous* biasanya aluminium sulfat membentuk garam *hydrous* dengan kandungan air ( $H_2O$ ) yang berbeda-beda dan yang paling umum dalam bentuk *heksadekahydrate*. Pemakaian tawas juga tidak terlepas dari sifat-sifat kimia yang dikandung oleh air baku. Aluminium dan garam-

garam besi adalah bahan kimia yang efektif bekerja pada kondisi air yang mengandung alkalin. Dengan demikian semakin banyak dosis tawas yang ditambahkan maka pH akan semakin turun, karena dihasilkan asam sulfat sehingga perlu dosis tawas yang efektif antara pH 5,8-7,4. Apabila alkalinitas alami dari air tidak seimbang dengan dosis tawas (Desviani, 2012).

Tawas adalah garam sulfat rangkap terhidrat dengan formula  $M^+M^{3+}(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ . Dimana M merupakan kation monoatom univalen,  $M^+$  umumnya  $Na^+$ ,  $K^+$  dan  $NH_4^+$  kecuali  $Li^+$  yang terlalu kecil untuk ditampung tanpa penghilangan strukturnya sedangkan  $M^{3+}$  umumnya  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Ti^{3+}$  atau  $Co^{3+}$ . Tawas biasa dikenal dalam kehidupan sehari-hari adalah Aluminium kalium sulfat dodekahidrat [ $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ]. Tawas berfungsi sebagai koagulan semakin banyak ikatan molekul *hidrat* maka semakin banyak ion yang terdapat dalam air nantinya akan terikat akan tetapi umumnya tidak stabil. Pada pH 7 terbentuk  $Al(OH)_4^-$ . Flok-flok  $Al(OH)_3$  mengendap berwarna putih (Purnawan *et al.*, 2014)

Tawas merupakan senyawa aluminium sulfat yang berfase padat dengan nama lain: alum, alum padat, aluminium alum, cake alum, atau aluminium salt. Senyawa tawas umumnya terdiri dari garam rangkap sulfat ( $SO_4^{2-}$ ), kedudukan logam dalam tawas yang umum adalah aluminium, namun dapat juga kromium, besi, mangan, atau kobal. Dimana tawas juga merupakan produk buatan berbentuk bubuk, atau kristal berwarna putih, dan biasa digunakan sebagai mordan, bahan peikat dalam pewarnaan serat kain, sebagai bahan penggumpal dalam penjernihan air, dan sebagai bahan pengerut (penahan darah) dalam kesehatan. Tawas larut dalam air, tetapi tidak larut dalam alkohol. Dalam udara bebas tawas bersifat stabil (Ikhsan, 2013).

### **2.2.9 *Microwave***

Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,01 m hingga 1m, atau frekuensi antara 0,3 gigahertz hingga 30 gigahertz (Taylor dan Atri, 2005).

*Microwave* dapat berubah secara langsung saat melalui satu materi dielektrik ke materi dielektrik lainnya seperti cahaya yang dibelokkan saat melewati udara ke air. *Microwave* berjalan seperti gelombang cahaya, yang akan dibelokkan oleh

benda logam, diserap oleh beberapa materi dielektrik, dan diteruskan ke materi dielektrik lainnya. Air, karbon, dan makanan dengan kandungan air tinggi merupakan absorben *microwave* yang baik dibandingkan keramik, dan materi termoplastik hanya menyerap sedikit *microwave* (Stuerga, 2006).

Sintesis senyawa organik dengan bantuan gelombang mikro mulai mendapat perhatian dari kalangan ilmuwan. Akan tetapi tidak semua senyawa dapat disintesis dengan bantuan gelombang mikro. Hanya senyawa yang dapat mengabsorb radiasi gelombang mikro saja yang bisa disintesis dengan bantuan gelombang mikro.

Mekanisme dasar pemanasan dengan gelombang mikro adalah agitasi molekul-molekul polar atau ion-ion yang bergerak karena adanya gerakan medan magnet atau listrik. Gerakan medan tersebut menyebabkan partikel-partikel mencoba berorientasi sejajar dengan medan tersebut. Pergerakan partikel-partikel ini dibatasi oleh gaya pembatas (interaksi antarpartikel dan ketahanan listrik) yang menahan gerakan partikel dan membangkitkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas (Taylor dan Atri, 2005).

Pada pemanasan dengan gelombang mikro, hanya pelarut dan partikel larutan saja yang dipanaskan sehingga terjadi pemanasan yang merata pada pelarut (Taylor dan Atri, 2005). Pemanasan terjadi pada semua bagian bahan atau larutan reaksi, karena energi langsung diserap oleh bahan yang akan dipanaskan tanpa melibatkan wadah yang ada sehingga mempercepat tercapainya reaksi sempurna (Perreux, 2001).

Gelombang mikro dibangkitkan oleh tabung vakum, magnetron, multimode atau monomode. Gelombang mikro komersial menggunakan multimode, dimana distribusi medan listrik tidak homogen.

*Microwave* dengan monomode paling sesuai untuk sintesis senyawa organik tetapi harganya yang mahal menjadi pertimbangan sendiri. Pada *microwave* dengan monomode ini dilengkapi dengan penunjuk gelombang (waveguide) untuk memfokuskan gelombang elektromagnetik sehingga distribusi energi menjadi homogen.

*Microwave* dapat menginduksi kenaikan vibrasi suatu molekul sehingga berpengaruh terhadap faktor A pada persamaan di atas (Lidstrom *et al.*, 2001). Kenaikan harga A akibat kenaikan vibrasi suatu molekul berbanding lurus dengan

harga K sehingga K pun juga meningkat. Bila harga K suatu reaksi meningkat maka laju reaksi akan ikut meningkat.

Metode pemanasan dengan gelombang mikro ini memiliki banyak keunggulan, seperti waktu reaksi lebih cepat, produk lebih bersih, selektivitas lebih tinggi, dan hasil yang lebih baik. Hal ini menjadi alternatif utama untuk memperoleh hasil sintesis dari berbagai senyawa organik yang lebih efisien, dengan operasional yang sederhana dan kondisi reaksi yang ringan (Bhuiyan *et al.*, 2011).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNNES.

#### **3.2. Variabel Penelitian**

##### **3.2.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas yaitu variabel yang akan diteliti pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu daya *microwave* yang dikeluarkan pada saat reaksi metoksilasi, perbandingan mol reaktan yang digunakan untuk reaksi metoksilasi dan massa katalis yang digunakan untuk reaksi metoksilasi.

##### **3.2.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang menjadikan titik pusat penelitian. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil reaksi metoksilasi dengan menggunakan microwave.

##### **3.2.3 Variabel Terkendali**

Variabel terkendali adalah faktor-faktor lain yang dapat mempengaruhi hasil reaksi yang dikendalikan agar tidak mempengaruhi variabel bebas. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah perolehan bahan  $\alpha$ -pinene, dan preparasi alum.

#### **3.3 Alat dan Bahan**

##### **3.3.1 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas (*pyrex*), cawan poseken, spatula, anyakan 100 mesh, neraca analitik, oven, *microwave*, *sentrifuge*, *gas chromatography GC Agilent 6890 Series*, kromatografi gas-spektroskopi massa (GC-MS) *Shimadzu QP-2010 Ultra*, spektrofotometer FT-IR *Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S*, *X-ray Powder Diffraction (XRD)*.

### **3.3.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah  $\alpha$ -pinena diperoleh dari KBM Perhutani Pine Chemical Industry Pemalang, Metanol *for analysis* (*Merck*, Mr = 32,04 g/mol), alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  (*Merck*, Mr = 474,39 g/mol).

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Preparasi Katalis**

Preparasi katalis mengacu pada Usman (2009) 20 g sampel alum kalium  $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$  dianyak menggunakan 100 mesh, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. Katalis dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD.

#### **3.4.2 Kajian Pengaruh Daya *Microwave***

Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dilakukan di gelas kimia dengan *microwave* pada daya 320, 480 dan 640 watt. Reaksi dilakukan dengan memasukkan 1 mL  $\alpha$ -pinena ditambah 4 mL metanol dan 0,3 g katalis Alum Kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  ke dalam gelas kimia. Reaksi dilakukan selama 60, 90 dan 120 detik. Selanjutnya melakukan sentrifugasi selama 15 menit untuk memisahkan campuran menjadi endapan dan cairan supernatan. Hasil reaksi dianalisis dengan menggunakan GC.

#### **3.4.3 Kajian Pengaruh Massa Katalis**

Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dilakukan di gelas kimia dengan *microwave* pada daya *microwave* optimum dengan variasi massa katalis yang digunakan adalah 0,3; 0,6 dan 0,9 g. Reaksi dilakukan dengan memasukkan 1 mL  $\alpha$ -pinena ditambah 4 mL metanol dan katalis Alum Kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  ke dalam gelas kimia. Reaksi dilakukan selama 60, 90 dan 120 detik. Selanjutnya melakukan sentrifugasi selama 15 menit untuk memisahkan campuran menjadi endapan dan cairan supernatan. Hasil reaksi dianalisis dengan GC.

### 3.4.4 Kajian Pengaruh Perbandingan Mol Reaktan

Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dilakukan di gelas kimia dengan *microwave* pada daya *microwave* optimum dengan massa katalis yang optimum dan dengan menggunakan variasi perbandingan mol reaktan yaitu 1:15, 1:30 dan 1:45 mol. Reaksi dilakukan dengan menggunakan variasi perbandingan mol reaktan antara  $\alpha$ -pinena dengan metanol dan ditambah dengan katalis Alum Kalium [KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] yang optimum ke dalam gelas kimia. Reaksi dilakukan selama 60, 90 dan 120 detik. Selanjutnya melakukan sentrifugasi selama 15 menit untuk memisahkan campuran menjadi endapan dan cairan supernatan. Hasil reaksi dianalisis dengan GC.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Preparasi Katalis Alum**

Katalis yang digunakan pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yaitu katalis Alum Kalium  $[KAl(SO_4)_2]$ . Pada katalis sebelum digunakan untuk reaksi metoksilasi dilakukan preparasi katalis alum kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  dengan mengeringkan dalam oven pada temperatur  $105^{\circ}C$  selama 60 menit sampai kering. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan kandungan air yang ada didalam alum kalium. Hasil preparasi katalis alum kalium setelah diaktivasi disajikan pada Gambar 4.1.

Tabel 4.1 Sifat Fisik Alum Kalium

Sifat Fisik	Keterangan
Wujud	Padat (serbuk)
Warna	Transparan
Permukaan	Berpori
Bau	Tidak berbau

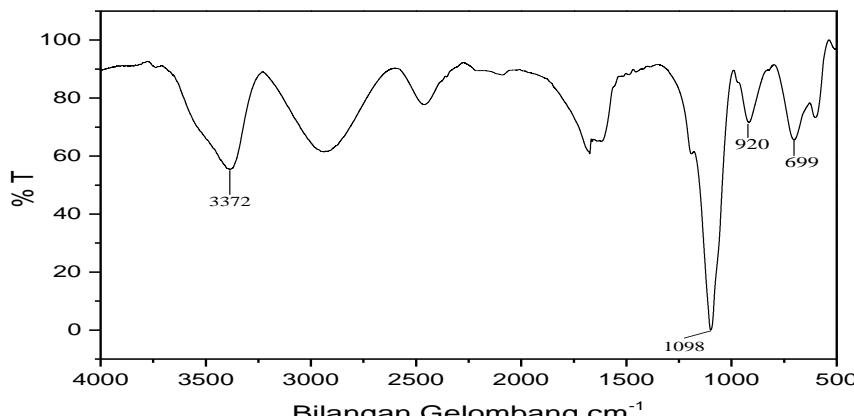


Gambar 4.1 Alum Kalium setelah dipreparasi

#### **4.2 Karakterisasi Katalis Alum**

##### **4.2.1 Analisis gugus fungsi pada katalis dengan FT-IR**

Katalis Alum Kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  dianalisis dengan menggunakan FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada ikatan-ikatan  $SO_4^{2-}$  yang terbentuk. Spektrum IR hasil analisis katalis Alum Kalium disajikan pada Gambar 4.2.

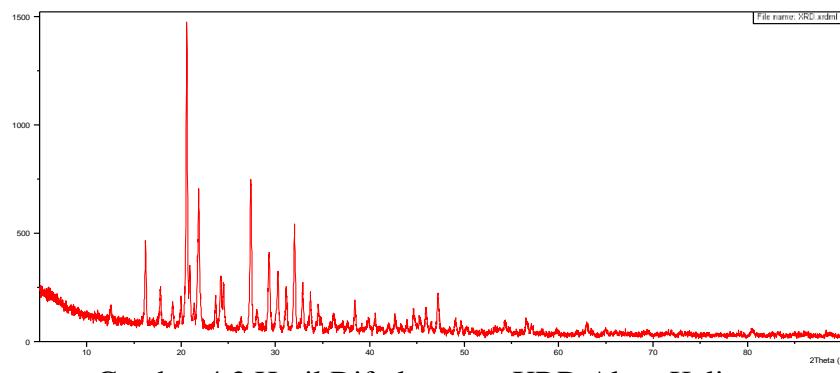


Gambar 4.2 Spektra IR Alum Kalium

Pada Gambar 4.2 menunjukkan adanya beberapa serapan karakteristik pada Alum Kalium. Pita serapan  $3372\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus O-H yang berasal dari ikatan air ( $\text{H}_2\text{O}$ ), puncak  $1098\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya serapan gugus S=O, puncak  $920\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya serapan gugus S-O dan puncak  $699\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ikatan Al-O.

#### 4.2.2 Analisis difraksi sinar-X dengan XRD

Katalis alum yang sudah diaktifasi dianalisis dengan menggunakan XRD (*X-ray powder diffraction*). Tujuan dari analisis ini adalah untuk memperoleh struktur kristal dan kisi kristal dari katalis alum kalium ini. Analisis XRD dilakukan dengan menggunakan XRD sumber sinar Cu K $\alpha$  dengan rentang  $2\theta = 10 - 80^\circ$ . Pola fraksi yang diperoleh menggambarkan keberadaan fasa kristal atau fasa amorf. Keberadaan dari fasa kristal ini dapat dilihat adanya puncak-puncak difraksi yang tajam, sedangkan material amorf memberikan pola difraksi berbentuk gunungan (hump) atau intensitas latar (background) yang tidak teratur. Difraktogram dari hasil analisis XRD alum kalium disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil Difraktogram XRD Alum Kalium

### 4.3 Analisis $\alpha$ -pinena

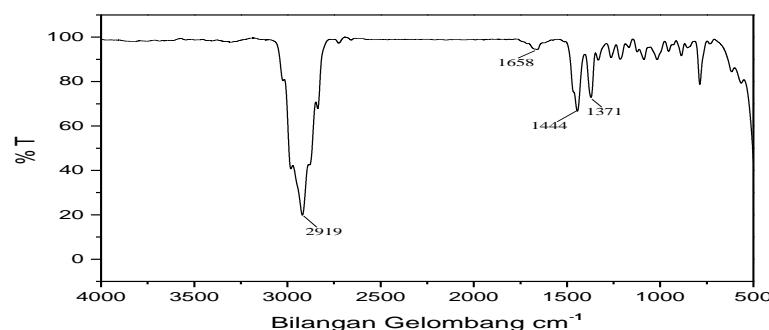
Alfa-pinena merupakan komponen utama dalam penyusun minyak terpentin. Alfa-pinena dapat diperoleh dengan menggunakan cara destilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan. Alfa-pinena memiliki sifat fisik meliputi wujud, warna dan bau. Sifat fisik  $\alpha$ -pinena disajikan dalam Tabel 4.2

Tabel 4.2 Sifat Fisik Senyawa  $\alpha$ -pinena

Sifat	Keterangan
Wujud	Cair
Warna	cak berwarna
Titik didih	150-160°C
Titik lebur	-60 sampai -50°C
Densitas	0.854-0.868 g/cm <sup>3</sup>
Kelarutan dalam air	tidak larut (larut dalam benzena kloroform, eter, petroleum eter, dan minyak)
Bau	memiliki bau khas

Alfa-pinena merupakan komponen utama dalam penyusun minyak terpentin yang dapat diperoleh dengan menggunakan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Analisis pada  $\alpha$ -pinena dilakukan dengan menggunakan FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) dan dianalisis dengan menggunakan GC (*Gas Chromatography*).

Analisis  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan FT-IR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada struktur senyawa  $\alpha$ -pinena. Hasil analisis dengan menggunakan FT-IR disajikan pada Gambar 4.4 dan interpretasinya pada Tabel 4.3 menunjukkan adanya beberapa serapan karakteristik. Puncak  $2919\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya serapan gugus C-H alkana, puncak  $1658\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya rentangan C=C alkena, puncak  $1444$  menunjukkan gugus CH<sub>2</sub> dan puncak  $1371\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus CH<sub>3</sub>.

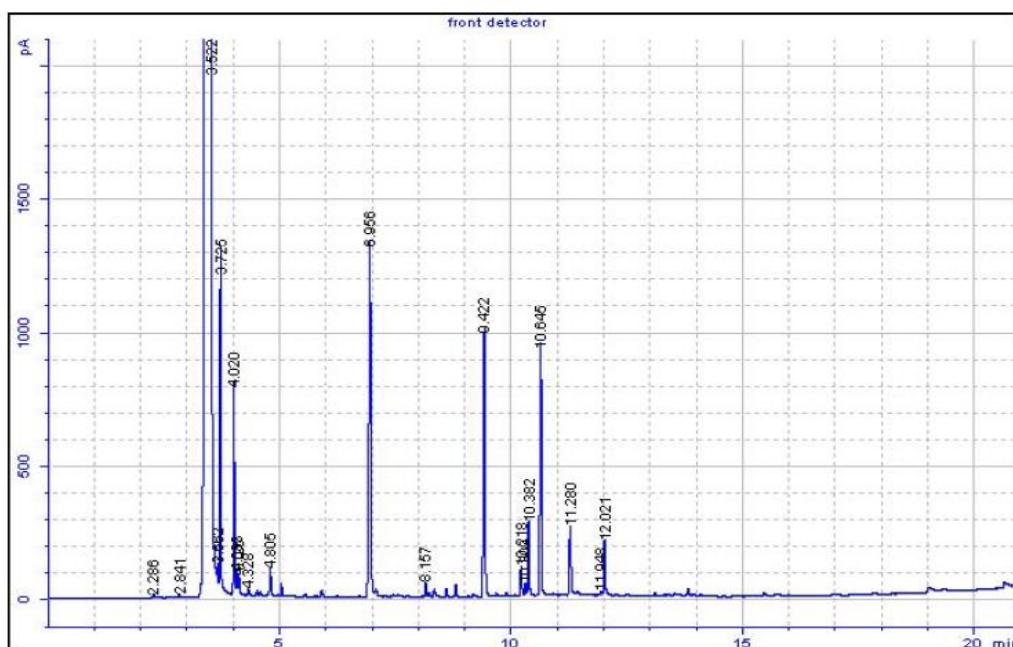


Gambar 4.4 Spektra IR  $\alpha$ -pinena

Tabel 4.3 Interpretasi Spektrum IR  $\alpha$ -pinena

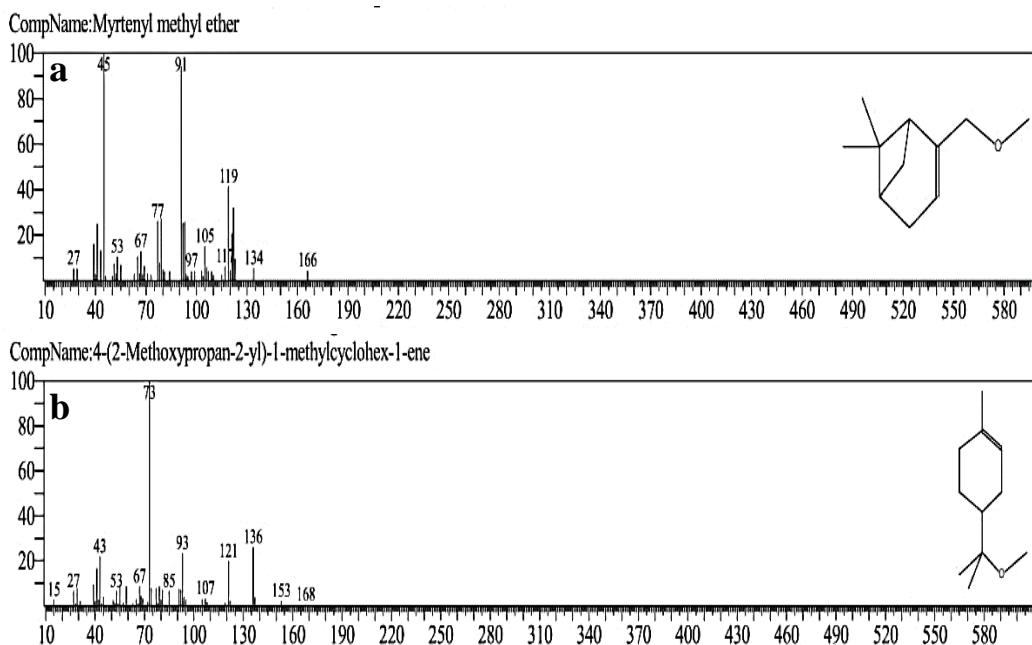
Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Interpretasi
2919	Rentangan C-H alkana
1658	Rentangan C=C
1444	-CH <sub>2</sub>
1371	-CH <sub>3</sub>

Pada analisis  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan GC yang bertujuan untuk mengetahui kadar dari  $\alpha$ -pinena. Hasil analisis  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan GC disajikan pada Gambar 4.5 menunjukkan adanya beberpa puncak. Puncak tertinggi dengan waktu retensi 3,522 menit merupakan senyawa dominan dengan presentase kadar sebesar 93,154%. Puncak ini dinyakini merupakan puncak senyawa  $\alpha$ -pinena.

Gambar 4.5 Kromatogram GC  $\alpha$ -pinena

#### 4.4 Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena

Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena merupakan suatu reaksi untuk membuat senyawa eter dengan menggunakan ion metoksi. Pada penelitian ini dibahas bagaimana pengaruh daya *microwave*, massa katalis dan perbandingan mol reaktan yang digunakan terhadap hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan menggunakan katalis alum kalium  $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2]$ . Pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena diperoleh senyawa diantaranya mirtenil metil eter dan terpinil metil eter. Spektrum massa senyawa yang terbentuk disajikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 spektrum massa hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena [ a (mirtenil metil eter) dan b (terpinil metil eter)]

Senyawa pada hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena berdasarkan Gambar 4.6 memiliki massa relatif hampir sama yaitu 166 untuk mirtenil metil eter dan 168 untuk terpinil metil eter.

