

Sintesis Etil Stearat dari Reaksi Esterifikasi Asam Stearat dan Etanol Menggunakan Katalis Asam Sulfat

Febri O. Nitbani*, Marselina Sabu, Hermani Em Wogo, Theo Da Cunha

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana

Article Received: 02 June 2021

Article Accepted: 12 June 2021

Abstract

The study about Synthesis of Ethyl Stearate through Esterification Reaction of Stearic Acid and Ethanol Using Sulfuric Acid Catalysis had carried out. The purpose of this study is to know how to synthesize Ethyl Stearate from esterification reaction of stearic acid and ethanol using sulfuric acid catalyst. Characterization of Ethyl Stearate compound was done using FT-IR and GC-MS.

The study result exhibits that the yield of Ethyl Stearate product obtained is 98.85 %. Through characterization using FT-IR and GC-MS can be concluded that Ethyl Stearate compound is successfully synthesized and its purity reaches 98.87%.

Keywords: *Synthesis, Ethyl Stearate, Esterification, FT-IR, GS-MS*

Abstrak

Telah dilakukan penelitian dengan judul Sintesis Etil Stearat dari reaksi Esterifikasi Asam Stearat dan Etanol menggunakan katalis Asam Sulfat. Tujuan penelitian ini, yaitu untuk mengetahui cara mensintesis etil stearat dari reaksi esterifikasi asam stearat dan etanol menggunakan katalis asam sulfat. Karakterisasi senyawa etil stearat dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR dan GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen produk etil stearat yang diperoleh adalah 98,85%. Melalui karakterisasi menggunakan FT-IR dan GS-MS dapat disimpulkan bahwa senyawa etil stearat berhasil disintesis dengan kemurnian mencapai 98,87%.

Kata kunci: *Sintesis, Etil stearat, Esterifikasi, Spektroskopi FTIR, GC-MS*

PENDAHULUAN

Minyak nabati merupakan minyak yang diperoleh dari ekstraksi biji tumbuh-tumbuhan, baik secara kimia menggunakan pelarut organik, maupun secara fisik dengan menggunakan mesin pengempres. Pada beberapa tahun terakhir, isolasi minyak nabati juga dilakukan menggunakan peralatan *microwave* dan *ultrasound*¹.

Saat ini, permintaan akan minyak nabati didunia terus meningkat. Hal ini disebabkan oleh dua faktor utama, yaitu terjadinya krisis pangan dan krisis energi. Minyak nabati banyak diperlukan untuk mengatasi krisis bahan pangan saat ini. Selain itu, minyak nabati adalah salah

*Corresponding Author: Jl. Adisucipto-Penfui Kupang 85110 telp.(+62380)8037977,
e-mail: febr_i_nitbani@staf.undana.ac.id

satu sumber bahan baku alternatif pengganti energi fosil. Menurut Badan Energi Internasional memperkirakan bahwa permintaan energi secara global naik 53% di tahun 2030 dan sekitar 88,6% dipasok dari sumber energi fosil, dan diperkirakan persediaan bahan bakar fosil akan habis dalam waktu dekat².

Selain itu, kegunaan minyak nabati bahan pangan dan biodiesel adalah sebagai bahan baku kosmetika, farmasi, industri polimer, pelumas, cat dan tinta³. Minyak nabati mengandung berbagai jenis asam lemak bebas, baik asam lemak jenuh dan asam lemak yang tidak jenuh. Salah satu asam lemak yang melimpah dalam minyak nabati adalah asam stearat. Asam stearat adalah asam lemak jenuh rantai panjang dengan jumlah atom karbon sebanyak 18 (C₁₈:0). Asam stearat dapat diubah menjadi metil stearat atau etil stearat melalui reaksi esterifikasi, untuk digunakan sebagai bahan baku dalam sintesis gliserol monostearat. Gliserol monostearat memiliki fungsi penting sebagai pengemulsi dalam industri makanan, farmasi dan kosmetika.

Yu dkk. (2003) berhasil mensintesis gliserol monostearat dari reaksi metil stearat dengan gliserol terproteksi. Namun, penggunaan metil stearat sebagai bahan dasar sintesis gliserol monostearat kurang aman, karena dapat menghasilkan produk samping metanol yang bersifat toksik. Salah satu alternatif untuk menggantikan metil stearat sebagai bahan dasar dalam sintesis gliserol monostearat adalah menggunakan etil stearat⁴.

