

STUDI PENGARUH ADISI H₂O TERHADAP KONVERSI ALFA-PINEN MENJADI TERPINEOL MENGGUNAKAN KATALIS H₂SO₄

Mila Nurmila, Tatang Shabur Julianto, Dwiarso Rubiyanto

Program Studi Ilmu Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang KM 14,5 55584

ABSTRACT

The study of addition H₂O to the alpha-pinene conversion into terpeneol using H₂SO₄ catalyst has been carried out. The conversion process carried out using a hydration reaction for 4 hours with the variation of the number of water. The mole ratio of alpha pinene to water 1:5, 1:10, 1:15, 1:20, 1:25. While the H₂SO₄ as catalyst concentration has equated to the concentration of alpha-pinene for all conditions. The mixture which are alpha pinene, with varying amounts of water, sulfuric acid catalyst and a fixed concentration equivalent to the concentration of alpha pinene and acetone as media refluxed at a temperature of 80-85°C during 4 hours. Hydration products were analyzed using GC-MS and GC instrument. The results showed that the ratio of alpha-pinene reaction conditions: water 1:10, alpha pinene converting as much as 30,29% with selectivity terpeneol products as much as 30,395%.

Keywords: hydration, alpha pinene, water, sulfuric acid, GC, GC-MS

ABSTRAK

Studi adisi H₂O dalam reaksi konversi alfa-pinen menjadi terpeneol menggunakan katalis H₂SO₄ telah dilakukan. Proses konversi menggunakan reaksi hidrasi dilakukan selama 4 jam dengan variasi volume air. Perbandingan alfa pinen dan air yaitu 1:5, 1:10, 1:15, 1:20, 1:25. Sebagai katalis, konsentrasi H₂SO₄ yang digunakan sama dengan konsentrasi alfa pinen. Campuran terdiri dari alfa pinen, air dengan jumlah yang bervariasi, katalis asam sulfat dengan konsentrasi tetap yang setara dengan konsentrasi alfa pinen dan aseton sebagai media direfluks pada temperatur 80-85°C selama 4 jam. Produk hasil hidrasi dianalisis menggunakan instrumen GC dan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada kondisi reaksi dengan perbandingan alfa pinen dan air 1:10, diketahui alfa pinen yang terkonversi yaitu sebanyak 30,29% dengan selektivitas produk terpeneol sebanyak 30,395%.

Kata kunci: hidrasi, alfa pinen, air, asam sulfat, GC, GC-MS.

PENDAHULUAN

Alfa-pinen merupakan komposisi terbesar yang terdapat dalam minyak atsiri terpentin berkisar 70-95% (Agustina, 2000). Alfa-pinen juga merupakan senyawa golongan monoterpen yang memiliki ikatan rangkap dan memiliki kegunaan dalam

industri cat. Kegunaannya dapat diperluas dengan membuat salah satu turunan alfa pinen, yaitu terpeneol.

Terpeneol adalah golongan alkohol dan merupakan salah satu dari golongan senyawa monoterpen yang terjadi secara alami terisolasi dengan kadar sangat sedikit

dalam bunga lavender dan bergamot, sehingga diperlukan metode efektif untuk memperoleh terpineol yang lebih banyak. Diketahui alfa pinen dapat mengalami reaksi hidrasi menjadi terpineol secara mudah dengan katalis asam (M. Aguirre *et al.*, 2005; Avilla *et al.*, 2010)

Terpineol memiliki bau yang harum dan pada umumnya digunakan sebagai bahan dalam pembuatan parfum, kosmetik, pewangi, sampo dan sabun, deterjen (Bhatia *et al.*, 2008).

