



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENDAHULUAN REAKSI OKSIDASI KATALITIK
KOMPONEN MINYAK SEREH MENGGUNAKAN KATALIS
 γ -Al₂O₃-TiO₂**

SKRIPSI

**SANIA NURLU'LU
0806326935**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**

Universitas Indonesia



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENDAHULUAN REAKSI OKSIDASI KATALITIK
KOMPONEN MINYAK SEREH MENGGUNAKAN KATALIS
 γ -Al₂O₃-TiO₂**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

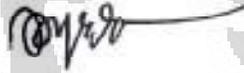
**SANIA NURLU'LU
0806326935**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**

Universitas Indonesia

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Sania Nurlu'lu
NPM : 0806326935
Tanda Tangan : 
Tanggal : 6 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Sania Nurlu'lu
NPM : 0806326935
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Studi Pendahuluan Reaksi Oksidasi Katalitik
Komponen Minyak Serch Menggunakan Katalis γ -
 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Widayanti Wibowo, M.Si

Pembimbing : Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana

Penguji : Dr. Emil Budianto, M.Si

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

Penguji : Dr. Yuni Krisyuningsih

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 6 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena dengan rahmat, anugerah, dan hidayahNya-lah penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini. Penulis menyusun skripsi ini untuk memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr.rer.nat Widayanti Wibowo selaku dosen pembimbing I atas waktu, bimbingan, perhatian, dan arahnya dalam menyelesaikan skripsi ini;
2. Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana selaku dosen pembimbing II, yang dengan sabar dan setia membimbing penulis dalam penelitian;
3. Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI;
4. Dr. Ivandini Tribidasari, M.Si selaku pembimbing akademik penulis yang tak henti-hentinya memberikan semangat dan motivasi. Terima kasih untuk setiap perhatian ibu yang telah dicurahkan kepada penulis setiap semesternya ketika penulis berkonsultasi;
5. Dra. Tresye Utari, M.Si selaku Koordinator Penelitian dan Ibu Ir. Widyastuti Samadi, M.Si selaku Koordinator Pendidikan;
6. Seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah mengajar dan membimbing penulis selama ini;
7. Bapak Wisnu dari BATAN, Bapak Welliam dari PT. Indesso Aroma, Bapak Jodi dari Pusat Penelitian Kimia LIPI Puspiptek Tangerang Serpong atas bantuannya;
8. Ir. Hedi Surrahman, M.Si. yang telah banyak membantu dalam proses peminjaman alat dan bahan selama penelitian;
9. Seluruh Staf Departemen Kimia FMIPA UI (Pak Marji, Pak Hadi, Babe”Trisno”, Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Kiri, dan Pak Amin atas kerjasama, dan pertolongannya;

Universitas Indonesia

10. Kak Rasyid, Kak Dyo, Mas Puji, Kak Alvin, Kak Zora dan Pegawai Afiliasi Kimia UI lainnya yang telah banyak membantu dalam karakterisasi sampel;
11. Kedua orang tua dan keluarga yang tiada henti memberikan bantuan, doa, dan dorongan semangat yang sangat berarti;
12. Suami tercinta yang telah memberikan begitu banyak perhatian, dorongan semangat, serta doa yang tiada hentinya;
13. Kak Iman atas bantuan dan saran yang diberikan;
14. Sahabat-sahabatku: Lulu Restiana, Dea Aditya, Disa Pramari, Agustina Muharromah, Mutiara, Lisa Fitriani, Bimo budi, Siti Rosyidah, GrandPrix;
15. Seluruh rekan-rekan penelitian lantai 3 dan lantai 4;
16. Seluruh rekan-rekan kimia 2008;
17. Adik-adik angkatan 2009 selamat berjuang.

Akhir kata, semoga Allah SWT membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2012

Universitas Indonesia

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sania Nurlu'lu
NPM : 0806326935
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Non-eksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Studi Pendahuluan Reaksi Oksidasi Katalitik Komponen Minyak Sereh Menggunakan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

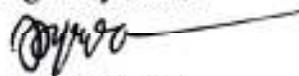
berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Non-eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 6 Januari 2012

Yang menyatakan


(Sania Nurlu'lu)

ABSTRAK

Nama : Sania Nurlulu
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Pendahuluan Reaksi Oksidasi Katalitik Komponen Minyak Sereh Menggunakan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂

Pada penelitian ini, katalis heterogen γ -Al₂O₃-TiO₂ dipreparasi dengan dua metode berbeda. Untuk membuat katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP), diawali dengan pembuatan boehmite dari kaolin dan gel Ti(OH)_n dihasilkan dari metode sol-gel hidrolisis Titanium Iso Propoksida (TTIP) dengan 0,33 mL HNO₃ 96 %. Kemudian kedua komponen tersebut diaduk dengan *stirrer*. Gel kemudian dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 18 jam. Sementara, katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) dibuat dengan melarutkan 10 g polietilen glikol dan 37.94 g TiCl₄ dalam 100 mL etanol untuk mendapatkan gel Ti(OH)_n kemudian dicampurkan dengan boehmite yang telah dibuat dan kemudian diaduk dengan *stirrer*. Gel kemudian dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 18 jam. Katalis hasil sintesis telah dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD. Katalis heterogen ini selanjutnya diaplikasikan untuk reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh. Penelitian ini mempelajari tentang transformasi komponen utama minyak sereh yaitu geraniol, sitronelal dan sitronelol sebelum dan setelah reaksi oksidasi katalitik. Reaksi oksidasi dilakukan dengan oksidator O₂ dan O₃ dan dengan variasi waktu reaksi. Produk hasil reaksi dianalisis menggunakan GC. Kromatogram GC menunjukkan bahwa variasi waktu reaksi mempengaruhi transformasi komponen minyak sereh. Semakin lama waktu reaksi maka persen distribusi geraniol semakin meningkat, dan persen distribusi sitronelal semakin menurun, tetapi persen distribusi sitronelol relatif tidak berubah.

Kata kunci : γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP), γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG), oksidasi katalitik, minyak sereh, sitronelal, geraniol, sitronelol.
xiii + 82 hlm. : 15 gambar, 9 tabel
Bibliografi : 37 (1981-2010)

ABSTRACT

Name : Sania Nurlulu
Program Study : Chemistry
Judul : Prestudy on The Catalytic Oxidation Reaction of Citronella Oil's Components Using γ -Al₂O₃-TiO₂ Catalyst.

In this research, the heterogeneous catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂ was prepared by two different methods. To prepare γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP), boehmite was first synthesized from kaolin and Ti(OH)_n gel was obtained by the sol-gel hydrolysis of Titanium Iso Propoxide (TTIP) in 0,33 mL HNO₃ 96 %. Both components were then mixed under stirring. The precipitate was dried and calcined at 550 °C for 18 hours. Meanwhile, the catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) was prepared by mixing 10 g PEG and 37.94 g TiCl₄ in 100 mL ethanol to obtain Ti(OH)_n gel and then the synthesized boehmite was added and were mixed under stirring. The precipitate was dried and calcined at 500 °C for 18 hours. The synthesized catalysts were characterized using XRD and FTIR and were applied on the oxidation of *citronella oil's* components. This research studied the transformation of the main components of *citronella oil* namely geraniol, citronellal and citronellol before and after the catalytic oxidation reaction. The oxidation reactions were carried out by using ozone (O₃) and oxygen (O₂) as oxidator and by varying reaction time. The reaction products were analyzed using GC. The GC chromatograms showed the influences of reaction time on the transformation of *citronella oil's* components. The longer reaction time produced the increased distribution percentage of geraniol component and the decreased percentage of citronellal, but the percentage of citronellol was relatively unchanged.

Keywords : γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP), γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG), catalytic oxidation, citronella oil, citronellal, geraniol, citronellol.

xiii+82 pages : 15 pictures, 9 tables

References : 37 (1981-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Hipotesis	5
1.5 Metode Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Katalis	6
2.1.1 Parameter Katalis	7
2.1.2 Jenis Katalis	7
2.1.3 Katalis Heterogen	8
2.1.4 Pembuatan Katalis Heterogen	9
2.2 Kaolin	10
2.3 Alumina (Al_2O_3)	11
2.3.1 γ - Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)	11
2.3.2 Pembuatan γ - Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)	12
2.4 Titanium dioksida (TiO_2)	13
2.5 Oksida Campur $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	13
2.6 Polietilen Gilkol	14
2.7 Karakterisasi Katalis	15
2.7.1 Difraksi Sinar-X	15
2.7.2 Spektrofotometer FT-IR	16
2.8 Reaksi Oksidasi Katalitik	17
2.9 Tumbuhan Minyak Sereh	17
2.9.1 Sitronelal	18
2.9.2 Sitronelol	19
2.9.3 Geraniol	19
2.10. Analisis Hasil Reaksi Oksidasi Katalitik	20
2.10.1 Analisis dengan Kromatografi Gas (GC)	20

BAB III METODE PENELITIAN	22
3.1 Lokasi.....	22
3.2 Alat dan Bahan.....	22
3.2.1 Alat yang digunakan.....	22
3.2.2 Bahan yang digunakan.....	22
3.2.2.1 Bahan Kimia Kualitas Proanalisis.....	22
3.2.2.2 Bahan Kimia Kualitas Teknis.....	22
3.3 Metode Kerja.....	23
3.3.1 Pembuatan Boehmite dari Kaolin.....	23
3.3.2 Pembuatan Katalis.....	24
3.3.2.1 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	24
3.3.2.2 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG).....	24
3.3.3 Reaksi Oksidasi Katalitik.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂	26
4.1.1 Pembuatan Boehmite dari Kaolin.....	26
4.1.2 Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	28
4.1.3 Katalis γ -Al ₂ O ₃ - TiO ₂ (PEG).....	29
4.2 Karakterisasi Katalis.....	30
4.2.1 Difraksi Sinar X (XRD).....	30
4.2.2 FTIR.....	33
4.3 Reaksi Oksidasi Katalitik.....	35
4.4 Analisis Produk Hasil Oksidasi Katalitik dengan GC.....	35
4.4.1 Reaksi Oksidasi Sitronelol Murni.....	35
4.4.2 Reaksi Oksidasi Komponen Minyak Serih.....	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Komponen terbesar minyak sereh wangi.....	2
Gambar 2.1	Kurva hubungan antara reaksi katalisis dan nonkatalisis.....	6
Gambar 2.2	Struktur kimia kaolin secara tiga dimensi.....	10
Gambar 2.3	Hubungan beberapa bentuk alumina.....	12
Gambar 2.4	Stuktur Polietilen Glikol.....	14
Gambar 2.5	Reaksi pengikatan titanium hidroksida pada PEG.....	15
Gambar 2.6	Peralatan kromatografi gas.....	21
Gambar 4.1	Pola difraksi sampel kaolin.....	26
Gambar 4.2	Reaksi pengikatan titanium hidroksida pada PEG.....	30
Gambar 4.3	Difraktogram katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	31
Gambar 4.4	Difraktogram katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG).....	32
Gambar 4.5	Spektrum FTIR boehmite.....	33
Gambar 4.6	Spektrum FTIR katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	34
Gambar 4.7	Spektrum FTIR katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG).....	34
Gambar 4.8	Kurva % distribusi terhadap waktu.....	38



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi tiga komponen terbesar dalam sampel minyak sereh wangi.....	18
Tabel 4.1	Data XRD kaolin.....	26
Tabel 4.2	Data hasil analisis XRD katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	31
Tabel 4.3	Data hasil analisis XRD katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG).....	32
Tabel 4.4	Hasil reaksi oksidasi katalitik senyawa sitronelol murni selama 1 jam.....	36
Tabel 4.5	Persen produk hasil reaksi oksidasi minyak sereh dengan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	37
Tabel 4.6	Persen produk hasil reaksi oksidasi minyak sereh dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG).....	38
Tabel 4.7	Persen komposisi tiga komponen terbesar dan komponen lain pada minyak sereh hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	39
Tabel 4.8	Persen komposisi tiga komponen terbesar dan komponen lain pada minyak sereh hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG)	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Bagan kerja pembuatan katalis.....	45
Lampiran 2	Bagan kerja reaksi oksidasi katalitik.....	48
Lampiran 3	Alat yang digunakan pada penelitian.....	49
Lampiran 4	Data hasil analisis difraksi sinar-X	51
Lampiran 5	Spektra dan data difraksi sinar-X pada katalis γ -Al ₂ O ₃ standar dan TiO ₂ anatase standar	53
Lampiran 6	Spektrum FT-IR.....	54
Lampiran 7	Kromatogram zat murni.....	56
Lampiran 8	Kromatogram hasil reaksi sitronelol murni	58
Lampiran 9	Kromatogram minyak serih (<i>Citronella oil</i>) sebelum reaksi....	60
Lampiran 10	Kromatogram hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + O ₂	61
Lampiran 11	Kromatogram hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + O ₃	66
Lampiran 12	Kromatogram hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG) + O ₂	71
Lampiran 13	Kromatogram hasil reaksi dengan katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG) + O ₃	76
Lampiran 14	Cara perhitungan.....	81

BAB 1

PENDAHULUAN

Latar Belakang

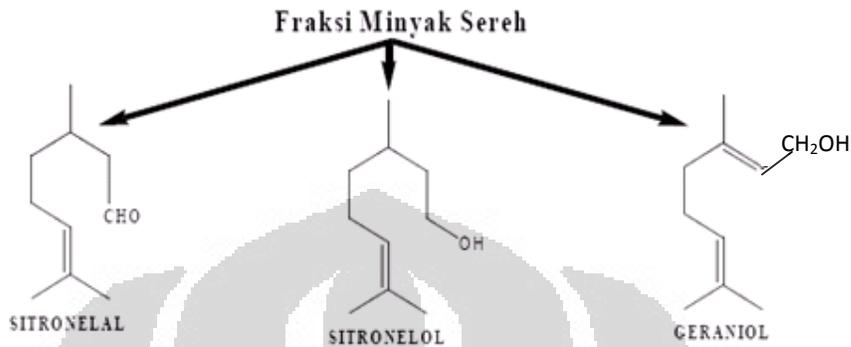
Dewasa ini, penggunaan katalis sudah tidak asing lagi di berbagai industri seperti industri makanan, aroma, farmasi, dan lain-lain. Salah satu jenis reaksi yang cukup penting dilakukan di industri adalah reaksi oksidasi. Reaksi oksidasi pada senyawa organik telah banyak dipelajari sebagai salah satu reaksi kimia yang penting (Liang Nie et al., 2006), karena produk yang dihasilkan mempunyai banyak manfaat dalam berbagai hal.

Indonesia termasuk negara penghasil utama beberapa jenis minyak atsiri seperti minyak sereh, minyak cengkeh, minyak kenanga, minyak akar wangi, minyak cendana, minyak nilam, dsb. Minyak atsiri tersebut diekspor ke Amerika Serikat dan Eropa, sedangkan kenyataannya di Indonesia sendiri hanya sedikit minyak atsiri yang diproses lebih lanjut menjadi bahan baku yang dapat langsung dipakai maupun sebagai produk akhir. Hingga sekarang masih sedikit perhatian para pakar kimia Indonesia untuk mengolah bahan dasar tersebut menjadi produk yang lebih tinggi nilainya. (Hardjono, 1992)

Salah satu minyak atsiri yang dihasilkan dan dapat dijadikan sumber devisa bagi negara adalah minyak sereh wangi. Sampai saat ini, Indonesia baru menghasilkan sembilan jenis minyak atsiri yaitu: minyak cengkeh, minyak kenanga, minyak nilam, minyak akar wangi, minyak pala, minyak kayu putih dan minyak sereh wangi. Dari sembilan jenis minyak atsiri ini terdapat enam jenis minyak yang paling menonjol di Indonesia yaitu minyak pala, minyak nilam, minyak cengkeh dan minyak sereh wangi.

Minyak sereh wangi dihasilkan dengan cara menyuling daun sereh yang mengandung kurang dari 0.5-1.2 persen minyak. Minyak sereh wangi memiliki komponen kimia yang cukup kompleks, namun komponen yang terpenting adalah sitronelal dan geraniol. Kedua komponen tersebut menentukan intensitas aroma, harum, serta nilai harga minyak sereh wangi. Kadar komponen kimia penyusun utama minyak sereh wangi tidak tetap, dan tergantung pada beberapa faktor.

Biasanya jika kadar geraniol tinggi maka kadar sitronelal juga tinggi. Komponen terbesar dalam minyak sereh adalah sitronelol, sitronelal dan geraniol (Ketaren, 1987).



Gambar 1.1 Komponen terbesar minyak sereh wangi

[Sumber: Ade Nurisman (Skripsi: Sintesa Mentol Dari Sitronelal dalam Proses Satu Tahap Menggunakan Katalis Dwifungsi. 2009)]

Pada penelitian ini dilakukan reaksi oksidasi terhadap komponen minyak sereh dengan harapan dapat meningkatkan mutu minyak sereh dengan parameter kenaikan sitronelal dan geraniol. Sitronelal dan geraniol merupakan komponen utama dalam minyak sereh wangi, merupakan senyawa yang berbau harum dan memiliki peran yang penting dalam industri parfum. Selain itu, sitronelal dan geraniol juga berperan dalam proses sintesis beberapa senyawa terpen sehingga dapat diolah menjadi produk yang dapat meningkatkan nilai tambah, oleh karena itu banyak industri yang mengusahakan agar hasil dari minyak sereh wangi memiliki kandungan sitronelal dan geraniol yang cukup besar. (E. Agustian et al., 2004).

Pada setiap reaksi oksidasi hampir selalu dibutuhkan energi aktivasi yang cukup tinggi, oleh karena itu dibutuhkan katalis homogen maupun katalis heterogen yang berperan dalam menurunkan energi aktivasi tersebut. Namun, penggunaan katalis homogen menemui kesulitan pada saat akan dilakukan pemisahan dan pemurnian produk, sehingga penggunaan katalis heterogen lebih disukai oleh industri. Selain itu, penggunaan katalis heterogen juga menyediakan berbagai keuntungan lain seperti sifatnya yang tidak korosif terhadap reaktor, bisa digunakan berulang kali, dan stabil terhadap suhu reaksi yang tinggi. Katalis

heterogen mempromosikan reaksi dengan berwujud gas atau cair dalam kontak dengan material padat. Salah satu bentuk katalis padat yang sering dipakai adalah katalis dengan *support* dimana material katalis aktif didispersikan melalui permukaan padatan.

Menurut Knozinger (1985), alumina umum digunakan sebagai penyangga katalis, karena alumina mudah diperoleh dalam jumlah besar, memiliki kemurnian yang tinggi, stabil secara termal, dan memiliki luas permukaan yang besar, yaitu 100-250 m²/g. Dalam penelitian ini, alumina diperoleh dari kaolin dengan menggunakan proses asam. Kaolin dapat digunakan sebagai bahan baku alternatif dalam pembuatan alumina karena kaolin mudah diperoleh, harganya murah, dan memiliki kandungan aluminium yang relatif besar ($\pm 40\%$). Alumina yang dihasilkan diharapkan merupakan kelompok γ -Alumina. Umumnya yang digunakan sebagai penyangga katalis berasal dari kelompok γ -Alumina karena memiliki luas permukaan yang besar.

Henny Purwaningsih (2002) telah membuat alumina dari kaolin dan melakukan studi katalisis heterogen untuk sintesis vanili dari eugenol minyak gagang cengkeh dimana hasil penelitian menunjukkan bahwa persentase hasil pembuatan γ -Al₂O₃ sebesar 9%, sedangkan untuk η -Al₂O₃ sebesar 10.28%.

Nurofik (2008) telah berhasil melakukan reaksi oksidasi katalitik gugus OH sekunder pada 2-butanol menggunakan katalis TiO₂- Al₂O₃ dengan dua preparasi yang berbeda, yaitu TiO₂- Al₂O₃ (1:1) – U dan TiO₂- Al₂O₃ (1:1) – PEG dan menyatakan bahwa katalis TiO₂- Al₂O₃ (1:1) – PEG memberikan % konversi yang paling optimum.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis katalis γ -Al₂O₃- TiO₂ dengan dua sumber TiO₂ dan metode preparasi yang berbeda, yang akan diaplikasikan untuk reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh dengan oksidator oksigen dan ozon. Katalis akan dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD. Sedangkan analisis hasil reaksi oksidasi menggunakan GC.

Perumusan Masalah

Reaksi oksidasi merupakan reaksi yang penting dalam sintesis organik. Oksidasi masih menggunakan katalis homogen (Sheldon et al., 2000). Reaksi oksidasi merupakan reaksi yang memiliki energi aktivasi yang tinggi. Oleh karena

itu, penggunaan katalis baik katalis homogen maupun katalis heterogen amatlah penting.

Liang Nie, Xin Ke Ke, et al (2007) menyatakan bahwa sintesis benzaldehida dari oksidasi stirena telah berhasil dilakukan dengan oksidator O_2 dan katalis TiO_2 dan TiO_2-SiO_2 . Dinyatakan pula bahwa kehadiran katalis TiO_2 dan TiO_2-SiO_2 mempengaruhi hasil / yield dari benzaldehida.

Warangkana Kanjina, Wimonrat Trakarnpruk (2009) mengemukakan bahwa oksidator ramah lingkungan seperti H_2O_2 dapat digunakan untuk reaksi oksidasi selektif sikloheksanol dan benzyl alkohol dengan katalis heteropolioksometalat, dimana sikloheksanol teroksidasi menjadi sikloheksanon dengan yield 98% dan selektivitas 100% sedangkan benzyl alkohol teroksidasi menjadi benzaldehyde dengan yield 96% dan selektivitas 37%.

Nurofik (2008) menyatakan bahwa $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (PEG) menghasilkan % konversi yang cukup besar untuk reaksi oksidasi katalitik gugus OH sekunder pada 2-butanol, sedangkan Visti Ulyani (2011), menyatakan bahwa $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (TTIP) lebih aktif daripada menggunakan katalis $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (PEG) untuk reaksi oksidasi katalitik isoeugenol menjadi vanili.

Berdasarkan penelitian tersebut, reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh dilakukan dengan katalis $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (TTIP) dan $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (PEG) dan melihat kondisi optimumnya menggunakan oksidator O_2 dan O_3 dan dengan variasi waktu yang diberikan.

Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk menguji aktivitas dan selektivitas katalis heterogen $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (TTIP) dan $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (PEG) pada reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh, meningkatkan mutu minyak sereh dengan parameter kenaikan geraniol dan sitronelal, membandingkan hasil reaksi oksidasi dengan pemakaian O_3 maupun O_2 sebagai oksidator dan untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap hasil reaksi dalam persen distribusi produk.

1.4 Hipotesis

1. Katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) dapat digunakan dan cukup selektif dalam reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh.
2. Mutu minyak sereh meningkat dengan reaksi oksidasi komponen minyak sereh.
3. Pengaruh oksidator O_2 dan O_3 sebagai oksidator dapat terlihat pada hasil reaksi.
4. Waktu reaksi dapat mempengaruhi hasil reaksi

1.5 Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah studi literatur dan metode eksperimen. Studi literatur dilakukan di perpustakaan FMIPA UI dengan referensi dari jurnal-jurnal ilmiah dan buku yang berkaitan dengan reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. Penulisan karya ilmiah berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan.

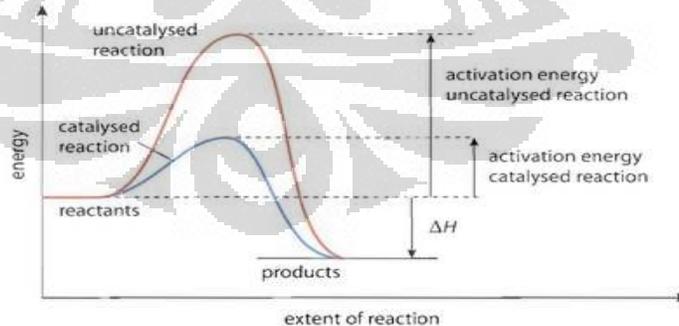
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu sampai mencapai kesetimbangan kimianya, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Proses reaksi menggunakan katalis disebut reaksi katalisis (Atkins, 1997). Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis akan berinteraksi dengan reaktan menghasilkan zat antara (Intermediet aktif), yang merupakan banyak reaksi atomik atau molekular, dan selanjutnya akan membentuk produk reaksi.

Katalis dapat menurunkan energi aktivasi (E_a), membuat pereaksi mudah mencapai kompleks teraktifkan untuk menghasilkan intermediet reaktif yang akan saling berinteraksi membentuk produk (Atkins, 1997). Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk. Katalis dapat menyediakan jalan reaksi alternatif dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Hubungan antara reaksi katalisis dan non-katalisis dengan energi aktivasi dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Kurva hubungan antara reaksi katalisis dan nonkatalisis

2.1.1 Parameter Katalis

Untuk mendapatkan katalis yang baik maka parameter yang harus diperhatikan, diantaranya (Handoko,2003) :

- a. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
- b. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
- c. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
- d. Rendemen katalis / yield, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
- e. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

2.1.2 Jenis Katalis

Katalis dapat dibedakan ke dalam tiga golongan utama, yaitu katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim (S. Gerard, 2000). Katalis heterogen adalah katalis yang ada dalam fase berbeda dengan substrat, katalis homogen adalah katalis yang berada dalam fase yang sama dengan substrat atau interaksi substrat-katalis berada pada fasa yang sama, dan katalis enzim merupakan molekul protein dengan ukuran koloid, memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.

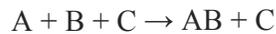
Satu contoh sederhana untuk katalisis heterogen yaitu bahwa katalis menyediakan suatu permukaan di mana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi lemah sedemikian sehingga memadai terbentuknya produk baru. ikatan antara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas.

Katalis homogen umumnya bereaksi dengan satu atau lebih pereaksi untuk membentuk suatu perantara kimia yang selanjutnya bereaksi membentuk produk

akhir reaksi, dalam suatu proses yang memulihkan katalisnya. Berikut ini merupakan skema umum reaksi katalitik, di mana C melambangkan katalisnya:



Meskipun katalis (C) berinteraksi oleh reaksi 1, namun selanjutnya dihasilkan kembali oleh reaksi 2, sehingga reaksi keseluruhannya menjadi :



2.1.3 Katalis Heterogen

Katalis heterogen biasanya merupakan katalis yang berupa padatan / fasa padat, dan berinteraksi dengan reaktan yang berbeda fasa, yaitu cair atau gas, sehingga interaksi yang mungkin terjadi dapat berupa padat-gas atau padat-cair. Mekanisme pada reaksi katalisis heterogen lebih kompleks karena sisi aktif katalis tidak terdistribusi secara merata dalam medium reaksi. Akan tetapi katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dari campuran reaksinya dan juga lebih stabil terhadap perlakuan panas, sehingga jika diperlukan seperti untuk regenerasi katalis, dapat dilakukan pada suhu tinggi.

Pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) tertentu, siklus katalitik tersebut didahului dengan terjadinya transfer reaktan menuju permukaan katalis. Reaktan kemudian berinteraksi dengan katalis sehingga terjadi proses adsorpsi pada permukaan katalis. Spesies yang teradsorpsi akan bereaksi menghasilkan produk. Pada tahap ini terjadi penurunan energi aktifitas reaksi. Setelah reaksi selesai, produk yang terbentuk akan terdesorpsi dari permukaan katalis, lalu menjauhi katalis (Wibowo, 2004).

