



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ESTERIFIKASI ANTARA ASAM GALAT
DAN GLISEROL DENGAN MENGGUNAKAN GELOMBANG
MIKRO**

SKRIPSI

**PRITA BELINDA
0706163275**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
PROGRAM S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ESTERIFIKASI ANTARA ASAM GALAT
DAN GLISEROL DENGAN MENGGUNAKAN GELOMBANG
MIKRO**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains**

**PRITA BELINDA
0706163275**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
PROGRAM S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Prita Belinda

NPM : 0706163275

Tanda Tangan :

Tanggal : 6 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Prita Belinda
NPM : 0706163275
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul Skripsi : Studi Reaksi Esterifikasi antara Asam Galat dan Gliserol dengan Menggunakan Gelombang Mikro

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. Ir. Antonius Herry Cahyana

Pembimbing : Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc

Penguji : Dr. Emil Budiarto

Penguji : Dr. Ridla Bakri, M.Phil

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 4 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

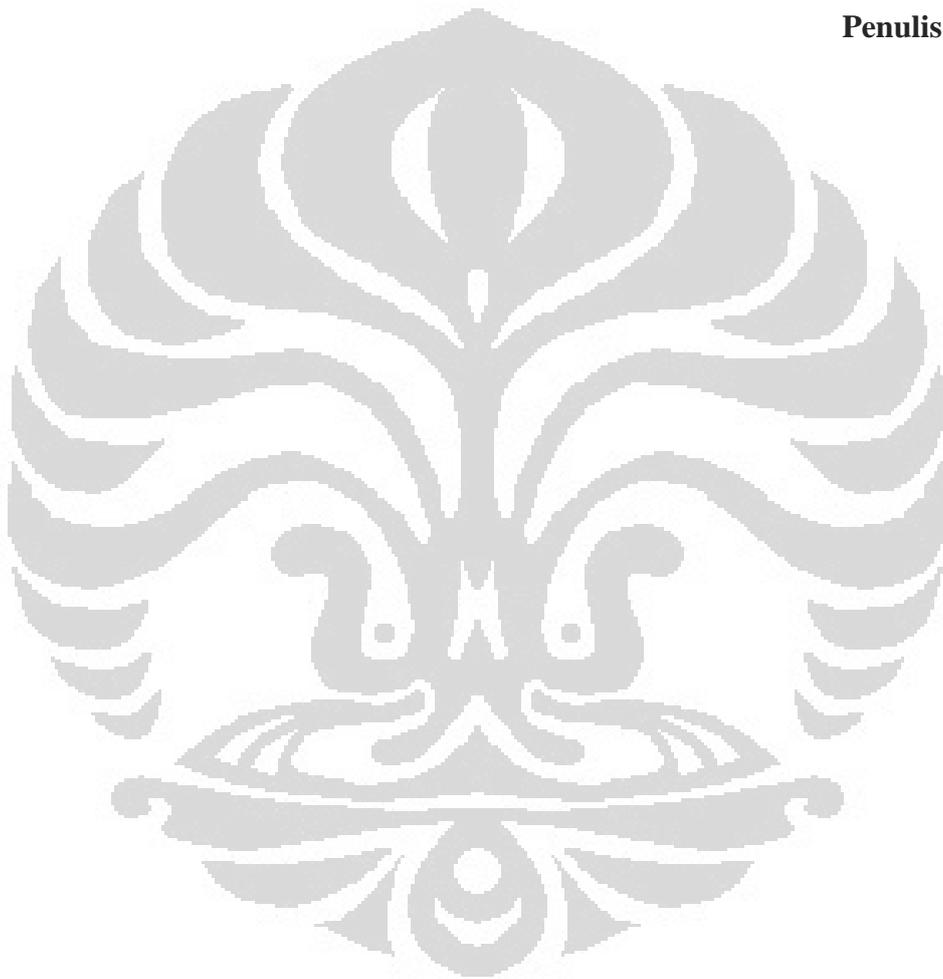
- (1) Dr. Ir. Antonius Herry Cahayana selaku pembimbing I yang telah membimbing, mengarahkan serta mendukung saya dalam penyusunan skripsi ini sehingga dapat diselesaikan dengan baik;
- (2) Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc. selaku pembimbing II yang telah membimbing, mengarahkan serta mendukung saya dalam penyusunan skripsi ini sehingga dapat diselesaikan dengan baik;
- (3) Dr. Ridla Bakri, M.Phil. selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI;
- (4) Drs. Erzi Rizal Azwar selaku pembimbing akademis yang telah banyak membantu saya;
- (5) Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku Koordinator Bidang Penelitian Departemen Kimia FMIPA UI;
- (6) Bapak dan Ibu Dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah mendidik dan memberikan bekal ilmu kepada saya selama 4 tahun ini;
- (7) Ir. Hedi Surrahman, M.Si. yang telah membantu dalam pengadaan alat serta bahan untuk penelitian ini;
- (8) Mbak Ema, Mbak Tri, Mbak Elfa, Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Sutrisno, Pak Hadi, Pak Mardji, Pak Amin serta seluruh staf Departemen Kimia FMIPA UI yang telah banyak membantu;
- (9) Kak Alvin dan seluruh Pegawai Afiliasi Kimia UI yang telah banyak membantu dalam penggunaan instrumen;

- (10) Ibu Puspa LIPI yang telah membantu dalam pengukuran sampel dengan menggunakan *LC-MS*;
- (11) Bapak Hanun, MS. serta Arif Farmasi atas bantuannya dalam pengukuran dengan menggunakan *TLC scanner*;
- (12) Papa dan Mama yang telah banyak berjuang serta berkorban dalam membesarkan saya. Terima kasih atas segala peluh serta keringat yang kalian keluarkan untuk membuat saya menjadi seperti sekarang ini. Terima kasih doa, dukungan, serta cinta yang luar biasa dari Papa dan Mama yang tak henti-hentinya kalian berikan kepada saya. Semoga saya bisa menjadi kebanggaan kalian dan menjadi anak yang selalu berbakti kepada kalian. Skripsi ini saya persembahkan kepada Papa dan Mama. *I love you*;
- (13) Kakak-kakakku, yaitu Almh. Revianti Oksinta dan Viranda Putri Mariska yang banyak membimbing serta memberikan dukungan dan cinta kepada saya. Saya banyak belajar dari kalian. Untuk kakakku Almh. Revi, nasihat terakhir yang kamu berikan kepada saya akan selalu diingat, semoga kamu tenang di sana ya;
- (14) Kakak-kakak ipar saya, yaitu Kresna Dwipanugraha dan Johanda Damanik yang banyak mendukung dan mendoakan saya;
- (15) Ahmad Ardilla Zubaidi yang telah banyak mendoakan serta mendukung saya dalam penelitian ini;
- (16) Sahabat-sahabatku tersayang, yaitu Rahayu Harganingtyas dan Annisa Hidayati atas perhatian, doa, dan dukungannya kepada saya. Terima kasih sudah mau mendengarkan keluh kesah saya selama ini;
- (17) Retno Hapsari dan Yulinar Rochmasari yang merupakan teman seperjuangan. Terima kasih ya atas dukungannya dan keceriaannya selama kita penelitian;
- (18) Teman-teman penelitian, yaitu Mega, Ika, Ika N., Awe, Rifan, Kak Desi, Kak Arif, Ina, Hani, Zetry, Evi, Dante, Sherly, Iki, Jojo, Fitri, Kak Tirta, Kak Nadiroh, dll atas dukungan dan bantuannya;
- (19) Intan Putri, terima kasih saya atas saran dan informasinya;
- (20) Teman-teman Kimia 2007 yang telah memberikan banyak kenangan kepada saya. Terima kasih atas doa dan dukungannya.

Akhir kata, saya berharap segala kebaikan dari semua pihak yang telah membantu dibalas oleh Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, Juli 2011

Penulis



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

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

Nama : Prita Belinda
NPM : 0706163275
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

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

Studi Reaksi Esterifikasi antara Asam Galat dan Gliserol dengan Menggunakan Gelombang Mikro

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, 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 Juli 2011

Yang menyatakan

( Prita Belinda)
vii

ABSTRAK

Nama : Prita Belinda
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul : Studi Reaksi Esterifikasi antara Asam Galat dan Gliserol dengan Menggunakan Gelombang Mikro

Penelitian kali ini mempelajari tentang reaksi esterifikasi antara asam galat dan gliserol dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa ester dan menentukan kondisi optimum reaksi tersebut, khususnya waktu pemanasan dengan menggunakan metode gelombang mikro. Pemurnian produk dilakukan dengan menggunakan kromatografi kolom dan pengujian kemurniannya dilakukan dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Penentuan kuantitas produk dilakukan dengan menggunakan *TLC scanner*. Setelah itu, dilakukan identifikasi senyawa produk menggunakan FTIR dan LC-MS. Dari penelitian ini didapatkan hasil bahwa waktu optimum pemanasan untuk reaksi ini adalah 8 menit dan produk yang dominan terbentuk berupa senyawa monoester.

Kata kunci:

Asam galat, esterifikasi, gelombang mikro, gliserol, monoester

xiii+ 57 halaman; 25 gambar; 6 tabel

Daftar Pustaka: 24 (1985 - 2011)

ABSTRACT

Name : Prita Belinda
Study Program : S1 Regular Chemistry
Title : Study of Esterification Reaction between Gallic Acid and Glycerol by Using Microwave

This research examines the esterification reaction between gallic acid and glycerol using concentrated sulfuric acid catalyst. This research aims to synthesize the ester compound and determining the optimum conditions of reaction, especially reaction time by using a microwave method for heating. Purification of products was done by using column chromatography and purity test was carried out using thin layer chromatography. Determination of the quantity of products was carried out by using TLC scanner. After that, the product compound was identified using FTIR and LC-MS. From this study showed that the optimum heating time for this reaction is 8 minutes and the products formed in the form of monoester.

Key words:

Esterification, gallic acid, glycerol, microwave, monoester

xiii + 57 pages; 25 pictures; 6 tables

References: 24 (1985 - 2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vii
ABSTRAK.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Hipotesis.....	3
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Ester.....	4
2.2 Asam Karboksilat.....	6
2.3 Asam Galat.....	8
2.4 Gliserol.....	8
2.5 Esterifikasi.....	9
2.6 Gelombang Mikro.....	11
2.6.1 Prinsip Umum.....	11
2.6.2 Mekanisme Pemanasan.....	11
2.6.3 Rotasi Dipol.....	11
2.6.4 Konduksi Ion.....	12
2.6.5 Instrumentasi Oven Gelombang Mikro.....	12
2.7 Metode Identifikasi.....	13
2.7.1 Kromatografi Lapis Tipis.....	13
2.7.2 LC-MS.....	15
3. METODE PENELITIAN.....	17
3.1 Lokasi.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan.....	17
3.3 Instrumentasi.....	18
3.4 Prosedur Percobaan.....	18
3.4.1 Esterifikasi asam galat dengan gliserol (komposisi I).....	18
3.4.1.1 Proses pemurnian produk.....	18
3.4.1.2 Uji kemurnian.....	19
3.4.1.3 Identifikasi senyawa produk.....	19
3.4.2 Esterifikasi asam galat dengan gliserol (komposisi II).....	19

4. PEMBAHASAN.....	21
4.1 Esterifikasi asam galat dengan gliserol.....	21
4.2 Pengujian tahap awal.....	25
4.3 Pemurnian hasil reaksi esterifikasi.....	27
4.3.1 Persiapan kolom.....	28
4.3.2 Pemisahan sampel.....	28
4.3.3 Pengujian kemurnian.....	29
4.4 Identifikasi senyawa produk.....	30
4.4.1 Persiapan sampel.....	30
4.4.2 <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	31
4.4.3 <i>Liquid Chromatography-Mass Spectrometry (LC-MS)</i>	34
4.4.4 <i>TLC Scanner</i>	37
4.5 Pengaruh waktu reaksi.....	37
4.6 Perbandingan komposisi I dengan komposisi II.....	39
5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Rumus umum ester.....	4
Gambar 2.2.	Hubungan sintetik ester dengan senyawa lain.....	5
Gambar 2.3.	Struktur asam karboksilat.....	6
Gambar 2.4.	Struktur asam galat.....	8
Gambar 2.5.	Struktur gliserol.....	9
Gambar 2.6.	Reaksi saponifikasi.....	9
Gambar 2.7.	Reaksi esterifikasi.....	10
Gambar 2.8.	Instrumentasi oven <i>microwave</i>	13
Gambar 2.9.	Kromatografi lapis tipis.....	14
Gambar 2.10.	Cara kerja metode ionisasi <i>ESI</i>	16
Gambar 3.1.	Diagram pengerjaan yang dilakukan.....	20
Gambar 4.1.	Reaksi umum esterifikasi antara asam galat dan gliserol..	21
Gambar 4.2.	Mekanisme reaksi esterifikasi antara asam galat dan..... gliserol	23
Gambar 4.3.	Campuran reaktan sebelum proses pelarutan.....	24
Gambar 4.4.	Hasil reaksi esterifikasi.....	25
Gambar 4.5.	Hasil kromatografi lapis tipis.....	27
Gambar 4.6.	Proses pemurnian produk.....	29
Gambar 4.7.	KLT hasil pemurnian.....	30
Gambar 4.8.	Hasil pemekatan sampel.....	31
Gambar 4.9.	Struktur dimer asam karboksilat.....	32
Gambar 4.10.	Struktur senyawa ester yang terbentuk.....	35
Gambar 4.11.	Struktur senyawa diester yang terbentuk.....	36
Gambar 4.12.	Struktur senyawa triester.....	36
Gambar 4.13.	Grafik pengaruh waktu reaksi terhadap jumlah..... ester yang dihasilkan	38
Gambar 4.14.	Hasil KLT produk dengan menggunakan komposisi II...	40

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Ester sintetik dan citarasanya.....	5
Tabel 2.2. Nama trivial sepuluh karboksilat pertama.....	7
Tabel 2.3. Sifat fisis asam karboksilat.....	7
Tabel 4.1. Identifikasi gugus fungsi dari spektrum <i>FTIR</i> asam galat....	33
Tabel 4.2. Identifikasi gugus fungsi dari spektrum <i>FTIR</i> produk ester..	33
Tabel 4.3. Hasil dari identifikasi dengan menggunakan <i>TLC scanner</i> ...	37

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Spektrum <i>FTIR</i> Asam Galat.....	46
Lampiran 2. Spektrum <i>FTIR</i> Ester.....	47
Lampiran 3. Data <i>LC-MS</i> Ester.....	48
Lampiran 4. Spesifikasi <i>LC-MS</i>	49
Lampiran 5. Data Spesifikasi <i>TLC Scanner</i>	50
Lampiran 6. Data <i>TLC Scanner</i> Standar Asam Galat.....	52
Lampiran 7. Data <i>TLC Scanner</i> Standar Ester.....	53
Lampiran 8. Data <i>TLC Scanner</i> Ester 4 Menit.....	54
Lampiran 9. Data <i>TLC Scanner</i> Ester 6 Menit.....	55
Lampiran 10. Data <i>TLC Scanner</i> Ester 8 Menit.....	56
Lampiran 11. Data <i>TLC Scanner</i> Ester 10 Menit.....	57

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada saat ini, isu mengenai kesehatan sedang menjadi topik pembicaraan yang utama di kalangan masyarakat. Hal ini didukung dengan semakin banyaknya sumber radikal bebas yang dapat berbahaya bagi kesehatan manusia. Senyawa-senyawa yang memiliki aktivitas biologis sebagai antioksidan pun banyak dibutuhkan oleh manusia untuk menjaga kesehatan tubuhnya. Antioksidan itu sendiri merupakan zat yang dapat menunda atau mencegah terjadinya reaksi antioksidasi radikal bebas dalam oksidasi lipid. Sumber-sumber antioksidan dapat dikelompokkan menjadi dua kelompok, yaitu antioksidan sintetik (antioksidan yang diperoleh dari hasil sintesa reaksi kimia) dan antioksidan alami (antioksidan hasil ekstraksi bahan alami). Senyawa antioksidan alami tumbuhan umumnya adalah senyawa fenolik atau polifenolik. (Antioksidan, 2007)

Asam galat merupakan salah satu senyawa fenolik. Hal ini ditandai dengan adanya 3 gugus hidroksil yang dimiliki oleh asam galat. Asam galat sering dijadikan sebagai standar untuk uji senyawa fenolik. Oleh karena itu, asam galat diharapkan memiliki aktivitas biologis sebagai antioksidan.

Ester merupakan senyawa yang termasuk dalam golongan antioksidan. Sintesis ester dapat dilakukan melalui reaksi esterifikasi antara asam karboksilat dengan alkohol. Apabila asam galat direaksikan dengan suatu alkohol, maka diharapkan akan terbentuk ester yang memiliki aktivitas antioksidan yang lebih baik.

Asam galat merupakan senyawa yang kurang reaktif karena strukturnya yang cenderung stabil. Oleh karena itu, perlu diubah bentuknya terlebih dahulu menjadi senyawa yang lebih reaktif sebelum digunakan untuk reaksi esterifikasi atau diperlukan suhu pemanasan yang tinggi agar dapat bereaksi menghasilkan ester.

Pada era teknologi yang semakin berkembang ini, terdapat metode yang sudah mulai sering digunakan untuk eksperimen kimia, yaitu salah satunya dengan menggunakan gelombang mikro. Metode ini memiliki beberapa keuntungan dibandingkan dengan metode konvensional, yaitu salah satunya dapat mempersingkat waktu reaksi. Selain itu, reaksi-reaksi yang tidak dapat dilakukan dengan metode konvensional, khususnya untuk reaksi yang memerlukan suhu pemanasan yang tinggi, menjadi dapat dilakukan dengan menggunakan gelombang mikro.

Selain itu juga, pemanasan dengan menggunakan gelombang mikro termasuk ke dalam salah satu bentuk penerapan kimia hijau (*green chemistry*). Di mana kimia hijau merupakan pemanfaatan prinsip-prinsip yang dapat mengurangi atau menghilangkan penggunaan zat-zat berbahaya dalam desain, manufaktur, serta aplikasi produk kimia (Paul T, 1998). Kimia hijau ini terdiri dari 12 prinsip. Penggunaan gelombang mikro untuk pemanasan ini sesuai dengan beberapa butir dari prinsip kimia hijau, yaitu:

- Pencegahan terbentuknya sampah sisa proses kimia.
- Perancangan untuk efisiensi energi.

