

**REAKSI SITRONELAL DENGAN ETILENA GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS
ASAM SULFAT**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian dari Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia



Oleh:

Jihan Nurafifah Hernawan

1900124

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA
BANDUNG
2023**

**REAKSI SITRONELAL DENGAN ETILENA GLIKOL MENGGUNAKAN
KATALIS ASAM SULFAT**

Oleh

Jihan Nurafifah Hernawan

Sebuah skripsi yang diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

©Jihan Nurafifah Hernawan 2023

Universitas Pendidikan Indonesia

Agustus 2023

Hak Cipta dilindungi undang-undang

Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruh atau sebagian, dengan cetak ulang, difotokopi, atau cara lainnya tanpa izin dari penulis

LEMBAR PENGESAHAN

REAKSI SITRONELAL DENGAN ETILEN GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM SULFAT

Oleh,

Jihan Nurafifah Hernawan

1900124

Disetujui oleh:

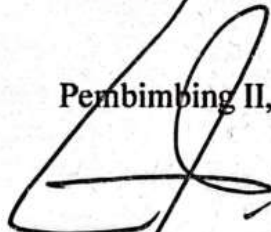
Pembimbing I,



Prof. Dr. H. R. Asep Kadarohman, M.Si

NIP. 196305011987031002

Pembimbing II,



Dr. Iqbal Musthapa, S.Pd., M.Si

NIP. 197512232001112101

Mengetahui,

Ketua Program Studi Kimia



Prof. Fitri/Khoerunnisa, Ph.D

NIP. 197512232001112101

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi dengan judul “**REAKSI SITRONELAL DENGAN ETILENA GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM SULFAT**” beserta seluruh isinya adalah benar-benar karya saya sendiri. Saya tidak melakukan pengutipan atau penjiplakan dengan cara-cara yang tidak sesuai dengan etika keilmuan yang berlaku dalam masyarakat keilmuan. Atas pernyataan ini, saya siap menerima risiko atau sanksi apabila kemudian hari ditemukan adanya pelanggaran etika keilmuan atau ada klaim dari pihak lain terhadap keaslian karya saya.

Bandung, Agustus 2023
Yang membuat pernyataan,

Jihan Nurafifah Hernawan
NIM 1900124

UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan karunia dan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“REAKSI SITRONELAL DENGAN ETILENA GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM SULFAT”** dengan lancar dan tepat waktu. Dalam proses penyusunan skripsi banyak pihak yang terlibat serta mendukung penulis hingga selesai. Oleh karena itu penulis menyampaikan rasa hormat dan ucapan terimakasih yang mendalam kepada:

1. Kedua orang tua penulis, ibu Susi Suciati, S.Pd. dan pak Iwan Hernawan, M.Pd., yang telah memberikan dukungan moril dan materil yang tak terhitung jumlahnya pada penulis.
2. Bapak Prof. Dr.H.R. Asep Kadarohman, M.Si. selaku dosen pembimbing 1 yang telah membiayai penelitian, memberikan banyak ilmu, membimbing proses penelitian, dan memberikan saran kepada penulis.
3. Bapak Dr. Iqbal Musthapa, M.Si. selaku dosen pembimbing 2 yang telah meluangkan waktu, memberikan bimbingan, dan saran kepada penulis.
4. Ibu Dr. Heli Siti Halimatul M., M.Si. selaku dosen pembimbing akademik yang senantiasa membantu dan memberikan dukungan yang luar biasa selama perkuliahan di Kimia UPI.
5. Bapak Gun Gun Gumilar, M.Si. selaku ketua KBK Kimia Hayati yang selalu membantu dan mendukung selama perkuliahan KBK.
6. Ibu Dr. Fitri Khoerunnisa, Ph.D. selaku ketua Program Studi Kimia FPMIPA UPI, serta Bapak dan Ibu Dosen juga Laboran Kimia UPI yang telah memberikan ilmu yang sangat bermanfaat kepada penulis.
7. Deaniar Hafilah dan Riska Kurnelia Ananda sahabat yang senantiasa menemani selama empat tahun proses perkuliahan sampai penulisan skripsi ini selesai.
8. Muhammad Daffa Putra, Galih Wicaksono, Sifa Aulia Rahma, dan Rauza Tinur, selaku rekan riset atsiri yang menemani penulis selama proses penelitian.
9. Eka Nikita Pratiwi, Trisa Sukma Nur Insani, Anisa Noorlela, Ghea Dinda Nugraha, Annisa Klarasita, Melvin Fauzan Idat, Yohanes Ivan Benaya,

