

THE EFFECT OF VARIATIONS IN CONCENTRATION OF CONCENTRATED SULFURIC ACID CATALYST ON THE DEGREE OF ETHYL LAURATE ESTERIFICATION RESULTS

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI KATALIS ASAM SULFAT PEKAT TERHADAP HASIL DERAJAT ESTERIFIKASI ETIL LAURAT

Jessica Margareta Jaya¹, Maria Mita Susanti²

^{1,2}Program Studi D3 Farmasi, Politeknik Katolik Mangunwijaya

E-mail¹: jessicamargareta02@gmail.com

E-mail²: mythavia84@gmail.com

ABSTRACT

Ethyl laurate can be synthesized through an esterification process by reacting lauric acid and ethanol plus H₂SO₄(p) as a catalyst. The esterification reaction requires a catalyst to accelerate the reaction besides the influence of the addition of the catalyst concentration also affects the ester results so it is necessary to do research that aims to determine the effect of catalyst H₂SO₄(p) concentration on the results of ethyl lauric esterification. This type of research is an experimental study to determine the effect of variations in H₂SO₄ catalyst concentration on the synthesis results of ethyl laurate. The experimental design used in this study was a factorial Completely Randomized Design (CRD), which was a comparison of the variation in catalyst H₂SO₄(p) concentration. The variables observed were variations in H₂SO₄ (1%, 2%, 3%, 4% and 5%) catalyst concentrations on the esterification degree reacted for 5 hours with a comparison of the variation of the molar ratio of lauric acid and ethanol used 1: 7. Analysis of statistical data obtained was tested using the Oneway Anova test. The results showed that variations in H₂SO₄(p) catalyst concentration had an effect on the results of the esterification degree. The best degree of esterification was obtained at concentration catalyst H₂SO₄(p) 4%, which amounted to 90.24%. Statistical data analysis obtained a significant value of 0,000 (p <0.05) which means that there is an influence of variations in the catalyst concentration on the synthesis results of ethyl laurate.

Keywords: H₂SO₄(p) Catalyst Consentration, Ethyl Laurate, Esterification Degree.

PENDAHULUAN

Ester asam lemak dari minyak nabati dan lemak hewani telah banyak digunakan dalam berbagai industri kimia, seperti industri kosmetika, industri tekstil, pembuatan zat adiktif makanan, bahan zat antara industri farmasi, untuk pembuatan lemak alkohol, amida poliester, dan sebagai substitusi bahan bakar diesel (Aritonang dan Surbakti, 2004 dalam Nursyafinah dkk, 2016). Salah satu jenis ester asam lemak adalah etil ester yang merupakan asam lemak berantai pendek berperan sebagai pemberi aroma (*flavour*) yang mempunyai aroma buah (Yamauchi dkk, 1996 dalam Nursyafinah dkk, 2016). Etil ester dapat disintesis melalui reaksi esterifikasi. Esterifikasi merupakan reaksi pembentukan ester dengan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dengan suatu alkohol (Fessenden dan Fessenden, 1982). Reaksi esterifikasi dipengaruhi beberapa variabel, salah satunya yaitu katalis (Hakim dan Irawan, 2010). Katalis adalah zat yang menyebabkan laju reaksi kimia menjadi lebih cepat pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan kimiawi diakhir reaksi (Purnami dkk, 2015).

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel yang sangat lambat, tetapi bila menggunakan katalis asam mineral seperti asam sulfat (H₂SO₄) atau asam klorida (HCl) kesetimbangan akan tercapai dalam waktu yang cepat (Morrison dan Boyd, 2002 dalam Dwipa dkk, 2014). Katalis H₂SO₄ lebih dipilih dibanding HCl karena katalis H₂SO₄ memiliki konsentrasi ion H⁺ lebih besar dibanding HCl. Semakin banyak konsentrasi ion H⁺ yang ditambahkan maka akan semakin banyak senyawa *intermediate* yang terbentuk. Senyawa *intermediate* atau radikal bebas merupakan senyawa yang sangat reaktif sehingga reaksi dapat berjalan semakin cepat (Puspitasari dkk, 2015).

Katalis asam sulfat yang digunakan yaitu bersifat pekat dengan kadar 98% karena cenderung lebih stabil untuk disimpan dan merupakan bentuk asam sulfat yang paling umum (Purnawan dan Sugono, 2016). Penggunaan $H_2SO_4(p)$ selain sebagai katalis juga berfungsi sebagai penarik air. Peranan penarik air ini disebabkan karena reaksi esterifikasi, yaitu reaksi kesetimbangan yang dapat menghasilkan air (Firdaus dkk, 2013).

