

DIKS RUTIN



LAPORAN AKHIR

**PEMBUATAN DIETHIL ETER DARI ETANOL  
TEKNIS DENGAN PROSES REAKTIF DISTILASI**

Oleh :

**Widayat, ST., MT.  
Ir.Hantoro Satriadi, MT**

---

Dibiayai dengan Dana DIPA Universitas Diponegoro Nomor: 061.0/23-4.0/XIII/2005  
Kode 5584-0036 MAK 521114. sesuai dengan Perjanjian Tugas Pelaksanaan  
Penelitian Para Dosen Universitas Diponegoro, Nomor : 07A/J07.11/PG/2005 tanggal  
10 Mei 2005

**FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS DIPONEGORO SEMARANG  
Oktober, 2005**

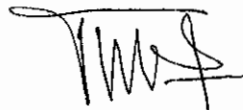
UPT-PUSTAK-UNDIP

## LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN

1. a. Judul Penelitian : **Pembuatan Diethyl Eter dari Etanol Teknis dengan Proses Reaktif Distilasi**  
b. Macam Penelitian : **Teknologi**  
c. Kategori : **I**
2. Ketua Peneliti  
a. Nama Lengkap dan Gelar : **Widayat, ST., MT**  
b. Jenis Kelamin : **Laki-laki**  
c. Golongan pangkat dan NIP : **IIIb / Penata Tk I / 132 207 766**  
d. Jabatan fungsional : **Lektor**  
e. Jabatan Struktural : **-**  
f. Fakultas/Jurusan : **Teknik/Teknik Kimia**  
g. Pusat Penelitian : **Teknologi Rekayasa Proses**
3. Jumlah Anggota Peneliti : **1 Orang**  
a. Nama Anggota Peneliti I : **Ir. Hantoro Satriadi., MT.**
4. Lokasi Penelitian : **Laboratorium Rekayasa Jurusan Teknik Kimia  
Fakultas Teknik Universitas Diponegoro,  
Semarang**
5. Kerjasama dengan Institusi Lain : **-**  
a. Nama Institusi : **-**  
b. Alamat : **-**  
c. Telepon/Fakx/e-mail : **-**
6. Lama Penelitian : **6 (enam) bulan**
7. Biaya yang dibutuhkan : **Rp. 3.000.000,- (Tiga Juta Rupiah)**

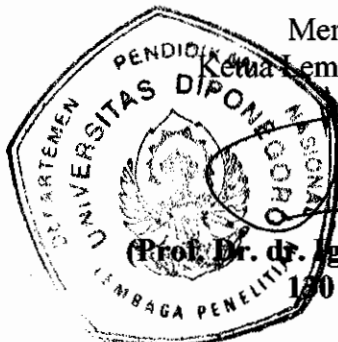
Semarang, 5 Oktober 2005

Ketua Peneliti,



(Widayat, ST., MT.)  
NIP 132 207 766

Menyetujui:  
Ketua Lembaga Penelitian



(Prof. Dr. dr. Ign. Riwanto, Sp.BD)  
130 529 454

## RINGKASAN

Di Etil Eter (DEE) merupakan salah satu dari eter komersial yang paling penting diantara eter yang lainnya. Hal ini disebabkan eter jenis ini memiliki nilai ekonomis yang sangat tinggi. Dalam industri Di Etil Eter banyak digunakan sebagai bahan pelarut untuk melakukan reaksi-reaksi organik dan memisahkan senyawa organik dari sumber alamnya. Banyak sintesa senyawa organik dengan menggunakan pelarut Di Etil Eter diantaranya minyak, lemak, getah, resin, nitrosellulosa, parfum, alkaloid, dan sebagian kecil dipakai dalam industri Butadiena. Disamping itu dalam dunia kedokteran Di Etil Eter sangat di identikkan sebagai bahan anestesi. Eter merupakan senyawa yang dapat di manfaatkan untuk meningkatkan bilangan oktan dalam bahan bakar gasolin/bensin. Diantara jenis eter yang biasa dimanfaatkan untuk meningkatkan bilangan oktan adalah MTBE dan ETBE. Senyawa Di Etil Eter yang akhir-akhir ini sudah mulai dimanfaatkan sebagai bahan bakar. Di Etil Eter mempunyai kelebihan yaitu bilangan setana yang tinggi, sehingga dapat digunakan untuk pengungkit bilangan setana pada bahan bakar diesel atau biodiesel.