Adsorpsi merupakan suatu proses dimana molekul yang berasal dari fase gas atau fase cair saling terikat membentuk suatu lapisan jenuh pada permukaan suatu padatan atau cairan. Molekul yang terikat pada permukaan disebut adsorbat, sedangkan bahan dimana suatu adsorbat terikat disebut adsorben. Proses ketika molekul-molekul terikat pada permukaan disebut adsorpsi sedangkan proses pelepasan molekul dari permukaan disebut desorpsi. Adsorpsi terbagi menjadi dua, yaitu adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisik (fisisorpsi) melibatkan

interaksi Van der Waals, sedangkan adsorpsi kimia (kimisorpsi) melibatkan pembentukan dan pemutusan ikatan kimia.

Katalis heterogen sering digunakan dalam industri, hal ini disebabkan karena :

- a. Mempunyai aktivitas katalitik dan selektivitas yang tinggi
- b. Katalis heterogen tidak merusak reaktor
- c. Katalis heterogen dapat diregenerasi dan digunakan berulang kali
- d. Katalis heterogen mudah dipisahkan dari produk reaksi maupun reaktan
- e. Katalis heterogen aman bagi lingkungan.

Komponen utama pada katalis heterogen yaitu fasa aktif dan penyangga. Fasa aktif berfungsi untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi. Fasa aktif dari katalis bisa menjadi tidak aktif karena beberapa sebab seperti kehadiran CO, CO₂, dan senyawa-senyawa sulfur, serta suhu reaksi yang terlalu tinggi. Sedangkan penyangga atau *support* berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi fasa aktif, memperbaiki kekuatan mekanik, serta meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalis.

2.1.4 Pembuatan Katalis Heterogen

Reaksi katalisis biasanya terjadi pada sisi aktif permukaan katalis. Semakin banyak sisi aktif maka reaksi akan berjalan semakin baik. Oleh karena itu katalis heterogen dibuat pada suatu material pendukung, terutama bila sisi aktif merupakan logam mulia yang mahal. Material pendukung biasanya adalah material yang mempunyai luas permukaan yang besar dan mempunyai ketahanan mekanis dan termal yang baik.

Katalis logam atau oksida logam *ter-support* biasanya dibuat dengan mereduksi prekursor garam logam pada material pendukung. Perbedaan mendasar pembuatan katalis logam atau oksida logam *ter-support* adalah cara penggabungan prekursor garam dengan material pendukung, yaitu melalui metode kopresipitasi dan impregnasi.

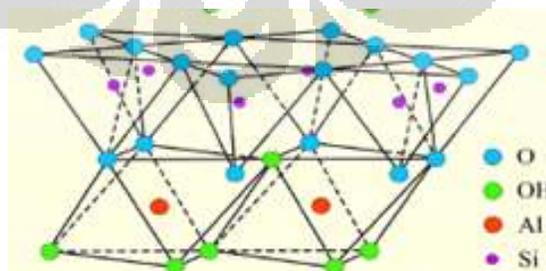
Metode kopresipitasi / pengendapan dilakukan dengan menambahkan larutan pengendap pada larutan yang mengandung prekursor material pendukung dan katalis, sehingga terbentuk spesi logam hidroksida yang akan bereaksi dengan gugus hidroksil permukaan yang diikuti dengan lepasnya molekul air. Metode ini umumnya digunakan untuk memperoleh distribusi fasa aktif yang sangat seragam. Sedangkan pada metode impregnasi dilakukan dengan cara perendaman, sehingga terjadi adsorpsi prekursor garam katalis pada material pendukung.

2.2 Kaolin

Kaolin merupakan sejenis mineral yang namanya berasal dari kata “Kao-ling” yaitu nama yang diberikan untuk sebuah bukit dekat Jau-chau Fu, Cina, suatu tempat dimana pertama kali kaolin ditambang. (Sepulveda et al, 1983).

Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) merupakan mineral liat akibat hasil akhir pelapukan dan metamorfosis silika dan silikat. Kaolin memiliki karakteristik sifat lunak bila lembab, tidak menyimpan air, plastisitasnya tinggi, cepat kering, dan berukuran halus. Pada umumnya kaolin berwarna putih, tetapi ada pula yang berwarna kuning, kecoklatan, bahkan kadang-kadang berwarna kehijauan. Kekerasan kaolin berkisar antara 2-2,5 dan kerapatan jenisnya antara 2,58 - 2,6.

Komponen-komponen kimia yang terkandung dalam kaolin adalah oksida-oksida anorganik dan ion logam berat yang terdapat dalam jumlah yang sangat kecil. SiO_2 dan Al_2O_3 merupakan oksida-oksida anorganik yang memiliki jumlah kandungan terbesar dalam kaolin, sedangkan Fe_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2 , Na_2O terdapat dalam jumlah yang kecil. Struktur kimia kaolin secara tiga dimensi digambarkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Struktur kimia kaolin secara tiga dimensi

Dalam penelitian ini, kaolin digunakan sebagai sumber alumina untuk pembuatan katalis. Alumina diperoleh dari kaolin dengan menggunakan asam klorida dan asam nitrat (aqua regia). Waktu yang dibutuhkan relatif lebih sedikit dan alumina yang terekstraksi dapat mencapai 98%. Senyawa pengotor berupa garam-garam klorida dihilangkan dengan ekstraksi menggunakan pelarut organik atau dengan pengendapan. Kemudian dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu tinggi, sehingga diperoleh γ - Al_2O_3 .

2.3 Alumina (Al_2O_3)

Alumina merupakan suatu oksida aluminium atau Al_2O_3 . Alumina sering digunakan dalam industri sebagai adsorben, katalis, dan penyangga katalis. Nama alumina sering digunakan untuk produk derivat aluminium hidroksida dan produk dekomposisi termalnya. Alumina memiliki sifat-sifat seperti keras, titik leleh tinggi, konduktivitas listrik rendah, dan tahan terhadap suhu tinggi. Oleh karena itu, alumina banyak digunakan dalam industri kertas, cat, katalis, dan lain-lain. Sifat dan kegunaan alumina ini berhubungan dengan struktur hidroksida dan dekomposisi termalnya.

Sifat alumina sangat bervariasi tergantung pada cara pembuatannya. Alumina bersifat amfoter, artinya mempunyai sifat keasaman dan kebasaan yang ditentukan oleh gugus atau ion permukaan yang berada di ujung mikrokristalit.

2.3.1 γ - Alumina (γ - Al_2O_3)

γ - alumina merupakan alumina yang stabil dan yang paling sering digunakan sebagai katalis. γ - alumina berbentuk padatan amorphous yang mempunyai struktur spinel, dimana ion oksigen membentuk kemas rapat kubus (ccp) dan ion-ion Al^{3+} menempati koordinasi oktahedral dan tetrahedral dalam kisi oksigen. Struktur Al^{3+} oktahedral dikelilingi 6 atom O^{2-} dan struktur Al^{3+} tetrahedral dikelilingi 4 atom O^{2-} .

Pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar. Selain itu, γ -alumina juga tidak mahal, stabil pada suhu tinggi, stabil secara fisik dan kuat, dan

mudah dibentuk dalam proses pembuatannya. Oleh karena itu, γ -alumina banyak digunakan sebagai katalis.

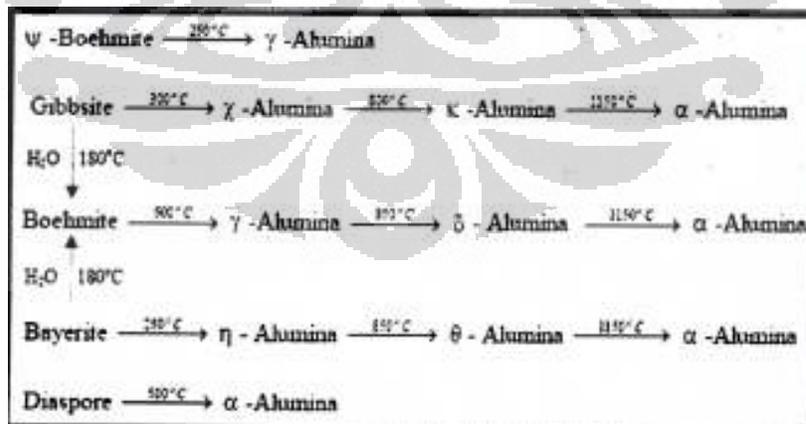
2.3.2 Pembuatan γ - Alumina (γ - Al_2O_3)

Alumina dihasilkan melalui pengendapan larutan encer yang mengandung ion Al^{3+} . Endapan yang pertama dihasilkan adalah suatu bahan seperti gel yang bersifat amorf. Endapan pertama biasanya di-aging (dituakan) pada $40\text{-}80^\circ\text{C}$. prosedur aging sangat penting dalam penentuan sifat-sifat produk akhir. Setelah aging, endapan disaring, dan dicuci kemudian dikeringkan (Gates, 1979).

Pengendapan awal akan membentuk gel boehmite, apabila gel ini langsung disaring tanpa proses aging kemudian dikalsinasi, maka dihasilkan senyawa antara yang tidak dapat diidentifikasi. Bahan ini akan tetap amorf sampai dilakukan pembakaran lebih lanjut.

Apabila gel boehmite di-aging pada suhu 40°C , maka dihasilkan bayerite. Jika bayerite dicuci, dikeringkan kemudian dikalsinasi maka terbentuk η - Al_2O_3 . Kalsinasi pada suhu yang lebih tinggi lagi akan menghasilkan θ - Al_2O_3 , sedangkan kalsinasi lebih lanjut pada suhu diatas 1100°C akan menghasilkan α - Al_2O_3 .

Bayerite yang dihasilkan melalui proses aging lebih lanjut, dapat menghasilkan kristal boehmite. Apabila kristal disaring dan dicuci lalu dipanaskan, maka akan terbentuk γ - Al_2O_3 . Gambar 2.3 berikut merupakan hubungan beberapa bentuk alumina serta proses pembuatannya.



Gambar 2.3 Hubungan beberapa bentuk alumina

[Sumber: C.N. Satterfield, (1991)]

2.4 Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium (Ti) merupakan logam transisi golongan IVB dengan nomor atom 22. Titanium mempunyai konfigurasi elektron $[\text{Ar}]3d^24s^2$. Titanium berwarna perak keabu-abuan, mempunyai sifat ringan, kuat dan tahan korosi.

Beberapa sifat dari logam titanium yaitu; keras, tahan panas ($1680\text{ }^\circ\text{C}$ - $3260\text{ }^\circ\text{C}$), penghantar panas dan listrik yang baik, tahan terhadap korosi sehingga banyak digunakan untuk mesin turbin, industri kimia, dan peralatan laut. Meskipun unsur yang tidak reaktif, TiO_2 dapat bereaksi dengan unsur-unsur non logam seperti hidrogen, halogen, oksigen, nitrogen, karbon, boron, silikon, dan sulfur pada suhu tertentu. Sifat dari senyawa titanium oksida yaitu sangat stabil dan tahan panas.

TiO_2 dialam memiliki tiga bentuk kristal yaitu rutil, anatase, dan brukit. TiO_2 . TiO_2 rutil murni dapat diperoleh di alam, juga dapat berasal dari bijih ilmenit (FeTiO_3). TiO_2 memiliki struktur kristal tetragonal dengan berat molekul sebesar 79.89 g/mol , kerapatan $3,83\text{ g/cm}^3$, dan indeks bias sebesar 2.49.

TiO_2 biasa digunakan sebagai katalis karena memiliki luas permukaan yang cukup besar, stabil dan tahan panas. Struktur anatase yang tersusun atas ion Ti^{4+} yang terkoordinasi dengan 6 ion O^{2-} ini memiliki luas permukaan sekitar $200\text{--}300\text{ m}^2/\text{g}$ serta aktivitas dan selektivitas yang tinggi untuk adsorpsi (Cotton, 1989).

2.5 Oksida Campur $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

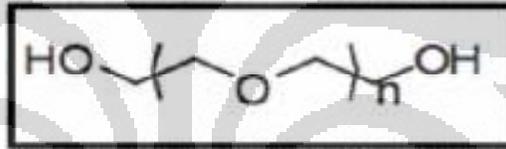
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dapat dibuat dengan menambahkan kristal anatase TiO_2 kedalam larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ yang ditambahkan larutan NH_4OH secara perlahan sampai terbentuk gel aluminium hidroksida atau boehmite. Setelah proses aging, gel dicuci dan dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$, maka akan terbentuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

Pembuatan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dapat menggunakan sumber berupa padatan maupun larutan. Namun sulit sekali mendapatkan larutan Ti^{4+} karena energi untuk mengeluarkan empat elektron begitu besar dan Ti^{4+} tidak stabil. Cara lain yang dapat digunakan yaitu dengan hidrolisis titanium tetraisopropoksida akan menghasilkan sol-gel TiO_2 yang cukup stabil (Elvira et al., 1981).

2.6 Polietilen Glikol

Polietilen glikol (PEG) adalah salah satu polimer yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi. Secara kimiawi, PEG merupakan sekelompok polimer sintetik yang larut air dan memiliki kesamaan struktur kimia berupa adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$).

Polietilen glikol termasuk bahan untuk pembuatan surfaktan non ionik, salah satu sifat penting dari surfaktan adalah kemampuan untuk meningkatkan kelarutan bahan yang tidak larut atau sedikit larut dalam medium dispersi. Surfaktan pada konsentrasi rendah, menurunkan tegangan permukaan dan menaikkan laju kelarutan suatu zat. Sedangkan pada *Critical Micel Concentration* (CMC) surfaktan akan berkumpul membentuk agregat yang disebut misel. Struktur PEG dapat dilihat pada gambar 2.4.

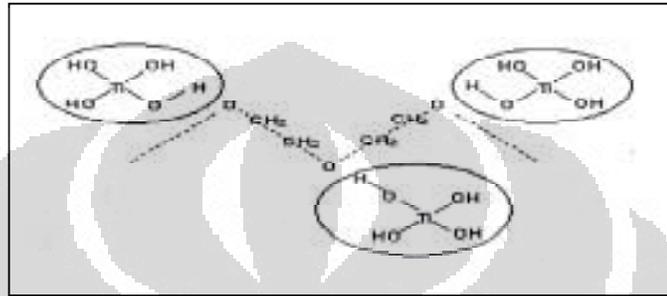


Gambar 2.4 Struktur polietilen glikol

Penambahan PEG pada pembuatan katalis bertujuan untuk mencegah terbentuknya cluster Ti yang merupakan sisi aktif katalis, sehingga partikel Ti dapat terdistribusi merata pada padatan pendukung. Untuk melarutkan PEG dapat digunakan etanol, selain itu etanol juga bisa digunakan untuk mencegah terjadinya hidrolisis TiCl_4 dalam lingkungan air. Setelah proses pemanasan dalam oven, etanol akan menguap sehingga atom hidrogen dari campuran logam hidroksida, $\text{Al}(\text{OH})_3$ dan $\text{Ti}(\text{OH})_n$, menggantikan etanol untuk berikatan dengan PEG. Pengikatan $\text{Ti}(\text{OH})_n$ pada PEG dapat dilihat pada Gambar 2.5. Hal yang sama juga terjadi pada $\text{Al}(\text{OH})_3$, dimana ikatan yang terbentuk merupakan ikatan hidrogen. Melalui pembentukan ikatan hidrogen tersebut, dapat mencegah penggabungan antara atom-atom Ti, sehingga pembentukan cluster dapat dihindari. Pada saat kalsinasi, PEG akan terdekomposisi menjadi gas, sehingga

PEG terlepas dari struktur kristal. Selama kalsinasi juga terjadi reaksi oksida logam dengan penyangga, sehingga terjadi ikatan antara alumina dengan titania membentuk katalis γ - Al_2O_3 - TiO_2 (PEG).

PEG 6000 merupakan salah satu jenis PEG. PEG 6000 mempunyai gugus etilen oksida lebih banyak dibandingkan dengan PEG 1000, sehingga distribusi Ti pada padatan pendukung menjadi lebih sempurna (Visti, 2008).



Gambar 2.5 Reaksi pengikatan titanium hidroksida pada PEG

2.7 Karakterisasi Katalis

2.7.1 Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X merupakan salah satu cara karakterisasi material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur dari material kristal. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral. Sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg, yaitu nilai sudut difraksi θ yang berbanding terbalik dengan nilai d (jarak antar kisi dalam kristal). Sesuai dengan persamaan Bragg :

$$n \lambda = d \sin \theta$$

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.

Difraksi sinar-X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Pengukuran kristalinitas relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut indeks miller. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula. Penyesuaian difraktogram dengan data-data XRD sampel pada kumpulan data standar memberikan suatu identifikasi dalam analisis XRD.

2.7.2 Spektrofotometer FT-IR

Spektrofotometer FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) adalah instrumen analisis kimia yang menggunakan sebuah metode persamaan matematika yaitu transformasi fourier yang digunakan untuk konversi spektrum waktu ke spektrum frekuensi. Daerah radiasi spektrofotometri infra merah berkisar dibagi menjadi tiga, yaitu IR dekat pada bilangan gelombang $13000-4000\text{ cm}^{-1}$, IR tengah pada $4000-200\text{ cm}^{-1}$, dan IR jauh pada $200-10\text{ cm}^{-1}$. Untuk keperluan analisis biasanya digunakan pada kisaran bilangan gelombang antara $4000-400\text{ cm}^{-1}$.

Molekul hanya menyerap frekuensi tertentu dari radiasi infra merah. Untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus memiliki perubahan momen dipol, sebagai akibat dari vibrasi. Perbedaan radiasi medan listrik berinteraksi dengan molekul menimbulkan perubahan amplitudo sebagian gerakan molekul. Setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai frekuensi vibrasi yang berbeda pula, maka tidak ada molekul yang berbeda strukturnya memiliki spektrum infra merah yang tepat sama. Pengukuran yang dilakukan berdasarkan analisis spektrum serapan di daerah infra merah dengan menggunakan spektrokopi infra merah, digunakan untuk mempelajari gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa.

Prinsip kerja FT-IR adalah sebagai berikut. Suatu sumber infra merah akan mengemisikan energi infra merah dan berjalan melalui interferometer dimana

sinar tersebut dipisahkan dan digabungkan kembali untuk menghasilkan suatu pola interferensi. Intensitas dari frekuensi sinar ditransmisikan dan diukur oleh detektor. Hasil dari detektor adalah interferogram, yaitu suatu daerah waktu yang menggambarkan pola interferensi. Dengan adanya ADC (*analog to Digital Converter*), akan mengubah pengukuran tersebut menjadi suatu format digital yang dapat digunakan oleh komputer. Interferogram diubah menjadi suatu pita spektrum tunggal (*single beam spectrum*) oleh FFT (*Fast Fourier Transform*).

2.8 Reaksi Oksidasi Katalitik

Pengertian reaksi oksidasi dalam kimia dapat dilihat dari berbagai aspek, yaitu :

- a. dalam hal transfer oksigen, oksidasi adalah reaksi antara suatu zat dengan oksigen (suatu zat tersebut mendapatkan oksigen).
- b. dalam hal transfer elektron zat yang teroksidasi melepaskan elektron dan mengalami kenaikan bilangan oksidasi. Sebaliknya, pada oksidator terjadi reduksi dan mengalami penurunan bilangan oksidasi serta menangkap elektron.
- c. dalam hal transfer hidrogen, zat yang teroksidasi mengalami kehilangan atom H atau pembentukan ikatan baru antara C dan H.

Suatu alkohol primer apabila dioksidasi maka gugus hidroksilnya akan berubah menjadi gugus karbonil (Fessenden,1991). Dalam hal ini maka oksidasi sitronelol akan menghasilkan sitronelal. Oksidator utama adalah oksigen dan ozon yang dibantu katalis padatan oksida logam. Digunakan oksida logam yang memiliki sifat redoks, seperti Titanium. Oksida logam ini dapat disangga oleh pendukung katalis, seperti γ Alumina.

2.9 Tumbuhan Minyak Sereh

Minyak sereh wangi adalah salah satu minyak atsiri yang penting di Indonesia disamping minyak atsiri lainnya seperti cengkeh, minyak nilam, dan minyak akar wangi. Minyak sereh wangi merupakan jenis minyak atsiri yang dihasilkan oleh tanaman sereh wangi. Sereh wangi memiliki dua tipe, tipe Ceylon dan tipe Jawa. Tipe yang pertama diperoleh dengan cara destilasi dari daun

Cymbopogon Nardus Rendle. Tipe Ceylon hampir sebagian besar diproduksi di Pulau Srilanka. Sedangkan tipe yang kedua diperoleh dari *Cymbopogon Winterianus Jowitt*, yang diproduksi di pulau Jawa. Jenis tanaman serih wangi yang menghasilkan produk dan mutu yang terbaik adalah jenis "mahapegi" yang ditanam di Pulau Jawa. Jenis tanaman ini mengandung 80-97 persen total geraniol dan 30-45 persen sitronelal. Sedangkan jenis "leanbau" dari Ceylon hanya mengandung 55-65 persen total geraniol (Guenther, 1990).

Minyak serih dihasilkan dengan cara menyuling daun serih wangi yang mengandung kurang dari 0.5 – 1.2 persen minyak. Bahan kimia yang terbanyak dalam minyak serih wangi adalah persenyawaan aldehid dengan nama sitronelal dan persenyawaan alkohol yaitu geraniol dan sitronelol. Kadar sitronelal dan geraniol sangat menentukan mutu minyak serih wangi. Faktor-faktor yang mempengaruhi produksi dan mutu minyak serih wangi antara lain: keadaan tanah, iklim, tinggi daerah dari permukaan laut, dan keadaan daun sebelum disuling (Ketaren, 1985). Sampel minyak serih yang digunakan pada penelitian kali ini berasal dari PT. Indesso Aroma dimana ketiga komponen terbesar dalam minyak serih telah dianalisis sebelumnya dan dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia tiga komponen terbesar sampel minyak serih wangi

Senyawa	Kandungan
Sitronelal	27,51
Sitronelol	9,66
Geraniol	18,20

[Sumber: Laboratorium Balai Penelitian Tanaman Obat dan Aromatik, 2011]]

2.9.1 Sitronelal

Sitronelal (3,7-dimetil-6-oktenal) merupakan senyawa yang sebagian besar terbentuk dari metabolisme sekunder tanaman. Sitronelal bersama dengan sitral, geraniol, linalool, dan sitronelol merupakan salah senyawa terpen yang paling penting (Lenardao, E et al., 1999). Sitronelal yang terdiri dari campuran terpenoid yang dapat memberikan aroma khusus pada minyak serih wangi merupakan salah

satu komponen utama yang terkandung dalam minyak sereh wangi. Sitronelal termasuk senyawa minyak atsiri yang berwarna kekuningan dan mudah menguap pada suhu kamar. Selain itu, sitronelal bersifat sedikit larut dalam air dan dapat larut dalam alkohol dan ester (Ketaren, 1985).

Sitronelal dihasilkan melalui proses fraksinasi minyak sereh wangi. Fraksinasi merupakan suatu proses untuk memisahkan minyak atsiri yang dalam hal ini adalah minyak sereh wangi menjadi beberapa fraksi berdasarkan perbedaan titik didih. Proses fraksinasi minyak sereh dilakukan pada tekanan di bawah tekanan atmosfer atau tekanan vakum, dan biasanya dilakukan dengan cara penyulingan minyak tanpa pengisian air dalam ketel suling atau tanpa pemasukan uap aktif ke dalam minyak. Penggunaan tekanan serendah mungkin pada proses fraksinasi minyak sereh bertujuan untuk menurunkan temperatur didih dari minyak sereh sehingga komponen-komponen yang terdapat dalam minyak sereh tidak terdekomposisi. Proses pengeringan kering ini telah banyak diterapkan dalam industri minyak atsiri (Guenther, 1987).

Sitronelal sebagai senyawa yang berbau harum memiliki peran yang penting dalam industri parfum. Selain itu, sitronelal juga berperan dalam proses sintesa beberapa senyawa terpen seperti mentol.

2.9.2 Sitronelol

Sitronelol, *3,7-dimethyloct-6-en-1-ol*, atau sering disebut juga dehydrogeraniol memiliki formula $C_{10}H_{20}O$ yang diperoleh dari minyak sereh wangi. Sitronelol merupakan komponen lain dalam minyak sereh yang dominan selain geraniol dan sitronelal. Sitronelol berbau harum seperti bunga mawar (Hardjono, 1994).

2.9.3 Geraniol

Geraniol, *3,7-dimethyl-2,6-octadien-1-ol* adalah salah satu senyawa monoterpenoid dan alkohol dengan formula $C_{10}H_{18}O$ (Hardjono, 1994). Geraniol merupakan komponen utama dari minyak sereh. Senyawa ini tidak dapat larut dalam air, tetapi larut dalam bahan pelarut organik yang umum. Baunya menyengat dan sering digunakan sebagai parfum (en.wikipedia.com/geraniol, 2011).

Geraniol merupakan salah satu kimia bahan alam yang efektif untuk mengusir nyamuk, lalat, dan semut. Lebah memanfaatkan geraniol untuk menandai bunga yang menghasilkan madu dan menandai pintu masuk ke sarangnya.

2.10 Analisis Hasil Reaksi Oksidasi Katalitik

2.10.1 Kromatografi Gas (GC)

Kromatografi gas merupakan kromatografi di mana sebagai fase geraknya adalah gas dan fase diamnya dapat berupa padatan atau cairan. Gas pembawa yang bertindak sebagai fasa gerak akan mengelusi komponen-komponen yang terdapat pada suatu campuran dari dalam kolom yang berisi fasa diam. Kromatografi gas digunakan untuk memisahkan dan menentukan sampel yang mudah menguap (*volatile*).

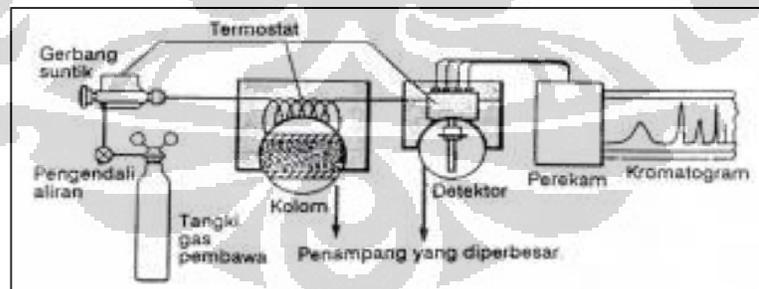
Kromatografi gas dapat digunakan untuk identifikasi senyawa baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Identifikasi secara kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi sampel dengan standar, sedangkan secara kuantitatif dilakukan dengan mengukur luas area dari sampel. Pada GC tidak terjadi interaksi antara fasa gerak (gas pembawa) dengan komponen-komponen yang dipisahkan, sehingga kecepatan gerak dari komponen-komponen yang dipisahkan di dalam kolom tidak bergantung kepada sifat kimia dari fase geraknya, tetapi hanya bergantung kepada perbandingan distribusi antara komponen yang terdapat dalam fasa uap pada gas pembawa dan dalam fase diam padatan atau cairan. Semakin besar afinitas suatu zat terhadap fase diam, maka zat tersebut akan semakin lama tertahan didalam kolom, sehingga waktu retensinya juga akan semakin besar.