Penelitian tentang sintesis etil ester asam lemak dengan memanfaatkan reaksi esterifikasi telah banyak dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya. Khasanah dkk. (2014) telah mensintesis etil laurat yang dilakukan dengan mereaksikan alkohol terhadap asam laurat dan Zr⁴⁺-Zeolit sebagai katalis, dan menghasilkan produk ester, yaitu etil laurat 44,44% dan butil laurat 16,62%⁵. Firdaus dkk. (2013) melaporkan bahwa penggunaan H₂SO₄ 1% pada reaksi esterifikasi asam oleat dengan metanol menghasilkan metil oleat 95,81%⁶.

Kamal dkk. (2017) menentukan pengaruh perbandingan mol asam stearat terhadap etanol dan waktu reaksi pada sintesis etil stearat dan diperoleh hasil perbandingan mol terbaik, yaitu 1:8 dengan derajat esterifikasi sebesar 83,08%⁷.

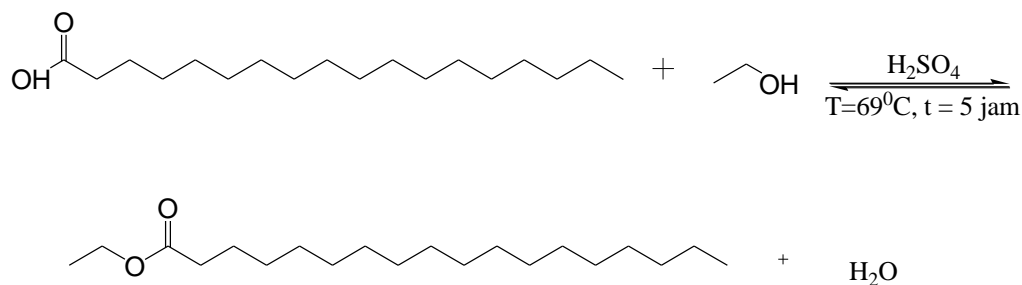
Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, maka dalam penelitian ini, peneliti telah melakukan sintesis etil stearat melalui reaksi esterifikasi antara asam lemak stearat dan etanol menggunakan katalis asam sulfat (H₂SO₄).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Etil Stearat dari Reaksi Esterifikasi

Sintesis Etil Stearat dengan reaksi esterifikasi melalui tiga tahap, yakni tahap refluks, ekstraksi I dan ekstraksi II dan produk reaksi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi IR dan GC-MS. Pada penelitian ini dilakukan sintesis dari reaksi esterifikasi dengan mereaksikan asam stearat dengan etanol untuk menghasilkan senyawa target etil stearat yang memiliki struktur

sebagai berikut:

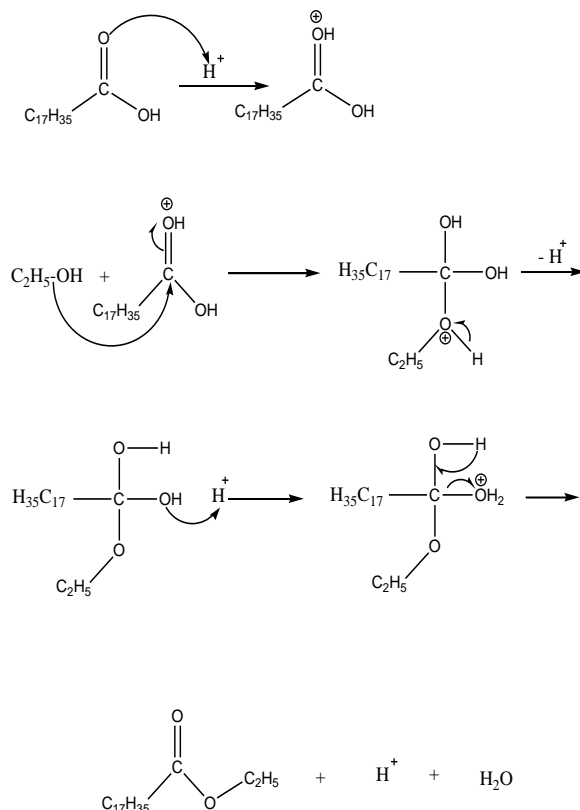


Gambar 1 Reaksi pembentukan Etil stearat

Pada tahap refluks, asam stearat direaksikan dengan H₂SO₄ pekat terlebih dahulu. H₂SO₄ dalam reaksi ini berperan sebagai katalis, dimana akan memprotonasi gugus karbonil pada asam stearat. Peristiwa protonasi ini mengakibatkan gugus karbonil pada asam stearat menjadi lebih mudah diserang oleh nukleofil.