Di Etil Eter dapat disintesa dengan dehidrasi etanol pada fase uap dalam fixed bed reaktor menggunakan katalis alumina. Namun kebanyakan industri memproduksi Di Etil Eter dengan dehidrasi etanol menggunakan asam sulfat pada suhu  $125^{\circ}\text{C}$  -  $140^{\circ}\text{C}$  (proses barbet). Untuk pemurnian hasilnya dalam industri menggunakan beberapa unit fraksinasi seperti scrubber, kolom destilasi atau ekstraksi yang disusun secara bertingkat untuk mendapatkan kemurnian yang tinggi ( $\pm 95\%$ ).

Reaktif distilasi adalah suatu gabungan proses pembentukan atau konversi dengan proses pemisahan secara distilasi atau dimana terjadi proses pembentukan dan selanjutnya produk dipisahkan. Proses reaktif-distilasi mempunyai keuntungan-keuntungan seperti; penghematan modal, konversi komponen reaktan dapat ditingkatkan mendekati 100%, selektivitas dapat ditingkatkan, kebutuhan katalisator dapat dikurangi untuk derajat tingkat konversi yang sama, pencegahan pembentukan azeotrop, pembentukan produk samping dapat dikurangi, pemanfaatan panas yang dihasilkan. Adapun kerugian proses reaktif distilasi merupakan adalah tingkat penguapan (volatility) harus sesuai dengan operasi, untuk reaksi dengan waktu tinggal yang sangat lama, diperlukan ukuran kolom yang besar dan tray yang besar, kenaikan laju alir yang besar akan mempersulit dalam merancang proses reaktif distilasi, kondisi-kondisi proses tidak sepadan.

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dietil eter dari etanol teknis dan asam sulfat teknis dengan proses reaktif distilasi secara batch serta untuk mengetahui variabel yang berpengaruh seperti : waktu operasi, konsentrasi asam sulfat dan perbandingan mol reaktan. Penelitian ini menggunakan metode faktorial design  $2^3$  dengan variabel percobaan adalah waktu operasi 40 – 60 menit, konsentrasi asam sulfat 12 M - 16 M dan perbandingan mol asam sulfat dan etanol : 1:1 - 1:5. Percobaan dilakukan dengan memasukkan asam sulfat dan etanol ke dalam labu reaksi selanjutnya dipanaskan sampai titik didih dan direaksikan sesuai dengan waktu operasi. Produk distilat ditampung di dalam erlenmeyer yang telah diisi dengan aquadest. Produk distilasi diukur volume, berat jenis dan dianalisa komponen etanol dan Di Etil Eter yang terbentuk. Hasil percobaan diolah dengan statistika untuk mencari variabel yang paling berpengaruh baik variabel tunggal maupun interaksi antar variabel.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses reaktif distilasi dapat digunakan untuk memproduksi dietil eter dalam produk dari hasil reaksi etanol dengan katalis asam sulfat. Yield dietil eter yang tertinggi adalah 47,4044% dengan kondisi operasi yaitu waktu 60 menit serta konsentrasi asam sulfat 16 M dengan perbandingan 2,5 mol etanol : 5 mol asam sulfat dan variabel operasi yang paling berpengaruh adalah perbandingan mol etanol terhadap asam sulfat serta interaksi antara konsentrasi asam sulfat dengan perbandingan mol etanol terhadap asam sulfat.