1.2 Perumusan Masalah

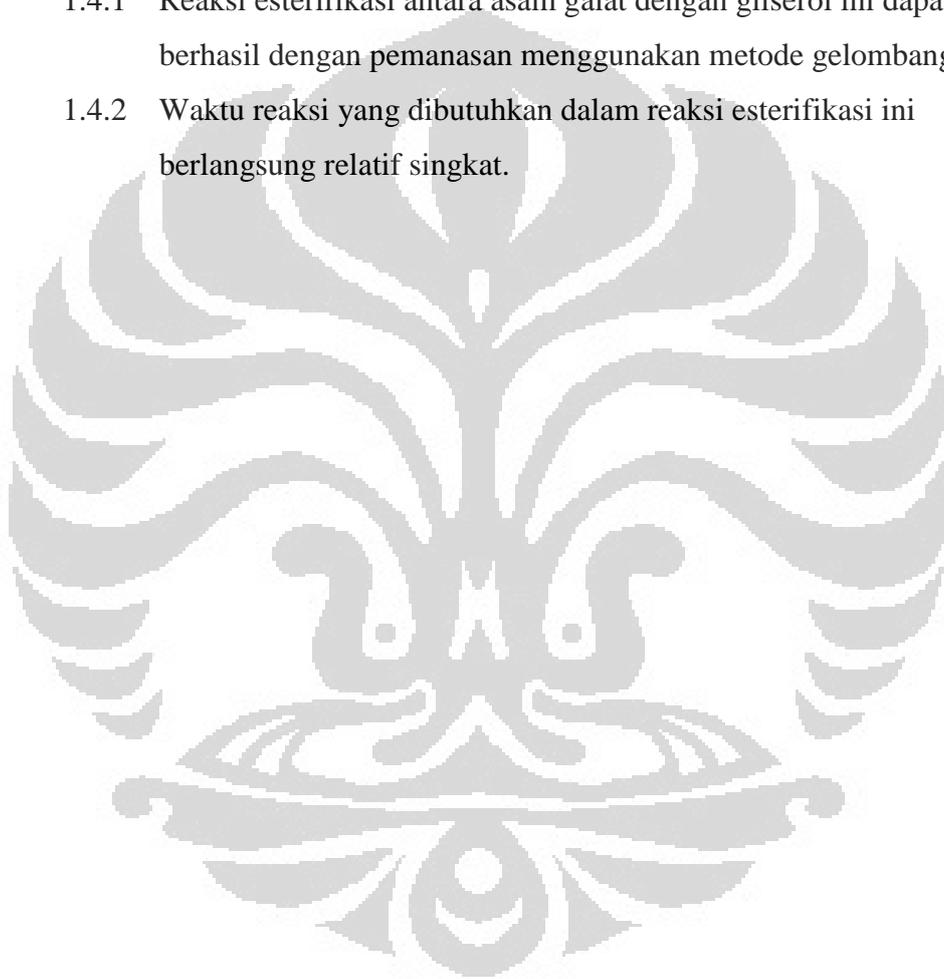
Pada penelitian ini, akan dilakukan reaksi esterifikasi antara asam galat dengan gliserol yang merupakan salah satu jenis alkohol dengan menggunakan katalis homogen, yaitu H_2SO_4 pekat. Deni Gardiana (2003) mengemukakan bahwa reaksi esterifikasi dengan gelombang mikro akan lebih efektif dibandingkan metode konvensional. Selain itu, Eka Fitrianti (2007) menyatakan bahwa reaksi esterifikasi dengan katalis H_2SO_4 menggunakan gelombang mikro dapat berlangsung dalam waktu reaksi yang singkat. Oleh karena itu, pada reaksi esterifikasi ini, pemanasan dilakukan dengan menggunakan oven gelombang mikro. Hal ini dilakukan dengan pertimbangan suhu pemanasan yang tinggi dari oven gelombang mikro dapat membuat asam galat yang kurang reaktif dapat bereaksi dengan gliserol membentuk ester dengan waktu yang lebih singkat.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan produk dari reaksi esterifikasi antara asam galat dengan gliserol dengan menggunakan metoda gelombang mikro serta menentukan kondisi yang optimum dari reaksi tersebut.

1.4 Hipotesis

- 1.4.1 Reaksi esterifikasi antara asam galat dengan gliserol ini dapat berhasil dengan pemanasan menggunakan metode gelombang mikro.
- 1.4.2 Waktu reaksi yang dibutuhkan dalam reaksi esterifikasi ini berlangsung relatif singkat.

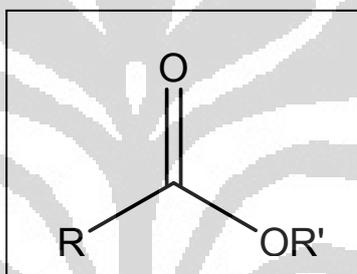


BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ester

Ester merupakan golongan senyawa kimia organik yang mengandung gugus $-\text{COOR}$ dengan R adalah gugus alkil atau aril. Ester adalah salah satu kelas dari kelas-kelas senyawa organik yang cukup banyak memiliki manfaat. Senyawa ini dapat diubah menjadi senyawa-senyawa lain. Ester adalah salah satu senyawa turunan asam karboksilat (Williamson, 1999). Berikut ini adalah rumus umum ester:



Gambar 2.1. Rumus umum ester

Penamaan suatu ester terdiri dari dua kata. Kata pertama adalah nama gugus alkil (R) yang terikat pada gugus $-\text{OR}$ pada ester. Sedangkan kata yang kedua berasal dari nama asam karboksilatnya dengan menghilangkan kata asam. Penamaan untuk ester memiliki kemiripan dengan penamaan garam karboksilat. Contoh nama ester, yaitu: metil propanoat.

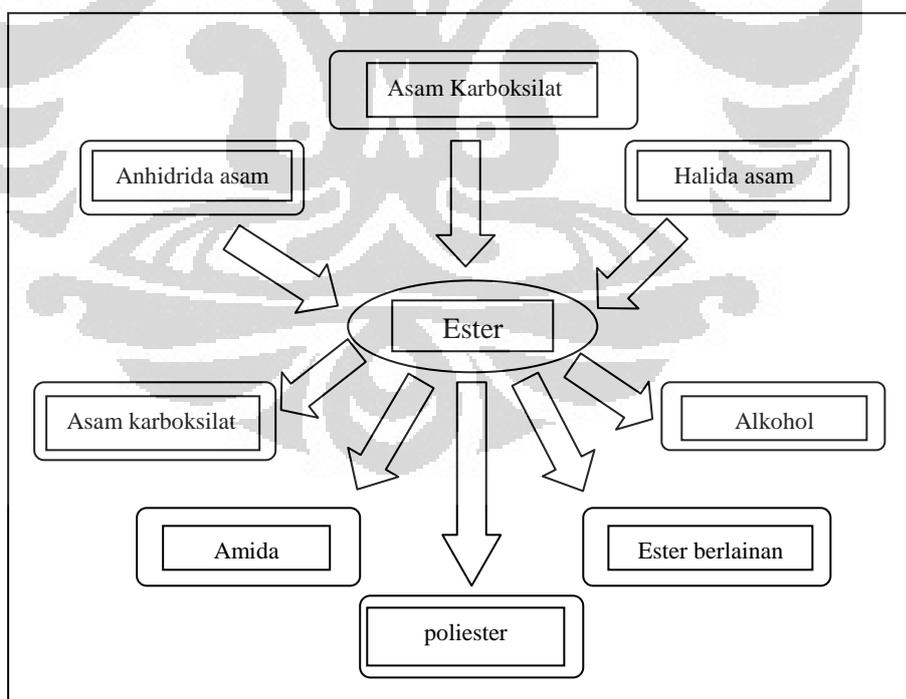
Ester lazim dijumpai di alam, contohnya adalah lemak dan lilin yang merupakan suatu ester. Selain itu, ester juga dapat digunakan untuk polimer sintetik, contohnya adalah Dacron yang merupakan suatu poliester. Ester memiliki bau yang harum dan merupakan komponen utama dari aroma dan rasa buah-buahan serta beberapa jenis bunga (Fessenden, 1986).

Tabel 2.1. Ester sintetik dan citarasanya

Nama trivial	Bau	Titik didih (°C)
metil asetat	Enak	57,5
etil asetat	Enak	77
propil asetat	seperti buah pear	102
etil butirat	seperti nanas	121
isoamil asetat	seperti buah pear	142
isobutil propionat	seperti rum	137
metil salisilat	seperti gandapura	220

[Sumber: Fessenden, 1986]

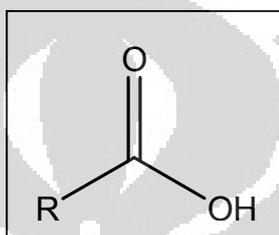
Seperti yang telah diketahui bahwa ester dapat diubah menjadi senyawa-senyawa lain. Berikut ini adalah hubungan sintetik ester dengan senyawa lain, yaitu:

**Gambar 2.2.** Hubungan sintetik ester dengan senyawa lain

[Sumber: Fessenden, 1986]

2.2 Asam Karboksilat

Asam karboksilat adalah suatu senyawa organik yang mengandung gugus karboksil, $-\text{CO}_2\text{H}$. Gugus karboksil mengandung sebuah gugus karbonil dan sebuah gugus hidroksil. Adanya hubungan antar-aksi dari kedua gugus ini mengakibatkan suatu kereaktifan kimia yang unik untuk asam karboksilat. Berikut ini adalah struktur asam karboksilat, yaitu:



Gambar 2.3. Struktur asam karboksilat

Sifat kimia yang paling menonjol dari asam karboksilat adalah keasamannya. Apabila dibandingkan dengan asam mineral seperti HCl dan HNO_3 yang memiliki pK_a sekitar 1 atau lebih rendah, asam karboksilat adalah asam lemah dengan pK_a yang khas, yaitu sekitar 5. Namun, asam karboksilat lebih bersifat asam dibandingkan dengan alkohol atau fenol, hal ini dikarenakan stabilisasi-resonansi anion karboksilatnya, RCO_2^- .

Sesuai dengan tata nama IUPAC, suatu asam karboksilat alifatik adalah nama alkana induknya, dengan huruf akhir $-a$ diubah dengan imbuhan asam $-oat$. Contohnya adalah asam metanoat, asam 2-klorobutanoat, dan asam propanadioat. Untuk empat asam karboksilat pertama, nama trivialnya lebih sering digunakan daripada nama IUPAC (Fessenden, 1986).

Tabel 2.2. Nama trivial sepuluh karboksilat pertama

Banyaknya atom karbon	Struktur	Nama trivial
1	HCO ₂ H	Format
2	CH ₃ CO ₂ H	Asetat
3	CH ₃ CH ₂ CO ₂ H	Propionat
4	CH ₃ (CH ₂) ₂ CO ₂ H	Butirat
5	CH ₃ (CH ₂) ₃ CO ₂ H	Valerat
6	CH ₃ (CH ₂) ₄ CO ₂ H	Kaproat
7	CH ₃ (CH ₂) ₅ CO ₂ H	Enantat
8	CH ₃ (CH ₂) ₆ CO ₂ H	Kaprilat
9	CH ₃ (CH ₂) ₇ CO ₂ H	Pelargonat
10	CH ₃ (CH ₂) ₈ CO ₂ H	Kaprat

[Sumber: Fessenden, 1986]

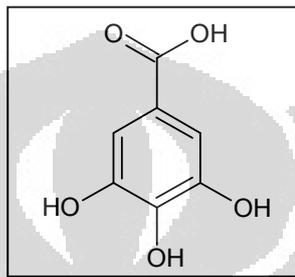
Tabel 2.3. Sifat fisis asam karboksilat

Nama	Titik leleh (°C)	Titik didih (°C)	Kelarutan dalam H ₂ O pada 20°C
Format	8	100,5	∞
Asetat	16,6	118	∞
Propionat	-22	141	∞
Butirat	-4,5	165,5	∞
Valerat	-34	187	3,7 g/100 mL
Kaproat	-3	205	1,0 g/100mL
Sikloheksana-karboksilat	31	233	0,2 g/100 mL
Benzoat	122	250	0,3 g/100mL

[Sumber: Fessenden, 1986]

2.3 Asam Galat

Asam galat adalah senyawa golongan asam fenolik C₆-C₁ atau asam hidroksibenzoat yang memiliki rumus molekul C₇H₆O₅. Nama IUPAC dari asam galat adalah asam 3,4,5-trihidroksibenzoat. Rumus kimia dari asam galat adalah C₆H₂(OH)₃COOH. Struktur dari asam galat, yaitu sebagai berikut:



Gambar 2.4. Struktur asam galat

Senyawa ini memiliki ciri-ciri fisik berupa kristal berwarna putih-kekuningan atau coklat-kekuningan. Asam galat memiliki berat molekul sebesar 188,14 gram/mol serta memiliki titik leleh sebesar 250°C (*MSDS Gallic*, 2008).

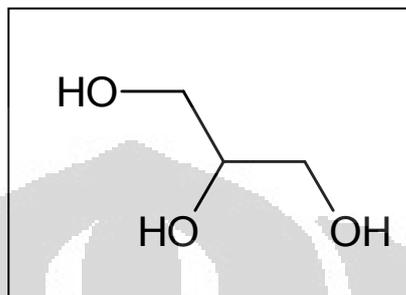
Asam galat biasanya digunakan di industri farmasi sebagai standar untuk menentukan fenol yang terkandung di dalam berbagai analit. Asam galat dapat ditemukan pada anggur. Senyawa ini memiliki aktivitas sebagai antioksidan (penangkal radikal bebas). Asam galat adalah subunit dari galotanin, yaitu polimer heterogen yang mengandung berbagai molekul asam galat yang saling terkait dengan asam galat lain serta dengan sukrosa dan gula lainnya (*Asam Galat*, 2011).

2.4 Gliserol

Gliserol merupakan senyawa alkohol yang memiliki 3 gugus hidroksil. Oleh karena itu, gliserol bersifat hidrofilik dan higroskopis. Nama baku dari gliserol adalah 1,2,3-propanatriol (*Gliserol*, 2010; *Glycerol*, 2011). Rumus kimia dari gliserol adalah CH₂OHCHOHCH₂OH.

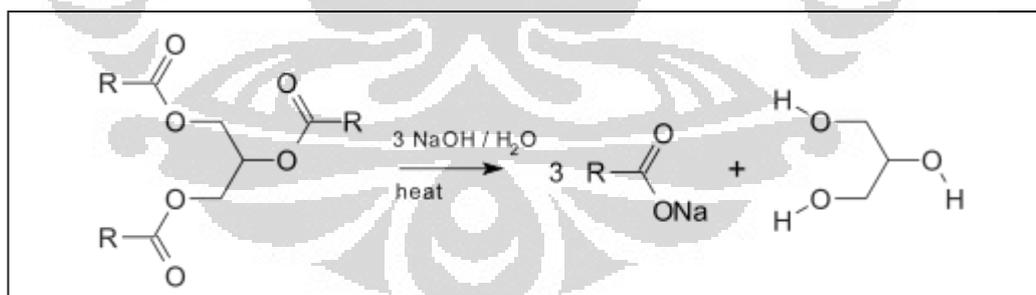
Senyawa ini berwujud cair, tidak berwarna, memiliki rasa manis serta toksisitas yang rendah. Senyawa ini memiliki berat molekul sebesar 92,09 g/mol, titik

leleh sebesar $17,8^{\circ}\text{C}$ dan titik didih sebesar 290°C . Titik didih tinggi yang dimiliki oleh senyawa ini disebabkan adanya ikatan hidrogen yang sangat kuat antar molekul gliserol (*Gliserol*, 2010). Struktur dari gliserol adalah sebagai berikut:



Gambar 2.5. Struktur gliserol

Gliserol merupakan bahan baku pembentuk trigliserida, yang dapat membentuk ikatan ester dengan asam lemak (*Gliserol*, 2010). Secara komersial, gliserol diperoleh dari reaksi hidrolisis lemak atau minyak untuk menghasilkan asam lemak atau sabun (*Glycerol*, 2008). Gliserol merupakan senyawa sampingan dari reaksi tersebut. Berikut ini adalah reaksi pembentukan gliserol:



Gambar 2.6. Reaksi saponifikasi

[Sumber: <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol>]

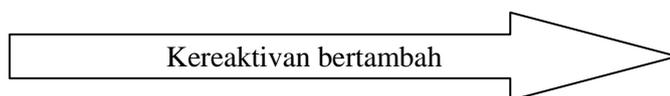
2.5 Esterifikasi

Esterifikasi merupakan reaksi pembuatan ester. Suatu ester dapat dibentuk dengan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dan suatu alkohol. Esterifikasi berkatalisan asam merupakan reaksi yang reversibel.

Universitas Indonesia

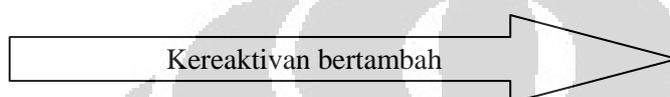
Laju esterifikasi bergantung pada faktor sterik dari alkohol dan asam karboksilatnya. Kuat asam dari suatu asam karboksilat hanya memainkan peranan kecil dalam laju pembentukan ester. Kereaktifan alkohol terhadap esterifikasi, yaitu:

ROH tersier, ROH sekunder, ROH primer, CH₃OH

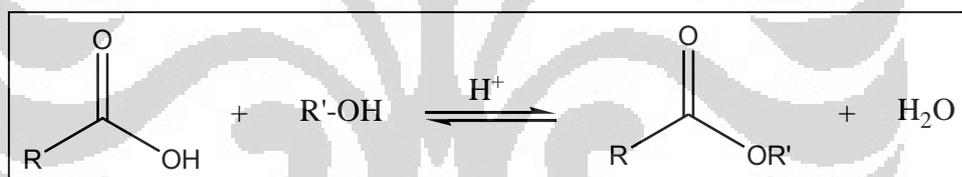


Kereaktifan asam karboksilat terhadap esterifikasi, yaitu:

R₃CCO₂H, R₂CHCO₂H, RCH₂CO₂H, CH₃CO₂H, HCO₂H



Berikut ini adalah reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis asam, yaitu



Gambar 2.7. Reaksi esterifikasi

Reaksi esterifikasi suatu asam karboksilat berlangsung melalui serangkaian tahap protonasi dan deprotonasi. Oksigen karbonil diprotonasi kemudian alkohol nukleofilik menyerang karbon positif dan terjadi eliminasi air sehingga dihasilkan ester.

