

**STUDI REAKSI ANHIDRIDA FTALAT DENGAN n- AMIL
ALKOHOL DALAM SUASANA ASAM**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia
Pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



Disusun oleh :

SITI RODIYAH

No Mhs : 01612023

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
2005**

**STUDI REAKSI ANHIDRIDA FTALAT DENGAN n- AMIL
ALKOHOL DALAM SUASANA ASAM**

oleh :

SITI RODIYAH
No.Mhs : 01 612 023

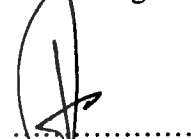
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

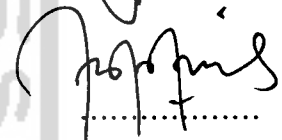
Tanggal : 20 Agustus 2005


Dewan Penguji

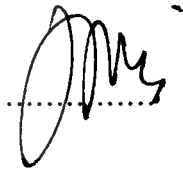
1. Rudy Syahputra, M.Si.
2. Is Fatimah, M.Si.
3. Dr. H. Chairil Anwar
4. Dwiarso Rubiyanto, S.Si.

Tanda tangan

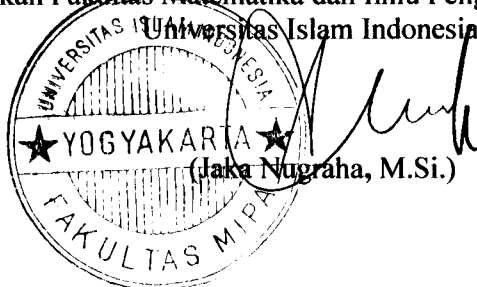








Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Allah tidak akan membebani seseorang kecuali sepadan dengan kemampuannya.....(AL-BAQARAH : 286)

MOTTO

Hidup ini adalah perjuangan, apabila kamu ingin meraih apa yang kamu inginkan berjuanglah untuk mendapatkannya.

Karya sederhana ini aku persembahkan buat kedua orang tua aku yang selalu memberikan dukungan baik moral maupun spiritual, juga buat Kedua adek ku (Taufik & Riza).

Buat seseorang yang selalu memotivasi aku disaat aku putus asa, males, sedih, dan juga disaat aku senang, makasih banyak ya.....atas semua yang kamu berikan buat aku

Buat temenku Nitha, Nisa, Amik, kalian adalah teman seperjuangan (susah, senang), makasih ya jeng...Berkat kerjasama kita dapat menyelesaikan semuanya. Juga buat Lina, Purwo, makasih ya kalian dah nungguin kita waktu kita lagi berperang. Dan buat temen2 angkatan 2001... YOU ALL IS THE BEST FRIEND

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan skripsi ini dengan baik. Laporan skripsi ini berjudul

“ STUDI REAKSI ANHIDRIDA FTALAT DENGAN n- AMIL ALKOHOL DALAM SUASANA ASAM”

Laporan skripsi ini disusun dalam rangka untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si.) program studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta.

Tidak lupa penulis juga menyampaikan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penulisan laporan skripsi ini, sehingga laporan ini dapat terselesaikan dengan baik, terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si. selaku Dekan FMIPA UII Jogjakarta
2. Bapak Rudy Syahputra, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UII Jogjakarta
3. Bapak Dr. Chairil Anwar sebagai Dosen Pembimbing I
4. Bapak Dwiarso Rubiyanto, S.Si. sebagai Dosen pembimbing II
5. Kepala laboratorium kimia organik, Bapak/ Ibu Laboran laboratorium kimia organik jurusan kimia FMIPA UGM Jogjakarta

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam laporan ini, untuk itu penulis mengharapkan segala kritik dan saran yang membangun. Sehingga laporan ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Jogjakarta, Juli 2004

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI.....	vi
INTISARI.....	viii
ABSTRAC.....	ix
BABI. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
BAB III. DASAR TEORI.....	8
3.1 Anhidrida Ftalat.....	8
3.2 Alkohol.....	10
3.3 Reaksi Esterifikasi.....	11
3.4 Kromatografi.....	15
3.4.1 KLT.....	15
3.4.2 Kromatografi Gas.....	17
3.4.2.1 Instrumentasi Kromatografi Gas.....	19
3.5 Spektroskopi Massa.....	21
3.5.1 Instrumentasi Spektrometer Massa.....	22
3.5.2 Fragmentasi.....	23
3.6 Hipotesis.....	24

BAB IV. METODOLOGI PENELITIAN.....	25
4.1 Alat dan Bahan.....	25
4.2 Cara Kerja.....	26
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
BABA VI. KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
6.1 Kesimpulan.....	43
6.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	44
LAMPIRAN	



STUDI REAKSI ANHIDRIDA FTALAT DENGAN n- AMIL ALKOHOL DALAM SUASANA ASAM

INTISARI

Siti Rodiyah

No Mhs: 01612023

Telah dilakukan penelitian tentang studi reaksi anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam. Anhidrida ftalat sebanyak 3,32 g (0,02 mol) dilarutkan dalam 10 ml (0.09 mol) dan 3 tetes H_2SO_4 , dipanaskan pada suhu di atas $100^{\circ}C$ selama 6 jam. Setiap satu jam sekali diambil sampel dan dicek dengan KLT, hasil KLT dilihat dengan sinar UV untuk mengetahui perkembangan reaksi. Hasil esterifikasi setelah 6 jam kemudian dimasukkan dalam corong pisah dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Lapisan organik dikeringkan dengan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat, dan dilakukan penyaringan. Hasil yang didapat kemudian didestilasi vakum, residu yang didapat dianalisis menggunakan kromatografi gas dan kromatografi gas- spectrometer massa.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa reaksi antara anhidrida asam ftalat dengan n-amil alkohol menghasilkan produk yaitu di-isoamil ftalat dan di-amil ftalat, serta produk samping di-amil eter.

Kata kunci: Anhidrida ftalat, reaksi esterifikasi, kromatografi

STUDY OF PHTALIC ANHYDRIDE REACTION WITH n- AMYL ALCOHOL IN ACID SOLUTION

ABSTRAC

Siti Rodiyah
No Mhs: 01612023

It have been done a research about study of phtalic anhydride reaction with n- amyl alcohol in acid solution. Phtalic anhydride for 3.32 g (0.02 mole) is dissolved into 10 ml (0.09 moles) and 3 drops of H₂SO₄ heated on temperature above 100°C for 6 hours. Every an hour sample was taken and tested by TLC, the TLC result is looked under UV to know the development of reaction. The esterification result after 6 hours is put into saparation funnel and washed by aquadest till the pH is neutral. Organic layer is dried by using Na₂SO₄ anhydrate, and then refined. The product obtained is then vacuum destilated, the residual obtained is analyzed by using gas chromatography and gas chromatography- mass spectrometer.

Result of the research shows that reaction between phtalic anhydride and n- amyl alcohol yields products such as di- isoamyl phtalic, as well as side products such as di- amyl eter.

Key word: phtalic anhydride, esterification reaction, chromatography

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sebagian besar penggunaan anhidrida ftalat adalah untuk plastik yang diperkuat serat. Seperti diketahui, serat gelas terutama digunakan sebagai material konstruksi, peralatan kelautan, bagian-bagian mobil, komponen elektronik dan peralatan rumah tangga. Contoh nyata barang yang dibuat dari resin poliester tak jenuh adalah barang-barang saniter, kancing, kayu lapis dekoratif, marmer sintetik hingga kapal pesiar dan dapat memperkuat serat kain. Diperkirakan 70% resin alkid yang diproduksi di dunia berbahan dasar anhidrida ftalat. Resin alkid ini terutama digunakan untuk pelapis permukaan, pembuatan cat misalnya cat di industri dan lalu lintas, dan pembuat cetakan (Ismundar,2004).

Anhidrida ftalat dapat digunakan sebagai pewarna, apabila bereaksi dengan fenol akan membentuk *phenophtalin* (Harold,1996). *phenophtalin* ini merupakan zat warna yang digunakan sebagai indikator asam-basa, tidak berwarna di bawah pH 8 dan berwarna merah di atas pH 9,6. Senyawa ini digunakan dalam titrasi yang melibatkan asam lemah dan basa kuat dan digunakan sebagai pencahar (Daintith, 1994).

Perkembangan yang sangat pesat dari industri polimer sintetik membuat kehidupan kita selalu dimanjakan oleh kepraktisan dan kenyamanan dari produk yang

mereka hasilkan. Bahkan plastik dianggap sebagai salah satu ciri kemunculan zaman modern yang ditandai dengan kehidupan yang serba praktis dan nyaman. Namun, beberapa laporan ini menguak sisi lain dari kemudahan yang diberikan oleh bahan-bahan yang terbuat dari polimer sintetis (Hadi, 2003).

Dalam perkembangan industri pada saat ini anhidrida ftalat ikut berperanan dalam perkembangan ini khususnya pada produksi pembuatan plastik. Separuh dari anhidrida ftalat digunakan dalam produksi pembuatan plastik. Dalam produksi pembuatan plastik ini anhidrida ftalat digunakan sebagai pelunak dalam produksi lembaran Polivinil Klorida (PVC) dan industri penggunaannya adalah pembuat karet sintesis, pembungkus kabel, dan pipa PVC atau sering masyarakat menyebutnya pipa paralon. Sekitar 20% pemanfaatan anhidrida ftalat untuk produksi resin poliester tak jenuh (Ismundar, 2004). Kebanyakan plastik seperti PVC, agar tidak bersifat kaku dan rapuh ditambahkan dengan suatu bahan pelunak (*plasticizers*). Bahan pelunak ini kebanyakannya terdiri atas kumpulan ftalat (ester turunan dari asam ftalat). Beberapa contoh pelunak adalah *epoxidized soybean oil* (ESBO), *di(2-ethylhexyl)adipate* (DEHA), dan bifenil poliklorin (PCB) yang digunakan dalam industri pengepakan dan pemrosesan makanan, *acetyl tributyl citrate* (ATBC) dan *di(-2ethylhexyl) phthalate* (DEHP) yang digunakan dalam industri pengepakan film (Pontianak online,2004)

Pemanfaatan plastik terbesar adalah dalam bidang kemasan, bangunan, peralatan rumah tangga, peralatan listrik dan bidang lainnya. Dari tahun ke tahun penggunaan plastik berkembang semakin pesat, karena plastik mempunyai banyak

keunggulan antara lain fleksibilitasnya tinggi, tidak mengalami korosi, sifat isolasinya baik, dapat dibuat transparan dan kekuatannya dapat divariasikan sesuai kebutuhan (dalam Mintarsih, 1998). Benda-benda plastik banyak disekitar kita, karena benda plastik umumnya ringan, mudah dibentuk, murah dan tahan lama.

Berdasarkan uraian di atas, dapat dilihat manfaat dari anhidrida ftalat. Dari fenomena tersebut perlu kiranya diketahui produk yang akan dihasilkan dari reaksi esterifikasi antara sampel yaitu anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol, dari produk yang didapat apakah bisa dijadikan sebagai bahan plemastik. Analisis yang digunakan yaitu dengan menggunakan kromatografi gas dan kromatografi gas- spektrometer massa.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah anhidrida ftalat direaksikan dengan n-amil alkohol dalam suasana asam?
2. Apakah produk akhir dari reaksi anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui reaksi antara anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam.
2. Mengetahui produk akhir dari reaksi anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan wawasan kepada masyarakat, khususnya di bidang ilmu kimia yaitu tentang manfaat dari anhidrida ftalat dan aplikasinya di dunia industri.

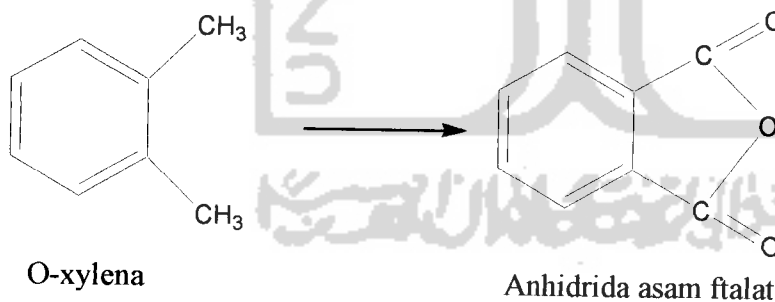


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Ismundar (2004), mengatakan bahwa anhidrida ftalat merupakan senyawa organik kristalin, tak berwarna yang merupakan bahan baku dalam produksi plastik, resin poliester tak jenuh, pewarna atau pigmen, dan bahan-bahan kimia penting lainnya seperti herbisida, poliester polioli, dan lain-lain. Sampai saat ini belum ada bahan yang dapat menggantikan peran anhidrida ftalat untuk aplikasi-aplikasi tadi.

Xylena (dimetilbenzena) diperoleh dari petroleum bersih seperti campuran dari isomer orto-meta-para bersama dengan etilbenzena. Setelah pemisahan, maka yang paling utama digunakan adalah isomer orto dimana dapat dioksidasi menjadi anhidrida ftalat. Reaksi yang terjadi:



Pengubahan tersebut variasi dari ester dapat digunakan sebagai *plasticizer*. *Plasticizer* yang ditambahkan dalam polimer dapat digunakan untuk merubah bentuk polimer dari keras, bahan yang gampang rusak, menjadi lunak dan elastis (seperti karet) (Hornback, 1998).

Ruyani (2001), Plastik sangat bermanfaat dalam kehidupan sehari-hari. Namun, telah diakui pula bahwa pemakaian berlebihan bahan sintetik itu termasuk tindakan tidak ramah lingkungan. Dampak negatif lain terutama berasal dari pemakaian ester ftalat sebagai bahan pelentur dalam industri plastik. Semakin banyak penggunaan plastik, semakin besar peluang pencemaran ester ftalat di lingkungan. Ester ftalat ternyata tidak sekedar polutan, tetapi juga dapat langsung masuk ke dalam tubuh manusia melalui berbagai cara. Ester ftalat yang merupakan pelentur utama dalam pembuatan plastik polivinil klorida (PVC), dapat larut dalam plasma darah selama darah tersebut disimpan dalam kantong plastik PVC dan selama pencucian darah. Salah satu ester ftalat yang paling berbahaya adalah dimetoksietil ftalat (DMEP). Bahan ini, selain bersifat toksik juga teratogenik terhadap embrio hewan.

Dalam Mintarsih (1998), salah satu bahan pembuat plastik adalah bahan pemlastik yang berfungsi untuk menaikkan fleksibilitas, menurunkan titik leleh, dan menurunkan viskositas pada proses. Bahan pemlastik dapat diklasifikasikan menjadi dialkil ftalat, alifatik diester, dan trialkil trimetililat. Contohnya pada dioktil ftalat (DOP), DIOP (diisooktil ftalat) dan DOA (dioktil adipat). Secara umum teknik yang digunakan dalam analisa polimer adalah dengan spektrofotometri inframerah (IR), kromatografi gas, H-NMR, dan instrumen lainnya.

Suhendi (2004), telah meneliti tentang pemanfaatan limbah 2-etil heksanol sebagai bahan untuk produksi dioktil ftalat dan analisisnya menggunakan kromatografi gas. Limbah 2 – etil heksanol tersebut direaksikan dengan anhidrida asam ftalat untuk menghasilkan dioktil ftalat. Dioktil ftalat termasuk dalam poliester

atau polimer-polimer sintesis yang berguna sebagai bahan untuk pembuatan plastik (Sopyan, 2001).

Menurut Sapto Nugroho dari Departemen Biokimia IPB, kebanyakan plastik seperti PVC, agar tidak bersifat kaku dan rapuh ditambahkan dengan suatu bahan pemlastis (*plasticizers*). Bahan pemlastis ini kebanyakannya terdiri atas kumpulan ftalat (ester turunan dari asam ftalat). Beberapa contoh pemlastis adalah *epoxidized soybean oil* (ESBO), *di(2-ethylhexyl) adipate* (DEHA), dan *bifenil poliklorin* (PCB) yang digunakan dalam industri pengepakan dan pemrosesan makanan, *acetyl tributyl citrate* (ATBC) dan *di(2-ethylhexyl) phthalate* (DEHP) yang digunakan dalam industri pengepakan film (Pontianak online, 2004).

Respati (1980), menuliskan bahwa ester umumnya dibuat dari reaksi antara alkohol atau fenol dengan asam atau derivat asam. Esterifikasi adalah suatu reaksi pembentukan ester, esterifikasi suatu alkohol dengan asam karboksilat merupakan reaksi yang lambat bila tanpa katalis asam kuat. Dengan katalis asam kuat seperti H_2SO_4 atau HCl reaksi akan mencapai keseimbangan dalam beberapa jam. Hasil esterifikasi dapat ditingkatkan dengan jalan memindahkan atau mengambil air dari campuran reaksi (dalam Kurniawan, 2002). Dari semua turunan asam karboksilat asil halida adalah senyawa yang paling reaktif untuk reaksi esterifikasi dengan alkohol. Seperti anhidrida asam biasanya tidak dibuat langsung dari asam karboksilat, tetapi dibuat dari turunan asam karboksilat yang lebih reaktif. Anhidrida asam lebih reaktif daripada asam karboksilat, oleh karena itu senyawa ini sering digunakan untuk mensintesis senyawa lain seperti keton, ester dan amida (Hardjosudirdjo, 1993).

