
Sintesis Senyawa 2-Feniletil Oktanoat dari Asam Oktanoat dan 2-Feniletanol dengan Katalis Asam Sulfat Menggunakan Metode Dean Stark Trap

Noviar Syamsuryah S*, Firdaus, Seniwati, Ahyar Ahmad
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin
Makassar 90245

Synthesis of 2-Phenylethyl Octanoate from Octanoic Acid and 2-Feniletanol with Sulfuric Acid Catalysts using a Dean Stark Trap Method

Noviar Syamsuryah S*, Firdaus, Seniwati, Ahyar Ahmad
Chemistry Departement, Faculty of Mathematic and Natural Sciences, Hasanuddin University,
Makassar 90245

ABSTRAK. Sintesis senyawa 2-feniletil oktanoat menggunakan katalisator H_2SO_4 dengan metode *Dean-Stark trap* telah dilakukan. Sintesis senyawa 2-feniletil oktanoat melibatkan reaksi esterifikasi antara 2-feniletanol dan asam oktanoat dengan perbandingan mol 1:2, 2:1 dan 1:3. Sintesis ini menggunakan katalisator H_2SO_4 dengan metode *Dean Stark Trap*, benzena ditambahkan ke dalam campuran reaksi untuk memindahkan air yang terbentuk dari campuran tersebut. Hasil yang diperoleh berupa cairan berwarna kuning hingga kemerahan diidentifikasi menggunakan refraktometer, spektrofotometer FTIR dan spektrofotometer H-NMR. Dari penelitian ini diketahui bahwa perbandingan mol optimal antara 2-feniletanol dan asam oktanoat untuk menghasilkan 2-feniletil oktanoat adalah 1:3 dengan rendemen sebesar 86,56 %.

Kata kunci: 2-feniletil oktanoat, esterifikasi, Dean-Stark trap

ABSTRACT.

The Synthesis of 2-phenylethyl octanoate using H_2SO_4 catalysts through *Dean-Stark trap* method has been conducted. The synthesis of 2-phenylethyl octanoate involved an esterification between 2-phenylethanol and octanoic acid in mole ratio 1:2, 2:1, and 1:3. This synthesis using H_2SO_4 catalysts through *Dean-Stark trap* method, some benzene was added into the solution to remove the formed water from the solution. The results was yellow until red color liquid were identified using refractometer, IR spectrophotometer and 1H -NMR. From this research was known that optimum mole ratio of 2-phenylethanol and octanoate acid to obtained 2-phenylethyl octanoate was 1:3 in 86,56 % yield.

Keywords: 2-phenylethyl octanoate, esterification, Dean-Stark trap

PENDAHULUAN

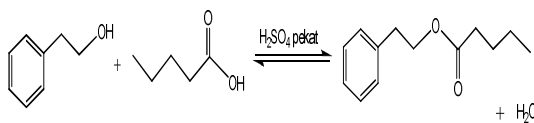
Ester adalah turunan asam karboksilat yang merupakan salah satu dari kelas-kelas senyawa organik yang sangat berguna, dapat diubah melalui berbagai proses menjadi aneka ragam senyawa lain. [1]

Esterifikasi adalah reaksi pembentukan ester. Reaksi ini dapat dilakukan dengan berbagai cara,

antara lain reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol. [2]

Sintesis senyawa ester 2-feniletil pentanoat melalui reaksi esterifikasi Fischer telah dilakukan oleh Vega (2012) dengan mereaksikan senyawa 2-feniletanol dan asam pentanoat menggunakan katalis asam sulfat. Reaksi pembentukan 2-feniletil pentanoat

yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 1. [3]



Gambar 1. Reaksi pembentukan 2-feniletil pentanoat

Reaksi esterifikasi bersifat reversibel, tetapi reaksi ini dapat diarahkan ke kanan atau ke arah produk dengan cara menambahkan reagen yang digunakan secara berlebih atau ester dan/atau air dipindahkan segera setelah terbentuk Liu dkk. pada tahun 2005 telah mempelajari efek air terhadap esterifikasi yang dikatalisis oleh asam sulfat dan menemukan bahwa air dapat mendeaktivasi efek asam sulfat sebagai katalis. Oleh karena itu, perlu adanya upaya untuk menggeser kesetimbangan ke kanan melalui pemindahan air segera pada saat terbentuk. Pemindahan air selama reaksi berlangsung dapat meningkatkan aktivitas katalis yang digunakan sehingga esterifikasi berjalan optimal. [4,5,6,7]