Beberapa penelitian mengenai hidrasi alfa pinen menjadi terpineol telah dilakukan. Pada tahun 1947, Mosher *et al.* mempelajari distribusi katalis asam pada proses hidrasi alfa pinen menjadi terpineol menggunakan katalis asam 1-kloro-4-naftalensulfat yang menyebabkan terbentuknya alfa pinen, limonene, terpinolene, dan terpinen. Williams dan Whittaker pada tahun 1974 menyelidiki hidrasi alfa pinen menggunakan katalis asam asetat hidrat dan asam asetat anhidrat untuk modifikasi terpineol. Selain menggunakan asam asetat peneliti juga menggunakan asam sulfat dan asam perklorat. Pakdel *et al.* (2001) telah melakukan hidrasi alfa pinen mentah dari minyak atsiri terpinin pada media aseton dengan katalis asam sulfat dan volume 15% air pada suhu 80-85°C selama 4 jam.

Santos dan Morgado (2005) juga melakukan penelitian dengan membandingkan hidrasi *sulphate turpentine*,

hidrasi alfa-pinen komersial dan hidrasi *sulphate turpentine* yang didistilasi. Katalis yang digunakan sama dengan penelitian sebelumnya yaitu asam sulfat 15% dan aseton berlebih sebagai media. Penelitian yang menggunakan katalis asam antara lain dengan katalis asam sulfat (Pakdel *et al.*, 2001). Konversi alfa pinen menjadi terpineol dapat juga menggunakan katalis asam kloro asetat selama 420 menit pada suhu 700°C (Utami *et a.*, 2011).

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari variasi adisi air pada reaksi hidrasi alfa-pinen menjadi terpineol menggunakan katalis H₂SO₄.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah minyak terpening hasil fraksinasi dengan kadar alfa-pinen 85,8%. Asam sulfat p.a (Merck Millipore) dengan kadar kemurnian 96%, aquadest, aseton p.a (Merck Millipore).

Prosedur Penelitian

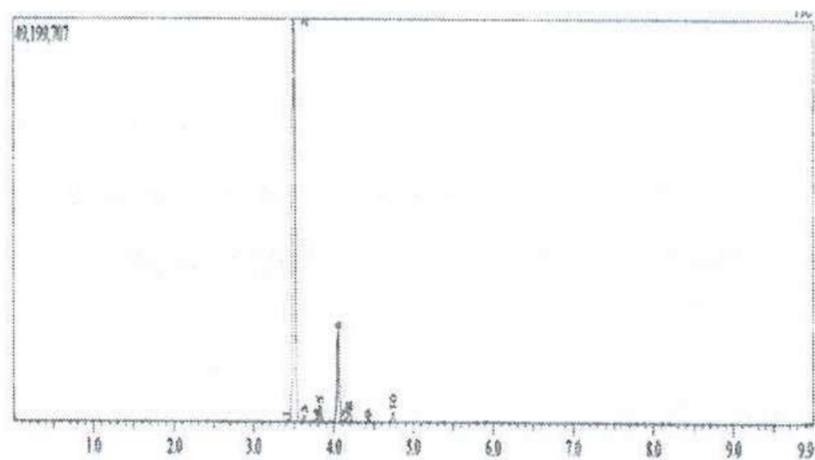
Minyak atsiri dengan kadar alfa-pinen 33,9% difraksinasi dengan penurunan tekanan. Terpening hasil fraksinasi dengan alfa-pinen 85,9% sebanyak 0,05 mol dicampurkan bersama 2,9 mL asam sulfat. Kemudian ditambahkan air sehingga rasio mol alfa-pinen dan air (1:5, 1:10, 1:15, 1:15, 1:20, 1:25) dan aseton 30 mL sebagai media dipanaskan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik sehingga

mencapai suhu 80-85°C selama 4 jam. Setelah reaksi telah mencapai 80-85°C selama 4 jam, sampel didinginkan, fase pelarut dan minyak dipisahkan dan dievaporasi untuk menghilangkan pelarut yang masih tersisa. Sampel hasil reaksi dianalisis menggunakan instrumen GC dan GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fraksinasi Minyak Atsiri Terpentin

