

Studi Kinerja Katalisator Lewatit Monoplus s-100 pada Reaksi Esterifikasi antara Etanol dan Asam Asetat

Nuryoto

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
Jl. Jendral Sudirman KM.3 Cilegon, Banten

Abstract

Sulfuric acid is common catalyst in producing ethyl acetate. Despite of high conversion, using sulfuric acid as catalyst is appearing a lot of problems. The use of solid catalyst is expected to solve the problem. Utilizing of lewatit monoplus s-100 in the esterification of ethanol and acetic acid was investigated in this work. The experiments were carried out in a reactor on the hot plate equipped with magnetic stirrer. The reactant ratio was 1.2 gmol acetic acid / gmol ethanol and lewatit monoplus s-100 as catalyst. Samples were taken at initial and after 60 minutes, then the samples were analyzed by using gas chromatograph. The same experiments were conducted at different temperatures and catalyst concentrations. Based on the experimental result, lewatit monoplus s-100 performed well as solid catalyst in the esterification. It was shown that the higher the temperature, the higher the reaction rate, meanwhile increasing the catalyst concentration, the conversion was lower. The highest conversion was 87.3%, when the temperature was 358 K, and a catalyst concentration was 0.8 g. resin /g. ethanol.

Key words: acetic acid, esterification, ethanol, lewatit monoplus s-100

Abstrak

Seringkali etil asetat dibuat dengan menggunakan katalisator asam sulfat. Walaupun konversi yang dihasilkan tinggi, penggunaan katalisator asam sulfat banyak menimbulkan masalah. Proses esterifikasi antara etanol dan asam asetat dengan katalisator padat berupa resin penukar ion lewatit monoplus s-100 diharapkan dapat memecahkan permasalahan tersebut. Proses pembuatan etil asetat dilakukan dengan cara batch, perbandingan pereaksi 1,2 gmol asam asetat /gmol etanol, waktu reaksi 60 menit, dengan pengadukan berbasis bed expansion 4% menggunakan magnetit stirrer, dan katalisator lewatit monoplus s-100. Variabel yang divariasikan adalah suhu reaksi dan konsentrasi katalisator. Etanol, asam asetat, dan katalisator dimasukkan ke dalam reaktor, kemudian ambil contoh untuk dianalisis etanol awal. Tutup reaktor dengan penutup lalu hotplate dinyalakan sambil pengadukan dijalankan. Setelah 60 menit ambil sampel untuk dianalisis konsentrasi etanol. Analisis dilakukan satu kali pada akhir reaksi yaitu 60 menit dengan menggunakan kromatografi gas. Hasil percobaan menunjukkan semakin besar suhu laju reaksi semakin meningkat, tetapi naiknya konsentrasi katalisator akan menyebabkan reaksi balik. Konversi tertinggi diperoleh pada 358K, dan konsentrasi katalisator 0,8 massa resin/massa etanol, dengan konversi sebesar 87,3%. Ini menunjukkan bahwa kinerja katalisator lewatit monoplus-100 cukup baik digunakan untuk proses esterifikasi antara etanol dan asam asetat.

Kata kunci : asam asetat, esterifikasi, etanol, lewatit monoplus s-100

Pendahuluan

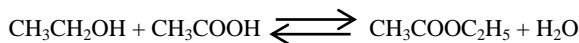
Etil asetat merupakan senyawa yang dihasilkan dari pertukaran gugus hidroksil pada asam karboksilat dengan gugus hidrokarbon yang terdapat pada etanol. Etil asetat seringkali disintesis dengan menggunakan katalisator cair berupa asam sulfat. Penggunaan katalisator asam sulfat dapat menghasilkan konversi yang cukup tinggi yaitu dapat mencapai 98% (www.wikipedia.org/etil_asetat). Marchetti dan Errazu (2008) meneliti esterifikasi asam lemak bebas dengan alkohol dengan katalisator asam sulfat.