Fase gerak GC yang umum digunakan adalah helium, hidrogen, atau, nitrogen. Fase gerak yang digunakan harus inert (tidak bereaksi dengan sampel dan fasa diamnya). Pemisahan komponen-komponen sampel terjadi pada fase diam. Fasa diam yang baik harus menunjukkan koefisien distribusi yang berbeda, mempunyai tekanan uap yang rendah pada suhu yang tinggi, stabil dan inert,

kekentalannya rendah sehingga tidak mengikat gas, dan tersebar dengan baik pada padatan penunjang.

Biasanya pada fase diam GC digunakan PEG (*Polyethylene Glycol*). Padatan penunjang yang digunakan bisa berupa chromosorb, yang berfungsi mengikat fase diam. Padatan penunjang haruslah mempunyai sifat inert, kuat dan stabil pada suhu yang tinggi, mempunyai luas permukaan yang besar, permukaannya teratur dengan ukuran pori yang homogen, dan harus mempunyai tahanan yang rendah terhadap gas pembawa.

Prinsip identifikasi sampel dengan kromatografi gas adalah sebagai berikut: sampel sebanyak beberapa mikroliter diinjeksikan dengan menggunakan *syringe*, sehingga sampel tersebut masuk ke dalam *Sampel Injection Port*. Gerbang injeksi dipanaskan sehingga sampel-sampel cair akan menguap dengan cepat. Uap yang terjadi dibawa masuk kedalam kolom oleh gas pembawa. Setelah keluar dari kolom, aliran gas melalui sisi lain detektor. Jadi, elusi satu zat terlarut dalam kolom mengakibatkan ketidakseimbangan antara kedua sisi detektor yang akan direkam secara listrik. Salah satu detektor yang biasa digunakan didalam GC adalah FID (*Flame Ionization Detector*). Kelebihan detektor ini adalah kuat dan sangat peka, waktu responnya singkat, cukup stabil, linearitas cukup lebar, tidak memberi respon terhadap air, N_2 , O_2 , dan senyawa anorganik, serta tidak peka terhadap suhu sampai $400^\circ C$.



Gambar 2.6 Peralatan kromatografi gas

[Sumber: H. M. Mc Nair, (1988)]

BAB 3 METODE PENELITIAN

Penelitian ini terbagi menjadi empat tahap utama, yaitu pembuatan boehmite (AlOOH) dari kaolin, pembuatan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG), serta aplikasi katalis heterogen untuk reaksi oksidasi katalitik komponen minyak serih.

3.1 Lokasi

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia, Kampus UI Depok.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat yang digunakan

Alat-alat gelas laboratorium, *hot plate & magnetic stirrer*, reaktor gelas, tanur, oven, XRD, FTIR, dan GC.

3.2.2 Bahan yang digunakan

3.2.2.1 Bahan Kimia Kualitas Proanalisis

H_2SO_4 96%, HNO_3 96%, dietil eter, BaCl_2 , TTIP, TiCl_4 , NH_4SCN , dan PEG 6000 yang berasal dari *Merck*.

3.2.2.2 Bahan Kimia Kualitas Teknis

Kaolin komersial sebagai sumber Al berasal dari *Brataco Chemika*, HCl pekat (32%), HNO_3 pekat (60%), etanol 95%, larutan NH_4OH 25%, indikator pH universal, akuabides, aquades, dietil eter, gas O_2 , gas O_3 , minyak serih, sitronelol murni, dan geraniol murni yang berasal dari PT. Indesso Aroma, sitronelal murni berasal dari PUSPIPTEK Kimia LIPI Serpong.

3.3 Metode Kerja

3.3.1 Pembuatan Boehmite dari Kaolin.

Ekstraksi alumina dari kaolin dilakukan dengan cara memanaskan kaolin sebanyak 100 gram pada suhu 800°C dalam tanur selama 6 jam untuk menghasilkan kaolin metastabil. Kemudian ke dalam 80,0 gram kaolin metastabil ditambahkan 15 mL air, 280 mL HCl pekat dan 94 mL HNO₃ pekat (aqua regia), lalu direfluks pada 100°C selama 4 jam dengan pengadukan merata. Setelah dingin, ke dalam campuran ditambahkan lagi 90 mL HCl pekat dan 30 mL HNO₃ pekat untuk dilakukan refluks kembali. Setelah direfluks kemudian disaring dan endapan dicuci dengan menggunakan aquabidest sebanyak 2 kali. Air hasil pembilasan dicampur dengan filtrat hasil refluks lalu diekstraksi dengan dietil eter. Setelah diekstraksi dilakukan uji terhadap filtrat dengan penambahan beberapa tetes NH₄SCN sampai tidak terbentuk warna merah tua. Kemudian ditambahkan larutan NH₄OH secara perlahan sambil diaduk sampai terbentuk gel sampai kondisi pH 8-9 diukur dengan pH indikator universal. Larutan NH₄OH terus ditambahkan hingga terbentuk gel yang lebih encer pada rentang pH 8-9. Pada saat keadaan ini tercapai, penambahan larutan NH₄OH segera dihentikan.

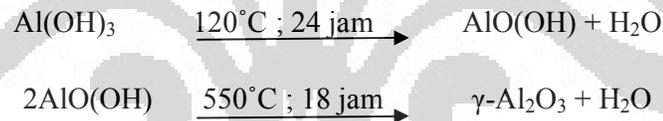
Gel Al(OH)₃ ini kemudian dipindahkan ke dalam botol *polypropylene* yang diletakkan di dalam *water bath* untuk *aging* pada suhu 40°C dan 80°C, masing-masing selama 96 jam. Proses *aging* / penuaan ini bertujuan untuk membentuk polimer Al(OH)₃ yang lebih kristalin. Pada suhu 40°C, gel boehmite diubah menjadi β-alumunium trihidroksida atau bayerite. Pada suhu 80°C, bayerite akan berubah menjadi α-alumunium hidroksida atau boehmite yang lebih kristalin.

Setelah proses *aging* selesai, gel dikeluarkan dari botol *polypropylene* dan dilakukan pencucian menggunakan aquademin hingga pH indikator universal menunjukkan netral. Tahap selanjutnya gel boehmite tersebut disaring dengan penyaring buchner dan pompa vakum. Boehmite yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR.

3.3.2 Pembuatan Katalis

3.3.2.1 Pembuatan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

Pembuatan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) diawali dengan pembuatan sol-gel TTIP dengan cara mencampurkan 5 mL TTIP dengan 50 mL H₂O, dan 0,33 mL HNO₃ pekat sebagai katalis. Campuran ini kemudian direfluks didalam labu bulat dengan menggunakan kondensor serta *heating mantle* pada suhu 90°C selama 3 x 24 jam. Kemudian sol-gel TTIP yang telah dihidrolisis dicampur dengan boehmite. Campuran ini diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 12 jam. Setelah itu campuran disaring kembali dan dibuat pellet untuk kemudian dipanaskan didalam oven selama 24 jam pada suhu 120°C. Setelah kering, pellet tersebut ditempatkan kedalam crucible lid dan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 18 jam didalam tanur/*furnace*. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang masih mungkin terikat di dalam Boehmite, sehingga akan dihasilkan γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP). Reaksi yang terjadi selama pemanasan dan kalsinasi adalah :



Katalis yang dinamai γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR

3.3.2.2 Pembuatan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG)

Pembuatan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) diawali dengan melarutkan 10 g polietilen glikol dan 37,94 g TiCl₄ dalam 100 mL etanol. Kemudian larutan tersebut dicampur dengan boehmite dan di stirrer selama 72 jam pada temperatur ruang. Setelah itu, gel dioven pada suhu 120° C selama 4 jam. Kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 18 jam. Hasil yang diperoleh merupakan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) yang selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan FTIR.

3.3.3 Reaksi Oksidasi Katalitik

Reaksi oksidasi katalitik diawali dengan pengujian reaksi terhadap sitronelol murni yaitu dengan mengalirkan gas O_2 dan O_3 sebagai oksidator. Sebanyak 0,583 mL sitronelol dialiri O_2 maupun O_3 dengan katalis sebanyak 0,025 gr, kemudian direfluks didalam labu bulat leher tiga menggunakan kondensor dan *hot plate stirrer* pada suhu $50-60^\circ C$ selama 1 jam.

Reaksi oksidasi katalitik kemudian dilakukan terhadap sampel minyak serih melalui penambahan gas O_2 maupun O_3 sebagai oksidator. Sebanyak 6,5 mL minyak serih direfluks didalam labu bulat leher tiga menggunakan kondensor dan *hot plate stirrer* pada suhu $50-60^\circ C$ dan waktu tertentu. Mula - mula dialirkan gas O_2 atau O_3 untuk menghilangkan gas lain seperti N_2 . Selanjutnya, katalis $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (TTIP) maupun $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ (PEG) sebanyak 0,2 gram, dimasukkan ke dalam sistem reaksi. Gas O_2 maupun O_3 terus dialirkan selama reaksi berlangsung. Kemudian dilakukan variasi waktu, yaitu waktu reaksi (0,5 jam, 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam). Setelah reaksi selesai, suhu reaksi diturunkan sampai temperatur ruang, gas O_2 dan O_3 kemudian diputuskan dari jalur reaksi. Selanjutnya hasil reaksi oksidasi katalitik dipisahkan dari katalis dan dimasukkan kedalam botol vial, lalu dianalisis menggunakan GC.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂

4.1.1 Pembuatan Boehmite dari Kaolin

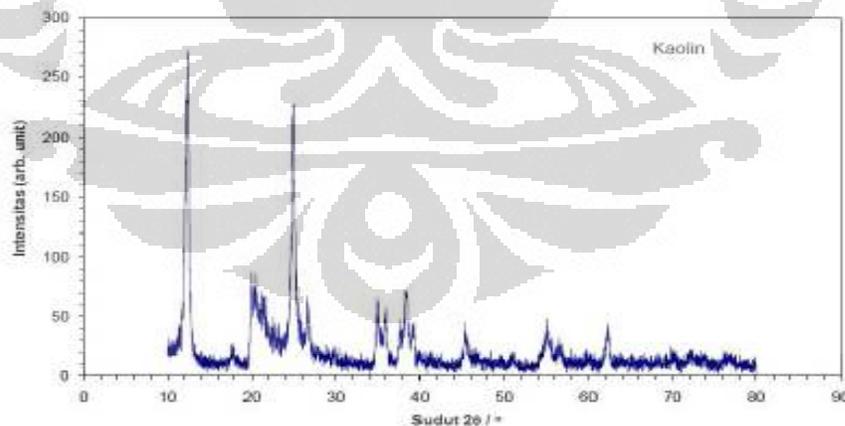
Proses pembuatan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dan (PEG) dimulai dengan membuat boehmite dari kaolin. Kaolin yang digunakan merupakan kaolin komersial berasal dari Brataco Chemica. Dari penelitian sebelumnya, untuk membuktikan bahwa senyawa tersebut memang merupakan kaolin telah dilakukan analisis XRD. Hasil difraktogram menunjukkan terdapat tiga serapan yang kuat seperti terlihat pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.1.

Tabel 4.1 Data XRD Kaolin

2 θ	d-spacing sampel kaolin	d-spacing kaolin standar
12,4203	7,1267	7,13
24,9228	3,57276	3,57
38,4396	2,3419	2,33

[Sumber: Iman Abdullah (Tesis: Imobilisasi Asam Bronsted dan Lewis pada SiO₂:

Karakterisasi dan Uji Terhadap Esterifikasi Asam-4-hidroksibenzoat dengan sukrosa,2010)]



Gambar 4.1 Pola difraksi sampel kaolin

[Sumber: Iman Abdullah (Tesis: Imobilisasi Asam Bronsted dan Lewis pada SiO₂:

Karakterisasi dan Uji Terhadap Esterifikasi Asam-4-hidroksibenzoat dengan sukrosa,2010)]

Pembuatan alumina dari kaolin diawali dengan mengubah kaolin menjadi kaolin metastabil dengan cara memanaskan kaolin pada suhu 800°C selama 6 jam. Dengan pemanasan ini, ikatan antara silika dengan aluminium dalam struktur kaolin yang awalnya sangat stabil berubah menjadi lemah bahkan putus. Metakaolin selanjutnya direfluks menggunakan aqua regia (campuran HCl pekat dan HNO₃ pekat dengan perbandingan volume 3:1). Filtrat yang berwarna kuning yang dihasilkan dari proses ini mengandung ion-ion Al³⁺, sedangkan residunya berupa senyawa SiO₂ yang berwarna putih. Selain ion Al³⁺, ion Fe³⁺ dapat ikut bereaksi dengan aqua regia dan ikut larut bersama-sama dengan ion Al³⁺, seperti terlihat pada persamaan reaksi berikut ini:



filtrat lalu diekstraksi dengan dietil eter untuk menghilangkan pengotor yang mungkin masih tertinggal. Ekstraksi dilakukan sampai diperoleh filtrat yang tidak berwarna. Uji terhadap filtrat dilakukan dengan penambahan beberapa tetes NH₄SCN. Ion Fe³⁺ akan membentuk kompleks netral Fe(SCN)₃ berwarna merah tua yang dapat diekstraksi dengan dietil eter.



Filtrat yang tidak berwarna tersebut kemudian diberi penambahan *aquabidest* disertai dengan pemanasan sampai kira-kira larutan tersebut tidak terlalu bersifat asam, kemudian ditambahkan larutan NH₄OH secara perlahan sambil diaduk sampai terbentuk gel. Kondisi pH pada pembentukan gel putih Al(OH)₃ menunjukkan suasana sedikit basa, yaitu pada pH 8-9 diukur dengan indikator universal. Kenaikan pH ditandai dengan perubahan fisik campuran dari larutan menjadi gel padat pada rentang pH 6-7. Larutan NH₄OH terus ditambahkan hingga terbentuk gel yang lebih encer pada rentang pH 8-9. Pada saat keadaan ini tercapai, penambahan larutan NH₄OH segera dihentikan karena suasana yang sangat basa membuat gel tersebut akan larut kembali. Reaksi yang terjadi pada penambahan larutan NH₄OH adalah :



Gel Al(OH)₃ ini kemudian dipindahkan ke dalam botol polypropylene yang diletakkan di dalam *water bath* untuk *diaging* pada suhu 40°C dan 80°C, masing-masing selama 96 jam. Proses *aging* / penuaan ini bertujuan untuk membentuk

polimer $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang lebih kristalin. Pada suhu 40°C , gel boehmite diubah menjadi β -aluminium trihidroksida atau bayerite. Pada suhu 80°C , bayerite akan berubah menjadi α -aluminium hidroksida atau boehmite yang lebih kristalin.

Setelah proses *aging* selesai, gel dikeluarkan dari botol polypropylene dan dilakukan pencucian karena masih mengandung sisa basa (OH^-). Pencucian endapan gel boehmite menggunakan aquademin hingga pH indikator universal menunjukkan netral.

Tahap selanjutnya gel boehmite tersebut disaring dengan penyaring buchner dan pompa vakum, dan kemudian dikeringkan dalam oven selama 120°C selama 24 jam. Boehmite yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan instrument FTIR.

4.1.2 Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

Prosedur pembuatan katalis kemudian dilanjutkan dengan reaksi hidrolisis Titanium Tetraisopropoksida dalam Isopropanol (TTIP). Reaksi ini dilakukan untuk mendapatkan matriks $\text{Ti}(\text{OH})_n$ yang berupa sol-gel dan setelah dikalsinasi akan membentuk kristal TiO_2 anatase. Sol gel ini yang nantinya akan ditambahkan kedalam gel boehmite sebagai sumber Ti untuk pembuatan katalis campuran oksida $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP).

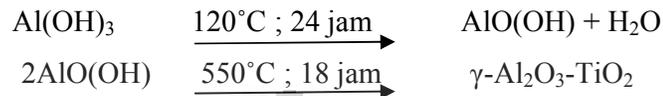
Reaksi hidrolisis ini dimulai dengan mereaksikan 5 mL TTIP dengan 50 mL H_2O , dan 0,33 mL HNO_3 pekat sebagai katalis. Campuran ini direfluks didalam labu bulat dan menggunakan kondensor serta *heating mantle* pada suhu 90°C selama 3 x 24 jam. Reaksi yang terjadi pada hidrolisis adalah :



Larutan TTIP yang awalnya tidak larut air akan membentuk sistem sol-gel berwarna putih setelah dihidrolisis.

Kemudian sol-gel TTIP yang telah dihidrolisis tersebut dicampurkan dengan gel boehmite. Campuran ini diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 12 jam agar menjadi homogen. Setelah itu campuran disaring kembali dan dibuat pellet untuk kemudian dipanaskan didalam oven selama 24 jam pada suhu 120°C . Pembuatan pellet dilakukan agar katalis dapat mudah dipisahkan pada saat selesai reaksi nanti. Pemanasan didalam oven bertujuan untuk mengeringkan boehmite.

Setelah kering, pellet tersebut ditempatkan kedalam *crucible lid* dan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 18 jam. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang masih mungkin terikat didalam boehmite, sehingga akan dihasilkan γ -Al₂O₃-TiO₂. Reaksi yang terjadi selama pemanasan dan kalsinasi adalah :



Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ yang diperoleh setelah kalsinasi berwarna putih.

4.1.3 Katalis γ -Al₂O₃ - TiO₂ (PEG)

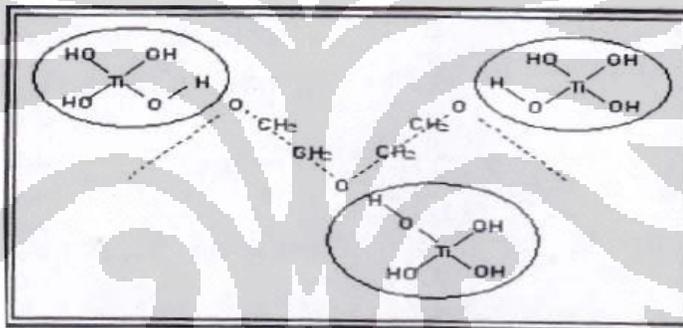
Katalis γ -Al₂O₃ - TiO₂ (PEG) dibuat menggunakan sumber atom Al yang sama seperti pada pembuatan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP). Perbedaannya adalah penggunaan etanol dan polietilen glikol (PEG) yang ditambahkan pada TiCl₄ sebagai sumber Ti(OH)_n sebelum keduanya dicampurkan.

Proses pembuatan katalis dimulai dengan melarutkan 10 g polietilen glikol dan 37.94 g TiCl₄ dalam 100 mL etanol. Kemudian larutan tersebut dicampur dengan boehmite dan di stirrer selama 72 jam. Pada pencampuran ini, atom hidrogen pada etanol akan berikatan dengan atom oksigen pada PEG, melalui ikatan hidrogen. Penggunaan etanol sebagai pelarut bertujuan untuk menghindari hidrolisis TiCl₄ dalam lingkungan air.

Selanjutnya, campuran distirrer selama 72 jam pada suhu ruang agar campuran menjadi lebih homogen. Kemudian campuran disaring dan endapannya dioven selama 4 jam pada suhu 120°C untuk menghilangkan molekul etanol yang masih terikat. Pada tahap ini, etanol yang masih terkandung pada padatan dapat menguap, dan padatan yang terbentuk berwarna putih. Kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 500°C selama 18 jam. Pada jam pertama, padatan berubah warna menjadi kecoklatan, lalu menjadi hitam dan disertai timbulnya asap pada tanur / *furnace*. Perubahan tersebut diperkirakan karena terdekomposisinya polietilen glikol menjadi karbon. Setelah kalsinasi selesai, warna katalis menjadi putih. Penambahan PEG pada pembuatan katalis bertujuan untuk mencegah terbentuknya cluster Ti yang merupakan sisi aktif katalis, sehingga Ti dapat terdistribusi merata pada padatan pendukung. Setelah proses pemanasan dalam oven, etanol akan menguap sehingga atom hidrogen dari campuran logam

hidroksida $Ti(OH)_n$ akan menggantikan etanol untuk berikatan dengan PEG. Pengikatan $Ti(OH)_n$ pada PEG dapat dilihat pada gambar 4.2. Ikatan yang terbentuk merupakan ikatan hidrogen. Melalui pembentukan ikatan hidrogen tersebut, dapat mencegah penggabungan antara atom-atom Ti, sehingga pembentukan cluster dari katalis dapat dihindari.

Kalsinasi bertujuan untuk mengeluarkan senyawa-senyawa organik yang mungkin masih terdapat dalam rongga atau pori katalis dan menghilangkan air yang dihasilkan dari proses kalsinasi, sehingga struktur pori menjadi lebih terbuka. Selain itu, PEG akan terdekomposisi menjadi gas, sehingga PEG akan terlepas dari struktur kristal. Selama kalsinasi juga terjadi reaksi oksida logam dengan penyangga, sehingga terjadi ikatan antara alumina dengan titania membentuk katalis $\gamma-Al_2O_3 - TiO_2$ (PEG)



Gambar 4.2 Reaksi pengikatan titanium hidroksida pada PEG

4.2 Karakterisasi Katalis

4.2.1 Difraksi Sinar X (XRD)

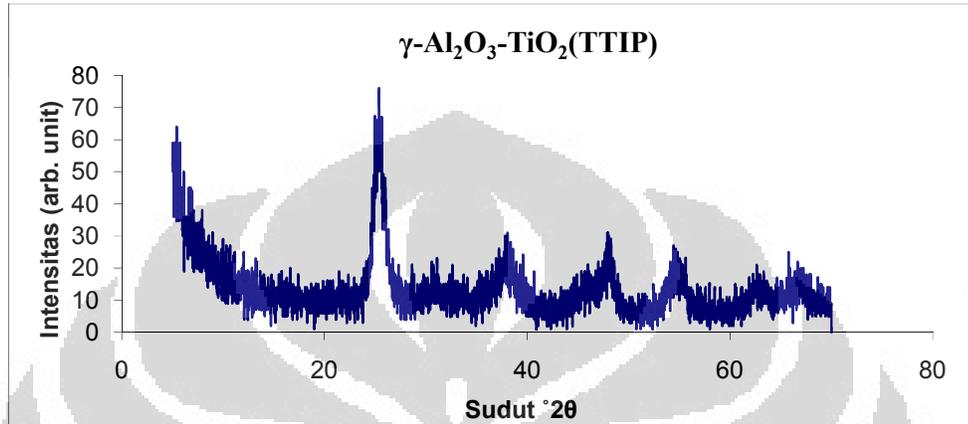
Untuk membuktikan struktur katalis yang telah disintesis dan membandingkannya dengan data standar diperlukan analisis XRD. Karakterisasi katalis dengan pengukuran XRD akan diperoleh data dari puncak-puncak karakteristik pada sudut difraksi 2θ dan intensitas relatif puncak-puncak tersebut. Difraksi sinar x suatu kristal hanya akan terjadi pada sudut tertentu, sehingga akan mempunyai pola difraksi tertentu.

Dari pengukuran XRD dapat diketahui tingkat kristalinitas dengan melihat secara keseluruhan puncak difraktogram yang cukup tajam dan tidak lebar.

Kristalinitas perlu untuk diketahui agar memberikan informasi mengenai tingkat

kesempurnaan struktur kristal katalis, sehingga dengan tingkat kristal yang baik akan memberikan reaksi katalitik yang optimum.

Hasil analisis XRD $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dapat dilihat pada Gambar difraktogram 4.3 serta pada data difraktogram Tabel 4.2



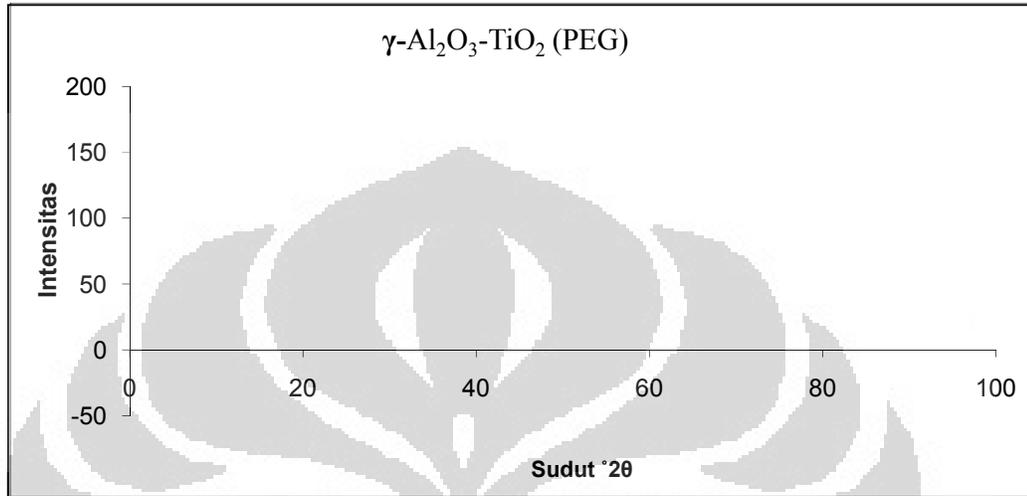
Gambar 4.3 Difraktogram katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

Tabel 4.2 Data hasil analisis XRD katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

Puncak	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Standar		TiO_2 anatase standar		$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) Hasil sintesis	
	2 θ	Int	2 θ	Int	2 θ	Int
1	31,94	20,00	25,32	100,00	25,49	100,00
2	37,60	80,00	37,84	19,02	37,99	32,27
3	45,86	100,00	48,07	24,92	48,19	30,88
4	60,90	30,00	53,95	15,82	55,01	26,26
5	67,03	100,00	62,75	11,81	62,92	19,54

Berdasarkan data hasil difraksi pada Tabel 4.2, dapat diketahui bahwa katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) mempunyai nilai sudut 2 θ yang lebih mendekati data standar TiO_2 anatase. Pada puncak yang terbentuk dihasilkan pula sudut 2 θ yang mempunyai nilai standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, sehingga dapat diketahui bahwa pembentukan kristal TiO_2 anatase lebih dominan dibandingkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Pembentukan TiO_2 yang dominan diperkirakan karena proses pembentukan kristal TiO_2 lebih cepat dibandingkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, sehingga kristalinitasnya lebih terlihat pada TiO_2 .