Menurut Nursyafinah, dkk (2016) tentang sintesis etil laurat dari asam laurat menggunakan katalis $H_2SO_4(p)$ pada rasio molar asam laurat dengan etanol 1 : 7, volume katalis $H_2SO_4(p)$ 1 mL dengan waktu pengadukan 5 jam diperoleh hasil sebesar 87,61%. Penelitian tersebut menunjukkan masih terdapat 12,39% asam laurat yang belum teresterkan. Hal ini menunjukkan semakin kecil jumlah katalis hasil derajat esterifikasi semakin baik karena penambahan katalis yang berlebihan akan menyebabkan reaksi berjalan lambat akibat dari berkurangnya jumlah etanol yang bereaksi dengan asam lemak sehingga menyebabkan penurunan hasil dari etil laurat. Berdasarkan latar belakang tersebut diperlukan penelitian tentang pengaruh variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ terhadap hasil derajat esterifikasi etil laurat.

METODE PENELITIAN

Jenis penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yaitu penelitian yang digunakan untuk mengetahui adanya pengaruh variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ terhadap hasil derajat esterifikasi etil laurat. Rancangan percobaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) satu faktorial yaitu perbandingan variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Asam laurat 99 % (Brataco), etanol p.a 99 % (Emsure), indikator phenolftalein (PP), natrium hidroksida (Tjiwi Kimia), $H_2SO_4(p)$ p.a 98 % (Merck) dan aquades.

Alat yang digunakan antara lain *Magnetic stirrer* (SEILOGEX MS-H280-Pro), timbangan analitik (Ohaus Pioneer), Erlenmeyer (Iwaki Pyrex), buret (Iwaki Pyrex), beakerglass (Iwaki Pyrex), gelas ukur (Herma), klem dan statif, corong kaca (Iwaki Pyrex), pipet tetes, pipet volume (Iwaki Pyrex), pipet filler.

Etanol dibuat dengan perbandingan molar asam laurat dengan etanol 1:7 (b/v) dengan cara asam laurat ditimbang sebanyak 20,2323 g dan etanol yang diukur sebanyak 39,86 mL.

Penentuan pengaruh konsentrasi katalis dilakukan dengan cara disiapkan sampel rasio molar 1:7, kemudian $H_2SO_4(p)$ ditambahkan untuk masing – masing campuran sebanyak 1 % ; 2 % ; 3 % ; 4 % ; 5 % direaksikan menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam. Hasil reaksi esterifikasi dilakukan uji organoleptis dan dilakukan penetapan derajat esterifikasi dengan metode volumetri (Rauf, 2010).

Uji organoleptis etil laurat dilakukan dengan membandingkan hasil esterifikasi dengan baku etil laurat untuk memastikan hasil esterifikasi sudah terbentuk (MSDS, 2006):

Bentuk	: Cair
Bau	: Aroma bunga, buah
Warna	: Tidak berwarna
Rasa	: Rasa berlemak
Kelarutan	: Tidak larut dalam air

$H_2SO_4(p)$ diukur sesuai dengan konsentrasi yang digunakan (0,29 mL ; 0,58 mL ; 0,87 mL ; 1,16 mL ; 1,45 mL) kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambahkan aquades 40,0 mL menggunakan indikator Phenolftalein (PP) 1% sebanyak 3 tetes kemudian dititrasi dengan NaOH 3N hingga larutan berwarna merah muda yang tidak hilang selama 10 detik (Arfah, 2015).

Asam laurat ditimbang sebanyak 20,232 g kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan dilarutkan dengan etanol sebanyak 39,86 mL menggunakan indikator Phenolftalein (PP) 1% sebanyak 3 tetes kemudian dititrasi dengan NaOH 3N hingga larutan berwarna merah muda yang tidak hilang selama 10 detik (Arfah, 2015).