## SUMMARY

Di Ethyl Ether (DEE) is a representing one of the commercial ether most importantly among ether of the other. In industry, Di Ethyl Ether can use as solvent for organic reactions and extraction of organic compound from sources. A lot of organic compounds synthesis by using solvent of Di Ethyl Ether like as; fat, rubber, resin, nitrocellulose, perfume, alkaloid, and butadiene industry. In the healthy, Di Ethyl Ether identically with the anaesthesia. The ether can used to increase the octane number in fuel of gasoline. The ether compounds can increase octane number is MTBE and ETBE. Di Ethyl Ether had cetane number very high, so can used increase cetane number of diesel or bio diesel.

Di Ethyl Ether can be made by dehydration of ethanol at liquid phase in fixed bed reactor with alumina catalyst. So in industry, commonly Di Ethyl Ether produced by dehydration of ethanol use sulphate acid at temperature  $125^{\circ}\text{C}$  -  $140^{\circ}\text{C}$  (Barbet process). The reactor product then purified use some fractionation units such as scrubber, column of distillation or extraction to get high purity ( $\pm 95\%$ ).

The reactive – distillation is a combination process of forming or convert with separation by distillation or where happened by the forming process and separation product from reactant. The reactive – distillation process have advantages such as; the capital can be minimize, reactant can convert until 100%, selectivity can be improved, significantly reduced catalyst requirement for the same degree of conversion, prevention of forming azeotrope, reduced by-product formation, heat integration benefits and avoidance of hot spots and runaways using liquid vaporisation as thermal fly wheel. The disadvantage reactive – distillation are volatility constraints, residence time for the reaction long, a large column size and large tray hold-ups will be needed, scale up to large flows and process conditions mismatch.

This research aims to synthesis Di Ethyl Ether from ethanol (95%) and sulfuric acid with process reactive -distillation and to study variable having an effect on such as: time operation, sulfuric acid concentration and comparison of mol reactant. This research use of factorial design  $2^3$  methods with dependable variables are time operation (40 - 60 minute) sulfuric acid concentration (12 M - 16 M) and comparison of mol sulfuric acid and ethanol : 1:1 - 1: 5. The feed is contain sulfuric acid and ethanol into reactor, then to be heated until the boiling point and converted as according to time operation. The distillate product accommodated in Erlenmeyer which filled with aquadest. The distillate measured by a

volume, specific gravity and analyzed component of ethanol and Di Ethyl Ether. The results treated with statistical to look for most variable have an effect on single variable goodness and also the interaction user variable.

The results of research indicate that process of reactive – distillation can be applicable to produce Di Ethyl Ether from result react etanol with slfuric acid as catalyst, yield of highest Di Ethyl Ether is 47,4044% with condition operate for that is time 60 minute. sulphuric acid concentration 16 M and comparison 2,5 mol etanol : 5 sour mol sulphuric acid and the most operation variable having an effect on is comparison of mol etanol to sulfuric acid and also interaction of sulphuric acid concentration with comparison of mol etanol to sulphuric acid.

## PRAKATA

Peneliti mengucapkan puji syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat-Nya, sehingga peneliti dapat menyelesaikan penelitian dan laporan ini. Laporan Akhir Penelitian dengan judul "**Pembuatan Diethyl Eter dari Etanol Teknis dengan Proses Reaktif Distilasi** " berisi tentang pendahuluan, tinjauan pustaka, tujuan dan manfaat penelitian, hasil penelitian dan pembahasan serta kesimpulan dan saran. Pendahuluan berisi tentang hal yang melatar belakangi penelitian ini dan perumusan masalah. Tinjauan berisi tentang kajian pustaka yang berhubungan dengan penelitian ini.

Pada kesempatan ini peneliti mengucapkan terima kasih kepada **P4T Dikti Departemen Pendidikan Nasional**, yang telah membiayai penelitian ini melalui program **Dana DIPA Universitas Diponegoro Nomor: 061.0/23-4.0/XIII/2005 Kode 5584-0036 MAK 521114**, sesuai dengan **Perjanjian Tugas Pelaksanaan Penelitian Para Dosen Universitas Diponegoro, Nomor : 07A/J07.11/PG/2005 tanggal 10 Mei 2005**. Peneliti juga mengucapkan terima kasih kepada **Ketua Lembaga Penelitian UNDIP** yang telah mengkoordinasi program penelitian, **Ketua Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UNDIP** yang telah memberikan ijin untuk mengadakan penelitian di Laboratorium Rekayasa Proses.