Annisa Rizky Salsabila, Lydzikri Astuti, dan seluruh rekan Kimia Hayati dan Kimia C 2019 yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan senyawa hasil reaksi sitronelal dengan etilen glikol menggunakan katalis asam sulfat serta menentukan pengaruh variasi suhu dan jumlah katalis terhadap hasil reaksi. Reaksi dilakukan menggunakan refluks dengan teknik azeotrop untuk mengurangi jumlah air dalam sistem reaksi. Variasi kondisi reaksi terdiri atas variasi suhu 88°C, 90°C, dan 92°C dan variasi jumlah katalis H₂SO₄ 0,004 mol dan 0,006 mol, jumlah sitronelal yang direaksikan 0,1 mol dan etilen glikol 0,2 mol selama 2 jam. Produk reaksi dipisahkan menggunakan distilasi fraksinasi dan dianalisis menggunakan GC (*Gas Chromatography*), GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*), dan FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk reaksi antara sitronelal dan etilen glikol menghasilkan sitronelal dioksolana dengan pengotor berupa isopulegol. Suhu refluks terbaik berpengaruh pada pemisahan yang lebih efisien. Sedangkan, semakin banyak jumlah katalis yang ditambahkan, nilai konversi sitronelal bertambah. Suhu terbaik adalah 90°C dan jumlah katalis H₂SO₄ terbaik sebanyak 0,006 mol dengan konversi sitronelal dioksolana sebesar 30,88% pada waktu retensi 22,827 dan 21,92% pada waktu retensi 23,488.

Kata Kunci: Asetalisasi, Azeotrop, Katalis Asam Sulfat, Sitronelal, Sitronelal Dioksolana

ABSTRACT

This study aims to determine the compounds resulting from the reaction of citronellal with ethylene glycol using sulfuric acid as a catalyst and to determine the effect of temperature variations and the amount of catalyst on the reaction results. The reaction is carried out using reflux with an azeotropic technique to reduce the amount of water in the reaction system. Variations in reaction conditions consisted of temperature variations of 88°C, 90°C and 92°C and variations in the amount of catalyst H₂SO₄ 0.004 mol and 0.006 mol, the amount of citronellal reacted was 0.1 mol and ethylene glycol 0.2 mol for 2 hours. The reaction products were separated using fractional distillation and analyzed using GC (Gas Chromatography), GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry), and FTIR (Fourier-Transform Infrared Spectroscopy). The results showed that the reaction product between citronellal and ethylene glycol produced citronellal dioxolane with isopulegol as an impurity. The best reflux temperature has an effect on the efficiency of the separation. Meanwhile, the more amount of catalyst added, the citronellal conversion value increased. The best temperature was 90°C and the best amount of H₂SO₄ catalyst was 0.006 mol with a citronellal dioxolane conversion of 30.88% at a retention time of 22.827 and 21.92% at a retention time of 23.488.

Keywords: Acetalization, Azeotrope, Citronellal, Citronellal dioxolane, Sulfuric Acid Catalyst

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI.....	iii
UCAPAN TERIMA KASIH.....	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I.....	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
1.5 Struktur Organisasi Penelitian.....	4
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Sitronelal Dioksolana	5
2.2 Sitronelal	5
2.3 Etilen Glikol	6
2.4 Katalis Asam Sulfat.....	7
2.5 Sikloheksana.....	8
2.6 Perlindungan Gugus Karbonil dengan Asetalisasi	8
2.7 Azeotrop	10
2.8 Refluks.....	10
BAB III	13
METODE PENELITIAN.....	13
3.1 Waktu dan Lokasi Pelaksanaan.....	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Alat.....	13