Hasil reaksi esterifikasi ditambahkan 3 tetes indikator Phenolftalein (PP) 1%, kemudian dititrasi dengan NaOH 3N hingga larutan berwarna merah muda yang tidak hilang selama 10 detik (Arfah, 2015). Derajat esterifikasi dari reaksi esterifikasi etil laurat berdasarkan penambahan katalis $H_2SO_4(p)$ dapat dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Derajat esterifikasi (\%)} = \frac{(B+C)-A}{B} \times 100\%$$

Keterangan :

A = Volume NaOH 3N yang diperlukan untuk titrasi hasil reaksi (mL)

B = Volume NaOH 3N yang diperlukan untuk titrasi asam laurat (mL)

C = Volume NaOH 3N yang diperlukan untuk titrasi katalis H₂SO₄(p) (mL)

Data yang diperoleh dianalisis secara statistik melalui uji *Saphiro Wilk* untuk menentukan distribusi normalitas data dan uji *Levene Statistic* untuk homogenitas data, dilanjutkan dengan uji *Oneway Anova* dengan taraf kepercayaan yang digunakan 95%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

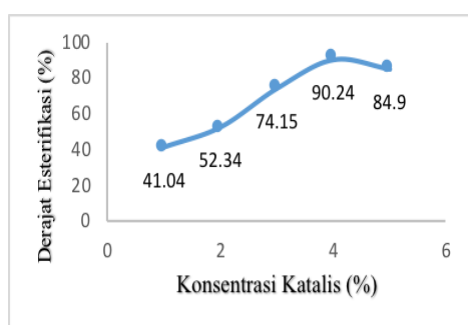
Esterifikasi etil laurat dilakukan dengan mereaksikan asam laurat dan etanol berdasarkan perbandingan molar 1:7 dan ditambahkan katalis H₂SO₄(p) masing-masing sesuai konsentrasi yang digunakan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* berkecepatan 250 rpm selama 5 jam. Masing-masing hasil reaksi yang didapatkan kemudian dilakukan uji organoleptis sehingga didapatkan hasil rata-rata uji organoleptis yang dapat dilihat pada tabel I.

Tabel I. Hasil Uji Organoleptis

Organoleptis	MSDS (2006)	Hasil Esterifikasi
Bentuk	Cair	Cair
Bau	Aroma bunga, buah	Aroma bunga
Warna	Tidak berwarna	Tidak berwarna
Rasa	Berlemak	Berlemak

Commented [s1]: Ada 5 kelompok, kenapa hanya satu saja yang diuji oraganoleptik

Berdasarkan tabel I dapat dilihat bahwa lima konsentrasi hasil organoleptis proses esterifikasi pada penelitian sesuai dengan organoleptis pada MSDS tahun 2006 tentang etil laurat yang berarti etil laurat sudah terbentuk. Hasil esterifikasi yang telah didapatkan kemudian dilakukan titrasi untuk mengetahui hasil derajat esterifikasi. Derajat esterifikasi digunakan untuk mengetahui asam laurat yang terkonversi menjadi ester. Hasil derajat esterifikasi ditentukan dengan metode volumetrik. Pengaruh katalis H₂SO₄(p) yang digunakan pada esterifikasi etil laurat diterapkan dengan berbagai variasi konsentrasi katalis yang akan menghasilkan derajat esterifikasi yang tinggi, terdiri dari lima variasi konsentrasi asam sulfat pekat yaitu 1%, 2%, 3%, 4% dan 5%. Grafik hasil derajat esterifikasi disajikan pada gambar 1.



Gambar 1. Hubungan Konsentrasi Katalis H₂SO₄(p) terhadap Derajat Esterifikasi

Pengaruh variasi konsentrasi katalis H₂SO₄(p) terhadap hasil derajat esterifikasi yang ditunjukkan pada gambar 1 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi katalis nilai derajat esterifikasi semakin meningkat. Hal ini terjadi karena semakin tinggi konsentrasi katalis yang ditambahkan

maka energi aktivasi pada reaksi esterifikasi yang diturunkan katalis semakin besar sehingga reaksi akan semakin cepat. Semakin cepat reaksi esterifikasi maka produk etil laurat yang terbentuk dalam waktu tertentu akan semakin banyak. Banyaknya etil laurat yang terbentuk menunjukkan semakin banyak asam laurat yang terkonversi dan derajat esterifikasi akan meningkat. Hal ini sesuai dengan penelitian Yustira dkk (2016) tentang esterifikasi asam lemak dari limbah minyak kelapa sawit (*palm sludge oil*) dengan katalis Sn/Zeolit yaitu pada konsentrasi katalis 1% diperoleh hasil derajat esterifikasi terendah sebesar 85,75 dan tertinggi pada konsentrasi 5% sebesar 96%.