Konversi tertinggi diperoleh pada suhu 55°C, rasio alkohol/asam lemak bebas 6,13, dan konsentrasi katalisator 2,2% massa yaitu sebesar 96%. Tetapi penggunaan asam sulfat sebagai katalisator mempunyai beberapa kelemahan antara lain, unit pengolahan limbah mempunyai beban semakin besar dengan adanya asam sulfat yang tidak terpisahkan dalam pemurnian dan tingkat korosifitas yang tinggi pada peralatan. Untuk itu diperlukan suatu langkah untuk mengatasi permasalahan di atas yaitu dengan penggunaan katalisator padat yaitu berupa resin penukar ion. Katalisator resin penukar ion mempunyai beberapa keuntungan diantaranya mudah dalam pemisahan hasil, sehingga masalah limbah khususnya dari katalisator dapat diatasi

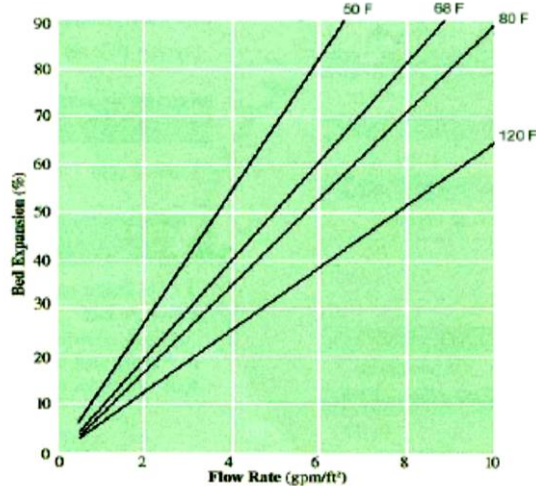
* Alamat korespondensi: email: bagasrafiif@yahoo.com

(Nemec dkk., 2005). Selain itu resin penukar ion yang telah jenuh dapat diaktifkan lagi dengan regenerasi (Choi dkk., 1996). Namun kemampuan katalisator resin penukar ion untuk mengaktifasi pereaksi cukup kecil sehingga menyebabkan konversi yang dihasilkan juga tidak sebesar katalisator asam sulfat.

Kolah dkk. (2007) meneliti esterifikasi asam sitrat dengan etanol memakai katalisator penukar ion amberlyst-15. Mekanisme reaksi melalui monoetil sitrat, dietil sitrat dan trietil sitrat. Pada suhu di atas 100°C reaksi cukup cepat tetapi terbentuk hasil samping yang berupa dietil eter. Kirbaslar dkk., (2000) meneliti esterifikasi antara etanol dan asam asetat dengan katalisator amberlyst 15. Percobaan dilakukan pada destilasi reaktif dengan suhu 323-353K, perbandingan mol pereaksi antara asam asetat dan etanol 1/1, 1/2, 2/1 dan 4/1, waktu reaksi 180 menit, dan konsentrasi katalisator 1-10 gram per 100 gram asam asetat. Konversi tertinggi diperoleh pada suhu 353K, perbandingan mol pereaksi 2/1, dan konsentrasi katalisator 5,4 gram yaitu sebesar 75%. Pada prinsipnya pembuatan etil asetat dari asam asetat dan etanol mengikuti persamaan reaksi berikut.



Seringkali penggunaan resin penukar ion sebagai katalisator dilakukan pada reaktor sumbat (*plug flow reactor*). Hal yang perlu diperhatikan dalam reaktor sumbat adalah *bed expansion* dari resin, karena dengan adanya laju alir resin akan mengembang. *Bed expansion* dan spesifikasi resin penukar ion jenis lewatis monoplus s-100 disajikan pada Gambar 1 dan Tabel 1.



Gambar 1. Hubungan antara laju alir dan ekspansi unggun (*bed expansion*)

Tabel 1. Spesifikasi resin jenis lewatis monoplus s-100

Nama produk	Lewatis monoplus s-100
Tipe resin	Gel
Tipe matrik	Styrene DVB
Gugus fungsional	-SO ₃
Bentuk standar ion	Na ⁺
Range ukuran partikel (mm) > 90%	0,58+- 0,05
Temp.maksimal operasi (°C)	120
Kapasitas petukaran total (mek/ml)	2
Densitas (g/l)	820

Selain itu untuk meminimalisasi impuritis yang terdapat pada katalisator, resin sebaiknya di-*treatment* dengan cara dicuci dengan air suling sampai tidak berwarna, kemudian dikeringkan dalam pengering selama 2 hari dengan suhu 90°C, karena jika dilakukan di atas 90°C akan menghilangkan *sulfonic acid* dalam bentuk SO₃ (Popken dkk., 2000).

Penelitian ini dilakukan dengan harapan diperoleh kondisi operasi dan konversi yang cukup baik sehingga permasalahan yang muncul akibat pemakaian katalisator asam sulfat pada reaksi esterifikasi etanol dan asam asetat dapat diatasi dengan menggunakan katalisator lewatis monoplus s-100.

Metodologi

Bahan baku

Bahan yang digunakan berupa etanol teknis setelah dianalisis dengan kromatografi gas memiliki kadar 93,44% dan asam asetat p.a. Merck dianalisis dengan kromatografi gas memiliki kadar 99,97%. Resin penukar ion yang digunakan adalah lewatis monoplus s-100, yang sebelum digunakan katalisator di *pre-treatment* dengan larutan HCl 5%, kemudian dilakukan pembilasan dan pengeringan.

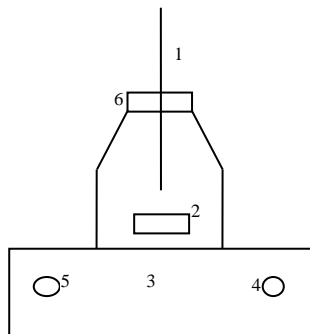
Alat penelitian

Rangkaian alat yang digunakan dalam penelitian ditunjukkan pada Gambar 2. Reaktor yang digunakan berupa botol bertutup volume 0,1 liter dilengkapi dengan termometer, *magnetic stirrer*, dan pemanas listrik.

Jalannya penelitian

Etanol dan asam asetat dimasukkan ke dalam reaktor, kemudian pengaduk digerakkan agar sistim tercampur. Selanjutnya sampel diambil untuk analisis etanol awal dengan kromatogafi, setelah itu katalisator dimasukkan dan reaktor ditutup (penutup reaktor dilengkapi dengan termometer). Pemanas dinyalakan, dan pengaduk diatur agar *bed expansion* 4%. Pemanas diatur agar suhu yang diinginkan tercapai. Ketika

waktu reaksi telah berjalan 60 menit pemanas dan pengaduk dimatikan, kemudian reaktor didinginkan sampai suhu kamar, sampel diambil untuk dianalisis konsentrasi etanol sisa dengan kromatografi. Percobaan diulangi dengan mempelajari pengaruh suhu dan konsentrasi katalisator.



- Keterangan:
1. Termometer
 2. Pengaduk Magnit
 3. Pemanas Listrik
 4. Pengatur putaran pengadukan
 5. Pengatur pemanas
 6. Tutup reaktor

Gambar 2. Rangkaian alat esterifikasi etanol dan asam asetat

Analisis hasil

Analisis etanol dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas merek Shimadzu. Perhitungan konversi pereaksi berdasarkan hasil dari pengurangan antara etanol awal dikurangi etanol sisa dibagi dengan etanol awal.

$$X_E = \frac{E_o - E_t}{E_o}$$

dengan :

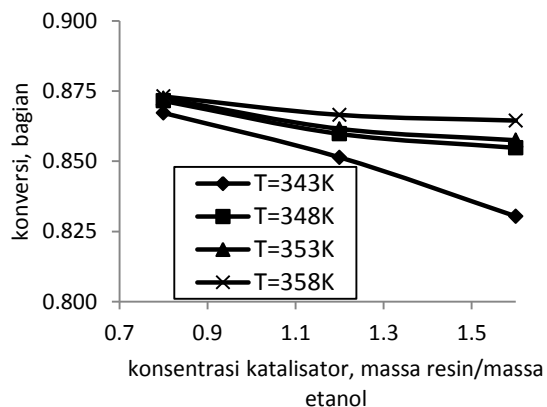
- E_o= konsentrasi etanol awal
- E_t= konsentrasi setelah bereaksi 60 menit

Hasil Penelitian dan Pembahasan

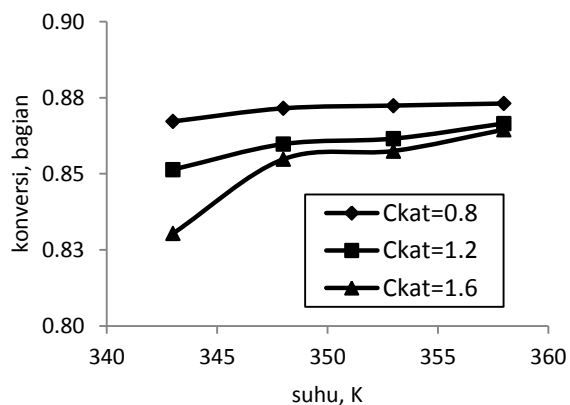
Katalisator merupakan zat yang mampu menurunkan energi aktivasi, dan dengan menaikkan suhu reaksi diharapkan kecepatan reaksi akan meningkat. Dengan memvariasikan keduanya diharapkan konversi yang dihasilkan mampu mendekati konversi untuk katalisator asam sulfat. Pengaruh suhu dan pengaruh konsentrasi katalisator pada waktu reaksi 60 menit dapat disajikan pada Gambar 3 dan Gambar 4.

Gambar 3 menunjukkan bahwa semakin meningkatnya suhu reaksi justru mengakibatkan laju reaksi akan semakin menurun, hal ini terjadi karena reaksi antara etanol dan asam asetat

merupakan reaksi eksotermis. Menurut Smith (1981) untuk reaksi eksotermis dengan berjalannya waktu reaksi, suhu dipermukaan katalisator akan naik jauh lebih besar dibandingkan pada suhu di badan cairan sehingga menyebabkan laju perpindahan massa dari badan cairan ke permukaan butir katalisator akan semakin kecil sehingga akan menyebabkan laju reaksi akan semakin turun.



Gambar 3. Hubungan antara konversi dan konsentrasi katalisator pada pelbagai suhu



Gambar 4. Hubungan antara konversi dan suhu pada pelbagai konsentrasi katalisator

Gambar 4 pada rentang waktu reaksi 60 menit pada kisaran konsentrasi katalisator 0,8 – 1,6 massa resin/massa etanol, dan kisaran suhu 343-358K diperoleh konversi tertinggi pada konsentrasi katalisator 0,8 massa resin/massa etanol dan suhu 358K yaitu sebesar 87,3%. Hal ini terjadi karena semakin besar konsentrasi katalisator maka energi aktivasi akan cenderung menurun sehingga laju reaksi semakin cepat. Reaksi esterifikasi antara etanol dan asam asetat merupakan reaksi eksotermis dan bolak-balik, sehingga naiknya laju reaksi dan suhu reaksi justru akan mempercepat pada kondisi kesetimbangan. Hal ini akan mengakibatkan konversi akhir yang dihasilkan lebih kecil (Fogler, 2006). Hasil pada penelitian ini dilihat dari segi konversi lebih baik daripada hasil

penelitian yang dilakukan oleh Kirbaslar dkk.(2000) yang hanya sebesar 75%, dan cenderung lebih mendekati konversi dengan menggunakan katalisator asam sulfat. Hal ini menunjukkan bahwa katalisator lewaitit monoplus s-100 cukup baik digunakan sebagai katalisator esterifikasi asam asetat dengan etanol.

Kesimpulan

Dari uraian di atas dapat diambil kesimpulan bahwa konversi tertinggi dihasilkan pada konsentrasi katalisator 0,8 massa resin/massa etanol dan suhu 358K yaitu sebesar 87,3%. Hal ini menunjukkan bahwa kinerja katalisator lewaitit monoplus s-100 cukup baik.

Daftar pustaka

- Choi, J. I., Hong, W. H., and Cham, H.N., 1996. "Reaction kinetics of Lactic Acid with Methanol Catalyzed by Acid Resins", *Int. J. Chem. Kinet.* 28, 37-41.
- Fogler, S.H., 2006. "Elements Of Chemical Reaction Engineering," 4th Edition Prentice Hall International Series in the Physical and Chemical Engineering Sciences.
- Kirbaslar, S.I., Baykal, Z.B., and Dramur, U., 2001. "Esterification of Acetic Acid with Ethanol Catalyzed by an Acidic Ion-Exchange Resin," *Turk. J. Environ. Sci.* 25, 569-577.
- Kolah, A.K., Astana, N. S., Vu, D. T, Lira, C.T., and Miller, D.J., 2007. "Reaction Kinetics of the Catalytic Esterification of Citric Acid with Ethanol", *Ind. Eng. Chem. Res.* 46, 3180- 3187.
- Marchetti J.M. and Errazu A.F., 2008. "Esterification of free fatty acid using sulfuric acid as catalyst in the presence of triglycerides", *Biomass and Energy* 32, 892-895.
- Nemec, D., and Van Gemert, R., 2005. "Performing Esterification Reaction by Combining Heterogeneous Catalysis and Pervaporation in a Batch Process", *Ind. Chem. Res.* 44, 9718-9726.
- Popken, T., Gotze, L., and Gmehling, J., 2000. "Reaction Kinetics and Chemical Equilibrium of homogeneously and Heterogeneously catalyzed a Acetic Acid Esterification with Methanol and Methyl Acetate Hydrolysis", *Ind. Chem. Res.* 39, 2601-2611.
- Smith, J.M., 1981. "Chemical Engineering Kinetics", McGraw Hill International Book Co., Singapore.
- www.wikipedia.org/etil_asetat, diunduh tanggal 29 November 2008.