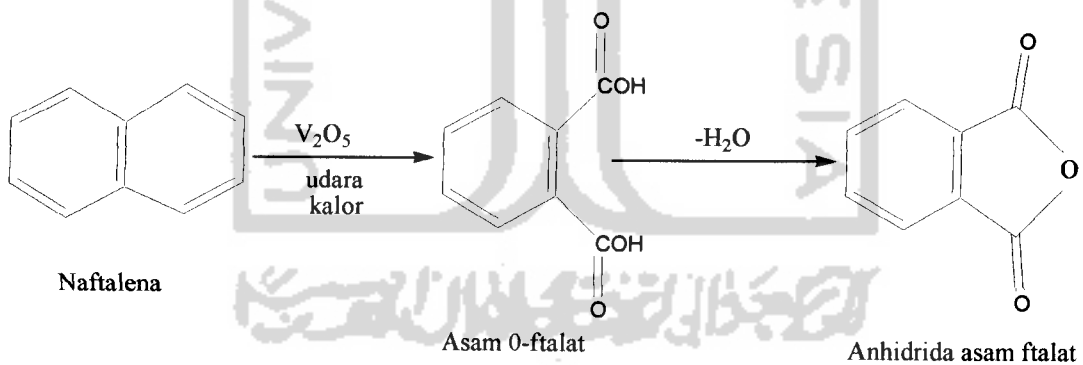
BAB III DASAR TEORI



3.1 Anhidrida ftalat

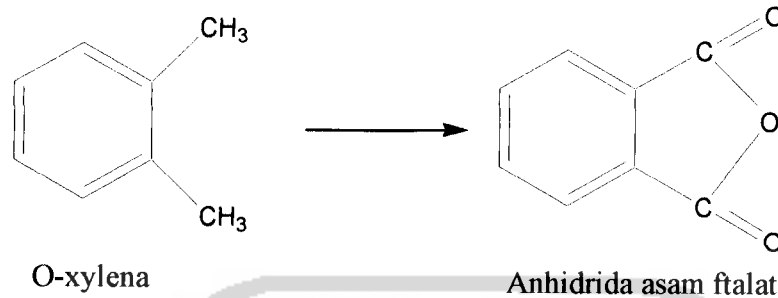
Anhidrida ftalat merupakan senyawa organik kristalin, tak berwarna yang merupakan bahan baku dalam produksi plastik, resin poliester tak jenuh, pewarna atau pigmen, dan bahan-bahan kimia penting lainnya seperti herbisida, poliester polioli, dan lain-lain (Ismundar, 2004).

Naftalena dapat dioksidasi menjadi produk-produk dalam mana sebagian besar aromatisasi dipertahankan. Anhidrida ftalat dibuat secara komersial dengan cara mengoksidasi naftalena.



(Fessenden, 1982)

Anhidrida ftalat dapat juga dibuat dari o-xilena yang dioksidasi dan juga menggunakan katalis vanadium pentoksida. Pembuatan anhidrida ftalat dengan o-xilena berlangsung sangat eksotermik.

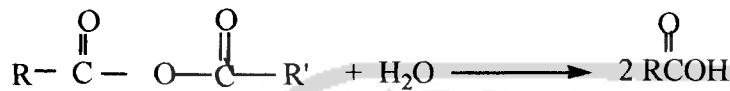


(Harold,1996)

Dari sisi sifat, anhidrida ftalat berwujud padat pada suhu kamar. Anhidrida ftalat meleleh pada suhu 132°C dan mendidih pada angka 295°C, memiliki bau menyesakkan yang khas, dan keadaan fisiknya kristal putih, anhidrida ftalat larut dalam alkohol dan sedikit larut dalam eter. Padatan anhidrida ftalat cukup stabil pada kondisi penggunaan dan penyimpanan. Namun, panas akan berkontribusi pada ketakstabilan padatan ini. Jadi kemungkinan besar ledakan dan kebakaran itu dipicu oleh panas yang dialami bahan anhidrida ftalat. Dalam keadaan leleh bahan ini harus diliputi dengan gas yang inert. Bahan ini akan menghasilkan CO atau CO₂ bila terdekomposisi (terurai). Anhidrida ftalat juga diklasifikasikan sebagai bahan yang berbahaya, korosif, dapat menyebabkan luka bakar bila terjadi kontak dengan kulit, berbahaya bila tertelan atau terhirup, dan mungkin menyebabkan alergi kulit dan reaksi pernapasan. Efek akut (jangka pendek) terkontak anhidrida ftalat antara lain iritasi mata, gangguan saluran pernapasan, dan kulit. Sedang efek kronis (jangka panjang) antara lain konjungtivitis, rhinitis, rhinoconjunctivitis, bronkitis, serta iritasi kulit dan membran mucous (Ismundar,2002).

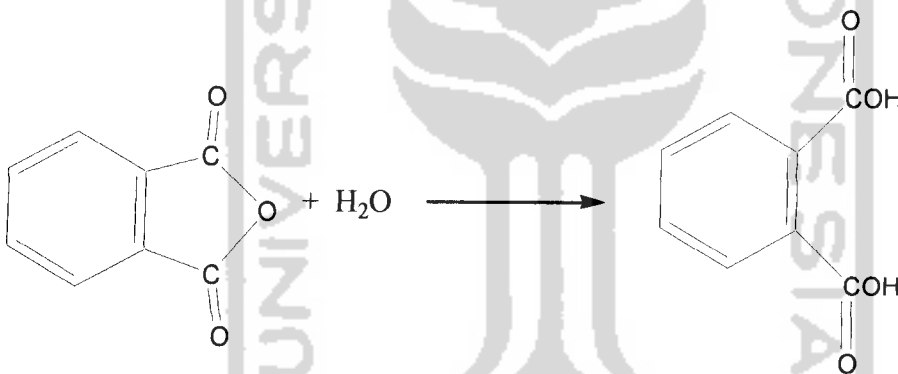
Anhidrida bila dihidrolisis akan menghasilkan asam karboksilat, laju reaksi berbanding langsung dengan kepekatan larutan anhidrida di dalam air.

Umum:



(Hardjosudirdjo,1993)

Hidrolisis anhidrida asam ftalat :



Anhidrida asam ftalat

Asam ftalat

(Carey,2000)

3.2 Alkohol

Alkohol adalah senyawa yang mempunyai rumus umum ROH dimana R adalah gugus alkil atau alkil tersubstitusi. Alkohol merupakan molekul polar, dalam senyawa ini oksigen mengemban muatan negatif parsial.

Sifat fisis alkohol:

1. Titik didih

Karena alkohol dapat membentuk ikatan hidrogen antara molekul-molekulnya, maka titik didih alkohol lebih tinggi daripada titik didih alkil halida atau eter yang bobot molekulnya sebanding. Misalnya titik didih etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) $78,3^\circ\text{C}$ dan titik didih etil klorida ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$) 13°C (Fessenden,1982).

2. Kelarutan dalam air

Alkohol berbobot molekul rendah larut dalam air, sedangkan alkil halida padanannya tidak larut. Kelarutan dalam air ini langsung disebabkan oleh ikatan hidrogen antara alkohol dan air (Fessenden,1982). Alkohol mempunyai berat jenis yang lebih tinggi daripada alkana tetapi masih rendah dari air. Alkohol-alkohol rendah seperti methanol, etanol, n-isopropanol dan tert butanol dapat larut dengan air dengan tidak terbatas (Respati, 1980).

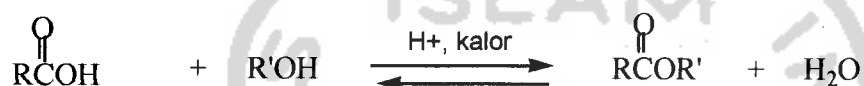
1- pentanol , memiliki nama lain yaitu pentil alkohol atau n- amil alkohol dan mempunyai rumus molekul $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$. Dalam keadaan cair mempunyai karakteristik yaitu titik didih $137,5^\circ\text{C}$ dan titik leleh -79°C dan larut dalam air (Windholz,1983).

3.3 Reaksi Esterifikasi

Suatu ester asam karboksilat adalah suatu senyawa yang mengandung gugus - CO_2R dengan R dapat berbentuk alkil maupun aril. Salah satu jenis reaksi substitusi terhadap gugus karbonil yang banyak dilakukan adalah reaksi esterifikasi. Reaksi

esterifikasi ini dikenal juga sebagai reaksi asilasi, dimana reaksi esterifikasi ini reaksi yang menghasilkan ester dan air (Daintitth, 1990). Esterifikasi berkataliskan asam dan merupakan reaksi yang reversible.

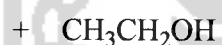
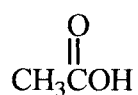
Umum:



*Suatu asam
karboksilat*

*suatu
alkohol*

suatu ester

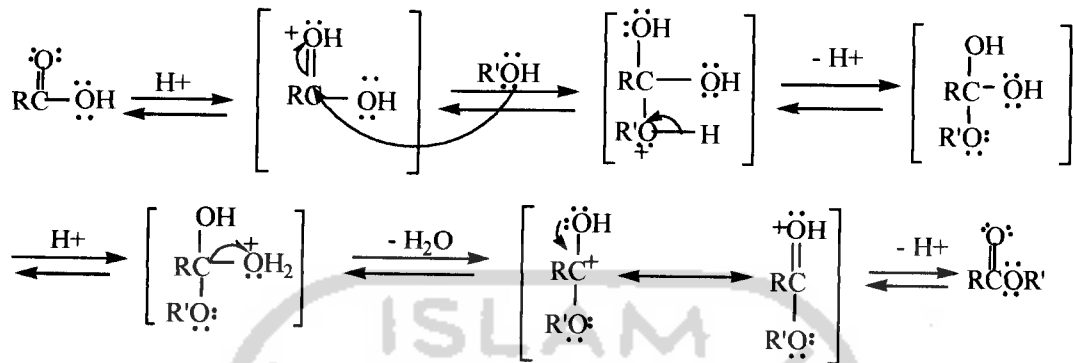


Asam asetat

etanol

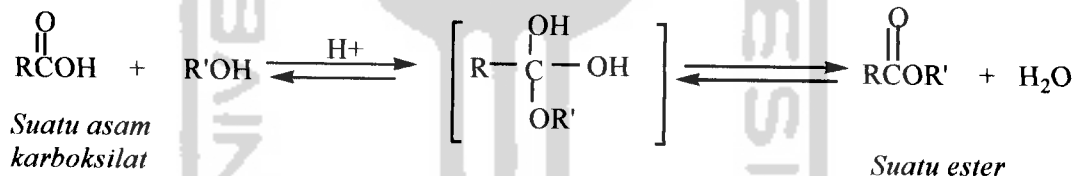
etil asetat

Esterifikasi suatu asam karboksilat berlangsung melalui serangkaian tahap protonasi dan deprotonasi. Oksigen karbonil diprotonasi, alkohol nukleofilik menyerang karbon positif, dan eliminasi air akan menghasilkan ester yang dimaksud.



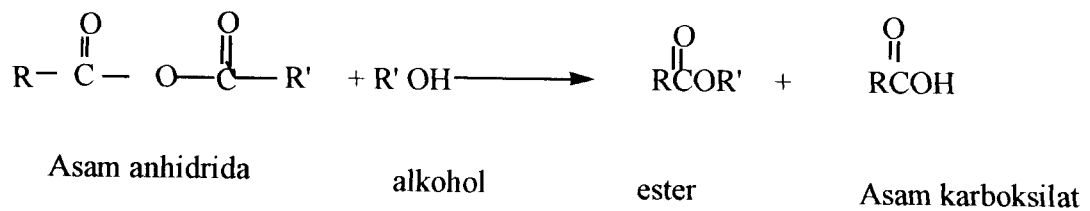
(Fessenden, 1982)

Mekanisme ini dapat diringkas sebagai berikut:

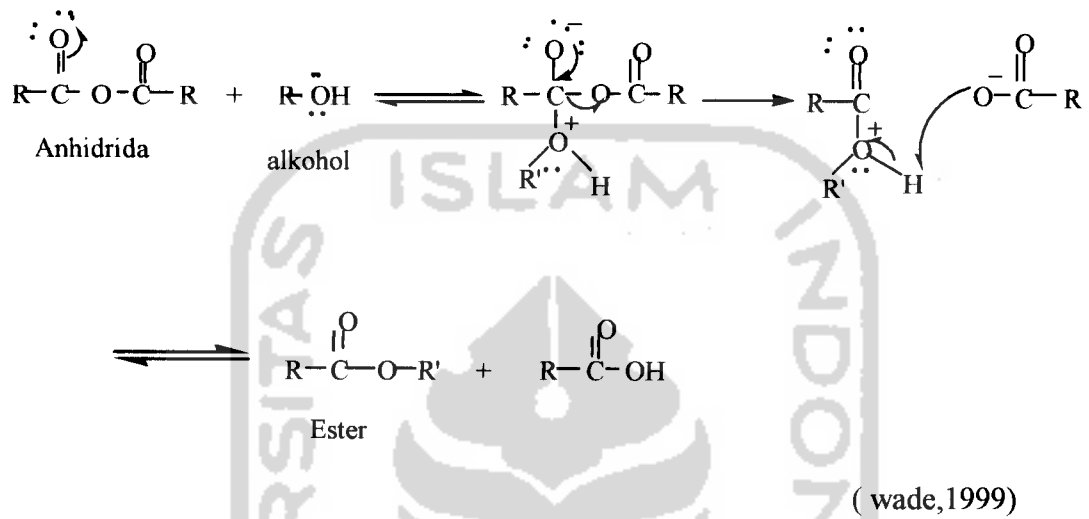


(Fessenden, 1982)

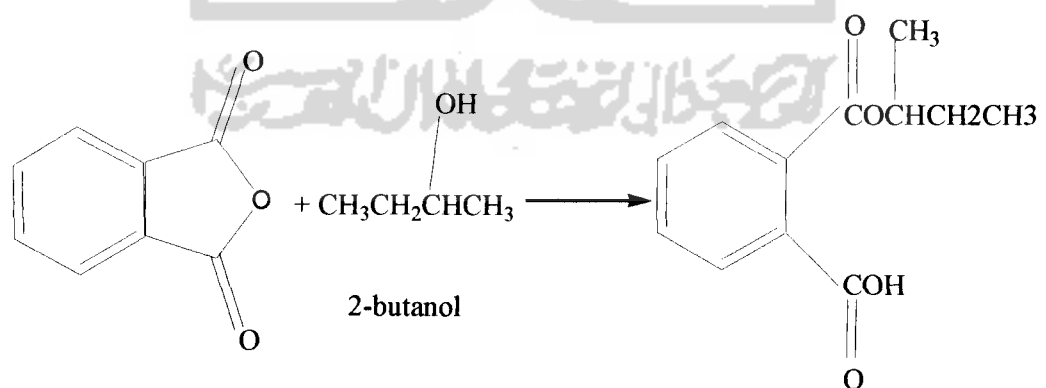
Secara umum reaksi anhidrida asam dengan alkohol:



mekanismenya:



contoh reaksi :



Anhidrida asam ftalat

2-butil hidrogen ftalat (97%)

(Fessenden,1982)

3.4 Kromatografi

Kromatografi merupakan suatu metode pemisahan senyawa antara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Pemisahan diantara fasa diam dan fasa gerak terjadi bila campuran molekul terserap pada permukaan partikel dan dalam celah antar partikel atau terpartisi kedalam sejumlah cairan yang terikat pada permukaan pori. Laju perpindahan komponen dalam sampel didalam kolom atau lapis tipis dipengaruhi oleh fasa diam dan fasa gerak (Khopkar, 1985).

Semua pemisahan dengan kromatografi tergantung pada kenyataan bahwa senyawa-senyawa yang dipisahkan terdistribusi sendiri diantara fasa-fasa bergerak dan tetap dalam perbandingan yang sangat berbeda-beda dari satu senyawa terhadap senyawa yang lain (Sastrohamidjojo, 2002).

3.4.1 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi lapis tipis ialah metode pemisahan fisikokimia. Lapisan yang memisahkan terdiri atas bahan berbutir-butir (fase diam), ditempatkan pada penyangga berupa pelat gelas, logam atau lapisan yang cocok. Campuran yang akan dipisah berupa larutan ditotolkan berupa bercak atau pita (awal). Setelah pelat atau lapisan ditaruh didalam bejana tertutup rapat yang berisi larutan pengembang yang cocok (fase gerak), pemisahan terjadi selama perambatan kapiler (pengembangan) selanjutnya senyawa yang tidak berwarna harus ditampakkan (dideteksi) (Stahl,1985).

Kromatografi lapis tipis merupakan salah satu jenis kromatografi serapan (padat-cair), dimana fasa diamnya dilapiskan pada suatu plat pendukung. Plat pendukung dapat berupa kaca, plastik atau kertas aluminium. Sebagai pengikat pada plat pendukung biasanya digunakan kalsium sulfat yang dikenal dengan silika gel G.