Setelah asam stearat meleleh, ditambahkan etanol dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Mengingat reaksi esterifikasi bersifat reversibel (dapat balik) sehingga membutuhkan kondisi dimana salah satu pereaktannya harus berlebihan agar dapat menggeser arah kesetimbangan ke kanan (pembentukan esternya lebih optimal), maka volume etanol yang ditambahkan berlebih.

Pada tahap ini terjadi reaksi mekanisme dari reaksi esterifikasi asam stearat dan etanol seperti pada Gambar 2. Tujuan menaikkan pemanasan adalah agar energi tumbukan antara molekul semakin meningkat dan reaksi berlangsung lebih cepat. Suhu luar yang diukur saat refluks dengan thermometer adalah 69 °C. Pengukuran suhu dilakukan pada penangas minyak. Setelah 5 jam berlangsungnya reaksi, refluks dihentikan dan sampel dibiarkan dingin pada suhu ruang. Dari hasil reaksi diperoleh larutan berwarna coklat. Cairan etil stearat ditambahkan dengan larutan NaHCO₃ dengan tujuan untuk menetralkan sifat keasaman dari asam stearat atau menghilangkan asam yang berasal dari H₂SO₄ (sebagai katalis). Lapisan atas merupakan lapisan organik atau lapisan yang mengandung senyawa etil stearat yang diinginkan. Sedangkan lapisan bawah (air) merupakan lapisan yang mengandung sisa asam dari katalis yang akan dibuang. Komponen yang terkandung dari cairan etil stearat hasil refluks akan terpisah ke dalam kedua lapisan sesuai dengan tingkat kelarutan dan kepolarannya. Hasil pengukuran pertama menunjukkan bahwa pH larutan 3 (asam), sehingga dilakukan penetralan kembali dan diperoleh hasil pengukuran pH larutan bersifat netral dengan pH 7.



Gambar 2 Mekanisme reaksi esterifikasi Asam Stearat dengan Etanol.

Tahap selanjutnya adalah ekstraksi II. Pada tahap ini, hasil dari ekstraksi sebelumnya berupa lapisan etil stearat diekstraksi dengan n-heksana dan ditambahkan dengan aquades. Tujuan dari penambahan n-heksana dan aquades adalah untuk memisahkan senyawa pengotor dari senyawa etil stearat yang diinginkan. Pada hasil penggojokan diperoleh lapisan etil stearat berwarna keruh yang menunjukkan masih ada senyawa pengotor di dalam larutan.

Lapisan etil stearatnya ditambahkan lagi dengan larutan etil asetat yang merupakan pelarut bersifat semipolar dan mudah diuapkan serta memiliki toksisitas rendah, sehingga digunakan untuk mengisolasi larutan etil stearat yang diinginkan, Sedangkan aquades merupakan pelarut polar untuk melarutkan sisa-sisa pengotor pada senyawa etil stearat. Sehingga diperoleh lapisan atas berwarna kuning bersih seperti minyak dan lapisan bawah berwarna putih kental. Kedua lapisan lalu dipisahkan, lapisan atas ditampung dalam sebuah gelas beaker dan ditambahkan dengan padatan Na_2SO_4 anhidrat.

Penguapan ini dilakukan diatas penangas air sampai larutan etil stearat yang ada dalam gelas beaker berkurang, berwarna bening kekuningan dan berbau khas seperti minyak. Larutan etil stearat yang diperoleh ditimbang dan menghasilkan berat produk 19,77 gram dengan rendemen etil stearat 98,85%. Senyawa yang diperoleh merupakan senyawa rantai panjang (bersifat jenuh) sehingga dapat berwujud padatan pada suhu ruangan dan titik leburnya 33°C .