Salah satu upaya yang dapat dilakukan untuk meningkatkan rendamen reaksi esterifikasi adalah melalui penggunaan metode *Dean-Stark trap*. Pelarut yang digunakan pada metode ini harus dapat membentuk campuran azeotrop dengan air dan memiliki berat jenis yang lebih ringan dari berat jenis air, misalnya benzena; sehingga dengan pemanasan, air dan benzena akan menguap secara azeotrop dan tertampung pada dasar alat *Dean-Stark trap* dan menimbulkan dua lapisan. Dengan demikian air akan terpisah dari campuran reaksi dan kesetimbangan akan bergeser ke

kanan atau ke arah pembentukan ester sehingga diharapkan rendamen senyawa ester yang dihasilkan akan lebih besar. [8,9]

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa 2-feniletil oktanoat melalui reaksi esterifikasi Fischer dimana 2-feniletanol ditambah dengan asam oktanoat dengan katalis asam sulfat dengan menggunakan metode *Dean-Stark trap* yang diharapkan dapat mengikat air yang merupakan hasil samping tepat setelah terbentuk.

METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah asam oktanoat p.a (Merck), 2-feniletanol p.a (Merck), H_2SO_4 p.a., $NaHCO_3$ 5%, Na_2SO_4 anhidrat p.a, akuades, kloroform.

Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah labu alas bulat leher tiga, kondensor, termometer $100^\circ C$, termometer $200^\circ C$, termometer $400^\circ C$ aspirator air, penangas air, penangas minyak, statif+klem, neraca analitik, refraktometer ATAGO, FTIR SHIMADZU, NMR JEOL, *heating stirrer*, dan alat-alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

Prosedur Penelitian

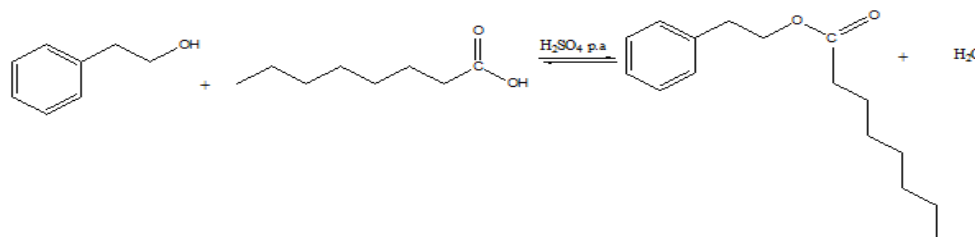
Sintesis 2-feniletil Oktanoat

Sebanyak 5,97 mL senyawa 2-feniletanol (0,05 mol), asam oktanoat sebanyak 15,84 mL (0,10 mol) dan H_2SO_4 pekat 20 tetes dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondenser udara dan termometer $200^\circ C$. Campuran ditambahkan benzena secukupnya, diaduk dan

direfluks dengan menggunakan metode *Dean Stark Trap*. Campuran didinginkan dalam *ice bath*, kemudian dicuci dengan campuran 20 mL aquadest, kemudian dicuci dengan 20 mL NaHCO₃ 5 %, lalu ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat, didekantasi lalu didestilasi vakum. Distilat yang diperoleh diukur indeks biasnya dengan refraktometer. Hasil yang diperoleh selanjutnya dianalisis dengan spektrofotometer FTIR dan H-NMR. Prosedur ini diulangi dengan menggunakan perbandingan 0,1 mol 2-feniletanol dan 0,05 mol asam oktanoat (2:1) serta 0,05 mol 2-feniletanol dan 0,15 mol asam oktanoat (1:3).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis 2-Feniletil Oktanoat



Gambar 2. Reaksi Sintesis 2-Feniletil Oktanoat

Hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Sintesis 2-Feniletil Oktanoat

Perbandingan Mol 2-Feniletanol dan Asam Pentanoat	Suhu Refluks (°C)	Rendemen (%)
1:2	90	82,54
2:1	105	25,92
1:3	130	86,56

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa 2-feniletil oktanoat melalui reaksi esterifikasi Fischer dimana 2-feniletanol ditambah dengan asam oktanoat dengan katalis asam sulfat dengan menggunakan metode *Dean-Stark trap* yang diharapkan dapat mengikat air yang merupakan hasil samping tepat setelah terbentuk. Sintesis ini dilakukan dengan beberapa perbandingan mol antara 2-feniletanol dan asam oktanoat yang bertujuan untuk mengetahui berapa perbandingan mol terbaik dan optimal untuk menghasilkan senyawa 2-feniletil oktanoat secara maksimal. Mekanisme reaksi sintesis 2 feniletil oktanoat dapat dilihat pada Gambar 2.