3.2.2	Bahan	13
3.3	Desain Penelitian	13
3.4	Prosedur Percobaan	14
3.4.1	Reaksi sitronelal dengan etilen glikol	14
3.4.2	Analisis hasil dengan instrumen	15
BAB IV	16
PEMBAHASAN	16
4.1	Reaksi sitronelal dengan etilen glikol.....	16
4.2	Pengaruh suhu refluks dan jumlah katalis terhadap hasil reaksi asetalisasi 21	
4.2.1	Pengaruh suhu refluks	21
4.2.2	Pengaruh jumlah katalis	22
4.3	Karakterisasi Hasil Reaksi Sitronelal dengan Etilena Glikol	23
4.3.1	Karakterisasi Menggunakan GC-MS	23
4.3.2	Karakterisasi Menggunakan FTIR	27
BAB V	29
KESIMPULAN DAN SARAN	29
5.1	Kesimpulan.....	29
5.2	Saran.....	29
LAMPIRAN	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Reaksi antara Sitronelal dengan Etilen Glikol.....	2
Gambar 2.1	Struktur Sitronelal Dioksolana	5
Gambar 2.2	Enansiomer Sitronelal.....	6
Gambar 2.3	Struktur Etilen Glikol.	6
Gambar 2.4	Struktur Asam Sulfat	7
Gambar 2.5	Struktur Senyawa Sikloheksana	8
Gambar 2.6	Reaksi Pembentukan Asetal	9
Gambar 3.1	Bagan alir penelitian	14
Gambar 4.1	Mekanisme Reaksi Sitronelal dengan Etilen Glikol.....	17
Gambar 4.2	Kromatogram GC Sitronelal.....	20
Gambar 4.3	Persamaan Termokimia Reaksi Sitronelal dan Etilen Glikol.....	20
Gambar 4.4	Pengaruh Suhu terhadap Hasil Konversi Sitronelal	21
Gambar 4.5	Pengaruh Jumlah Katalis terhadap Hasil Konversi Sitronelal	22
Gambar 4.6 (a)	Kromatogram GC-MS Sitronelal	24
Gambar 4.7	Kromatogram GC-MS Senyawa Hasil Reaksi Sitronelal dengan Etilen Glikol.....	25
Gambar 4.8 (a)	Spektrum Massa Peak 11 (b). Spektrum Massa Peak 15	26
Gambar 4.9	Mekanisme Reaksi Sitronelal Menjadi Isopulegol	27
Gambar 4.10	Spektrum FTIR Sitronelal vs Senyawa Hasil Reaksi	28

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Kimia dan Fisika Sitronelal Dioksolana	5
Tabel 2.2 Sifat Kimia dan Fisika Senyawa Sitronelal	6
Tabel 2.3 Sifat Kimia dan Fisika Etilen Glikol	7
Tabel 2.4 Sifat Kimia dan Fisika Asam Sulfat	7
Tabel 2.5 Sifat Kimia dan Fisika Sikloheksana	8
Tabel 4.1 Hasil Bacaan MS dan Prediksi Senyawa.....	25
Tabel 4.2 Gugus Fungsi Khas Senyawa.....	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan	34
Lampiran 2. Perhitungan ΔH Reaksi Sintesis Sitronelal Dioksolan dari Data Energi Ikatan	36
Lampiran 3. Kromatogram GC	37
Lampiran 4. Spektrum FTIR	41

DAFTAR PUSTAKA

- Alves, G., Nunes, R., Melo, K., & Ornellas, M. H. F. (2022). Tumors due to chronic exposure to benzene and biomarkers of exposure. *Journal of Cancer Metastasis and Treatment*, 8.
- Alali, K., Lebsir, F., Hayder, R., Rahmouni, A., Kamoun, M., & Besbes, N. (2022). ACETALIZATION REACTIONS OF CARBONYL COMPOUNDS: SYNTHESIS AND APPLICATIONS. *Moroccan Journal of Heterocyclic Chemistry*, 21(01), 21-01.
- Azkaar, M., Mäki-Arvela, P., Vajglová, Z., Fedorov, V., Kumar, N., Hupa, L., ... & Murzin, D. Y. (2019). Synthesis of menthol from citronellal over supported Ru-and Pt-catalysts in continuous flow. *Reaction Chemistry & Engineering*, 4(12), 2156-2169.
- Clark, K. J., Fray, G. I., Jaeger, R. H., & Robinson, R. (1959). Synthesis of D-and L-isoiridomyrmecin and related compounds. *Tetrahedron*, 6(3), 217-224.
- Do, D. N., Nguyen, D. P., Phung, V. D., Le, X. T., Le, T. M., Do, V. M., ... & Luu, X. C. (2021). Fractionating of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil by vacuum fractional distillation. *Processes*, 9(4), 593.
- Fatimura, M. (2017). Tinjauan Teoritis Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Operasi Pada Kolom Destilasi. *Jurnal Media Teknik*, 11(1).
- Feriyanto, Y. E., Sipahutar, P. J., & Hakim, J. A. R. (2013). Pengambilan Minyak Atsiri dari Daun dan Batang Serai Wangi (*Cymbopogon winterianus*) Menggunakan Metode Distilasi Uap dan Air dengan Pemanasan Microwave, 2(1), 5
- Franke, M. B. (2016). MINLP optimization of a heterogeneous azeotropic distillation process: Separation of ethanol and water with cyclohexane as an entrainer. *Computers & Chemical Engineering*, 89, 204-221.
- Greene, T.W. and Wuts, P.G.M. (1999). Protective Groups in Organic Synthesis. 3rd Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 76-76.
<https://doi.org/10.1002/0471220574>