Beberapa keuntungan metode kromatografi lapis tipis dengan kromatografi lain adalah :

1. Pelarut yang digunakan hanya sedikit
2. Polaritas pelarut dapat diubah dengan mudah
3. Proses pemisahan hanya memerlukan waktu yang singkat

Identifikasi senyawa yang terpisah pada lapis tipis dilakukan dengan pereaksi lokasi kimia dan reaksi-reaksi warna. Identifikasi yang umum digunakan adalah harga R_f , yang didefinisikan sebagai berikut :

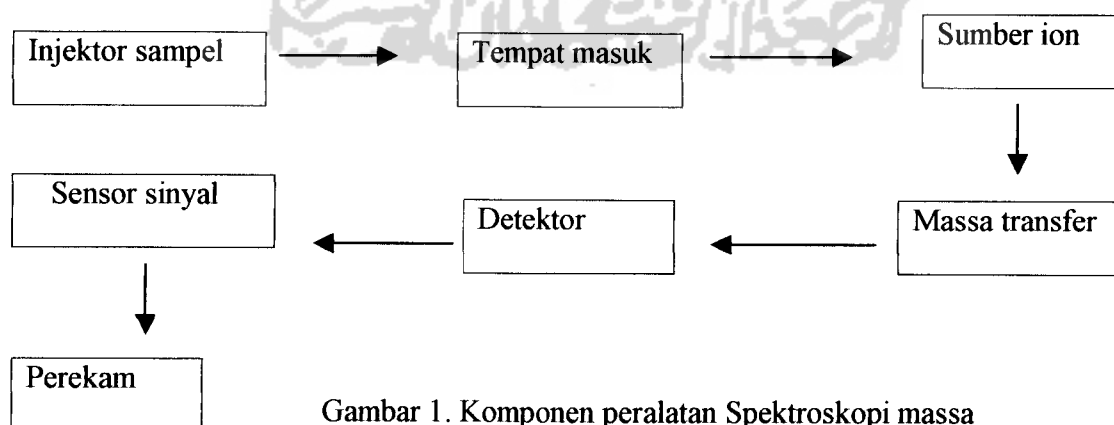
$$\text{Harga } R_f = \frac{\text{Jarak yang digerakkan oleh senyawa dari titik asal}}{\text{jarak yang digerakkan oleh pelarut dari titik asal.}}$$

Harga R_f untuk senyawa-senyawa murni dapat dibandingkan dengan harga R_f standar. Untuk membandingkan harga R_f suatu senyawa yang tidak diketahui dibuat noda untuk tiap senyawa pada plat KLT. Noda yang telah kering dikembangkan pada pelarut yang sesuai untuk memisahkan komponen campuran. Identitas senyawa yang tidak diketahui dapat disimpulkan dengan melihat harga R_f (Sastrohamidjojo, 2002)

Ion-ion molekuler, ion-ion pecahan dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh pembelokan dalam medan magnet yang dapat berubah sesuai dengan massa dan muatan mereka, dan menimbulkan arus (ion arus) pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatif mereka. Spektrum massa adalah merupakan gambar antara limpahan relatif lawan perbandingan massa/muatan (m/e). Spektrometer massa adalah suatu teknik analisis yang mendasarkan pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dengan muatan dan pengukuran intensitas dari berkas ion-ion tersebut (Sastrohamidjojo, 2001).

3.5.1 Instrumentasi spektrometer massa

Spektrum massa minimal terdiri dari tempat menginjeksi sampel, ruangan pengion, pengumpulan ion, penguat sinyal dan pencatat. Fungsi dari penganalisis massa adalah menguraikan partikel-partikel (seperti prisma atau monokromator pada spektrometer) (Khopkar, 1990).



Gambar 1. Komponen peralatan Spektroskopi massa

Dalam membicarakan dasar-dasar dari spektrometri massa, pertama-pertama harus mengetahui cara pemasukan beberapa mikrogram uap cuplikan kedalam sistem pengurangan tekanan tinggi (kira-kira 10^{-6} mmHg) dari spektrometer. Uap kemudian dialirkan melalui celah A ke dalam kamar ion dimana ia ditembak dengan seberkas elektron yang dipercepat dari suatu filamen, biasanya dengan tenaga sekitar 70 eV.

Berbagai ion positif dihasilkan oleh elektron yang menumbuk molekul, kemudian dipercepat melalui celah yang kedua dengan potensial penolakan yang diberikan diantara A dan B. Akhirnya potensial pemercepat yang besar (kira-kira 8 kv) yang ditempatkan antara B dan C memungkinkan ion-ion positif berjalan dengan kecepatan yang tinggi masuk ke dalam bagian penganalisa spektrometer massa, dimana mereka akan dipisahkan sesuai dengan perbedaan-perbedaan m/e mereka (Sastrohamidjojo, 2001).

3.5.2 Fragmentasi

Sangat berguna untuk mengetahui kejadian-kejadian dimana elektro-elektron bertumbukan dengan sumber ion pada saat energi dinaikkan. Mula-mula potensial berkisar antara 8-12 eV dimana ion-ion mulai terbentuk. Ion ini dikenel dengan ion molecular atau ion induk, dengan naiknya potensial ikatan-ikatan maka ion induk akan terfragmentasi lebih lanjut. Biasanya spektrometer massa dioperasikan pada 70 eV, suatu nilai yang cukup untuk memecahkan semua ikatan. Setiap komponen memberikan rangkaian fragmentasi yang spesifik dan disebut sebagai pola

fragmentasi. Pola fragmentasi merupakan deretan garis puncak-puncak yang kelimpahannya kecil disebut puncak isotop (Khopkar, 1990).

Dalam fragmentasi, fragmentasi mudah dimengerti dengan pengertian pergeseran elektron dengan konsep stabilisasi muatan oleh induksi dan resonansi. Pemecahan ion molekular (atau setiap elektron ganjil) dapat terjadi oleh pemutusan ikatan dengan dua cara yaitu heterolitik dan homolitik. Pemutusan heterolitik dinyatakan dengan anak panah \curvearrowright untuk menyatakan perpindahan sepasang elektron. Pemutusan homolitik dinyatakan dengan anak panah \curvearrowleft untuk menyatakan perpindahan elektron tunggal (Sastrohamidjojo, 2001).

3.6 Hipotesis

Berdasarkan uraian dari latar belakang, tinjauan pustaka dan dasar teori maka dapat disusun hipotesis sebagai berikut:

1. Anhidrida ftalat direaksikan dengan n-amil alkohol dalam suasana asam merupakan reaksi reversibel dan pada pembentukan produk akhir, reaksi esterifikasi anhidrida mempunyai dua tingkatan, pertama dibentuk dengan n-amil alkohol. Pada tahap pertama anhidrida ftalat bereaksi dengan n-amil alkohol membentuk mono-amil ftalat. Kemudian pada tahap kedua mono-amil ftalat yang terbentuk pada tahap pertama akan menjadi di-amil ftalat.
2. Reaksi antara anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam dapat menghasilkan suatu produk akhir yaitu di-amil ftalat.

BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat yang digunakan dalam penelitian sebagai berikut:

- | | |
|---------------------|-----------------------------------|
| 1. Labu leher tiga | 11. Pipa kapiler |
| 2. Pendingin bulat | 12. Plat silika |
| 3. Termometer 110°C | 13. Kertas pH |
| 4. Magnet stirrer | 14. Satu set alat destilasi vakum |
| 5. Pemanas stirrer | 15. Batu didih |
| 6. Pipet tetes | 16. Kertas saring |
| 7. Labu ukur | 17. GC-MS SHIMADZU QP- 5000 |
| 8. Erlenmeyer | |
| 9. Corong pisah | |
| 10. Kaca arloji | |

4.1.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian sebagai berikut:

- | | |
|---|---|
| 1. Anhidrida asam ftalat E Merck | 6. Akuades |
| 2. Amil alkohol E Merck | 7. Na ₂ SO ₄ anhidrat E Merck |
| 3. H ₂ SO ₄ pekat E Merck | |
| 4. Metanol E Merck | |
| 5. Diklorometan E merck | |

4.2 Cara Kerja

Asam ftalat ditimbang sebanyak 3,32 g (0,02 mol) dicampur dengan amil alkohol 10 ml (0,09 mol) dimasukkan dalam labu leher tiga dan direfluk dengan menggunakan pemanas stirer dan ditambahkan katalis asam, dimana katalis asam yang dipakai yaitu H_2SO_4 sebanyak 3 tetes, selama pemanasan juga diaduk dengan magnet stirrer sampai larut dengan pemanasan menggunakan suhu $> 100^\circ C$. Setelah larut kemudian dipanaskan lagi dan setiap satu jam sekali larutan ditotolkan pada plat silika untuk dilakukan KLT. Eluen yang digunakan adalah metanol: diklorometan (1ml : 5 ml), ini dilakukan setiap satu jam sekali sampai asamnya sudah bereaksi dengan n-amil alkohol. Standar yang digunakan adalah anhidrida ftalat yang dilarutkan dengan eluen yang digunakan untuk KLT. Setelah dilakukan KLT hasil yang didapat dilihat nodanya dengan menggunakan sinar UV.

Langkah selanjutnya, setelah diketahui asam memisah dari larutan dilakukan pemisahan lagi menggunakan corong pisah. Cara kerjanya larutan yang telah direfluk dan diKLT, dimasukkan dalam corong pisah dan dicuci dengan akuades 5 ml sebanyak 3 kali, dilakukan sampai larutan netral yaitu pada pH 7, kemudian lapisan atas (lapisan organik) dikeringkan dengan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat kemudian disaring dan hasil penyaringan didestilasi vakum, hasil dari destilasi vakum yaitu residunya dianalisis menggunakan kromatografi gas dan kromatografi gas-spektrometer massa.

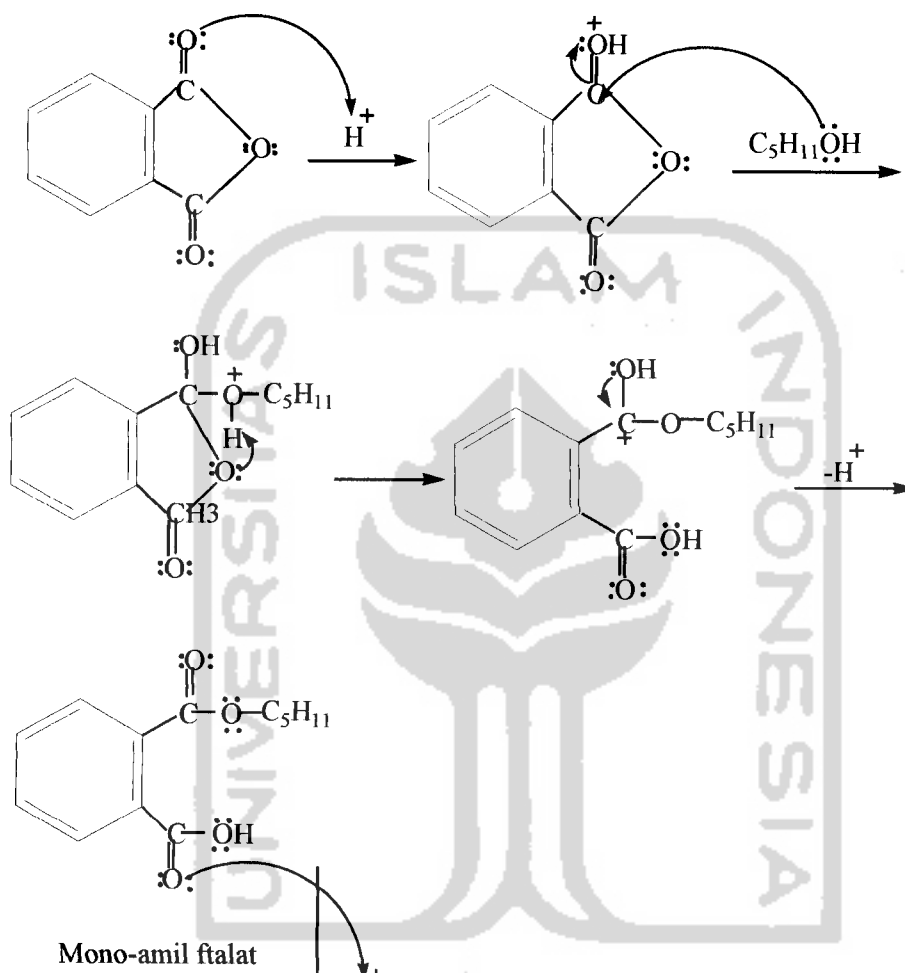


BAB V

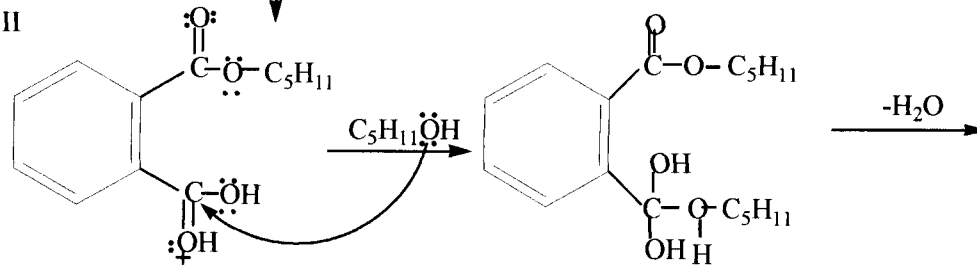
HASIL DAN PEMBAHASAN

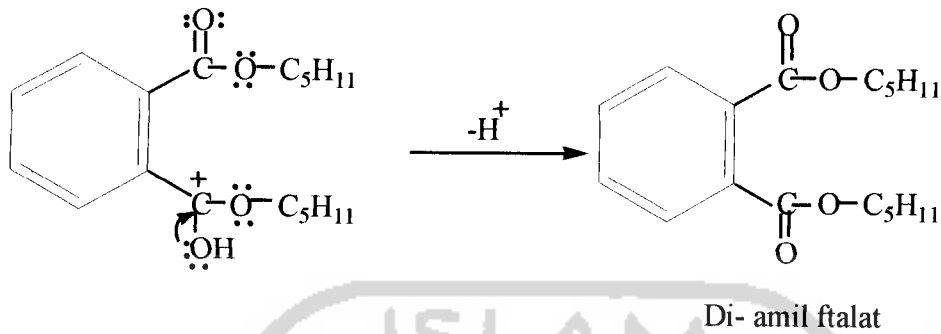
Pada penelitian ini yaitu studi reaksi anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam, pada dasarnya penelitian ini untuk mengetahui produk yang akan dihasilkan dari reaksi antara anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol, dimana digunakan reaksi esterifikasi. Pada reaksi esterifikasi ini ditambahkan katalis asam (H_2SO_4) tujuannya untuk mempercepat reaksi, karena reaksi esterifikasi tanpa adanya katalis akan berjalan lambat. Selain dengan penambahan katalis untuk mempercepat reaksi juga digunakan suhu yang tinggi, suhu yang digunakan yaitu di atas $100^{\circ}C$. Selama reaksi esterifikasi ini berlangsung setiap satu jam sekali dilakukan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) dan noda dilihat menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang yang digunakan 254 nm. KLT ini dilakukan untuk mengetahui perkembangan reaksi antara anhidrida ftalat dengan alkohol dalam membentuk ester. Proses ini berlangsung selama 6 jam dengan suhu di atas $100^{\circ}C$. Proses reaksi esterifikasi anhidrida mempunyai dua tingkatan, pertama dibentuk dengan n-amil alkohol, dimana pada tahap pertama ini, sangat cepat membentuk separuh ester, yaitu satu mol anhidrida ftalat bereaksi dengan satu mol n-amil alkohol membentuk mono-amil ftalat. Kemudian pada tahap kedua mono-amil ftalat yang terbentuk pada tahap pertama akan menjadi di-amil ftalat dengan melepaskan satu mol H_2O . Reaksi yang terjadi :

Tahap I



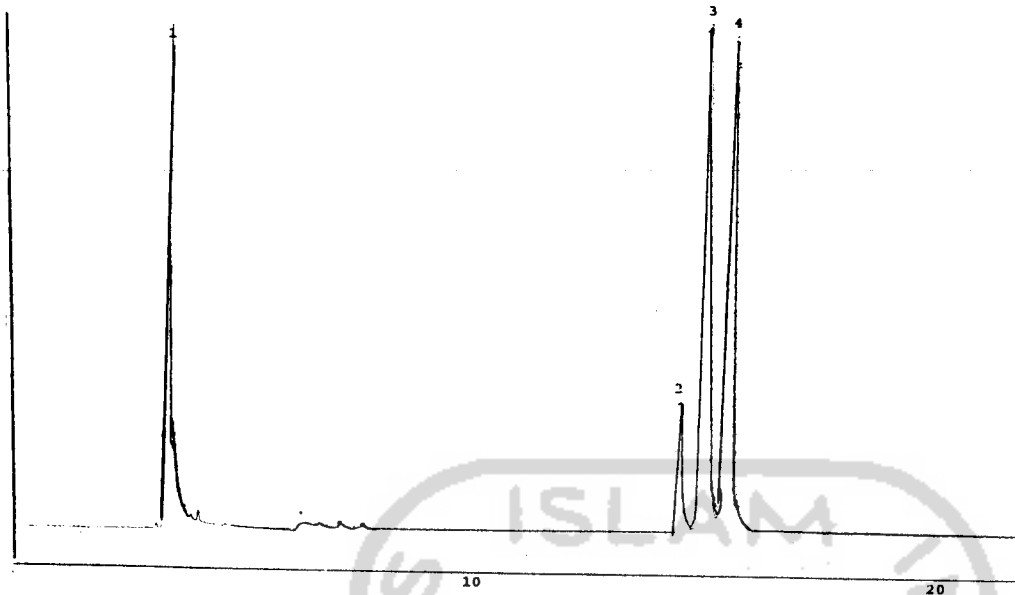
Tahap II





Langkah selanjutnya, setelah dilakukan KLT larutan yang dihasilkan dimasukkan dalam corong pisah dan larutan dicuci dengan akuades sebanyak 5 ml sampai akuades mempunyai pH netral. Hal ini dilakukan untuk mengetahui bahwa larutan sudah tidak mengandung asam di dalamnya. Kemudian larutan dikeringkan dengan menambahkan Na_2SO_4 anhidrat, tujuannya untuk mengikat air yang masih tersisa dalam larutan dan disaring. Kemudian dilakukan destilasi vakum untuk memisahkan pelarut-pelarut yang masih bercampur dengan larutan. Residu yang didapat kemudian ditimbang dan diperoleh hasil sebanyak 4,1 g sehingga rendemen yang didapat sebanyak 0,67%, kemudian dianalisis dengan menggunakan GC dan GC-MS.