Sedangkan γ -Al₂O₃ yang terbentuk kemungkinan masih bersifat amorf / mikrokrystal sehingga kristalinitasnya tidak terlalu terlihat. Untuk katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG), dapat dilihat pada Gambar 4.4 dan Tabel 4.3



Gambar 4.4 Difraktogram katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG)

Tabel 4.3 Data hasil analisis XRD katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG)

Puncak	γ -Al ₂ O ₃ Standar		TiO ₂ anatase standar		γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG) Hasil sintesis	
	2θ	Int	2θ	Int	2θ	Int
1	31,94	20,00	25,32	100,00	25,554	100,00
2	37,60	80,00	37,84	19,02	38,130	24,12
3	45,86	100,00	48,07	24,92	48,213	33,9
4	60,90	30,00	53,95	15,82	54,006	17,13
5	67,03	100,00	62,75	11,81	63,061	12,26
					68,949	6,23

Berdasarkan data hasil difraksi pada Tabel 4.3, dapat dilihat bahwa katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) mempunyai satu puncak dimana nilai sudut 2θ yang lebih mendekati data standar γ -Al₂O₃, sedangkan lima puncak sisanya mempunyai kesamaan dengan TiO₂ anatase standar. Hal ini menunjukkan bahwa katalis γ -

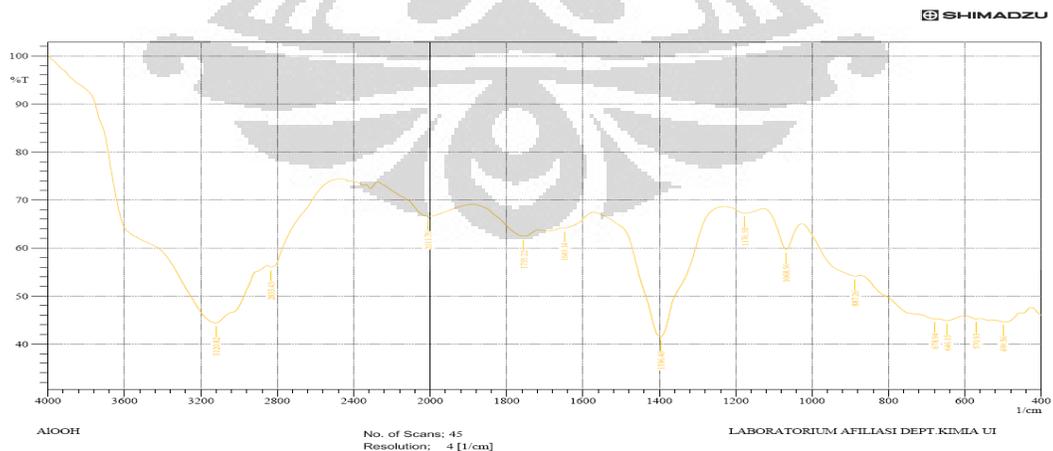
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) mengandung kedua oksida pembentuknya. Namun, pembentukan kristal TiO_2 lebih dominan dibandingkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Berbeda dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dimana dihasilkan lima puncak dominan. Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) memiliki 6 puncak yang dominan, dimana puncak yang dihasilkan oleh $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) lebih sempit dan lebih tajam dibandingkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP). Hal ini menunjukkan bahwa katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) mempunyai kristalinitas yang lebih tinggi daripada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP). Namun, katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) juga dikatakan belum memiliki kristalinitas yang tinggi, karena puncaknya masih terlihat melebar.

Pada penelitian ini, yaitu katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) mempunyai data difraksi yang hampir sama dengan data dari masing-masing oksida pembentuknya, sehingga dapat disimpulkan bahwa katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ mempunyai komposisi yang sama dengan oksida pembentuknya.

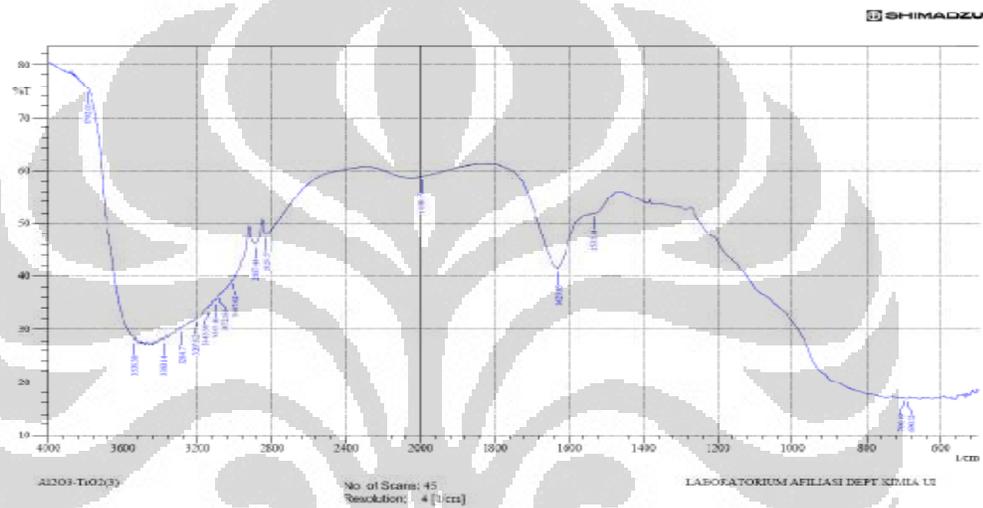
4.2.2 FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan-ikatan yang terdapat pada boehmite dan katalis hasil sintesis. Ikatan tersebut dapat mencirikan suatu senyawa yang terbentuk. Ikatan dapat diketahui melalui serapan sinar infra merah pada bilangan gelombang tertentu. Spektra hasil analisis FTIR boehmite dapat dilihat pada gambar 4.5.

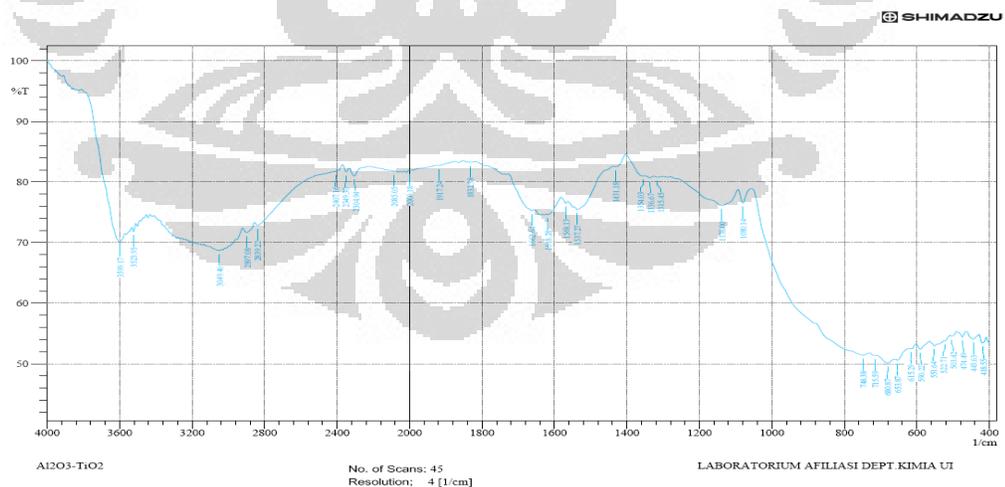


Gambar 4.5 Spektrum FTIR boehmite

Spektrum IR boehmite menunjukkan vibrasi –OH dari air yang terjerap pada daerah 3360-3000 cm⁻¹ dan terdapat puncak yang cukup tajam pada $\nu = 1396,46$ cm⁻¹. Vibrasi Al-OH seharusnya berada pada daerah sekitar $\nu = 3700$ -3500 cm⁻¹ tidak tampak dengan jelas, karena tertutup oleh puncak vibrasi –OH yang lebar dari molekul air (lampiran 6). Menurut Ryskin (1974) didalam Dixon & Weed (1989), boehmite akan menunjukkan dua puncak dari vibrasi –OH pada $\nu = 3283$ dan 3087 cm⁻¹. Spektra hasil analisis FTIR katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dan γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) dapat dilihat pada gambar 4.6 dan 4.7.



Gambar 4.6 Spektrum FTIR katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)



Gambar 4.7 Spektrum FTIR katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG)

Berdasarkan literatur, katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ mempunyai vibrasi ulur gugus fungsi -OH yang terdapat pada daerah panjang gelombang $\nu = 3700\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$, vibrasi tekuk H-O-H pada $\nu = 1600\text{ cm}^{-1}$, dan ikatan Al-O pada $\nu = 700\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ (I. Fleming, 1980). Spektrum IR katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) hasil sintesis menunjukkan vibrasi ulur gugus fungsi -OH pada daerah panjang gelombang $\nu = 3792,05\text{--}3383,14\text{ cm}^{-1}$, vibrasi tekuk H-O-H pada $\nu = 1629,85\text{ cm}^{-1}$, dan ikatan Al-O pada $\nu = 700,16\text{--}690,52\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan, spektrum IR $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) hasil sintesis menunjukkan vibrasi ulur gugus fungsi -OH pada daerah panjang gelombang $\nu = 3599,17\text{--}3523,17\text{ cm}^{-1}$, vibrasi tekuk H-O-H pada $\nu = 1618,28\text{ cm}^{-1}$, dan ikatan Al-O pada $\nu = 748,38\text{--}503,42\text{ cm}^{-1}$.

4.3 Reaksi Oksidasi Katalitik

Reaksi oksidasi dilakukan untuk menguji aktivitas katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) yang telah disintesis. Pada penelitian ini digunakan oksidator yaitu O_2 dan O_3 . Reaksi oksidasi katalitik dilakukan untuk sitronelol murni dan komponen minyak sereh, dilakukan dalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan *hotplate stirrer*. Kemudian larutan dipanaskan hingga mencapai suhu $55\text{--}60^\circ\text{C}$ (variasi waktu : 0,5 jam, 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam), untuk sitronelol murni hanya 1 jam. Aliran dari gas O_2 maupun O_3 harus dilakukan terus-menerus selama reaksi berlangsung. Kondisi yang diberikan setiap reaksi sama tanpa variasi berat katalis. Kemudian produk yang diperoleh dipisahkan dari katalis dan dianalisis dengan menggunakan GC.

4.4 Analisis Produk Hasil Oksidasi Katalitik dengan GC

4.4.1 Reaksi Oksidasi Sitronelol Murni

Hasil reaksi oksidasi katalitik sitronelol murni dapat dilihat pada Tabel 4.4 dibawah ini. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi sitronelol pada 8,823, dan sitronelol pada 9,978. Berdasarkan data luas area yang diperoleh melalui analisis menggunakan kromatografi gas, dapat dihitung persen konversi sitronelol dan yield sitronelol.

Tabel 4.4 Hasil reaksi oksidasi katalitik senyawa sitronelol murni selama 1 jam.

Katalis		Hasil Reaksi (%)	
		Konversi	Yield
γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	O ₂	96,205	33,32094
	O ₃	97,013	0,71661
γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (PEG)	O ₂	45,050	5,190625
	O ₃	53,688	8,138873

Reaksi oksidasi katalitik dengan menggunakan zat murni bertujuan untuk membuktikan bahwa sitronelal dapat disintesis dengan reaksi oksidasi katalitik sitronelol murni, dengan O₂ dan O₃ sebagai oksidator, dari data pada tabel diatas dapat dilihat bahwa sitronelal telah berhasil disintesis. Berdasarkan analisis dengan GC didapatkan % konversi dan % yield optimum pada reaksi oksidasi dengan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dan oksidator O₂.

4.4.2 Reaksi Oksidasi Komponen Minyak Sereh

Analisis kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi sitronelal pada 8,823, sitronelol pada 9,978 dan geraniol pada 10,546. Kemudian dilakukan analisis kuantitatif berdasarkan data luas area yang diperoleh melalui analisis dengan kromatografi gas. Kemudian dihitung persen distribusi produk dengan cara perhitungan yang ditunjukkan pada lampiran 14. Perhitungan persen distribusi produk dilakukan pada tiga komponen terbesar dari komponen minyak sereh.

Waktu kontak antara reaktan dengan katalis dapat mempengaruhi aktivitas katalis terhadap reaksi kimia. Karena itu, dilakukan variasi waktu reaksi untuk mengetahui waktu optimum reaksi. Reaksi oksidasi dengan variasi waktu dilakukan pada 0,5 jam, 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam reaksi. Suhu yang digunakan yaitu 50-60°C, dengan menggunakan 0,2 gr katalis baik pada katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) maupun katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG) dan menggunakan katalis O₂ maupun O₃. Persen distribusi hasil reaksi untuk tiga komponen terbesar dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan Tabel 4.6.

Tabel 4.5 Persen produk hasil reaksi oksidasi minyak sereh dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

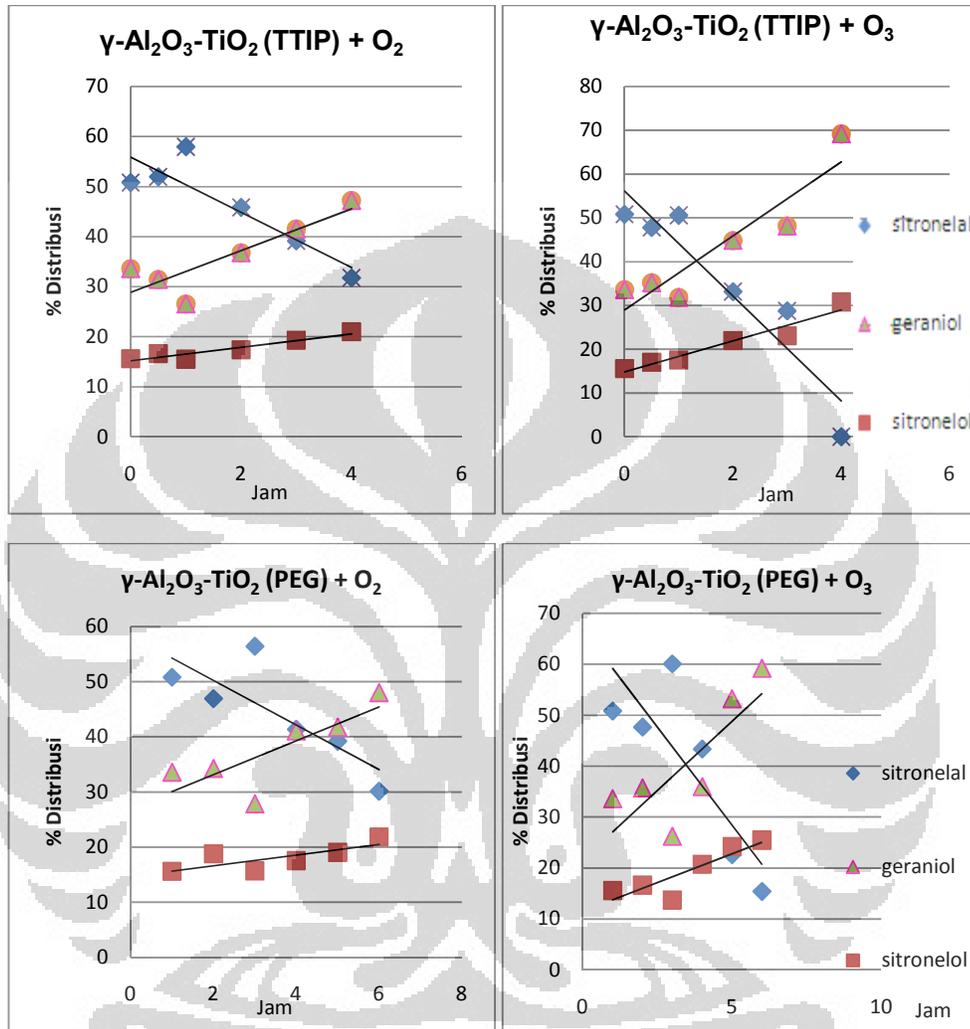
Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)						
% Distribusi	Komponen Utama Minyak Sereh (%)					
	sitronelal		sitronelol		geraniol	
Sebelum Reaksi	50,814		15,586		33,599	
Hasil Reaksi	O ₂	O ₃	O ₂	O ₃	O ₂	O ₃
Waktu Reaksi (jam)						
0,5	51,941	47,802	16,632	17,033	31,427	35,164
1	57,954	50,588	15,509	17,576	26,536	31,835
2	45,846	33,164	17,378	21,999	36,776	44,836
3	39,154	28,749	19,293	23,101	41,552	48,149
4	31,776	0,035	20,980	30,787	47,242	69,177

Tabel 4.6 Persen produk hasil reaksi oksidasi minyak sereh dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)

Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)						
% Distribusi	Komponen Utama Minyak Sereh (%)					
	sitronelal		sitronelol		geraniol	
Hasil Reaksi	O ₂	O ₃	O ₂	O ₃	O ₂	O ₃
Waktu Reaksi (jam)						
0,5	46,929	47,659	18,803	16,625	34,266	35,715
1	56,440	60,065	15,688	13,720	27,871	26,214
2	41,369	43,334	17,569	20,723	41,061	35,942
3	39,203	22,595	19,053	24,221	41,743	53,182
4	30,151	15,389	21,832	25,456	48,016	59,154

Dari tabel diatas dapat terlihat bahwa persentase distribusi komponen terbesar dari minyak sereh wangi dalam setiap reaksinya memiliki pola yang sama baik pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) maupun $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) dan dengan oksidator O₂ maupun O₃. Persentase distribusi sitronelal cenderung menurun seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini berbanding terbalik dengan komponen geraniol dimana persen distribusi geraniol cenderung naik seiring

dengan bertambahnya waktu, dan sitronelol cenderung tidak berubah, seperti yang terlihat dalam Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Kurva % distribusi terhadap waktu reaksi

Penggunaan oksidator berupa O_2 maupun O_3 dalam reaksi ini terlihat memberikan hasil bahwa terdapat perbedaan pada besarnya % distribusi produk yang dihasilkan, yaitu O_3 memberikan % distribusi geraniol yang lebih besar dibandingkan dengan O_2 . Sedangkan, % distribusi sitronelal paling kecil diperoleh dengan oksidator O_3 yaitu sebesar 0,035 % dan persen distribusi geraniol terbesar diperoleh dengan penggunaan oksidator O_3 yaitu 35,715 %.

Penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) maupun $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) dalam penelitian ini menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan dimana

Universitas Indonesia

persen distribusi tiga komponen terbesar dari minyak sereh wangi dalam setiap reaksinya memiliki pola yang sama, dan persen distribusi geraniol terbesar diperoleh dengan penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) sebesar 35,715 %.

Untuk mengetahui pengaruh komponen lain terhadap perubahan yang terjadi pada tiga komponen tersebut, maka dilakukan perhitungan perbandingan (rasio) luas area tiga komponen terbesar dan komponen lain selain tiga komponen tersebut terhadap luas area total (sebelum dan setelah reaksi), kemudian nilai Δ dihitung dengan selisih antara sebelum dan setelah reaksi. Cara perhitungan ditunjukkan pada lampiran 14. Dari hasil perhitungan diketahui bahwa persen komposisi tiga komponen terbesar minyak sereh sebelum reaksi adalah 75,071 % dan komponen lain adalah 24,929 %. Hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan 4.8

Tabel 4.7 Persen komposisi tiga komponen terbesar dan komponen lain pada minyak sereh hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

Waktu Reaksi (jam)	% Komposisi dengan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)					
	O_2			O_3		
	3 komponen	komponen lain	Δ	3 komponen	komponen lain	Δ
0.5	77,206	22,794	2,135	75,212	24,788	0.141
1	81,280	18,720	6,209	78,436	21,564	3.365
2	76,533	23,467	1,462	75,693	24,307	0.622
3	74,045	25,955	1,026	72,152	27,848	2.918
4	70,920	29,080	4,151	58,538	41,462	16.532

Tabel 4.8 Persen komposisi tiga komponen terbesar dan komponen lain pada minyak sereh hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)

Waktu Reaksi (jam)	% Komposisi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)					
	O_2			O_3		
	3 komponen	komponen lain	Δ	3 komponen	komponen lain	Δ
0.5	74,998	25,002	0,072	76,904	23,096	1,833
1	81,600	18,400	6,530	80,241	19,759	5,170
2	74,556	25,444	0,515	82,332	17,668	7,262
3	74,338	25,662	0,733	71,236	28,764	3,835
4	71,174	28,826	3,896	70,738	29,262	4,333

Dari nilai Δ / selisih pada tabel diatas dapat dihitung bahwa rata-rata selisih antara tiga komponen terbesar dibanding komponen lain sebelum dan setelah reaksi tidak terlalu besar yaitu < 4 . Dari data ini menunjukkan bahwa perubahan yang terjadi semata-mata karena ketiga senyawa utama yaitu sitronelal, sitronelol dan geraniol tanpa pengaruh dari komponen lain. Kenaikan geraniol merupakan hasil konversi komponen sitronelal. Berbeda dengan asumsi awal bahwa diharapkan jumlah sitronelal bertambah banyak dengan adanya reaksi oksidasi terhadap komponen minyak sereh, asumsi ini didasari oleh reaksi oksidasi terhadap sitronelol murni yang menghasilkan sitronelal. Fenomena berikut ini belum bisa dijelaskan mengingat belum adanya literatur yang sesuai untuk menjelaskan fenomena tersebut, dan perlu diteliti lebih lanjut.

Maka dari hasil keseluruhan data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) maupun $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) dapat meningkatkan kualitas minyak sereh dengan parameter adanya kenaikan geraniol.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka disimpulkan sebagai berikut:

1. Preparasi pembuatan katalis yang berbeda akan mempengaruhi katalis yang dihasilkan.
2. Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) dapat digunakan untuk reaksi oksidasi katalitik terhadap sitronelol murni.
3. Dari hasil reaksi oksidasi katalitik persen distribusi sitronelol relatif tidak berubah secara signifikan, dan persen distribusi sitronelal menurun, sedangkan persen distribusi geraniol meningkat seiring dengan berjalannya waktu.
4. Penggunaan oksidator oksigen dan ozon untuk reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh memberikan perbedaan, dimana persen distribusi sitronelal paling kecil diperoleh dengan oksidator O_3 yaitu sebesar 0.035 % dan persen distribusi geraniol terbesar diperoleh dengan penggunaan oksidator O_3 yaitu 35.715 %.
5. Penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) maupun $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG) untuk reaksi oksidasi katalitik komponen minyak sereh tidak memberikan perbedaan yang signifikan.
6. Kualitas minyak sereh dapat ditingkatkan dengan penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

5.1.1 Saran

1. Menguji penggunaan alternatif katalis lain sehingga dapat menghasilkan jumlah produk sitronelal yang lebih banyak.
2. Menguji reaksi oksidasi katalitik pada tiga komponen utama dalam bentuk murninya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Iman. (2010). *“Imobilisasi Asam Bronsted dan Lewis pada SiO₂ : Karakterisasi dan Uji Katalisis Terhadap Esterifikasi Asam-4-hidroksibenzoat dengan Glukosa”*. Depok: FMIPA Universitas Indonesia.
- Agustian, E., et al. *Pemisahan Sitronelal dari Minyak Sereh Wangi Menggunakan Unit Fraksionasi Skala Bench*. J. Tek Ind. Pert. Vol 17(2),49-53
- Atkins, P.W. 1997. *“Kimia Fisik Jilid 2. Edisi keempat”*. Jakarta: Penerbit Erlangga
- “Atsiri”. <http://minyakatsiriindonesia.wordpress.com/atsiri/> (12 November 2011,11.30 WIB)
- Augustine, R.L., 1996, *“Heterogenous Catalysis for The Syntetic Chemistry”*, Marcel Dekker,Inc., New York.
- Bird, T. 1987. *Kimia Fisik Untuk Universitas*. Jakarta: Penerbit Erlangga
- “Catalyst”. <http://www.en.wikipedia.org/wiki/catalyst> (26 Juni 2011, 21.00 WIB)
- Cotton & Wilkinson. 1989. *“Kimia Anorganik Dasar. Terjemahan dari Basic Inorganic Chemistry”*, oleh Sahati Suharto. Jakarta : UI Press.
- Dixon, J.B., 1989, Kaolin and serpentine group minerals, p.467-519, Didalam J.B. Dixon & S.B. weed (Eds.), *Minerals in soil environments*, 2nd ed, Soil Science Society of America, Wisconsin USA.
- Fessenden dan Fessenden. 1991. *“Kimia Organik. Jilid 1 Edisi ketiga”*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Fleming, Ian & Williams, D.H,M.A., Ph. D., Sc D. 1980. *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*. Third Edition. McGraw Hill Book
- Guenther, E. 1990. *Minyak Atsiri*. Jilid 4. Terjemahan Ketaren S. UI Press. Jakarta.
- Handoko,D.Setyawan P.2003. *“Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton”*. Jember : Jurnal Ilmu DAsar Vol.4 No.2: 70-76
- Hardjono, S. 1994. *“Kimia minyak sereh”*. Berkala ilmiah-UGM tahun V no. 1 hal. 23-50.

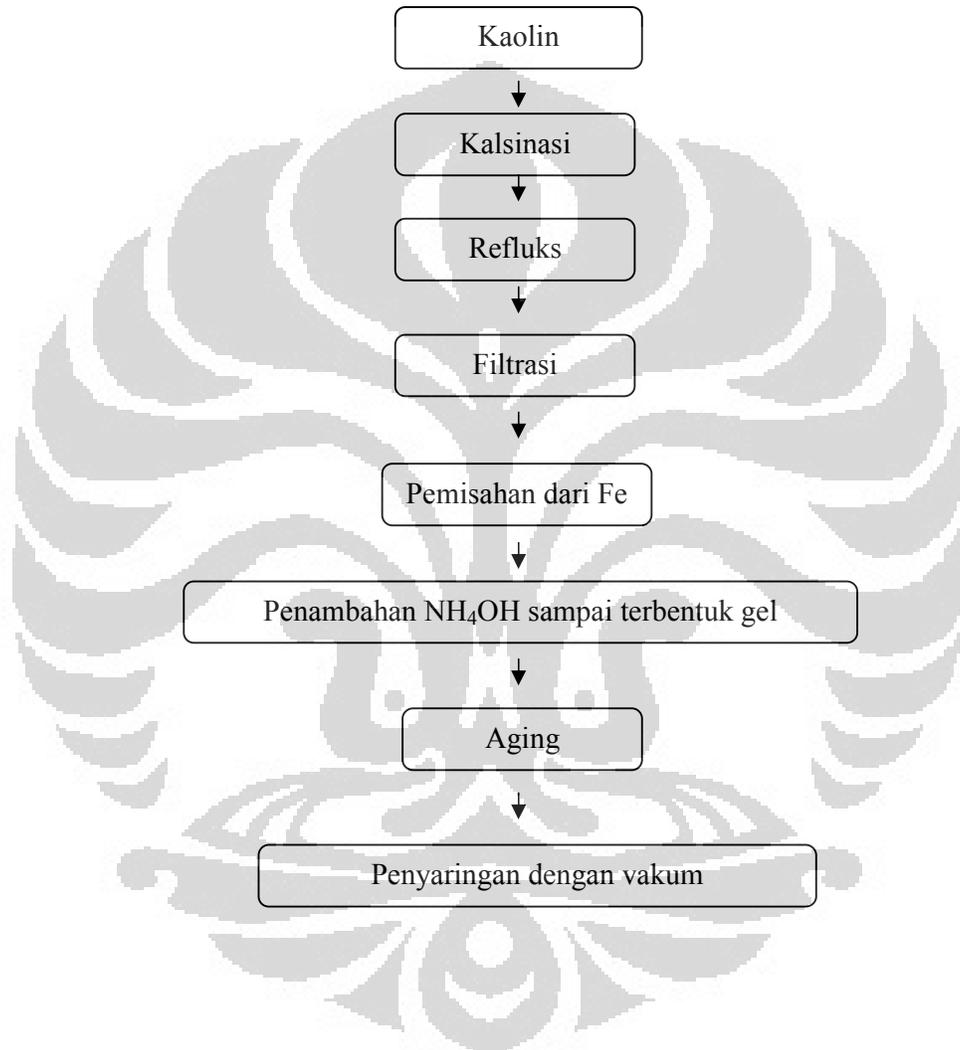
- Harris, R. 1987. *Tanaman minyak atsiri*. Penebar Swadaya, Jakarta. Di Dalam Sentosa Ginting. 2004. "Pengaruh lama penyulingan terhadap rendemen dan mutu minyak atsiri daun sereh wangi". E-USU Repository. Sumatera Utara.
- Kanjina, W. & W Trakarnpruk. 2009. *Heteropolyoxometalate Catalysts for Oxidation of Alcohols with H₂O₂ Under green Condition*. Silpakorn U science & Tech J 3(1) : 7-12.
- Ketaren, S. 1985. *Pengantar Teknologi Minyak Atsiri*. Balai Pustaka. Jakarta.
- Lenardao, E., et al. 2007. *Citronellal as Key Compound in Organic Chemistry*. Tetrahedron 63 6671-6712.
- Mc Nair, H. M. & E. J. Bonelli. 1988. *Dasar Kromatografi Gas*. Terbitan ke-5. Terj. Dari *Basic Gas Chromatography*, oleh Dr. Kosasih Padmawinata. Bandung: Penerbit ITB.
- Nie, Liang., et al. 2006. *Benzaldehyde synthesis from styrene oxidation by O₂ over TiO₂/SiO₂*. OLCC-Lindsay (Oakley-Lindsay Center), 274.
- Notheisz, Ferenc., et al. 2000, "*Heterogenous Catalysis in Organic Chemistry*", Elsavier
- Nurhayati. 2008. "*Reaksi Katalisis Oksidasi Vanili menjadi Benzaldehida Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-U dan TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-PEG*". Karya Utama Sarjana Kimia . Departemen Kimia FMIPA UI
- Nurisman, Ade. 2009. "*Sintesa Mentol Dari Sitronelal dalam Proses Satu Tahap menggunakan Katalis Dwifungsi*". Skripsi Sarjana Teknologi Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian IPB.
- Nurofik. 2008. "*Reaksi Oksidasi Katalitik Gugus OH sekunder Pada 2-butanol Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃*". Karya Utama Sarjana Kimia . Departemen Kimia FMIPA UI
- "Polietilen_glikol". http://id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol (30 juni 2011, 12.14 pm)
- Ramadhani, Mila. 2007. "*Studi Pendahuluan Reaksi Oksidasi Katalitik Gugus – OH Sekunder Senyawa Quinine dengan Katalis γ-Al₂O₃-TiO₂*". Skripsi Sarjana Kimia FMIPA UI.