#### 4.4.1 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Variasi Daya

Reaksi metoksilasi dengan variasi daya pada 320, 480 dan 640 watt selama waktu reaksi 60, 90 dan 120 detik. Reaksi dilakukan dengan menggunakan massa katalis sebesar 0,3 g dan dengan perbandingan mol reaktan 1:15 mol. Hasil reaksi metoksilasi dianalisis dengan menggunakan GC, analisis masing-masing sampel diperoleh menunjukkan beberapa puncak dengan waktu retensi yang berbeda, % area tertinggi (selain senyawa  $\alpha$ -pinena) dari data yang diGC diidentifikasi sebagai produk utama hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yaitu terpinil metil eter dan diikuti senyawa lainnya. Data kadar senyawa, konversi dan selektivitas yang dihasilkan pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dapat dilihat pada Tabel 4.4.

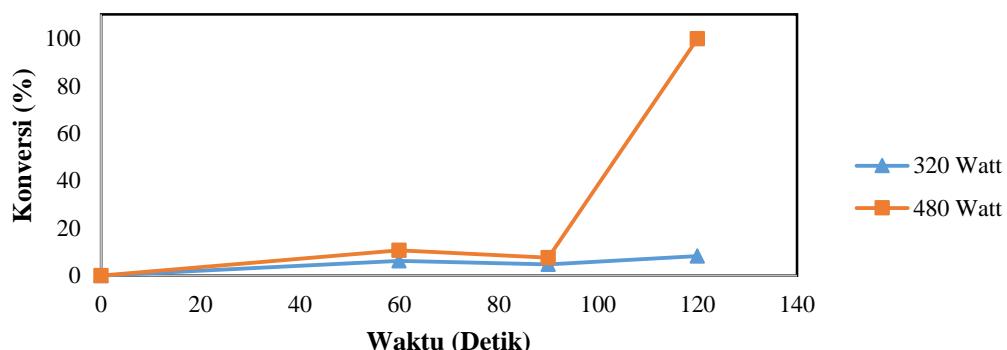
Tabel 4.4 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena variasi daya

Daya (watt)	t (Detik)	$\alpha$ -pinena	%C	Hasil Reaksi			
				MME	TME	%A	%S
320	60	87,37	6,21	3,76	60,44	2,51	40,47
	90	88,69	4,79	3,96	82,70	0,23	4,80
	120	85,47	8,25	3,88	47,00	0,74	8,92
480	60	83,25	10,64	3,70	34,79	3,08	28,98
	90	86,05	7,62	3,75	49,13	0,22	2,95
	120	0,16	99,82	31,95	32,00	1,40	1,40
640	60	78,40	15,83	3,31	20,88	2,46	15,53
	90	47,21	49,32	6,31	12,80	0,16	0,32
	120	-	-	-	-	-	-

Keterangan : %C : %Konversi, %A : %Kadar Produk, %S : %Selektivitas, MME : Mirtenil metil eter, TME : Terpinil metil eter.

Berdasarkan Tabel 4.4 diketahui bahwa kadar  $\alpha$ -pinena selama bertambahnya waktu reaksi mengalami penurunan, sedangkan untuk kadar hasil reaksi metoksilasi mengalami kenaikan pada daya 480 watt. Hal yang sama juga terlihat pada konversi dan selektivitas, yang mana konversi mengalami peningkatan seiring bertambahnya waktu reaksi sedangkan selektivitas mengalami kenaikan dan penurunan. Konversi yang meningkat disebabkan karena senyawa  $\alpha$ -pinena terus bereaksi dengan reaktan untuk menghasilkan produk selama waktu reaksi bertambah. Sedangkan selektivitas yang meningkat menandakan bahwa produk yang diinginkan semakin bertambah dan selektivitas menurun disebabkan karna produk yang diinginkan telah mencapai titik maksimum atau mengalami reaksi kimia lebih lanjut sehingga berubah menjadi produk lain.

Berikut grafik pengaruh waktu reaksi dan daya yang digunakan terhadap konversi  $\alpha$ -pinena disajikan pada Gambar 4.7.

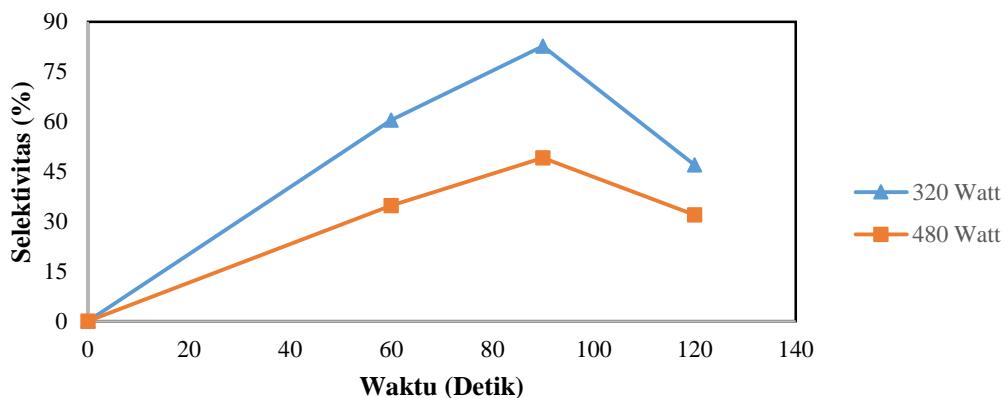


Gambar 4.7 Pengaruh waktu reaksi dan daya terhadap konversi  $\alpha$ -pinena

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dan semakin besar daya yang digunakan untuk reaksi metoksilasi pada  $\alpha$ -pinena, maka konversi penurunan kadar  $\alpha$ -pinena juga mengalami peningkatan. Konversi paling tinggi diperoleh pada saat waktu reaksi 120 detik dan pada daya 480 watt yaitu sebesar 99,82%. Hal ini menjelaskan bahwa daya pada *microwave* berperan dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yang menyebabkan terjadinya reaksi sehingga dihasilkan produk terpinil metil eter.

Kenaikan frekuensi tumbukan akibat kenaikan vibrasi suatu molekul berbanding lurus dengan konstanta laju reaksi sehingga konstanta laju reaksi juga meningkat. Bila konstanta laju reaksi meningkat maka laju reaksi akan ikut meningkat. Hal ini diperkuat oleh Sudiana *et al.*, (2015) yang menyatakan pemanasan dengan radiasi *microwave* tidak seperti metode pemanasan konvensional, pemanasan dengan radiasi *microwave* memberikan pemanasan merata di seluruh campuran reaksi sehingga meningkatkan temperatur dari seluruh volume yang mengakibatkan reaksi dapat berjalan lebih cepat.

Grafik pengaruh waktu dan daya *microwave* yang digunakan terhadap selektivitas mirtenil metil eter disajikan pada Gambar 4.8.

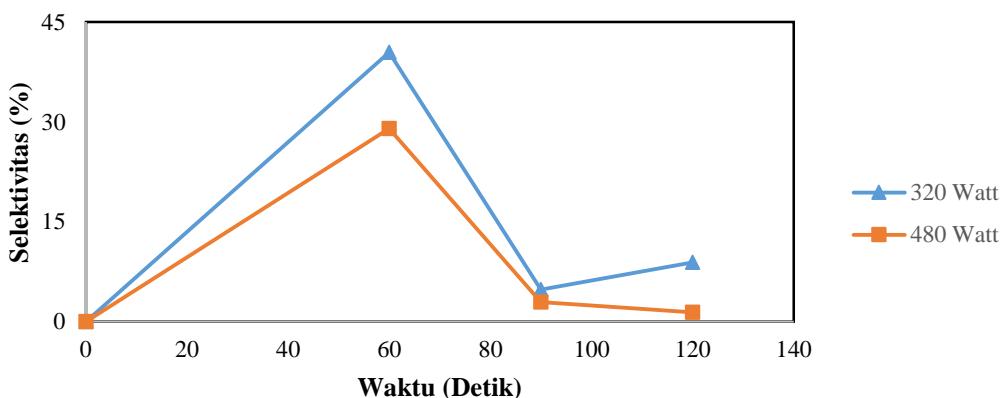


Gambar 4.8 Pengaruh waktu dan daya terhadap selektivitas mirtenil metil eter

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dengan daya yang berbeda pada selektivitas mirtenil metil eter mengalami kenaikan dan penurunan. Selektivitas mirtenil metil eter pada daya 320 watt cenderung mengalami kenaikan secara signifikan. Sedangkan pada daya 480 watt selektivitas mirtenil metil eter

mengalami kenaikan dan penurunan. Hasil reaksi ini selektivitas mirtenil metil eter tertinggi pada waktu 60 detik dengan daya 320 watt yaitu 60,44%.

Grafik pengaruh waktu dan daya *microwave* terhadap hasil selektivitas terpinil metil eter disajikan pada Gambar 4.9.



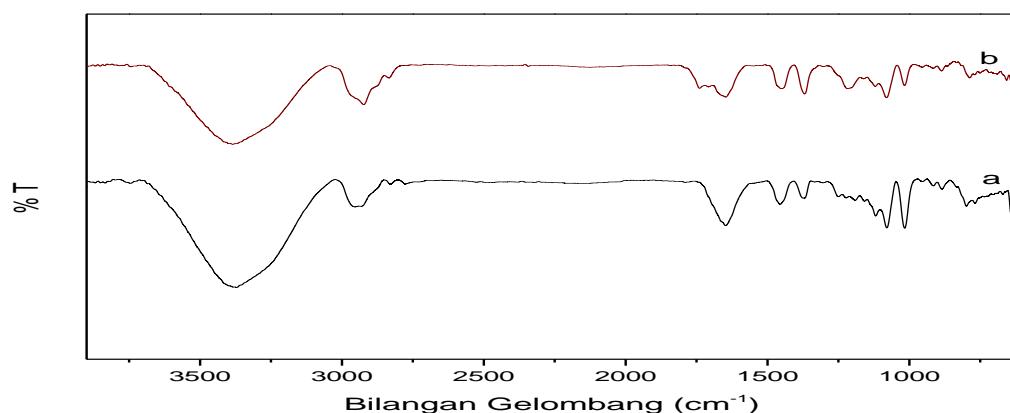
Gambar 4.9 Pengaruh waktu dan daya terhadap selektivitas terpinil metil eter

Pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dengan menggunakan daya yang berbeda pada selektivitas terpinil metil eter mengalami kenaikan dan penurunan. Selektivitas pada daya 320 watt pada awalnya mengalami penurunan, kemudian selektivitas mengalami sedikit kenaikan. Pada daya 480 watt selektivitas terpinil metil eter mengalami kenaikan dan penurunan. Pada hasil reaksi ini selektivitas terpinil metil eter tertinggi terjadi pada waktu reaksi 60 detik dengan menggunakan daya 320 watt yaitu 40,47%.

Sampel hasil reaksi metoksilasi dari variasi daya diambil untuk dilakukan analisis lanjutan dengan menggunakan FT-IR untuk memastikan senyawa yang terbentuk dari proses reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinene berdasarkan hasil yang diperoleh dari analisis GC. Spektra IR reaksi metoksilasi disajikan pada Gambar 4.10.

Spektra IR hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinene dengan variasi daya *microwave* pada Gambar 4.10 menunjukkan kemiripan yang jelas pada setiap serapan bilangan gelombang yang diperoleh. Pada bilangan gelombang  $3450\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya serapan gugus O—H, bilangan gelombang  $2900\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur C—H, selain itu bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk C—H, bilangan gelombang  $1200\text{-}1275\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan =C—O—C dengan vibrasi ulur asimetris, bilangan gelombang  $1085\text{-}1150$

$\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur C—O—C, dan bilangan gelombang 1020-1075  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan =C—O—C dengan vibrasi ulur simetris.



Keterangan : a (daya 320 watt), b (daya 480 watt)  
Gambar 4.10 Spektra IR pada variasi daya *microwave*

#### 4.4.2 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Variasi Massa Katalis

Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan variasi massa katalis Alum Kalium sebesar 0,3; 0,6 dan 0,9 g selama waktu reaksi 60, 90 dan 120 detik. Reaksi dilakukan pada daya 480 watt dan pada perbandingan mol reaktan 1:15 mol. Hasil reaksi dianalisis dengan menggunakan GC, analisis masing-masing sampel yang diperoleh menunjukkan beberapa puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda, % area tertinggi (selain  $\alpha$ -pinena) dari data GC dididentifikasi sebagai produk utama hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yaitu terpinil metil eter dan diikuti senyawa lainnya. Data kadar senyawa, konversi dan selektivitas yang dihasilkan pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena variasi massa katalis.

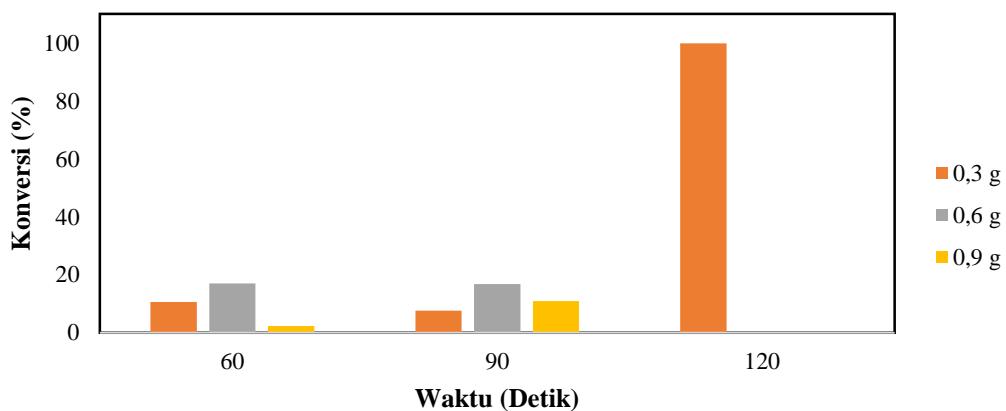
Katalis (gram)	t (Detik)	$\alpha$ -pinena	%C	Hasil Reaksi			
				MME %A	MME %S	TME %A	TME %S
0,3	60	83,25	10,64	3,70	34,79	3,08	28,98
	90	86,05	7,62	3,75	49,13	0,22	2,95
	120	0,16	99,82	31,95	32,00	1,40	1,40
0,6	60	77,28	17,04	2,28	13,36	0,14	0,80
	90	77,56	16,74	7,62	45,53	0,45	2,70
	120	-	-	-	-	-	-
0,9	60	91,05	2,25	2,18	96,71	1,07	47,46
	90	83,00	10,90	6,61	60,68	0,28	2,59
	120	-	-	-	-	-	-

Keterangan : %C : %Konversi, %A : %Kadar Produk, %S : %Selektivitas,  
MME : Mirtenil metil eter, TME : Terpinil metil eter.

Berdasarkan Tabel 4.5 diketahui bahwa kadar  $\alpha$ -pinena selama bertambahnya waktureaksi mengalami penurunan, sedangkan untuk kadar hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena mengalami kenaikan pada setiap waktunya. Pada konversi  $\alpha$ -pinena dan selektivitas mengalami kenaikan dan penurunan sering bertambahnya waktu. Konversi meningkat disebabkan karena senyawa  $\alpha$ -pinena terus bereaksi dengan reaktan untuk menghasilkan sutau produk selama waktu waktu yang semakin bertambah. Sedangkan selektivitasnya yang meningkat menandakan bahwa produk yang diinginkan semakin bertambah dan selektivitas menurun disebabkan karena produk yang diinginkan telah mencapai titik maksimum atau mengalami reaksi kimia lebih lanjut sehingga berubah menjadi produk lain.

Pengaruh massa katalis alum kaliun dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena ternyata meningkat seriring dengan banyaknya massa katalis yang digunakan. Selektivitas hasil mirtenil metil eter dan terpinil metil eter yang tertinggi saat menggunakan katalis alum kalium sebanyak 0,3 g. Massa katalis dan waktu reaksi secara keseluruhan sangat mempengaruhi terhadap hasil yang diperoleh, konversi dan juga selektivitas hasilnya.

Berikut grafik pengaruh waktu reaksi dan massa katalis yang digunakan terhadap konversi  $\alpha$ -pinena disajikan pada Gambar 4.11.

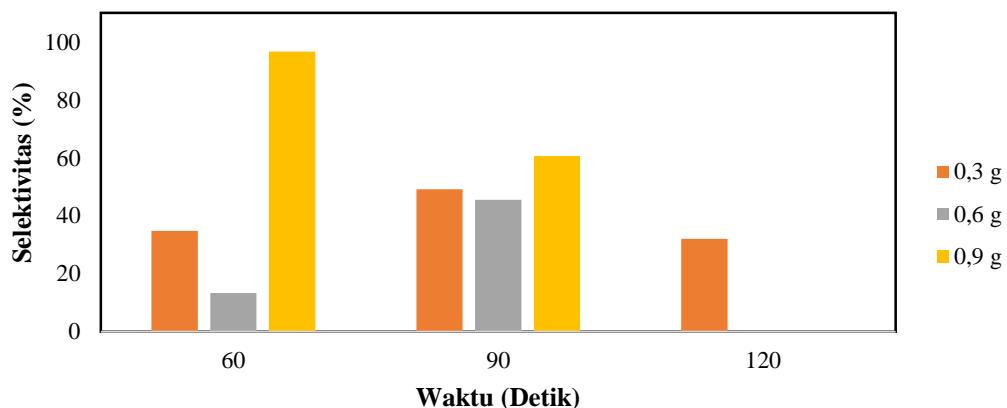


Gambar 4.11 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis alum kaliun terhadap konversi  $\alpha$ -pinena

Gambar 4.11 menunjukkan bahwa pengaruh semakin lama waktu reaksi dan semakin banyak massa katalis alum kaliun yang digunakan untuk reaksi metoksilasi pada  $\alpha$ -pinena maka konversi kadar  $\alpha$ -pinena mengalami kenaikan dan

penurunan. Konversi paling tinggi diperoleh pada saat waktu reaksi 120 detik dan massa katalis alum kalium yang digunakan sebanyak 0,3 g yaitu sebesar 99,82%. Hal ini menjelaskan bahwa katalis berperan dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yang menyebabkan banyak molekul saling bertumbukan dan laju semakin cepat. Dengan demikian, penambahan katalis dapat menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga berlangsung lebih cepat.

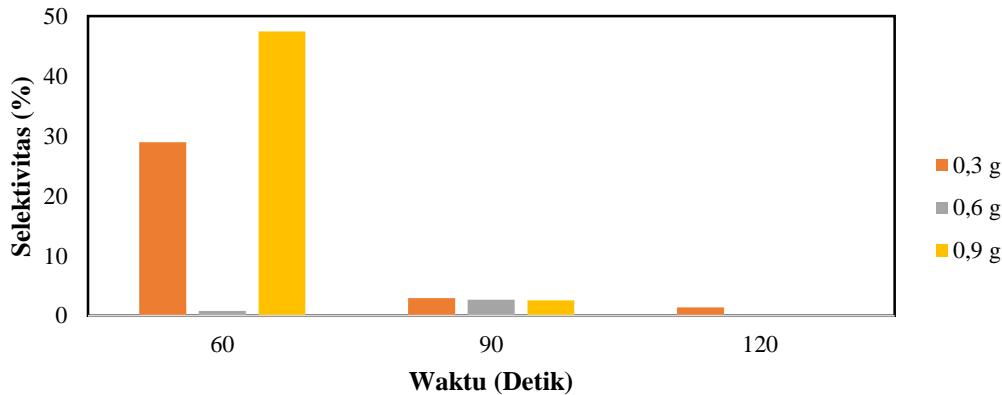
Grafik pengaruh waktu dan massa katalis alum kalium yang digunakan terhadap selektivitas hasil reaksi disajikan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis alum kalium terhadap selektivitas mirtenil metil eter.

Gambar 4.12 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dengan massa katalis yang digunakan berbeda selektivitas mirtenil metil eter mengalami kenaikan dan penurunan. Selektivitas mirtenil metil eter pada massa katalis alum kalium 0,9 g cenderung mengalami penurunan. Sedangkan pada massa katalis alum kalium 0,3 g mengalami kenaikan, begitu juga pada massa katalis alum kalium 0,6 g juga mengalami kenaikan. Selektivitas tertinggi mirtenil metil eter diperoleh pada saat massa katalis alum kalium sebanyak 0,9 g pada waktu 60 detik yaitu sebesar 96,71%.

Grafik pengaruh waktu dan massa katalis alum kalium terhadap hasil selektivitas terpinil metil eter disajikan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Pengaruh waktu reaksi dan massa katalis alum kalium terhadap selektivitas terpinil metil eter.

Pada Gambar 4.13 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dan massa katalis mempengaruhi hasil selektivitas terpinil metil eter. Selektivitas terpinil metil eter yang dihasilkan berbeda-beda. Pada massa katalis alum kalium 0,3 g semakin lama waktu reaksi selektivitas terpinil metil eter mengalami penurunan. Pada massa katalis alum kalium 0,6 g semakin lama waktu reaksi selektivitas terpinil metil eter mengalami sedikit kenaikan. Sedangkan pada massa katalis alum kalium 0,9 g semakin lama waktu reaksi selektivitas terpinil metil eter mengalami penurunan. Selektivitas terpinil metil eter tertinggi diperoleh pada massa katalis 0,9 g pada waktu 60 detik yaitu sebesar 47,46%.