Hasil pada penelitian ini penambahan konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ 5% terjadi penurunan nilai derajat esterifikasi, hal ini terjadi karena asam sulfat dalam konsentrasi tertentu akan menghidrolisa produk ester yang terbentuk artinya reaksi esterifikasi akan bergeser ke arah kiri sehingga etil laurat yang terbentuk akan bereaksi dengan air dan membentuk kembali asam laurat dan etanol sehingga derajat esterifikasi menurun. Semakin besar jumlah katalis asam sulfat yang diberikan maka akan mempengaruhi penurunan terhadap angka esterifikasi (Hadihah, dkk, 2020). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Dwipa dkk (2014) tentang optimasi proses esterifikasi asam salisilat dengan *n*-oktanol dengan variasi $H_2SO_4(p)$ 0,5 ml, 0,75 ml dan ml dihasilkan derajat esterifikasi tertinggi pada volume katalis 0,75 ml dan terjadi penurunan pada volume katalis 1 ml. Menurut Jagadeeswariah dkk (2010), katalis dengan jumlah sedikit jika mencukupi untuk digunakan maka konversi maksimum dapat tercapai.

Hasil dari penelitian dilakukan analisis data menggunakan metode *Saphiro-Wilk* untuk mengetahui normalitas data, uji analisis normalitas memiliki nilai signifikansi 0,528 ($p > 0,05$) menunjukkan data normal sedangkan untuk mengetahui homogenitas data menggunakan metode *Levene Statistic* diperoleh nilai signifikansi 0,490 ($p > 0,05$) menunjukkan bahwa data terdistribusi secara homogen. Metode pengujian yang dilakukan selanjutnya yaitu uji *Oneway Anova* untuk mengetahui pengaruh antara variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ terhadap hasil derajat esterifikasi.

Berdasarkan uji *Oneway Anova* diperoleh nilai signifikansi sebesar 0,000 ($p < 0,05$) yang berarti terdapat pengaruh konsentrasi katalis terhadap hasil derajat esterifikasi, yaitu semakin tinggi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ yang digunakan maka nilai derajat esterifikasi akan semakin meningkat, akan tetapi pada penggunaan katalis $H_2SO_4(p)$ yang sudah optimal nilai derajat esterifikasi tidak akan meningkat melainkan menurun. Penurunan hasil derajat esterifikasi pada penggunaan volume katalis yang semakin besar disebabkan karena penggunaan katalis berlebih memberikan kecenderungan pada pembentukan emulsi, sehingga terjadi peningkatan viskositas dan menimbulkan terbentuknya gel sebelum waktu reaksi yang diinginkan tercapai (Yustira dkk, 2016).

Perbedaan pengaruh antar kelompok konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ terhadap hasil derajat esterifikasi diketahui dengan dilakukan dengan uji *Post Hoc Tests*. Berdasarkan hasil uji *Post Hoc Tests* kelima konsentrasi mendapatkan nilai signifikansi 0,000 ($p < 0,05$) hal ini menunjukkan bahwa variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ memiliki pengaruh terhadap setiap perlakuan.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh variasi konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ terhadap hasil derajat esterifikasi etil laurat. Nilai Derajat Esterifikasi optimal yang didapatkan pada penelitian ini yaitu 90,24% dengan penggunaan konsentrasi katalis $H_2SO_4(p)$ 4%.

DAFTAR PUSTAKA

- Arita, S., Hadihah, F., Agustina, T.E., Nugroho, T., Rifki, M., 2020, Pembuatan Biodiesel dari Limbah Cair Kelapa Sawit dengan Variasi Katalis Asam Sulfat pada Proses Esterifikasi, *Jurnal Teknik Kimia* No 1 Vol 26.
- Arfah, M., 2015, Optimasi Reaksi Esterifikasi Asam Laurat dengan Metanol Menggunakan Katalis H_2SO_4 , *Online Jurnal of Natural Science*, Vol. 4(1). pp. 46-55.
- Aritonang H. F. dan Surbakti, 2004, Separation of Lauric Acid From Coconut Oil Using Crystallization Method With Acetone Solvent, *Eugenia*, 10(2). pp. 195-204. Dalam