Rendemen yang diperoleh untuk sintesis dengan perbandingan mol 1:2 adalah 82,54%, untuk sintesis dengan perbandingan mol 2:1 adalah 25,92%, untuk sintesis dengan perbandingan mol 1:3 adalah 86,56%.

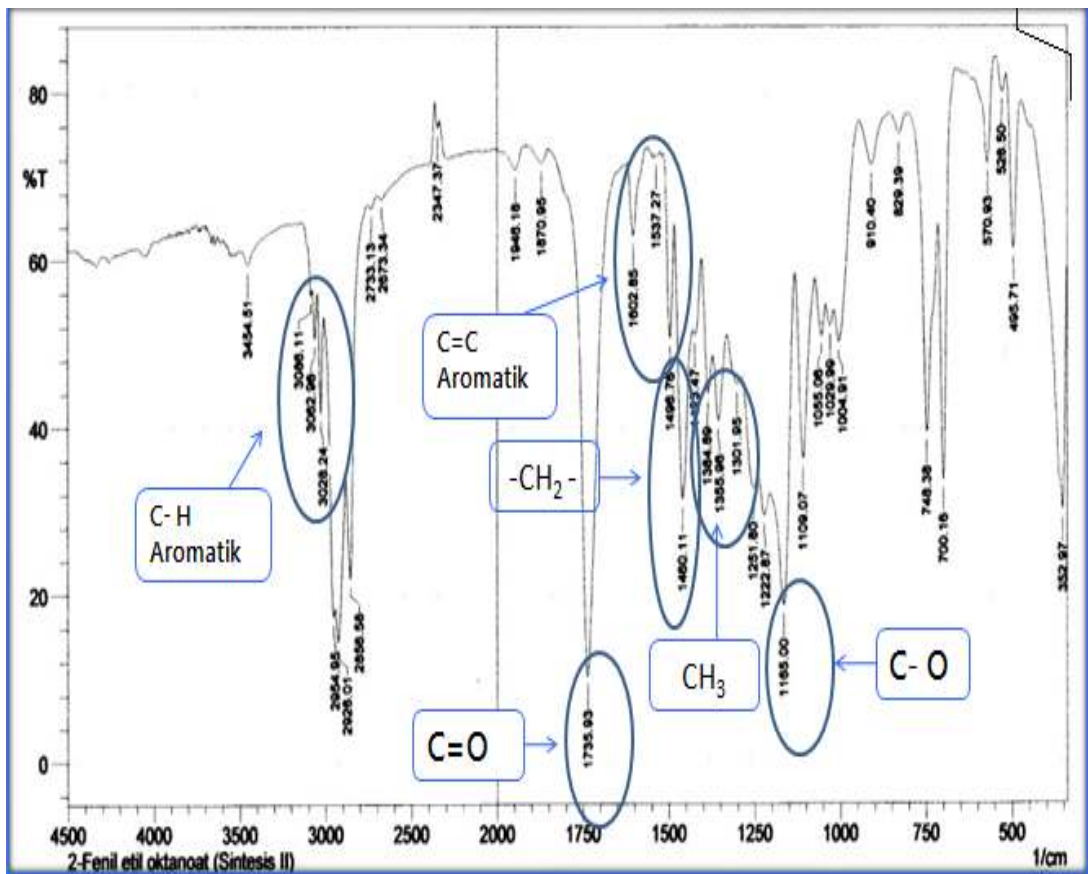
Senyawa yang diperoleh dimurnikan dan dikarakterisasi, setiap fraksi dan residu yang dihasilkan dari proses pemurnian menggunakan destilasi vakum pada perbandingan mol masing-masing diukur indeks biasnya menggunakan refraktometer.

Selanjutnya menentukan gugus fungsi menggunakan spektrofotometer FTIR, dan menggunakan spektrofotometer H-NMR untuk menentukan struktur senyawa organik dengan mengukur momen magnet atom hidrogen berdasarkan nilai pergeseran kimia yang terdapat pada senyawa tersebut.

Hasil uji indeks bias dapat dilihat pada Tabel 2. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR. Data spektrum FTIR dapat dilihat pada Gambar 3.