- Rodenes, Elvira., et al. 1981. "Surface and Catalytic Properties of $TiO_2-Al_2O_3$ ". Journal of Catalysis 69,432-444
- Satterfield, C. N. 1991. *Heterogeneous Catalysis in industrial Practice*. New York: Mc Gaw Hill
- Sepulveda MJ. (1983). "Pneumoconiosis and Lung Function in a Group of Kaolin Workers". Am Rev Respir Dis, 127: 231–235.
- Sheldon, R.A., et al. *New developments in catalytic alcohol oxidations for fine chemicals synthesis*. Catalysis today 57 (2000) 157-166
- Smith, Gerard V. dan Ferench Notheisz. 2000. *Heterogenous Catalysis In Organic Chemistry*. Elsevier.
- Sunardi. 2006. "Penuntun Praktikum Kimia Analisa Instrumentasi". Depok : Departemen Kimia FMIPA UI
- Tanabe, K., et al. *Solid Acid and Base Catalyst, Catalyst Science and Technology*, Vol.2. New York
- Wibowo, Widayanti , 2004. "Hand out Kuliah Kapita Selekt Kimia Fisik III: Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis". Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- www. Epichem.com. *Gas Chromatography Mass Spectroscopy in CVD Precursor Analysis*.
- www.simpert.com/technologies.html, 26 Juni 2011 21.00 WIB
- Zhang, Shenjung, et al. 2008. "Secondary alcohols oxidation with hydrogen peroxide catalyzed by $[n-C_{16}H_{33}N(CH_3)_3]_3PW_{12}O_{40}$: Transform and retransform process between catalytic precursor and catalytic activity species". Journal of molecular Catalysis A: Chemical 289 22-27.

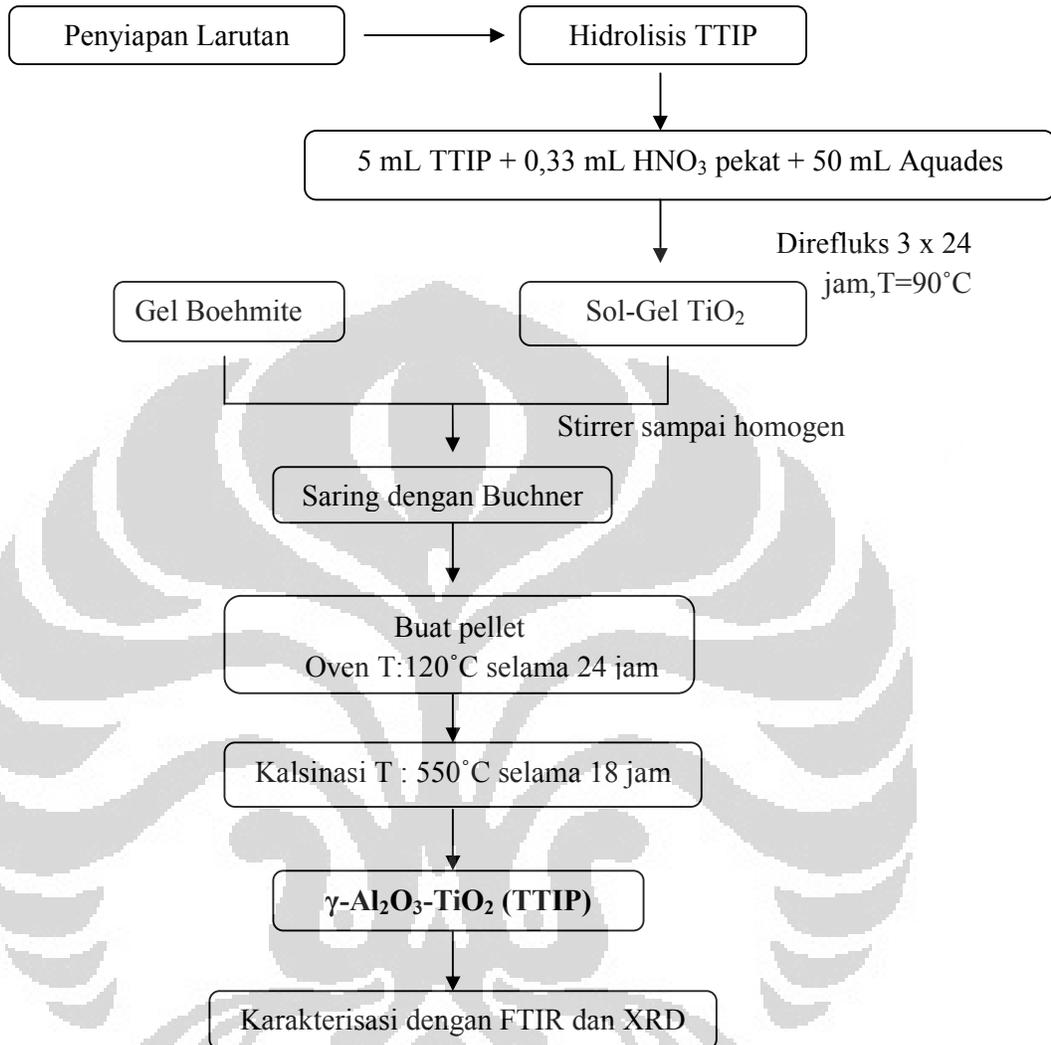
LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 : Bagan kerja pembuatan katalis

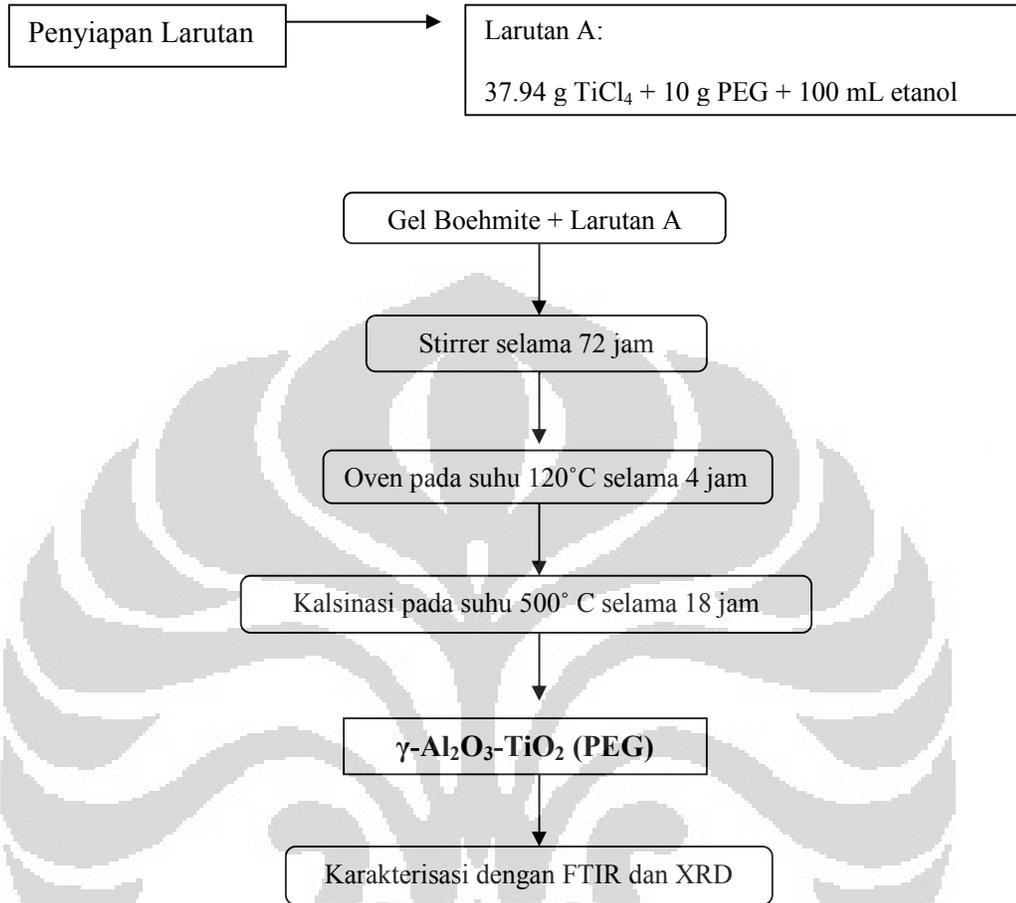
- Pembuatan boehmite dari kaolin



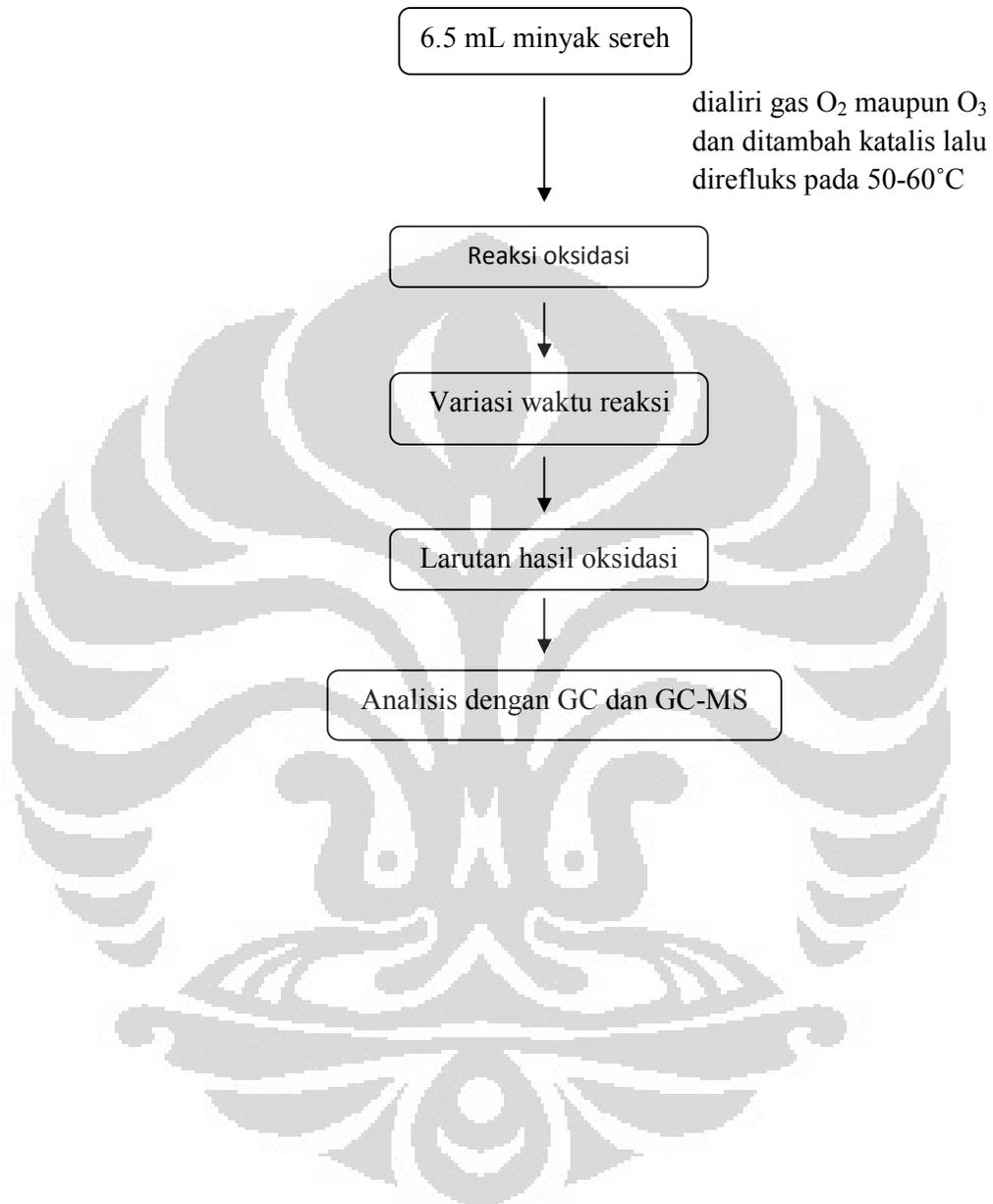
• Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)



- Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)



LAMPIRAN 2 : Bagan kerja reaksi oksidasi katalitik



LAMPIRAN 3 : Alat yang digunakan pada penelitian

- Peralatan Aging



- Gel Boehmite (AlOOH),

Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)



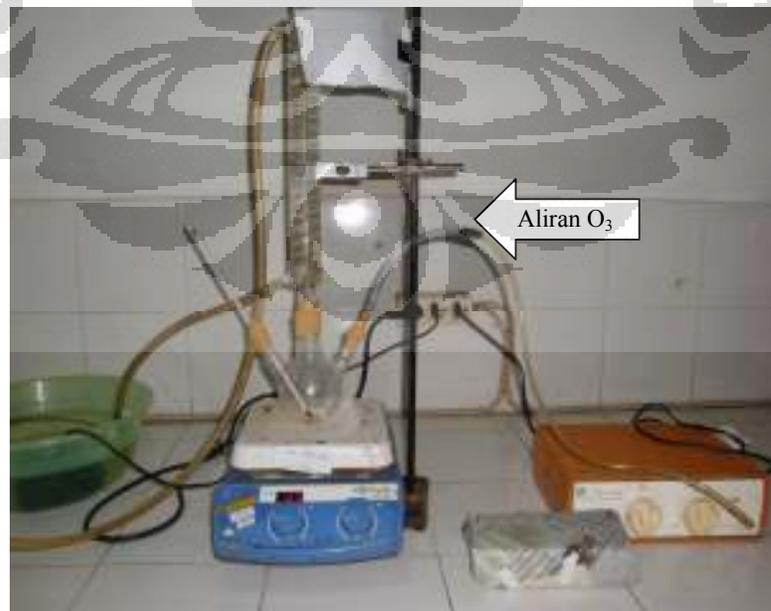
- Katalis yang telah dipakai untuk reaksi



- **Desain Reaktor Oksidasi Katalitik dengan O_2**

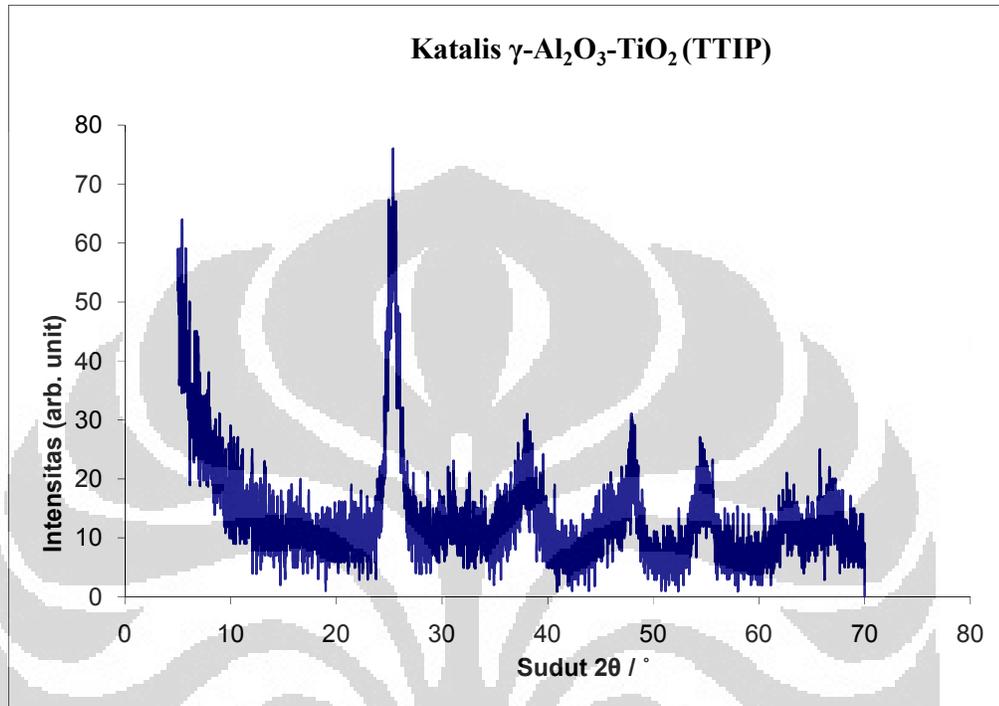


- **Desain Reaktor Oksidasi Katalitik dengan O_3**



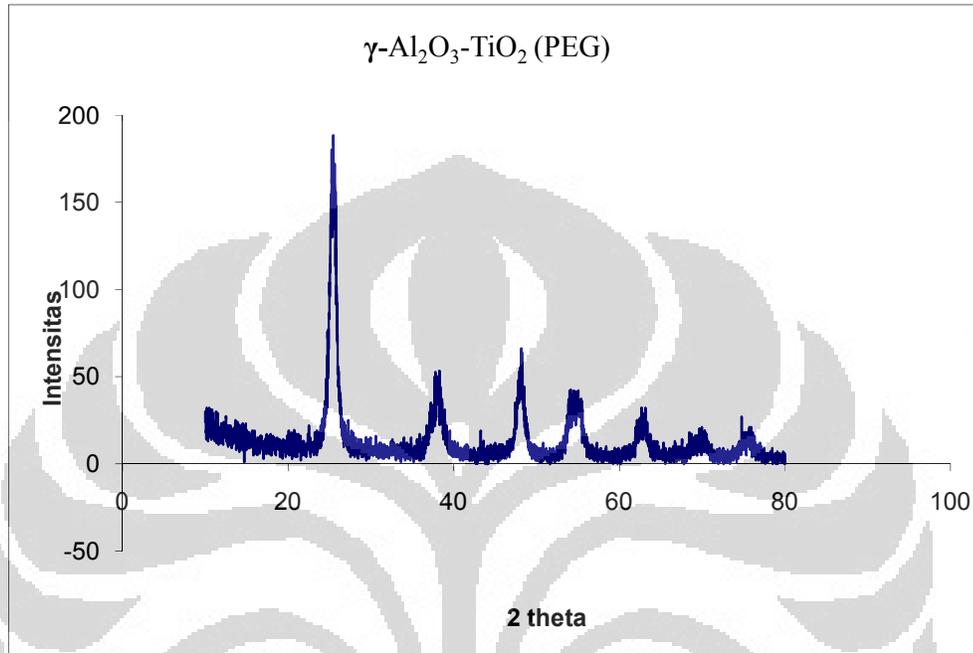
LAMPIRAN 4 : Data hasil analisis difraksi sinar-X

1) Data hasil analisis difraksi sinar-X pada katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)



No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	Height [cts]
1	11.0516	8.00607	25.24	0.1181	1.6	10	13.69
2	25.4876	3.49485	100	0.3149	16.85	5	54.26
3	31.0565	2.87971	18.08	1.8893	18.29	4	9.81
4	37.9951	2.36827	32.27	1.2595	21.76	3	17.51
5	48.1899	1.88839	30.88	1.1021	18.22	4	16.76
6	55.0116	1.66928	26.26	1.8893	26.56	3	14.25
7	62.9208	1.47715	19.54	1.5744	16.47	2	10.6
8	67.1775	1.39237	16.08	1.92	22.34	5	8.73

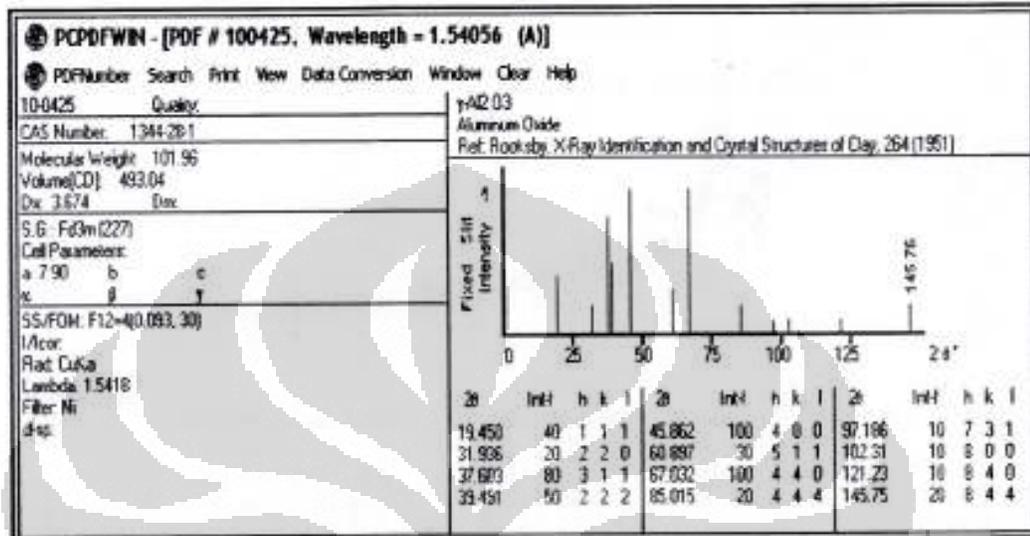
2) Data hasil analisis difraksi sinar-X pada katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (PEG)



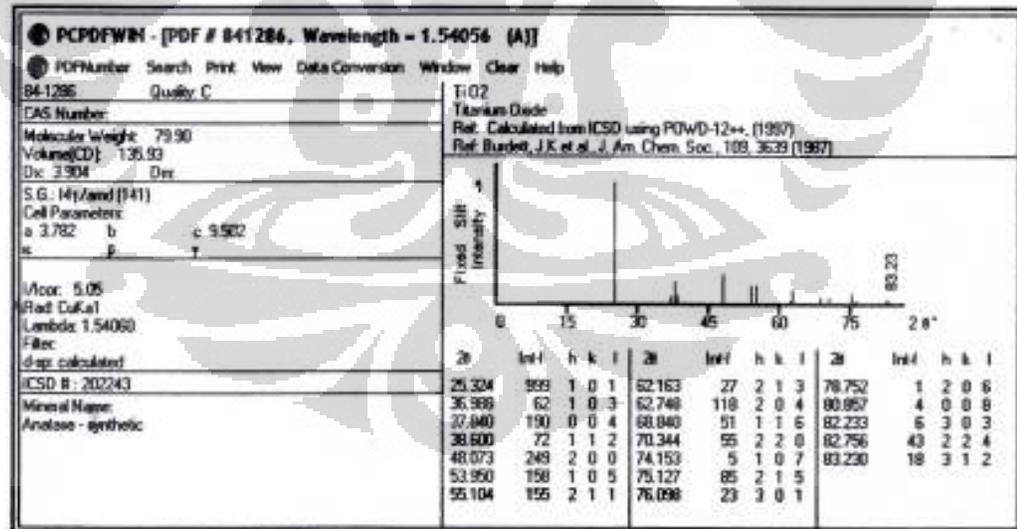
No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	Height [cts]
1	25.5542	3.4859	100	0.7872	125.41	5	161.5
2	38.1297	2.36021	24.12	0.6298	24.2	3	38.95
3	48.2134	1.88753	33.9	0.3149	17.01	3	54.75
4	54.0059	1.69796	17.13	0.6298	17.18	2	27.66
5	55.2418	1.66287	18.57	0.9446	27.95	2	29.99
6	63.0611	1.4742	12.83	0.551	11.26	2	20.72
7	68.9493	1.36198	6.23	0.9446	9.38	1	10.07
8	70.2975	1.33913	6.96	0.9446	10.48	1	11.24
9	75.3415	1.26047	7.59	1.92	31.38	1	12.26

LAMPIRAN 5 : Spektra dan data difraksi sinar-X pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ standar dan TiO_2 anatase standar