#### 4.4.3 Hasil reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena Perbandingan Mol Reaktan

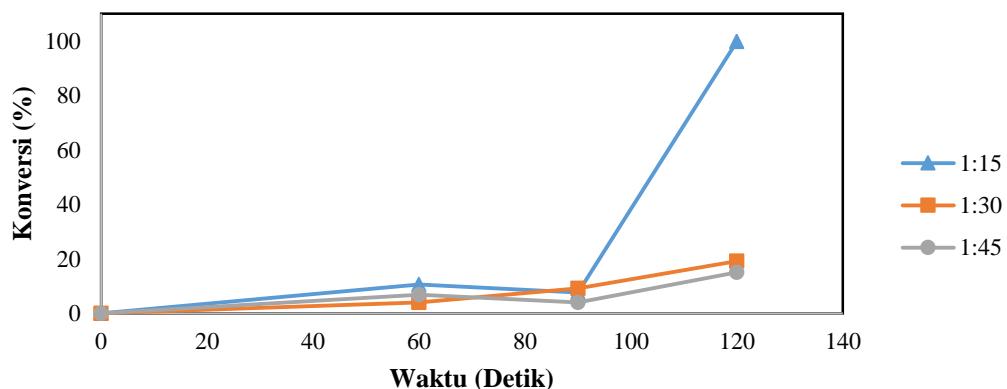
Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dengan variasi perbandingan mol reaktan sebesar 1:15, 1:30 dan 1:45 mol selama waktu reaksi 60, 90 dan 120 detik. Reaksi dilakukan pada daya 480 watt dan pada massa katalis alum kaliun sebanyak 0,3 g. Hasil reaksi dianalisis dengan menggunakan GC, analisis masing-masing sampel yang diperoleh menunjukkan beberapa puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda, % area tertinggi (selain  $\alpha$ -pinena) dari data GC dididentifikasi sebagai produk utama hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yaitu terpinil metil eter dan diikuti senyawa lainnya. Data kadar senyawa, konversi dan selektivitas yang dihasilkan pada reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Data konversi dan selektivitas hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena variasi perbandingan mol reaktan.

Perbandingan mol reaktan	t (Detik)	$\alpha$ -pinena	%C	Hasil Reaksi			
				MME	TME	%A	%S
1:15	60	83,25	10,64	3,70	34,79	3,08	28,98
	90	86,05	7,62	3,75	49,13	0,22	2,95
	120	0,16	99,82	31,95	32,00	1,40	1,40
1:30	60	89,38	4,05	2,42	59,82	2,50	61,88
	90	84,62	9,16	3,60	39,32	3,34	36,41
	120	75,32	19,14	3,52	18,39	3,43	17,92
1:45	60	86,74	6,89	3,22	46,73	3,90	56,67
	90	89,46	3,96	3,22	81,29	3,12	78,77
	120	79,15	15,03	3,99	26,55	4,11	27,37

Keterangan : %C : %Konversi, %A : %Kadar Produk, %S : %Selektivitas, MME : Mirtenil metil eter, TME : Terpinil metil eter.

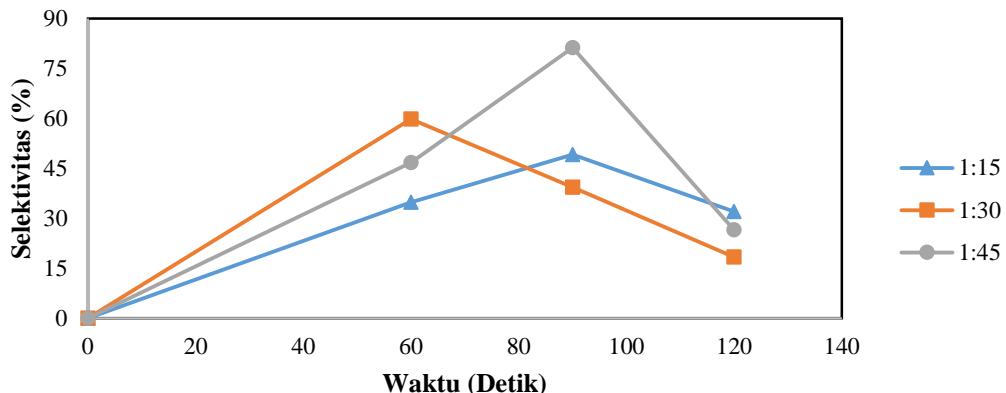
Berikut grafik pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan yang digunakan terhadap konversi  $\alpha$ -pinena disajikan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap konversi  $\alpha$ -pinena

Gambar 4.14 menunjukkan bahwa pengaruh semakin lama waktu reaksi dan semakin banyak perbandingan mol reaktan antara  $\alpha$ -pinena dengan metanol yang digunakan untuk reaksi metoksilasi pada  $\alpha$ -pinena maka konversi kadar  $\alpha$ -pinena mengalami kenaikan dan penurunan. Konversi paling tinggi diperoleh pada saat waktu reaksi 120 detik dan perbandingan mol reaktan yang digunakan sebanyak 1:15 mol yaitu sebesar 99,82%. Hal ini menjelaskan bahwa perbandingan mol reaktan berperan dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena yang menyebabkan produk yang dihasilkan dari reaksi metoksilasi juga akan bertambah.

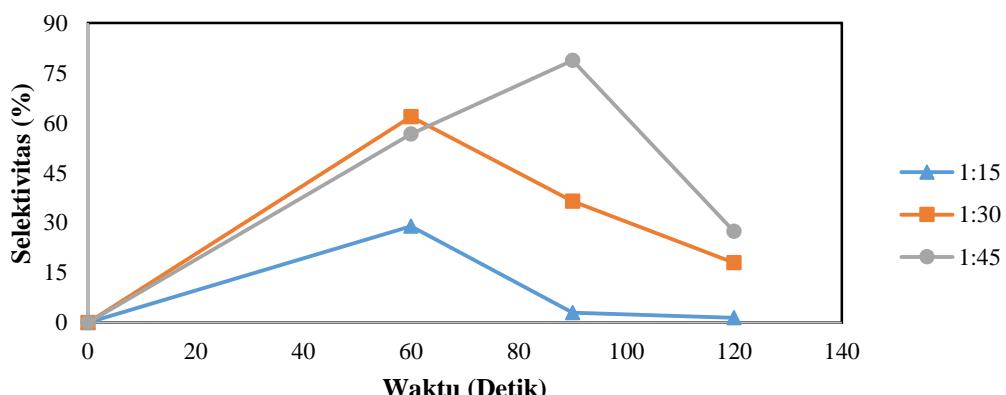
Grafik pengaruh waktu dan perbandingan mol reaktan yang digunakan terhadap selektivitas hasil reaksi disajikan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap selektivitas mirtenil metil eter.

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dengan perbandingan mol reaktan yang digunakan berbeda selektivitas mirtenil metil eter mengalami kenaikan dan penurunan. Selektivitas mirtenil metil eter pada perbandingan mol reaktan 1:45 cenderung mengalami kenaikan lalu mengalami penurunan. Sedangkan pada perbandingan mol reaktan 1:15 mengalami kenaikan, dan pada perbandingan mol reaktan 1:30 mengalami penurunan. Selektivitas tertinggi mirtenil metil eter diperoleh pada saat perbandingan mol reaktan sebesar 1:45 pada waktu 90 detik yaitu sebesar 81,29%.

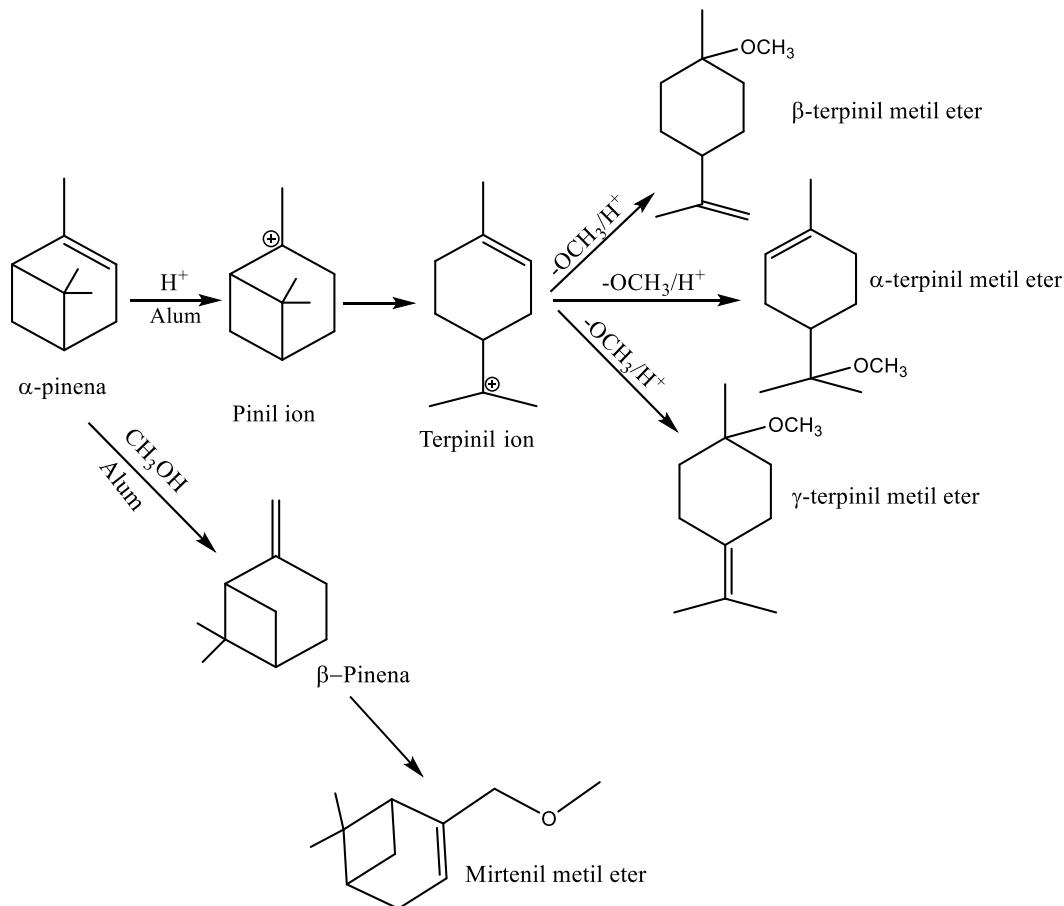
Grafik pengaruh waktu dan perbandingan mol reaktan terhadap hasil selektivitas terpinil metil eter disajikan pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Pengaruh waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan terhadap selektivitas terpinil metil eter.

Pada Gambar 4.16 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi dan perbandingan mol reaktan yang berbeda-beda selektivitas terpinil metil eter yang dihasilkan mengalami kenaikan dan penurunan. Pada perbandingan mol reaktan 1:15 hasil selektivitas terpinil metil eter mengalami penurunan. Pada perbandingan mol reaktan 1:30 hasil selektivitas juga mengalami penurunan. Sedangkan pada perbandingan mol reaktan 1:45 hasil selektivitas terpinil metil eter mengalami kenaikan dan pada saat waktu reaksi 120 detik hasil selektivitas mengalami penurunan. Hasil selektivitas terpinil metil eter tertinggi diperoleh pada saat perbandingan mol reaktan 1:45 pada waktu 90 detik yaitu sebesar 78,77%.

Mekanisme reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena menggunakan katalis Alum Kalium  $[KAl(SO_4)_2]$  menghasilkan produk utama yaitu mirtenil metil eter dan terpinil metil eter. Mekanisme reaksi disajikan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Skema mekanisme reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Simpulan**

Berdasarkan data hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena berdasarkan variasi daya *microwave* yang digunakan diperoleh selektivitas tertinggi pada mirtenil metil eter sebesar 82,70% dan pada terpinil metil eter sebesar 40,47%.
2. Hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena berdasarkan variasi massa katalis alum kalium yang digunakan selektivitas tertinggi pada mirtenil metil eter sebesar 96,71% dan pada terpinil metil eter sebesar 47,46%.
3. Hasil reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena berdasarkan variasi perbandingan mol reaktan yang digunakan diperoleh selektivitas tertinggi pada mirtenil metil eter sebesar 81,29% dan pada terpinil metil eter sebesar 78,77%

#### **5.2 Saran**

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas katalis  $KAl(SO_4)_2$  dalam reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena. Seperti preparasi sebelum digunakan serta jumlah yang sesuai untuk reaksi.
2. Reaksi metoksilasi  $\alpha$ -pinena perlu dikaji ulang dengan variasi lain seperti penggunaan katalis yang berbeda, penambahan reagen lain yang mempercepat terjadinya reaksi metoksilasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R., dan Wijayati. N., 2015. Hidrasi  $\alpha$ -Pinena menjadi  $\alpha$ -Terpineol dengan Katalis Zeolit alam & TCA/Zeolit alam. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(2): 128-131.
- Amilia, N., K. Siadi, Latifah, 2015. Pengaruh Temperatur Pada Reaksi Hidrasi  $\alpha$ -Pinena Menjadi  $\alpha$ -Terpineol Terkatalis Zeolit Alam Teraktivasi. *Jurnal MIPA*, 38(1): 38-48.
- Bhuiyan, Hossain, Mahmud and Al-Amin, 2011. Microwave-assisted Efficient Synthesis of Chalcones as Probes for Antimicrobial Activities. *Chemistry Journal*, 3(2): 2465-2479.
- Busca, G., 2014. Heterogeneous Catalytic Materials: Solid State Chemistry, Surface Chemistry and Catalytic Behaviour. Newnes.
- Catrinescu, C., C. Fernandes, P. Castilho, & C. Breen. 2015. Selective methoxylation of  $\alpha$ -pinene to  $\alpha$ -terpinyl methyl ether over Al<sup>3+</sup> ion-exchanged clays. *Elsevier, Applied Catalysis A: General* 489: 171–179.
- Chang, R., 2005. *Kimia Dasar : Konsep-Konsep Inti*. Edisi Ketiga Jilid 2 ed. Jakarta: Erlangga.
- Daryono, E. D., 2015. Sintesis  $\alpha$ -Pinene menjadi  $\alpha$ -Terpineol menggunakan Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan Variasi Suhu Reaksi dan Volume Etanol. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4(2): 1-6.
- Desviani, Amanda P., 2012. Evaluasi Pemberian Dosis Koagulan Aluminium Sulfat Cair Dan Bubuk Pada Sistem Dosing Koagulan Di Instalasi Pengolahan Air Minum PT. Krakatau Tirta Industri. *Skripsi*, Institut Pertanian Bogor.
- Fleig, H., 2005. Turpentine, chap. 14. Wiley-VCH Verlag GmbH and Co., KGaA, Weinheim.
- Guenther, E., 2006. Minyak Atsiri. Jilid 1. Jakarta: UI-Press.
- Heitmann, W., G. Strehlke, D. Mayer. 2005. *Ethers, Aliphatic*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 1-13.
- Ikhsan, Juslin., Endang Widjajanti LFX, Sunarto, 2014. Pengaruh Mordan Sintesis Dari Limbah Kaleng Terhadap Daya Ikat dan Laju Lepas Zat Warna Methyl Violet oleh Serat Kain. *Jurnal Penelitian saintek*, UNY. 19(1): 59-74.

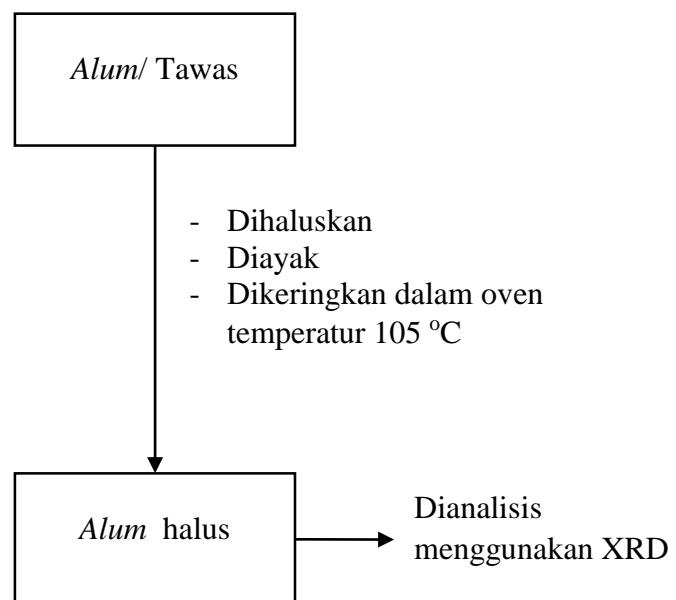
- Istadi., 2011. Teknologi Katalis untuk Konversi Energi Fundamental dan Aplikasi. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Ketaren, S., 1985. Pengantar Teknologi Minyak Atsiri. Jakarta: Penerbit Balai Pustaka.
- Kurnia, S.M., 2003. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI-Press.
- Lidström, P., J. Tierney, B. Wathey, dan J. Westman, 2001. Microwave Assisted Organic Synthesis - a Review. *Tetrahedron*, Volume 57: 9225-9283.
- Masruri, Bambang P dan Muhammad M., 2014. Alpha-pinene in Acidic Conditions : Products Determination and the Reaction Kinetics, Batu : Indonesia: *Proceeding of The 4th Annual Basic Science International Conference (BaSIC), February 12-13rd.*
- Matos, I., M.F. Silva, R. Ruiz-Rosas, J. Vital, J. Rodríguez-Mirasol T. Cordero, J.E. Castanheiro, & I.M. Fonsec. 2014. Methoxylation of  $\alpha$ -pinene over mesoporous carbons and microporous carbons: A comparative study. *Elsevier, Microporous and Mesoporous Materials* 199: 66–73.
- Muharani, D.T.S. Julianto, D. Rubiyanto, 2013. Pengaruh Waktu Reaksi pada Konversi  $\alpha$ -Pinen menjadi Terpineol menggunakan Katalis Asam Sulfat. Yogyakarta: FMIPA Universitas Islam Indonesia.
- Nasikin, M. dan Susanto, B., 2010. Katalis Heterogen. Jakarta: UI Press.
- Nugroho, Y. A., 2013. Efek Rasio Massa Reaktan Pada Hidrasi  $\alpha$ -pinena Menggunakan Katalis Zeolit Alam , Semarang: *Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNNES.*
- Nurita, F. D. M., Rurini R., dan Suratmo, 2014. Esterifikasi 2-Isopropil-5-Metilsikloheksanol (L-Mentol) Menggunakan Asam Propionat. *Kimia Student Journal*, 1(2): 269-275.
- Nuritasari, A. L., Kusoro S., dan Ersanghono K., 2014. Pengaruh Katalis H-ZA Dan Dalam Reaksi Hidrasi  $\alpha$ -Pinena Menjadi  $\alpha$ -terpineol. *Indo. J. Chem. Sci*, 3(2): 125-129.
- Perreux, L., dan A. Loupy, 2001, “A tentative Rationalization of *Microwave Effects in Organic Synthesis According to The Reaction medium, and mechanistic Considerations*”, *Tetrahedron*, 57: 9199-9223.
- Purnawan, I., dan Riski B. R., 2014. Pengaruh Konsentrasi KOH pada Pembuatan Tawas dari Kaleng Aluminium Bekas. *Jurnal Teknologi ISSN: 2085-1669*. 6(2):109-119.
- Pito, D.S., I. Matos, I.M. Fonseca, A.M. Ramos, J. Vital, dan J.E. Castanheiro. 2010. Methoxylation of a-pinene over heteropolyacids immobilized in silica. *Elsevier, Applied Catalysis A: General* 373: 140–146.

- Pratigto, S., Siadi, K., dan Edy C., 2015. Efek Perubahan Konsentrasi pada Hidrasi  $\alpha$ -Pinena dari Terpentin dengan Katalis Asam Trikloroasetat. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(2): 112-116.
- Ringgania, R., Budhijanto, dan Arief B., 2016. Kinetika Reaksi Isomerisasi  $\alpha$ -pinene. *Eksbergi*, 13(1): 6-12.
- Rudyanto, M., dan Hartanti, L., 2006. One-Step Conversion of Eugenol to Methyl Isoeugenol Using Microwave Irradiation in Solvent-Free Conditions. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 6(3): 292-296.
- Safitri, N. D., dan Sri Handayani, 2016. Pengaruh Konsentrasi NaOH Pada Sintesis Benzilidensikloheksanon Menggunakan Metode *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS). Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H., 2004. Kimia Minyak Atsiri. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Shelke, Kiran F., Suryakant B. Sapkal, Gopal K. Kakade, Sandip A. Sadaphal, Bapurao B. Shingate, dan Murlidhar S. Shingare, 2010. Alum catalyzed simple and efficient synthesis of 5-arylidene-2,4-thiazolidinedione in aqueous media. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(1): 17-21.
- Siregar, EBMS. 2005. Pemuliaan Pinus merkusii. Fakultas Pertanian. Jurusan Kehutanan. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Sulistiwati, Dwi D., Ria Putri H., Herti Utami, dan Simparmin Br. Ginting, 2017. Kajian Pengaruh Konsentrasi Zeolit Alam Lampung pada Hidrasi Terpentin Menjadi  $\alpha$ -Terpineol. *Indo. J. Chem. Sci* 6(2): 133-137.
- Stuerga, D., 2006, *Microwave–Material Interactions and Dielectric Properties, Key Ingredients for Mastery of Chemical Microwave Processes*, Dalam A. Loupy (Ed), *Microwaves in Organic Synthesis*, Second edition, Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Taylor M dan Atri S. 2005. Development in *Microwave Chemistry*. Evalueserve, United Kingdom.
- Usman, T., Lucy A., Winda R., Romi A., 2009. Esterifikasi Asam Lemak dari Limbah Kelapa Sawit (Sludge Oil) Menggunakan Katalis Tawas. *Indo. J. Chem*, 9(3): 474 – 478.
- Wijayati, N., Supartono, SBW Kusuma, 2014. Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Reaksi Hidrasi  $\alpha$  -Pinena dari Minyak Terpentin dengan Katalis Zeolit alam. *Jurnal MIPA*, 37(2): 146-153.