Tabel 2. Hasil Uji Indeks Bias

Perbandingan Mol Reaktan	Fraksi	Berat (gram)	Indeks Bias	Suhu Indeks bias
1:2	1	1,0283	1,4336	28°C
	2	0,4961	1,4336	
	3	0,1405	1,4601	
	Residu	10,2506	1,4746	
2:1	1	4,7478	1,5116	29°C
	2	1,3943	1,4870	
	3	0,2305	1,4863	
	Residu	3,2186	1,4830	
1:3	1	1,6564	1,4220	29°C
	2	5,4127	1,4325	
	Residu	10,7516	1,4735	

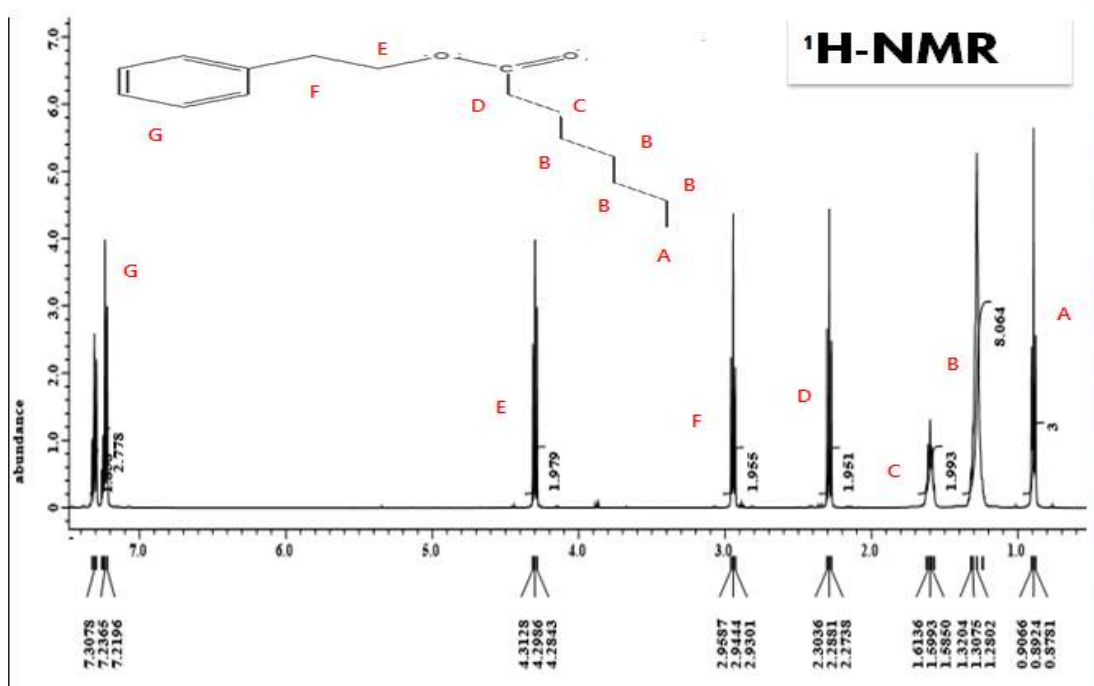


Gambar 3. Spektrum FTIR Hasil Sintesis 2-Feniletil Oktanoat

Gambar 3 menunjukkan bahwa hasil sintesis merupakan senyawa ester. Keberadaan gugus karbonil (C=O) yang merupakan karakteristik untuk ester ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1735,93 cm^{-1} dengan intensitas tajam dan kuat didukung oleh serapan pada bilangan gelombang 1165,00 cm^{-1} yang menandakan gugus C-O karakteristik ester. Serapan pada bilangan gelombang 3028,24 cm^{-1} , 3062,96 cm^{-1} dan 3066,11 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-H aromatik dan didukung oleh serapan pada bilangan

gelombang 1602,85 cm^{-1} dan 1537,27 cm^{-1} menunjukkan gugus C=C. Keberadaan serapan pada bilangan gelombang 1460,11 cm^{-1} dan 1423,47 cm^{-1} menunjukkan gugus C-H alifatik (CH_2) didukung oleh serapan pada bilangan gelombang 1355,98 cm^{-1} dan 1384,89 cm^{-1} menunjukkan gugus alifatik (CH_3).