Hasil fraksinasi selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui komponen senyawa yang terdapat dalam destilat. Berdasarkan hasil analisis kromatogram yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kromatogram hasil fraksinasi

Berdasarkan kromatogram diatas dan dibandingkan dengan “libary” yang terdapat pada alat, terdapat 10 puncak hasil fraksinasi yang berasal dari minyak atsiri terpentin yang mulanya memiliki 25 puncak. Adapun komponen dari puncak tersebut terdapat pada Tabel 1 yang dibatasi dengan menyajikan

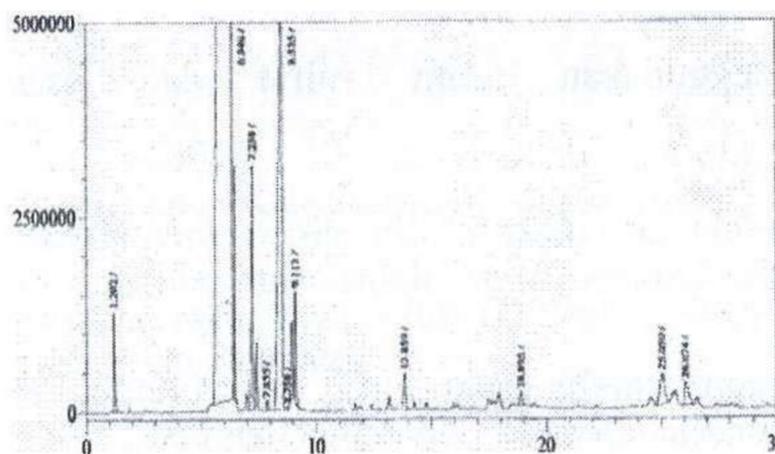
komponen yang memiliki prosentase diatas 0,5%.

Tabel 1. Komponen minyak terpentin hasil fraksinasi

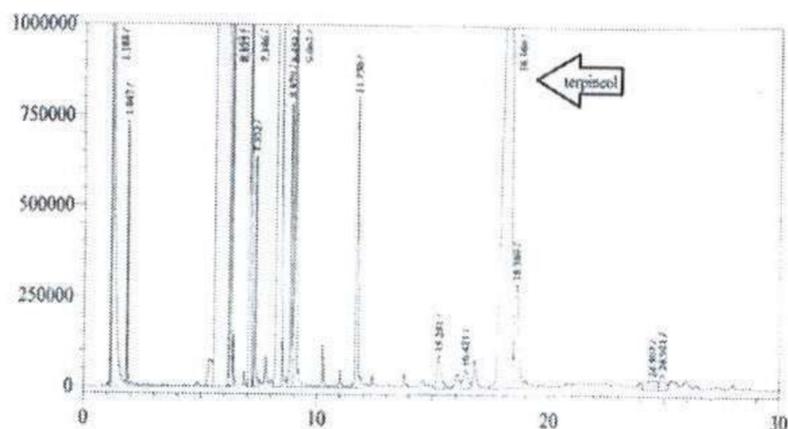
No puncak	Rt	Kandungan senyawa (%)	Nama senyawa
2	3,502	85,84	Alfa-pinen
3	3,672	1,07	Parasimen
4	3,774	0,69	Beta mirsen
5	3,827	2,61	Beta pinen
6	4,050	8,08	Delta karen
8	4,189	1,78	Limonen
10	4,744	1,55	Alfa terpinen

Hidrasi Alfa-Pinen

Mekanisme reaksi hidrasi dimulai dengan protonasi ikatan rangkap karbon-karbon yang mengarah ke karbokation yang lebih stabil, kemudian air bertindak sebagai nukleofil untuk menangkap kation. Seanjutanya deprotonasidari ion oksonium. Airbertindak sebagai basa Bronsted, pada tahap akhir dipeoleh senyawa golongan alkohol.