Reaksi esterifikasi berkatalisis asam merupakan reaksi yang reversibel. Untuk memperoleh rendemen tinggi dari ester, kesetimbangan harus digeser ke arah sisi ester. Satu teknik yang dapat dilakukan untuk mencapai ini adalah dengan menggunakan salah satu zat pereaksi secara berlebihan. Teknik yang lainnya adalah membuang salah satu produk dari dalam campuran reaksi. Adanya faktor sterik akan menurunkan laju pembentukan ester sehingga dapat menyebabkan rendemen esternya berkurang. (Fessenden, 1986)

Universitas Indonesia

2.6 Gelombang Mikro

2.6.1 Prinsip Umum

Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnet. Gelombang elektromagnet itu sendiri merupakan suatu gelombang yang tidak memerlukan medium perambatan, dengan kecepatan rambat 3×10^8 m/detik. Gelombang elektromagnet terdiri dari komponen medan listrik (E) dan medan magnet (B) yang saling tegak lurus. Gelombang ini memiliki daerah frekuensi yang sangat besar, yaitu 10^9 - 10^{22} Hz. Sebagian besar spektrum gelombang mikro digunakan untuk keperluan telekomunikasi. Gelombang mikro yang digunakan untuk industri dan peralatan domestik, diatur frekuensinya baik di tingkat nasional maupun internasional untuk menghindari terjadinya interferensi. Frekuensi yang paling umum digunakan adalah 2,45 ($\pm 0,05$) GHz (Kappe, 2003).

2.6.2 Mekanisme Pemanasan

Pemanasan suatu materi dengan menggunakan gelombang elektromagnetik berfrekuensi tinggi ditimbulkan dari interaksi komponen medan listrik gelombang elektromagnetik dengan partikel yang memiliki muatan dalam materi sehingga menghasilkan polarisasi dipolar. Selain itu, terdapat faktor konduksi yang berperan dalam pemanasan terutama pada suhu tinggi (Chem-team, 2004).

Berikut ini adalah sifat-sifat dari microwave, yaitu: pertama, dapat dipantulkan oleh logam dan bergerak menurut garis lurus. Kedua, dapat menembus udara dan beberapa jenis kertas, kaca/gelas, dan bahan plastik. Ketiga, dapat diserap oleh komponen bahan termasuk air. Keempat, apabila dipantulkan dari permukaan bahan maka bahan tersebut tidak menjadi panas. Kelima, apabila diserap oleh bahan maka bahan itu menjadi panas, bergantung dari tingkat absorpsinya (Iradiasi, 2009).

2.6.3 Rotasi Dipol

Rotasi dipol atau polarisasi dipolar merupakan fenomena utama yang menyebabkan terjadinya pemanasan oleh gelombang mikro. Dalam

pengaruh medan listrik luar, molekul-molekul yang mempunyai momen dipol permanen akan berotasi untuk menyesuaikan diri dengan medan listrik tersebut.

Gelombang mikro merupakan gelombang transversal, yaitu gelombang yang arah getarnya tegak lurus dengan arah rambatannya. Dengan demikian ketika merambat, gelombang mikro mempunyai puncak dan lembah gelombang. Puncak dan lembah gelombang ini mempunyai arah medan listrik yang berlawanan. Ketika puncak gelombang tersebut melewati suatu materi, maka molekul-molekulnya akan terpolarisasi sedemikian rupa, sehingga kutub negatifnya mengarah ke kutub positif gelombang (puncak gelombang), dan ketika lembah gelombang melewatinya dengan serta merta arah polarisasinya berubah. Selama perubahan orientasi ini, molekul-molekul saling bergesekan dan bertumbukan sehingga menimbulkan energi panas (Whitaker, 1997).

2.6.4 Konduksi Ion

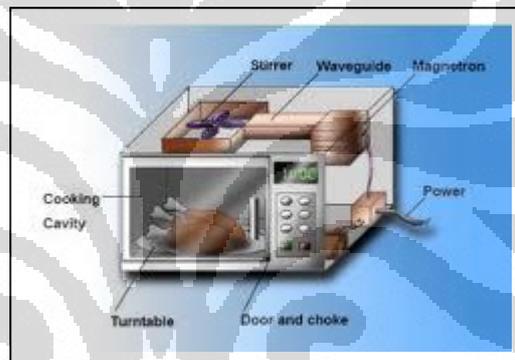
Fenomena yang berperan dalam pemanasan dengan gelombang mikro adalah adanya konduksi ion. Dalam pengaruh suatu medan listrik, ion-ion yang terdapat dalam sampel yang dipanaskan akan bergerak dan saling bergesekan sehingga menimbulkan panas. Migrasi ion ini dipengaruhi oleh ukuran muatan dan konduktivitas ion terlarut. Faktor yang mempengaruhi konduksi ion adalah konsentrasi, mobilitas ion, dan temperatur larutan (Neas, E.D & M.J. Collins, 1988).

2.6.5 Instrumentasi Oven Gelombang Mikro

Instrumentasi gelombang mikro yang digunakan untuk pemanasan terdiri dari enam komponen utama, yaitu:

- Magnetron, merupakan tabung hampa elektronik penghasil gelombang mikro. Fungsinya adalah memancarkan gelombang mikro ke sebuah kincir yang terbuat dari logam yang disebut stirrer.
- Pengarah gelombang (*wave guide*)

- *Cavity*, merupakan tempat di mana sampel akan diiradiasi dengan gelombang mikro. Berdasarkan jenis *cavity*, instrument gelombang mikro terdiri dari dua macam reactor utama, yaitu *reactor monomode/single mode* dan *multimode*.
- Stirrer, alat ini akan berputar selama magnetron memancarkan gelombang mikro sehingga gelombang tersebut terpancarkan dan terdistribusi secara merata ke dalam ruang pemanasan dari oven gelombang mikro.
- Sirkulator
- Turntable



Gambar 2.8. Instrumentasi oven *microwave*

[Sumber: <http://www.newpathway.org/2010/05>]

2.7 Metode Identifikasi

2.7.1 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis adalah teknik di mana fasa diam kromatografi dibuat dalam bentuk lapisan tipis. Lapisan tipis ini berupa fasa diam (silica G.) yang dilapiskan secara tipis dan merata pada permukaan lembaran gelas (kaca), plastik atau lempeng aluminium. Cara ini banyak digunakan karena adanya beberapa keuntungan, diantaranya adalah:

1. peralatan yang diperlukan sedikit.
2. pengerjaannya sederhana.
3. waktu analisis cepat.

Universitas Indonesia

4. pemisahannya cukup baik.

Proses pemisahan pada dasarnya disebabkan oleh adanya kepolaran yang berurutan dari komponen yang dipisahkan dalam dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak.

Teknik pengerjaan kromatografi lapis tipis dilakukan sebagai berikut, yaitu fasa diam (pengabsorb) dilapiskan pada suatu lembaran kaca atau media yang lain sebagai pendukungnya. Kemudian zat yang akan dipisahkan ditotolkan pada salah satu ujung lempengan fasa diam tersebut. Lempengan ini diletakkan tegak (agak miring) di dalam suatu wadah yang diisi dengan sedikit pelarut (fasa gerak), wadah ini harus ditutup rapat agar terbentuk uap yang jenuh dan mengurangi adanya penguapan pelarut.

Setelah didiamkan beberapa lama, maka campuran zat yang ditotolkan akan terbawa oleh aliran fasa gerak kemudian terpisah sesuai dengan daya adsorpsi fasa diam terhadap masing-masing komponen dalam campuran. Komponen yang diserap lebih kuat akan tertinggal dibagian bawah lempeng, sedangkan yang tidak diserap akan terbawa oleh rambatan fasa gerak. Pada kromatogram akan terlihat spot (bercak) yang menggambarkan pemisahan komponen pada campuran tersebut. Jarak yang ditempuh masing-masing komponen dirumuskan dengan:

$$R_f = \frac{\text{jarak yang ditempuh komponen}}{\text{jarak yang ditempuh pelarut}}$$

Berikut ini adalah gambar rangkaian kromatografi lapis tipis, yaitu:



Gambar 2.9. Kromatografi lapis tipis

[Sumber: <http://www.demochem.de/D-TLC-e.htm>]

Universitas Indonesia

Analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan membandingkan kerapatan (ketebalan) warna yang dibentuk oleh bercak-bercak tersebut. Semakin tebal warnanya berarti kadar senyawa yang membentuk bercak tersebut juga semakin besar. Dengan bantuan alat “Densitometer” atau “*TLC Scanner*” maka bercak-bercak tersebut diubah menjadi kurva kromatogram dimana luas kurva yang terbentuk sebanding dengan kadar senyawa yang membentuk bercak. (Sunardi, 2004)

2.7.2 *LC-MS (Liquid Chromatography-Mass Spectrometry)*

LC-MS merupakan teknik analisis kimia yang menggabungkan kemampuan pemisahan dari kromatografi cair (*HPLC*) dengan kemampuan analisis massa dari *mass spectrometry*. *LC-MS* memiliki sensitivitas dan selektivitas yang tinggi sehingga teknik ini dapat digunakan untuk berbagai aplikasi (*Liquid Chromatography*, 2011).

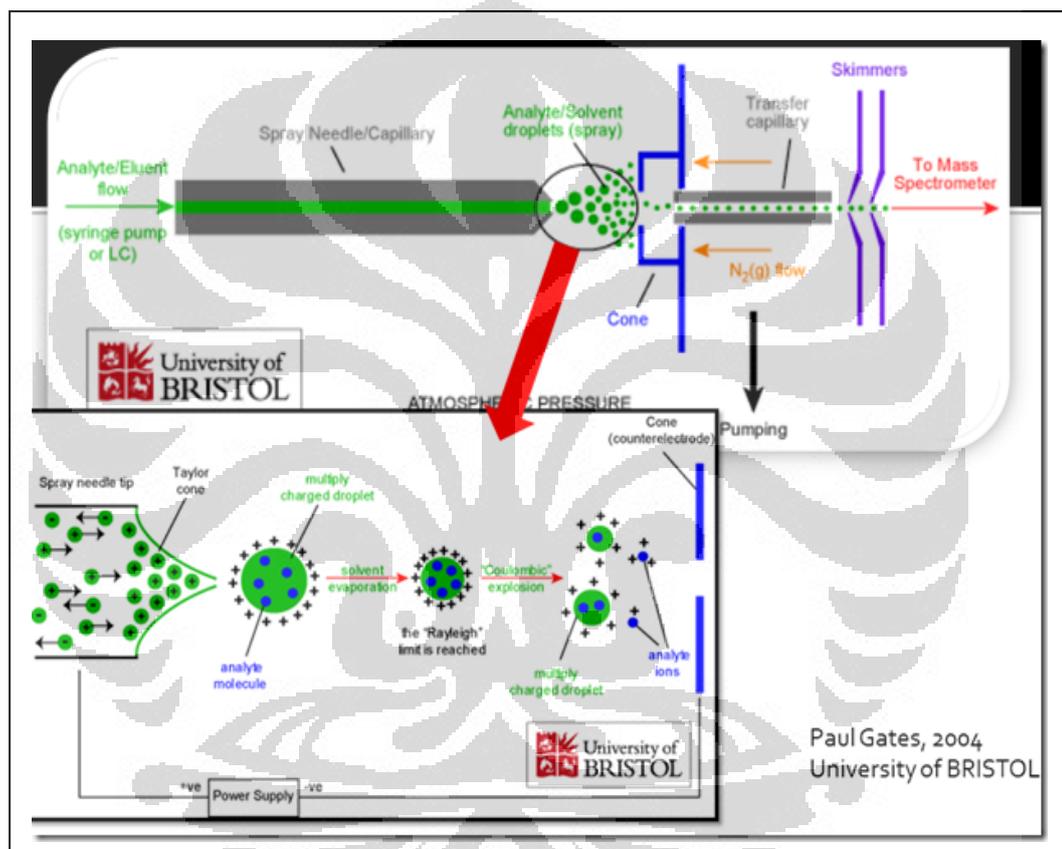
Fungsi dari alat ini adalah memisahkan campuran senyawa dengan menggunakan prinsip kromatografi, lalu menentukan berat molekul dari senyawa-senyawa yang telah dipisahkan tersebut serta memberikan informasi fragmen ion-ion dari senyawa tersebut untuk menentukan struktur senyawanya. Alat ini dapat digunakan untuk identifikasi serta kuantifikasi senyawa-senyawa organik baik yang telah diketahui ataupun yang belum diketahui strukturnya.

Prinsip kerja dari *MS* terdiri dari empat tahap, yaitu:

- Pengenalan sampel.
- Mengubah bentuk sampel dari yang berupa molekul netral menjadi berbentuk ion pada fasa gas. (Metode ionisasi)
- Menyortir ion-ion tersebut berdasarkan rasio massa per muatan dari ion tersebut menggunakan *mass analyzer*.
- Mendeteksi ion-ion yang telah terpisah tersebut.

(Wiley, 2007)

Metode ionisasi yang banyak digunakan untuk alat ini salah satunya adalah *ESI* (*electrospray ionization*). Pada metode ini sampel akan berbentuk tetesan (*droplet*) karena melalui proses penyemprotan. Gambar 2.10. menunjukkan cara kerja dari metode ionisasi *ESI*.



Gambar 2.10. Cara kerja metode ionisasi *ESI*

[Sumber: <http://www.chm.bris.ac.uk/ms/theory/esi-ionisation.html>]

BAB 3 METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini, dilakukan reaksi esterifikasi antara asam galat dengan gliserol sebagai alkoholnya. Katalis yang digunakan adalah H_2SO_4 pekat. Pemanasan untuk reaksi ini menggunakan metode gelombang mikro. Produk yang dihasilkan dari reaksi ini dimurnikan dengan kromatografi kolom. Hasil yang didapat kemudian diuji dengan kromatografi lapis tipis, FT-IR, dan LC-MS.

3.1 Lokasi

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang dibutuhkan pada penelitian ini, yaitu:

- Peralatan gelas
- Spatula
- *Crusible tong*
- Kertas saring
- Plat silika gel (KLT)
- *Hot plate*
- Termometer

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini, yaitu:

- Asam Galat
- Gliserol
- H_2SO_4 pekat
- Etil asetat
- n-Heksana
- Silika gel
- Asam asetat 1M
- Kristal Iod

3.3 Instrumentasi

Instrumen-instrumen yang digunakan pada penelitian ini, yaitu:

- Neraca analitis
- *Oven microwave* (Toshiba ER-562 ETE 960 Watt)
- *Rotary evaporator*
- *TLC scanner*
- *LC-MS (Liquid Chromatography-Mass Spectrometry)*
- *FT-IR (Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy)*

3.4 Prosedur Percobaan

3.3.1 Esterifikasi asam galat dengan gliserol (komposisi I)

Sebanyak 15,14 g gliserol (0,1644 mol) dicampur dengan 1 g (0,0053 mol) asam galat dan ditempatkan di dalam labu Erlenmeyer 50 mL. Kemudian ditambahkan H₂SO₄ pekat sebanyak 0,5 mL. Setelah itu, campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* sampai asam galat larut sempurna. Lalu labu Erlenmeyer dilapisi dengan *aluminium foil*. Kemudian campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *oven microwave* dengan variasi waktu, yaitu 4, 6, 8 dan 10 menit. Sesaat setelah direaksikan, campuran diuji dengan kromatografi lapis tipis. Pelarut pengembang yang digunakan adalah etil asetat 100 % + 2 tetes CH₃COOH 1 M. Lalu hasil kromatogram dimonitori dengan *TLC scanner*.

3.3.1.1 Proses pemurnian produk

Penyiapan kolom kromatografi dengan penambahan silika gel yang telah direndam dengan pelarut n-heksana dan etil asetat dengan perbandingan 1:1. Lalu didiamkan selama 1 malam. Setelah itu, memasukan hasil esterifikasi ke dalam kolom disertai dengan penambahan fasa gerak. Fasa gerak yang digunakan adalah 200 mL campuran n-heksana : etil asetat = 1 : 1, kemudian 100 mL campuran n-heksana : etil asetat = 1 : 3, dan selebihnya adalah etil asetat 100 %. Kemudian efluen ditampung setiap 50 mL.

3.3.1.2 Uji kemurnian

Dilakukan pengujian kemurnian produk terhadap masing-masing efluen yang ditampung dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Pelarut pengembang yang digunakan adalah etil asetat 100 % + 2 tetes CH_3COOH 1 M.