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Standar

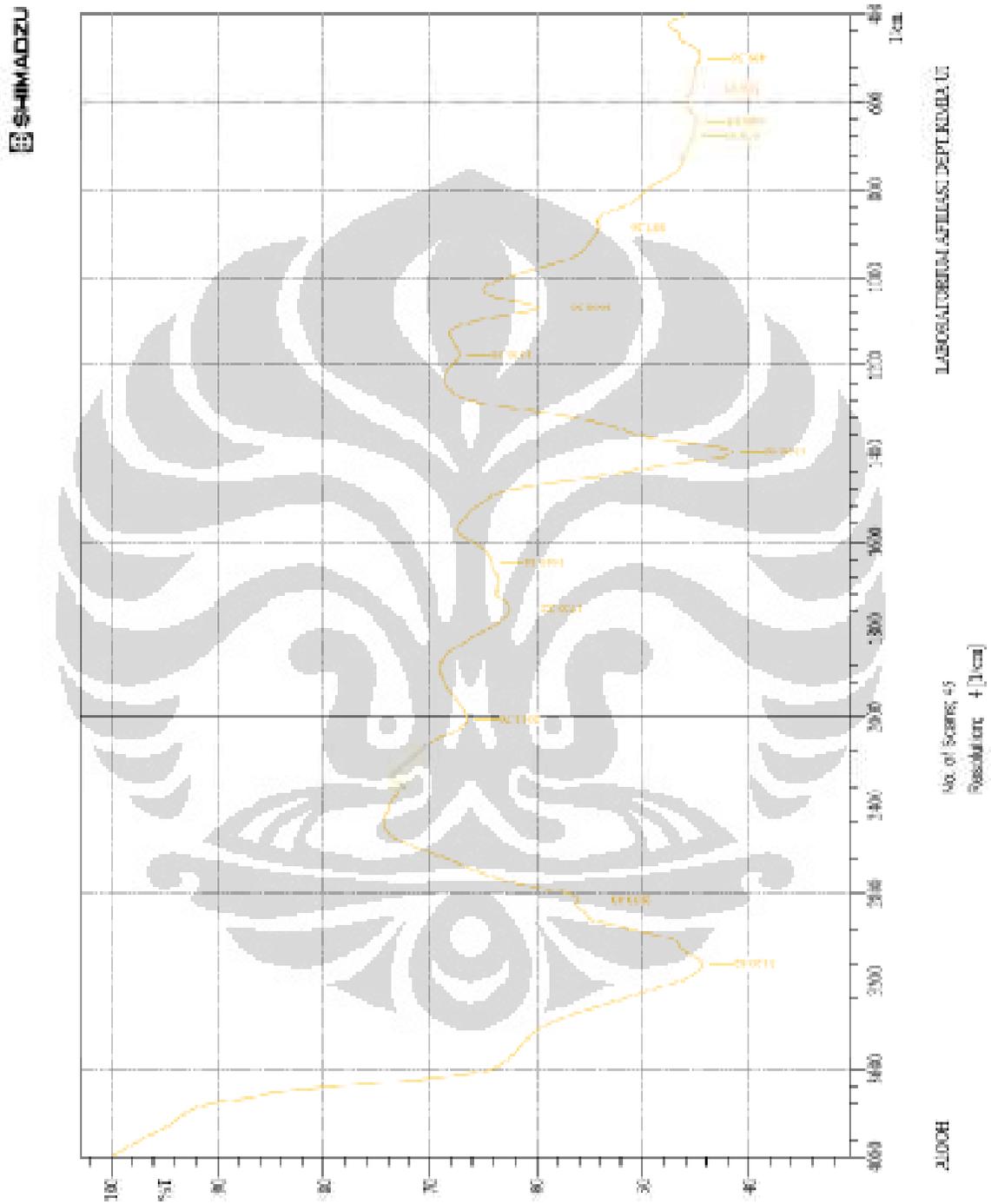


TiO_2 Anatase Standar



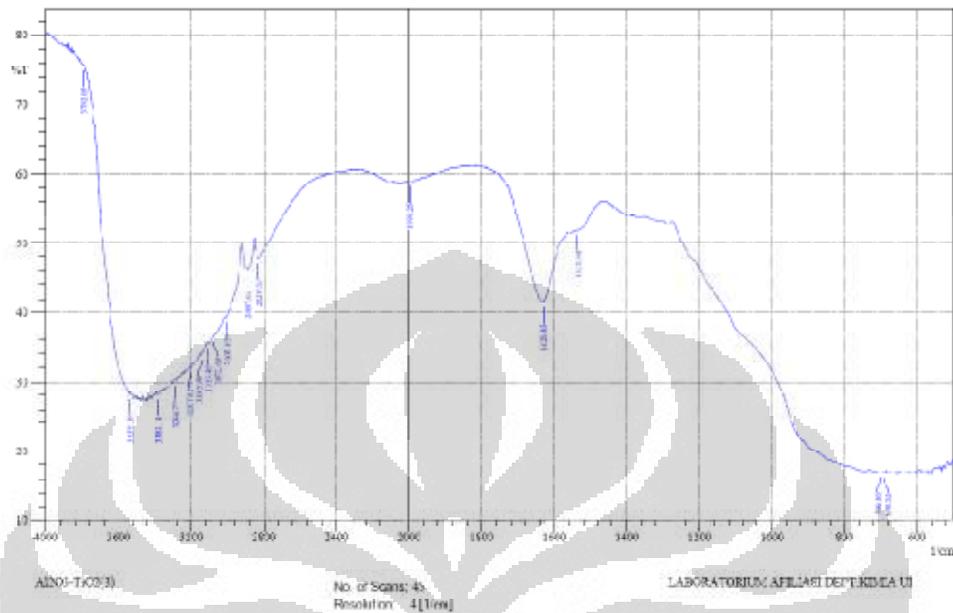
LAMPIRAN 6 : Spektrum FT-IR

- AlOOH (Boehmite)



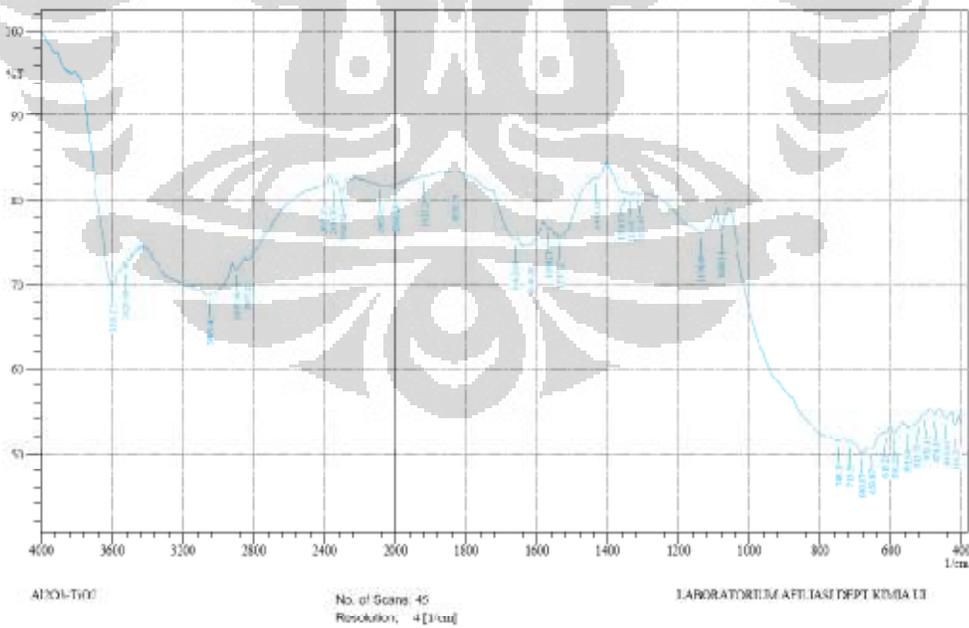
- Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP)

SHIMADZU



- Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (PEG)

SHIMADZU

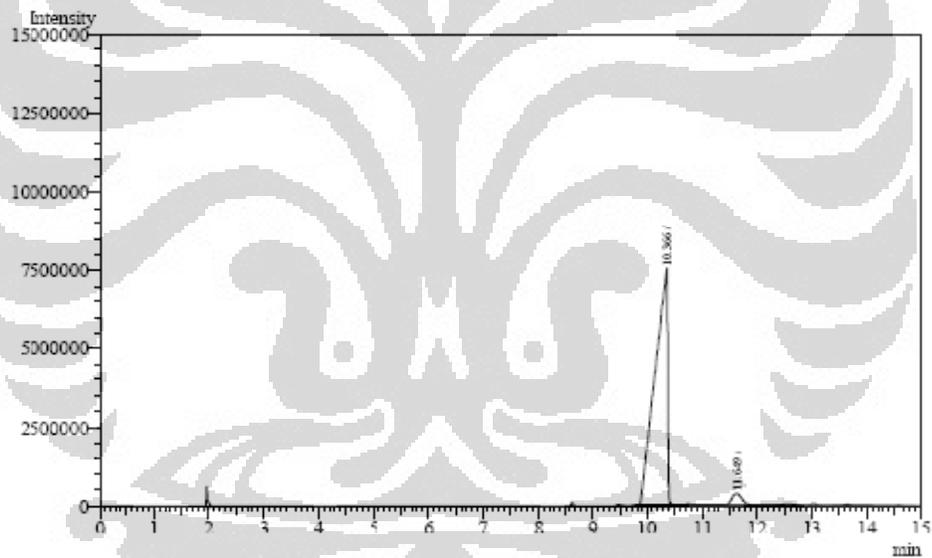


LAMPIRAN 7 : Kromatogram zat murni

- **Kondisi instrumen GC**

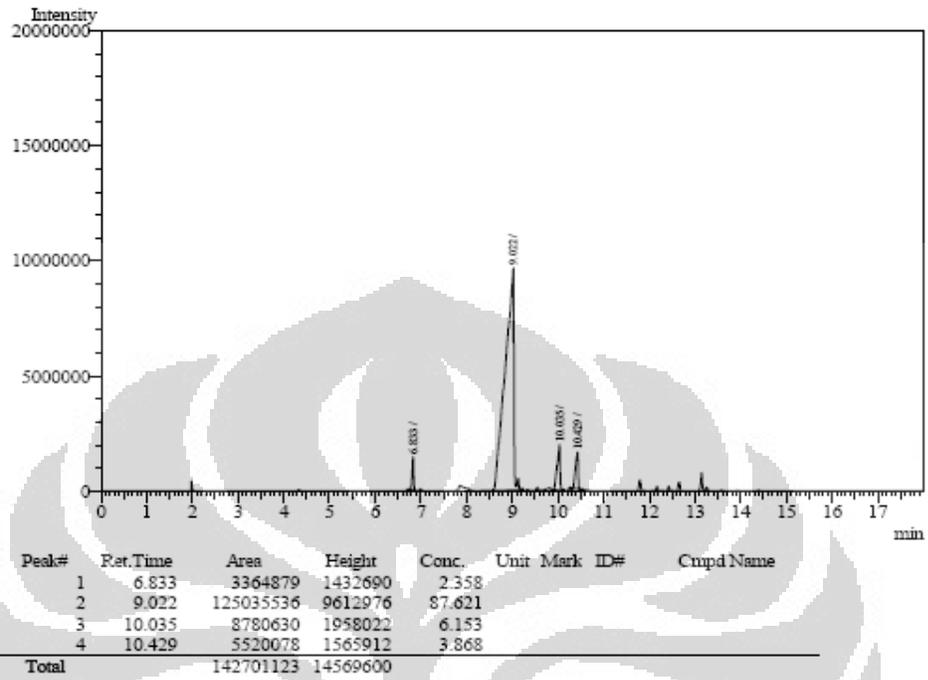
- Kolom: RTX
- Fasa gerak : N₂
- Merk: Shimadzu GC-9A
- Suhu injektor : 270°C
- Suhu kolom : 200°C
- Detektor : FID
- Suhu detektor : 270°C

- **Sitronelol murni**

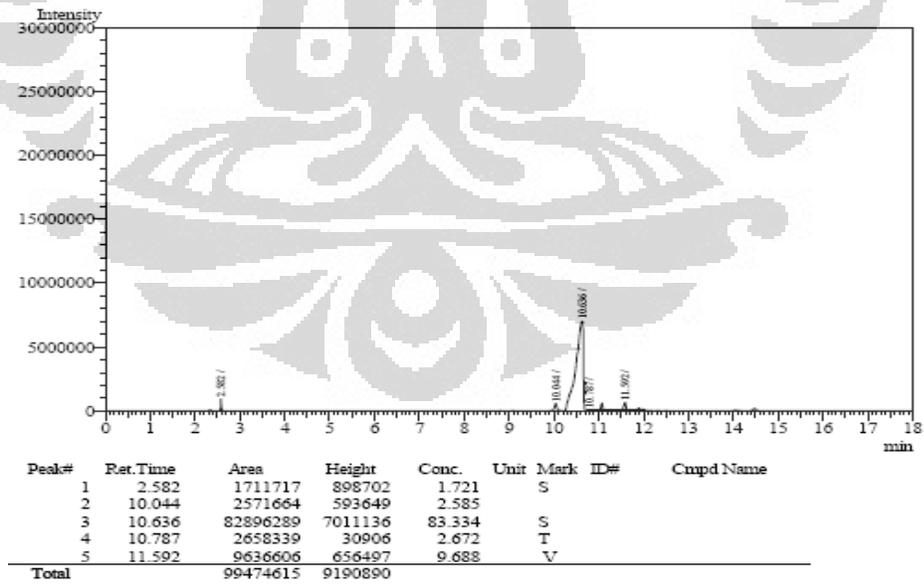


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	CmpdName
1	10.366	116337415	7520778	96.733	S			
2	11.049	5928634	355338	5.267	L			
Total		120266049	7876116					

- **Sitronelal murni**

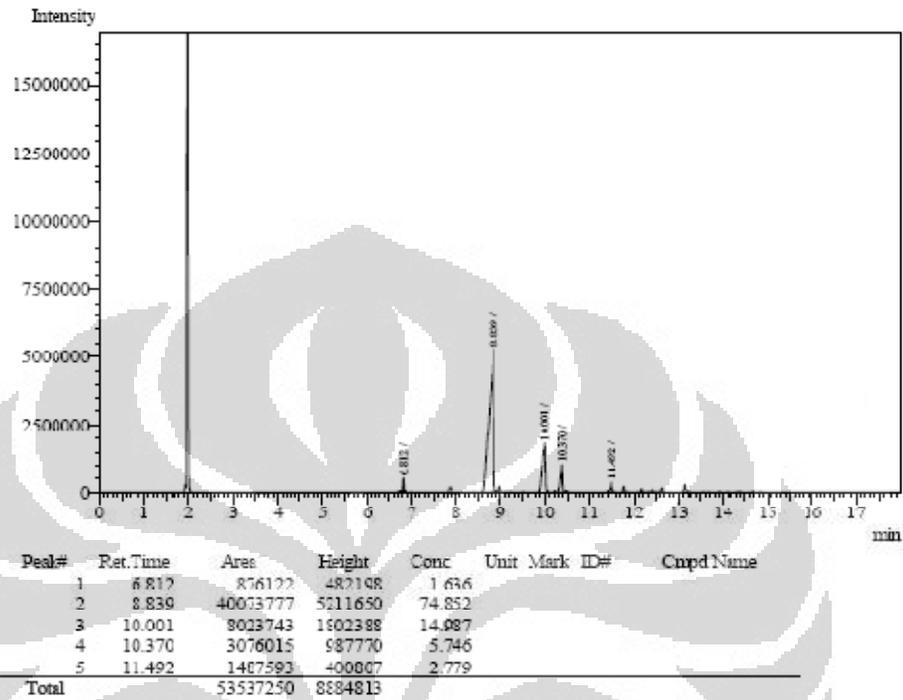


- **Geraniol murni**

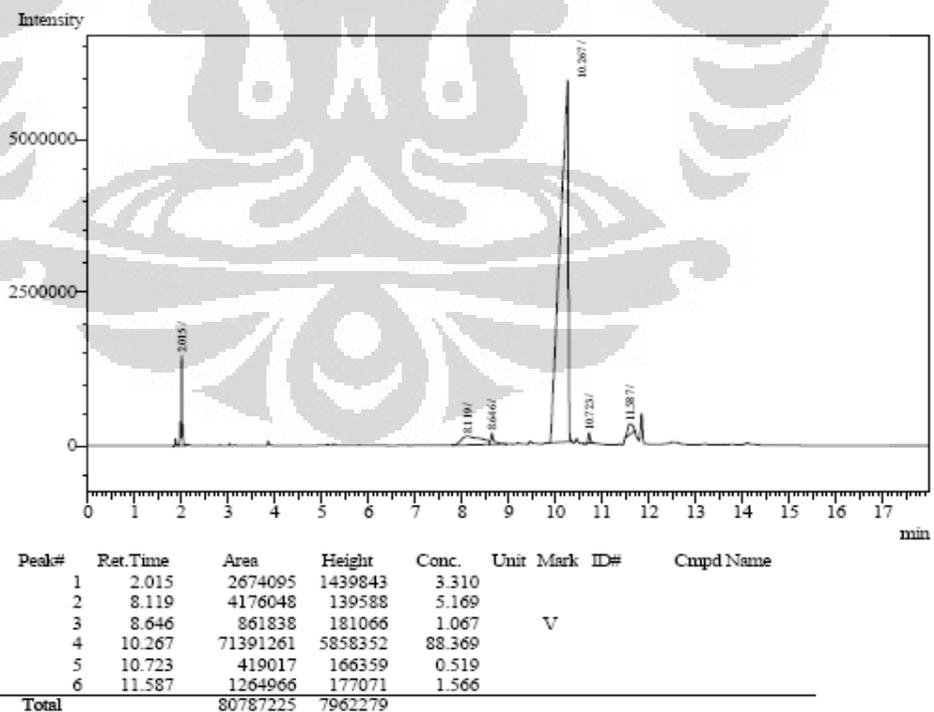


LAMPIRAN 8 : Kromatogram hasil reaksi sitronelol murni

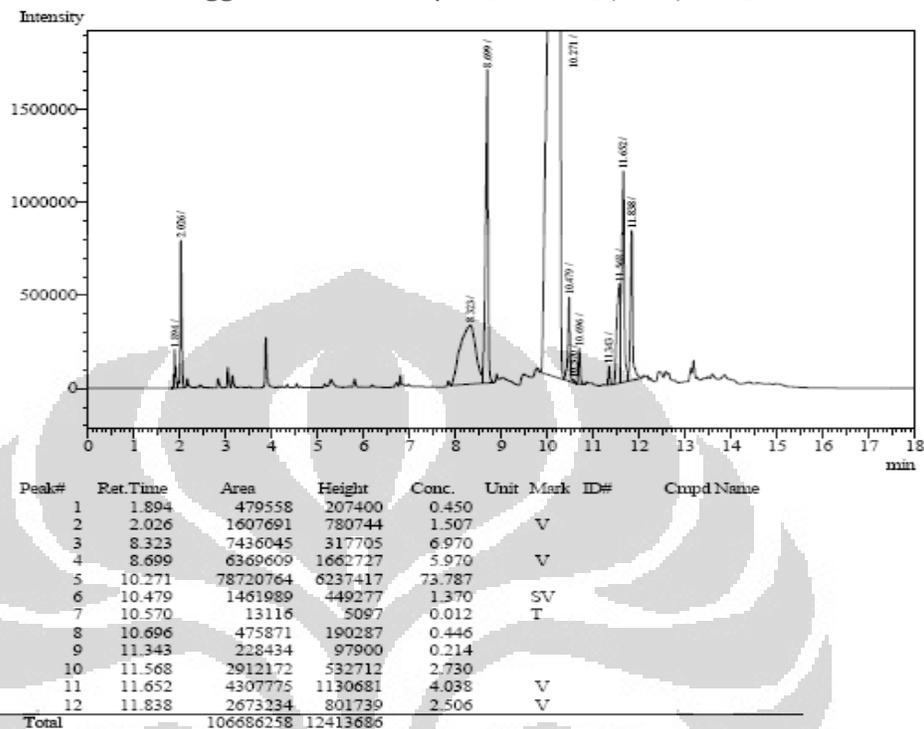
- Hasil reaksi menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) + O_2



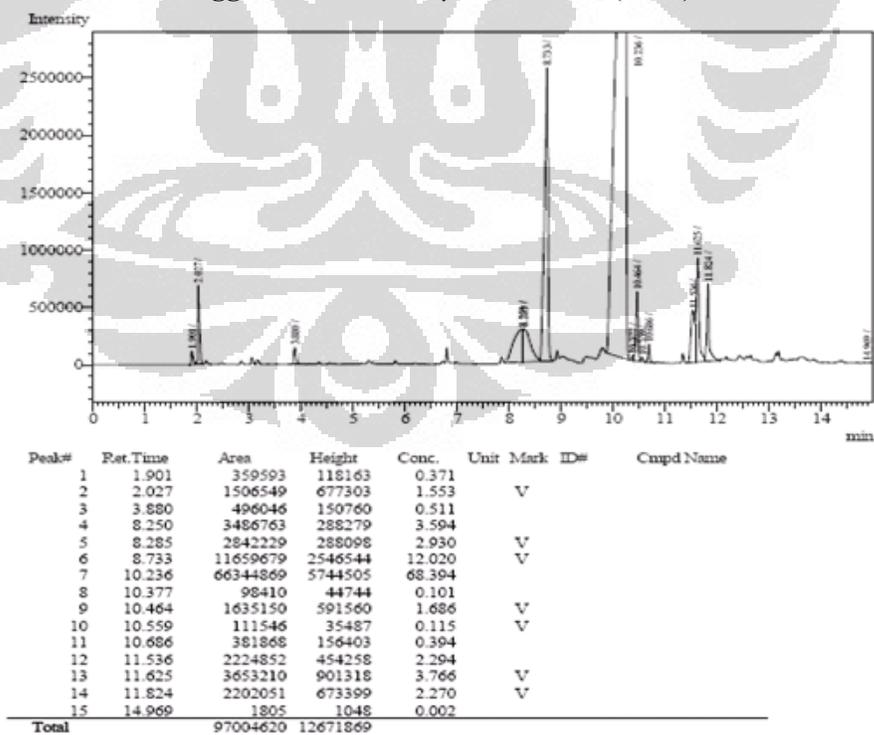
- Hasil reaksi menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) + O_3



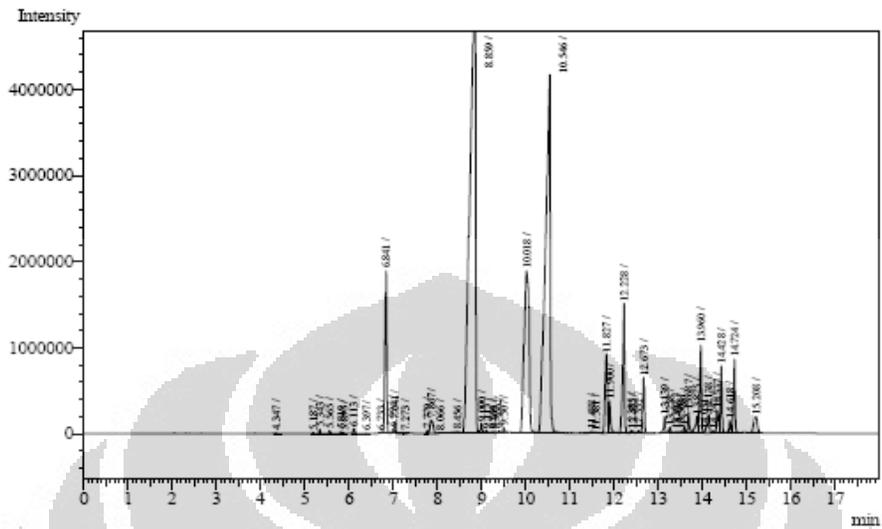
- Hasil reaksi menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{(PEG)} + \text{O}_2$



- Hasil reaksi menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{(PEG)} + \text{O}_3$



LAMPIRAN 9 : Kromatogram minyak serih (*Citronella oil*) sebelum reaksi.

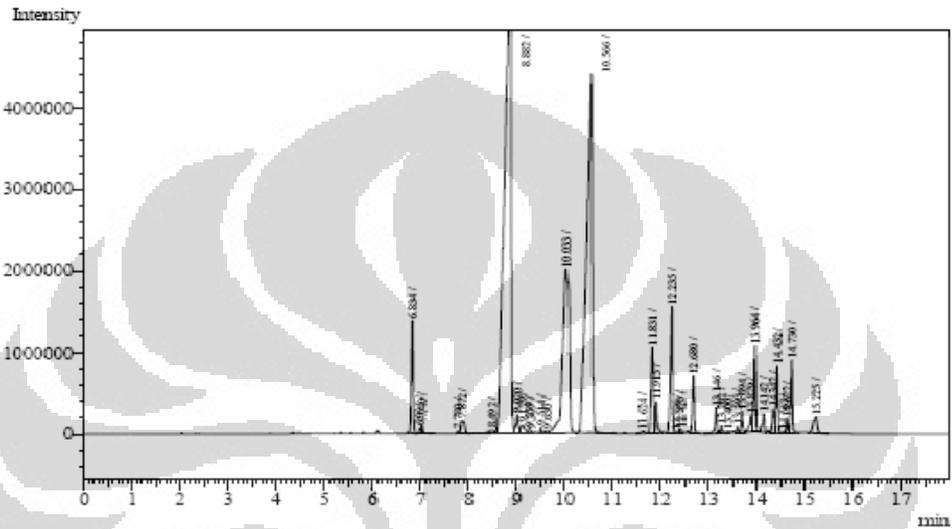


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	4.347	19327	8126	0.000		S		
2	5.187	26604	10867	0.000				
3	5.343	102748	48319	0.000				
4	5.565	76077	35278	0.000		SV		
5	5.819	61366	22958	0.000				
6	5.895	15606	6958	0.000		V		
7	6.113	122864	54753	0.000		S		
8	6.397	12629	5382	0.000				
9	6.733	49199	14230	0.000				
10	6.841	4860617	1858398	0.000		V		
11	6.994	100278	46419	0.000				
12	7.041	256319	128423	0.000		SV		
13	7.273	19676	6235	0.000		T		
14	7.779	81016	34957	0.000				
15	7.867	768806	149946	0.000		V		
16	8.066	48884	8054	0.000		V		
17	8.456	245460	18869	0.000		V		
18	8.859	47138297	5746190	0.000		V		Sitronelal
19	9.000	309162	114195	0.000		V		
20	9.115	101627	30971	0.000		V		
21	9.246	41234	15387	0.000		V		
22	9.305	29736	13196	0.000		V		
23	9.399	69523	22236	0.000				
24	9.507	136664	55461	0.000		V		
25	10.018	14458239	1875632	0.000				Sitronelol
26	10.546	31169233	4124918	0.000		V		Geraniol

LAMPIRAN 10 : Kromatogram hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) + O_2

Hasil reaksi dengan variasi waktu reaksi

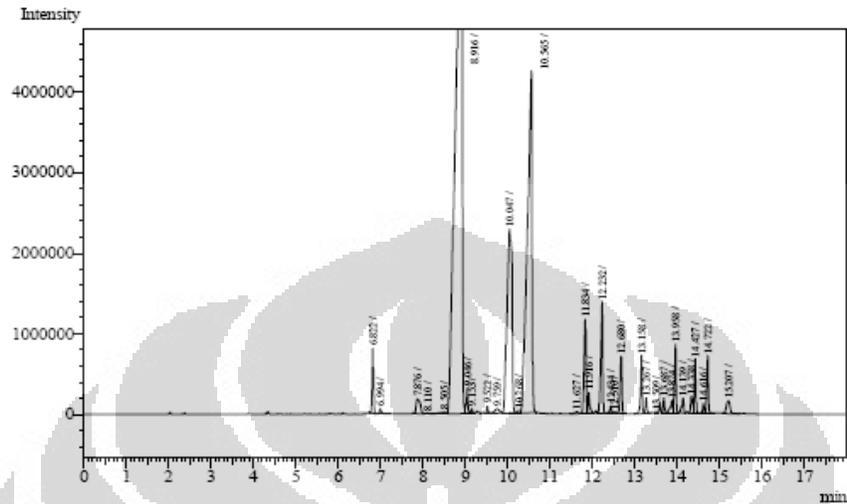
- 0.5 jam



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	6.834	3452777	1366558	2.455				
2	6.995	131300	58825	0.093				
3	7.040	248502	99812	0.177		V		
4	7.780	67447	27894	0.048				
5	7.872	930105	156798	0.661		V		
6	8.492	327755	38921	0.233				
7	8.882	56399995	6274184	40.101		V		
8	9.020	787610	222221	0.560		V		
9	9.129	588736	103316	0.419		V		
10	9.259	148269	43936	0.105		V		
11	9.309	72476	31808	0.052		V		
12	9.514	158525	65277	0.113				
13	9.630	169444	29943	0.120		V		
14	10.033	18059882	2000280	12.841		V		
15	10.566	34125740	4359643	24.264				
16	11.624	162439	29563	0.115				
17	11.831	3474277	1043661	2.470		V		
18	11.915	978715	369691	0.696		V		
19	12.235	5224240	1530054	3.714				
20	12.326	31788	10617	0.023		V		
21	12.393	93241	40547	0.066		V		
22	12.429	86885	40762	0.062		V		
23	12.680	1772510	684392	1.260				
24	13.146	837153	309065	0.595				
25	13.262	268410	90808	0.191		V		
26	13.400	10929	6231	0.008				