Gambar 2. Kromatogram sebelum reaksi hidrasi



Gambar 3. Kromatogram setelah reaksi hidrasi

Gambar 2 dan 3 berturut-turut menunjukkan kromatogram komponen senyawa yang terbentuk dari proses hidrasi dan sebelum dilakukan reaksi hidrasi.

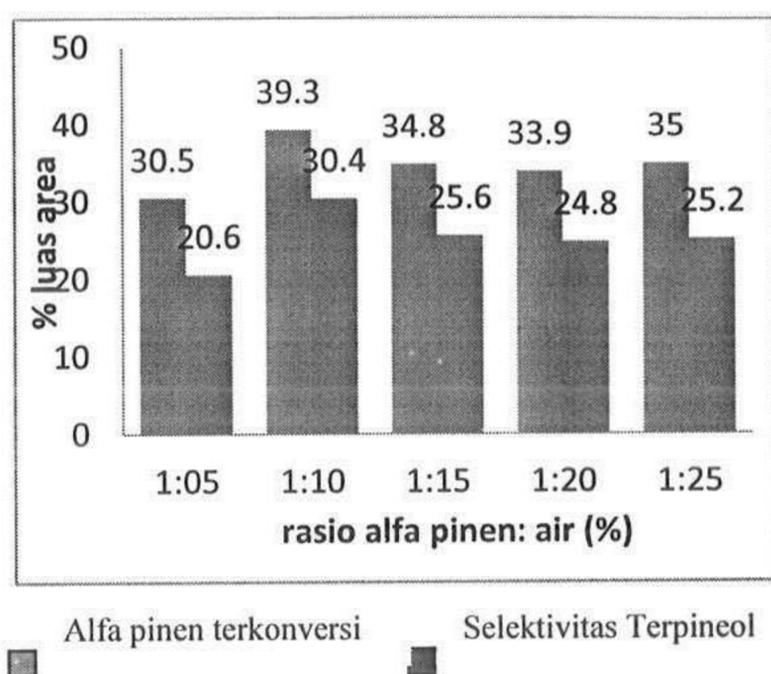
Secara rinci komponen kromatogram sesuai dengan hasil analisis GC-MS sebelum dilakukan reaksi hidrasi dan setelah dilakukan reaksi hidrasi terdapat pada Tabel 2 dengan mencantumkan komponen yang memiliki prosentase di atas 0,5 %.

Tabel 2. Komponen sebelum dan sesudah reaksi hidrasi.

Sebelum reaksi hidrasi		Setelah reaksi hidrasi	
No puncak	Nama senyawa	No puncak	Nama senyawa
2	Alfa-pinen	2	Alfa-pinen
3	Parasimen	3	Parasimene
4	Beta-mirsen	4	Beta mirsen
5	Beta-pinen	5	Beta pinen
6	Delta-karen	7	Delta karen
8	Limonen	9	Limonen
10	Alfa-terpinen	10	Alfa terpinen
-	-	11	Kamfen
-	-	12	Terpinolen
-	-	13	Terpineol

Kedua kromatogram menunjukkan karakter puncak yang hampir sama, perbedaannya ditunjukkan pada kromatogram bahwa pada kromatogram setelah reaksi hidrasi terdapat 3 puncak baru. Diperkuat oleh keterangan pada Tabel 2 bahwa pada kromatogram setelah reaksi hidrasi terdapat komponen baru yaitu terpinolen, kamfen dan senyawa yang diharapkan yaitu terpineol.