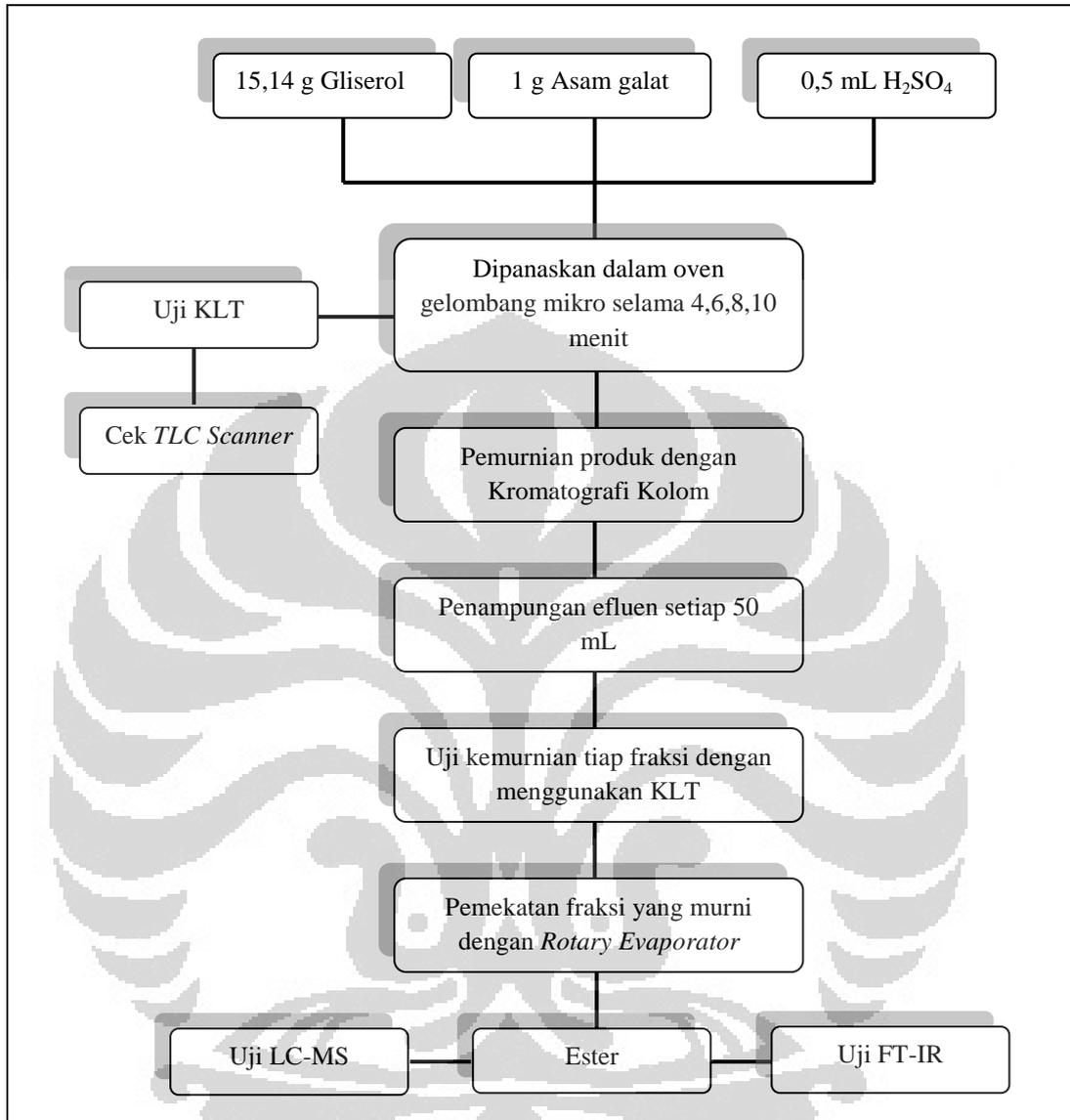
3.3.1.3 Identifikasi senyawa produk

Sebelum digunakan untuk identifikasi, fraksi efluen yang telah murni dipekatkan dengan menggunakan *Rotary Evaporator*. Kemudian senyawa ester yang dihasilkan masing-masing dianalisis dengan instrumentasi FT-IR dan LC-MS.

3.3.2 Esterifikasi asam galat dengan gliserol (komposisi II)

Sebanyak 0,2075 g (2,2530 mmol) gliserol dicampur dengan 1,2651 g (6,7243 mmol) asam galat dan ditempatkan di dalam labu Erlenmeyer 50 mL. Kemudian ditambahkan H_2SO_4 pekat sebanyak 0,5 mL. Setelah itu, campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* sampai asam galat larut sempurna. Lalu labu Erlenmeyer dilapisi dengan *aluminium foil*. Kemudian campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *oven microwave* dengan waktu reaksi selama 8 menit. Sesaat setelah direaksikan, campuran diuji dengan kromatografi lapis tipis. Pelarut pengembang yang digunakan adalah etil asetat 100 % + 2 tetes CH_3COOH 1 M.

Berikut ini merupakan diagram kerja dari penelitian ini, yaitu:

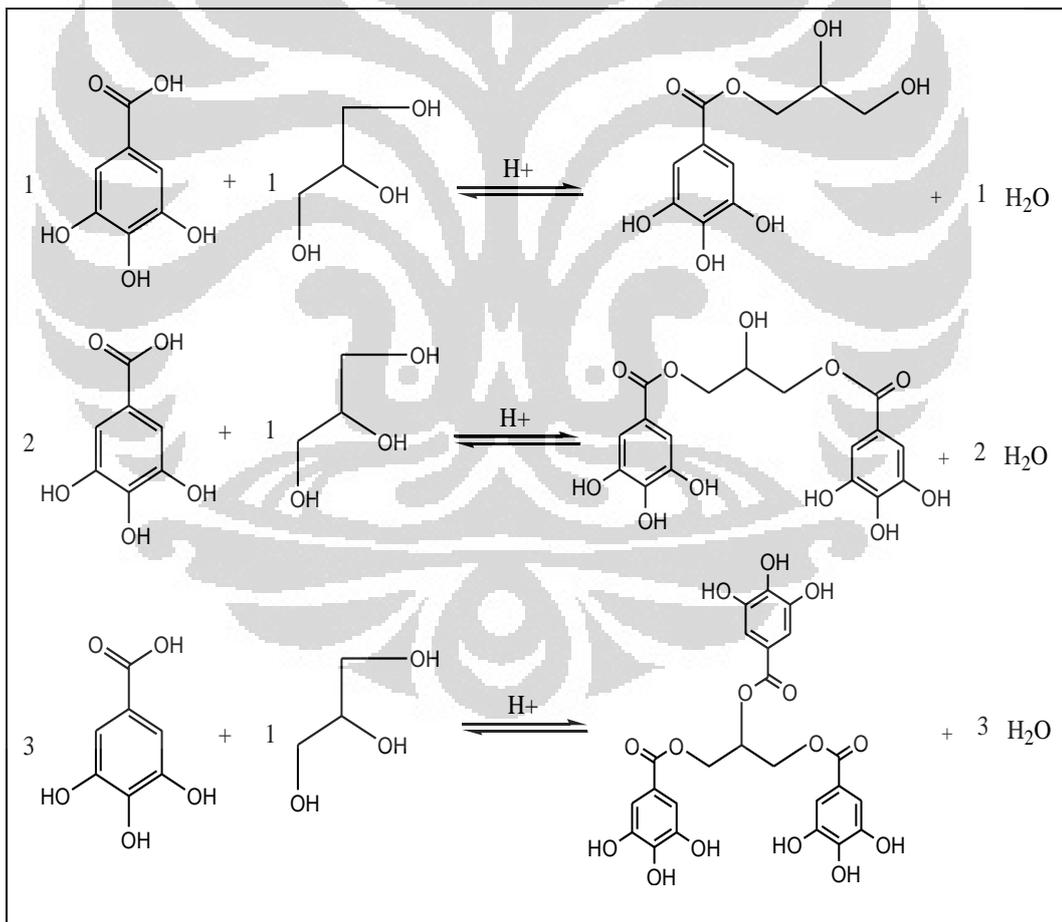


Gambar 3.1. Diagram pengerjaan yang dilakukan

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Esterifikasi asam galat dengan gliserol

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi pembentukan ester dari suatu asam karboksilat dengan alkohol. Pada penelitian ini, asam karboksilat yang digunakan adalah asam galat sedangkan alkohol yang digunakan adalah gliserol. Penggunaan asam sulfat pekat sebagai katalis menyebabkan reaksi berlangsung dalam suasana asam. Gambar 4.1. menunjukkan reaksi umum dari reaksi esterifikasi ini.

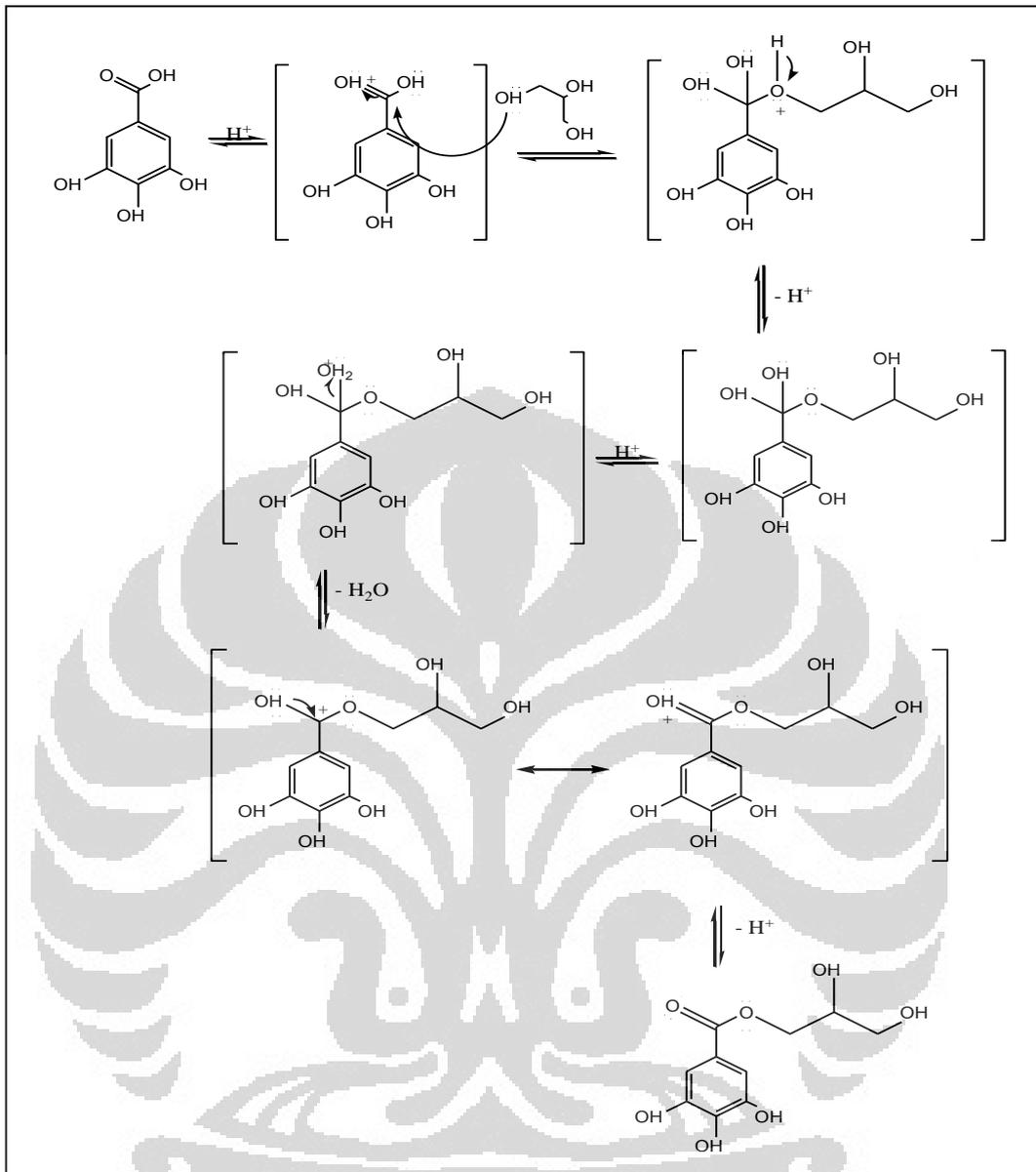


Gambar 4.1. Reaksi umum esterifikasi antara asam galat dan gliserol

Fungsi katalis dalam reaksi ini adalah untuk menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung dengan waktu yang lebih cepat. Berikut ini adalah beberapa tahap reaksi esterifikasi akibat adanya penambahan katalis, yaitu:

- Atom oksigen dari karbonil asam karboksilat diprotonasi oleh katalis asam. Hal ini dapat terjadi karena asam sulfat merupakan asam kuat. Oleh karena itu, keberadaannya dapat membuat asam karboksilat yang merupakan asam lemah untuk bertindak sebagai basa dan menerima proton. Hal ini menyebabkan atom karbon menjadi positif.
- Penyerangan atom karbon oleh pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh atom oksigen dari alkohol.
- Terjadi proses *hydrogen shift* dari satu atom oksigen ke atom oksigen yang lain sehingga terbentuk molekul air.
- Penghilangan molekul air yang merupakan gugus pergi yang lebih baik dibandingkan dengan OH.
- Terbentuknya produk ester yang diinginkan.

Gambar 4.2. akan lebih memberikan penggambaran yang lebih jelas tentang proses reaksi esterifikasi yang terjadi.



Gambar 4.2. Mekanisme reaksi esterifikasi antara asam galat dan gliserol

Reaksi esterifikasi yang berlangsung dalam suasana asam ini bersifat *reversible* (reaksi bolak-balik) sehingga dapat berpengaruh terhadap jumlah produk yang dihasilkan. Oleh karena itu, harus dilakukan beberapa cara agar reaksi dapat berlangsung ke kanan atau dengan kata lain berlangsung ke arah pembentukan produk, yaitu sebagai berikut:

- Pertama, dengan penggunaan salah satu reaktan yang berlebih sehingga mendorong reaksi untuk bergeser ke pembentukan produk.

- Kedua, dengan menghilangkan salah satu produk yang terbentuk. Contohnya adalah dengan penghilangan air yang merupakan produk sampingan dari reaksi ini.

Pada penelitian ini, digunakan prinsip yang pertama, yaitu dengan menggunakan salah satu reaktan yang berlebih. Dengan penggunaan cara ini diharapkan dapat dihasilkan produk dengan jumlah yang maksimal.

Pada reaksi esterifikasi ini, digunakan gliserol dengan komposisi yang lebih besar dibandingkan dengan asam galat. Selain untuk membuat reaksi berlangsung ke arah kanan tetapi dikarenakan juga reaksi ini memanfaatkan kelarutan asam galat terhadap gliserol, yaitu sebesar 1 gram/10 mL gliserol. Sehingga pada reaksi ini tidak digunakan pelarut, melainkan hanya melibatkan kedua reaktan dan disertai dengan adanya katalis, yaitu asam sulfat pekat. Hal ini dimaksudkan agar reaksi esterifikasi ini dapat berlangsung secara maksimal.

Asam galat yang digunakan dalam reaksi ini, yaitu sebesar 1 gram. Kemudian ditambahkan dengan gliserol sebesar 15,14 gram atau jika dikonversikan ke dalam bentuk volume, yaitu sebesar 12 mL. Jumlah gliserol yang ditambahkan sengaja dlebihkan sedikit dari 10 mL agar asam galat dapat larut sempurna. Setelah itu, ditambahkan asam sulfat pekat sebanyak 0,5 mL, campuran tersebut ditempatkan di dalam labu erlenmeyer 50 mL.

Sebagai tahap awal, campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* agar dapat mempercepat kelarutan asam galat. Pada Gambar 4.3. dapat dilihat bahwa sebelum terjadi proses pemanasan, asam galat masih belum larut. Hal ini ditandai dengan masih banyak terdapat padatan asam galat yang berwarna putih. Pemanasan dilakukan sampai asam galat larut sempurna.



Gambar 4.3. Campuran reaktan sebelum proses pelarutan

Setelah itu, campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan oven gelombang mikro untuk proses reaksi esterifikasi. Namun, sebelumnya permukaan luar labu erlenmeyer dilapisi terlebih dahulu dengan menggunakan *aluminium foil*. Hal ini dimaksudkan agar mengurangi resiko kerusakan pada magnetron (generator gelombang mikro) yang diakibatkan dari pantulan sebagian gelombang mikro karena pengaruh *air-gap* dalam wadah reaksi akibat sedikitnya jumlah reaktan yang digunakan pada reaksi ini (Liu, 2002).

Setelah labu erlenmeyer dilapisi dengan *aluminium foil*, maka proses selanjutnya adalah memanaskannya dengan menggunakan oven gelombang mikro. Penggunaan oven gelombang mikro ini bertujuan agar reaksi dapat berlangsung dengan singkat dan asam galat yang kurang reaktif menjadi lebih reaktif sehingga dapat bereaksi dengan gliserol dengan baik akibat suhu pemanasan yang tinggi dari oven gelombang mikro. Frekuensi gelombang mikro yang digunakan pada penelitian ini, yaitu sebesar 2,45 GHz. Frekuensi tersebut merupakan frekuensi gelombang mikro yang umum digunakan untuk keperluan komersial, seperti contohnya oven gelombang mikro. Gambar 4.4. menunjukkan campuran setelah mengalami pemanasan dengan menggunakan oven gelombang mikro di mana terjadi perubahan warna.



Gambar 4.4. Hasil reaksi esterifikasi

4.2 Pengujian tahap awal

Setelah proses reaksi dilakukan, tahap selanjutnya adalah pengujian tahap awal terhadap hasil reaksi. Hal ini dimaksudkan agar dapat diketahui apakah

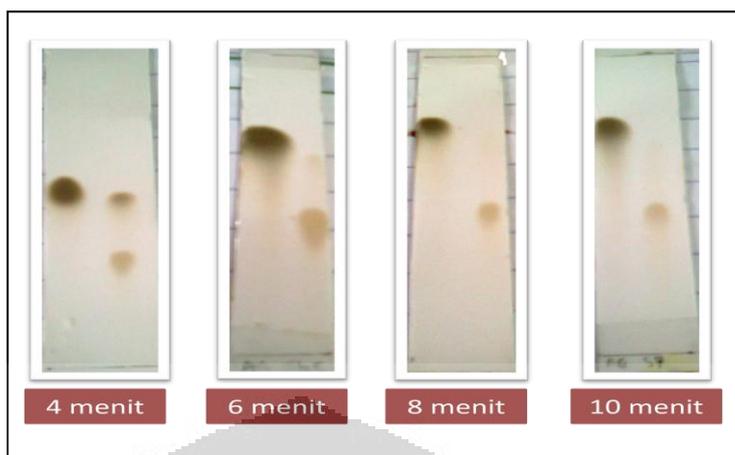
produk telah terbentuk atau tidak serta dapat juga digunakan untuk membandingkan banyaknya produk yang terbentuk pada setiap menitnya.

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Hasil reaksi pada pengujian ini akan diuji secara kualitatif, yaitu dilakukan dengan cara membandingkan nilai R_f dari masing-masing spot yang terbentuk pada KLT.

Pertama-tama hasil reaksi esterifikasi diambil sedikit dan diencerkan dengan pelarut etil asetat sehingga lebih mudah untuk ditotolkan ke lempeng KLT karena hasil reaksi ini berupa cairan yang kental. Begitu juga dengan asam galat yang berbentuk padatan dilarutkan dengan aseton. Setelah itu, kedua larutan tersebut ditotolkan pada lempeng KLT. Standar asam galat ditotolkan di sebelah kiri sedangkan hasil reaksi di sebelah kanan.

Pelarut pengembang yang digunakan adalah 100% etil asetat. Selain itu, juga ditambahkan 3 tetes asam asetat 1 M pada pelarut pengembang. Hal ini dimaksudkan agar spot asam galat yang terbentuk semakin jelas dan bulat.