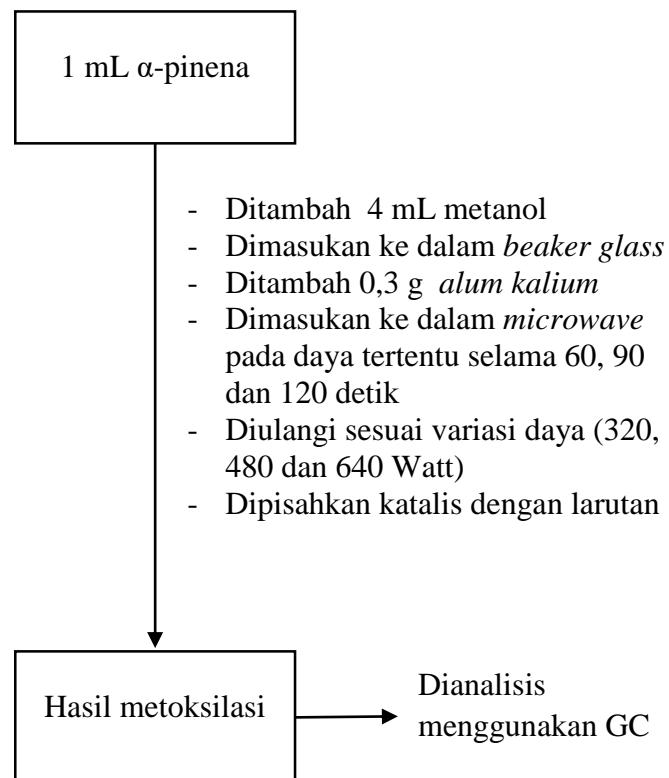
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Kerja Penelitian

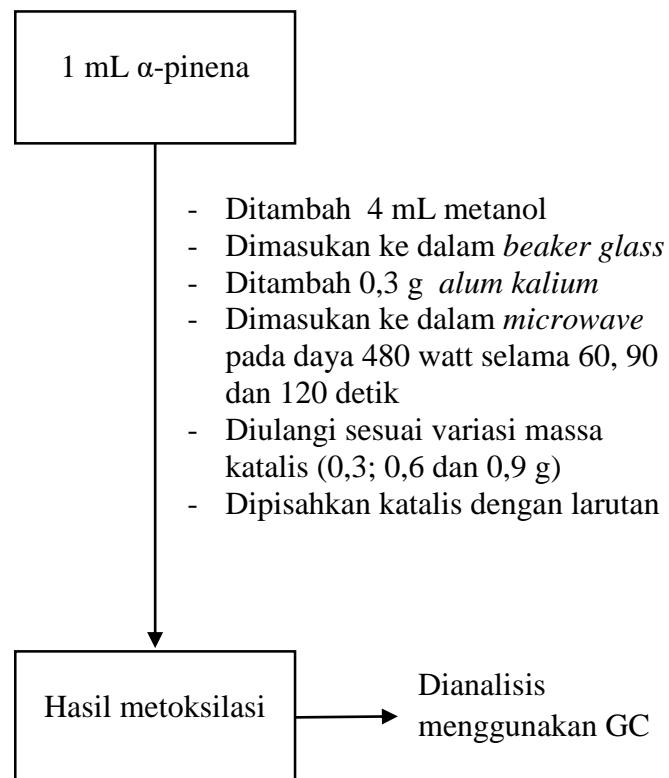
#### A. Preparasi Katalis



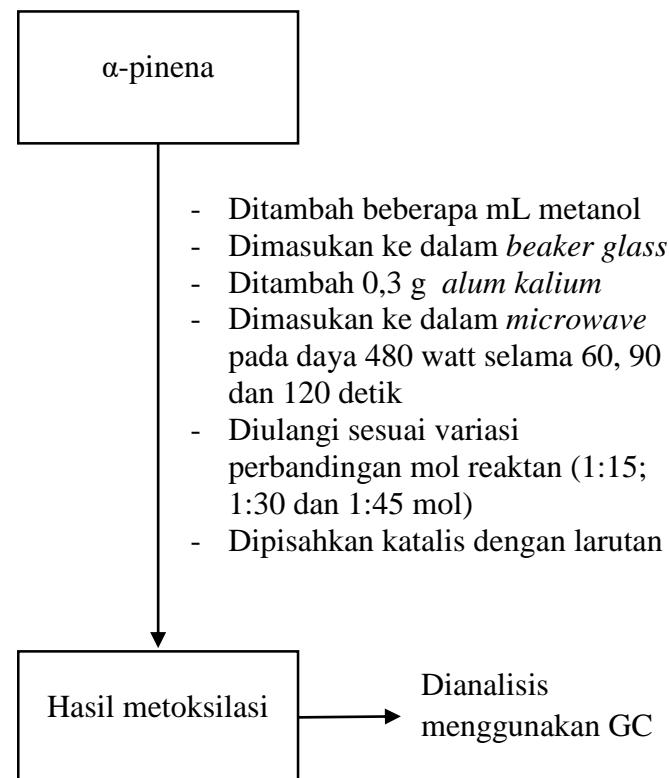
## B. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Daya *Microwave*



### C. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Massa Katalis



#### D. Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -Pinena Variasi Perbandingan Mol Reaktan



## Lampiran 2. Hasil Analisis FT-IR Alum Kalium

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00  
Wednesday, November 27, 2019 1:34 PM

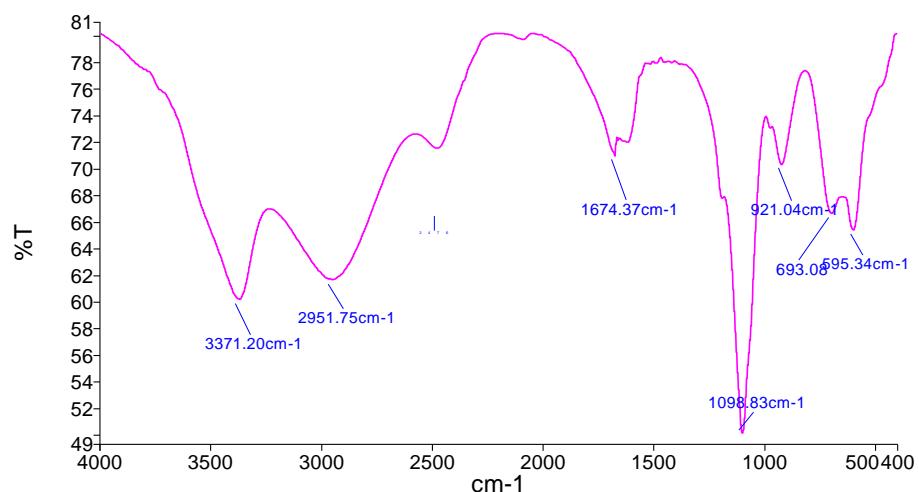
### Report Details

Report Location C:\pel\_data\reports\Samples View 3\_mei dwi 1\_1\_1.rtf  
Report Creator labkim  
Report Date Wednesday, November 27, 2019 1:34 PM

### Sample Details

Sample Name mei dwi 1\_1\_1  
Sample Description alum kalium  
Analyst labkim  
Creation Date 11/27/2019 1:33:46 PM  
X-Axis Units cm<sup>-1</sup>  
Y-Axis Units %T

### Spectrum



Name	Description
mei dwi 1_1_1	alum kalium

### Peak Area/Height Results

Peak	X (cm <sup>-1</sup> )	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3371.2	60.21	-7081.34	4000	3234.31	4000
2	2951.75	61.69	4485.12	3234.31	2053.41	3234.31
3	1674.37	71.05	-2084.79	2053.41	1467.96	2053.41
4	1098.83	50.09	-3923.69	1467.96	991.22	1467.96
5	921.04	70.4	-71.73	991.22	815.21	991.22
6	695.34	65.46	-2209.21	815.21	400	815.21

### Lampiran 3. Hasil Analisis XRD Alum Kalium

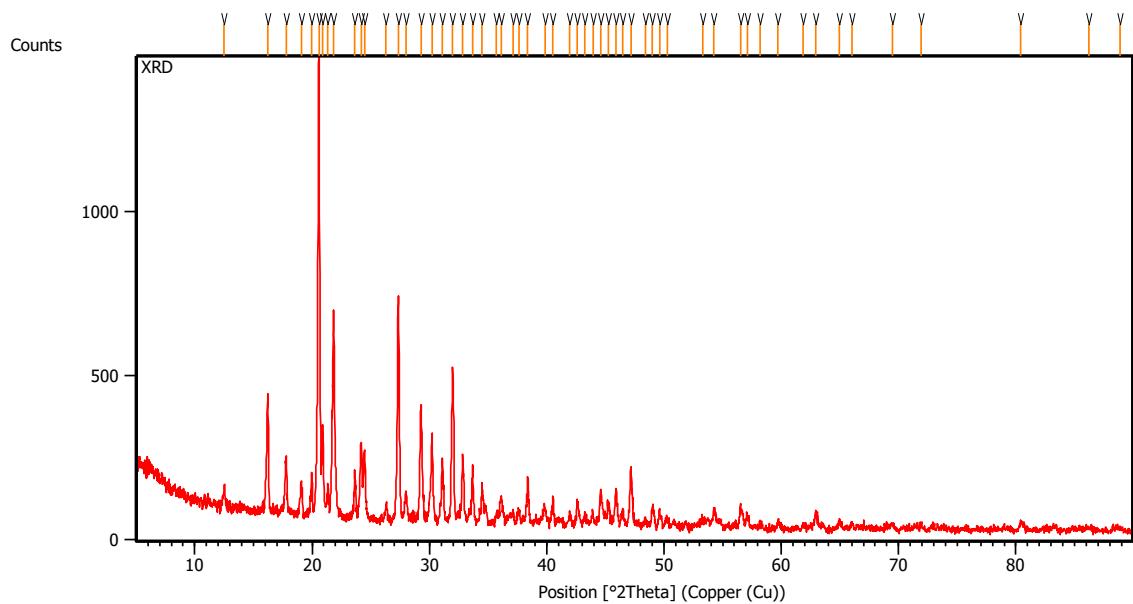
This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets.

Modify it according to your own needs and standards.

Measurement Conditions: (*Bookmark 1*)

Dataset Name	XRD
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\September\Wiwid\XRD.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	9/6/2019 10:05:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size ["]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

Main Graphics, Analyze View: (*Bookmark 2*)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4905	60.73	0.1171	7.08682	4.31
16.2142	359.40	0.1171	5.46672	25.49
17.7721	174.83	0.1171	4.99086	12.40
19.0929	99.12	0.1673	4.64848	7.03
19.9696	128.81	0.0836	4.44634	9.14
20.5751	1409.82	0.1338	4.31683	100.00
20.9033	279.92	0.1004	4.24979	19.86
21.3314	88.59	0.1004	4.16545	6.28
21.8288	613.07	0.1004	4.07166	43.49
23.6311	149.67	0.0502	3.76504	10.62
24.2271	229.61	0.1506	3.67376	16.29
24.4648	208.12	0.1171	3.63860	14.76
26.3030	45.35	0.1004	3.38834	3.22
27.3331	667.70	0.1673	3.26294	47.36
27.9798	84.21	0.1673	3.18898	5.97
29.2842	347.09	0.1673	3.04983	24.62
30.2338	258.26	0.1171	2.95617	18.32
31.0860	192.17	0.0836	2.87704	13.63
31.9799	471.90	0.1004	2.79864	33.47
32.8353	176.55	0.0836	2.72766	12.52
33.6838	171.67	0.1171	2.66086	12.18
34.4868	120.13	0.0669	2.60072	8.52
35.7141	28.47	0.1673	2.51412	2.02
36.1033	72.44	0.2007	2.48791	5.14
37.1071	32.09	0.4015	2.42288	2.28

37.6481	32.60	0.1673	2.38929	2.31
38.3738	141.46	0.0836	2.34577	10.03
39.8349	50.74	0.1673	2.26303	3.60
40.5386	84.64	0.0669	2.22536	6.00
41.9359	32.62	0.1673	2.15438	2.31
42.6294	64.30	0.1673	2.12093	4.56
43.2517	24.31	0.2007	2.09185	1.72
43.9351	35.10	0.1004	2.06088	2.49
44.5932	102.55	0.1338	2.03198	7.27
45.2303	54.65	0.2007	2.00483	3.88
45.9088	107.77	0.1004	1.97677	7.64
46.4909	38.42	0.2676	1.95337	2.73
47.1710	179.67	0.1338	1.92678	12.74
48.3985	19.53	0.2007	1.88074	1.39
48.9993	48.52	0.2007	1.85908	3.44
49.6220	51.78	0.1338	1.83720	3.67
50.2816	16.99	0.2676	1.81464	1.21
53.3101	22.68	0.4015	1.71847	1.61
54.2707	51.29	0.2007	1.69030	3.64
56.5075	66.10	0.1673	1.62859	4.69
57.1173	35.67	0.2007	1.61264	2.53
58.2238	14.10	0.2676	1.58461	1.00
59.7198	26.46	0.1673	1.54844	1.88
61.8928	15.97	0.2007	1.49919	1.13
62.9642	50.84	0.2676	1.47623	3.61

Pattern List: (*Bookmark 4*)

Document History: (*Bookmark 5*)

Insert Measurement:

- File name = XRD.rd
- Modification time = "9/9/2019 6:41:21 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "9/9/2019 6:41:21 AM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"

- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "6/19/2019 9:37:18 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

## Lampiran 4. Hasil analisis FT-IR $\alpha$ -pinena

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00  
Wednesday, November 27, 2019 1:42 PM

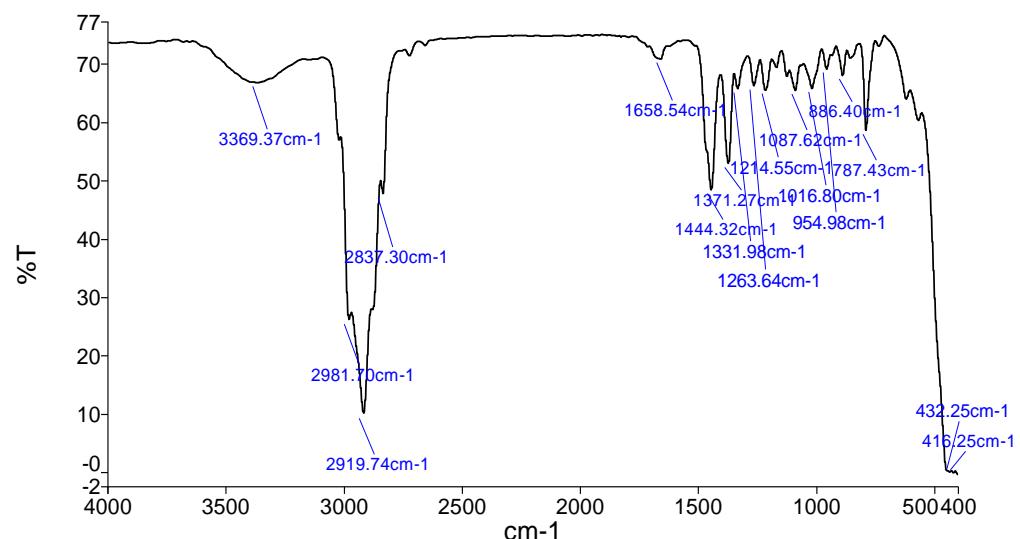
### Report Details

Report Location C:\pel\_data\reports\Samples View 4\_mei dwi 2\_1.rtf  
Report Creator labkim  
Report Date Wednesday, November 27, 2019 1:42 PM

### Sample Details

Sample Name mei dwi 2  
Sample Description alfa pinena  
Analyst labkim  
Creation Date 11/27/2019 1:42:18 PM  
X-Axis Units cm<sup>-1</sup>  
Y-Axis Units %T

### Spectrum



Name	Description
mei dwi 2	alfa pinena

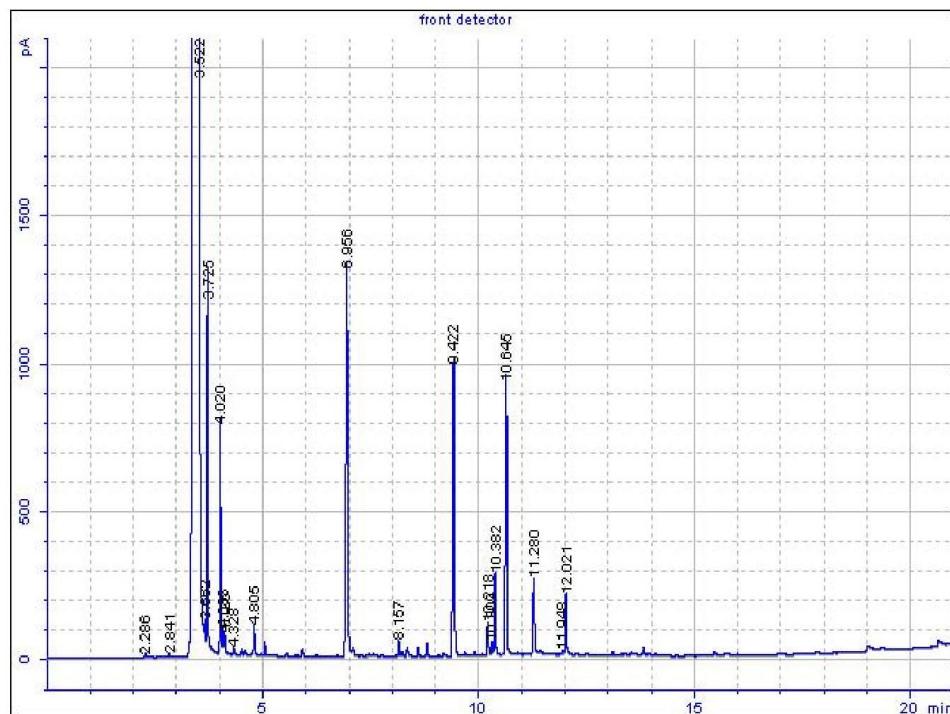
### Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3369.37	67.05	-2106.88	4000	3094.38	4000
2	2981.7	26.26	-1822.73	3094.38	2971.5	3094.38
3	2919.74	10.09	-317.39	2971.5	2847.73	2971.5
4	2837.3	47.94	22196.6	2847.73	1910	2847.73
5	1658.54	71.15	-475.65	1910	1549.79	1910
6	1444.32	48.62	-1379.83	1549.79	1404.86	1549.79
7	1371.27	53.14	-424.63	1404.86	1347.46	1404.86
8	1331.98	66.04	19.01	1347.46	1289.4	1347.46
9	1263.64	66.57	-131.65	1289.4	1236.9	1289.4
10	1214.55	65.8	-140.49	1236.9	1146.4	1236.9
11	1087.62	65.76	-346.53	1146.4	1052.5	1146.4
12	1016.8	66.12	-107.66	1052.5	975.43	1052.5
13	954.98	69.44	-82.79	975.43	914.82	975.43
14	886.4	68.27	-170.36	914.82	814.65	914.82
15	787.43	58.86	-352.06	814.65	710.05	814.65
16	432.25	-0.13	-7189.22	710.05	424.28	710.05
17	416.25	-0.24	-2.82	424.28	408.53	424.28

## Lampiran 5. Hasil analisis GC $\alpha$ -pinena

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 1
Sample note:	alpa pinena
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:25:26 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 11:32:27 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpna
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:43:38 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 $\mu$ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	2.286	BV	0.042	30.28406	0.01606
1	2.841	VV	0.055	47.22115	0.02504
1	3.522	VBAS	0.093	175653.06218	93.15395
1	3.662	BV X	0.020	68.25441	0.03620
1	3.725	VB X	0.023	1654.88225	0.87763
1	4.020	BV T	0.026	1164.74650	0.61770
1	4.083	VV T	0.028	139.58281	0.07402
1	4.126	VV T	0.027	113.32052	0.06010
1	4.328	VV T	0.015	10.14781	0.00538
1	4.805	VV T	0.027	148.44592	0.07873
1	6.956	VV T	0.041	3442.94843	1.82590
1	8.157	VV T	0.024	51.02607	0.02706
1	9.422	VV T	0.033	2108.50267	1.11820
1	10.218	VV T	0.032	193.38180	0.10256
1	10.309	VV T	0.029	70.98646	0.03765
1	10.382	VV T	0.030	512.27224	0.27167
1	10.645	VV T	0.034	2038.32946	1.08099
1	11.280	VV T	0.040	654.18672	0.34693
1	11.948	VV T	0.034	25.11879	0.01332
1	12.021	VV T	0.033	435.42682	0.23092

Total Area = 188562.127

**Report summary:**

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

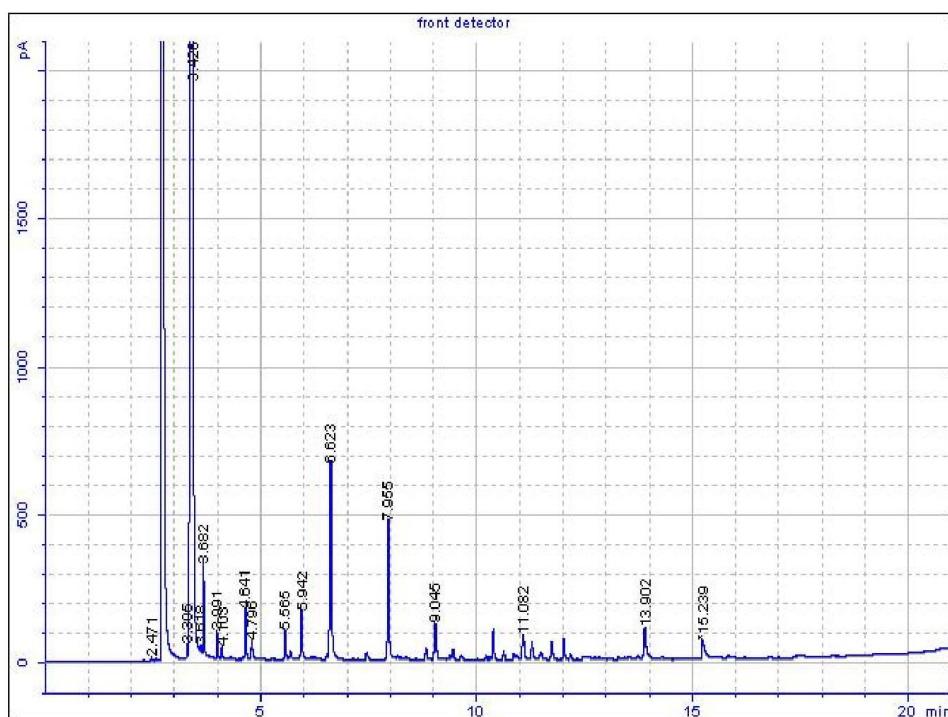
**Instrument run log:**

No deviations found

## Lampiran 6. Hasil Analisis GC Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 2
Sample note:	sampel 1
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:25:34 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 12:01:59 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpna
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:52:39 AM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 320 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	2.471	VV	0.028	23.71261	0.05857
1	3.305	BV T	0.032	98.73908	0.24388
1	3.426	VV T	0.065	35372.05847	87.36645
1	3.618	VV T	0.039	106.35582	0.26269
1	3.682	VV T	0.028	604.15348	1.49222
1	3.991	VV T	0.027	171.50725	0.42361
1	4.103	VV T	0.027	75.04148	0.18535
1	4.641	VV T	0.031	325.50769	0.80398
1	4.796	VV T	0.034	122.38920	0.30229
1	5.565	VV T	0.030	170.84966	0.42199
1	5.942	VV T	0.031	306.25260	0.75642
1	6.623	VV T	0.035	1520.35306	3.75516
1	7.955	VV T	0.034	1018.04732	2.51450
1	9.045	VV T	0.032	200.69781	0.49571
1	11.082	VV T	0.015	26.58517	0.06566
1	13.902	VV T	0.011	18.88922	0.04666
1	15.239	MM m	0.089	325.86576	0.80487