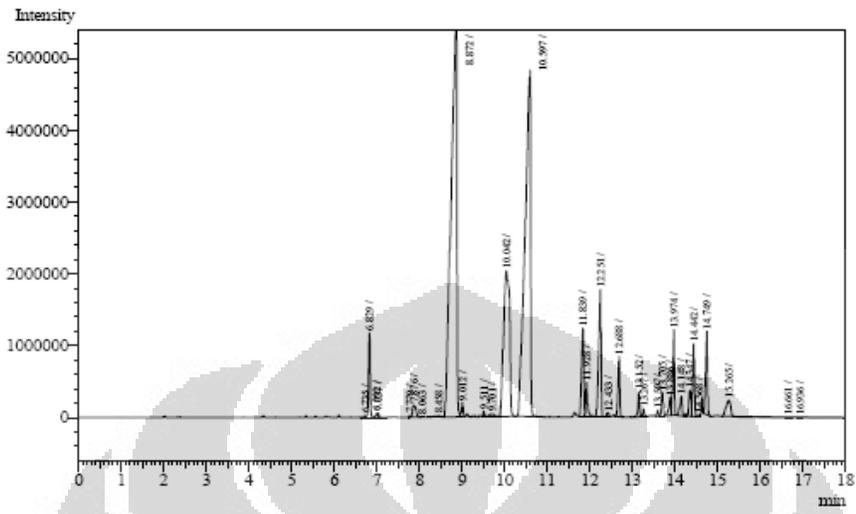
- 1 jam

Data Name : C:\mahasiswa\sania\fix\fix\Rx_AITi(TIP) O2 1h.gcd
 Method Name : C:\mahasiswa\sania\4 nov 11\sania.gcm



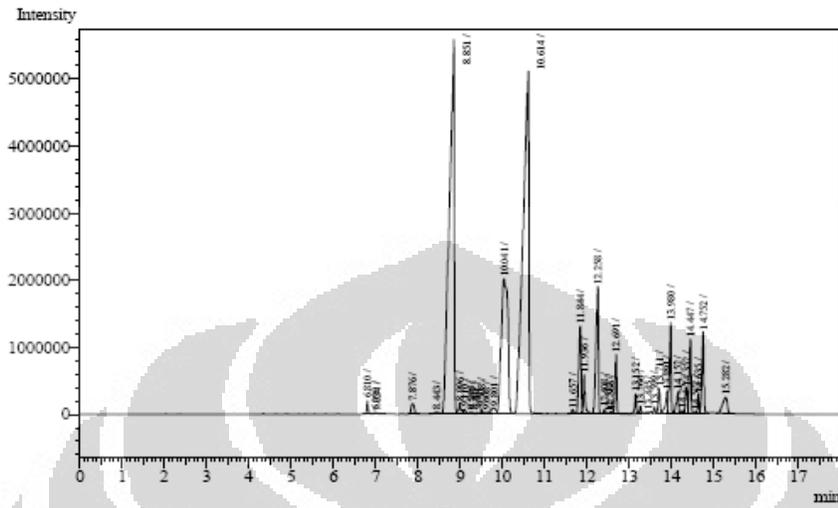
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	6.822	1769643	794345	0.000				
2	6.994	214072	64468	0.000				
3	7.876	1184186	178204	0.000				
4	8.110	43975	8154	0.000				
5	8.505	224776	23135	0.000				
6	8.916	70350007	7081468	0.000		V		
7	9.046	837833	309443	0.000		V		
8	9.153	143452	55527	0.000		V		
9	9.522	232754	88061	0.000				
10	9.759	448723	52066	0.000		V		
11	10.047	18826447	2280104	0.000		V		
12	10.268	111420	30695	0.000				
13	10.565	32212427	4210662	0.000		V		
14	11.627	163369	27668	0.000				
15	11.834	3706043	1161161	0.000		V		
16	11.916	705044	255624	0.000		V		
17	12.232	4466026	1367002	0.000		S		
18	12.434	267445	93018	0.000		T		
19	12.510	15364	9748	0.000		T		
20	12.680	1843993	700045	0.000				
21	13.158	1870392	718532	0.000				
22	13.267	526122	190592	0.000		V		
23	13.509	27518	14147	0.000				
24	13.687	418251	180043	0.000				
25	13.874	526173	146009	0.000				
26	13.958	2144097	838256	0.000		V		

- 2 jam



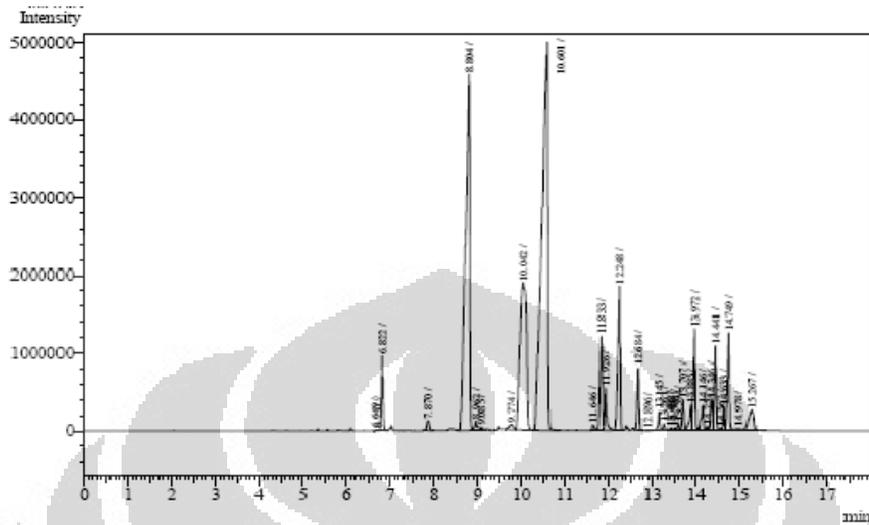
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	6.735	76307	20823	0.051				
2	6.829	2915968	1159263	1.949	V			
3	6.992	124755	53890	0.083	V			
4	7.037	142755	62881	0.095	V			
5	7.779	48513	21515	0.032				
6	7.876	906678	162963	0.606	SV			
7	8.063	5810	2912	0.004	T			
8	8.458	189851	19770	0.127				
9	8.872	52483298	5951262	35.087				
10	9.012	473736	188932	0.317	V			
11	9.511	173516	69188	0.116				
12	9.701	295393	38427	0.197	V			
13	10.042	19894033	2022222	13.300				
14	10.597	42100350	4787368	28.146				
15	11.839	4103065	1218454	2.743				
16	11.928	1214185	469221	0.812	V			
17	12.251	6488565	1745880	4.338				
18	12.433	220346	55653	0.147				
19	12.688	2191631	832324	1.465				
20	13.152	921826	342967	0.616				
21	13.267	295377	105214	0.197	V			
22	13.597	187720	78221	0.125				
23	13.705	800227	321915	0.535	V			
24	13.886	815832	251123	0.545	V			
25	13.974	3373102	1180597	2.255	V			
26	14.148	891463	272612	0.596				

- 3 jam



Peak#	Ret Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	6.810	443235	188391	0.287				
2	6.990	60001	22824	0.039				
3	7.034	46923	17165	0.030		V		
4	7.876	775060	151560	0.502				
5	8.443	242985	28864	0.157				
6	8.851	44779391	5529568	28.992		V		
7	8.996	685161	166191	0.444		V		
8	9.110	263022	66647	0.170		V		
9	9.244	89808	28395	0.058		V		
10	9.303	51487	21263	0.033		V		
11	9.401	53208	18738	0.034				
12	9.508	186548	68978	0.121		V		
13	9.608	107835	21772	0.070		V		
14	9.801	751976	88149	0.487		V		
15	10.041	22064702	2014759	14.286		V		
16	10.614	47521457	5101165	30.767		V		
17	11.657	285606	66027	0.185		V		
18	11.844	4676728	1302580	3.028		V		
19	11.936	1659554	585108	1.074		V		
20	12.258	7394129	1895077	4.787		V		
21	12.408	226922	66505	0.147		V		
22	12.515	36125	15591	0.023		V		
23	12.566	96808	34899	0.063		V		
24	12.691	2407362	882992	1.559		SV		
25	13.152	798517	291487	0.517				
26	13.266	295045	101969	0.191		V		

- 4 jam.

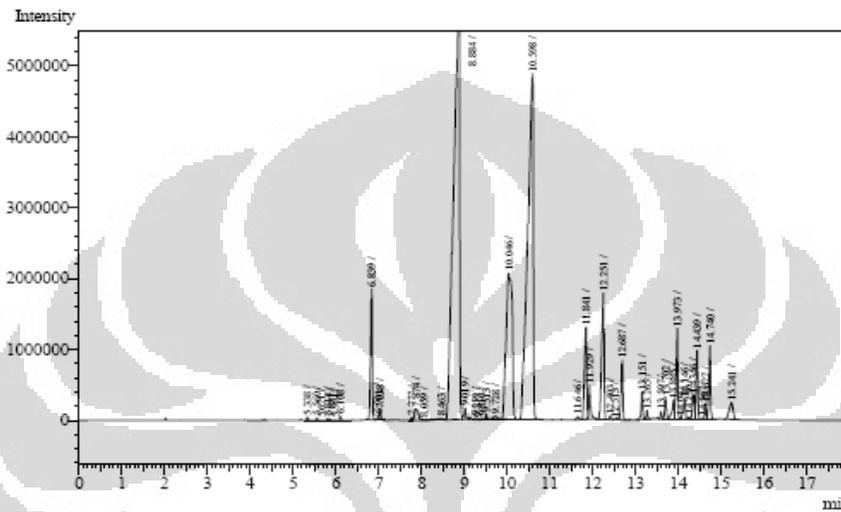


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	6.649	864	545	0.001				
2	6.731	25103	7752	0.018		V		
3	6.822	2366124	945116	1.736		V		
4	7.870	490839	123893	0.360				
5	8.804	30712687	4544013	22.536				
6	8.962	499952	11802.7	0.367		V		
7	9.085	113607	36128	0.083		V		
8	9.774	473775	63724	0.348				
9	10.042	20278150	1893467	14.879		V		
10	10.601	45660952	4965578	33.504				
11	11.646	299634	7388.7	0.120				
12	11.833	4134547	1204082	3.034		V		
13	11.926	1549128	535828	1.137		V		
14	12.248	6842600	1842737	5.021		V		
15	12.684	2071036	791098	1.520		S		
16	12.896	1578	575	0.001		T		
17	13.145	695991	243165	0.511				
18	13.261	314864	88854	0.231		V		
19	13.402	69925	24601	0.051		V		
20	13.438	63295	25066	0.046		V		
21	13.508	96805	29576	0.071		V		
22	13.594	285571	9268.2	0.210		V		
23	13.707	1099510	384101	0.807		V		
24	13.885	1160824	313284	0.852		V		
25	13.972	4010082	1295007	2.942		V		
26	14.146	1165561	311095	0.855		V		

LAMPIRAN 11 : Kromatogram hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) + O_3

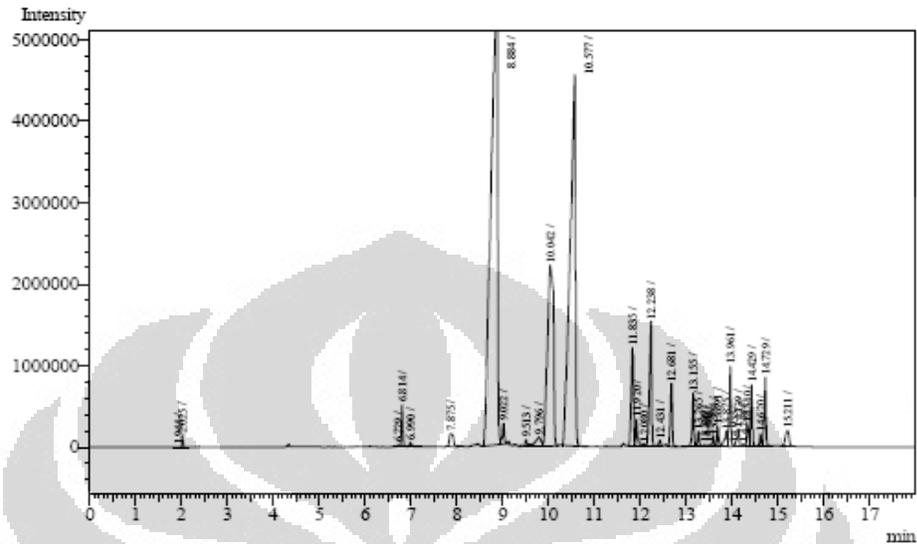
Hasil reaksi dengan variasi waktu reaksi

- 0.5 jam



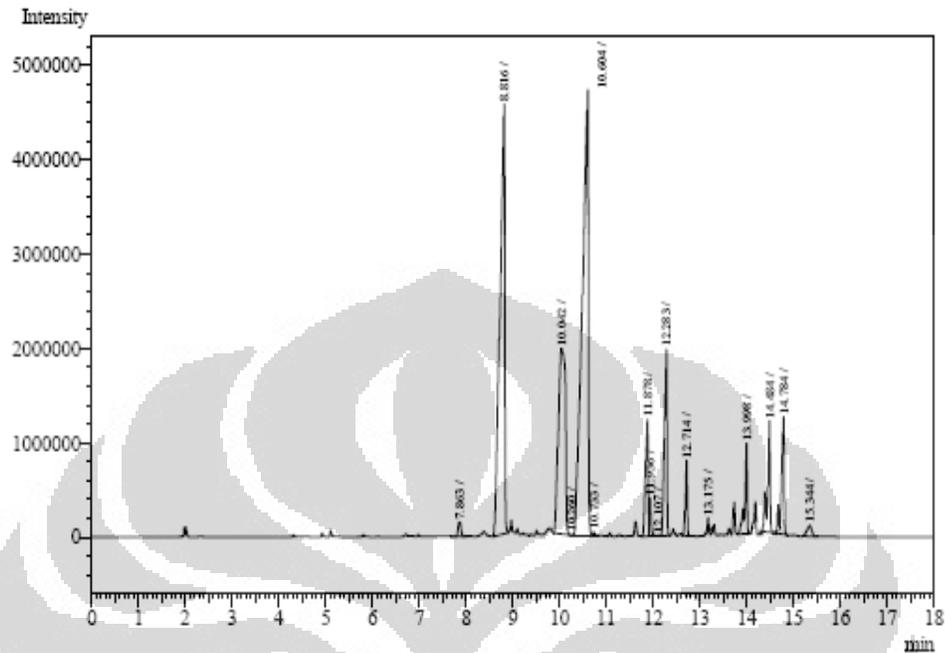
Peak#	Ret Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	5.338	90560	45276	0.056				
2	5.560	68645	33483	0.042				
3	5.671	1080	283	0.001	V			
4	5.814	67412	25809	0.042	V			
5	5.891	17882	7424	0.011	V			
6	5.991	9401	2654	0.006	V			
7	6.108	131382	57504	0.081	SV			
8	6.839	4860575	1835238	3.003				
9	6.991	119922	58504	0.074				
10	7.038	295865	134329	0.183	V			
11	7.777	84348	36569	0.052				
12	7.874	979461	156392	0.605	SV			
13	8.059	28833	7308	0.018	T			
14	8.463	183766	21410	0.114				
15	8.884	58189414	6302249	35.953				
16	9.019	413476	154645	0.255	V			
17	9.259	41787	17182	0.026				
18	9.313	32810	15226	0.020	V			
19	9.410	62298	21494	0.038				
20	9.513	242768	79709	0.150	V			
21	9.728	514987	55855	0.318	V			
22	10.046	20733899	2072885	12.811	V			
23	10.598	42804719	4863776	26.448	V			
24	11.646	165121	46148	0.102				
25	11.841	4427233	1291618	2.735				
26	11.929	1172111	463155	0.724	V			

- 1 jam.



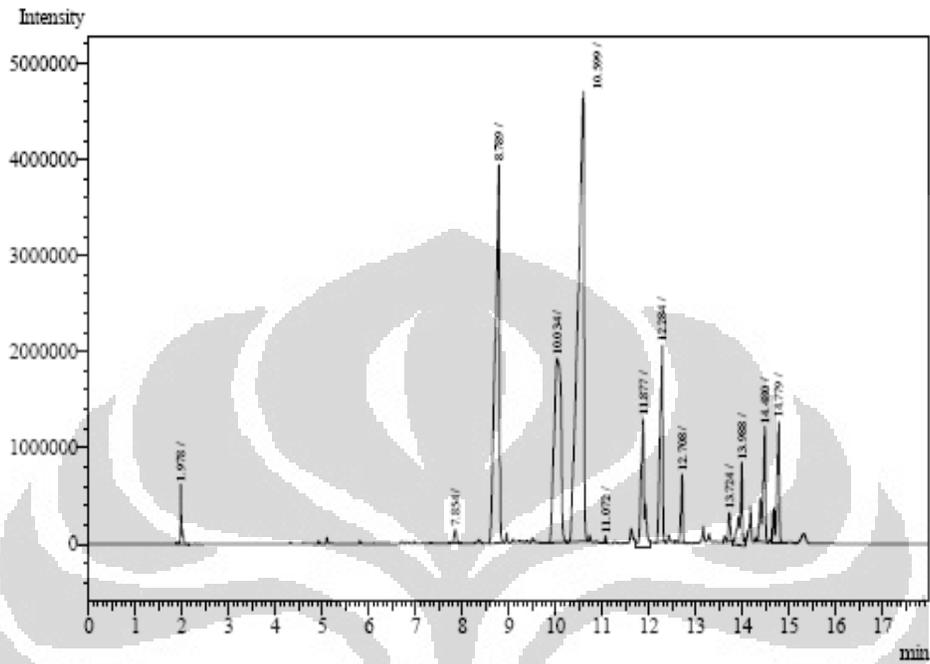
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.944	3250	922	0.002				
2	2.025	188486	131578	0.130		V		
3	6.729	90246	23761	0.062				
4	6.814	1167030	511604	0.805		V		
5	6.990	203937	51963	0.141		V		
6	7.875	962311	160251	0.664				
7	8.884	57498446	6348104	39.679				
8	9.022	698451	246351	0.482		V		
9	9.513	285682	80036	0.197				
10	9.796	922784	110302	0.637		V		
11	10.042	19976977	2214844	13.786		V		
12	10.577	36184602	4535830	24.971				
13	11.835	3937336	1196134	2.717				
14	11.920	929123	321955	0.641		V		
15	12.080	79197	33032	0.055		V		
16	12.238	5214452	1525757	3.598				
17	12.431	238718	75154	0.165		V		
18	12.681	2039730	764658	1.408				
19	13.155	1748181	651110	1.206				
20	13.265	527965	181337	0.364		V		
21	13.399	56968	20520	0.039		V		
22	13.440	37331	17058	0.026		V		
23	13.508	69140	24633	0.048		V		
24	13.594	329066	123244	0.227		V		
25	13.691	623662	239262	0.430		V		
26	13.875	739234	187795	0.510		V		

- 2 jam.



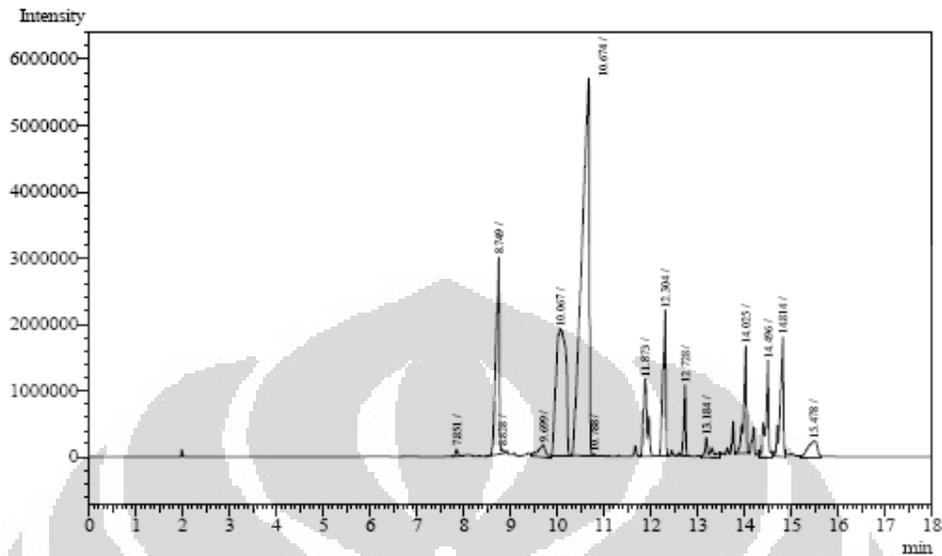
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	7.863	623827	152368	0.512				
2	8.816	30579286	4478976	25.103				
3	10.042	20284156	1964163	16.652		S		
4	10.260	4522	2244	0.004		T		
5	10.604	41341639	4670998	33.938				
6	10.733	90612	38245	0.074		V		
7	11.878	4857949	1216626	3.988				
8	11.936	1041565	402999	0.855		SV		
9	12.107	18265	8080	0.015		T		
10	12.283	7473266	1943001	6.135				
11	12.714	2121791	793633	1.742				
12	13.175	64937	144044	0.053				
13	13.998	3390783	952571	2.784				
14	14.484	4469686	1170833	3.669				
15	14.784	4645232	1234769	3.813				
16	15.344	807342	115415	0.663				
Total		121814858	19288965					

- 3 jam



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	1.978	1079166	602725	0.916				
2	7.854	542086	140966	0.460				
3	8.789	24430370	3918333	20.744				
4	10.034	19630518	1910555	16.668				
5	10.599	40915324	4648868	34.741				
6	11.072	148413	69484	0.126				
7	11.877	7058467	1321939	5.993				
8	12.284	7854506	1998726	6.669				
9	12.708	1851045	695402	1.572				
10	13.724	926027	297973	0.786				
11	13.988	3626300	853932	3.079				
12	14.480	4969517	1194224	4.220				
13	14.779	4741516	1245329	4.026				
Total		117773255	18898456					

- 4 jam

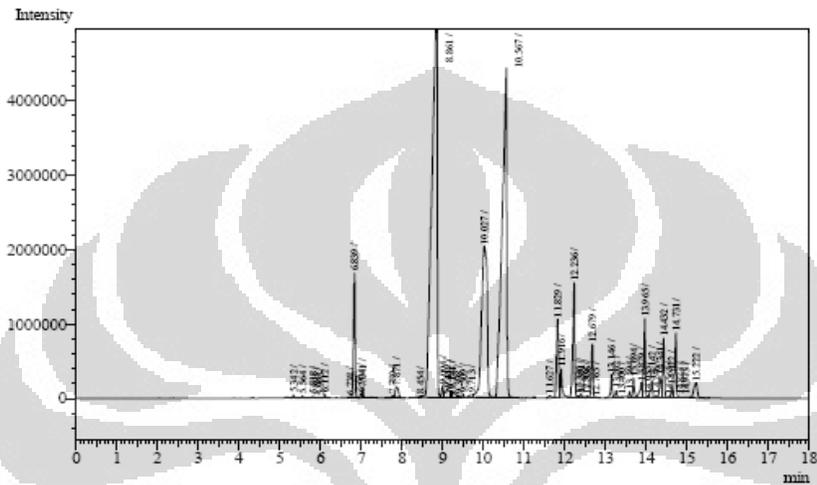


Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	7.851	327504	104401	0.212				
2	8.749	14919941	2947713	9.651		S		
3	8.828	31701	21490	0.021		T		
4	9.699	2149102	182283	1.390				
5	10.067	27860808	1916342	18.022				
6	10.674	62601756	5659320	40.495		SV		
7	10.788	26484	15673	0.017		T		
8	11.873	6912507	1154261	4.472				
9	12.304	9312054	2192373	6.024				
10	12.728	3112498	1059651	2.013				
11	13.184	2098295	299188	1.357				
12	14.025	6507622	1601811	4.210				
13	14.496	6697084	1435926	4.332				
14	14.814	8267836	1796467	5.348				
15	15.478	3764893	260219	2.435				
Total		154590085	20647118					

LAMPIRAN 12 : Kromatogram hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$
(PEG) + O₂

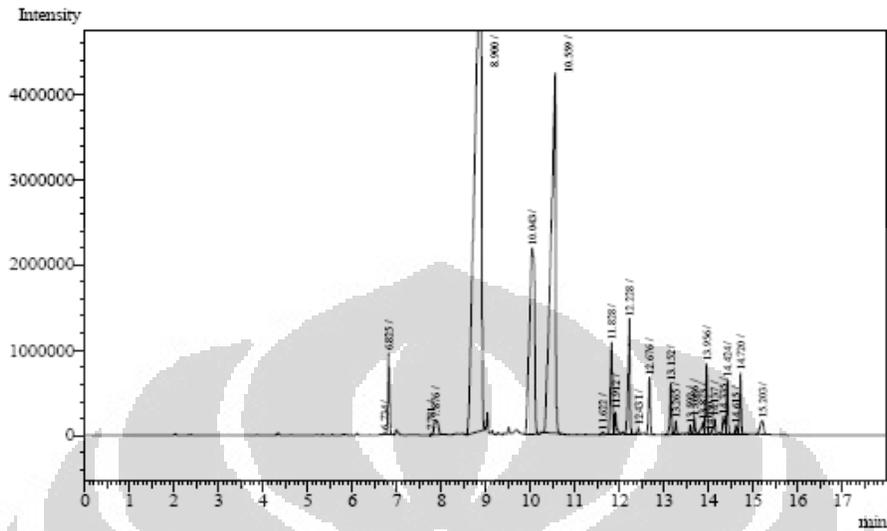
Hasil reaksi dengan variasi waktu reaksi

- 0.5 jam



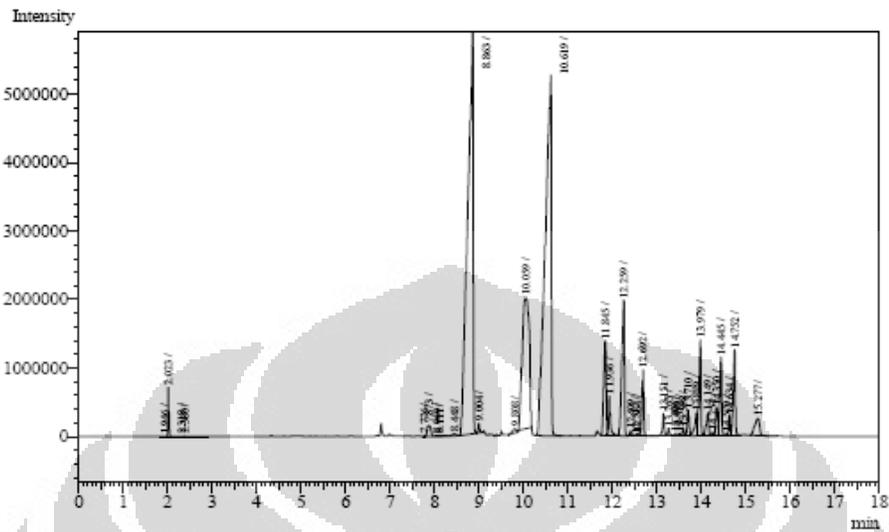
Peak#	Ret Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Compd Name
1	5.342	87983	40016	0.064				
2	5.564	65748	30313	0.048		V		
3	5.818	58651	22763	0.043				
4	5.895	13345	6191	0.010		V		
5	5.995	4253	1744	0.003				
6	6.112	109427	50035	0.080		V		
7	6.738	36188	11202	0.026				
8	6.839	4370446	1665653	3.193		V		
9	6.994	104838	48068	0.077				
10	7.041	251367	117243	0.184		V		
11	7.780	101218	35005	0.074				
12	7.871	785702	144266	0.574		V		
13	8.454	43933	13640	0.032				
14	8.861	48180663	5764886	35.196		V		
15	9.004	501260	154706	0.366		V		
16	9.119	730485	115047	0.534		V		
17	9.192	200465	91878	0.146		V		
18	9.241	557040	91453	0.407		V		
19	9.398	85878	30621	0.063		V		
20	9.509	113210	51631	0.083				
21	9.713	252214	40114	0.184		V		
22	10.027	19304542	2033194	14.102		V		
23	10.367	39180348	4420333	25.700		V		
24	11.627	147779	36192	0.108				
25	11.829	3429185	1051918	2.505		V		
26	11.916	1021752	379209	0.746		V		

- 1 jam



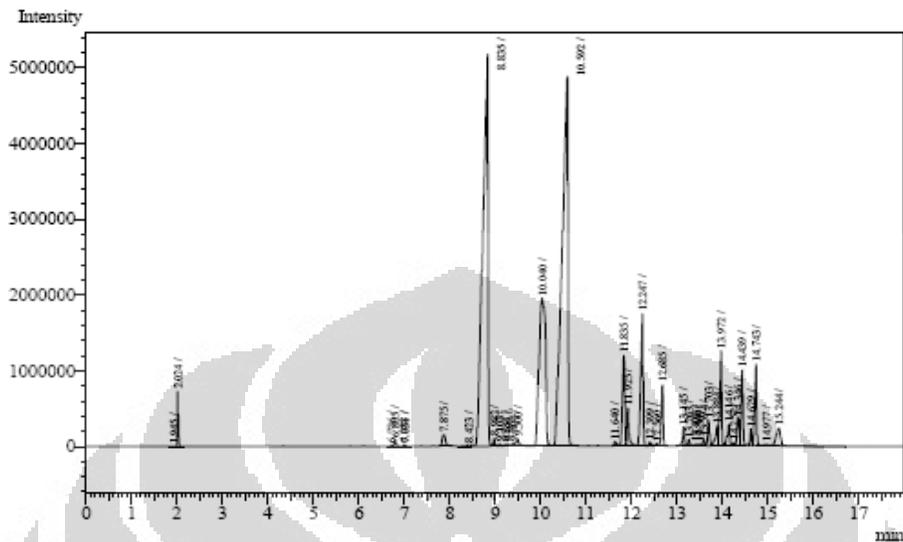
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	6.734	101341	26644	0.074				
2	6.825	2276095	953676	1.658		V		
3	7.781	43824	18869	0.032				
4	7.876	1114832	171613	0.812		V		
5	8.900	63209554	6679661	46.056				
6	10.043	17570058	2179579	12.802				
7	10.559	31213810	4204882	22.743				
8	11.622	146364	30641	0.107				
9	11.828	3348619	1076469	2.440		V		
10	11.912	721458	254191	0.526		V		
11	12.228	4310606	1349291	3.141				
12	12.431	229693	75683	0.167		V		
13	12.676	1709370	655886	1.245				
14	13.152	1516459	594378	1.105				
15	13.265	431840	157492	0.315		V		
16	13.592	227687	101959	0.166				
17	13.686	463899	191279	0.338		V		
18	13.873	540456	142091	0.394		V		
19	13.956	2122532	821595	1.547		V		
20	14.030	21200	11201	0.015		V		
21	14.137	572956	177485	0.417		V		
22	14.335	656593	212792	0.478				
23	14.424	1600593	635684	1.166		V		
24	14.615	310381	111822	0.226				
25	14.720	1910096	715659	1.392		V		
26	15.203	876061	162108	0.638				

- 2 jam.



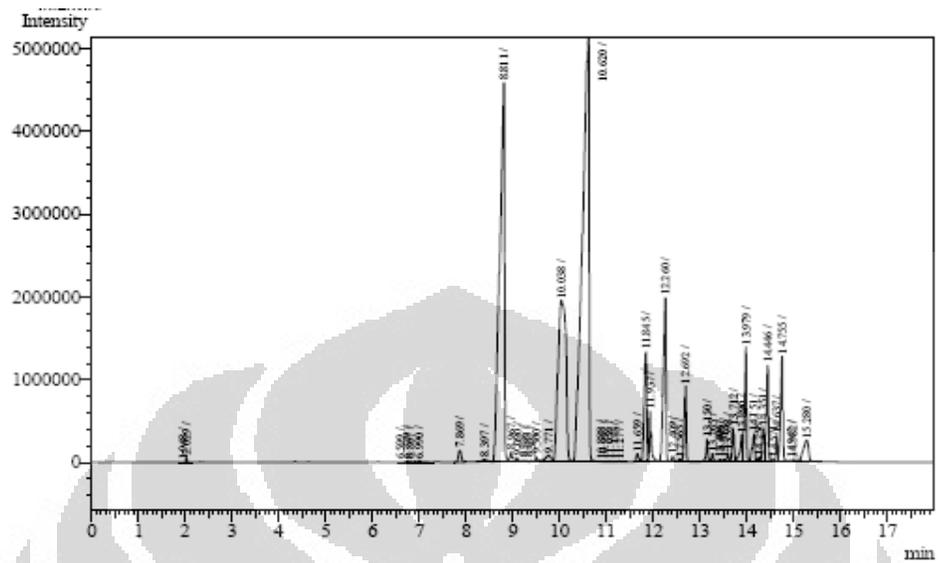
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.946	2535	731	0.002	V			
2	2.023	982329	705928	0.608	SV			
3	2.318	5845	2922	0.004	TV			
4	2.380	9931	5257	0.006	TV			
5	7.776	16170	6983	0.010				
6	7.873	878955	152082	0.544	SV			
7	8.060	9200	3632	0.006	T			
8	8.111	14714	2400	0.009	TV			
9	8.448	188574	28467	0.117				
10	8.863	49814164	5828017	30.843				
11	9.004	340455	141169	0.211	V			
12	9.808	358797	63174	0.222				
13	10.059	21156285	1917455	13.099				
14	10.619	49443802	5252528	30.614				
15	11.845	4869969	1368475	3.015				
16	11.936	1579977	577042	0.978	V			
17	12.259	7727169	1967314	4.784				
18	12.409	219129	67202	0.136	V			
19	12.517	28498	14195	0.018	V			
20	12.564	100936	35723	0.062	V			
21	12.692	2688180	959595	1.664	SV			
22	13.151	927024	328709	0.574				
23	13.265	376615	113768	0.233	V			
24	13.406	60686	23527	0.038	V			
25	13.443	68591	25870	0.042	V			
26	13.512	97266	31595	0.060	V			

- 3 jam



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.945	2153	702	0.002				
2	2.024	1004434	715249	0.736		V		
3	6.726	35388	9584	0.026				
4	6.805	240667	88951	0.176		V		
5	6.988	45779	18816	0.034		V		
6	7.031	29473	12929	0.022		V		
7	7.875	697420	145074	0.511				
8	8.423	123940	19284	0.091				
9	8.835	39751518	5097656	29.143		V		
10	8.982	266233	103106	0.195		V		
11	9.103	73013	28441	0.054		V		
12	9.237	94401	24182	0.069		V		
13	9.299	76342	23263	0.056		V		
14	9.404	138058	44156	0.101		V		
15	9.500	516187	96556	0.378		SV		
16	10.040	19320439	1949474	14.164		V		
17	10.592	42326957	4851283	31.031		V		
18	11.640	245630	58200	0.180				
19	11.835	4037305	1183688	2.960		V		
20	11.925	1453894	498862	1.066		V		
21	12.247	6390551	1741206	4.685		V		
22	12.399	178822	51894	0.131		V		
23	12.560	122000	34076	0.089		V		
24	12.685	2140456	797528	1.569		V		
25	13.145	676445	246423	0.496				
26	13.263	285241	86242	0.209		V		

- 4 jam

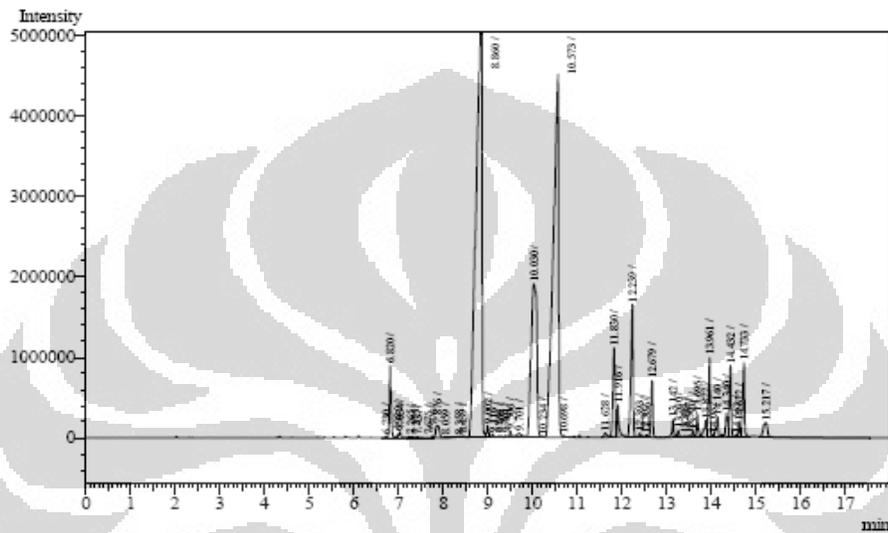


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.948	3043	771	0.002				
2	2.029	94738	59953	0.064		V		
3	6.599	114	65	0.000				
4	6.729	34836	8999	0.024		V		
5	6.807	43404	11714	0.029		V		
6	6.990	90469	16823	0.061		V		
7	7.869	599318	141237	0.407				
8	8.397	252175	33754	0.171				
9	8.811	31633357	4530176	21.460		V		
10	8.967	595793	127474	0.404		V		
11	9.090	211688	51684	0.144		V		
12	9.226	76380	22360	0.052		V		
13	9.293	47212	16998	0.052		V		
14	9.392	63106	17570	0.043		V		
15	9.500	239732	63230	0.163		V		
16	9.771	764566	81789	0.519		V		
17	10.038	22904884	1954422	15.539		V		
18	10.620	50375066	5154489	34.175		SV		
19	10.888	7963	3004	0.005		T		
20	10.957	5133	1706	0.003		TV		
21	11.059	23811	10476	0.016		TV		
22	11.173	3731	1446	0.003		T		
23	11.277	38575	10487	0.026		TV		
24	11.659	410767	98840	0.279				
25	11.845	4718399	1318021	3.201		V		
26	11.937	1752961	607890	1.189		V		

LAMPIRAN 13 : Kromatogram hasil reaksi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$
(PEG) + O₃

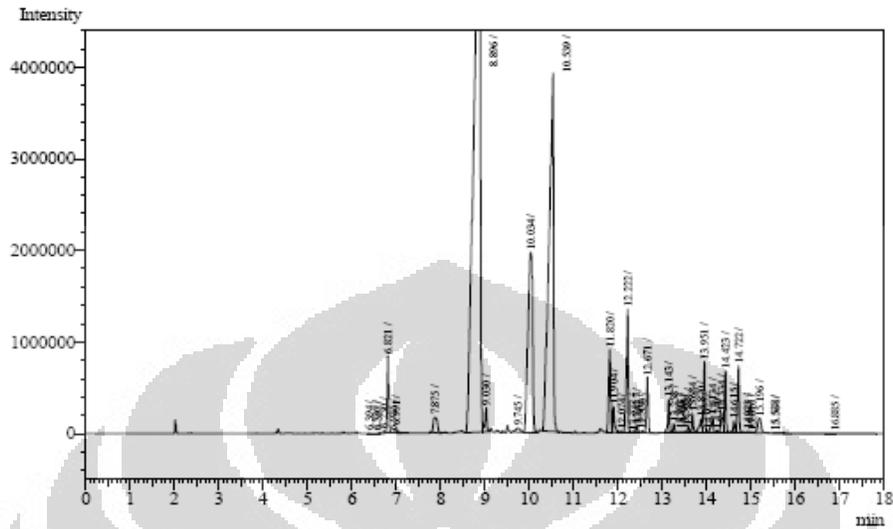
Hasil reaksi dengan variasi waktu reaksi

- 0.5 jam



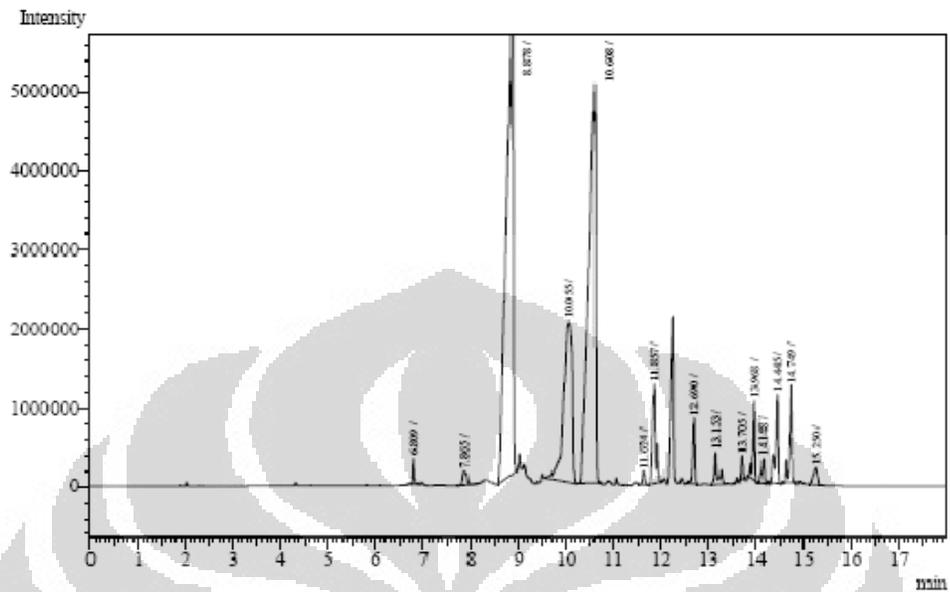
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	6.730	57625	15130	0.043				
2	6.820	2274167	887704	1.701	V			
3	6.989	113560	47924	0.085	V			
4	7.034	186213	69116	0.139	SV			
5	7.265	6640	3024	0.005	TV			
6	7.375	15682	3196	0.012	TV			
7	7.437	9575	2544	0.007	TV			
8	7.675	1104	368	0.001	TV			
9	7.776	48625	20217	0.036				
10	7.876	867351	151238	0.649	SV			
11	8.059	25039	5872	0.019	T			
12	8.358	86591	14674	0.065	V			
13	8.439	120307	20310	0.090	V			
14	8.860	49007488	5833556	36.652	V			
15	9.002	472135	147671	0.353	V			
16	9.116	125708	37478	0.094	V			
17	9.246	52321	18353	0.039	V			
18	9.304	44085	17206	0.033	V			
19	9.401	76555	22412	0.057	V			
20	9.506	208609	70010	0.156	V			
21	9.701	442309	45438	0.331	V			
22	10.030	17095650	1905400	12.786	SV			
23	10.234	1198	615	0.001	T			
24	10.573	36725144	4483658	27.466	SV			
25	10.698	9135	5078	0.007	T			
26	11.628	236099	50804	0.177				

- 1 jam.



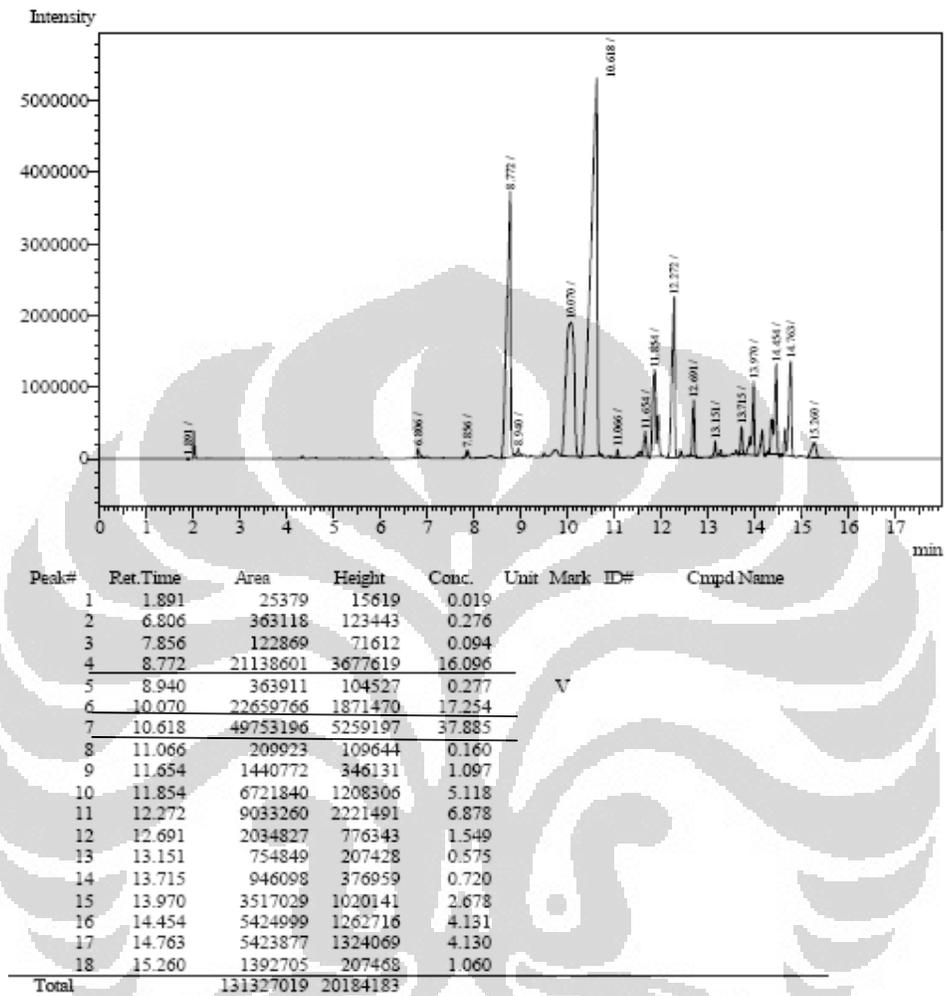
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name
1	6.394	4184	1718	0.003			
2	6.536	523	286	0.000			
3	6.597	1862	956	0.001			
4	6.730	100572	26728	0.077	V		
5	6.821	2066711	838224	1.590	SV		
6	6.925	2015	1056	0.002	T		
7	6.991	198894	54482	0.153	TV		
8	7.875	1035777	165508	0.797			
9	8.896	62663043	6697030	48.197			
10	9.030	637335	256358	0.490	V		
11	9.745	297910	41655	0.229			
12	10.034	14313523	1958134	11.009	V		
13	10.539	27347556	3894088	21.034			
14	11.820	2843194	898550	2.187			
15	11.904	822529	277774	0.633	SV		
16	12.074	21460	10914	0.017	T		
17	12.222	4168365	1333424	3.206			
18	12.322	13738	4937	0.011	V		
19	12.427	229972	70610	0.177	V		
20	12.504	30809	14253	0.024	V		
21	12.550	50532	21517	0.039	V		
22	12.671	1543483	594821	1.187	SV		
23	13.143	962995	360542	0.741			
24	13.258	317243	99238	0.244	V		
25	13.392	45304	15727	0.035	V		
26	13.435	38714	15103	0.030	V		

- 2 jam

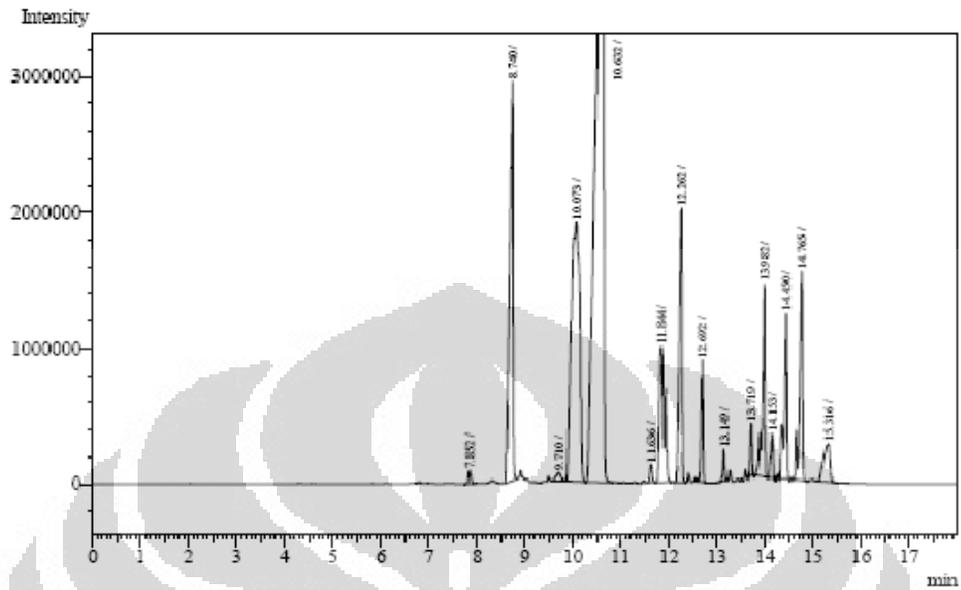


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	6.809	560359	313068	0.000				
2	7.865	1062400	173538	0.000				
3	8.878	54938769	6294626	0.000				
4	10.055	26272660	2031938	0.000				
5	10.608	45967883	4998778	0.000				
6	11.624	552673	174342	0.000				
7	11.857	6282732	1248955	0.000				
8	12.690	2499641	829443	0.000				
9	13.153	1788213	406274	0.000				
10	13.705	509583	294162	0.000				
11	13.968	2987404	985108	0.000				
12	14.148	1014209	313634	0.000				
13	14.445	4191114	1115905	0.000				
14	14.749	4327983	1218408	0.000				
15	15.250	1429181	218355	0.000				
Total		153984804	20616534					

- 3 jam



- 4 jam



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	7.852	315425	99100	0.237				
2	8.740	14483867	2906156	10.836				
3	9.710	377862	55735	0.284				
4	10.073	23958091	1910175	18.007				
5	10.632	55672902	5443634	41.845				
6	11.636	386467	129382	0.290				
7	11.844	6499861	996151	4.885				
8	12.262	7937621	2006802	5.966				
9	12.692	2508749	894858	1.886				
10	13.149	546363	226267	0.411				
11	13.719	899768	378161	0.676				
12	13.982	5163642	1392421	3.881				
13	14.153	1039505	326193	0.781				
14	14.450	4683873	1211146	3.520				
15	14.765	6172033	1521868	4.639				
16	15.316	2401012	279720	1.805				
Total		133047041	19777769					

LAMPIRAN 14 : Cara perhitungan

- **Kondisi reaksi oksidasi sitronelol murni :**

Katalis : γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

Oksidator : O₂

Waktu reaksi : 0.5 jam

Suhu reaksi : 50-60°C

Luas puncak sitonelol murni sebelum reaksi = 120266049

Luas puncak sitonelol murni setelah reaksi = 4563608

Luas puncak sitonelal hasil reaksi = 40073777

% konversi sitonelol :

$$\frac{\text{luas sitronelol sebelum reaksi} - \text{luas sitronelol setelah reaksi}}{\text{luas sitronelol sebelum reaksi}} \times 100 \%$$

$$: \frac{120266049 - 4563608}{4563608} \times 100 \% = 96.205\%$$

% yield sitronelal :

$$\frac{\text{luas sitronelal setelah reaksi}}{\text{luas sitronelol sebelum reaksi}} \times 100 \%$$

$$: \frac{40073777}{120266049} \times 100 \% = 33.321\%$$

- **Kondisi reaksi oksidasi minyak sereh**

Katalis : γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

Oksidator : O₂

Waktu reaksi : 0.5 jam

Suhu reaksi : 50-60°C

Luas puncak minyak sereh sebelum reaksi

Sitronelol : 47138297

Sitronelal : 14458239

Geraniol : 14458239

% distribusi produk dalam 3 komponen terbesar pada minyak sereh sebelum reaksi :

$$\begin{aligned}\% \text{ distribusi sitronelol} &= \frac{\text{luas sitronelol}}{\text{luas sitronelol} + \text{luas sitronelol} + \text{luas geraniol}} \times 100 \% \\ &= \frac{47138297}{14458239 + 47138297 + 14458239} \times 100 \% = 16.63193 \%\end{aligned}$$

- **Perhitungan perbandingan (rasio) luas area tiga komponen terbesar dan komponen lain selain tiga komponen tersebut terhadap luas area total (sebelum dan setelah reaksi), kemudian dihitung nilai Δ .**

Komponen minyak sereh sebelum reaksi

Luas area total = 123571370

Luas area 3 komponen = 92765769

Luas area komponen lain = 30805601

Komponen minyak sereh setelah reaksi pada kondisi reaksi: oksidator O₂ Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) waktu reaksi 0.5 jam.

Luas area total = 140644777

Luas area 3 komponen = 108585617

Luas area komponen lain = 32059160

% komposisi sebelum reaksi

3 komponen = $(92765769 / 123571370) \times 100\% = 75.070 \%$

komponen lain = $(30805601 / 123571370) \times 100\% = 24.929 \%$

% komposisi setelah reaksi

3 komponen = $(108585617 / 140644777) \times 100\% = 77.205 \%$

komponen lain = $(32059160 / 140644777) \times 100\% = 22.794 \%$

kemudian dihitung selisihnya (Δ) setelah dan sebelum reaksi

$$\Delta = 77.205 - 75.070 = 2.135$$