Selanjutnya dilakukan analisis lebih lanjut dengan H-NMR menggunakan pelarut kloroform dengan data hasil spektrum H-NMR dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Spektrum H-NMR Sintesis 2-Feniletil Oktanoat

Puncak A dengan δ 0,8924 ppm; memiliki multiplisitas triplet dengan integral 3 menunjukkan gugus metil. Puncak B dengan δ

1,3075 ppm; memiliki multiplisitas multiplet dengan integral 8,064 menunjukkan 4 gugus metilen. Puncak C dengan δ 1,5993 ppm;

memiliki multiplisitas multiplet dengan integral 1,993 menunjukkan gugus metilen ($-\text{CH}_2-$) yang berdekatan dengan gugus metilen dekat gugus karbonil. Puncak D dengan δ 2,2881 ppm; memiliki multiplisitas triplet dengan integral 1,951 menunjukkan gugus metilen dekat gugus karbonil. Puncak F dengan δ 2,9444 ppm memiliki multiplisitas triplet dengan integral 1,955 menunjukkan gugus metilen yang berikatan dengan benzen. Puncak E dengan δ 4,2986 ppm memiliki multiplisitas triplet dengan integral 1,979 menunjukkan gugus metilen yang terikat dengan $-\text{O}-\text{C}=\text{O}$, pergeseran ini jauh lebih besar dibandingkan puncak F dikarenakan C terikat pada O yang berikatan dengan gugus $\text{C}=\text{O}$ dimana H yang terikat pada C tersebut semakin tidak terlindungi (*Deshielding*) karena adanya induksi O yang cukup besar dan juga adanya delokalisasi elektron. Puncak G dengan δ 7,2365, δ diatas 7 merupakan ciri khas benzen dengan multiplisitas multiplet. Data H-NMR di atas menunjukkan bahwa hasil sintesis yang diperoleh adalah senyawa 2-feniletil oktanoat.

KESIMPULAN

Senyawa 2-feniletil oktanoat dapat disintesis dari 2-feniletanol dan asam oktanoat menggunakan katalis asam sulfat dengan metode *Dean-Stark trap* pada perbandingan mol reaktan-reaktan yang optimal adalah 1:3 (2-feniletanol:asam oktanoat) pada suhu refluks 130-135 °C dengan rendamen sebesar 86,56%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Hart, H., Craine, L.E., dan David J.H., 2003, *Kimia Organik*, diterjemahkan oleh Suminar Setiati Achmadi, Erlangga, Jakarta.
2. Kammoun, N., and Bigot, M., 1997. A New Simplified Method for Esterification of Secondary and Tertiary Alcohol. *J. Synth. Common.* **27** (16).
3. Vega, M.C., 2012, *Potensi 2-feniletil Pentanoat untuk Meningkatkan Aktivitas Antibiotik INH, SM dan ETA terhadap Mycobacterium tuberculosis Strain H37Rv*, Skripsi tidak diterbitkan, Jurusan KIMIA FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.
4. Lacaze-Dufaure, C. and Mouloungi, Z., 2000, Catalysed or Uncatalysed Esterification Reaction of Oleic Acid with 2-Ethyl Hexanol, *Applied Catalysis A: General*, **204**, 223-227.
5. Figueiredo, K. C. S., Salim, V. M. M., and Borges, C. P., 2010, Ethyl Oleate Production By Means of Pervaporation-Assisted Esterification Using Heterogeneous Catalysis, *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, **27**(4), 609-617.
6. Liu, Y., Lotero, E., and Goodwin, J. G., 2005, Effect of Water on Sulfuric Acid Catalyzed Esterification, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **245**, 132-140.
7. Khire, S., Bhagwat, P. V., Fernandes, M., Gangundi, P. B., and Vadalia, H., 2012, Esterification of Lower Aliphatic Alcohols with Acetic Acid in Presence of Different Acid Catalysts, *Indian Journal*

-
- of Chemical Technology*, **19**, 342-350.
8. Firdaus, Soekamto, N. H., Karim, A., 2009, Sintesis 4-Hidroksisinamamida dari Asam 4-Hidroksinanamat melalui Reaksi Esterifikasi dan Amonolisis, *Indonesia Chimica Acta*, **2**(2), 37-43.
9. Yan, Y., Bornscheuer, U. T., Stadler, G., Lutz-Wahl, S., Reuss, M., and Schmid, R. D., 2001, Production of Sugar Fatty Acid Esters by Enzymatic Esterification in a Stirred-Tank Membrane Reactor: Optimization of Parameters by Response Surface Methodology, *JAACS*, **78**(2), 147-152.