Total Area = 40487.006

#### Report summary:

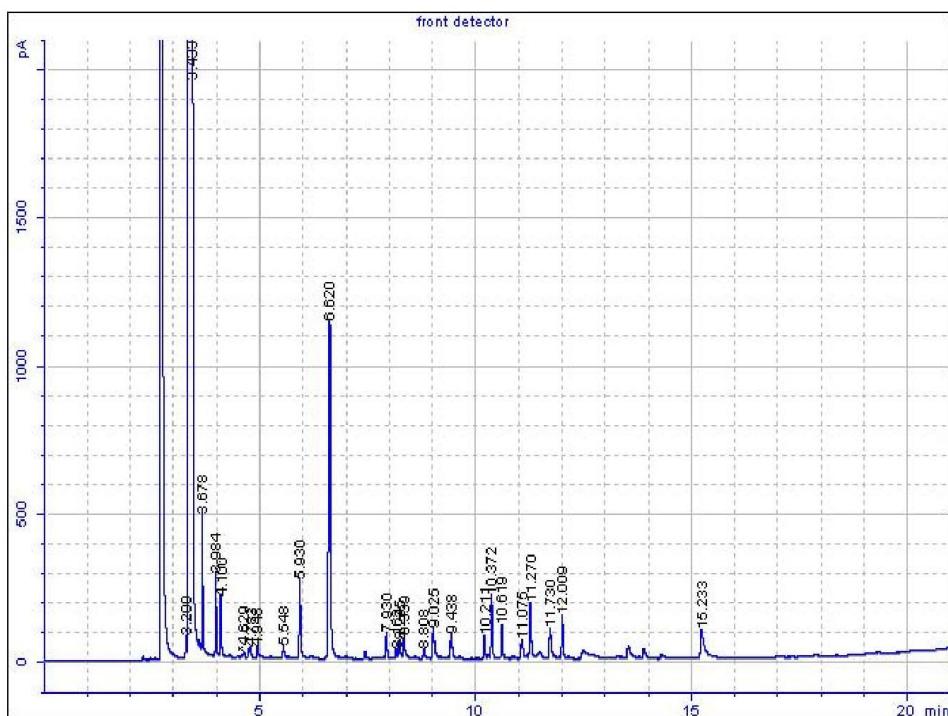
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 15 ags 1
Sample note:	4.1
Submission time:	Thursday, August 15, 2019 12:20:39 PM
Operator:	
Injection date:	Thursday, August 15, 2019 12:28:06 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Thursday, August 15, 2019 2:16:57 PM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 320 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.299	BV T	0.022	76.61474	0.10161
1	3.433	VBAS	0.066	66876.26297	88.69243
1	3.678	VB X	0.022	635.03988	0.84220
1	3.984	BV X	0.026	476.38994	0.63180
1	4.100	VV X	0.033	434.44740	0.57617
1	4.629	MM m	0.042	45.70337	0.06061
1	4.783	VV X	0.060	154.69823	0.20516
1	4.948	VV X	0.041	93.87816	0.12450
1	5.548	VV X	0.044	112.09925	0.14867
1	5.930	VV X	0.037	657.23777	0.87164
1	6.620	VV T	0.039	2986.41170	3.96063
1	7.930	VV T	0.034	173.38420	0.22995
1	8.162	VV T	0.034	56.53069	0.07497
1	8.235	VV T	0.034	130.05476	0.17248
1	8.339	VV T	0.037	190.88711	0.25316
1	8.808	VV T	0.040	61.72141	0.08186
1	9.025	VV T	0.044	277.34926	0.36783
1	9.438	VV T	0.028	122.36567	0.16228
1	10.211	VV T	0.029	110.40143	0.14642
1	10.372	VV T	0.031	407.13126	0.53994
1	10.619	VV T	0.019	94.17510	0.12490
1	11.075	VV T	0.033	99.75283	0.13229
1	11.270	VV T	0.040	445.83643	0.59128
1	11.730	VV T	0.046	236.51742	0.31367
1	12.009	VV T	0.030	233.22706	0.30931
1	15.233	VV T	0.049	214.33035	0.28425

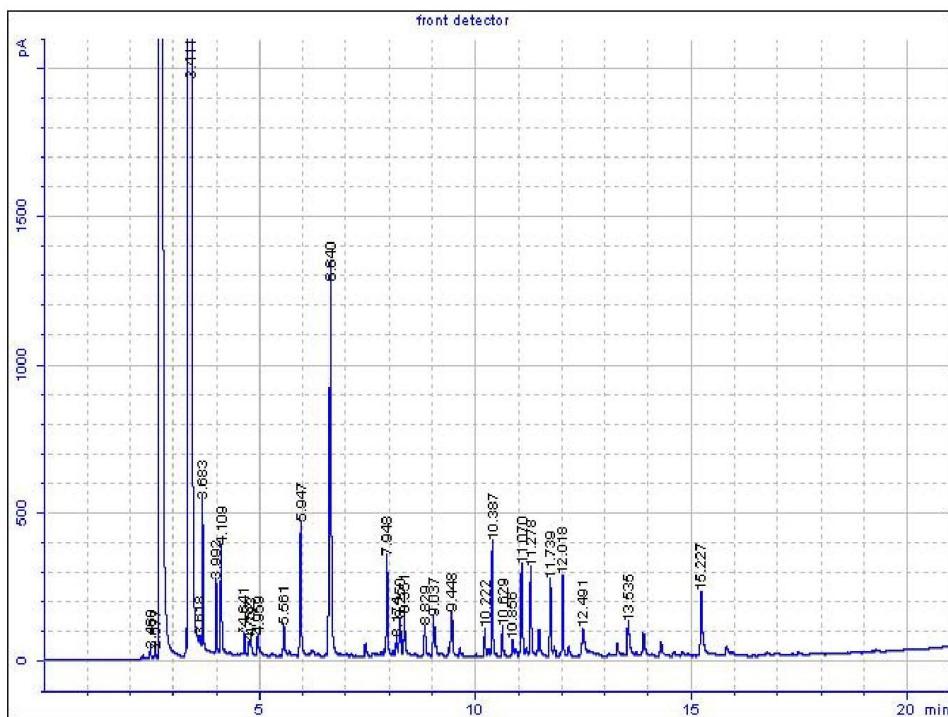
Total Area = 75402.448

**Report summary:**

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

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 5
Sample note:	sampel 4
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:26:01 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 1:33:52 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:54:40 AM



Waktu reaksi : 120 Detik  
Daya : 320 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

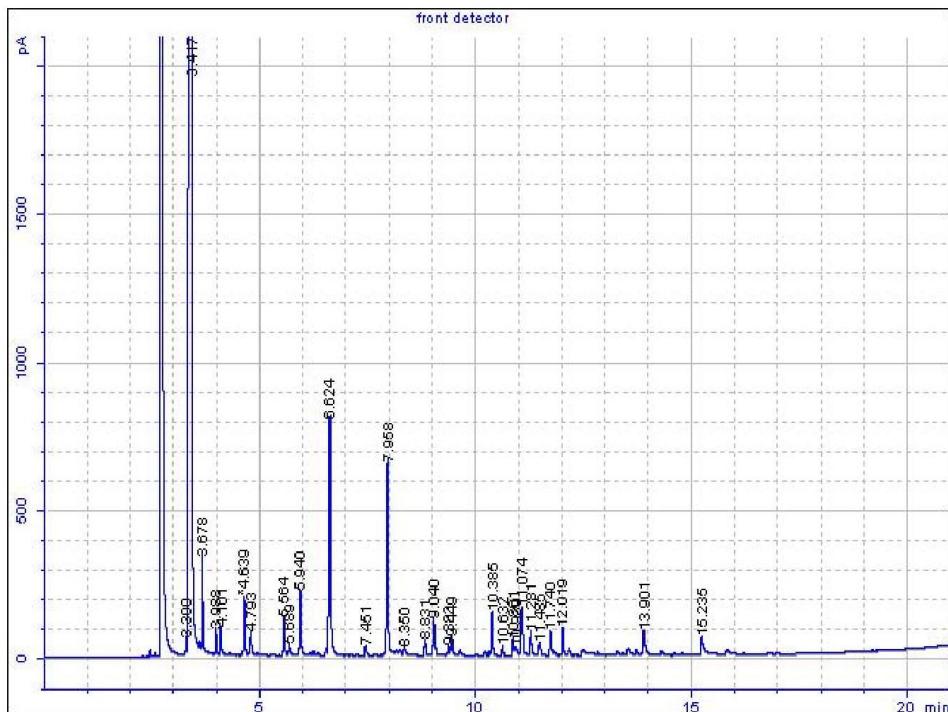
Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 $\mu$ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Retention					
Signal	Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.468	VV	0.030	76.80369	0.08758
1	2.577	VV	0.030	66.35106	0.07566
1	3.411	VBAS	0.101	74954.65240	85.46981
1	3.618	BV X	0.023	38.57654	0.04399
1	3.683	VB X	0.023	717.45959	0.81811
1	3.992	BV T	0.027	442.55912	0.50464
1	4.109	VV T	0.033	773.29949	0.88178
1	4.641	MM m	0.023	71.38438	0.08140
1	4.752	VV T	0.028	66.95116	0.07634
1	4.793	VV T	0.032	97.41329	0.11108
1	4.959	VV T	0.034	120.60128	0.13752
1	5.561	VV T	0.031	183.02601	0.20870
1	5.947	VV T	0.032	898.09526	1.02409
1	6.640	VV T	0.042	3399.87112	3.87683
1	7.948	VV T	0.031	645.13357	0.73564
1	8.174	VV T	0.028	86.53144	0.09867
1	8.250	VV T	0.032	213.95789	0.24397
1	8.351	VV T	0.031	224.40930	0.25589
1	8.829	VV T	0.033	143.12902	0.16321
1	9.037	VV T	0.034	265.41837	0.30265
1	9.448	VV T	0.033	261.73790	0.29846
1	10.222	VV T	0.017	60.57895	0.06908
1	10.387	VV T	0.031	717.56658	0.81823
1	10.629	VV T	0.014	45.28939	0.05164
1	10.856	VV T	0.023	43.28445	0.04936
1	11.070	VV T	0.034	609.88270	0.69544
1	11.278	VV T	0.035	600.90467	0.68520
1	11.739	VV T	0.035	509.92328	0.58146
1	12.018	VV T	0.028	434.85827	0.49586
1	12.491	VV T	0.044	220.62546	0.25158
1	13.535	VV T	0.038	210.70648	0.24027
1	15.227	VV T	0.039	496.24094	0.56586

Total Area = 87697.223

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 3
Sample note:	sampel 2
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:25:42 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 12:31:24 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:53:02 AM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Retention		Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
Signal	Time [min]				
1	3.300	BV T	0.025	64.00610	0.12150
1	3.417	VBAS	0.080	43852.14192	83.24540
1	3.678	VB X	0.024	469.94665	0.89211
1	3.988	BV X	0.029	151.19943	0.28702
1	4.101	VV X	0.032	188.82224	0.35845
1	4.639	MM m	0.025	221.39718	0.42028
1	4.793	VV T	0.040	213.27211	0.40486
1	5.564	VV T	0.036	280.42360	0.53233
1	5.689	VV T	0.039	93.25417	0.17703
1	5.940	VV T	0.036	506.62540	0.96174
1	6.624	VV T	0.037	1949.63239	3.70103
1	7.451	VV T	0.032	55.02602	0.10446
1	7.958	VV T	0.039	1623.82469	3.08254
1	8.350	VV T	0.043	79.85527	0.15159
1	8.831	VV T	0.040	135.02212	0.25632
1	9.040	VV T	0.041	320.89448	0.60916
1	9.383	VV T	0.032	61.63969	0.11701
1	9.449	VV T	0.039	154.82181	0.29390
1	10.385	VV T	0.034	295.30287	0.56058
1	10.632	VV T	0.025	36.51165	0.06931
1	10.861	VV T	0.036	127.90007	0.24280
1	10.930	VV T	0.060	92.20456	0.17503
1	11.074	VV T	0.046	458.17394	0.86976
1	11.281	VV T	0.039	207.33371	0.39359
1	11.485	VV T	0.040	108.25240	0.20550
1	11.740	VV T	0.042	222.78171	0.42291
1	12.019	VV T	0.033	191.31531	0.36318
1	13.901	VV T	0.048	273.85837	0.51987
1	15.235	VV T	0.063	242.71459	0.46075

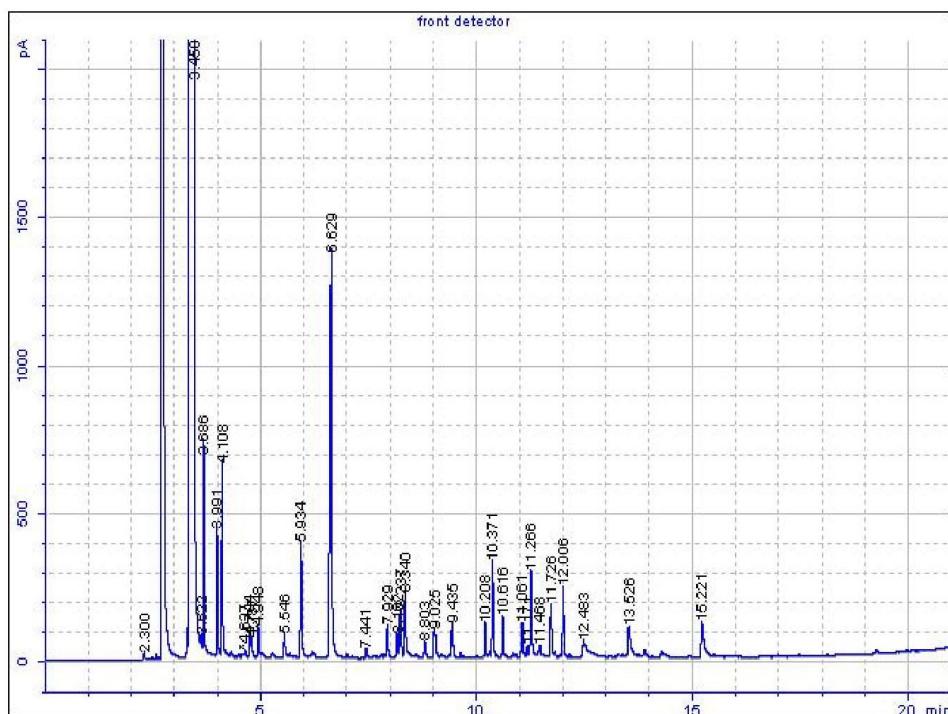
Total Area = 52678.154

#### Report summary:

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

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 15 ags 2
Sample note:	4.2
Submission time:	Thursday, August 15, 2019 12:20:43 PM
Operator:	
Injection date:	Thursday, August 15, 2019 12:55:43 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:55:15 AM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### 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		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	2.300	BV	0.036	60.27105	0.05845
1	3.450	VBAS	0.105	88726.14248	86.05166
1	3.622	BV X	0.021	43.68137	0.04236
1	3.686	VB X	0.022	909.40393	0.88199
1	3.991	BV X	0.026	720.23859	0.69853
1	4.108	VV X	0.029	1184.83959	1.14912
1	4.637	MM m	0.042	39.34222	0.03816
1	4.744	VV X	0.031	148.17750	0.14371
1	4.787	VV X	0.041	153.57125	0.14894
1	4.948	VV X	0.034	233.35536	0.22632
1	5.546	VV T	0.039	214.58439	0.20812
1	5.934	VV T	0.036	929.77943	0.90175
1	6.629	VV T	0.041	3861.97042	3.74556
1	7.441	VV T	0.032	63.41148	0.06150
1	7.929	VV T	0.033	231.85512	0.22487
1	8.162	VV T	0.034	169.78980	0.16467
1	8.237	VV T	0.036	358.02822	0.34724
1	8.340	VV T	0.040	591.10810	0.57329
1	8.803	VV T	0.045	134.76186	0.13070
1	9.025	VV T	0.047	307.01649	0.29776
1	9.435	VV T	0.033	214.29545	0.20784
1	10.208	VV T	0.029	196.61351	0.19069
1	10.371	VV T	0.032	655.15261	0.63540
1	10.616	VV T	0.028	204.52302	0.19836
1	11.061	VV T	0.035	226.07557	0.21926
1	11.171	VV T	0.030	47.79743	0.04636
1	11.266	VV T	0.038	677.93816	0.65750
1	11.468	VV T	0.030	47.89491	0.04645
1	11.726	VV T	0.042	435.78757	0.42265
1	12.006	VV T	0.030	422.79290	0.41005
1	12.483	VV T	0.056	178.51387	0.17313
1	13.526	VV T	0.057	365.48808	0.35447
1	15.221	VV T	0.050	353.80019	0.34314

Total Area = 103108.002

#### Report summary:

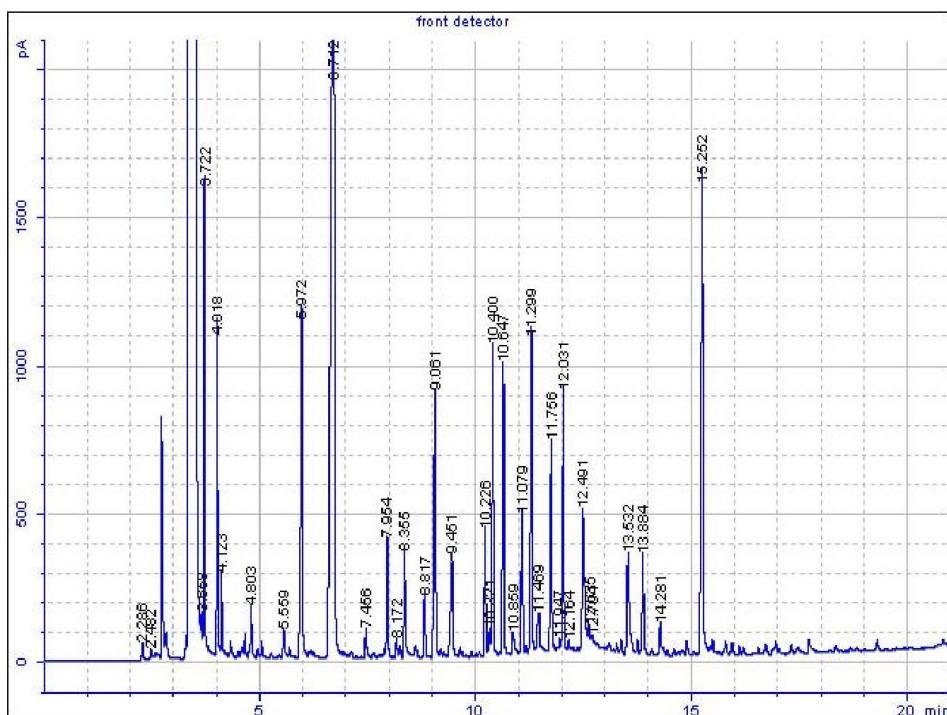
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 6
Sample note:	sampel 5
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:26:07 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 2:08:12 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:54:56 AM



Waktu reaksi : 120 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.286	BV	0.043	162.59681	0.30819
1	2.482	VV	0.047	118.11505	0.22388
1	3.658	BV X	0.020	86.05140	0.16311
1	3.722	VV X	0.022	2144.66947	4.06509
1	4.018	VV T	0.026	1802.43860	3.41641
1	4.123	VV T	0.026	479.56506	0.90899
1	4.803	VV T	0.030	310.37731	0.58830
1	5.559	VV T	0.039	190.44153	0.36097
1	5.972	VV T	0.040	3050.77293	5.78255
1	6.712	VV T	0.064	16854.62612	31.94689
1	7.456	VV T	0.017	64.86350	0.12294
1	7.954	VV T	0.030	736.93321	1.39681
1	8.172	VV T	0.023	52.83487	0.10015
1	8.355	VV T	0.032	710.39324	1.34651
1	8.817	VV T	0.036	387.38972	0.73427
1	9.061	VV T	0.036	2124.59367	4.02703
1	9.451	VV T	0.043	929.41757	1.76165
1	10.226	VV T	0.031	799.87497	1.51611
1	10.321	VV T	0.036	165.21229	0.31315
1	10.400	VV T	0.033	2235.33102	4.23693
1	10.647	VV T	0.033	2118.25367	4.01502
1	10.859	VV T	0.036	160.38478	0.30400
1	11.079	VV T	0.033	981.76741	1.86088
1	11.299	VV T	0.041	2799.14587	5.30561
1	11.469	VV T	0.062	488.70128	0.92630
1	11.756	VV T	0.040	1824.45806	3.45815
1	11.947	VV T	0.041	106.55348	0.20197
1	12.031	VV T	0.036	1942.64047	3.68215
1	12.164	VV T	0.042	91.50582	0.17344
1	12.491	VV T	0.053	1760.67245	3.33724
1	12.635	VV T	0.046	272.17657	0.51589
1	12.704	VV T	0.086	306.23915	0.58046
1	13.532	VV T	0.048	1046.97030	1.98447
1	13.884	VV T	0.032	594.91044	1.12762
1	14.281	VV T	0.022	102.29481	0.19389
1	15.252	VV T	0.045	4755.10038	9.01299