- Hasrianti, H., Nururrahmah, N., & Nurasia, N. (2017). Pemanfaatan Ekstrak Bawang Merah Dan Asam Asetat Sebagai Pengawet alami Bakso. *Dinamika*, 7(1), 9-30
- Kadarohman, A., Salima, G., Salim, A. H., Safitri, A., Gustiawan, K. H., Sardjono, R. E., ... & Khumaisah, L. L. (2022). Fructose Synthesis from Ethanol and Acetic Acid. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 11(3), 250-258.
- Laela, D., & Hairunnisa, H. (2021). PRARANCANGAN PABRIK ETILEN GLIKOL DARI ETILEN OKSIDA DENGAN PROSES HIDRASI NON KATALITIK KAPASITAS 200.0000 TON/TAHUN. *JURNAL TUGAS AKHIR TEKNIK KIMIA*, 4(1), 19-24.
- Liu, W., Guo, R., Peng, G., & Yin, D. (2022). Sulfuric acid immobilized on activated carbon aminated with ethylenediamine: An efficient reusable catalyst for the synthesis of acetals (Ketals). *Nanomaterials*, 12(9), 1462.
- Makarouni, D., Evgenidi, C. D., Kordulis, C., & Dourtoglou, V. (2023). Catalytic conversion of biomass-derived compounds to high added value products using an acid treated natural mordenite. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 33, 101125.
- Manjunathan, P., Maradur, S. P., Halgeri, A. B., & Shanbhag, G. V. (2015). Room temperature synthesis of solketal from acetalization of glycerol with acetone: Effect of crystallite size and the role of acidity of beta zeolite. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 396, 47-54.
- Mhadhbi, O., & Besbes, N. (2020). DESIGN OF HETEROGENOUS CATALYSIS IN ORGANIC SYNTHESIS. *Moroccan Journal of Heterocyclic Chemistry*, 19(3), 19-3.
- Moore, Walter J. (1962). Physical Chemistry. *Prentice Hall*, Edisi 3., hal. 140–142.
- Nagendrappa, G., & Chowreddy, R. R. (2021). Organic reactions using clay and clay-supported catalysts: a survey of recent literature. *Catalysis Surveys from Asia*, 25(3), 231-278.

National Center for Biotechnology Information (2023). PubChem Compound Summary for CID 7794, Citronellal. Dikutip pada 5 Agustus 2023 dari <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Citronellal>.

National Center for Biotechnology Information (2023). PubChem Compound Summary for CID 11970548, 2-(2,6-Dimethylhept-5-enyl)-1,3-dioxolane. Dikutip pada 5 Agustus 2023 dari <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/2-2,6-Dimethylhept-5-enyl-1,3-dioxolane>.

Pybus, D.H., & Sell, C.S. (1999). *The chemistry of fragrances*.

Sastrohamidjojo, H. 2002. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: FMIPA UGM.

Sekerová, L., Spáčilová, M., Vyskočilová, E., Krupka, J., & Červený, L. (2019). Acid catalyzed acetalization of aldehydes with diols resulting into the formation of fragrant cyclic acetals. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, 127, 727-740.

Sulaswatty, A., et al. (2019). *Quo Vadis Minyak Serai Wangi dan Produk Turunannya*. Jakarta : LIPI Press

Sunarya, Y. dan Setiabudi, A. (2009). *Mudah dan Aktif Belajar Kimia untuk Kelas XI Sekolah Menengah Atas/Madasrah Aliyah*. Jakarta: Departemen Pendidikan Nasional

Taylor, W. G. (1982). Synthesis and characterization of some oxidized derivatives of citronellal ethylene acetal. *Canadian Journal of Chemistry*, 60(14), 1847-1852.

Greene, T.W. and Wuts, P.G.M. (1999). *Protective Groups in Organic Synthesis*. 3rd Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 76-76. <https://doi.org/10.1002/0471220574>

Wulanndari, T. G., & Ardiani, F. (2017). *Pabrik Etilen Glikol dari Etilen dengan Proses Oksidasi Langsung dengan Udara Dilanjutkan Hidrolisis Etilen Oksida* (Doctoral dissertation, Institut Teknologi Sepuluh Nopember)

- Yahya, A., Rubiyanto, D., & Fatimah, I. (2021). Heterogeneous Catalytic Conversion of Citronellal into Isopulegol and Menthol: Literature Review. *Science and Technology Indonesia*, 6(3), 166-180.
- Yue, H., Zhao, Y., Ma, X., & Gong, J. (2012). Ethylene glycol: properties, synthesis, and applications. *Chemical Society Reviews*, 41(11), 4218-4244