Kromatografi gas digunakan karena cepat, pengoperasiannya sederhana, sensitif, analisis kualitatif-kuantitatif dan keterulangan tinggi. Pada analisis kromatografi gas ini dapat menentukan analisis kualitatif dan kuantitatif, kromatogram disajikan pada gambar 2 :



Gambar 2. kromatogram hasil kromatografi gas

Tabel 2. Data hasil kromatografi gas

Peak No	Time menit	Area	Height MV	Conc
1	3.404	1917458	301181	20.5807
2	14.395	670146	77325	7.1929
3	14.990	3136268	301340	33.6626
4	15.544	3592912	191578	38.5639
Jumlah		9316784	972424	100.0000

Secara kualitatif waktu retensi yang berbeda menunjukkan senyawa yang berbeda, berarti dapat dibaca pula bahwa setiap puncak yang muncul menunjukkan senyawa yang berbeda juga. Pada kromatogram di atas terdapat empat puncak yang muncul, ini berarti ada empat senyawa yang berbeda yang terkandung dalam sampel. Secara kuantitatif ketinggian atau luas puncak menyatakan kuantitas (%) senyawa.

Berarti dapat diketahui bahwa analisis kuantitatif ditunjukkan dengan luas area, semakin besar area maka semakin besar pula konsentrasinya.

Kromatografi gas tidak dapat mengidentifikasi tiap-tiap puncak yang ada pada kromatogram, oleh karena itu perlu dilakukan analisis menggunakan GC-MS. Sedangkan untuk analisis kuantitatif, analisis ini dapat digunakan untuk analisis campuran, baik senyawa organik maupun anorganik yang bertekanan uap rendah. Spektrometer massa akan memberikan hasil yang lebih baik jika dikombinasikan dengan GC, oleh karena itu GC-MS digunakan dalam penelitian ini.

Analisis dengan menggunakan kromatografi gas – spektrometer massa dimaksudkan untuk mengetahui berat molekul senyawa, dalam penentuan struktur senyawa yang terdapat dalam sampel melalui kromatografi gas – spektrometer massa. Kondisi parameter kromatografi gas yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

Temperatur injektor: 300°C

Temperatur kolom: 300°C

Panjang kolom : 25 m

Diameter kolom : 0,25 mm

Pada penelitian ini dihasilkan 10 puncak, hal ini dapat dilihat dari spektra yang disajikan pada gambar 3 :

KLT terutama berguna untuk tujuan berikut :

1. Mencari pelarut untuk kromatografi kolom
2. Analisis fraksi yang diperoleh dari kromatografi kolom
3. Menyigi arah atau perkembangan reaksi seperti hidrolisis / metilasi
4. Prediksi identifikasi
5. Isolasi skala kecil

(Markham, 1988)

3.4.2 Kromatografi gas

Kromatografi gas merupakan metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen – komponennya diantara fasa gerak dan fasa diam. Fasa gerak berupa gas yang stabil sedang fasa diam bisa zat padat atau zat cair yang sukar menguap (Hendayana, 1994). Pada kromatografi gas-cair (fasa diam yang digunakan adalah cairan), dimana mempunyai syarat yaitu:

1. Tidak mudah menguap
2. Inert dan stabil
3. Sangat kental
4. Tersebar dan terikat pada padatan pendukung
5. Larut dalam pelarut organik

Jenis fasa diam ada tiga yaitu: polar, semipolar dan nonpolar.

Tabel 1. Dasar pemisahan mengikuti kaidah “ Like dissolves like”

Senyawa	Fasa diam	Kelarutan
Polar	Polar	Larut
Non- polar	Non-polar	Larut
Polar	Non-polar	Tidak larut
Non-polar	Polar	Tidak larut

(Sastrohamidjojo, 2003)

Metode ini sangat cepat bekerjanya dalam waktu beberapa detik dapat memisahkan secara sempurna. Kromatografi gas dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif senyawa organik. Cuplikan dalam bentuk uap dibawa oleh aliran gas ke dalam kolom pemisah, hasil pemisahan dapat dianalisis dari kromatogram. Kromatogram adalah kurva yang diperoleh dari pengukuran kromatografi. Alat yang digunakan untuk percobaan ini adalah kromatograf. Jumlah (Hendayana, 1994). Kromatografi gas dapat digunakan sebagai alat analisis kuantitatif dengan cara menghitung luas masing-masing puncak, sehingga akan diperoleh kadar komponen- komponen yang ada dalam sampel tersebut dengan membandingkan luas puncak pembanding. Kromatografi gas juga dapat digunakan untuk alat analisis kualitatif untuk memperoleh identitas senyawa dengan cara

membandingkan waktu retensi sampel yang dianalisis dengan waktu retensi dari senyawa pembanding (Sastrohamidjojo.2001).

3.4.2.1 Instrumentasi kromatografi gas

1. Gas pembawa

Gas pembawa berfungsi sebagai pelarut (eluen), yang harus stabil secara kimia, misalnya helium argon, nitrogen dan hydrogen, helium paling banyak digunakan. Kecepatan mengalir diatur oleh pengatur tekanan.

2. Sistem pemasukan cuplikan

Cuplikan yang dimasukkan bisa berupa cairan, padatan, atau gas, asalkan cuplikan mudah menguap pada suhu ditempat masukan cuplikan. Senyawa anorganik yang sukar menguap dapat diubah menjadi zat yang mudah menguap dengan mereaksikannya dengan zat lain. Cuplikan berupa cairan disuntikkan ke dalam tempat masukan cuplikan. Permulaan kolom yang suhunya 50°C, jumlah cuplikan yang dimasukkan berkisar antara beberapa perpeuluhan mikroliter sampai 20 µl. Kolom kapiler memerlukan cuplikan jauh lebih kecil (10 µl).

3. Kolom

Kolom merupakan tempat berlangsungnya pemisahan komponen campuran. Kolom berupa tabung gelas atau logam (stainless steel, tembaga atau alumunium) dengan panjang 2 –3 m dan garis tengah dalam 2 – 4 mm. Fasa diam berupa cairan

sukar menguap dan stabil secara kimia, diletakkan pada partikelzkat padat penahan di dalam kolom. Proses pemisahan komponen-komponen terjadi di kolom.

4. Termostat

Suhu kolom adalah variable penting yang harus dikontrol hingga beberapa perpuluhan derajat pada pengerjaan yang perlu teliti. Suhu kolom optimum bergantung pada titik didih cuplikan dan derajat pemisahan yang diperlukan. Kolom biasanya disimpan di dalam termostat.

5. Detektor

Detektor yang digunakan pada sistem kromatografi gas - spektrometri massa harus stabil dan tidak merusak senyawa yang dideteksi, yang berfungsi sebagai detektor adalah spektrometri massa itu sendiri dari sistem ionisasi dan sistem analisis.

Alat ini akan mendeteksi komponen- komponen yang meninggalkan kolom.

6. Recorder

Bagian alat ini akan mencetak hasil percobaan pada lembaran kertas berupa kumpulan puncak yang disebut kromatogram (Hendayana,1994).

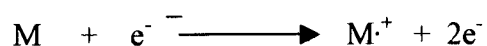
Pengaruh suhu, ada tiga tempat dalam kromatografi dimana suhu harus dikontrol yaitu:

1. Suhu injeksi menentukan kecepatan cuplikan diuapkan. Tempat injeksi diatur pada suhu agak tinggi, untuk cuplikan yang tidak terurai kena, biasanya sekitar 50°C di atas titik didihnya. Hal ini diperlukan supaya semakin cepat cupllikan masuk ke dalam kolom dalam volume sangat kecil.

2. Detektor harus cukup panas sehingga penyusun panas menurun sesuai dengan penurunan suhu, sehingga suhu optimum dipilih sedikit diatas suhu kolom.
3. Suhu kolom itu sendiri merupakan faktor penting yang menentukan retensi dan resolusi. Pada suhu tinggi senyawa-senyawa yang dipisahkan akan cenderung ke fasa gas karena penurunan kelarutan. Senyawa-senyawa akan keluar cepat dan berhimpitan- resolusi jelek. Pada suhu rendah, senyawa-senyawa itu cenderung lebih senang ke fasa cair, akan terelusi lambat dan biasanya resolusi menjadi lebih baik (Sudjadi, 1986).

3.5 Spektroskopi Massa

Spektroskopi massa seringkali digabung dengan kromatografi gas cair sehingga dengan sekali kerja memperoleh hasil identifikasi kualitatif dan kuantitatif dari sejumlah komponen yang strukturnya rumit (Harborne, 1987). Dalam spektroskopi massa, molekul-molekul ditembak berkas elektron berenergi tinggi dan hasilnya direkam sebagai spektrum dari pecahan-pecahan (fragmen) ion bermuatan positif. Jika suatu molekul ditembak dengan elektron berenergi tinggi maka akan dihasilkan suatu ion molekular atau kation radikal.

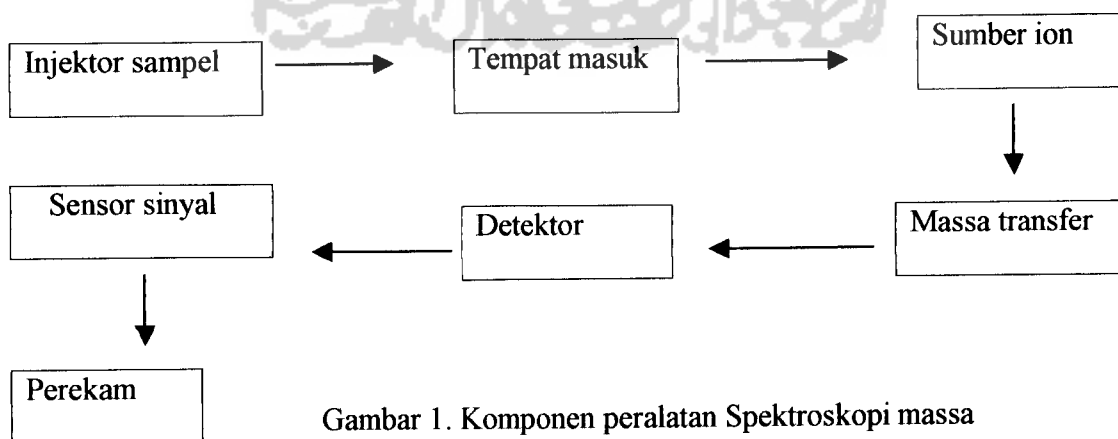


Ion molekular tidak hanya berupa kation tapi juga suatu radikal karena berisi sejumlah elektron ganjil (Nur, 1989).

Ion-ion molekuler, ion-ion pecahan dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh pembelokan dalam medan magnet yang dapat berubah sesuai dengan massa dan muatan mereka, dan menimbulkan arus (ion arus) pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatif mereka. Spektrum massa adalah merupakan gambar antara limpahan relatif lawan perbandingan massa/muatan (m/e). Spektrometer massa adalah suatu teknik analisis yang mendasarkan pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dengan muatan dan pengukuran intensitas dari berkas ion-ion tersebut (Sastrohamidjojo, 2001).

3.5.1 Instrumentasi spektrometer massa

Spektrum massa minimal terdiri dari tempat menginjeksi sampel, ruangan pengion, pengumpulan ion, penguat sinyal dan pencatat. Fungsi dari penganalisis massa adalah menguraikan partikel-partikel (seperti prisma atau monokromator pada spektrometer) (Khopkar, 1990).



Gambar 1. Komponen peralatan Spektroskopi massa

Dalam membicarakan dasar-dasar dari spektrometri massa, pertama-pertama harus mengetahui cara pemasukan beberapa mikrogram uap cuplikan kedalam sistem pengurangan tekanan tinggi (kira-kira 10^{-6} mmHg) dari spektrometer. Uap kemudian dialirkan melalui celah A ke dalam kamar ion dimana ia ditembak dengan seberkas elektron yang dipercepat dari suatu filamen, biasanya dengan tenaga sekitar 70 eV.

Berbagai ion positif dihasilkan oleh elektron yang menumbuk molekul, kemudian dipercepat melalui celah yang kedua dengan potensial penolakan yang diberikan diantara A dan B. Akhirnya potensial pemercepat yang besar (kira-kira 8 kv) yang ditempatkan antara B dan C memungkinkan ion-ion positif berjalan dengan kecepatan yang tinggi masuk ke dalam bagian penganalisa spektrometer massa, dimana mereka akan dipisahkan sesuai dengan perbedaan-perbedaan m/e mereka (Sastrohamidjojo, 2001).

3.5.2 Fragmentasi

Sangat berguna untuk mengetahui kejadian-kejadian dimana elektro-elektron bertumbukan dengan sumber ion pada saat energi dinaikkan. Mula-mula potensial berkisar antara 8-12 eV dimana ion-ion mulai terbentuk. Ion ini dikenel dengan ion molecular atau ion induk, dengan naiknya potensial ikatan-ikatan maka ion induk akan terfragmentasi lebih lanjut. Biasanya spektrometer massa dioperasikan pada 70 eV, suatu nilai yang cukup untuk memecahkan semua ikatan. Setiap komponen memberikan rangkaian fragmentasi yang spesifik dan disebut sebagai pola

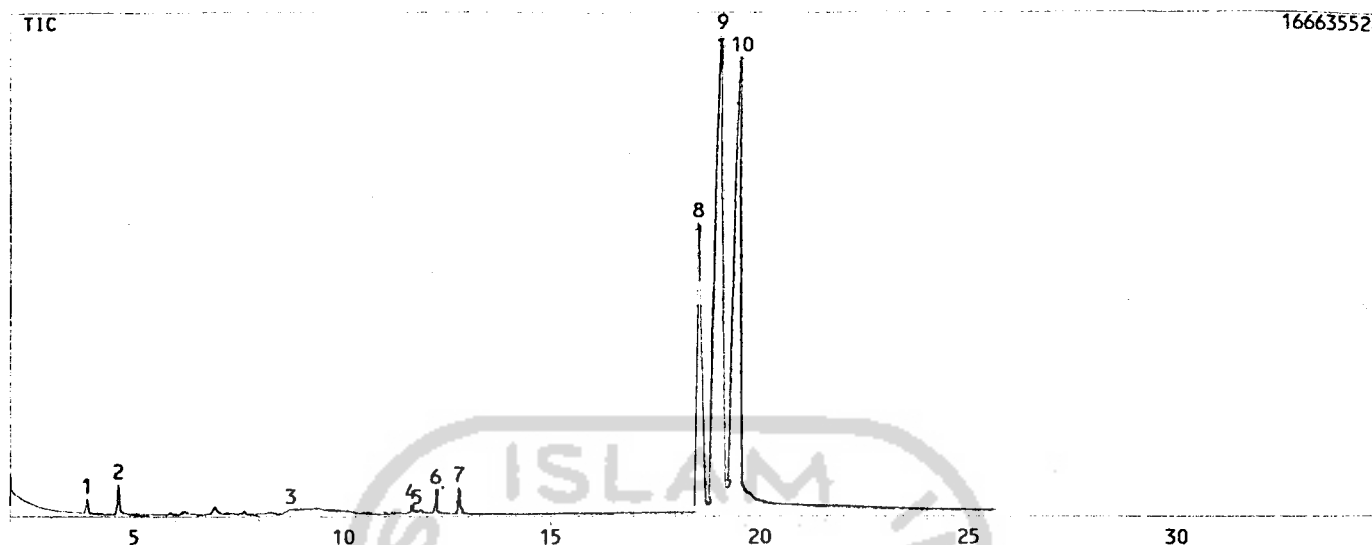
fragmentasi. Pola fragmentasi merupakan deretan garis puncak-puncak yang kelimpahannya kecil disebut puncak isotop (Khopkar,1990).

Dalam fragmentasi, fragmentasi mudah dimengerti dengan pengertian pergeseran elektron dengan konsep stabilisasi muatan oleh induksi dan resonansi. Pemecahan ion molekular (atau setiap elektron ganjil) dapat terjadi oleh pemutusan ikatan dengan dua cara yaitu heterolitik dan homolitik. Pemutusan heterolitik dinyatakan dengan anak panah \curvearrowright untuk menyatakan perpindahan sepasang elektron. Pemutusan homolitik dinyatakan dengan anak panah \curvearrowleft untuk menyatakan perpindahan elektron tunggal (Sastrohamidjojo, 2001).