Setelah itu, lempeng KLT yang telah ditotolkan dengan standar dan sampel dikembangkan dengan pelarut pengembang dalam wadah yang tertutup agar terbentuk uap yang jenuh dan mencegah adanya penguapan pelarut. Hasil spot yang didapat dari proses ini tidak terlalu jelas. Untuk memperjelas spot maka kromatogram dimasukkan ke dalam wadah yang berisi uap Iodium/ I_2 dan didiamkan beberapa saat. Hasil dari proses ini adalah spot senyawa pada kromatogram berwarna kecoklatan.



Gambar 4.5. Hasil kromatografi lapis tipis

Berdasarkan hasil KLT di atas dapat dilihat bahwa terdapat dua spot dari hasil reaksi. Salah satu spot memiliki nilai R_f yang hampir sama dengan spot standar asam galat, yaitu sebesar 0,47. Oleh karena itu, dapat dipastikan bahwa senyawa tersebut merupakan asam galat sisa dari reaksi ini. Sedangkan spot yang lainnya berada di bawah spot asam galat. Spot tersebut merupakan spot dari senyawa ester yang terbentuk pada reaksi esterifikasi ini. Spot senyawa ester memiliki R_f yang lebih kecil dibandingkan dengan R_f asam galat, yaitu sebesar 0,28. Hal ini berarti senyawa ester yang terbentuk berinteraksi lebih kuat dengan fasa diam jika dibandingkan dengan asam galat.

4.3 Pemurnian hasil reaksi esterifikasi

Proses selanjutnya adalah pemurnian senyawa produk agar didapatkan senyawa ester yang murni. Proses pemurnian ini dilakukan dengan menggunakan metode kromatografi kolom. Prinsip dari metode ini adalah pemisahan dua senyawa atau lebih dengan dasar perbedaan migrasi penyusun campuran antara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Berdasarkan hasil KLT di atas dapat dilihat bahwa senyawa produk memiliki dua spot dengan perbedaan R_f yang tidak terlalu kecil sehingga apabila senyawa-senyawa tersebut dipisahkan dengan menggunakan kromatografi kolom maka akan mudah untuk dipisahkan. Selain itu, sisa gliserol dan asam sulfat pekat dari reaksi ini juga akan terserap di dalam

fasa diam sehingga dengan metode ini akan dengan mudah didapatkan senyawa ester yang murni.

4.3.1 Persiapan kolom

Tahap pertama yang dilakukan adalah membuat kolom dengan mengisi fasa diam ke dalam kolom yang memiliki diameter sekitar 3 cm. Fasa diam yang digunakan adalah silika gel. Sebelum dimasukkan ke dalam kolom, silika terlebih dahulu diberi campuran n-heksana dan etil asetat dengan perbandingan 1:1. Kemudian campuran tersebut dimasukkan ke dalam kolom yang dasarnya telah diberi sedikit kapas untuk menahan silika gel agar tidak keluar dari kolom. Keran kolom juga dibuka agar silika gel dapat turun dan memadat. Proses ini dilakukan sampai fasa diam terbentuk dengan ketinggian ± 20 cm. Fasa diam di dalam kolom ini tidak boleh kering, oleh karena itu campuran pelarut tersebut ditambahkan sampai melebihi tinggi fasa diam. Kemudian kolom ini didiamkan selama satu malam agar benar-benar memadat dengan sempurna.

4.3.2 Pemisahan sampel

Setelah kolom didiamkan satu malam, maka kolom siap untuk digunakan. Kemudian sampel hasil reaksi ini dimasukkan ke dalam kolom. Pada proses ini keran kolom dibuka dan diatur kecepatan aliran larutannya, selain itu fasa gerak juga terus ditambahkan agar kolom tidak kering. Hal ini terus dilakukan sampai sampel terserap semua ke dalam fasa diam. Fasa gerak ditambahkan secara bertahap, yaitu 200 mL campuran n-heksana dan etil asetat dengan perbandingan 1:1, kemudian 100 mL campuran n-heksana dan etil asetat dengan perbandingan 1:3, dan seterusnya ditambahkan etil asetat 100%. Penambahan fasa gerak secara bertahap dengan mengatur kepolarannya ini dilakukan agar sampel dapat berinteraksi dengan fasa diamnya terlebih dahulu sehingga pemisahan senyawa-senyawa yang terkandung di dalamnya akan berlangsung dengan baik.

Setelah sampel terserap semua di dalam fasa diam, maka proses selanjutnya adalah menampung keluaran (efluen) dari kolom. Efluen

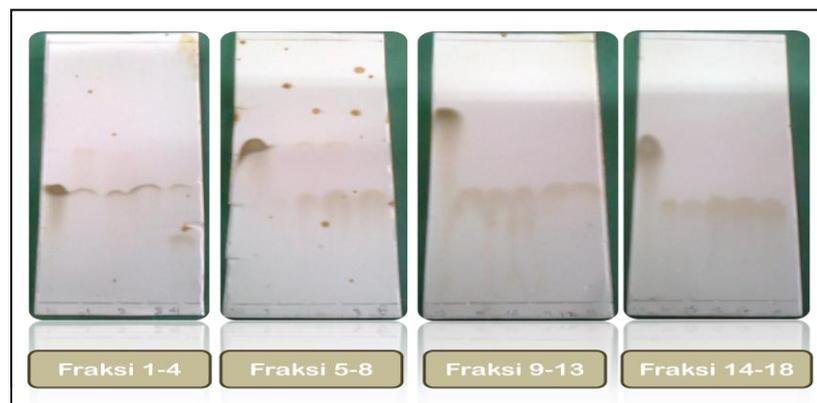
ditampung masing-masing sebanyak 50 mL pada botol-botol kecil. Pada penelitian ini, efluen ditampung sebanyak 18 fraksi. Gambar 4.6. menunjukkan proses pemurnian yang dilakukan.



Gambar 4.6. Proses pemurnian produk

4.3.3 Pengujian kemurnian

Untuk mengetahui fraksi yang mengandung ester murni, maka dilakukan uji kemurnian terhadap masing-masing fraksi dengan menggunakan KLT. Setiap fraksi ditotolkan pada lempeng KLT dan spot yang terbentuk dibandingkan dengan spot asam galat. Pelarut pengembang yang digunakan sama seperti pada pengujian awal yang menggunakan KLT, yaitu etil asetat + 3 tetes asam asetat 1 M. Setelah dikembangkan dengan pelarut pengembang, maka lempeng KLT dimasukkan ke dalam wadah berisi uap iodium agar terbentuk spot yang lebih jelas.



Gambar 4.7. KLT hasil pemurnian

Berdasarkan Gambar 4.7., dapat dilihat bahwa senyawa yang terkandung pada fraksi 1 sampai dengan 4 masih berupa asam galat karena Rf spot yang terbentuk hampir sama dengan Rf spot standar asam galat yang berada di sisi paling kiri pada lempeng KLT. Kemudian pada pada fraksi 5 sampai dengan 8 mulai terdapat spot dari senyawa ester yang terbentuk. Namun, masih terdapat juga spot dari asam galat sehingga pada fraksi tersebut belum terdapat senyawa ester yang murni. Pada fraksi 9 sampai dengan 18 hanya terdapat satu spot, yaitu spot dari senyawa ester. Hal ini berarti pada fraksi 9 sampai dengan 18 terdapat senyawa ester yang murni dan dapat digunakan untuk proses identifikasi selanjutnya.

4.4 Identifikasi senyawa produk

Senyawa produk hasil esterifikasi antara asam galat dengan gliserol pada percobaan ini perlu diidentifikasi terlebih dahulu untuk membuktikan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah senyawa ester. Oleh karena itu, digunakan beberapa instrumen, seperti *FTIR*, *LC-MS*, *TLC scanner* untuk mengidentifikasi senyawa produk tersebut.

4.4.1 Persiapan sampel

Seperti yang telah diketahui bahwa hasil pemurnian produk masih dalam bentuk fraksi-fraksi larutan. Oleh karena itu, hasil pemurnian tersebut

perlu dipekatkan terlebih dahulu agar didapatkan bentuk yang murni dan tidak mengandung pelarut lagi guna mendapat hasil identifikasi yang baik.

Fraksi larutan yang dipekatkan adalah fraksi larutan yang telah murni berdasarkan uji kemurnian dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Seperti yang telah diketahui, fraksi yang telah murni atau hanya mengandung produk saja, yaitu dimulai dari fraksi sembilan sampai fraksi delapan belas.

Pemekatan fraksi-fraksi tersebut dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Suhu yang digunakan pada proses ini adalah $\pm 80^{\circ}\text{C}$. Hal ini dikarenakan pelarut yang terkandung dalam fraksi larutan tersebut merupakan etil asetat yang memiliki titik didih pada suhu 77°C . Hasil dari pemekatan fraksi larutan ini adalah berupa cairan agak kental berwarna kekuningan. Cairan hasil pemekatan larutan ini kemudian digunakan untuk identifikasi senyawa produk.



Gambar 4.8. Hasil pemekatan sampel

4.4.2 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

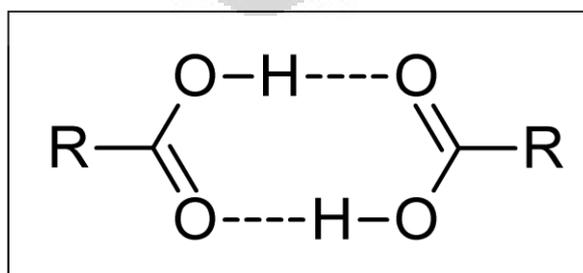
Salah satu teknik identifikasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah dengan menggunakan instrumen *FTIR*. Penggunaan *FTIR* ini dilakukan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat di dalam senyawa produk.

Spektroskopi *FTIR* memiliki prinsip yang sama dengan spektroskopi inframerah di mana merupakan suatu metode yang mengamati

interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.7-1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000-10 cm^{-1} (*Spektroskopi*, 2010). Interaksi antara molekul dengan gelombang infra merah akan menimbulkan adanya vibrasi molekul yang dapat diukur. Vibrasi yang informatif dan diperlukan oleh ahli kimia organik, yaitu di daerah frekuensi tinggi 4000 cm^{-1} hingga frekuensi rendah 400 cm^{-1} atau 2,5-25 μ (Kosela. S, 2010).

Pada penelitian ini, bukan hanya sampel senyawa produk yang diukur, tetapi juga disertai dengan pengukuran salah satu reaktan, yaitu asam galat yang dijadikan sebagai pembanding dalam identifikasi senyawa produk ini.

Pertama-tama akan diidentifikasi spektrum *FTIR* dari senyawa asam galat terlebih dahulu. Asam galat merupakan senyawa asam karboksilat. Salah satu ciri khas spektrum dari senyawa asam karboksilat adalah adanya serapan yang melebar pada daerah bilangan gelombang 2500-3000 cm^{-1} yang disebabkan oleh vibrasi ulur dari O-H pada asam karboksilat yang berikatan hidrogen (Sudjadi, 1985). Hal ini menandakan terbentuknya struktur dimer dari asam karboksilat, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.. Pada hasil spektrum *FTIR* dari asam galat, terdapat serapan O-H yang melebar, yaitu dari 2400 sampai 3067 cm^{-1} . Namun, hal ini belum cukup untuk dijadikan acuan identifikasi asam galat. Oleh karena itu, perlu juga diidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terkandung di dalam senyawa tersebut. Pada Tabel 4.1. dipaparkan hasil identifikasi gugus-gugus fungsi tersebut.



Gambar 4.9. Struktur dimer asam karboksilat

(Sumber: http://psychology.wikia.com/wiki/Carboxylic_acid)

Tabel 4.1. Identifikasi gugus fungsi dari spektrum *FTIR* asam galat

No.	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Identifikasi gugus fungsi
1.	3493; 3364; 3285	Hidroksil
2.	1705	Karbonil karboksilat
3.	1616; 1541	C = C (tanda aromatik)
4.	1333; 1263	C – O

Berdasarkan hasil *FTIR*, terdapat serapan yang merupakan ciri yang khas untuk senyawa asam karboksilat, yaitu serapan dari gugus karbonil karboksilat. Dapat dilihat bahwa gugus karbonil karboksilat yang terdapat pada asam galat berada pada bilangan gelombang 1705 cm^{-1} . Hal ini sesuai dengan teori bahwa serapan gugus karboksilat berada pada bilangan gelombang $1715\text{-}1700 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang tinggi dan jelas (Kosela. S, 2010). Selain itu, terdapat juga serapan gugus hidroksil, yaitu pada bilangan gelombang 3493, 3364, dan 3285 cm^{-1} . Serapan tersebut menandakan terdapat 3 gugus O-H fenolik yang dimiliki oleh asam galat.

Berdasarkan ciri-ciri yang telah disebutkan di atas terbukti bahwa asam galat merupakan senyawa asam galat. Spektrum asam galat ini akan dibandingkan dengan spektrum dari senyawa produk yang terbentuk untuk mengetahui apakah terdapat perubahan pada kedua spektrum tersebut.

Hasil identifikasi spektrum *FTIR* dari senyawa produk dipaparkan pada berikut ini:

Tabel 4.2. Identifikasi gugus fungsi dari spektrum *FTIR* produk ester

No.	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Identifikasi gugus fungsi
1.	3406	Hidroksil
2.	1721	C=O ester
3.	1263	C-O ester

Terdapat beberapa ciri khas dari spektrum *FTIR* dari senyawa ester, yaitu adanya serapan gugus karbonil ester yang normal pada bilangan gelombang 1735 cm^{-1} . Namun, berdasarkan hasil yang didapat, serapan gugus karbonil ester lebih rendah, yaitu pada bilangan gelombang 1721 cm^{-1} .

Hal ini terjadi dikarenakan adanya pengaruh konjugasi dari gugus aromatik yang terdapat di dalam asam galat. Terikatnya ikatan $\text{C}=\text{C}$ pada gugus karbonil mengakibatkan elektron π terdelokalisasi pada ikatan karbonil dan ikatan rangkap dua. Pengaruh konjugasi ini menurunkan karakter ikatan tunggal $\text{C}=\text{O}$ hingga menurunkan tetapan gaya ikatan, dan sebagai hasilnya menurunkan frekuensi serapan karbonil. (Sastrohamidjojo, 1992)

Selain adanya serapan gugus karbonil ester, ciri lainnya adalah adanya serapan dari $\text{C}-\text{O}$. Menurut Sastrohamidjojo (1992), rentangan $\text{C}-\text{O}$ menghasilkan dua serapan atau lebih, salah satunya lebih kuat dan lebih besar bila dibandingkan dengan yang lainnya, serapannya muncul dalam kisaran bilangan gelombang 1300 hingga 1000 cm^{-1} . Berdasarkan hasil spektrum *FTIR* senyawa produk, terdapat serapan $\text{C}-\text{O}$, yaitu pada bilangan gelombang 1263 cm^{-1} .

Berdasarkan identifikasi tersebut, maka dapat diketahui bahwa senyawa produk yang terbentuk merupakan senyawa ester. Jika spektrum *FTIR* dari senyawa produk ini dibandingkan dengan asam galat terdapat perubahan dari serapan-serapan yang terbentuk. Hal ini dikarenakan terjadi perubahan gugus pada senyawa produk yang telah berubah menjadi senyawa ester.

4.4.3 *Liquid Chromatography-Mass Spectrometry (LC-MS)*

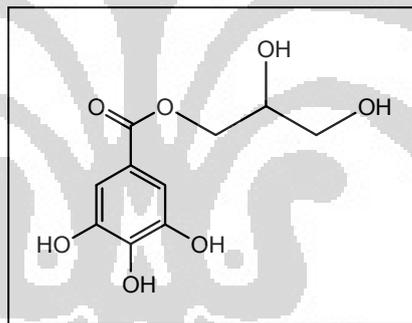
Identifikasi selanjutnya adalah dengan menggunakan *LC-MS*. Penggunaan *LC-MS* dalam proses identifikasi ini adalah untuk mengetahui berat molekul dari ester yang terbentuk sehingga dari data tersebut dapat diketahui banyaknya asam galat yang terikat pada gliserol.

Berdasarkan dari hasil analisis *LC*, dapat dilihat adanya satu peak yang muncul pada waktu retensi sebesar 3,2 menit. Namun, peak yang

tersebut memiliki bentuk yang tidak simetris. Hal ini menandakan bahwa produk yang didapat masih berupa suatu campuran.

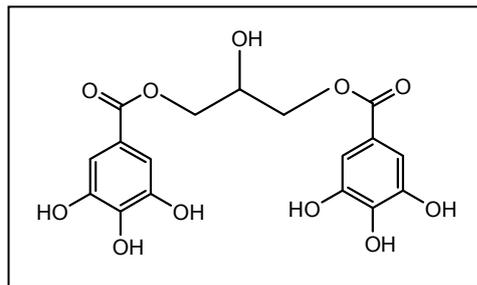
Berdasarkan data *MS*, terdapat serapan yang dominan, yaitu senyawa yang memiliki nilai m/z sebesar 245. Setelah dicocokkan dengan teori, maka dapat diketahui bahwa ester yang terbentuk merupakan senyawa monoester atau dengan kata lain gliserol hanya terikat oleh satu unit asam galat.

Berdasarkan teori, senyawa monoester memiliki berat molekul 244 g/mol. Data tersebut memiliki selisih 1 angka dengan berat molekul yang didapat dari hasil pengukuran. Hal ini dikarenakan terdapat penambahan H^+ sehingga spesi yang terukur adalah $(M+1)^+$. Struktur dari senyawa monoester yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.10.



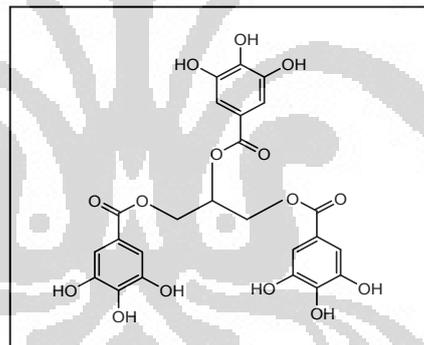
Gambar 4.10. Struktur senyawa ester yang terbentuk

Pada hasil *LC-MS* juga didapatkan serapan lain, yaitu dengan nilai m/z sebesar 397. Setelah dicocokkan dengan data teori, dapat diketahui senyawa tersebut adalah senyawa diester. Gambar 4.11. menunjukkan struktur senyawa diester yang terbentuk. Pada senyawa diester asam galat hanya terikat pada atom karbon nomor satu dan tiga pada gliserol dikarenakan adanya faktor sterik.



Gambar 4.11. Struktur senyawa diester yang terbentuk

Pada hasil identifikasi ini, tidak teridentifikasi adanya senyawa triester. Hal ini dapat dilihat dengan tidak adanya serapan pada nilai m/z di 549. Struktur dari senyawa triester dapat dilihat pada Gambar 4.12. Adanya faktor sterik pada senyawa ini menyebabkan kemungkinan sulit terbentuknya senyawa triester.



Gambar 4.12. Struktur senyawa triester

Berdasarkan hasil *LC-MS*, jumlah senyawa diester yang terbentuk sangat sedikit. Hal ini dilihat dari intensitasnya yang sangat kecil dibandingkan dengan intensitas senyawa monoester. Sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi esterifikasi yang direaksikan dengan waktu 4 sampai 10 menit akan menghasilkan senyawa ester yang dominan dalam bentuk monoester.

4.4.4 TLC Scanner

Identifikasi selanjutnya adalah menggunakan *TLC scanner*. Seperti yang telah diketahui pada pengujian senyawa hasil reaksi dengan menggunakan kromatografi lapis tipis yang telah dilakukan sebelumnya, hanya didapatkan data kualitatif yang berupa nilai R_f dari ester yang dihasilkan. Oleh karena itu, untuk mengetahui kuantitas ester yang terbentuk maka digunakan *TLC scanner*.

Prinsip kerja dari *TLC scanner* ini adalah *scanning* terhadap lempeng lapis tipis yang berisi sampel dan telah dikembangkan oleh pelarut pengembang. Kemudian akan muncul data berbentuk *peak* disertai dengan adanya data nilai R_f dan luas area dari *peak* tersebut. Nilai luas area dari *peak* tersebut menggambarkan kuantitas produk yang terbentuk. Hasil dari proses identifikasi ini dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil dari identifikasi dengan menggunakan *TLC scanner*.

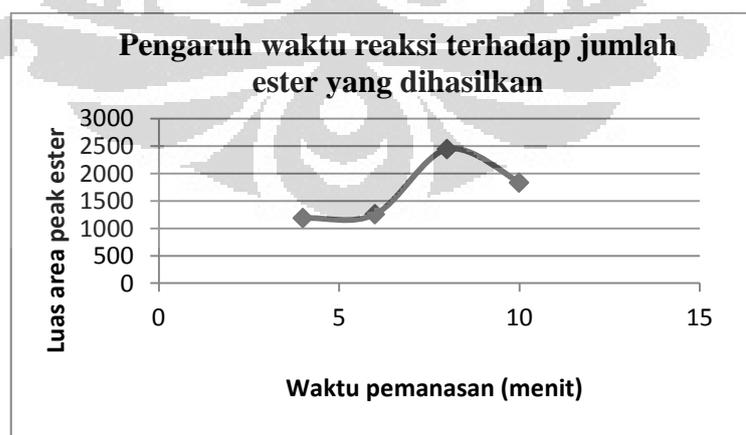
No.	Waktu pemanasan	Luas area <i>peak</i> ester
1.	4 menit	1186
2.	6 menit	1260
3.	8 menit	2446
4.	10 menit	1835

4.5 Pengaruh waktu reaksi

Seperti yang telah diketahui bahwa pada penelitian ini menggunakan variasi waktu pemanasan sebagai variabelnya. Variasi waktu pemanasan pada penelitian ini, yaitu dimulai dari 4 menit sampai 10 menit dengan selang waktu 2 menit. Lamanya waktu pemanasan akan berpengaruh terhadap reaksi yang terjadi. Pada umumnya, semakin lama waktu pemanasan maka akan semakin banyak produk yang terbentuk. Lamanya waktu pemanasan akan berpengaruh terhadap suhu reaksi, yaitu semakin bertambah waktu pemanasan maka akan semakin meningkat suhunya. Peningkatan suhu menyebabkan semakin besar energi kinetik dari molekul-molekul yang bertumbukan sehingga reaksi akan berlangsung dengan baik.

Pada penelitian ini, pemanasan dilakukan dengan menggunakan oven gelombang mikro yang telah dilengkapi dengan pengaturan waktu. Sehingga saat reaksi telah selesai berjalan sesuai waktu yang ditentukan maka oven akan berhenti secara otomatis. Berdasarkan Tabel 4.3., dapat dilihat bahwa pada menit keempat sampai kedelapan produk yang dihasilkan semakin bertambah seiring dengan bertambahnya waktu reaksi. Namun, pada menit kesepuluh produk yang dihasilkan lebih sedikit dibandingkan dengan produk yang dihasilkan pada menit kedelapan.

Pada Gambar 4.13. dapat terlihat dengan jelas bahwa produk paling banyak dihasilkan dengan waktu pemanasan selama 8 menit. Jika dibandingkan dengan produk pada waktu pemanasan 4 menit, produk yang dihasilkan pada waktu 8 menit dua kali lebih banyak daripada produk yang dihasilkan pada waktu 4 menit. Sementara produk yang dihasilkan pada waktu 10 menit hanya satu setengah kali lebih banyak dibandingkan dengan produk pada waktu 4 menit. Produk yang dihasilkan pada waktu 10 menit lebih sedikit dibandingkan dengan produk yang dihasilkan pada waktu 8 menit kemungkinan dikarenakan terjadinya dekomposisi senyawa-senyawa yang terlibat dalam reaksi ini akibat suhu pemanasan yang terlalu tinggi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa waktu yang optimum untuk reaksi esterifikasi ini adalah selama 8 menit.



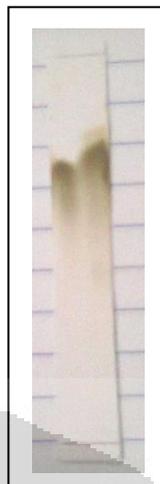
Gambar 4.13. Grafik pengaruh waktu reaksi terhadap jumlah ester yang dihasilkan

4.6 Perbandingan komposisi I dengan komposisi II

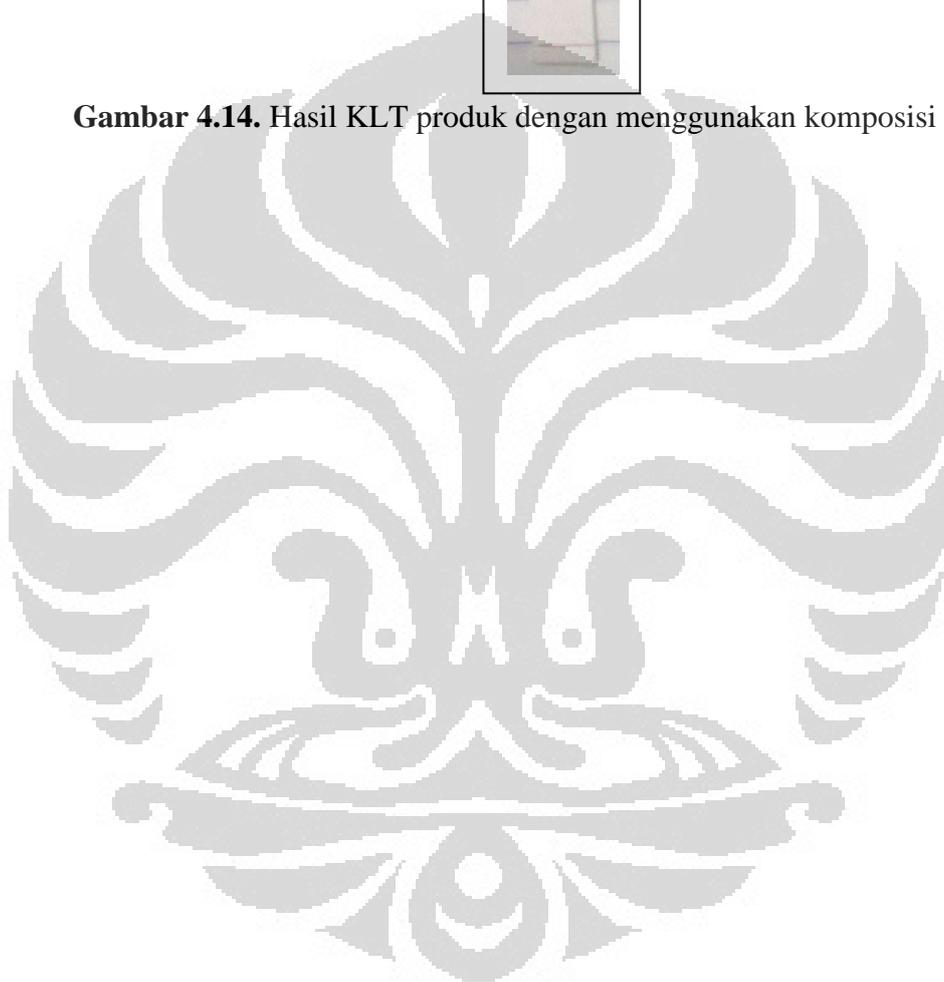
Selain melakukan variasi waktu, dilakukan juga reaksi esterifikasi dengan perbandingan komposisi reaktan yang berbeda. Pada komposisi II ini, digunakan perbandingan mol dari asam galat : gliserol = 3 : 1. Hal dilakukan dengan maksud agar ketiga karbon dari gliserol terikat oleh asam galat. Prosedur yang dilakukan sama dengan komposisi I. Pertama-tama mencampurkan asam galat, gliserol, dan asam sulfat. Kemudian campuran tersebut dipanaskan. Waktu pemanasan yang digunakan adalah selama 8 menit. Hal ini didasarkan dengan percobaan sebelumnya di mana waktu optimum pemanasan reaksi ini adalah selama 8 menit.

Pada reaksi ini, asam galat tidak dapat larut sempurna dikarenakan jumlahnya yang lebih banyak dibandingkan dengan gliserol. Oleh karena itu, hasil yang didapat pun menjadi kurang optimal. Berdasarkan Gambar 4.14 dapat dilihat bahwa dari hasil kromatografi lapis tipis, spot dari produk sangat tipis dan terlihat bahwa spot asam galat masih sangat tebal. Hal ini berarti, produk yang terbentuk sangat sedikit sekali dan reaksi tidak berjalan dengan baik. Sedangkan dengan menggunakan komposisi I yang didasarkan oleh kelarutan asam galat terhadap gliserol, reaksi berlangsung dengan baik dengan waktu pemanasan yang sama, yaitu selama 8 menit.

Terjadinya perbedaan jumlah produk yang dihasilkan antara komposisi I dengan komposisi II dikarenakan pada komposisi I, jumlah salah satu reaktan sangat berlebih dibandingkan dengan komposisi II. Apabila salah satu reaktan memiliki jumlah yang berlebih maka reaksi akan berjalan ke arah pembentukan produk. Perbandingan antara asam galat dengan gliserol pada komposisi I adalah 1 : 26 sedangkan perbandingan reaktan pada komposisi II sebesar 3 : 1. Oleh karena itu, tentu komposisi I akan menghasilkan produk yang lebih banyak dengan komposisi II.



Gambar 4.14. Hasil KLT produk dengan menggunakan komposisi II



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka terdapat beberapa hal yang dapat disimpulkan, yaitu:

1. Produk yang dihasilkan dari hasil reaksi antara asam galat dengan gliserol ini berupa senyawa yang memiliki nilai R_f sebesar 0,28 sedangkan senyawa asam galat memiliki nilai R_f sebesar 0,47.
2. Berdasarkan hasil *TLC scanner*, waktu pemanasan yang optimum pada reaksi ini adalah pada saat 8 menit dengan luas area peak dari produk yang dihasilkan sebesar 2446.
3. Berdasarkan identifikasi menggunakan *FT-IR*, terbukti bahwa senyawa produk yang dihasilkan berupa senyawa ester.
4. Berdasarkan hasil *LC-MS*, senyawa ester yang dominan terbentuk pada reaksi ini merupakan senyawa monoester atau dengan kata lain hanya satu senyawa asam galat yang terikat pada gliserol.
5. Reaksi dengan menggunakan komposisi I memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan komposisi II.

5.2. Saran

Berikut ini beberapa saran yang dapat dijadikan acuan untuk pengembangan penelitian ini selanjutnya, yaitu:

1. Sebelum digunakan untuk reaksi esterifikasi sebaiknya asam galat direaktifkan terlebih dahulu agar dapat terbentuk produk ester dengan lebih maksimal dan dapat terbentuk produk dalam bentuk triester. Hal ini dapat dilakukan salah satunya dengan mereaksikannya dengan SOCl_2 .
2. Sebaiknya penambahan katalis H_2SO_4 pekat tidak terlalu banyak sehingga mengurangi kemungkinan rusaknya reaktan oleh H_2SO_4 pekat, di mana H_2SO_4 pekat dapat juga bersifat sebagai oksidator.

3. Melakukan reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis jenis lainnya yang dapat membuat reaksi berjalan dengan semakin optimum. Lalu membandingkan hasilnya dengan reaksi esterifikasi yang menggunakan katalis H_2SO_4 .
4. Melakukan reaksi esterifikasi dengan metode konvensional sehingga dapat dibandingkan jumlah produk yang dihasilkan dari metode konvensional dengan metode gelombang mikro.
5. Sebelum menggunakan *LC-MS*, sebaiknya sampel dipisahkan terlebih dahulu dengan menggunakan *HPLC* agar diketahui kondisi pemisahan yang benar-benar baik sehingga dapat diterapkan pada *LC-MS* untuk memberikan hasil pemisahan yang lebih baik.
6. Melakukan uji aktivitas antioksidan terhadap produk ester yang dihasilkan.
7. Melakukan uji toksisitas terhadap produk ester yang terbentuk.



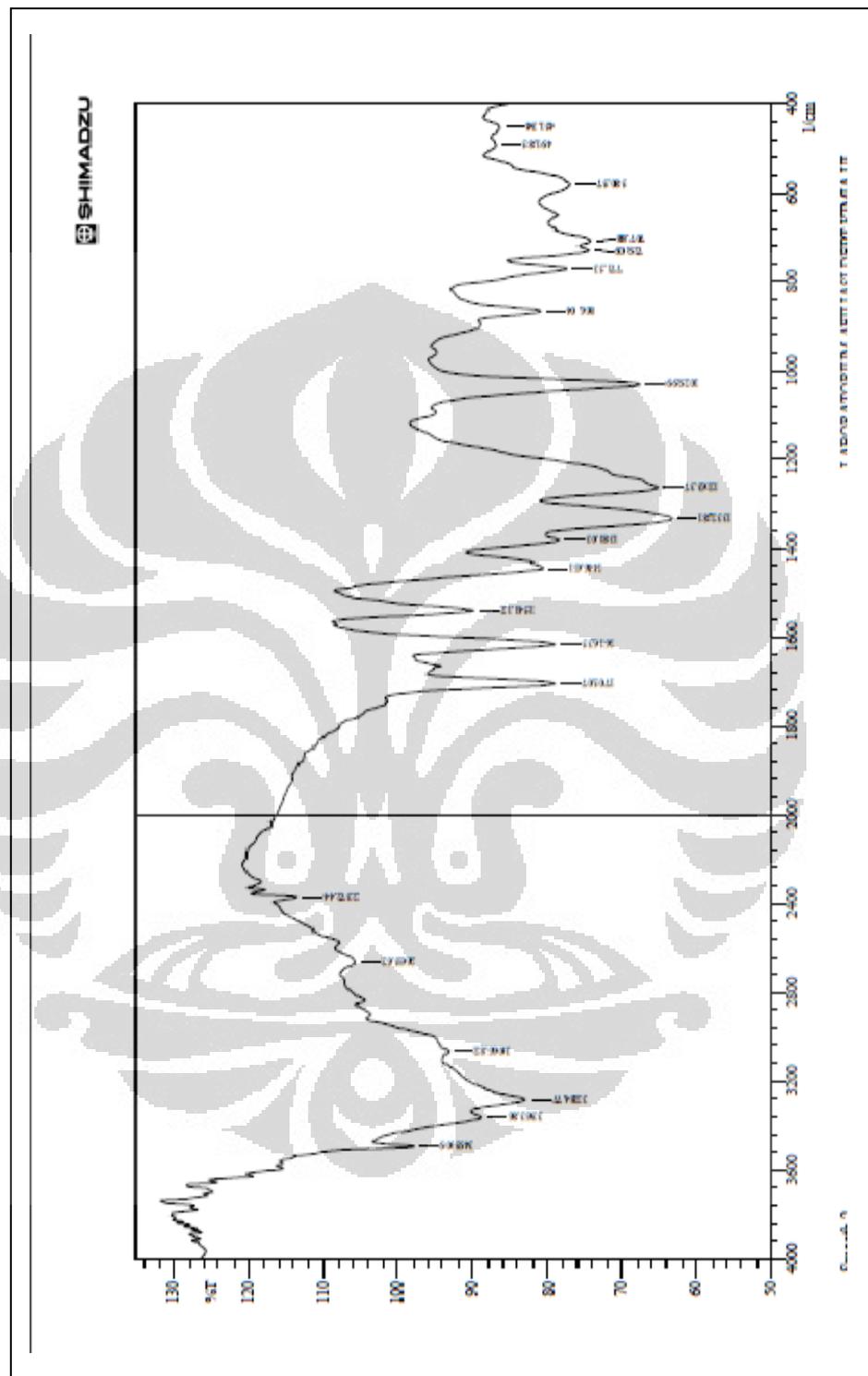
DAFTAR PUSTAKA

- Amore, Kristen M.; Nicholas E. Leadbeater. (2007). Microwave-Promoted Esterification Reactions: Optimization and Scale-Up. *Macromol. Rapid Commun.*, 28, 473–477.
- “Antioksidan dan Peranannya Bagi Kesehatan.” 20 Januari 2011 pukul 20.58 WIB. <<http://islamicspace.wordpress.com/2007/01/24/antioksidan-dan-peranannya-bagi-kesehatan/>>
- “Asam Galat.” 17 Januari 2011 pukul 21.57 WIB. <http://id.wikipedia.org/wiki/Asam_galat>
- Chem-team. “Microwave Chemistry.” (2004). 14 April 2008 pukul 16.00 WIB. <<http://unc.edu/depts/mtcgroup/litmeetings/microwaves.pdf>>
- Daneshfar, Ali; Hassan S. Ghaziaskar; Nasrolah Homayoun. (2008). Solubility of Gallic Acid in Methanol, Ethanol, Water, and Ethyl Acetate. *J. Chem. Eng.*, 53, 776–778.
- Fessenden, R.J, Fessenden J.S. (1986). *Kimia Organik Jilid 2*. Terj. Dari *Organic Chemistry*, oleh Pudjaatmaka, A.H. Erlangga : Jakarta:xv + 525 hlm.
- Fitrianti, Eka. (2008). Sintesis Ester Fruktovanilat dari Fruktosa dan Asam Vanilat Menggunakan Metode Gel. Mikro serta Uji Aktivitas Antioksidan. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Gardiana, D. (2003). Esterifikasi Metil Benzoat dengan Menggunakan Gelombang Mikro. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- “Gliserol.” 18 Januari 2011 pukul 10.02 WIB. <http://www.chemistry.org/materi_kimia/kimia-kesehatan/biomolekul/gliserol/>
- “Glycerol.” 18 Januari 2011 pukul 10.11 WIB. <<http://www.encyclopedia.com/topic/glycerol.aspx>>
- “Glycerol.” 18 Januari 2011 pukul 10.04 WIB. <<http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol>>