Akhirnya peneliti berharap hasil penelitian dapat memberikan sumbangan bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya dalam proses produksi, hususnya proses reaktif distilasi. Saran dan kritik yang bersifat membangun selalu penyusun harapkan, demi kesempurnaan penelitian ini.

Semarang, Oktober 2005

Peneliti

## DAFTAR ISI

	<b>Hal</b>
Halaman Judul	i
Lembar Identitas dan Pengesahan	ii
Ringkasan	iii
Summary	vi
Prakata	vii
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	ix
Daftar Tabel	x
Bab I Pendahuluan	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
Bab II Tinjauan Pustaka	3
2.1 Alkohol	3
2.2 Eter	4
2.3 Reaktif Distilasi	6
2.4 Sintesis Di Etil Eter	10
Bab III Tujuan dan Manfaat penelitian	13
3.1. Tujuan Penelitian	13
3.2 Manfaat Penelitian	13
Bab IV Metode Penelitian	14
4.1. Bahan dan Alat Penelitian	14
4.2. Penetapan Variabel	15
4.3. Pengumpulan dan Analisis Data	15
4.4. Prosedur Percobaan	16
Bab V Hasil dan Pembahasan	18
5.1. Hasil Kuantitatif	18
5.2. Hasil Kualitatif	19
Bab VI Kesimpulan dan Saran	21
6.1. Kesimpulan	21
6.2. Saran	21
Daftar Pustaka	22
Lampiran	24



## DAFTAR GAMBAR

	<b>Hal</b>
Gambar 2.1. Senyawa-senyawa eter	4
Gambar 2.2. Senyawa eter dengan struktur kompleks	5
Gambar 2.3. Ikatan hidrogen pada senyawa dietil eter	5
Gambar. 2.4. skema proses untuk reaksi $A + B \rightleftharpoons C + D$	7
Gambar. 2.5. Skema proses untuk reaksi esterifikasi $MeOH + AcOH \rightleftharpoons MeOAc + H_2O$	7
Gambar. 2.6. Konsep reaktif distilasi berbagai proses Konsep reaktif distilasi berbagai proses: a. Pembuatan MTBE; b. Pembuatan ethylene glikol dari hidrasi ethile oksida; c. Pembuatan sumene dari benzen dan propena; d. Pembuatan propile oksida	9
Gambar 4.1. Rangkaian alat percobaan untuk proses reaktif-distilasi	14
Gambar 5.1 Hasil analisa Kromatografi gas larutan standar	20
Gambar 5.2. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 1 - 4	20
Gambar 5.3. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 5 - 8	21
Gambar I.1. Hasil analisa Kromatografi gas larutan standar Dietil eter dan Etanol	28
Gambar I.2. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 1 dan 2	29
Gambar I.3. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 3 dan 4	29
Gambar I.4. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 5 dan 6	30
Gambar I.5. Hasil analisa Kromatografi gas run ke 7 dan 8	30

## DAFTAR TABEL

	<b>Hal</b>
Tabel 2.1: Sifat Fisik Eter terhadap Etanol dan Hidrokarbon	4
Tabel 4.1. Faktor Desain $2^3$ untuk percobaan proses pembuatan Dietil eter	15
Tabel 5.1. Hasil Perhitungan dari Produk Dietil Eter	18
Tabel I.1. Hasil percobaan proses pembuatan Dietil eter	25
Tabel I.2. Hasil analisa produk distilat dengan kromatografi gas	26
Tabel I.3. Hasil pengolahan data yield dietil eter	27
Tabel I.4. Hasil pengolahan data dengan faktorial design	27