Total Area = 52758.273

#### Report summary:

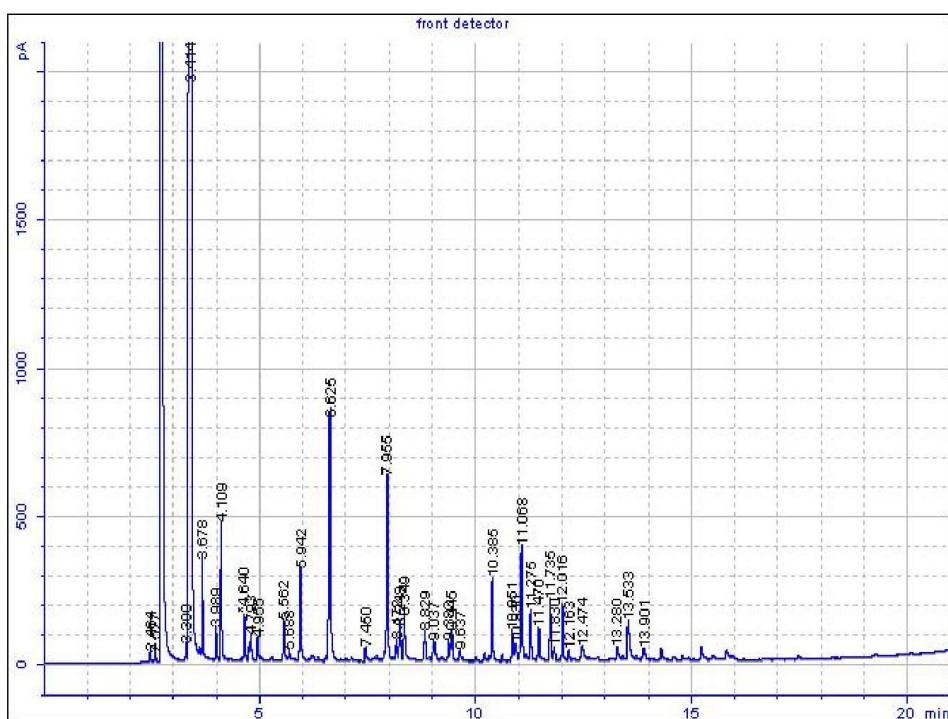
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 6 ags 4
Sample note:	sampel 3
Submission time:	Tuesday, August 06, 2019 11:25:51 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 06, 2019 12:58:42 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:53:40 AM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 640 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	2.464	VV	0.029	71.99723	0.11590
1	2.577	VV	0.029	71.26198	0.11472
1	3.300	BV T	0.024	62.10428	0.09997
1	3.414	VBAS	0.088	48704.68178	78.40363
1	3.678	VB X	0.024	506.66872	0.81562
1	3.989	BV T	0.030	200.38597	0.32258
1	4.109	VV T	0.031	925.08526	1.48918
1	4.640	MM m	0.024	162.47106	0.26154
1	4.793	VV T	0.048	284.13753	0.45740
1	4.955	VV T	0.034	164.92915	0.26550
1	5.562	VV T	0.038	326.03270	0.52484
1	5.688	VV T	0.035	80.21504	0.12913
1	5.942	VV T	0.034	700.84109	1.12820
1	6.625	VV T	0.037	2053.51023	3.30569
1	7.450	VV T	0.034	84.40659	0.13588
1	7.955	VV T	0.037	1527.28602	2.45859
1	8.172	VV T	0.038	161.30639	0.25967
1	8.248	VV T	0.035	261.56470	0.42106
1	8.349	VV T	0.040	401.78377	0.64678
1	8.829	VV T	0.041	258.40042	0.41597
1	9.037	VV T	0.049	224.35863	0.36117
1	9.383	VV T	0.032	123.22381	0.19836
1	9.445	VV T	0.039	239.68751	0.38584
1	9.637	VV T	0.031	62.83699	0.10115
1	10.385	VB T	0.032	568.49916	0.91516
1	10.851	VV T	0.038	251.18761	0.40436
1	10.930	VV T	0.046	186.89783	0.30086
1	11.068	VV T	0.036	919.74764	1.48059
1	11.275	VV T	0.038	433.83204	0.69837
1	11.470	VV T	0.038	260.33518	0.41908
1	11.735	VV T	0.038	487.67403	0.78505
1	11.830	VV T	0.036	99.03917	0.15943
1	12.016	VV T	0.032	379.38303	0.61072
1	12.163	VV T	0.034	67.37393	0.10846
1	12.474	VV T	0.070	192.51391	0.30990
1	13.280	VV T	0.041	102.13814	0.16442
1	13.533	VV T	0.055	456.80335	0.73535
1	13.901	VV T	0.034	55.84032	0.08989

Total Area = 62120.442

#### Report summary:

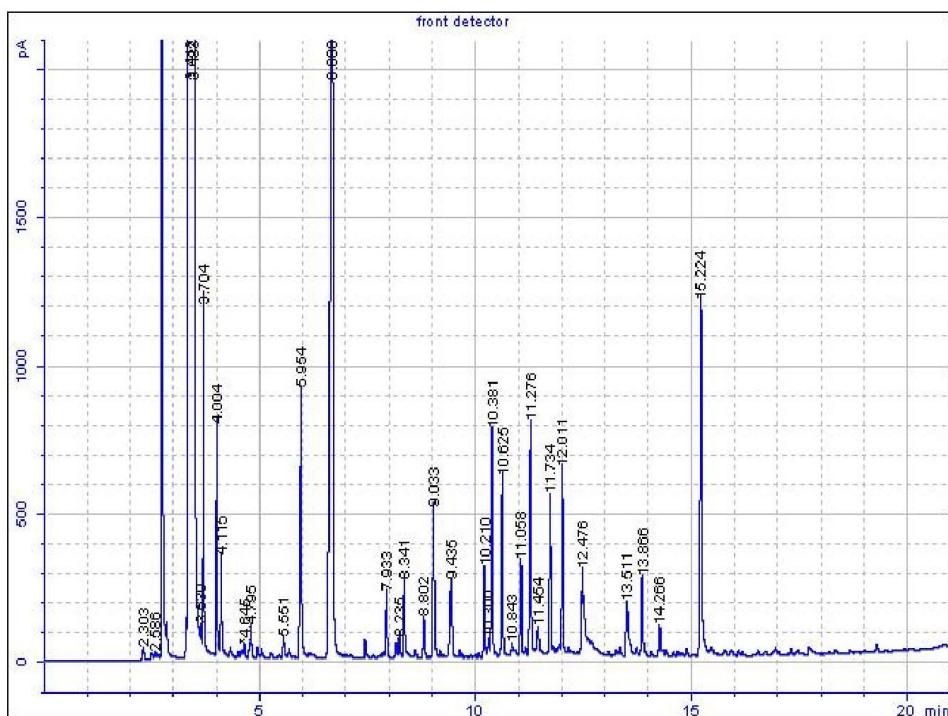
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: MeiDwi 15 ags 3
Sample note:	4.3
Submission time:	Thursday, August 15, 2019 12:20:48 PM
Operator:	
Injection date:	Thursday, August 15, 2019 1:22:16 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 08, 2019 10:55:15 AM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 640 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
α-pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.303	BV	0.046	125.93507	0.06816
1	2.586	VV	0.041	86.21444	0.04666
1	3.412	VV S	0.080	63078.79822	34.13999
1	3.483	VBAS	0.078	87228.41550	47.21043
1	3.639	BV X	0.021	66.09890	0.03577
1	3.704	VB X	0.022	1590.80500	0.86099
1	4.004	BV T	0.026	1334.25670	0.72214
1	4.115	VV T	0.030	624.44806	0.33797
1	4.645	MM m	0.031	48.62772	0.02632
1	4.795	VV T	0.029	170.48526	0.09227
1	5.551	VV T	0.032	107.50603	0.05819
1	5.954	VV T	0.035	2092.77287	1.13267
1	6.680	VV T	0.056	11663.78193	6.31276
1	7.933	VV T	0.024	288.45428	0.15612
1	8.235	VV T	0.023	68.56744	0.03711
1	8.341	VV T	0.030	453.76010	0.24559
1	8.802	VV T	0.030	201.98565	0.10932
1	9.033	VV T	0.034	1096.00663	0.59319
1	9.435	VV T	0.039	572.67078	0.30995
1	10.210	VV T	0.030	492.09494	0.26634
1	10.300	VV T	0.032	79.01875	0.04277
1	10.381	VV T	0.033	1576.30104	0.85314
1	10.625	VV T	0.030	1119.67909	0.60600
1	10.843	VV T	0.025	36.67426	0.01985
1	11.058	VV T	0.034	620.46390	0.33581
1	11.276	VV T	0.038	1881.91295	1.01854
1	11.454	VV T	0.040	226.67975	0.12269
1	11.734	VV T	0.035	1201.65990	0.65037
1	12.011	VV T	0.034	1263.97498	0.68410
1	12.476	VV T	0.062	1278.82789	0.69214
1	13.511	VV T	0.042	441.53568	0.23897
1	13.866	VV T	0.025	350.69123	0.18980
1	14.266	VV T	0.020	85.93103	0.04651
1	15.224	VV T	0.042	3210.09109	1.73739

Total Area = 184765.127

#### Report summary:

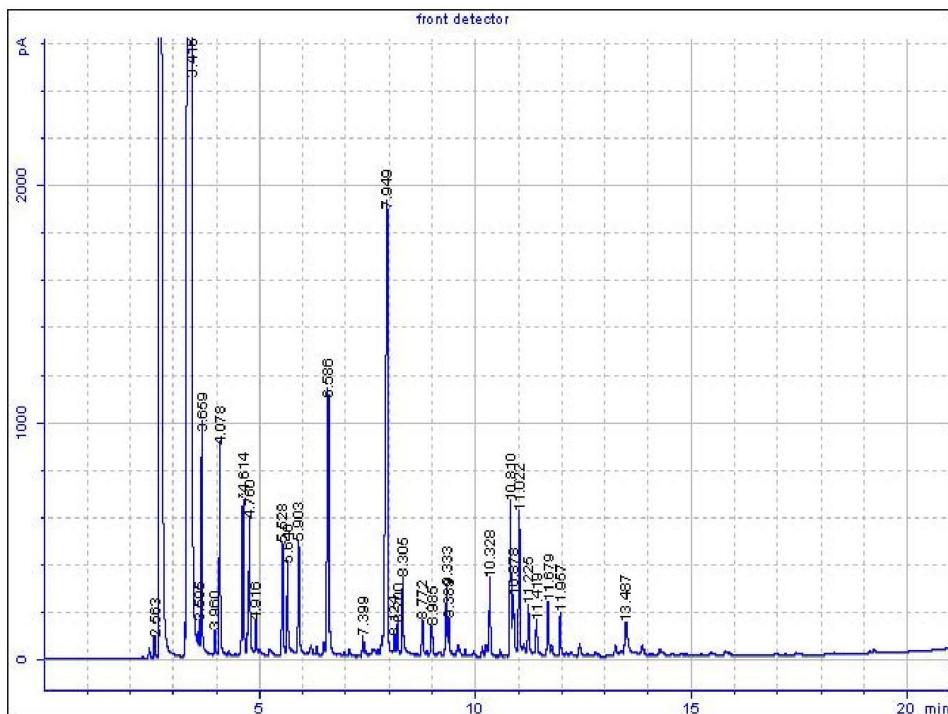
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: mei dwi 18 sept 1
Sample note:	123
Submission time:	Wednesday, September 18, 2019 12:50:46 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, September 18, 2019 1:03:11 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpna
Method last saved:	Wednesday, September 18, 2019 1:58:07 PM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,6 g

### Area Percent Report

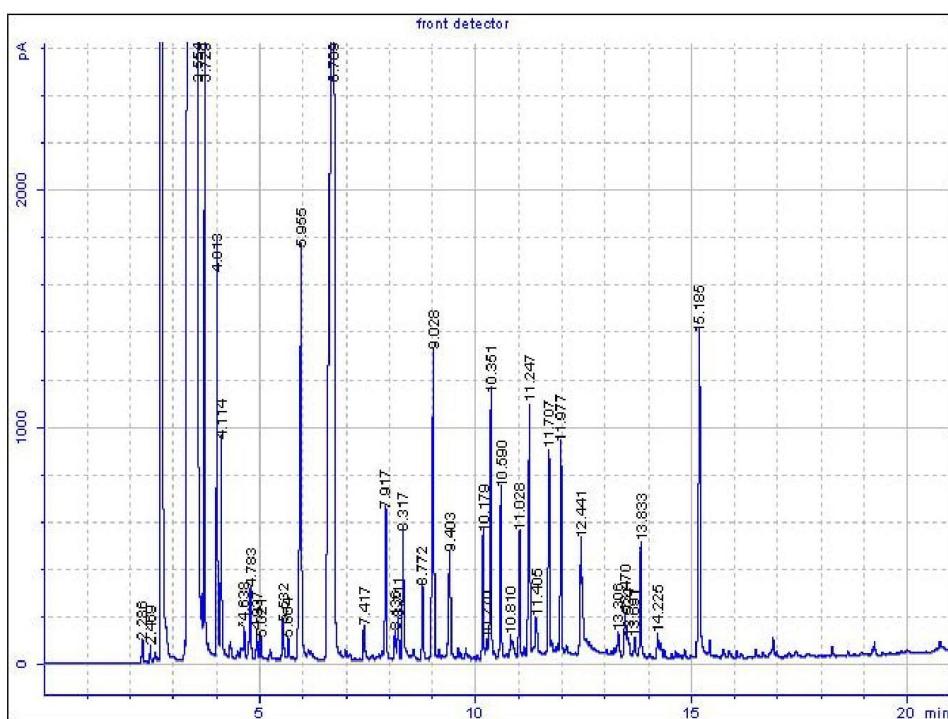
Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 $\mu$ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.563	VV	0.026	151.16523	0.12008
1	3.416	VBAS	0.087	97286.40394	77.28175
1	3.595	BV X	0.022	142.08625	0.11287
1	3.659	VB X	0.024	1388.77217	1.10320
1	3.960	BV T	0.030	190.86932	0.15162
1	4.078	VV T	0.031	1733.33313	1.37691
1	4.614	MM m	0.036	1370.48248	1.08868
1	4.760	VV T	0.038	1447.78108	1.15008
1	4.916	VV T	0.035	327.80052	0.26040
1	5.528	VV T	0.038	1115.37388	0.88602
1	5.646	VV T	0.035	890.54382	0.70742
1	5.903	VV T	0.037	1158.11371	0.91997
1	6.586	VV T	0.039	2866.56902	2.27713
1	7.399	VV T	0.032	138.73479	0.11021
1	7.949	VV T	0.060	7053.63042	5.60322
1	8.124	VV T	0.037	172.28813	0.13686
1	8.200	VV T	0.031	259.47808	0.20612
1	8.305	VV T	0.036	765.92217	0.60843
1	8.772	VV T	0.038	334.75297	0.26592
1	8.985	VV T	0.040	312.19212	0.24800
1	9.333	VV T	0.032	583.55151	0.46356
1	9.389	VV T	0.032	277.22629	0.22022
1	10.328	VV T	0.028	539.51520	0.42858
1	10.810	VV T	0.034	1406.68994	1.11744
1	10.878	VV T	0.043	677.05110	0.53783
1	11.022	VV T	0.035	1367.68209	1.08645
1	11.225	VV T	0.038	470.12274	0.37345
1	11.419	VV T	0.035	265.51742	0.21092
1	11.679	VV T	0.037	476.73732	0.37871
1	11.957	VV T	0.028	259.20211	0.20590
1	13.487	VV T	0.057	455.76857	0.36205

Total Area = 125885.357

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: mei dwi 17 sept 2
Sample note:	2:3:3
Submission time:	Tuesday, September 17, 2019 9:36:12 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, September 17, 2019 11:45:13 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpna
Method last saved:	Wednesday, September 18, 2019 2:00:55 PM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,6 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.286	BV	0.036	226.59363	0.05330
1	2.469	VV	0.029	141.09862	0.03319
1	3.554	VBAS	0.120	352846.19247	83.00102
1	3.729	BB X	0.024	3996.10286	0.94001
1	4.013	BV T	0.031	3173.30183	0.74646
1	4.114	VV T	0.029	1668.29543	0.39244
1	4.638	MM m	0.042	270.86973	0.06372
1	4.783	VV T	0.035	663.38979	0.15605
1	4.937	VV T	0.025	156.63888	0.03685
1	5.021	VV T	0.017	55.32003	0.01301
1	5.532	VV T	0.037	284.68435	0.06697
1	5.664	VV T	0.022	87.29676	0.02054
1	5.955	VV T	0.044	5255.79565	1.23634
1	6.709	VV T	0.082	28114.49443	6.61345
1	7.417	VV T	0.019	89.52069	0.02106
1	7.917	VV T	0.033	1202.16760	0.28279
1	8.136	VV T	0.028	151.20576	0.03557
1	8.211	VV T	0.028	253.13412	0.05955
1	8.317	VV T	0.036	1138.62987	0.26784
1	8.772	VV T	0.032	529.78714	0.12462
1	9.028	VV T	0.042	3490.82848	0.82116
1	9.403	VV T	0.039	991.13024	0.23315
1	10.179	VV T	0.030	927.88457	0.21827
1	10.270	VV T	0.033	100.49452	0.02364
1	10.351	VV T	0.036	2440.94991	0.57419
1	10.590	VV T	0.031	1238.22460	0.29127
1	10.810	VV T	0.029	124.34358	0.02925
1	11.028	VV T	0.031	1001.57525	0.23560
1	11.247	VV T	0.041	2728.99503	0.64195
1	11.405	VV T	0.053	439.73891	0.10344
1	11.707	VV T	0.037	2084.80481	0.49041
1	11.977	VV T	0.035	1840.31750	0.43290
1	12.441	VV T	0.053	1804.13197	0.42439
1	13.306	VV T	0.040	209.11512	0.04919
1	13.470	VV T	0.042	461.71490	0.10861
1	13.534	VV T	0.036	136.61199	0.03214
1	13.691	VV T	0.033	114.58895	0.02696
1	13.833	VV T	0.031	899.58881	0.21161
1	14.225	VV T	0.025	106.17909	0.02498
1	15.185	VV T	0.040	3664.93247	0.86211

Total Area = 425110.670

#### Report summary:

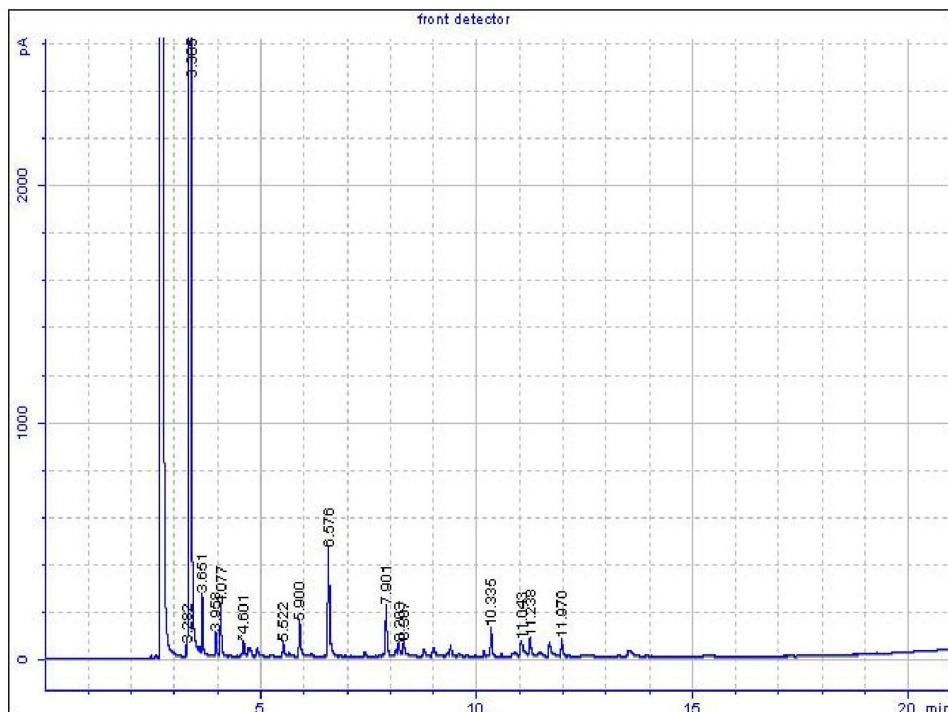
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: mei dwi 17 sept 1
Sample note:	1:3:3
Submission time:	Tuesday, September 17, 2019 9:36:07 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, September 17, 2019 11:17:27 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Wednesday, September 18, 2019 2:00:18 PM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,9 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	3.282	BV T	0.026	89.21615	0.18483
1	3.385	VBAS	0.077	43951.78417	91.05388
1	3.651	VB X	0.025	406.33660	0.84180
1	3.958	BV T	0.031	197.57222	0.40931
1	4.077	VV T	0.036	471.44418	0.97668
1	4.601	MM m	0.038	140.54641	0.29117
1	5.522	VV T	0.036	128.51982	0.26625
1	5.900	VV T	0.039	375.42616	0.77776
1	6.576	VV T	0.041	1197.19506	2.18020
1	7.901	VV T	0.037	516.47167	1.06996
1	8.203	VV T	0.039	127.12690	0.26337
1	8.307	VV T	0.037	130.03232	0.26938
1	10.335	VV T	0.023	144.56524	0.29949
1	11.043	VV T	0.053	178.40564	0.36960
1	11.238	VV T	0.036	146.65838	0.30383
1	11.970	VV T	0.024	68.78066	0.14249

Total Area = 48270.082

**Report summary:**

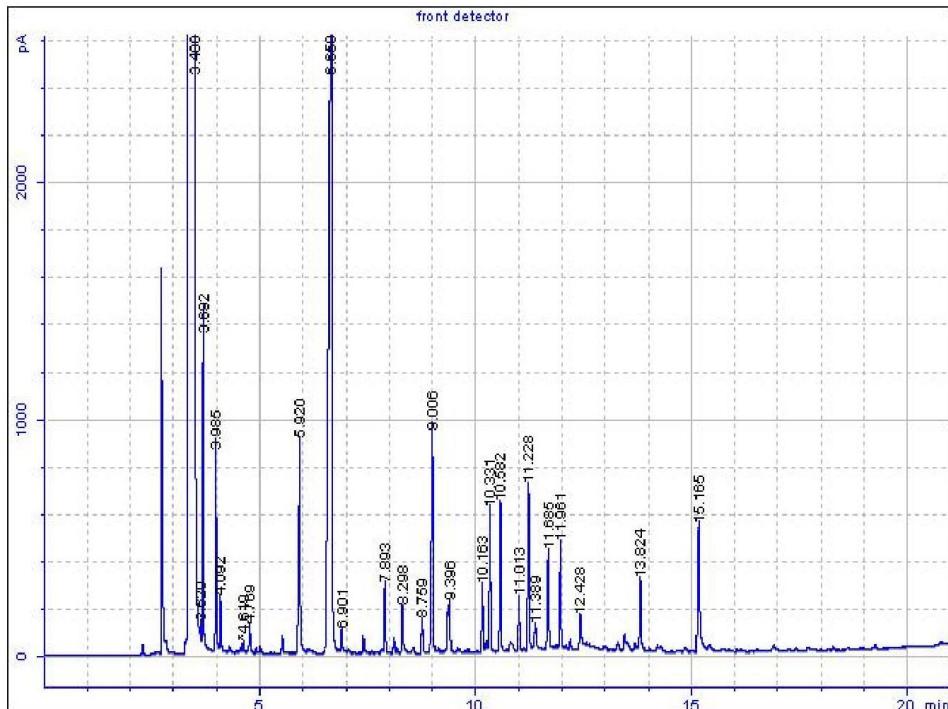
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