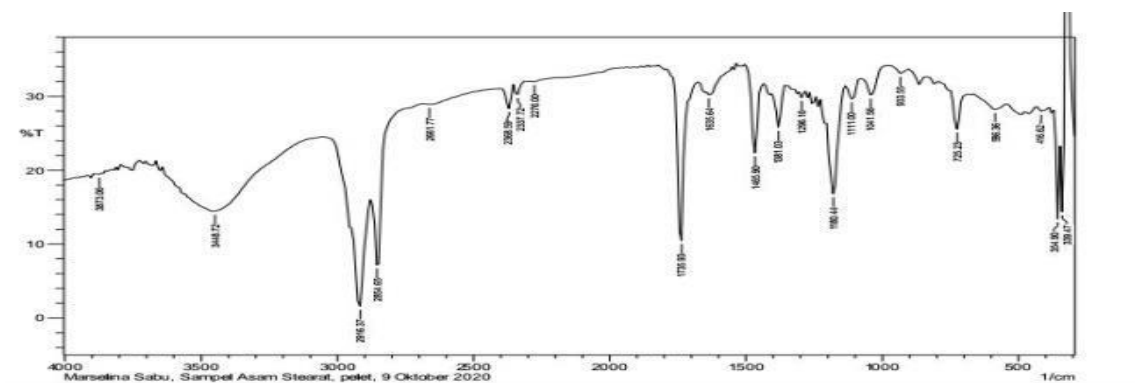


Gambar 3 Produk Etil Stearat. Identifikasi Etil Stearat Hasil Sintesis

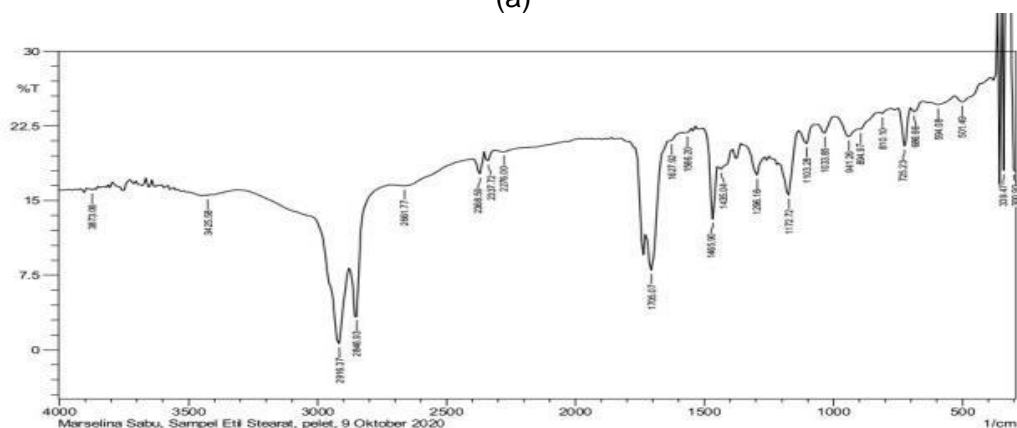
Identifikasi Etil Stearat Hasil Sintesis

Analisis Etil Stearat dengan Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan pada asam stearat dan produk etil stearat yang dihasilkan. Kedua spektrogram disajikan dengan tujuan dapat membandingkan asam stearat dan etil stearat yang dihasilkan sebagai produk dengan melihat perubahan dari spektrum IR terhadap asam stearat.



(a)



(b)

Gambar 4 Spektrum IR (a) Asam Stearat dan (b) Etil Stearat

Berdasarkan Gambar 4 dapat diketahui bahwa terdapat perubahan pada spektrum serapan etil stearat (Gambar 4b), tidak memiliki serapan gugus OH di daerah $3600-3000\text{ cm}^{-1}$, sedangkan pada gambar a (serapan asam stearat) memiliki serapan pada daerah tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa asam stearat telah mengalami hidrolisis atau melepaskan gugus OH-nya

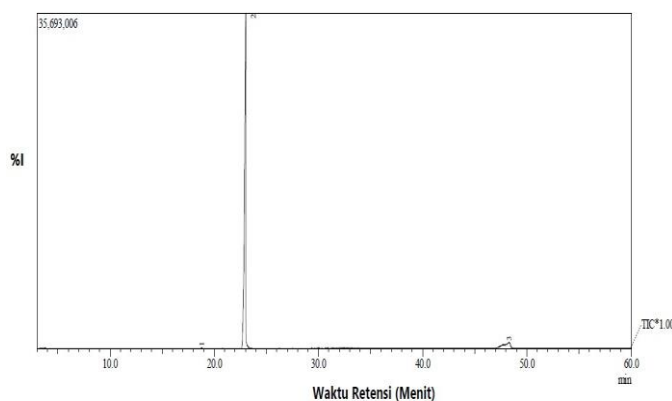
dan kemungkinan gugus OH tersebut disubstitusi oleh gugus etoksi dari etanol. Berdasarkan informasi yang diperoleh dari FT-IR, dapat diperkirakan bahwa etil stearat berhasil disintesis.