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Dietil eter merupakan salah satu dari eter komersial yang paling penting diantara eter yang lainnya. Hal ini disebabkan eter memiliki nilai ekonomis yang sangat tinggi. Dalam industri Dietil eter banyak digunakan sebagai bahan pelarut untuk melakukan reaksi-reaksi organik dan memisahkan senyawa organik dari sumber alamnya. Banyak sintesa senyawa organik dengan menggunakan pelarut Dietil eter diantaranya minyak, lemak, getah, resin, mikroselolosa, parfum, alkaloid, dan sebagian kecil dipakai dalam industri Butadiena. Disamping itu dalam dunia kedokteran Dietil eter sangat di identikkan sebagai bahan anestesi (Ulmann, 1987)

Eter merupakan senyawa yang dapat di manfaatkan untuk meningkatkan bilangan oktan dalam bahan bakar bila ditambahkan kedalamnya. Diantara jenis eter yang biasa dimanfaatkan untuk meningkatkan bilangan okta adalah MTBE dan ETBE. Senyawa Dietil eter yang akhir-akhir ini sudah mulai dimanfaatkan sebagai pengungkit bilangan setana pada bahan bakar diesel atau biodiesel, karena mempunyai bilangan setana yang tinggi.

Dietil eter dapat disintesa dengan dehidrasi etanol pada fase uap dalam fixed bed reaktor menggunakan katalis alumina. Namun kebanyakan industri memproduksi Dietil eter dengan dehidrasi etanol menggunakan asam sulfat pada suhu  $125^{\circ}\text{C} - 140^{\circ}\text{C}$  (proses barbet). Untuk pemurnian hasilnya dalam industri menggunakan beberapa unit fraksinasi seperti scrubber, kolom destilasi atau ekstraksi yang disusun secara bertingkat untuk mendapatkan kemurnian yang tinggi (95 %). Hal ini disebabkan adanya kemungkinan terjadi komposisi azeotrop dalam campuran produk tersebut. Tentunya ini membutuhkan investasi dan biaya produksi yang besar. (Kirk-Othmer, 1965)

Proses Reaktif destilasi dapat menjadi salah satu solusi dari permasalahan ini. Proses reaktif destilasi merupakan proses dimana reaktan direaksikan dan komponen-komponen hasil langsung dipisahkan. Dengan proses Reaktif destilasi Dapat menghemat biaya investasi, dan dapat diperoleh kemurnian yang lebih tinggi. Beberapa senyawa yang selama ini sudah diproduksi dengan proses reaktif destilasi dan memberikan keuntungan yang cukup besar adalah Metil asetat dan Metyl Tertier Butyl Ether (MTBE) (Taylor dan

Krishna, 2000). Dalam proses pembuatan Di Etil Eter dari etanol dan katalis asam sulfat dihasilkan senyawa Dietil eter, etanosulfat. Senyawa Dietil eter mempunyai titik didih yang sangat rendah dibandingkan komponen yang ada di dalamnya. Dengan demikian memungkinkan untuk membuat Di Etil Eter dengan proses reaktif distilasi. Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan Dietil eter dengan proses reaktif distilasi

## **1.2. Perumusan Masalah**

Di etil eter mempunyai titik didih paling kecil jika dibandingkan dengan komponen yang ada pada proses pembuatan Di Etil Eter dari etanol teknis dan katalis asam sulfat. Komponen yang ada di dalam proses pembuatan Di Etil Eter adalah reaktan etanol, air dan asam sulfat, sedangkan produk adalah Dietil eter dan etanosulfat. Dalam penelitian tersebut yang menjadi permasalahan adalah bagaimana sintesis (pembuatan) dietil eter dari etanol teknis dan asam sulfat teknis dengan proses reaktif distilasi secara batch dan ada tidaknya dietil eter dalam produk yang diperoleh serta penentuan variabel-variabel yang berpengaruh dalam proses dimana dapat menghasilkan dietil eter yang banyak dalam produk dengan menggunakan metode faktorial design.