Commented [s2]: Tidak ada didaftar pustaka

- Nursyafinah, A. dan Nurhaeni R.E.A., 2016. Sintesis Etil Laurat dari Asam Laurat Menggunakan Katalis Asam Sulfat Pekat, *KOVALEN*, Vol. 2(2). pp. 35-43.
- Dwipa, I.B.M.A., Nurlita, F. dan Tika, I.N., 2014, Optimasi Proses Esterifikasi Asam Salisilat dengan n-Oktanol, *Jurnal Wahana Matematika dan Sains*, Vol. 8(1). pp. 1-11.
- Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S., 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga*, Jilid 2. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A. H., Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Firdaus, U.H., Umriani, N., Husain, D.M., Sukarti, C.I. dan Rasyid, H., 2013, Efektivitas Katalis AlCl₃ Dan H₂SO₄ Dalam Reaksi Esterifikasi Asam p-Kumarat, *Indonesia Chimica Acta*, Vol. 6(2). pp. 1-8.
- Hakim, A.R. dan Irawan S., 2010. *Kajian Awal Sintesis Biodiesel dari Minyak Dedak Padi Proses Esterifikasi*. Skripsi. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UNDIP Semarang.
- Jagadeeswaraiiah, K., Balaraju, M., Sai Prasad, P.S. dan Lingaiah, N., 2010, Selective Esterification of Glycerol to Bioadditives over Heteropoly Tungstate Supported on Cscontaining Zirconia Catalyst. *Applied Catalysis A: General*, Vol. 386, pp. 166-170.
- Jaya, J.M, Hunga A.Y.M , Nikmah, S.S , Susanti, M.M., 2019, Sintesis Senyawa Etil Laurat menggunakan Variasi Volume Katalis Asam Sulfat Pekat, *Jurnal Labora Medika* Vol 3 No 1 (2019) 1-9.
- Material Safety Data Sheet, 2006. *Ethyl Laurate MSDS*. Elan Chemical Company Inc., USA.
- Morrinson, R.T. dan Boyd, R.N., 2002. *Organic Chemistry*. Prentice – Hall of India, New Delhi.
- Dalam Dwipa, I.B.M.A., Nurlita, F., Tika, I.N., 2014, Optimasi Proses Esterifikasi Asam Salisilat dengan n-Oktanol, *Jurnal Wahana Matematika dan Sains*, Vol. 8(1). pp. 1-11.
- Nursyafinah, A. dan Nurhaeni, R.E.A., 2016, Sintesis Etil Laurat dari Asam Laurat Menggunakan Katalis Asam Sulfat Pekat, *KOVALEN*, Vol. 2(2). pp. 35-43.
- Purnami, I.W. dan Veronika, 2015, Pengaruh Penggunaan Katalis Terhadap Laju dan Efisiensi Pembentukan Hidrogen, *Jurnal Rekayasa Mesin*, Vol. 6(1). pp. 51-59.
- Morrinson, R.T. dan Boyd, R.N., 2002. *Organic Chemistry*. Prentice – Hall of India, New Delhi.
- Dalam Dwipa, I.B.M.A., Nurlita, F., Tika, I.N., 2014, Optimasi Proses Esterifikasi Asam Salisilat dengan n-Oktanol, *Jurnal Wahana Matematika dan Sains*, Vol. 8(1). pp. 1-11.
- Purnawan, I. dan Sugono, 2016, Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Rendemen -Naftol Pada Proses Pembuatan -Naftol, *KONVERSI*, Vol.5(1). pp 31-38.
- Puspitasari, P., Anindisa, R. dan Harmawan, 2015, Pengaruh Jenis Katalis HCl dan H₂SO₄ Terhadap Nilai Konversi, Konstanta Kecepatan Reaksi dan Arah Kesetimbangan Reaksi Hidrolisa Minyak Jarak, *Herb-Medicine Journal Chemical*, E141.
- Rauf, S.C., 2010. *Optimasi Sintesis Etil Kaprat dan Kaprilat melalui Reaksi Esterifikasi*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA UNTAD Palu.
- Yamauchi, Y., Bounoshita, M. dan Saito, M., 1996, Separation of Crude Palm Oil Components by Semipreparative Supercritical Fluid Chromatograph,
- Yustira, Y., Rudyansyah, Alimuddin, A.H., Prawatya, Y.E., Wahyuni, N. dan Usman, T., 2016, Esterifikasi Asam Lemak dari Limbah Minyak Kelapa Sawit (*Palm Sludge Oil*) dengan Katalis Sn/Zeolit, *Seminar Nasional II Penerapan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi*, Universitas Tanjungpura, Pontianak.