Tabel 1. Data serapan IR asam stearat dan etil stearat.

Serapan	Asam Stearat (cm ⁻¹)	Etil Stearat (cm ⁻¹)
v O-H	3425,72	-
v -C _{sp} ³ -H	2916,37-2854,65	2916,37-2846,93
v -(CH ₂) _n	725,23	725,23
v -C=O	1735,93-1635,64	1705,07
v -CH ₃ alifatik	1465,90	1465,90
v -C-C=O	586,36	594,08
v - C-O-C	-	1172,72

Analisis Etil Stearat dengan Menggunakan GC-MS

Produk reaksi dalam penelitian ini, selanjutnya senyawa dianalisis menggunakan GC-MS.

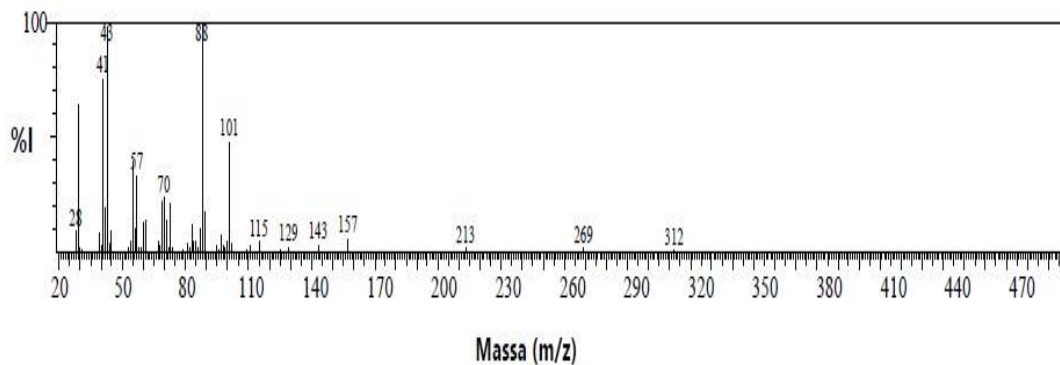


Gambar 5 Spektrogram Etil Stearat

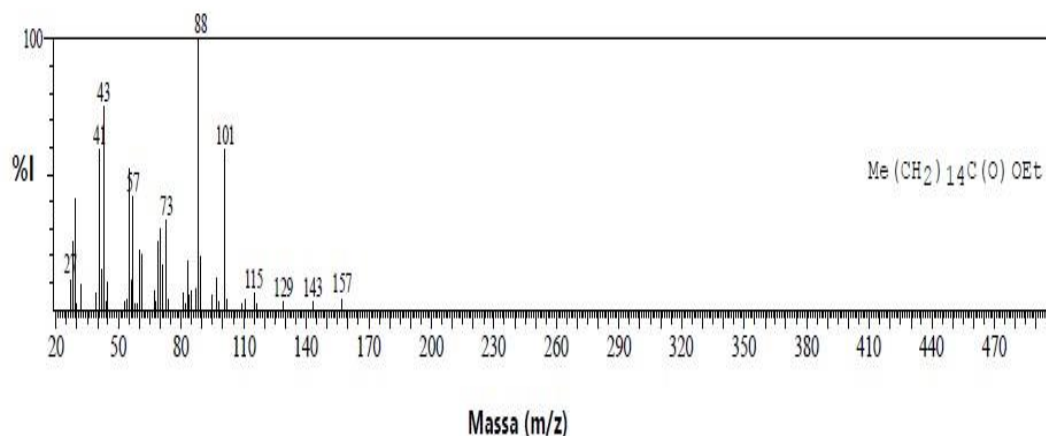
Untuk mengetahui komponen-komponen dari senyawa yang dianalisis dan seberapa besar kadar yang diperoleh dari hasil sintesis etil stearat dapat dibandingkan dari nilai waktu retensi dan luas puncak (persentase area %) dari masing-masing komponen seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Waktu Retensi dan Persentase Area dari Tiap Komponen

No. Puncak	Waktu Retensi	Persentase Area (%)
1	18,779	0,13
2	23,017	98,87
3	48,291	1,00



(a)