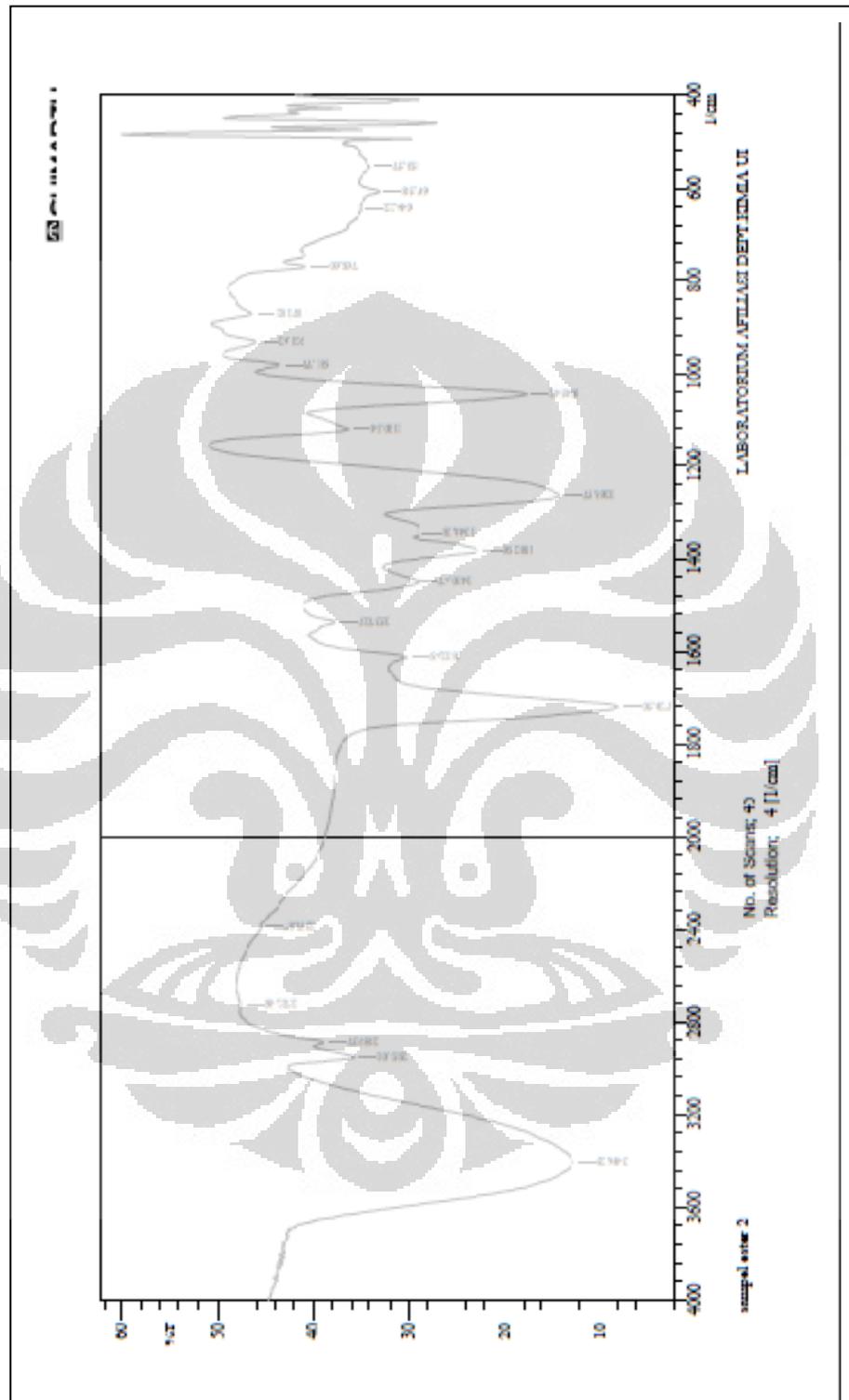
- “Iradiasi Pangan dan Pemanasan dengan Microwave.” 20 Januari 2011 pukul 14.30 WIB. <<http://blogs.unpad.ac.id/souvia/files/2009/11/irradiasi-dan-microwave21.pdf>>.
- Kappe, C. (2003). Technology High-Throughput Screening, Businessbriefing : Future Drug Discover. vol: 42-44.
- Kosela, Soleh. (2010). *Cara Mudah dan Sederhana Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Spektra Data (NMR, Mass, IR, UV)*. Jakarta: Lembaga Penerbit Fakultas Ekonomi Universitas Indonesia.
- Lidstrom, Pelle; Jason Tierney; Bernard Wathey; Jacob Westman. (2001). Microwave Assisted Organic Synthesis – A Review. *Tetrahedron*, 57, 9225-9283.
- LIN, Hai Xia; Li Xue Zhang; Liang Shi CHENG. (1999). The Synthesis of Gallic Esters of Higher Fatty alcohols under Solvent-Free Conditions Using Microwave Irradiation. *Chinese Chemical Letters* Vol. 10, No. 11, pp. 915-916.
- “Liquid chromatography–mass spectrometry.” 16 Mei 2011 pukul 23.39 WIB. <http://en.wikipedia.org/wiki/Liquid_chromatography%E2%80%93mass_spectrometry>.
- “MSDS Gallic Acid.” 28 April 2011 pukul 14.44 WIB. <<http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/g0806.htm>>.
- Neas, E.D. & M.J. Collins. (1988). Microwave Heating Theoretical Concept and Equipment Design. *Dalam: Kingston, H.M. & L.B. Jassie (eds). (1988). Introduction to Microwave Sample Preparation*. American Chemistry Society, Washington: 7-32.
- Otera, Jonzu; Joji Nishikido. (2010). *Esterification: Methods, Reactions, and Application 2nd edition*. Germany: Wiley VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Paul T, Anastas & John C. Warner. (1998). *Green Chemistry: Theory and Practice*. New York: Oxford University Press Inc.s
- Putri,S, Intan. (2011). Esterifikasi Asam-4-Hidroksibenzoat dengan Glukosa Menggunakan Katalis Asam Lewis (AlCl_3) dan Asam Bronsted (H_2SO_4) yang Diimpregnasikan Pada Silika-Gel. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI .

- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1985). *Kromatografi*. Yogyakarta: Liberty.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Liberty.
- Sudjadi. (1985). *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Jakarta: Ghalia Indonesia.
- “Spektroskopi Inframerah.” 16 Mei 2011 pukul 22.43 WIB.
<<http://forum.um.ac.id/index.php?topic=24139.0>>.
- Sunardi. (2004). *Diktat Kuliah Cara-Cara Pemisahan*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Wiley, John. (2007). *HPLC for Pharmaceutical Scientists*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Williamson, K.L. (1999). *Macroscale and microscale organic experiments*. Houghton Mifflin Companu. Boston: ix = 799 hlm.
- Whitaker, G. “A basic introduction to microwave chemistry.” (1997). 3 Oktober 2008 pukul 10.00 WIB. <<http://homepages.cd.ac.uk/ah.05>>

Lampiran 1. Spektrum FTIR Asam Galat



Lampiran 2. Spektrum FTIR Ester



Lampiran 3. Data LC-MS Ester

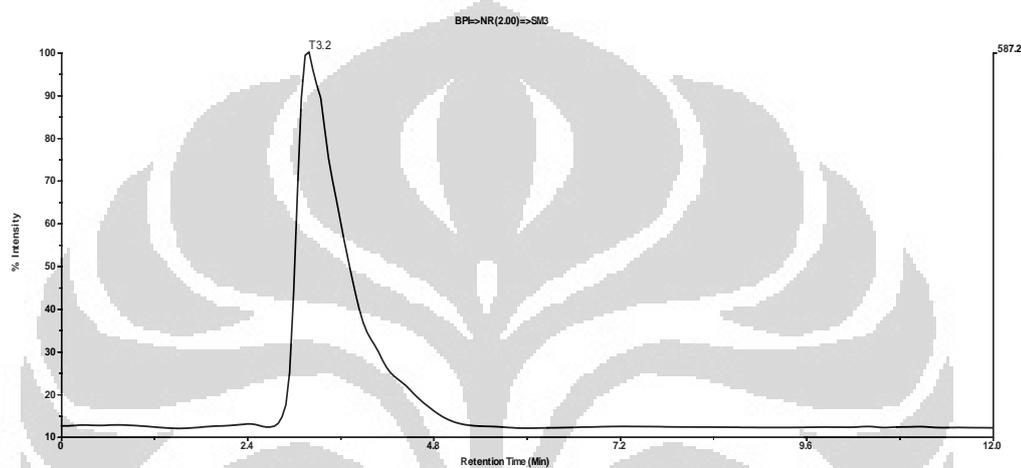
Prita UI

LC MS –ESI pos ion

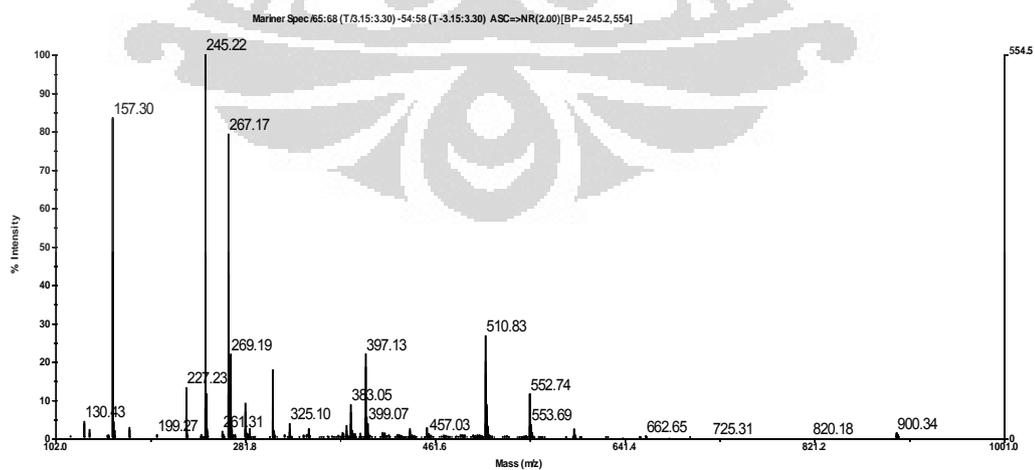
Vol injection 20 ul

Flow 1 ml/min

Eluent MeOH+Water = 90+10



Index	Time	Lower Bound	Upper Bound	Height	Area
1	3.201117	2.705900	5.874450	587	7830.39



Lampran 4. Spesifikasi *LC-MS*

Sample
Vol injection 20 ul
Flow rate 2 ml/min
Eluent MeOH+Water = 70+ 30
LC-MS : Mariner Biospectrometry
LC: Hitachi L 6200
System ESI (Electrospray Ionisation)
Positive ion mode
Kolom C18 (RP 18) Supelco
Column length : 250 mm
ID : 2 mm
Particle size : 5 µm
Analysis by : Puspa .D. Lotulung, Pusat Penelitian Kimia – LIPI

BPI = Base Peak Intensity
BP = Base Peak
TIC = Total Ion Current
NR = NoiseRemoval
BC = Base Correction
MC = Mass Calibration
BP = Base Peak
CT = Centroiding
SM = Gaussian smooth

Temperatur kolom temp ruangan ;
isokratik, Detector massa

Lampiran 5. Data Spesifikasi *TLC Scanner*

winCAT 3 Planar Chromatography Manager

Analysis Report

SOP document
 Validated: Design
 Description:

Analysis: Di penelitian prita/tlc scanner/prita TLC kedua 24 mei 2011 (sampel prita2.cna)

Created/used by: universitas Indonesia 05 Juni 2011 17:38:51
 Current user: universitas Indonesia

Stationary phase

Executed by: universitas Indonesia 17 Mei 2011 20:43:36
 Plate size (X x Y): 7,0 x 8,0 cm
 Material: TLC plates silica gel 60 F 254
 Manufacturer: E. MERCK KGaA
 Batch:
 GLP code:
 Pre-washing: Yes
 Mode:
 Solvent name: etil asetat
 Manufacturer: E. MERCK KGaA
 Batch:
 Drying device: Oven
 Temperature: 120 °C
 Time: 20 Minutes
 Modification: No

Definitions - Quantification

Executed by: universitas Indonesia 17 Mei 2011 20:45:18

Calibration parameters
 Calibration mode: Single level
 Statistics mode: CV
 Evaluation mode: Peak Height & Area

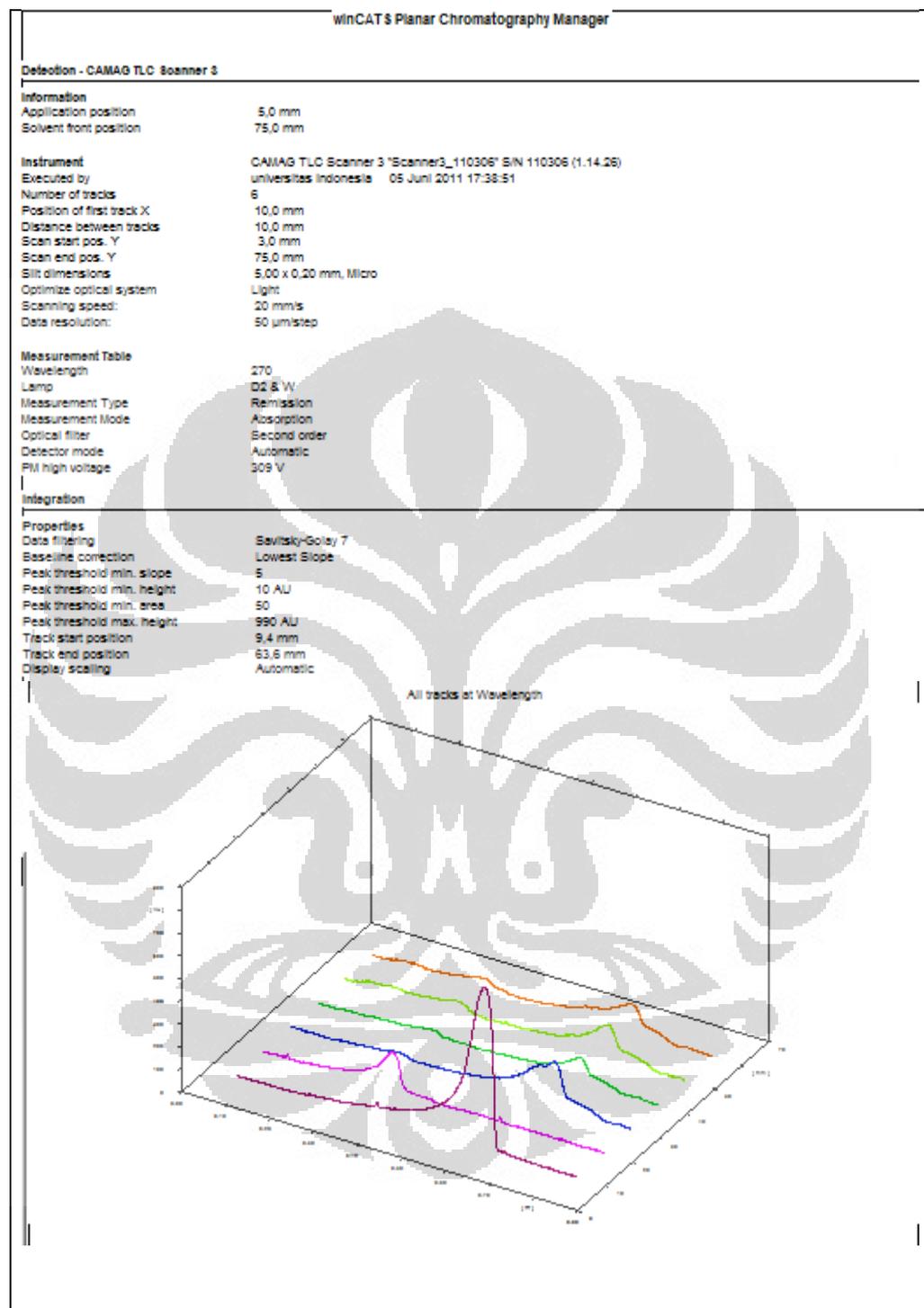
Samples
 Sample ID: standar asam gallat
 Sample ID: standar ester
 Sample ID: ester 4 menit
 Sample ID: ester 8 menit
 Sample ID: ester 8 menit
 Sample ID: ester 10 menit

Substance name	Rf	Window size	Deviation	Purity	Manufacturer	Batch number	Expiry date	Product number
asam gallat	0,07	1,0 mm	10,0 %	1,0				
ester	0,07	1,0 mm	10,0 %	1,0				

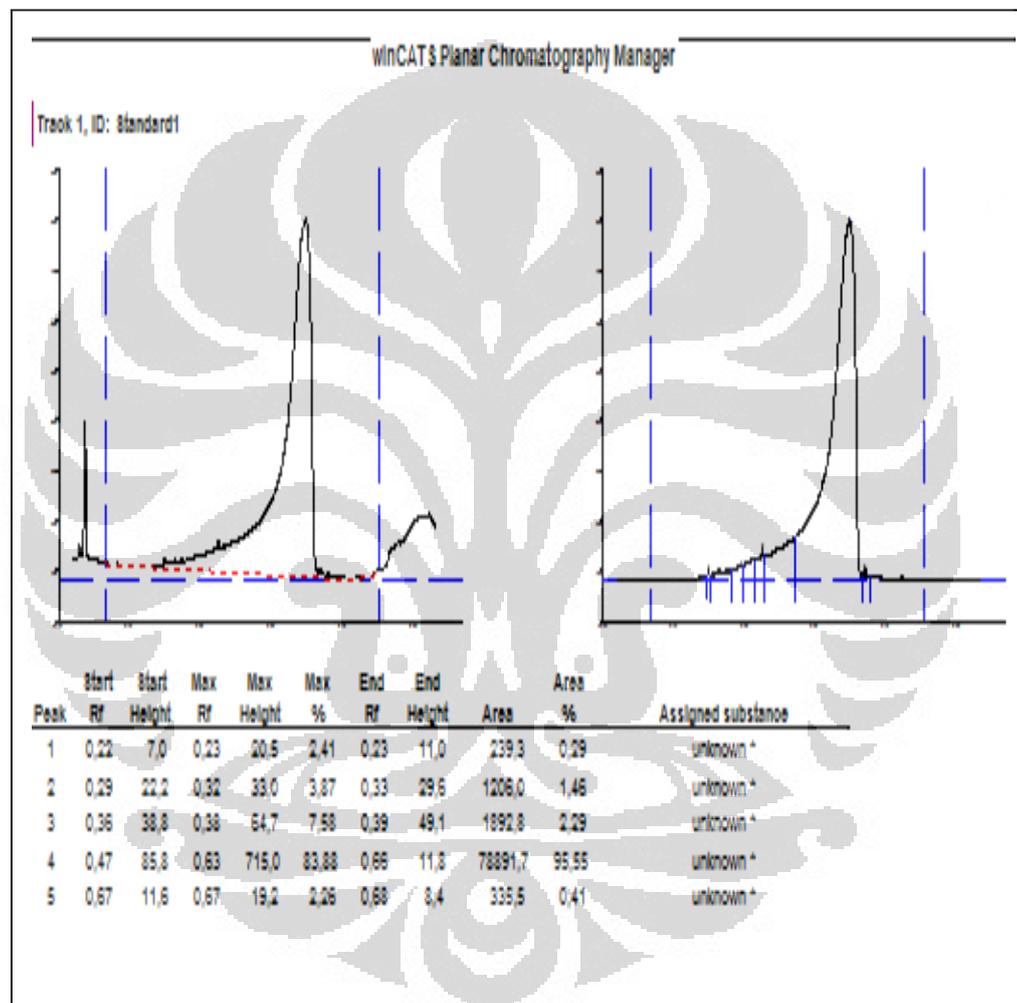
Standards absolute
 Standard level1

Substance	Amount/fraction
asam gallat	1000,000 ug
ester	1000,000 ug

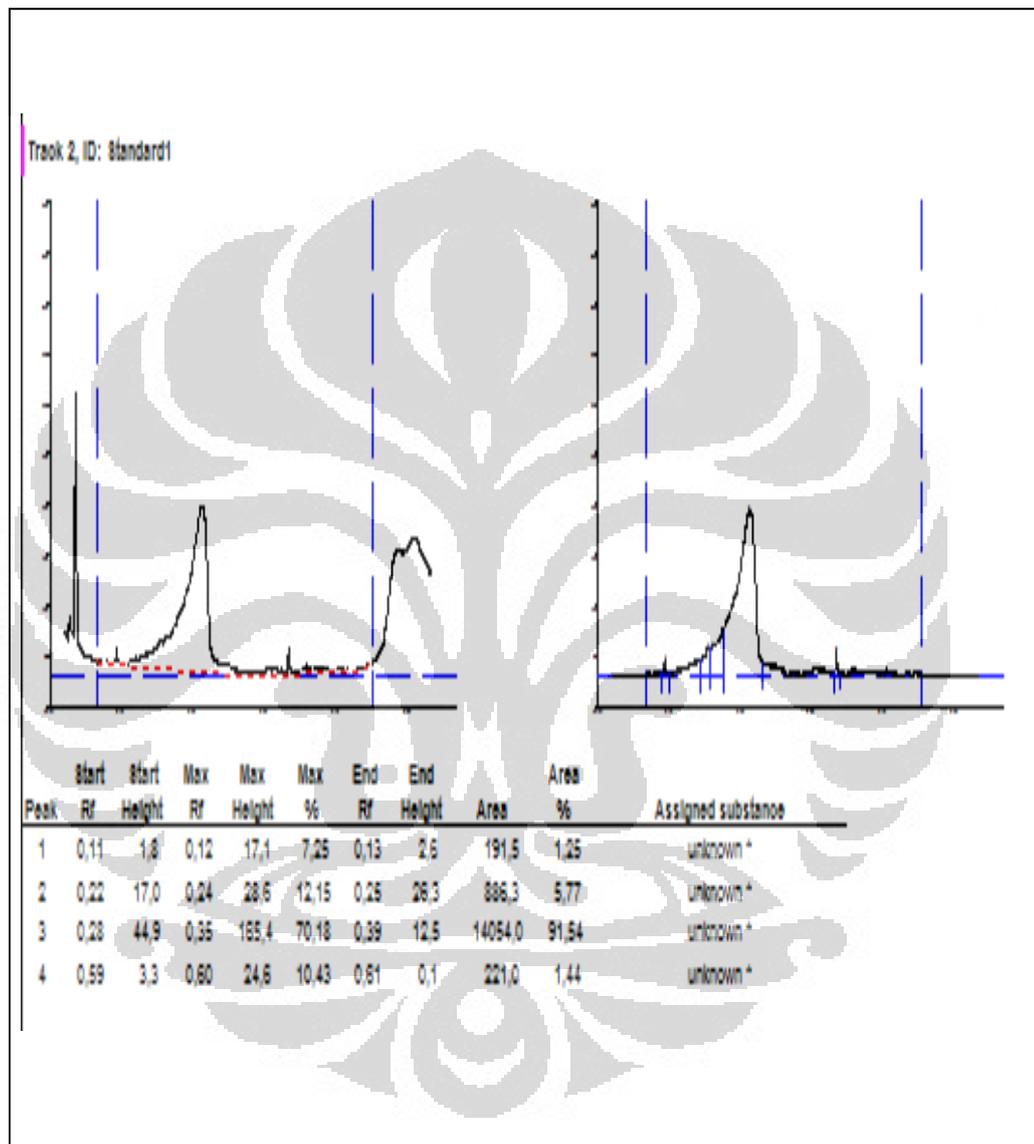
(Lanjutan)



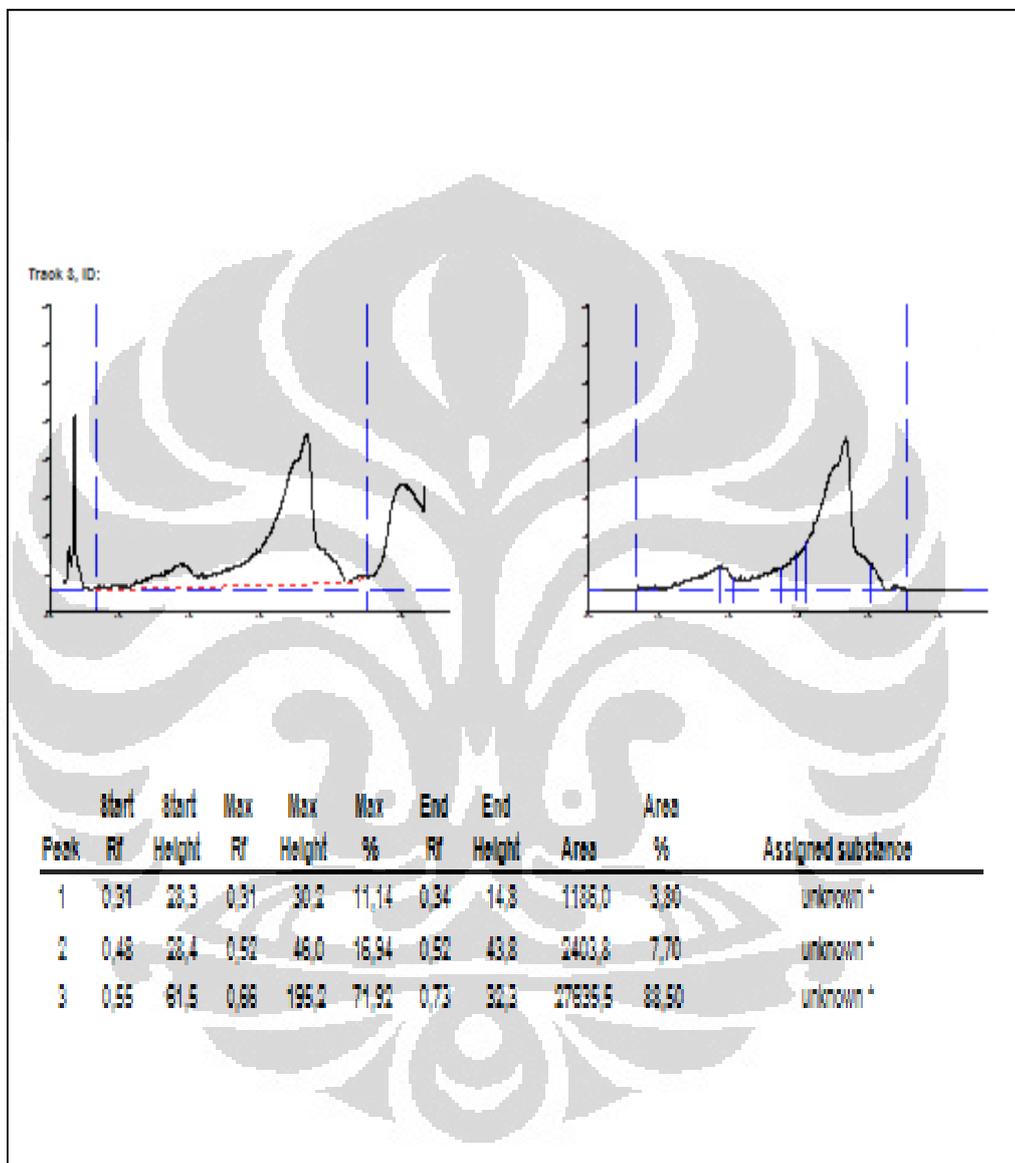
Lampiran 6. Data *TLC Scanner* Standar Asam Galat



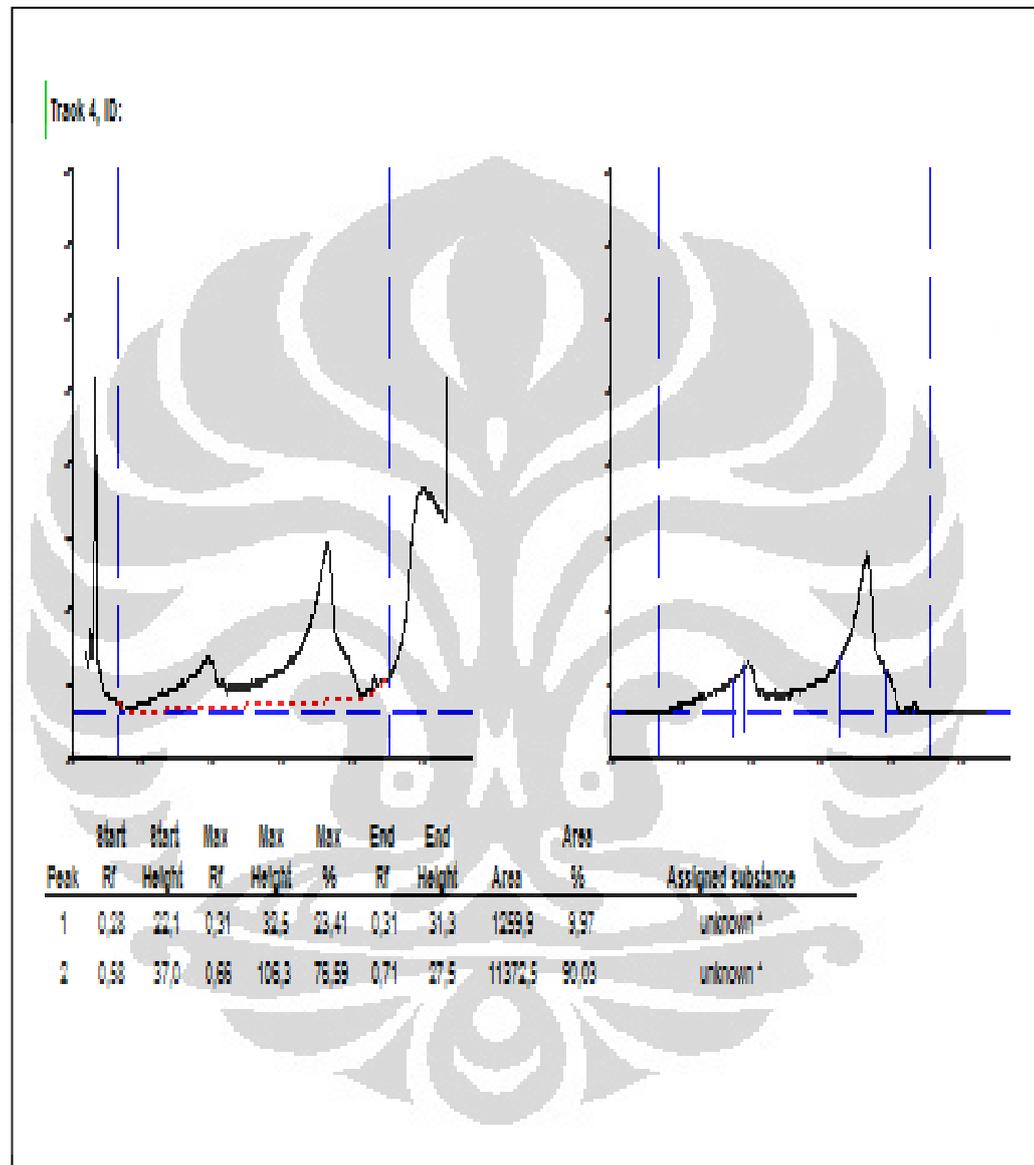
Lampiran 7. Data *TLC Scanner* Standar Ester



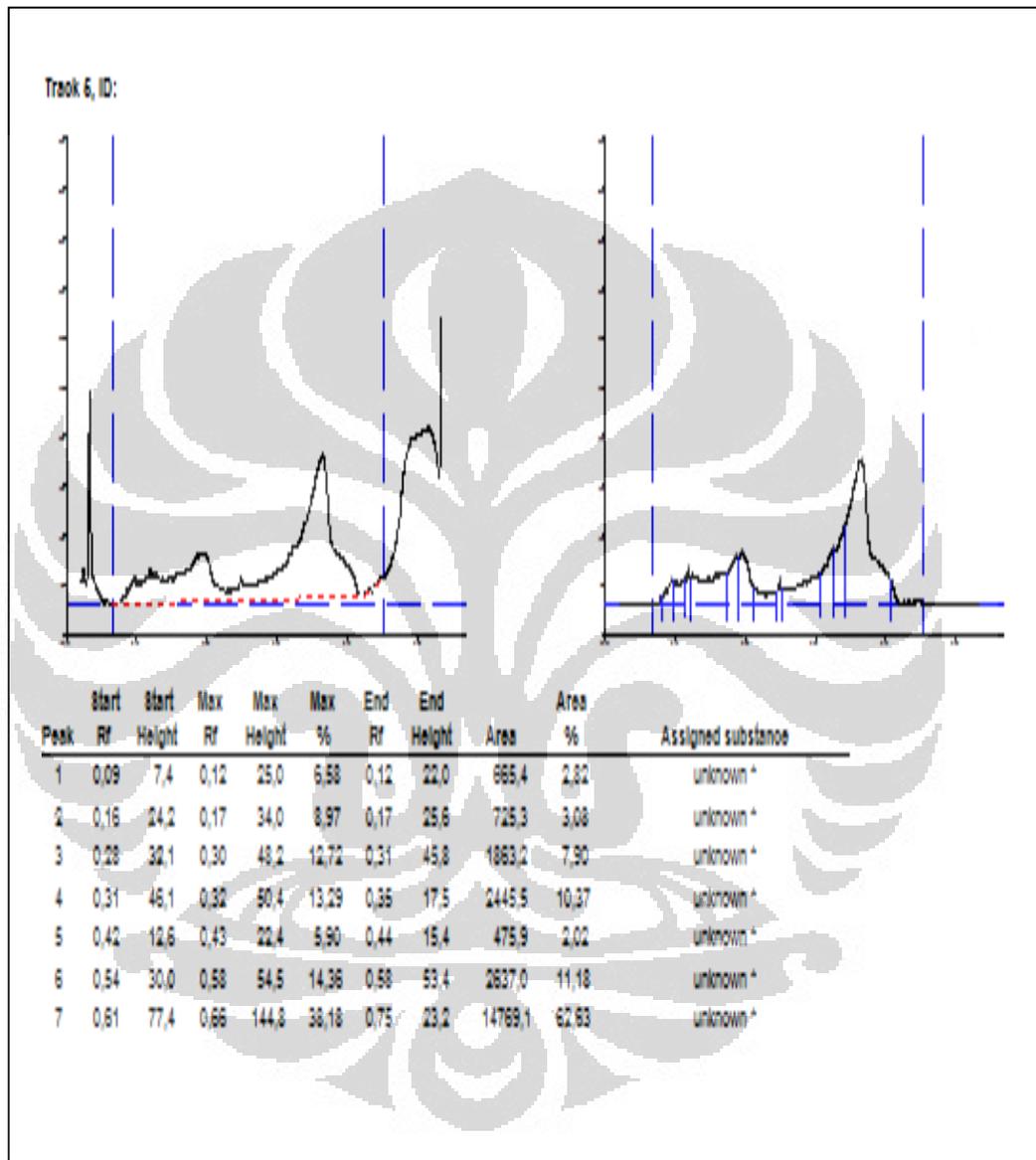
Lampiran 8. Data *TLC Scanner Ester 4 Menit*



Lampiran 9. Data *TLC Scanner Ester 6 Menit*



Lampiran 10. Data TLC Scanner Ester 8 Menit



Lampiran 11. Data *TLC Scanner Ester* 10 Menit