Gambar 4 menunjukkan grafik prosentasi alfa-pinen yang terkonversi dan selektivitas terpineol yang terbentuk dengan hasil optimum ditunjukkan pada kondisi reaksi rasio mol alfa-pinen dan air 1:10. Prosentasi alfa-pinen yang terkonversi dan selektivitas terpineol terbentuk memberikan selisih $\pm 9\%$ yang dimungkinkan alfa-pinen terkonversi menjadi produk samping selain terpineol dimana produk samping yang dimaksud adalah kamfen dan terpinolen sebagaimana dijelaskan sebelumnya, sehingga dari penelitian ini memberikan suatu kelebihan bahwa produk reaksi hidrasi dengan kondisi pada penelitian ini tidak memberikan banyak produk samping dan produk yang terbentuk yang mendominasi adalah terpineol.



Gambar 4. Grafik alfa-pinen terkonversi dan terpeneol terbentuk

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat dikemukakan kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil fraksinasi minyak atsiri terpentin diperoleh komponen dominan senyawa alfa-pinen dengan kemurnian 85,9%.
2. Hasil reaksi hidrasi konversi senyawa alfa-pinen menjadi terpeneol menunjukkan komponen alfa-pinen masih menjadi komponen yang dominan tetapi berhasil membentuk produk utama terpeneol dan dua komponen produk sampingnya yaitu kamfen dan terpinolen dengan kadar kurang dari 2%.
3. Produk terpeneol dihasilkan paling maksimum pada kondisi reaksi rasio alfapinen:air 1:10 yaitu sebesar 30,48%.

DAFTAR PUSTAKA

Aguirre, M.R, De la Torre - Sa'enz, L., Flores, W.A., Robau-Sa'nchez, A., and Elgue'zabal, A., 2005, Synthesis of Terpeneol from Alpha pinene by Homogeneous Acid Catalysis, *Catalysis Today*, 107, 108, 310-314.

Agustina, A., 2000, *Minyak Atsiri Tumbuhan Tropika di Indonesia*, ITB, Bandung.

Ault Addison, 1983, *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*, Allyn and Bacon, Inc., Boston.

Bhatia, S.P., Letizia, C.S., and Api, A.M., (2008), Fragrance Material Review on Alpha Terpeneol, *Food and Chemical Toxicology*, 46, 5275-5279.

Fleig, H., 2005, *Turpentine*, chap. 14, Wiley-VCH Verlag GmbH and Co., KGaA, Weinheim.

Mosher, W. A., 1947, The Acid Catalyzed Isomerisation of Pinene, *J. Am. Chem. Soc.* 69, 2139-2141.

Pakdell, H., Sarron, S., and Roy, C., 2001, Terpeneol from Hydration of Crude Sulfate Turpentine Oil, *J. Agric. Food Chem.*, 49, 4337-4341.

Santos, M.G., and Morgado, A.F., 2005, *Alfa Terpeneol Production From Refined Sulphate Turpentine*, *Mercosur Congress on Chemical Engineering*, Brasil.

Utami, H., Budiman, A., Sutijan, Roto, Sediawan, W.B., 2011, Studi Kinetika Reaksi Heterogen Alfa-pinen Menjadi Terpeneol dengan Katalisator Asam Kloro Asetat, *Reaktor*, 13, 04, 248-253.

- Van der Waal, J.C., Van Bekkum, H., and Vital, J.M., 1996, The Hydration and Isomerization of Alfa-pinene Over Zeolit Beta. A New Coupling Reaction between a-Pinene and Ketones, *Journal of Molecular Catalysis*, 185-188.
- Vital, J., Ramos, A.M., Silva, I.F., and Castanheiro, J.E., 2001, The Effect of a-terpineol on the Hydration of Alpha Pinene Over Zeolites Dispersed in Polymeric Membranes, *Catalysis Today*, 67, 217-223.
- Wijayati, N., Pranowo, H.D., Jumina, Triyono, 2011, Synthesis of Terpineol from Pinene Catalyzed By Tca/Y-Zeolite, *Indo. J. Chem.*, 11, 3, 234-237.
- Williams, C. M.; Whittaker, D. Rearrangements of Pinane Derivatives. Part II., 1971, *J. Chem. Soc.*, 672-677.