3.6 Hipotesis

Berdasarkan uraian dari latar belakang, tinjauan pustaka dan dasar teori maka dapat disusun hipotesis sebagai berikut:

1. Anhidrida ftalat direaksikan dengan n-amil alkohol dalam suasana asam merupakan reaksi reversibel dan pada pembentukan produk akhir, reaksi esterifikasi anhidrida mempunyai dua tingkatan, pertama dibentuk dengan n-amil alkohol. Pada tahap pertama anhidrida ftalat bereaksi dengan n-amil alkohol membentuk mono-amil ftalat. Kemudian pada tahap kedua mono-amil ftalat yang terbentuk pada tahap pertama akan menjadi di-amil ftalat.
2. Reaksi antara anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol dalam suasana asam dapat menghasilkan suatu produk akhir yaitu di-amil ftalat.



Gambar 3. Kromatogram hasil kromatografi gas

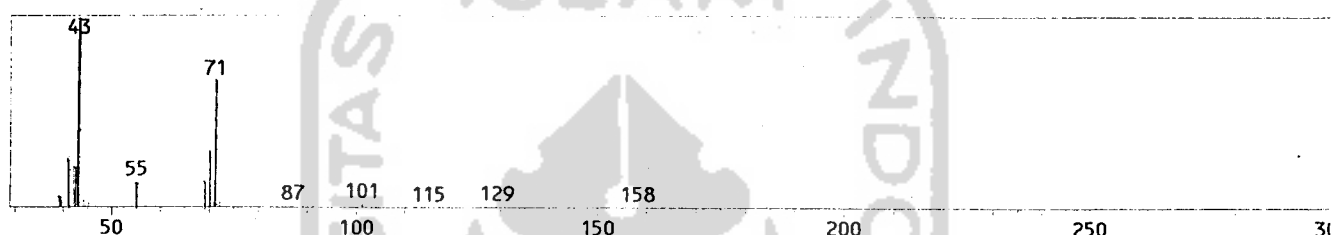
Tabel 3. Data hasil kromatografi gas

PKNO	R.Time	I.Time -F. Time	Area	Height	A/H(sec)	%Total
1	3.852	3.775 - 4.025	14373340	4567979	3.147	0,3
2	4.616	4.508 - 4.808	34202578	9488208	3.605	0.71
3	8.758	8.558 - 11.525	147405695	1365781	107.928	3.05
4	11.612	11.525 - 11.708	7991524	2608128	3.064	0.17
5	11.775	11.707 - 11.975	5271201	1101434	4.786	0.11
6	12.210	12.092 - 12.358	20027884	6972061	2.873	0.41
7	12.769	12.658 - 12.925	18246486	8004033	2.280	0.38
8	18.537	18.392 - 18.825	739155778	93726678	7.886	15.30
9	19.125	18.825 - 19.275	1936153878	131592621	14.713	40.07
10	19.575	19.275 - 20.040	1908633777	130430270	14.633	39.50
Total			4831462141			100.00

Tabel 4. Data yang dianalisis dengan spectrometer massa

PKNO	R.Time	I.Time -F. Time	Area	Height	A/H(sec)	%Total
1	4.616	4.508 - 4.808	34202578	9488208	3.605	0.71
2	8.758	8.558 - 11.525	147405695	1365781	107.928	3.05
3	18.537	18.392 - 18.825	739155778	93726678	7.886	15.30
4	19.125	18.825 - 19.275	1936153878	131592621	14.713	40.07
5	19.575	19.275 - 20.040	1908633777	130430270	14.633	39.50
Total			4831462141			100.00

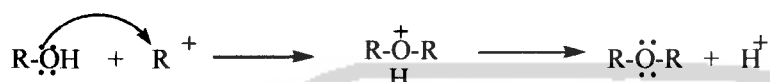
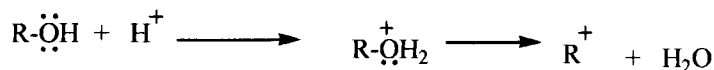
Spektra massa puncak 2 pada waktu retensi 4.62 dapat diperkirakan bahwa senyawa di-n-amil eter atau di-n-pentil eter, mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{22}O$. Senyawa ini mempunyai massa untuk ion molekuler $m/z = 158$, hal ini dapat dilihat dari spektra yang disajikan pada gambar 4:



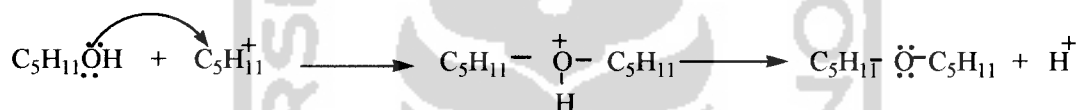
Gambar 4. Spektra massa puncak 2

Pada puncak 2 ini dihasilkan senyawa di-n-amil eter disebabkan karena bila suatu alkohol direaksikan H_2SO_4 , berlangsung sederetan reaksi reversibel. Produk mana yang lebih melimpah bergantung pada struktur alkohol, konsentrasi relatif pereaksi-pereaksi dan temperatur campuran reaksi. Pada umumnya alkohol primer menghasilkan eter pada temperatur sedang (Fessenden, 1982), dimana reaksi yang terjadi sebagai berikut:

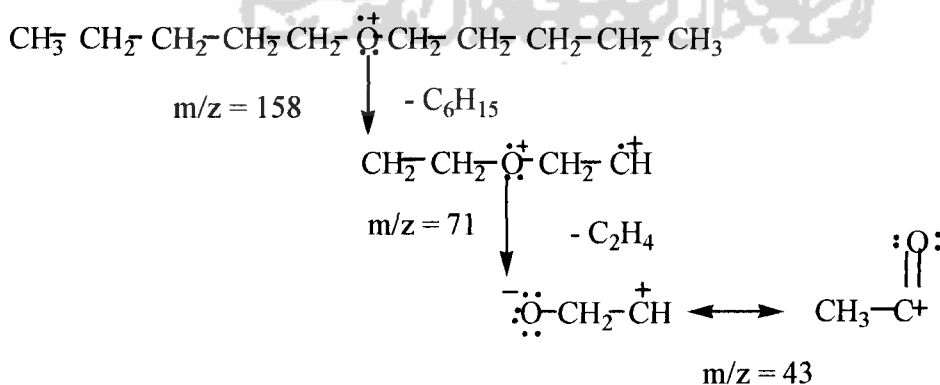
Mekanisme umum:



Reaksi yang terjadi:

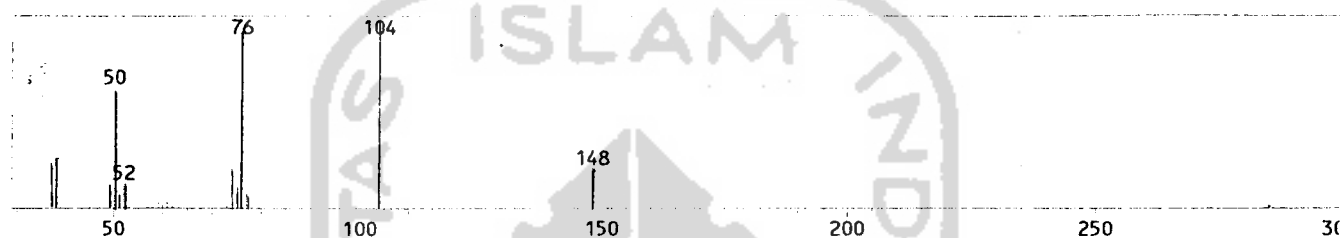


Pada puncak 2 ini dihasilkan senyawa di- n- amil eter, seperti diterangkan diatas karena pada penelitian ini digunakan n-amil alkohol sehingga sesuai dengan literature bahwa alkohol primer atau alkohol rantai lurus pada temperatur sedang akan membentuk eter, ini terbukti dengan hasil yang didapat. Senyawa ini mengalami fragmentasi, dimana fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 5 :



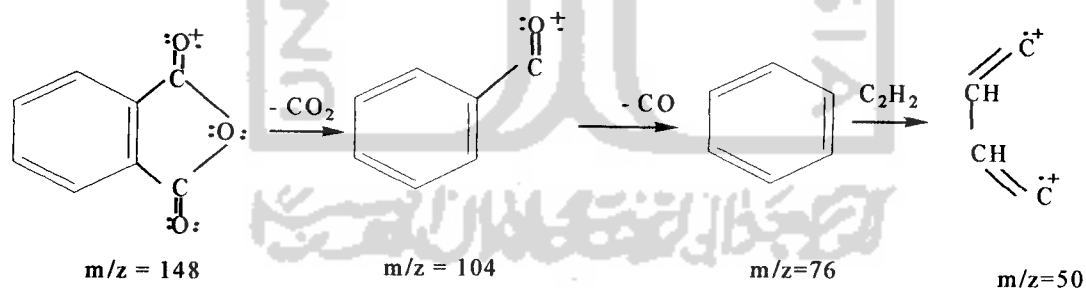
Gambar 5. Fragmentasi senyawa puncak 2

Spektra massa puncak 3 pada waktu retensi 8.79 dapat diperkirakan bahwa senyawa 1,3 – isobenzofurandion atau anhidrida ftalat, mempunyai rumus molekul $C_8H_4O_3$. Senyawa ini mempunyai massa untuk ion molekuler $m/z = 148$, hal ini dapat dilihat pada spektra massa disajikan pada gambar 6:



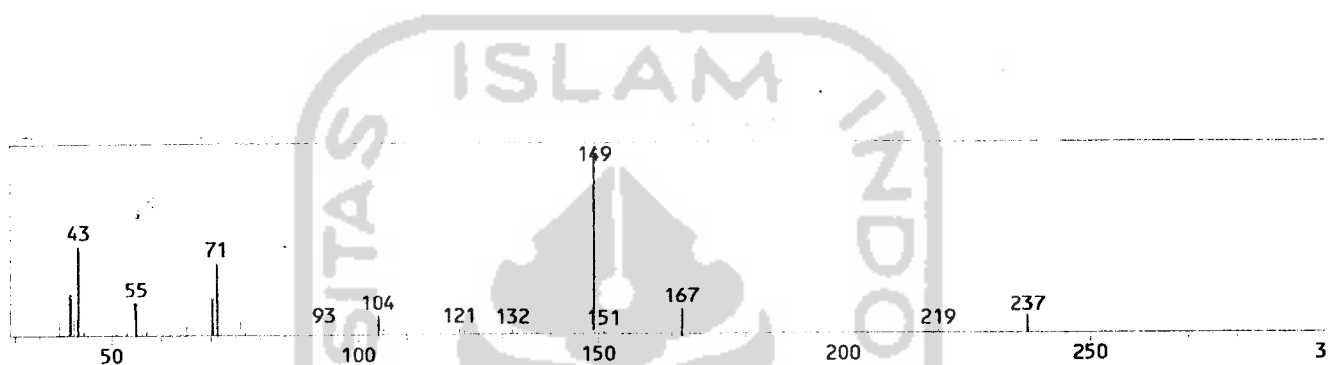
Gambar 6. Spektra massa puncak 3

Pada senyawa puncak 3 ini dihasilkan senyawa anhidrida ftalat, senyawa ini merupakan bahan utama dalam penelitian ini. Anhidrida ftalat mengalami fragmentasi, dimana fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 7 :



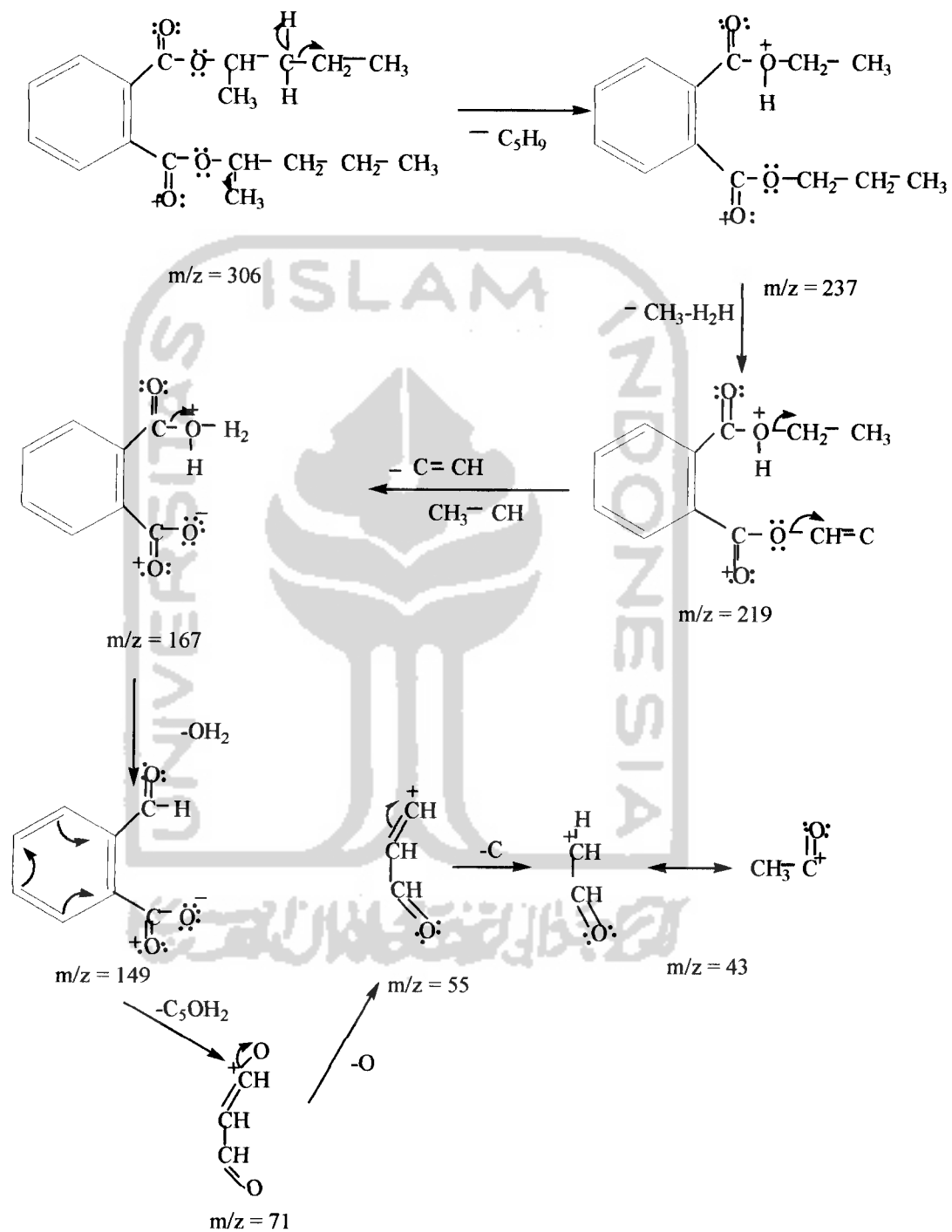
Gambar 7. Fragmentasi senyawa puncak 3

Spektra massa puncak 8 pada waktu retensi 18.54 dapat diperkirakan bahwa senyawa di-isopentil ftalat, mempunyai rumus molekul $C_{18}H_{26}O_4$. Senyawa ini mempunyai massa untuk ion molekuler $m/z = 237$, hal ini dapat dilihat pada spektra massa disajikan pada gambar 8 :



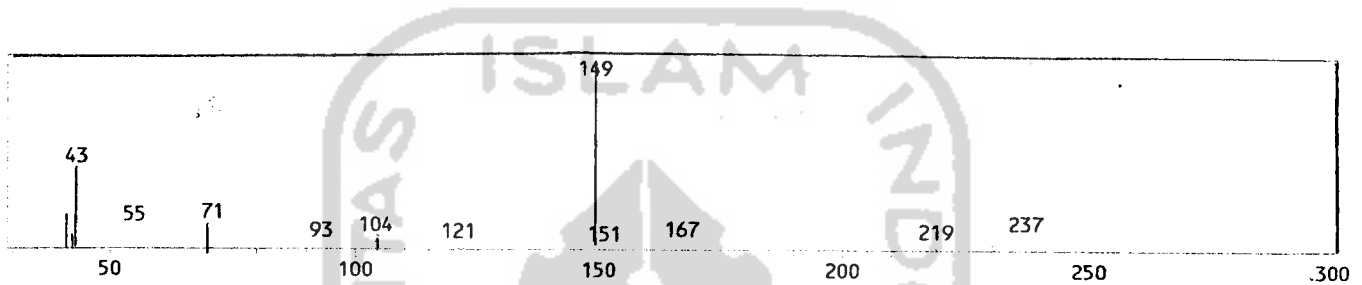
Gambar 8. Spektra massa puncak 8

Pada senyawa puncak 8 ini didapatkan senyawa di- isopentil ftalat ini merupakan produk dalam penelitian ini yaitu suatu ester ftalat dimana ini merupakan hasil reaksi esterifikasi antara anhidrida ftalat dengan n- amil alkohol. Senyawa ini mempunyai titik didih $225^{\circ}C$, berat jenis 1,028, tidak larut dalam air, larut dalam pelarut organik, tidak berbau dan tidak berwarna. Senyawa ini mengalami fragmentasi atau pemecahan, fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 9:



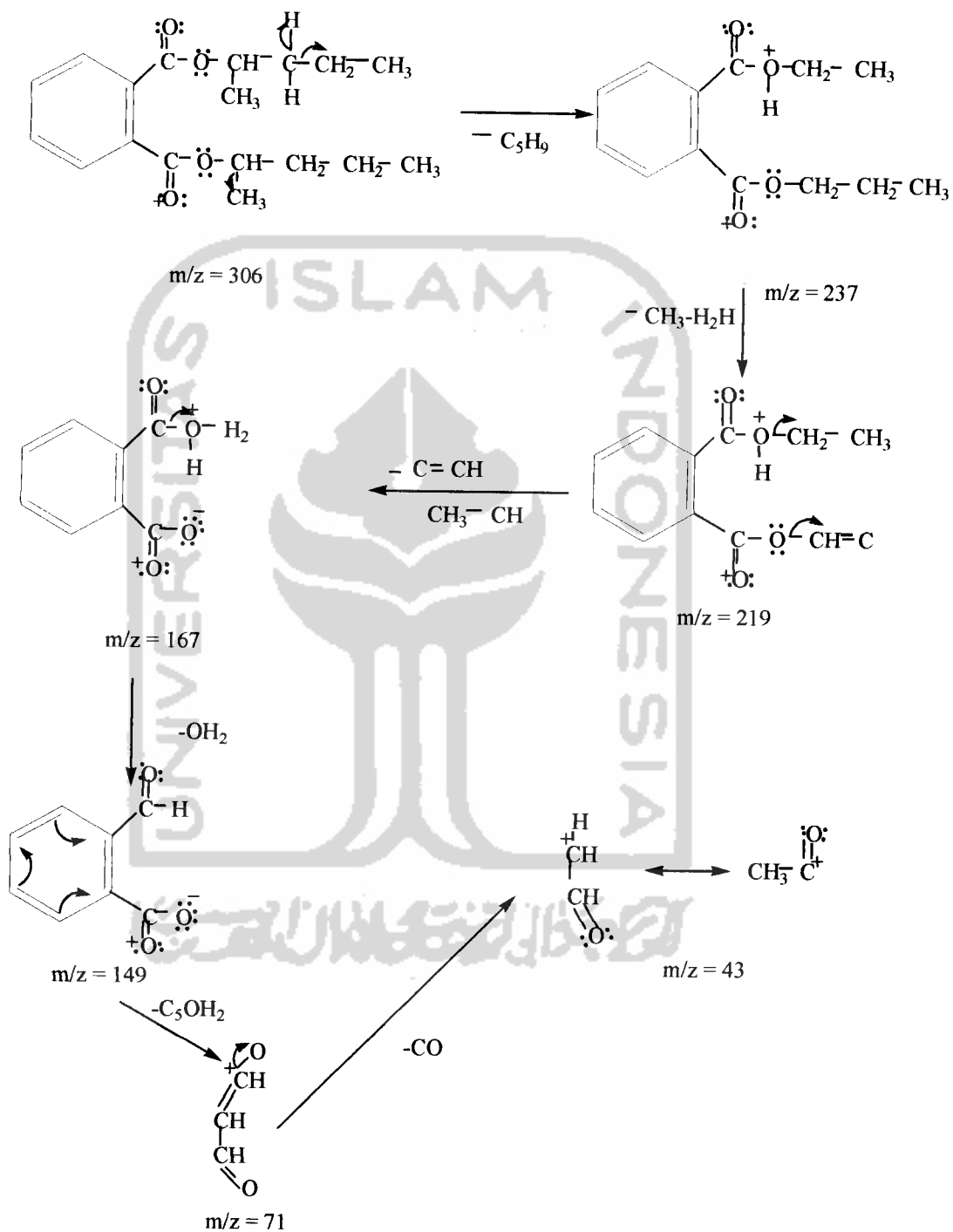
Gambar 9. Fragmentasi senyawa puncak 8

Spektra massa puncak 9 pada waktu retensi 18.91 dapat diperkirakan bahwa senyawa di-isopentil ftalat, mempunyai rumus molekul $C_{18}H_{26}O_4$. Senyawa ini mempunyai massa untuk ion molekuler $m/z = 237$, hal ini dapat dilihat pada spektra massa disajikan pada gambar 10:



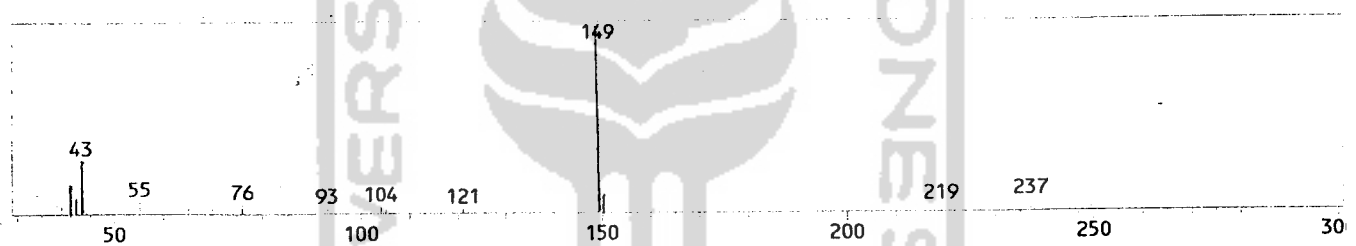
Gambar 10. Spektra massa puncak 9

Pada puncak 9 ini dihasilkan senyawa yang sama dengan puncak 8, tetapi ada sedikit perbedaan pada fragmentasinya, dimana fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 11:



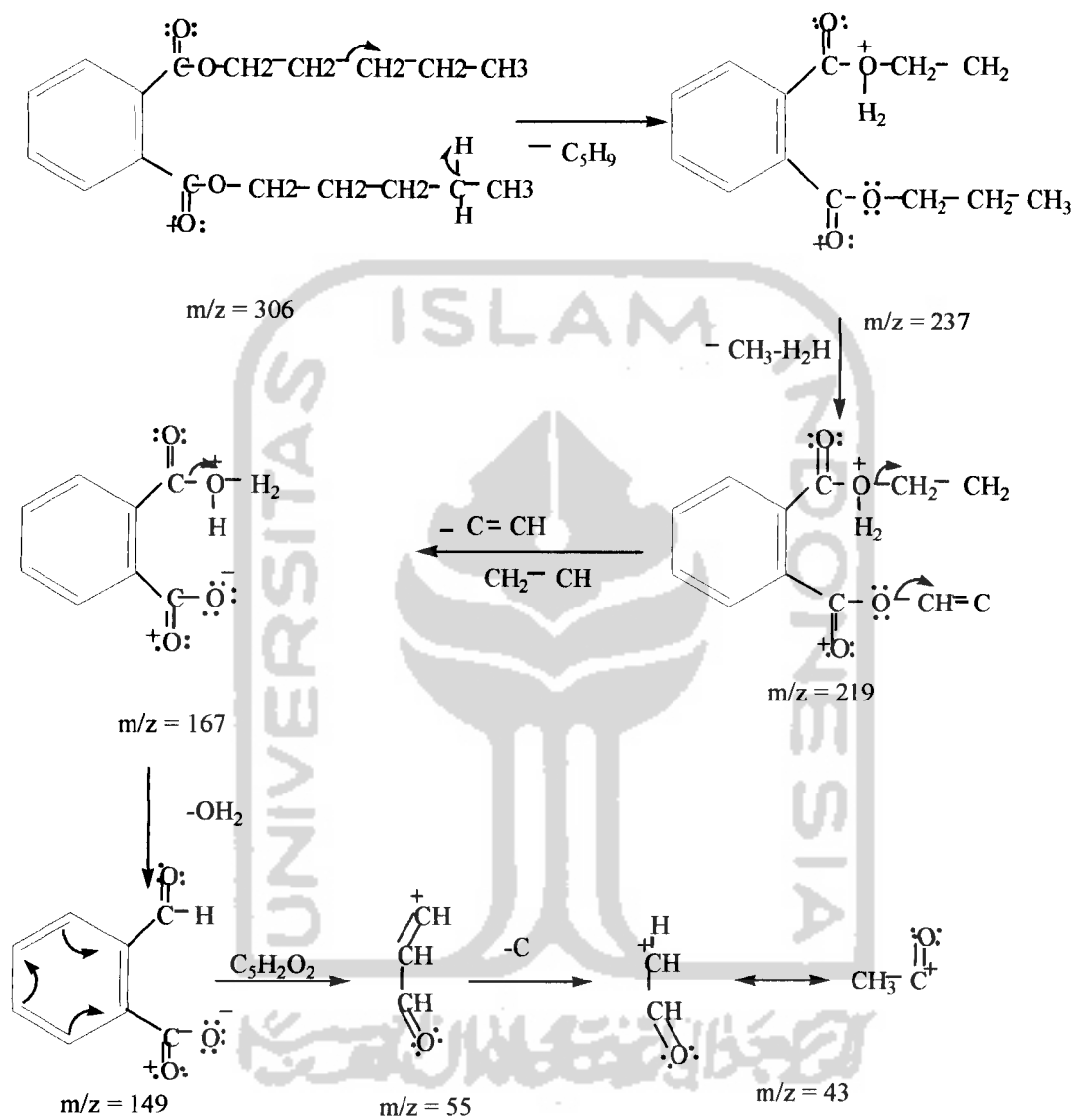
Gambar 11. Fragmentasi senyawa puncak 9

Spektra massa puncak 10 pada waktu retensi 19.33 dapat diperkirakan bahwa senyawa 1,2- benzena asam dikarboksilat atau di-pentil ester ftalat, mempunyai rumus molekul $C_{18}H_{26}O_4$. Dalam literatur sifat senyawa ini sama dengan senyawa di-isopentil ftalat. Di-isopentil ftalat merupakan isomer dari di- pentil ftalat, karena dalam keadaan panas senyawa ini tidak stabil sehingga dapat berisomerisasi. Senyawa ini mempunyai massa untuk ion molekuler $m/z = 237$, hal ini dapat dilihat pada spektra masa disajikan pada gambar 12:



Gambar 12. Spektra massa puncak ke 10

Pada senyawa puncak 10 ini mengalami fragmentasi, dimana fragmentasi yang terjadi disajikan pada gambar 13:



Gambar 13. Fragmentasi senyawa puncak 10

Pada hasil spektrometer massa ini sudah diketahui hasil reaksi antara anhidrida ftalat dengan n-amil alkohol yaitu di-isoamil ftalat dan di-amil ftalat. Pada hasil penelitian ini dihasilkan produk yang masih campuran. Adapun kegunaan dari produk ini dapat digunakan sebagai pelunak (*plasticizer*). Pada literatur disebutkan bahwa sebagian besar ester ftalat digunakan sebagai *plasticizer*. Senyawa yang dihasilkan ini termasuk bahan pemlastik atau pelentur (*plasticizer*) dalam klasifikasi di-alkil ftalat.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

1. Anhidrida ftalat direaksikan dengan n-amil alkohol dalam suasana asam merupakan reaksi reversibel dan pada pembentukan produk akhir, reaksi esterifikasi anhidrida mempunyai dua tingkatan, pertama dibentuk dengan n-amil alkohol. Pada tahap pertama anhidrida ftalat bereaksi dengan n-amil alkohol membentuk mono-amil ftalat. Kemudian pada tahap kedua mono-amil ftalat yang terbentuk pada tahap pertama akan menjadi di-amil ftalat.
2. Anhidrida ftalat direaksikan dengan n-amil alkohol dalam suasana asam dapat menghasilkan produk yaitu di-isoamil ftalat, di-amil ftalat dan menghasilkan produk samping yaitu di-amil eter.

6.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian yang lebih lanjut dengan metode yang berbeda supaya didapatkan hasil yang lebih akurat, karena pada penelitian ini didapatkan hasil campuran.

DAFTAR PUSTAKA

- Carey, F. A., 2000, *Organic Chemistry*, Fourt edition, Mcgraw – Hill Higher Education, USA
- Daintith, J., 1990, *Kamus Lengkap Kimia*, Erlangga, Jakarta
- Fessenden, 1982, *Kimia Organik*, Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, H.A., Edisi ketiga, jilid I, Erlangga, Jakarta
- Mintarsih, 1998, *Analisis Kimia Pipa PVC S*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta
- Hadi, N.S., 2003, *Ancaman Polimer Bagi Kesehatan Manusia*, terdapat dalam [www. Chem.- is – try.org / index.php? sect=artikel & xt=69-27 K](http://www.Chem.-is-try.org/index.php?sect=artikel&xt=69-27K)
- Hornback, M.J., 1998, *Organic Chemistry*, Brooks / Cole Publishing Company, ITP
An International Thomson Publishing Company, USA
- Hardjosudirdjo, W., 1993, *Kimia Organik Dasar I*, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta
- Harold, A., Wittcoff, Reuben, B. G., 1996, *Industrial Organic Chemicals*, John Wiley and Sons, Inc, New York
- Hendayana, S., 1994, *Kimia Analitik Instrumen*, edisi kesatu, IKIP- Press, Semarang
- Ismundar, 2004, *Mengenal Anhidrida Ftalat dan Maleat*, terdapat pada [http://www.Pikiran-rakyat.com/ cetak/ 0204 / 05 / cakrawala/ index.htm](http://www.Pikiran-rakyat.com/cetak/0204/05/cakrawala/index.htm)
- Ismundar, 2004, *Anhidrida Ftalat Memang Mudah Terbakar*, terdapat pada <http://www.kompas.com/kompas-cetak/04/27/humaniora/823827.htm>
- Khopkar, S.M., 1985, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta
- Kurniawan, A., 2002, *Esterifikasi Sitronelol Menjadi Sitronelil Asetat dan Sitronelil Benzoat*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta

- LG Wade, J.R., 1999, *Organic Chemistry*, Fourt edition, Prentice Hall International, Inc, New Jersey
- Markham, K.R., 1988, *Cara Mengidentifikasi Flavonoid*, ITB, Bandung
- Nur, A.M., Adijuwana, H., 1989, *Teknik Spektroskopi Dalam Analisis Biologis*, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas Ilmu Hayati, IPB
- Pontianak online, 2004, *Ini Dia Racun Lainnya*, terdapat dalam [www.dayakologi.com / kr / ind /2004/107/ utama2. htm-16k](http://www.dayakologi.com/kr/ind/2004/107/utama2.htm-16k)
- Respati, 1980, *Pengantar Kimia Organik*, Aksara Baru, Jogjakarta
- Ruyani, A., Sudarwati, S., Sutasurya, A.L., Sumarsono, H.S., 2001, *Perubahan Profil Protein Tunas Anggota Tubuh Depan Mencit (Mus musculus) Swiss Webster Akibat Perlakuan Asam Metoksiasetat (MAA)*, terdapat dalam [www.tempo.co.id / medika / arsip/062001 /art-3htm-25k](http://www.tempo.co.id/medika/arsip/062001/art-3htm-25k)
- Sastrohamidjojo, H., 2002, *Kromatografi*, Liberty, Jogjakarta
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Liberty, Jogjakarta
- Sastrohamidjojo, H., 2003, *Kromatografi Gas*, Hand Out Pelatihan Instrumentasi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta
- Sudjadi, 1986, *Metode Pemisahan*, Fakultas Farmasi, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta
- Stahl, E., 1985, *Analisis Obat Secara Kromatografi dan Mikroskopis*, ITB, Bandung
- Suhendi, 2004, *Pemanfaatan Limbah 2- Etil Heksanol Sebagai Bahan Untuk Produksi Dioktil Ftalat dan Analisisnya Menggunakan Kromatografi Gas*, Skripsi, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta

LAMPIRAN

1. Mol anhidrida ftalat (3,32g)

$$\begin{aligned} \text{Mol} &= \text{g/BM} \longrightarrow \text{mol} = 3,32 \text{ g} / 148 \text{ g/mol} \\ &= 0,02 \text{ mol} \end{aligned}$$

2. Mol amil alkohol (10ml)

$$\begin{aligned} \text{BM} &= 88,15 \text{ g/mol} & 1000 \text{ ml} : 0,81 \text{ kg} &= 10 \text{ ml} : x \\ \text{IL} &= 0,81 \text{ kg} & x &= 8,1 \cdot 10^{-3} \text{ kg} \\ & & &= 8,1 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jadi mol amil alkohol} &= 8,1 \text{ g} / 88,15 \text{ g/mol} \\ &= 0,09 \text{ mol} \end{aligned}$$

3. Berat teoritis = mol produk x BM produk

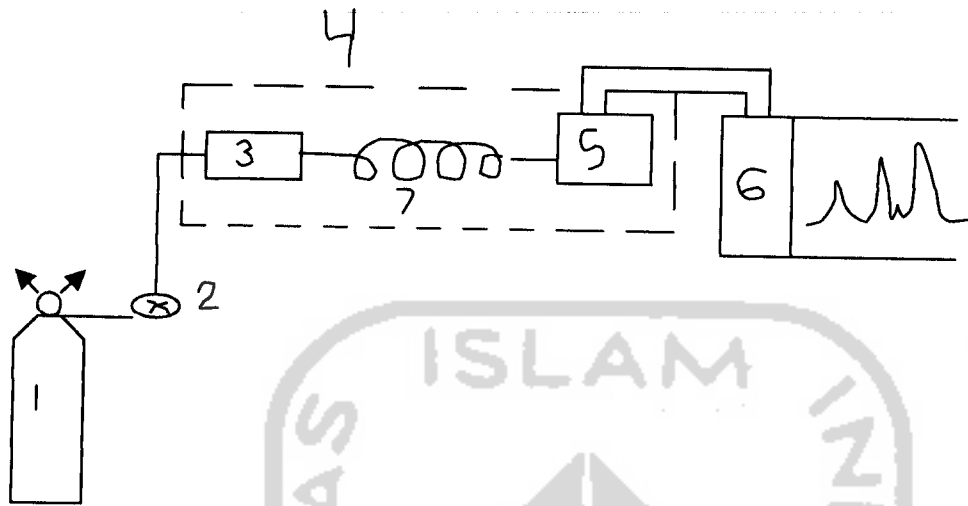
$$\begin{aligned} &= 0,02 \times 306 \\ &= 6,12 \text{ g} \end{aligned}$$