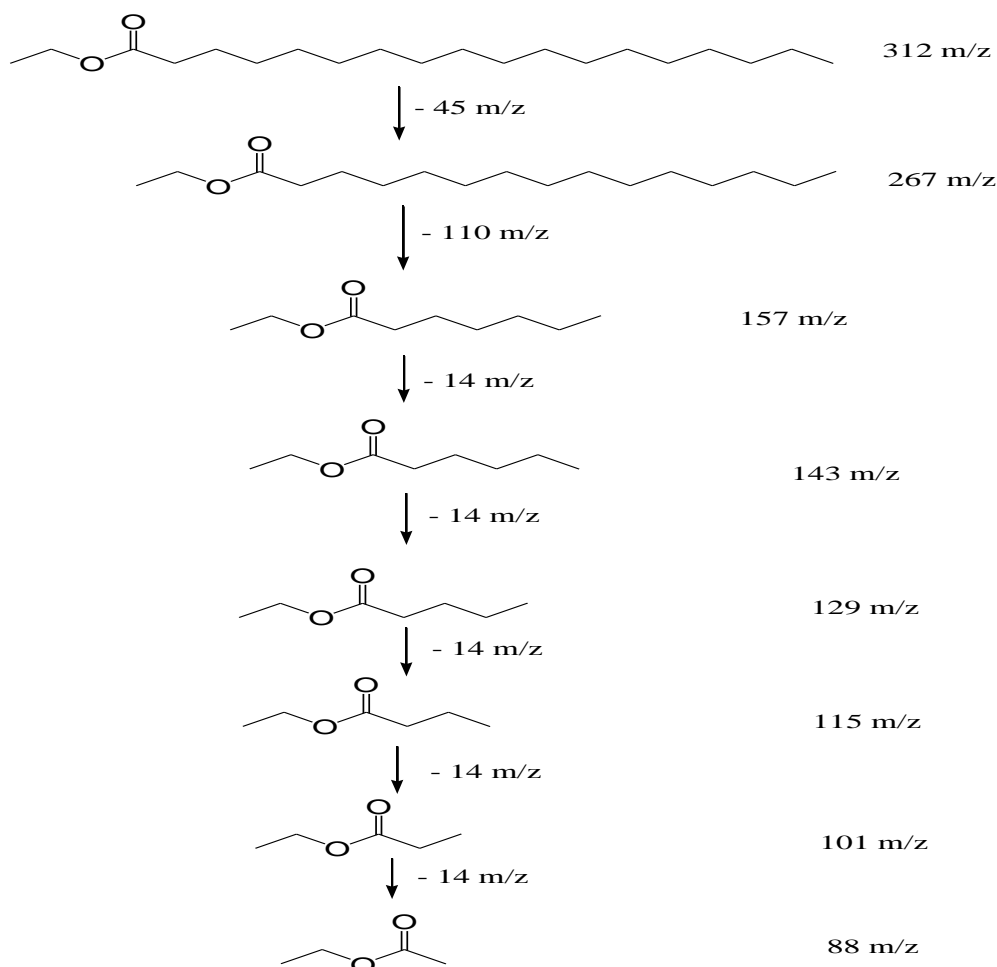


(b)

Gambar 6 (a) Spektrum massa senyawa Target pada puncak ke-2, (b) Spektrum massa data library senyawa Octadecanoic acid, Ethyl ester (CAS) Ethyl Stearate (SI=89)

Berdasarkan Gambar 6, terlihat pada puncak 14 menunjukkan suatu senyawa yang memiliki berat molekul sebesar 312 g/mol yang merupakan senyawa Etil stearat dengan rumus molekul C₂₀H₄₀O₂. Dengan adanya berat molekul dari etil stearat, dapat dinyatakan bahwa senyawa hasil sintesis etil stearat memiliki kemurnian sebesar 98,87%.

Berdasarkan spektrum massa pada Gambar 6 (a), diperoleh pola fragmentasi sesuai dengan nilai dari masing-masing komponen seperti pada Gambar 7.



Gambar 7 Pola Fragmentasi dari Etil Stearat

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa senyawa Etil stearat dapat disintesis dari asam stearat dan etanol menggunakan asam sulfat sebagai katalis melalui reaksi esterifikasi. Hal ini diperkuat dengan hasil karakterisasi menggunakan FT-IR dan GC-MS.

DAFTAR PUSTAKA

1. Vonindya, K. N. M., A. F. Rasyidan., Wulandari M. Yustia. 2019. Pengaruh Volume dan Jenis Pelarut, serta Daya Microwave pada Pembuatan Minyak Atsiri icrowave-Assisted Extraction. *Jurnal Teknik Kimia*. Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Adhi Tama SurCengkeh Menggunakan Metode Mabaya.
2. Ashraful, R., Masjuki, H.H., Kalam, M. A. 2014. "Production and Comparison of Fuel Properties, Engine Performance, and Emission Characteristic of Biodiesel from Various Non-Edible Vegetable Oil: A Review". *Energy conversion Managemen*. 80: 202-228.
3. Kumar, V., Saluja, R. K., and Sham, R. 2016. Stability of Biodisel-A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 62: 866-881.
4. Yu, C. C., Y. Lee B. S. Cheon., and S. H. Lee. 2003. "Shynthesis of Glycerol Monostearate with High Purity". *Bulletin of the Korean Chemical Society*. 24(8): 122-31.
5. Khasanah, U., Cahyono, E., Sudirman. 2014. Pengaruh Struktur Alkohol Terhadap Produk

- Esterifikasi Asam Laurat Terkatalisis Zr^{4+} -Zeolit Beta. *Indo.J.Chem. Sc*, 3(1), 64-68.
6. Firdaus., Usman H., Umriani, N. D. M., Surakarti., Charismawan, I., Rasyid, H. 2013. Efektifitas Katalis $AlCl_3$ dan H_2SO_4 dalam Reaksi Esterifikasi Asam p- Kumarat. *Indonesia Chimica Acta*, 6(2), 2-8.
 7. Kamal, A., Nurhaeni., Rahim, E. A. 2017. Pengaruh Perbandingan Mol Asam Stearat Terhadap Etanol dan Waktu Reaksi Etil Stearat. *KOVALEN.*, 3(2):166-171.

METODOLOGI

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrometer IR, GC- MS, labu leher tiga, gelas beaker, gelas arloji, gelas ukur, pipet tetes, erlenmeyer, neraca analitik, refluks, thermometer, corong pisah, hotplate stirrer dan kertas pH universal.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam stearat, etanol, H_2SO_4 pekat sebagai katalis, aquadest, n- heksan, $NaHCO_3$, etil asetat, Na_2SO_4 anhidrat dan kertas saring.

Prosedur Sintesis Etil Stearat

Asam stearat direaksikan dengan etanol (1: 10). Sebanyak 20 gram asam stearat dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan ditambahkan 1 gram H_2SO_4 pekat sebagai katalis. Campuran ini lalu dipanaskan diatas hotplate stirrer dalam penangas minyak selama 30 menit sampai diperoleh cairan berwarna coklat.

Hasil refluks yang diperoleh ditambahkan dengan larutan etanol sebanyak 33 gram. Setelah dimasukkan kedalam labu refluks yang sama, direflukskan kembali selama 5 jam sampai terjadi pengembunan disekitar labu refluks.

Kemudian, hasil refluks didinginkan dan diukur pHnya. Selanjutnya, hasil refluks dimasukkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan dengan larutan $NaHCO_3$ sampai pH hasil refluks netral. Campuran digojok dan didiamkan agar campurannya terpisah. Setelah campurannya terpisah, lapisan bagian bawahnya dikeluarkan dan lapisan bagian atasnya diukur pHnya.

Lapisan bagian atas (senyawa organik) ditambahkan dengan 30 ml n-heksan dan aquades untuk proses pencucian. Campuran kemudian digojok dan didiamkan sampai terdapat 2 lapisan pada corong pisah. Lapisan bagian bawah dikeluarkan dan lapisan atas (senyawa organik) ditambahkan etil asetat dan aquadest. Campuran digojok dan didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas dipindahkan ke dalam gelas beaker dan ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat untuk proses pemisahan. Campuran diaduk dan dipisahkan. Filtar hasil saringan berupa

larutan bebas air. Filtrat yang diperoleh diuapkan pelarutnya diatas penangas air dan diperoleh etil stearat.

Hasil sintesis kemudian dilakukan analisis menggunakan spektroskopi FTIR dan GC-MS. Etil stearat yang diperoleh ditimbang beratnya dan dihitung rendemennya. Rendemen dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Rendemen \%} = \frac{\text{Berat produk}}{\text{Berat bahan baku}} \times 100\%$$