**Instrument run log:**

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: mei dwi 18 sept 2
Sample note:	223
Submission time:	Wednesday, September 18, 2019 12:50:54 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, September 18, 2019 1:29:36 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpene
Method last saved:	Wednesday, September 18, 2019 1:59:06 PM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 480 watt  
1:15

Metanol : 4 mL  
α-pinena : 1 mL  
Katalis : 0,9 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	3.488	VV	0.083	144059.65972	77.56399
1	3.629	VV	0.029	290.68339	0.15651
1	3.692	VV	0.027	2447.33838	1.31769
1	3.985	VV	0.029	1587.28167	0.85462
1	4.092	VV	0.038	628.98977	0.33866
1	4.619	MM m	0.049	153.29799	0.08254
1	4.769	VV	0.044	410.86253	0.22121
1	5.920	VV	0.039	2451.14425	1.31973
1	6.650	VV	0.066	14150.98835	7.61912
1	6.901	VV	0.045	349.63853	0.18825
1	7.893	VV	0.040	839.09181	0.45178
1	8.298	VV	0.044	646.36235	0.34801
1	8.759	VV	0.046	456.48986	0.24578
1	9.006	VV	0.041	2701.72938	1.45465
1	9.396	VV	0.064	1097.17816	0.59074
1	10.163	VV	0.038	727.32990	0.39161
1	10.331	VV	0.035	1469.22723	0.79106
1	10.582	VV	0.036	1557.91862	0.83881
1	11.013	VV	0.039	658.80847	0.35471
1	11.228	VV	0.041	1936.95903	1.04289
1	11.389	VV	0.074	635.28128	0.34205
1	11.685	VV	0.045	1320.45764	0.71096
1	11.961	VV	0.037	1202.09697	0.64723
1	12.428	VV	0.066	849.32931	0.45729
1	13.824	VV	0.046	1002.31323	0.53966
1	15.165	VV	0.054	2099.61546	1.13047

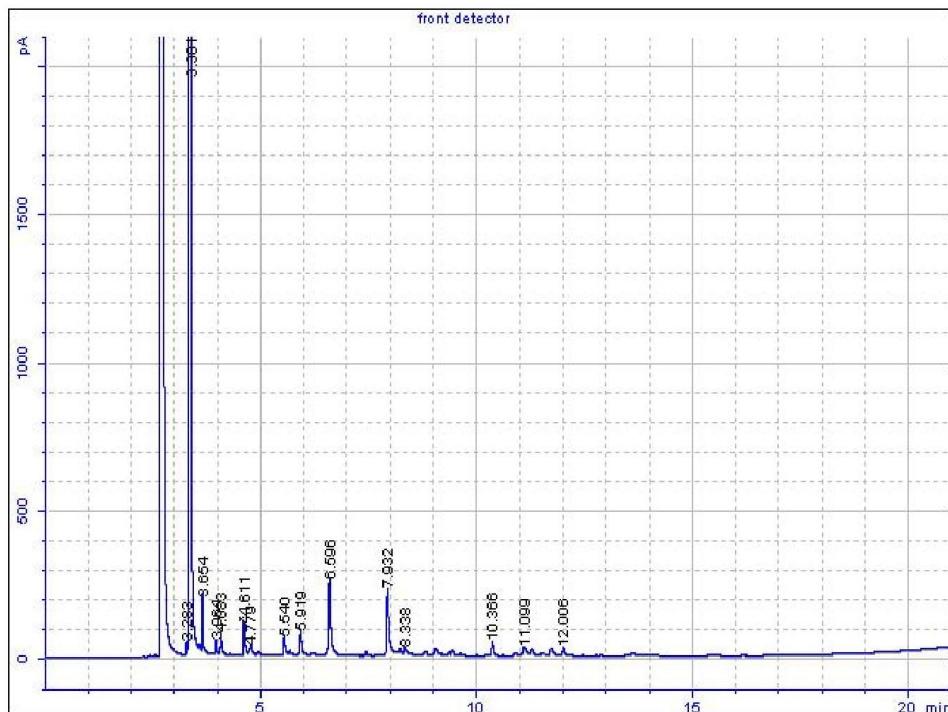
Total Area = 185730.073

#### Report summary:

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

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	mei dwi 23 ags 1
Sample note:	1.2.2
Submission time:	Friday, August 23, 2019 8:30:28 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 23, 2019 8:46:50 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 15, 2019 2:16:57 PM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 480 watt  
1:30

Metanol : 4 mL  
α-pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Retention					
Signal	Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.283	BV T	0.026	59.41139	0.16251
1	3.381	VBAS	0.061	32677.68596	89.38308
1	3.654	VB X	0.028	308.38278	0.84352
1	3.964	BV X	0.029	94.31554	0.25798
1	4.083	VV X	0.036	177.93902	0.48672
1	4.611	MM m	0.035	206.25346	0.56416
1	4.779	VV T	0.074	162.07040	0.44331
1	5.540	VV T	0.047	188.45980	0.51549
1	5.919	VV T	0.054	277.09129	0.75793
1	6.596	VV X	0.050	885.21591	2.42133
1	7.932	VV T	0.058	915.77601	2.50492
1	8.338	VV T	0.086	171.97742	0.47041
1	10.366	VV T	0.051	159.08126	0.43513
1	11.099	VV T	0.085	178.88295	0.48930
1	12.006	VV T	0.049	96.59733	0.26422

Total Area = 36559.141

#### Report summary:

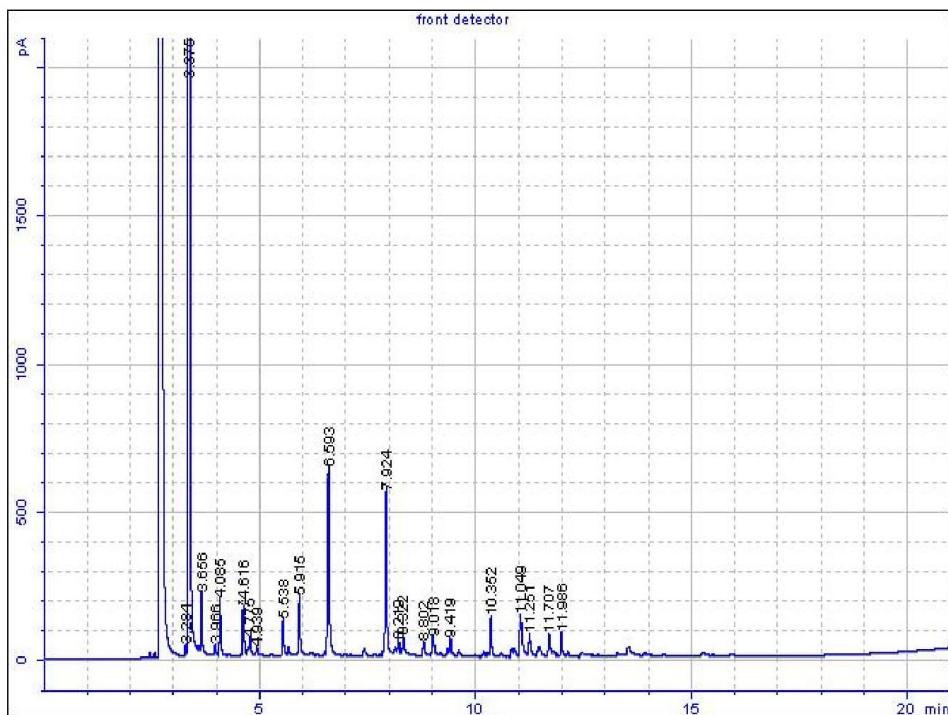
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	mei dwi 23 ags 2
Sample note:	2.2.2
Submission time:	Friday, August 23, 2019 8:30:37 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 23, 2019 9:13:45 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 15, 2019 2:16:57 PM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 480 watt  
1:30

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Retention					
Signal	Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.284	BV T	0.022	50.34181	0.11772
1	3.375	VBAS	0.064	36186.17965	84.62104
1	3.656	VB X	0.028	366.85201	0.85788
1	3.966	BV T	0.031	73.12065	0.17099
1	4.085	VV T	0.035	435.62955	1.01872
1	4.616	MM m	0.036	331.11919	0.77432
1	4.775	VV T	0.053	210.98085	0.49338
1	4.939	VV T	0.025	34.19264	0.07996
1	5.538	VV T	0.037	277.31079	0.64849
1	5.915	VV T	0.035	464.29348	1.08575
1	6.593	VV T	0.036	1540.03057	3.60135
1	7.924	VV T	0.040	1426.38146	3.33558
1	8.219	VV T	0.039	116.14934	0.27161
1	8.322	VV T	0.038	144.82299	0.33867
1	8.802	VV T	0.033	70.92872	0.16587
1	9.018	VV T	0.047	144.65289	0.33827
1	9.419	VV T	0.028	72.62021	0.16982
1	10.352	VV T	0.024	170.66627	0.39910
1	11.049	VV T	0.047	374.14634	0.87494
1	11.251	VV T	0.027	91.31975	0.21355
1	11.707	VV T	0.034	125.06361	0.29246
1	11.986	VV T	0.018	55.82294	0.13054

Total Area = 42762.626

#### Report summary:

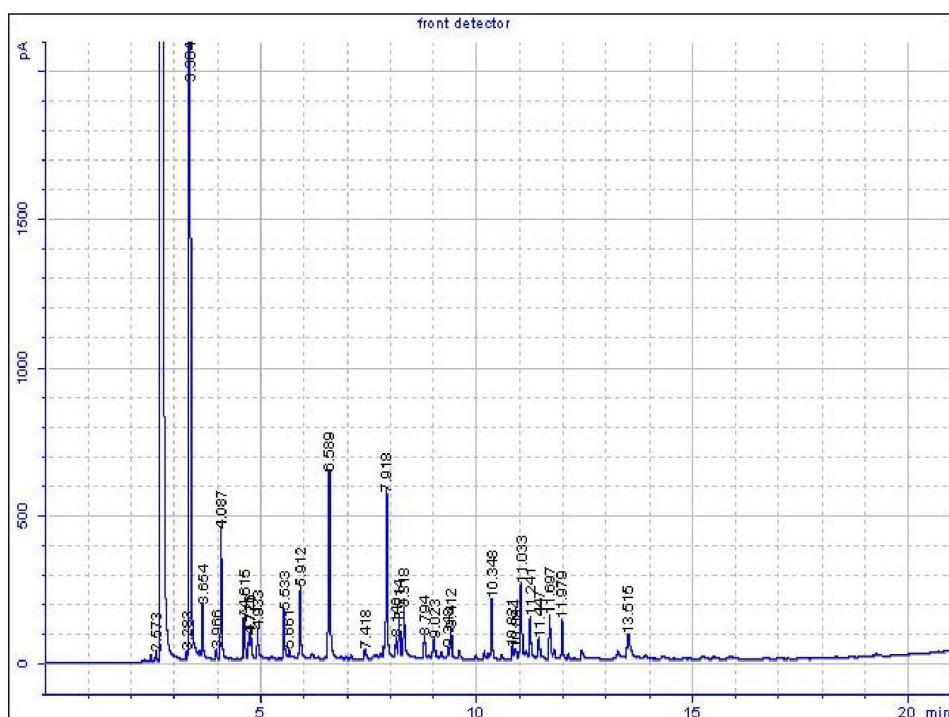
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	mei dwi 23 ags 3
Sample note:	3.2.2
Submission time:	Friday, August 23, 2019 8:31:13 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 23, 2019 9:43:35 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Thursday, August 15, 2019 2:16:57 PM



Waktu reaksi : 120 Detik	Metanol : 4 mL
Daya : 480 watt	$\alpha$ -pinena : 1 mL
1:30	Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

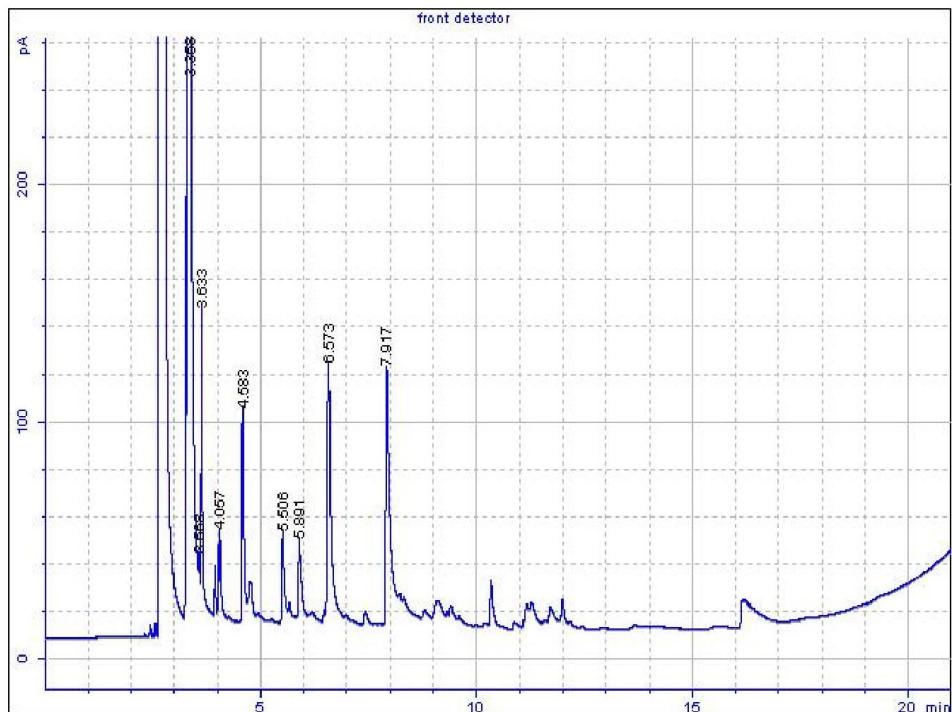
Calibration last saved:	Tuesday, March 19, 2013 1:47:26 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 $\mu$ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	2.573	VV	0.027	63.90312	0.15001
1	3.283	BV T	0.022	40.57482	0.09525
1	3.364	VBAS	0.064	32085.41373	75.32154
1	3.654	VB X	0.031	345.22552	0.81043
1	3.966	BV T	0.032	68.42156	0.16062
1	4.087	VV T	0.035	1013.98263	2.38036
1	4.615	MM m	0.035	296.87179	0.69692
1	4.726	VV T	0.033	180.23536	0.42311
1	4.771	VV T	0.045	206.76892	0.48540
1	4.933	VV T	0.040	263.49983	0.61857
1	5.533	VV T	0.037	401.36801	0.94222
1	5.661	VV T	0.042	90.02401	0.21133
1	5.912	VV T	0.037	603.43318	1.41658
1	6.589	VV T	0.036	1499.94339	3.52117
1	7.418	VV T	0.025	33.07314	0.07764
1	7.918	VV T	0.041	1461.30541	3.43046
1	8.140	VV T	0.037	167.70783	0.39370
1	8.214	VV T	0.036	309.80354	0.72727
1	8.318	VV T	0.044	482.45521	1.13258
1	8.794	VV T	0.046	192.00436	0.45074
1	9.023	VV T	0.056	203.04156	0.47665
1	9.348	VV T	0.028	52.58115	0.12344
1	9.412	VV T	0.036	216.95738	0.50931
1	10.348	VV T	0.030	360.90312	0.84723
1	10.821	VV T	0.026	44.95359	0.10553
1	10.894	VV T	0.037	61.55505	0.14450
1	11.033	VV T	0.044	670.17029	1.57325
1	11.241	VV T	0.038	315.17318	0.73988
1	11.447	VV T	0.030	90.51267	0.21248
1	11.697	VV T	0.038	333.51809	0.78294
1	11.979	VV T	0.027	196.18941	0.46056
1	13.515	VV T	0.053	246.35567	0.57833

Total Area = 42597.927

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: Mei dwi 3 okt 1
Sample note:	1.2.4
Submission time:	Thursday, October 03, 2019 11:45:34 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, October 03, 2019 11:51:33 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Tuesday, October 08, 2019 2:37:37 PM



Waktu reaksi : 60 Detik  
Daya : 480 watt  
1:45

Metanol : 4 mL  
α-pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention		Width [min]	Area [pA*s]	Area %
	Time [min]	Type			
1	3.358	BV X	0.045	17018.16487	86.73679
1	3.568	VV X	0.045	74.50853	0.37975
1	3.633	VV X	0.039	343.47860	1.75061
1	4.057	VV X	0.062	174.66447	0.89022
1	4.583	VV T	0.043	266.04927	1.35598
1	5.506	VV T	0.060	154.55658	0.78773
1	5.891	VV T	0.077	191.42087	0.97562
1	6.573	VV T	0.084	631.61692	3.21917
1	7.917	VV	0.096	766.00780	3.90413

Total Area = 19620.468

#### Report summary:

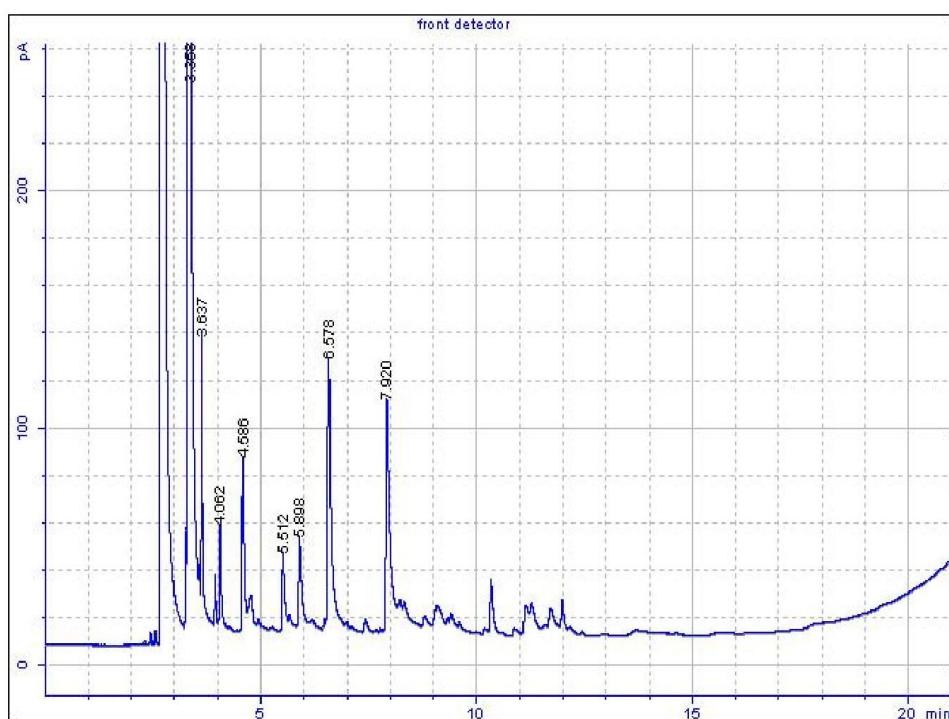
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: Mei dwi 3 okt 2
Sample note:	2.2.4
Submission time:	Thursday, October 03, 2019 11:45:37 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, October 03, 2019 12:17:57 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Tuesday, October 08, 2019 2:37:37 PM



Waktu reaksi : 90 Detik  
Daya : 480 watt  
1:45

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Retention					
Signal	Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.358	VB S	0.044	16532.08408	89.46154
1	3.637	VB X	0.027	196.15480	1.06147
1	4.062	VV T	0.043	114.68899	0.62063
1	4.586	VV T	0.039	188.12703	1.01803
1	5.512	VV T	0.058	108.75728	0.58853
1	5.898	VV T	0.067	167.30147	0.90533
1	6.578	VV T	0.081	595.44631	3.22219
1	7.920	VV T	0.088	576.98282	3.12228

Total Area = 18479.543

#### Report summary:

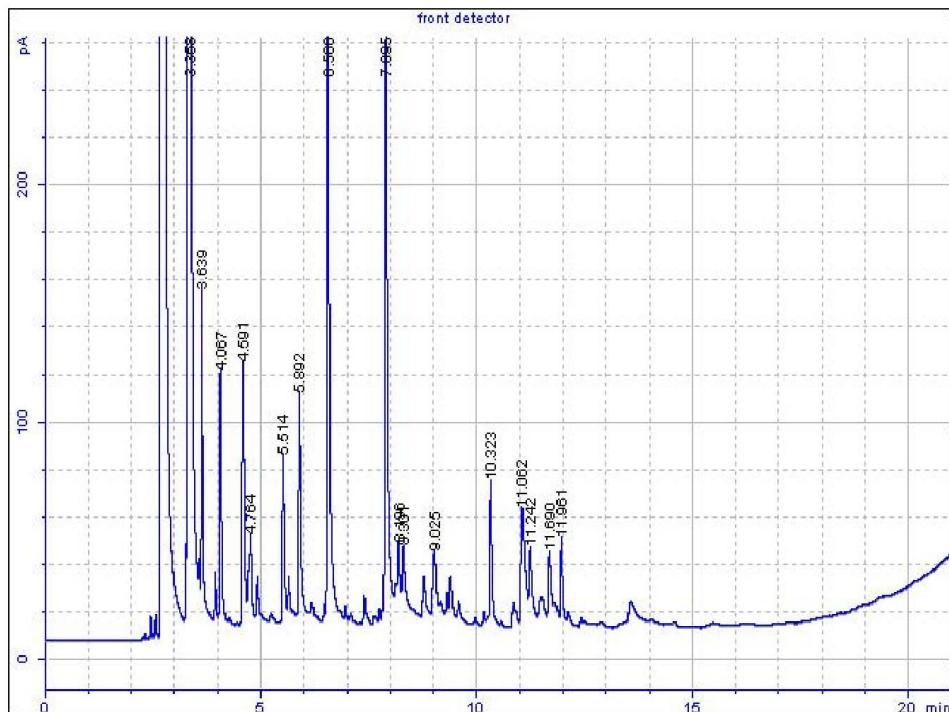
Warning(s): Sample amount is zero. Absolute amounts calculated

#### Instrument run log:

No deviations found

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: Mei dwi 3 okt 3
Sample note:	3.2.4
Submission time:	Thursday, October 03, 2019 11:45:40 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, October 03, 2019 12:44:29 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Pinena & Terpena
Method last saved:	Tuesday, October 08, 2019 2:37:37 PM



Waktu reaksi : 120 Detik  
Daya : 480 watt  
1:45

Metanol : 4 mL  
 $\alpha$ -pinena : 1 mL  
Katalis : 0,3 g

### Area Percent Report

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

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	3.358	VB S	0.047	19009.98969	79.15250
1	3.639	VB X	0.031	256.52044	1.06808
1	4.067	VV T	0.044	307.77172	1.28148
1	4.591	VV T	0.043	303.52727	1.26381
1	4.764	VV T	0.069	177.27187	0.73811
1	5.514	VV T	0.049	215.36120	0.89671
1	5.892	VV T	0.054	336.31923	1.40034
1	6.566	VV T	0.049	958.46543	3.99079
1	7.895	VV T	0.057	987.90329	4.11336
1	8.196	VV T	0.070	148.12659	0.61676
1	8.301	VB T	0.068	129.88675	0.54081
1	9.025	VV X	0.089	168.20581	0.70036
1	10.323	VV T	0.054	229.31305	0.95480
1	11.062	VV T	0.094	312.94887	1.30304
1	11.242	VV T	0.080	187.86920	0.78224
1	11.690	VV T	0.074	159.74757	0.66515
1	11.961	VV T	0.051	127.68828	0.53166

Total Area = 24016.916

#### Report summary:

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

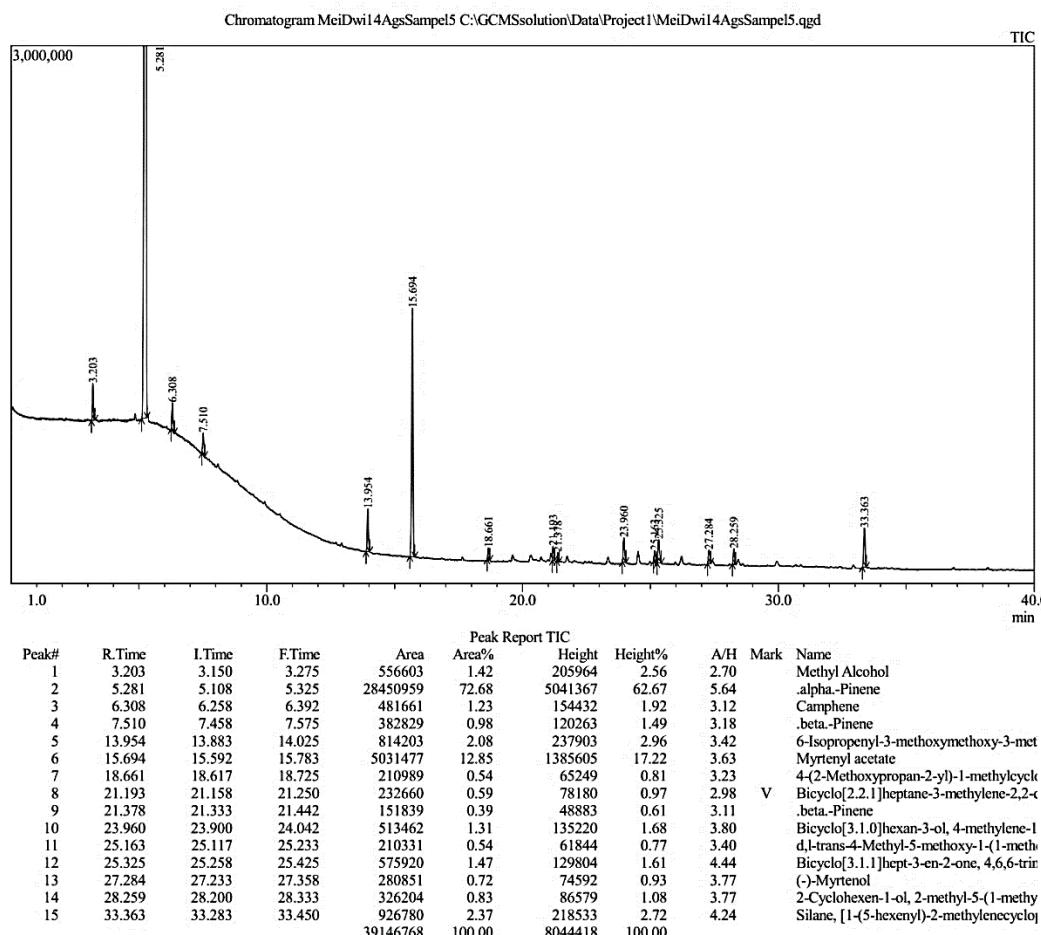
#### Instrument run log:

No deviations found

## Lampiran 7. Hasil Analisis GC-MS Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena

Sample Information

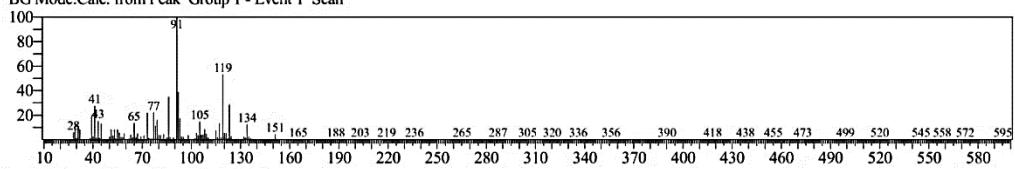
Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 8/14/2019 10:21:44 AM  
 Sample Type : Unknown  
 Level # : 1  
 Sample Name : MciDwi14AgsSampel5  
 Sample ID : MciDwi14AgsSampel5  
 IS Amount : [1]=1  
 Sample Amount : 1  
 Dilution Factor : 1  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 0.20  
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project\1\MciDwi14AgsSampel5.qgd  
 Org Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project\1\MciDwi14AgsSampel5.qgd  
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project\1\M\_\pinena&terpene.qgm  
 Org Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project\1\M\_\pinena&terpene.qgm  
 Report File :  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune\1\Tuning 20122018.qgt  
 Modified by : Admin  
 Modified : 8/14/2019 11:42:07 AM



## Lampiran 8. Spektrum Massa Hasil Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena

<< Target >>

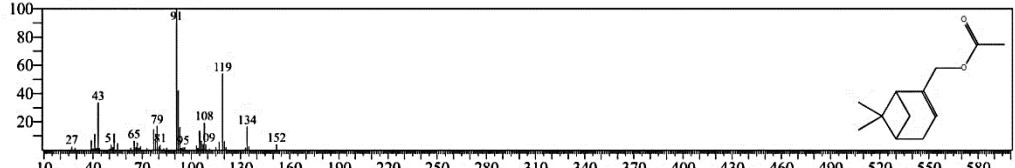
Line#:6 R.Time:15.692(Scan#:1884) MassPeaks:319  
 RawMode:Averaged 15.683-15.700(1883-1885) BasePeak:91.10(193049)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit#:1 Entry:65257 Library:NIST17.lib

SI:79 Formula:C12H18O2 CAS:1079-01-2 MolWeight:194 RetIndex:1314

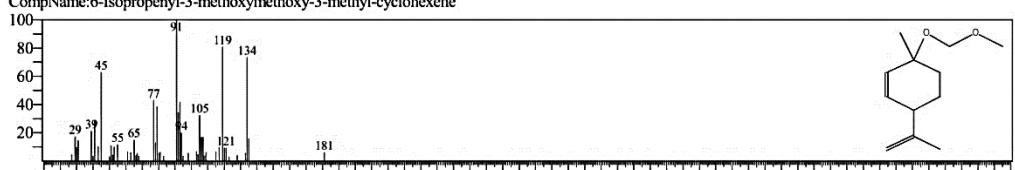
CompName:Myrtenyl acetate



Hit#:2 Entry:67359 Library:NIST17.lib

SI:78 Formula:C12H20O2 CAS:0-00-0 MolWeight:196 RetIndex:1315

CompName:6-Isopropenyl-3-methoxymethoxy-3-methyl-cyclohexene



Hit#:3 Entry:108239 Library:NIST17.lib

SI:77 Formula:C15H24O2 CAS:33900-84-4 MolWeight:236 RetIndex:1548

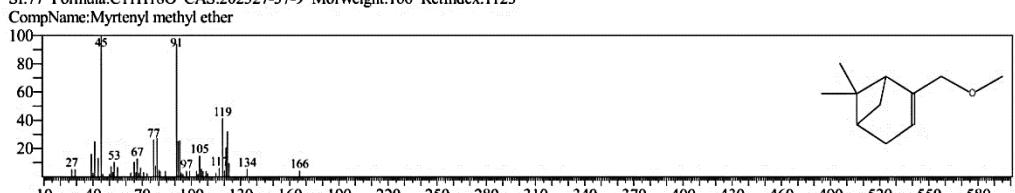
CompName:Myrtenyl isovalerate



Hit#:4 Entry:40222 Library:NIST17.lib

SI:77 Formula:C11H18O CAS:202527-57-9 MolWeight:166 RetIndex:1123

CompName:Myrtenyl methyl ether



Hit#:5 Entry:65368 Library:NIST17.lib

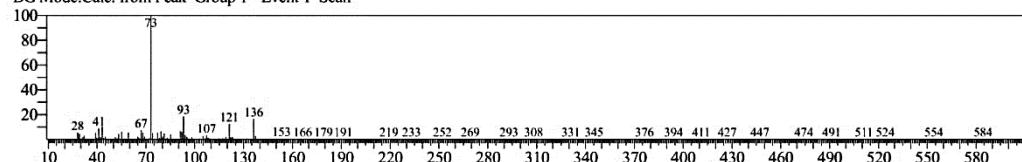
SI:77 Formula:C12H18O2 CAS:1079-01-2 MolWeight:194 RetIndex:1314

CompName:Myrtenyl acetate



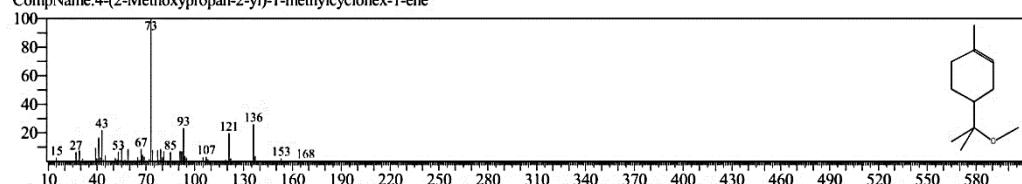
<< Target >>

Line#:7 R.Time:18.658(Scan#:2240) MassPeaks:254  
RawMode:Averaged 18.650-18.667(2239-2241) BasePeak:73.10(20012)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



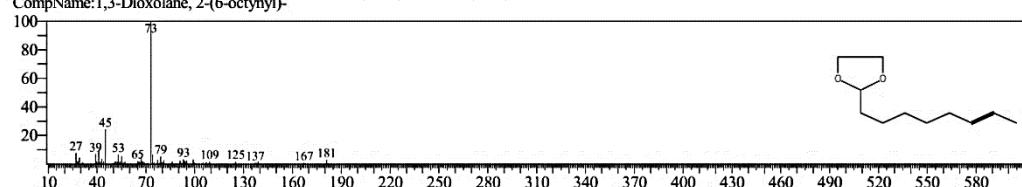
Hit#:1 Entry:42009 Library:NIST17.lib

SI:91 Formula:C11H20O CAS:0-0-0 MolWeight:168 RetIndex:1142  
CompName:4-(2-Methoxypropan-2-yl)-1-methylcyclohex-1-ene



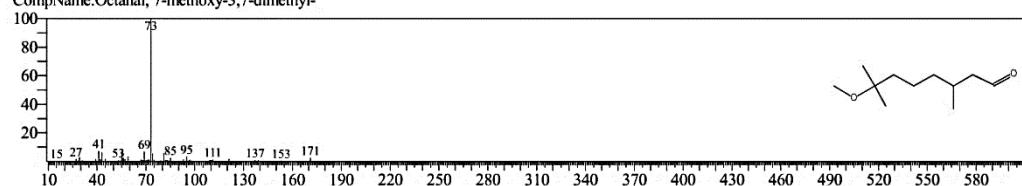
Hit#:2 Entry:54203 Library:NIST17.lib

SI:78 Formula:C11H18O2 CAS:56741-65-2 MolWeight:182 RetIndex:1352  
CompName:1,3-Dioxolane, 2-(6-octynyl)-



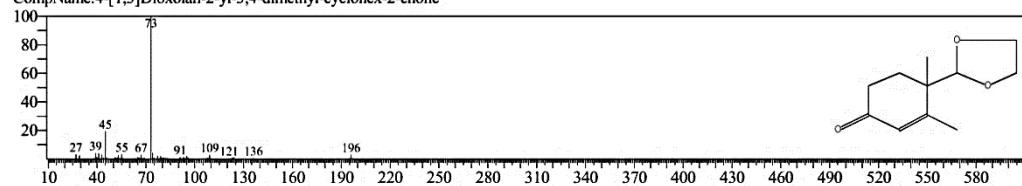
Hit#:3 Entry:57838 Library:NIST17.lib

SI:77 Formula:C11H22O2 CAS:3613-30-7 MolWeight:186 RetIndex:1230  
CompName:Octanal, 7-methoxy-3,7-dimethyl-



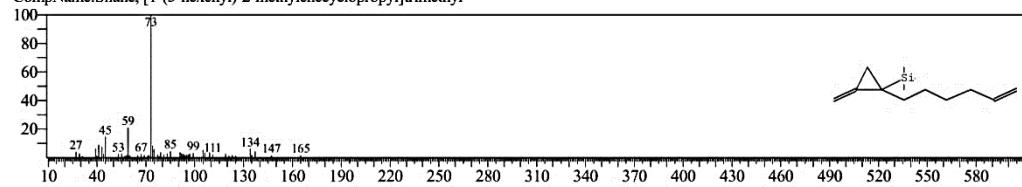
Hit#:4 Entry:67138 Library:NIST17.lib

SI:77 Formula:C11H16O3 CAS:54710-16-6 MolWeight:196 RetIndex:1516  
CompName:4-[1,3]Dioxolan-2-yl-3,4-dimethyl-cyclohex-2-enone



Hit#:5 Entry:79471 Library:NIST17.lib

SI:76 Formula:C13H24Si CAS:97778-16-0 MolWeight:208 RetIndex:1157  
CompName:Silane, [1-(5-hexenyl)-2-methylenecyclopropyl]trimethyl-



## Lampiran 9. Hasil Analisis FT-IR Reaksi Metoksilasi $\alpha$ -pinena

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00  
Monday, January 20, 2020 1:30 PM

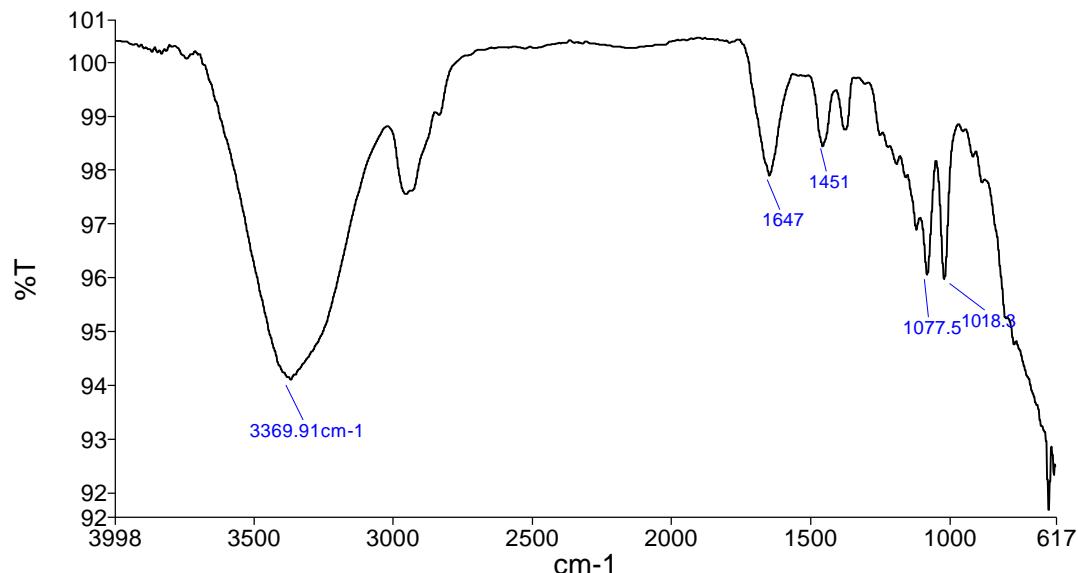
### Report Details

Report Location C:\pel\_data\reports\Samples View 1\_mei 1\_1.rtf  
Report Creator labkim  
Report Date Monday, January 20, 2020 1:30 PM

### Sample Details

Sample Name mei 1  
Sample Description 4.1  
Analyst labkim  
Creation Date 1/20/2020 1:01:16 PM  
X-Axis Units cm<sup>-1</sup>  
Y-Axis Units %T

### Spectrum



Name	Description
mei 1	4.1

### Peak Area/Height Results

Peak	X (cm <sup>-1</sup> )	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3369.91	94.11	-3116.4	4000	1899.24	4000
2	605.84	91.14	-3179.51	1899.24	601.72	1899.24
3	597.48	88.41	-20.81	601.72	593.54	601.72
4	589.1	80.92	-56.75	593.54	584.74	593.54
5	580.32	71.4	-130.91	584.74	576.32	584.74
6	571.76	43.52	-296.47	576.32	567.9	576.32
7	561.25	-99.74	-1058.65	567.9	553.97	567.9
8	542.62	-48.42	-1346.19	553.97	534.19	553.97
9	528.82	46.72	-929.75	534.19	523.93	534.19
10	522.44	130.46	1006.18	523.93	516.52	523.93
11	510.62	-148.51	-4508.5	516.52	505.71	516.52
12	500.88	-15.51	-1268.78	505.71	496.36	505.71

13	492.12	-14.47	-791.92	496.36	488.37	496.36
14	485.12	-35.07	564.85	488.37	479.38	488.37
15	474.25	-13.54	-2664.8	479.38	470.22	479.38
16	463.88	-1710.53	-13328.91	470.22	457.64	470.22
17	452.97	9.59	-2810.85	457.64	448.86	457.64
18	444.23	26.57	-97.61	448.86	438.25	448.86
19	433.62	20.04	-520.83	438.25	427.71	438.25
20	421.88	-13.45	-3465.77	427.71	418.55	427.71
21	412.88	-1564.84	-3502.11	418.55	404.02	418.55

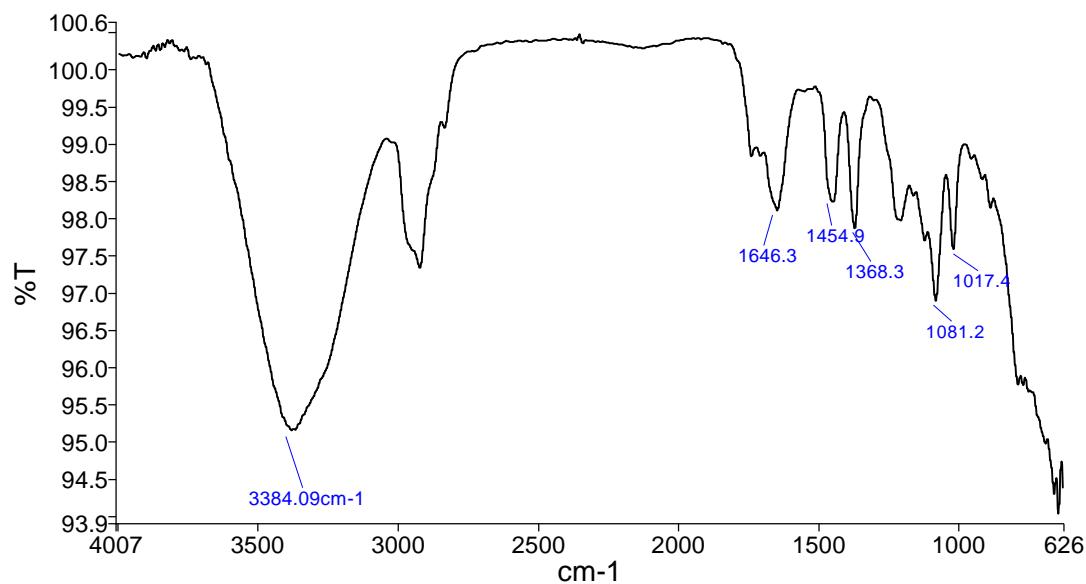
### Report Details

Report Location C:\pel\_data\reports\Samples View 2\_mei 2\_1.rtf  
Report Creator labkim  
Report Date Monday, January 20, 2020 1:32 PM

### Sample Details

Sample Name mei 2  
Sample Description 4.2  
Analyst labkim  
Creation Date 1/20/2020 1:02:49 PM  
X-Axis Units cm<sup>-1</sup>  
Y-Axis Units %T

### Spectrum



Name	Description
mei 2	4.2

### Peak Area/Height Results

Peak	X (cm <sup>-1</sup> )	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3384.09	95.15	-2306.62	4000	2354.91	4000
2	590.33	92.72	-3050.73	2354.91	585.5	2354.91
3	582.11	92.98	3.63	585.5	577.93	585.5
4	573.92	84.08	-71.63	577.93	570.15	577.93
5	565	-16.71	-599.57	570.15	560.27	570.15
6	555.25	-69.43	-1162.08	560.27	551.34	560.27
7	548	-5.65	-38.2	551.34	543.17	551.34
8	538.27	6.82	-449.98	543.17	532.97	543.17
9	527.66	42.16	-512.63	532.97	523.95	532.97
10	521.36	55.02	99.84	523.95	516.25	523.95
11	511.36	24.35	-593.38	516.25	506.94	516.25
12	495.75	-63.18	-1101.31	506.94	489.66	506.94
13	488.13	27.3	1205.14	489.66	477.99	489.66
14	473.22	25.46	-1851.87	477.99	469.9	477.99

15	463.88	-1039.38	-7245.6	469.9	458.33	469.9
16	455.75	10.2	-503.87	458.33	452.08	458.33
17	447.75	-171.59	-1603.45	452.08	443.57	452.08
18	439.88	33.81	-711.23	443.57	435.95	443.57
19	431.12	-73.95	-1642.2	435.95	426.64	435.95
20	422.75	-45.87	-429.48	426.64	418.35	426.64
21	412.12	-2622.5	-14210.33	418.35	404.2	418.35

## Lampiran 10. Dokumentasi Penelitian