4. Hasil esterifikasi sebanyak 4,1 g, jadi rendemen yang diperoleh

$$\text{Rendemen} = \text{berat hasil} / \text{berat teoritis} \times 100 \%$$

$$= 4,1 \text{ g} / 6,12 \text{ g} \times 100\%$$

$$= 0,67\%$$



Gambar 1 : Bagian pokok Kromatografi Gas (GC)

Keterangan :

1. Silinder tepat gas pengangkut/pembawa
2. Pengatur aliran dan pengatur tekanan
3. Tempat injeksi cuplikan
4. Kolom
5. Detektor
6. Pencatat
7. Thermostat untuk 3, 4 dan 5



3



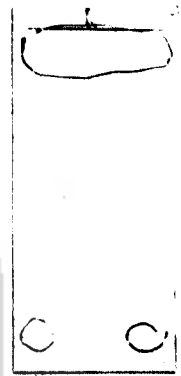
6



2



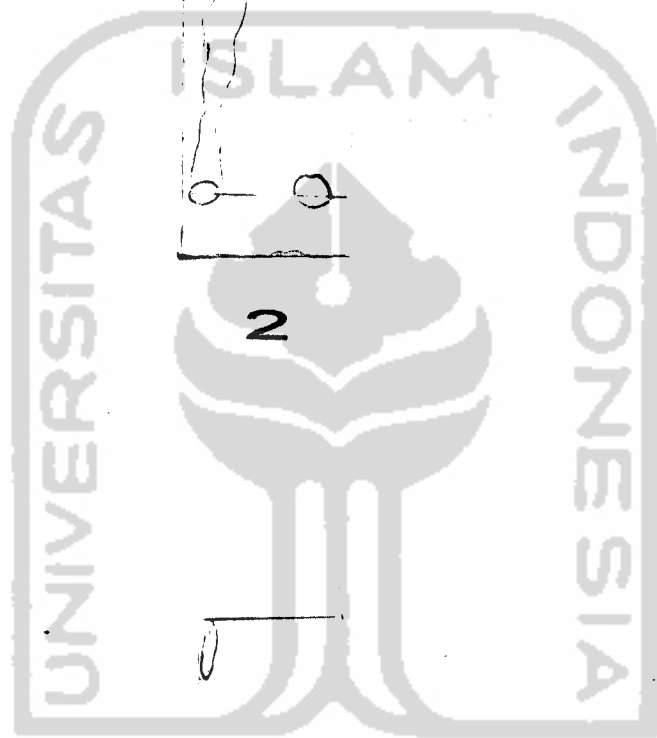
5



1



4



جامعة الإسلام في اندونيسيا

Keterangan :

Penotolan dilakukan setiap satu jam sekali :

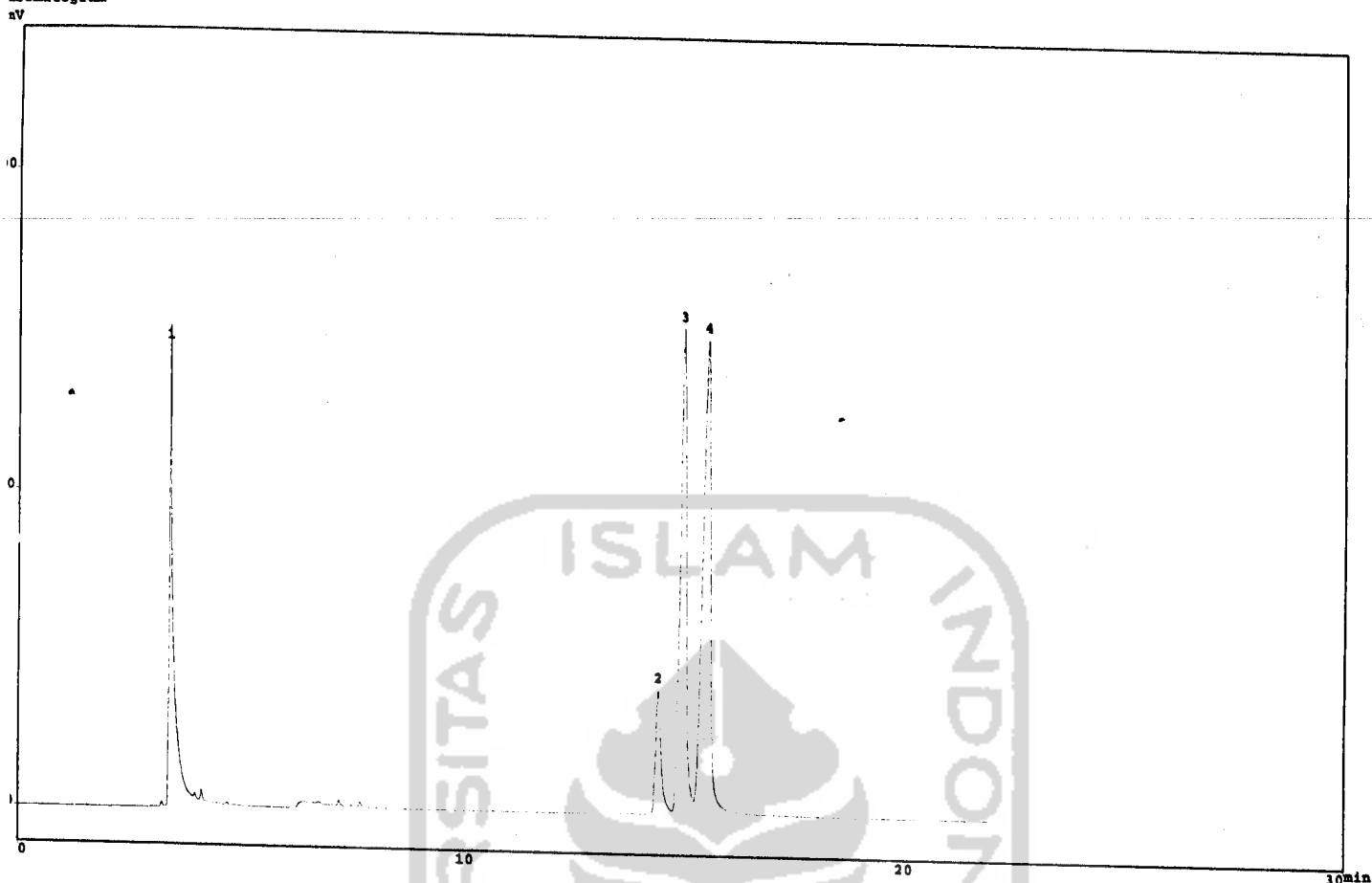
1. Penotolan pertama
2. Penotolan kedua
3. Penotolan ketiga
4. Penotolan keempat
5. Penotolan kelima
6. Penotolan keenam

A = larutan sampel

B = larutan standar



aromatogram ***

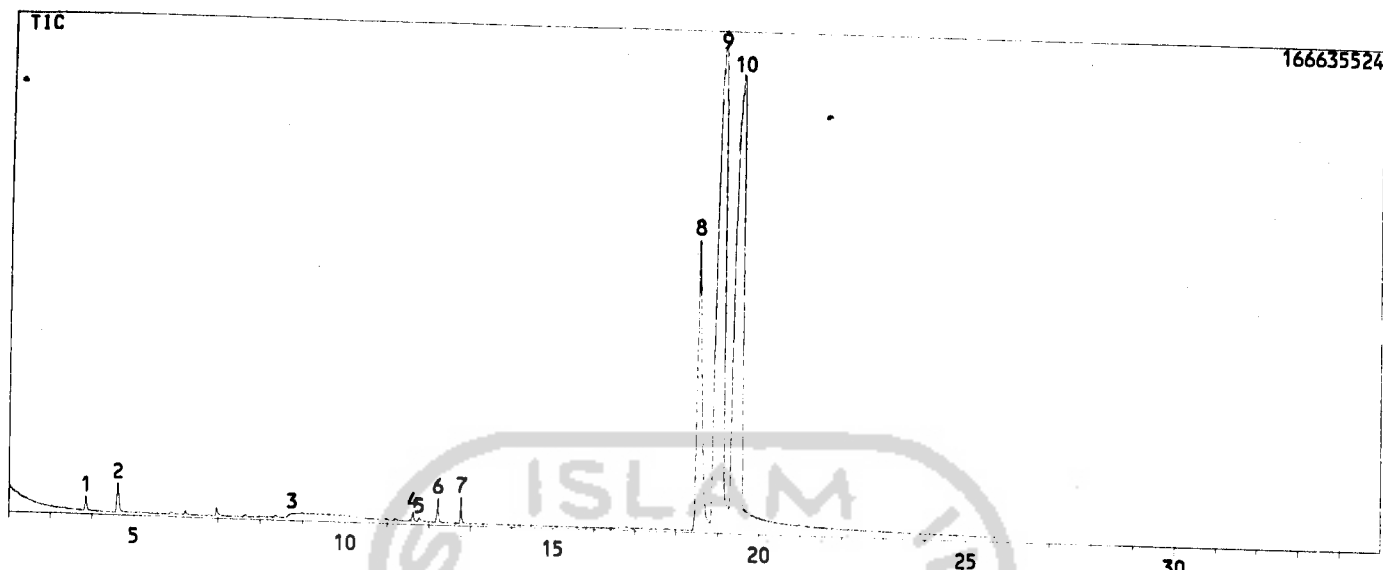


sk Report ***

TIME	AREA	HEIGHT	CONC
3.404	1917458	301181	20.5807
14.395	670146	77325	7.1929
14.990	3136268	301340	33.6626
15.544	3592912	292578	38.5639

	9316784	972424	100.0000

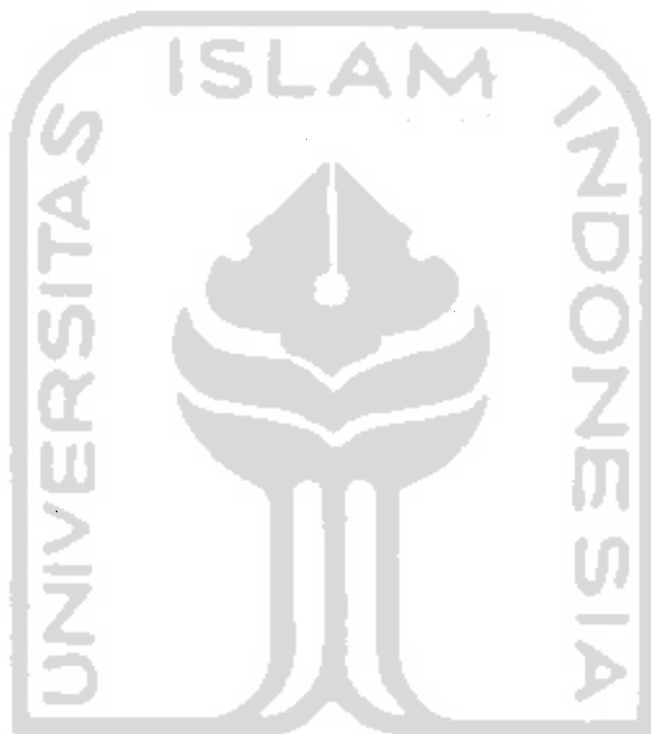
*** CLASS-5000 *** Report No. = 1 Data : SITIR.D01
Sample : Ester ftalat Siti Rodiyah
ID : L6021
Operator : dom
Method File Name : SITI.MET



Data : SITIR.D01
 Sample : Ester ftalat Siti Rodiyah
 ID : L6021
 Operator : dom
 Method File Name : SITI.MET

**** Peak Report ****

PKNO	R.Time	I.Time - F.Time	Area	Height	A/H(sec)	MK	%Total	Name
1	3.852	3.775 - 4.025	14373340	4567979	3.147		0.30	
2	4.616	4.508 - 4.808	34202578	9488208	3.605		0.71	
3	8.758	8.558 - 11.525	147405695	1365781	107.928		3.05	
4	11.612	11.525 - 11.708	7991524	2608128	3.064		0.17	
5	11.775	11.708 - 11.975	5271201	1101434	4.786	V	0.11	
6	12.210	12.092 - 12.358	20027884	6972061	2.873		0.41	
7	12.769	12.658 - 12.925	18246486	8004033	2.280		0.38	
8	18.537	18.392 - 18.825	739155778	93726678	7.886		15.30	
9	19.125	18.825 - 19.275	1936153878	131592621	14.713	VE	40.07	
10	19.575	19.275 - 20.042	1908633777	130430270	14.633	VE	39.50	
Total			4831462141				100.00	



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

<Unknown Spectrum>

Data : SITIR.D01

Mass Peak # : 29 Ret. Time : 4.617

Scan # : 315 B.G. Scan # : 395

Base Peak : 43.10 (3172560)

43

71

55

87 101 115 129 158
100 150 200 250 300

<Hit List>

43 71

1 29 70

43 71

2 41 70

43 71

3 41 70

43 71

4 41 70

43 71

5 29 70

50

87 101 115 129 158
100 150 200 250 300

No	SI	Mol.Wgt.	Mol.Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	93	158	C ₁₀ H ₂₂ O	693-65-2	12064	2
2	92	158	Pentane, 1,1'-oxybis- (CAS) Pentyl ether	693-65-2	34631	3
3	92	158	C ₁₀ H ₂₂ O	693-65-2	34631	3
4	92	158	Pentane, 1,1'-oxybis- (CAS) Pentyl ether	693-65-2	5228	1
5	92	158	C ₁₀ H ₂₂ O	693-65-2	34629	3
			Pentane, 1,1'-oxybis- (CAS) Pentyl ether	693-65-2	34629	3

* Library Name

(1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

dom

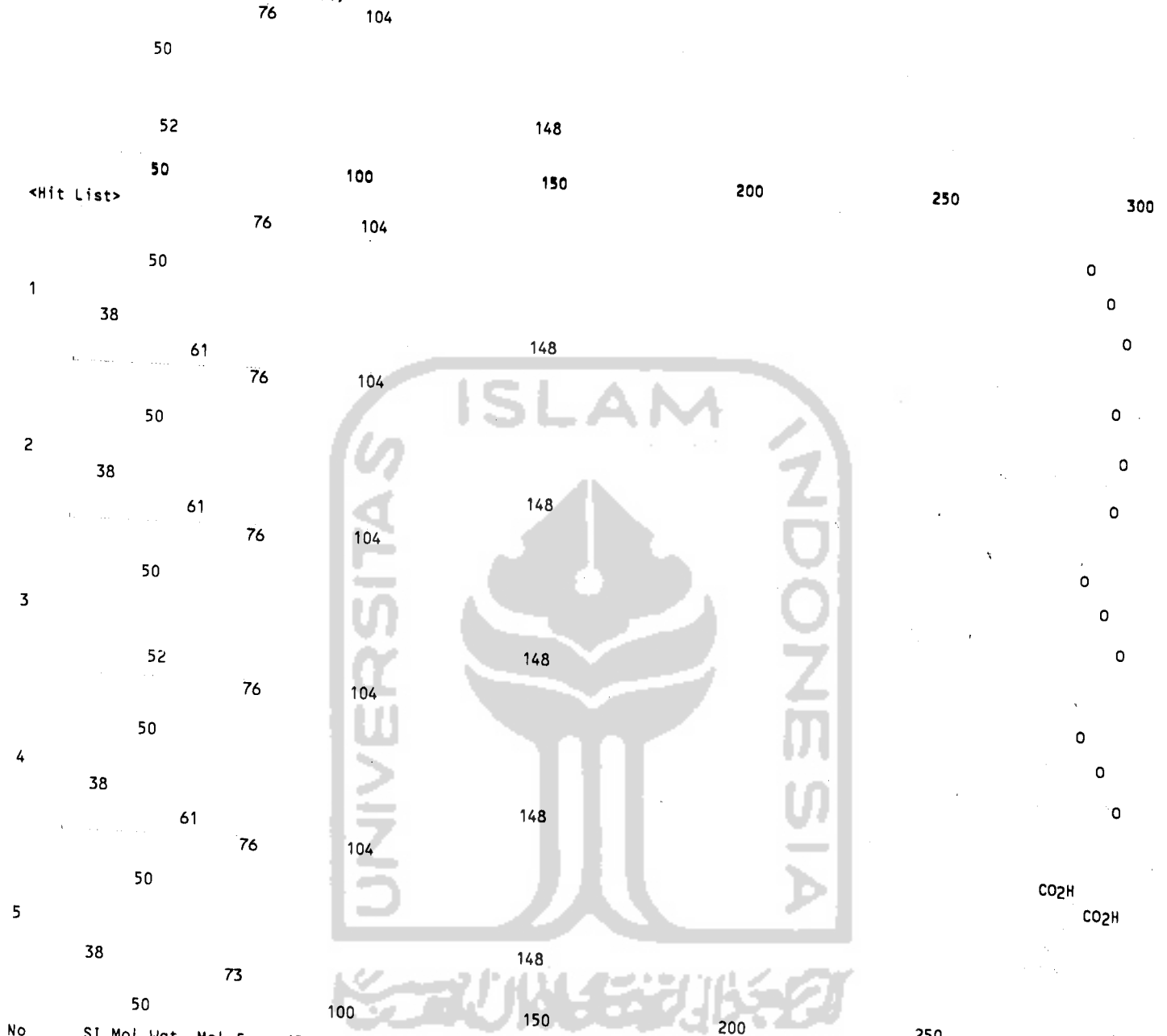
<Unknown Spectrum>

Data : SITIR.D01

Mass Peak # : 32 Ret. Time : 8.758

Scan # : 812 B.G. Scan # : 711

Base Peak : 76.05 (334004)



No	SI	Mol. Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	148	C ₈ H ₄ O ₃ 1,3-Isobenzofurandione (CAS)	85-44-9	26210	3
2	95	148	C ₈ H ₄ O ₃ Phthalic anhydride	85-44-9	9241	2
3	94	148	C ₈ H ₄ O ₃ 1,3-Isobenzofurandione (CAS)	85-44-9	26216	3
4	94	148	C ₈ H ₄ O ₃ 1,3-Isobenzofurandione (CAS)	85-44-9	26211	3
5	93	166	C ₈ H ₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid (CAS)	88-99-3	39492	3

* Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

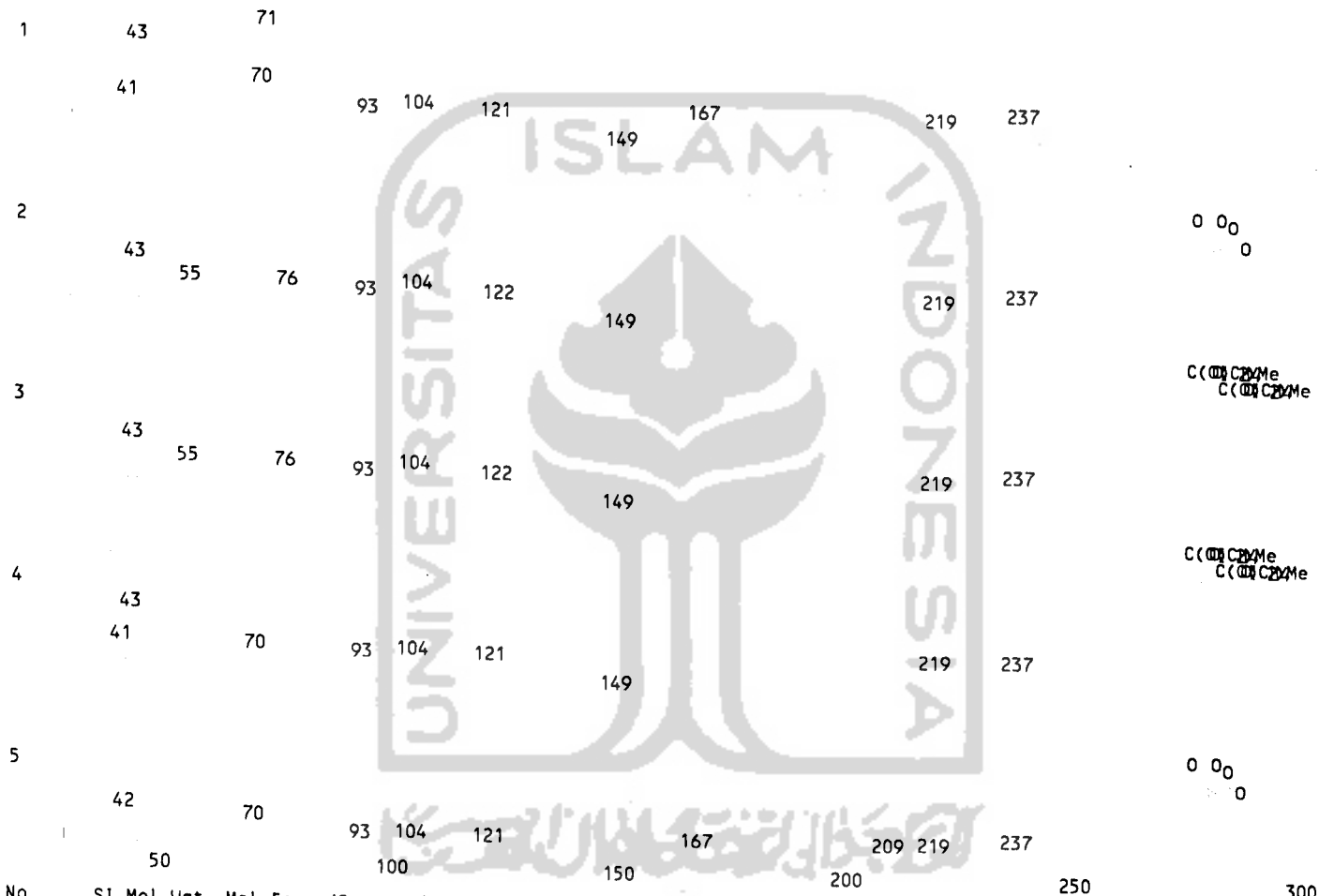
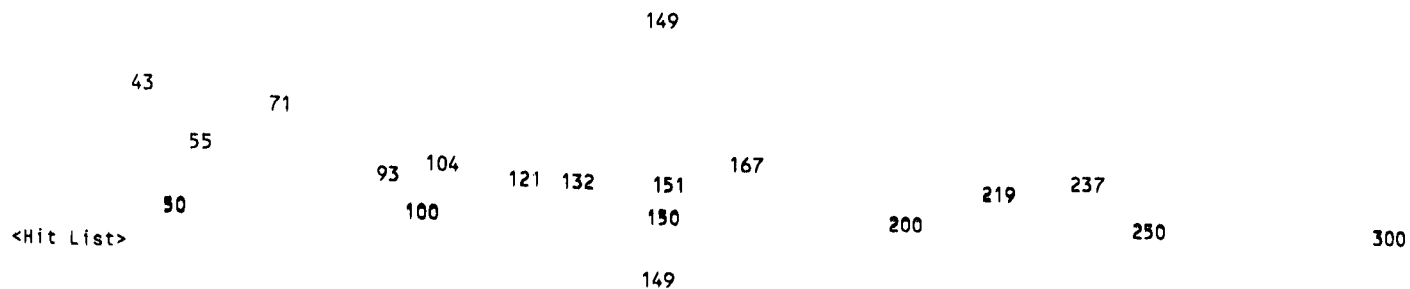
<Unknown Spectrum>

Data : SITIR.D01

Mass Peak # : 29 Ret. Time : 18.542

Scan # : 1986 B.G. Scan # : 1628

Base Peak : 149.20 (26016514)



No	SI	Mol.Wgt.	Mol.Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	91	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ DI-ISOPENTYLPHTHALATE \$\$	- -0	149301	3
2	85	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester	131-18-0	10654	1
3	85	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149295	3
4	85	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS) Amyl phthalate \$\$	131-18-0	149296	3
5	84	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS) Amyl phthalate \$\$	131-18-0	43719	2
			Phthalic acid, dipentyl ester \$\$			

* Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

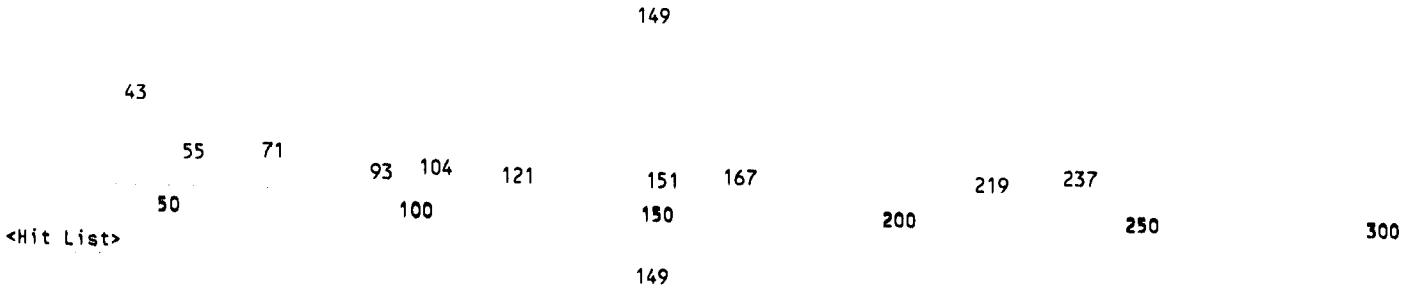
<Unknown Spectrum>

Data : SITIR.D01

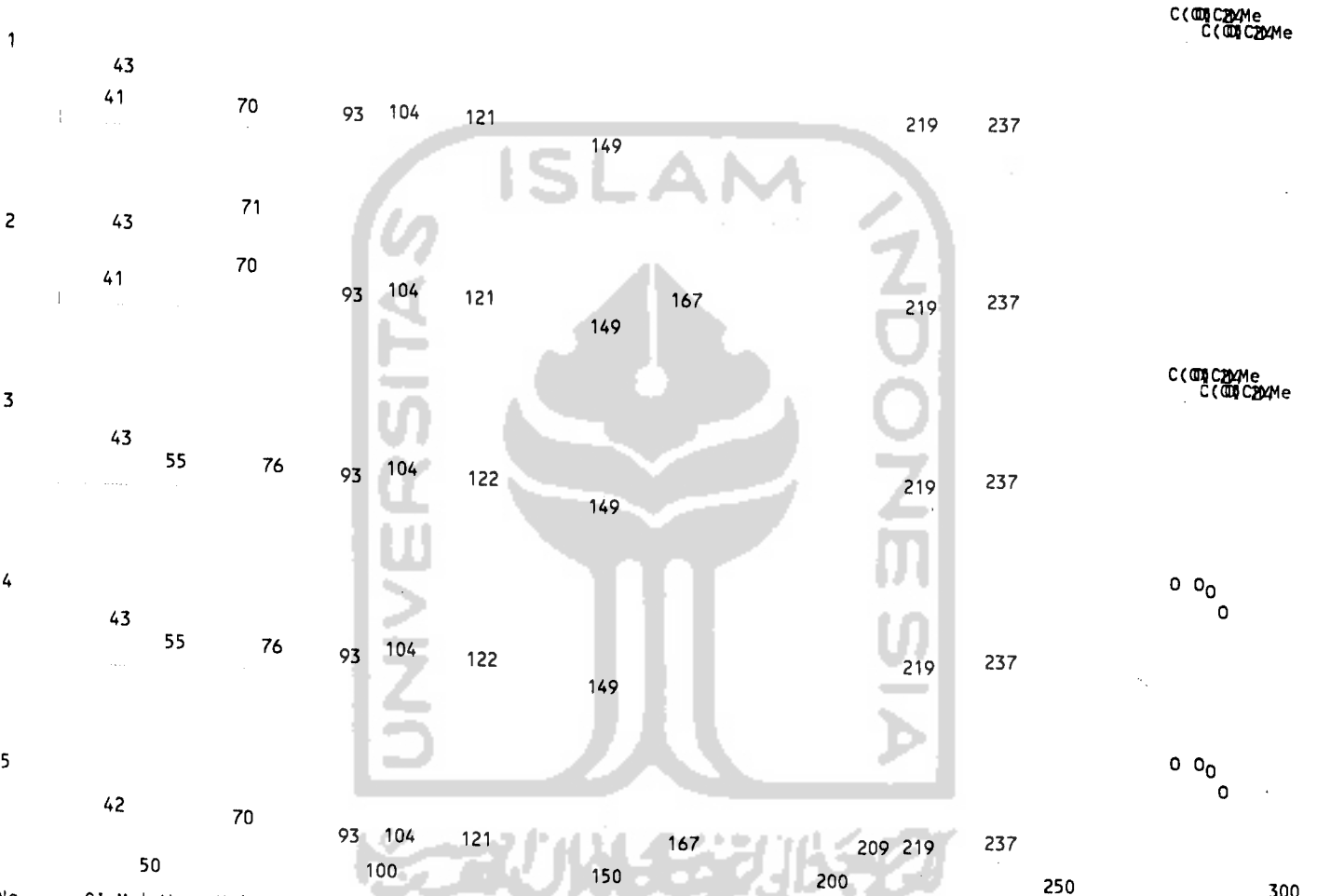
Mass Peak # : 24 Ret. Time : 18.908

Scan # : 2030 B.G. Scan # : 2014

Base Peak : 149.10 (20133383)



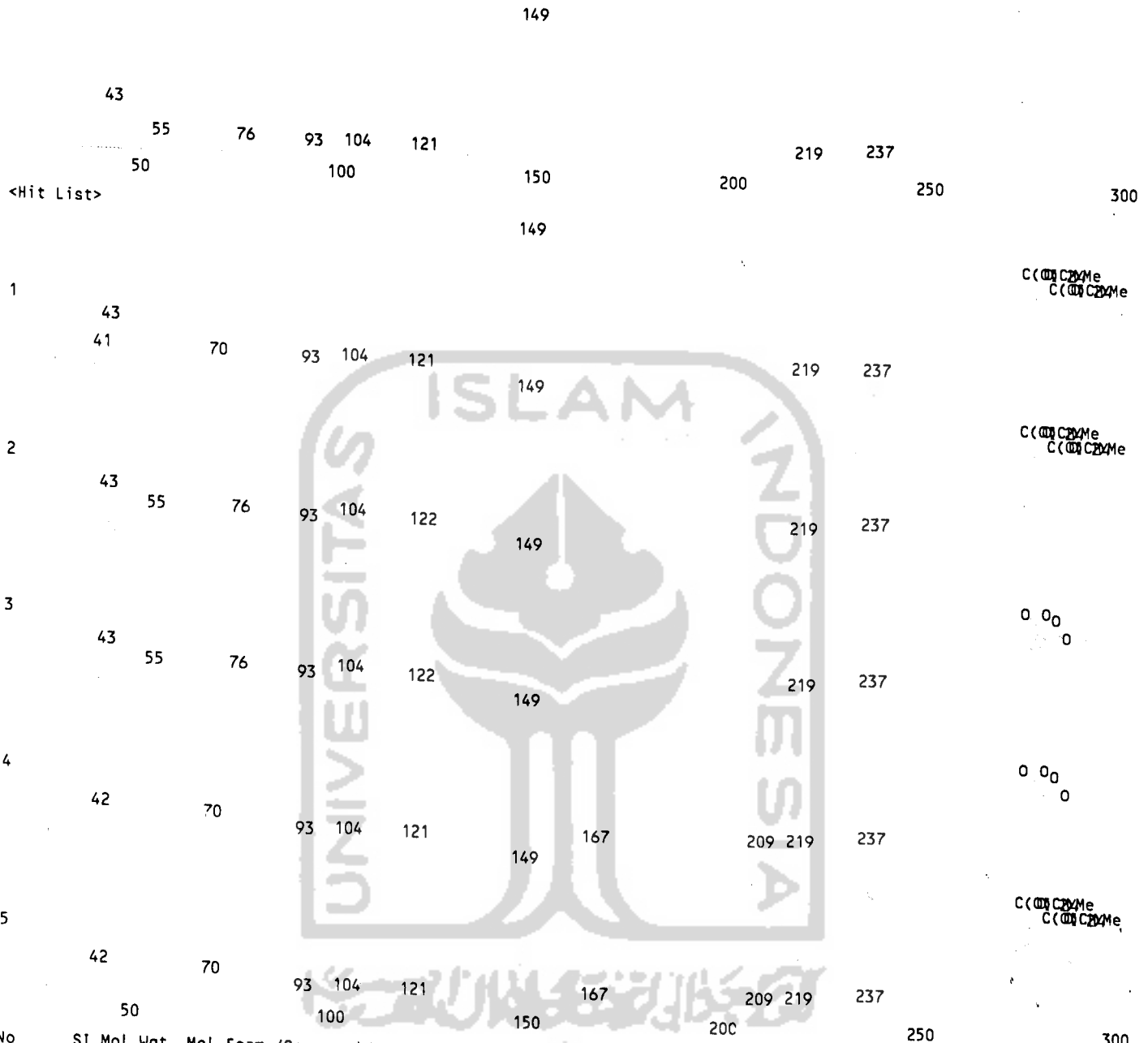
<Hit List>



No	SI	Mol. Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	91	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149296	3
2	91	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ DI-ISOPENTYLPHTHALATE \$\$	- -0	149301	3
3	90	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149295	3
4	90	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester	131-18-0	10654	1
5	89	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester \$\$	131-18-0	43719	2

Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

<Unknown Spectrum>
 Data : SITIR.D01
 Mass Peak # : 20 Ret. Time : 19.325
 Scan # : 2080 B.G. Scan # : 2066
 Base Peak : 149.10 (12519010)



No	SI	Mol.Wgt.	Mol.Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	94	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149296	3
2	92	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149295	3
3	92	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester	131-18-0	10654	1
4	88	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester	131-18-0	43719	2
5	87	306	C ₁₈ H ₂₆ O ₄ 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dipentyl ester (CAS)	131-18-0	149294	3

Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB