

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS H_2SO_4**

SKRIPSI

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



Oleh:

Agista Safitri

1704568

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN PENDIDIKAN KIMIA
FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA
BANDUNG
2021**

Agista Safitri, 2021

*SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS
 H_2SO_4*

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS H_2SO_4**

Oleh
Agista Safitri

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

© Agista Safitri 2021
Universitas Pendidikan Indonesia
Agustus 2021

Hak Cipta dilindungi Undang-Undang
Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruhnya atau sebagian,
dengan dicetak ulang, difoto kopi, atau cara lainnya tanpa izin dari penulis

AGISTA SAFITRI

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS H₂SO₄**

Disetujui dan disahkan oleh:

Pembimbing I



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

NIP. 196305011987031002

Pembimbing II



Prof. Dr. Ratnaningsih Eko Sardjono, M.Si.

NIP. 196904191992032002

Mengetahui,

Ketua Departemen Pendidikan Kimia



Dr. Hendrawan, M.Si.

NIP. 196309111989011001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi dengan judul **“SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS H₂SO₄”** ini beserta seluruh isinya adalah benar-benar karya saya sendiri. Saya tidak melakukan penjiplakan dengan cara-cara yang tidak sesuai dengan etika ilmu yang berlaku dalam masyarakat keilmuan. Atas pernyataan ini, saya siap menanggung resiko/sanksi apabila di kemudian hari ditemukan adanya pelanggaran etika keilmuan atau ada klaim dari pihak lain terhadap keaslian karya saya ini.

Bandung, Agustus 2021

Agista Safitri

1704568

ABSTRAK

Frukton merupakan salah satu bahan wewangian dengan aroma seperti apel yang dapat diperoleh melalui proses asetalisasi menggunakan katalis asam H_2SO_4 . Di Indonesia, frukton belum diproduksi dan belum ditemukan penelitian terkait sintesis senyawa frukton. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh teknik azeotrope serta kondisi optimum dari pembentukan senyawa frukton menggunakan katalis H_2SO_4 . Pada penelitian ini dilakukan sintesis frukton dari etil asetoasetat dan etilen glikol menggunakan metode refluks. Refluks yang dilengkapi dengan *dean stark* dan sikloheksan untuk membentuk campuran azeotrope memberikan hasil yang lebih baik bila dibandingkan dengan tanpa pembentukan azeotrop. Penentuan kondisi optimum dilakukan pada variasi suhu pada suhu $74^\circ C$, $78^\circ C$ dan $82^\circ C$, dan variasi pereaksi etil asetoasetat dan etilen glikol 1:1,5 ; 1:2 ; dan 1:3. Selain itu juga dilakukan variasi jumlah katalis H_2SO_4 sebanyak 0,002 mol; 0,004 mol; 0,006 mol; 0,008 mol; dan 0,01 mol serta variasi waktu reaksi 0,5 jam; 1 jam; 1,5 jam; 2 jam; 2,5 jam; 3 jam; 3,5 jam; dan 4 jam. Analisis hasil sintesis dilakukan menggunakan instrumen GC (*Gas Chromatography*) dan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*). Ditemukan kondisi optimum sintesis frukton, yaitu pada suhu $78^\circ C$, perbandingan pereaksi etil asetoasetat terhadap etilen glikol 1:2, jumlah katalis H_2SO_4 sebanyak 0,006 mol dan waktu reaksi selama 2 jam dengan perolehan hasil dengan tingkat kemurnian 87,07%.

Kata Kunci: Frukton, Sintesis, H_2SO_4

ABSTRACT

Fructose is one of the fragrance ingredients with an apple-like aroma that can be obtained through the acetalization process using an acid catalyst H₂SO₄. In Indonesia, fructones have not been produced and no research has been found regarding the synthesis of fructose compounds. This study aims to determine the effect of the azeotrope technique and the optimum conditions for the formation of fructose compounds using H₂SO₄ as a catalyst. In this study, the synthesis of fructose from ethyl acetoacetate and ethylene glycol was carried out using the reflux method. Reflux equipped with dean stark and cyclohexane to form an azeotrope mixture gave better results when compared with no azeotrope formation. Determination of the optimum conditions was carried out at various temperatures at 74 °C, 78 °C and 82 °C, and the reagent variations of ethyl acetoacetate and ethylene glycol 1:1.5 ; 1:2 ; and 1:3. In addition, variations in the amount of H₂SO₄ catalyst were also carried out as much as 0.002 mol; 0.004 moles; 0.006 moles; 0.008 moles; and 0.01 mol and the variation of reaction time is 0.5 hours; 1 hour; 1.5 hours; 2 hours; 2.5 hours; 3 hours; 3.5 hours; and 4 hours. Analysis of the synthesis results was carried out using GC (Gas Chromatography) and GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry) instruments. The optimum conditions for the synthesis of fructones were found, namely at a temperature of 78 °C, the ratio of ethyl acetoacetate to ethylene glycol 1:2, the amount of H₂SO₄ catalyst was 0.006 mol and the reaction time was 2 hours with the yield obtained with a purity level of 87.07%.

Keywords: *Fructose, Synthesis, H₂SO₄*

DAFTAR ISI

PERNYATAAN.....	i
ABSTRAK.....	ii
ABSTRACT.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
1.5 Struktur Organisasi Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Frukton.....	6
2.2 Etil Asetoasetat.....	6
2.3 Etilen Glikol.....	7
2.4 Reaksi Asetalisasi.....	8
2.5 Katalis.....	10
2.6 H ₂ SO ₄	11
2.7 Azeotrop.....	11
2.8 Refluks.....	13
2.9 Distilasi.....	13
2.10 Kinetika Kimia.....	15
2.11 Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GC-MS).....	18
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	21
3.2 Alat dan Bahan.....	21
3.2.1 Alat.....	21
3.2.2 Bahan.....	21

3.3	Alur Penelitian	22
3.4	Tahapan Penelitian.....	22
3.4.1	Reaksi Asetalisasi	22
3.4.2	Analisis Hasil	23
BAB IV TEMUAN DAN PEMBAHASAN.....		24
4.1.	Sintesis Fruktan	24
4.2.	Penentuan Kondisi Optimum Suhu pada Sintesis Fruktan	28
4.3.	Penentuan Kondisi Optimum Perekasi pada Sintesis Fruktan	29
4.4.	Penentuan Kondisi Optimum Katalis H ₂ SO ₄ pada Sintesis Fruktan	30
4.5.	Pengaruh Variasi Waktu pada Sintesis Fruktan	31
4.6.	Penentuan Konstanta Laju dan Orde Reaksi Pembentukan Fruktan	32
4.7.	Analisis Hasil GC-MS.....	34
BAB V SIMPULAN, IMPLIKASI DAN REKOMENDASI.....		37
5.1	Simpulan.....	37
5.2	Implikasi.....	37
5.3	Rekomendasi	37
DAFTAR PUSTAKA.....		38

DAFTAR PUSTAKA

- Adzani, S.A.A. (2012). Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalis Ni/ Zeolit Hasil Preparasi pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik Asam Oleat. Skripsi. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia.
- Agusta, A. (2000). Minyak atsiri tumbuhan tropika Indonesia. Bandung: ITB Press.
- Andayani, R., Martinus, B. A., & Putri, Y. G. (2016). Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Zat Pengawet Natrium Benzoat pada Cabe Merah Giling Secara Spektrofotometri Ultraviolet. *SCIENTIA: Jurnal Farmasi dan Kesehatan*, 6(2), 133-138.
- Api, A. M., Belsito, D., Botelho, D., Bruze, M., Burton Jr, G. A., Buschmann, J., ... & Tsang, S. (2018). RIFM fragrance ingredient safety assessment, ethyl 2-methyl-1, 3-dioxolane-2-acetate, CAS Registry Number 6413-10-1. *Food and Chemical Toxicology*, 122, S438-S444.
- Asra, R., Rusdi, R., Arifin, P., & Nessa, N. (2019). ANALISIS SENYAWA BERBAHAYA PARFUM ISI ULANG YANG DIJUAL DI KOTA PADANG MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI GAS-SPEKTROMETRI MASSA. *Jurnal Riset Kimia*, 10(1), 20-29
- Badan Pusat Statistik. (2020). Ekspor dan Impor. <https://www.bps.go.id/exim/>. Diakses pada 24 Februari 2021.
- Bartle, K. D., & Myers, P. (2002). History of gas chromatography. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 21(9-10), 547-557.
- Bruckner, R. (2001). *Advanced organic chemistry: reaction mechanisms*. Elsevier.
- Budi Arifin, M., Wukirsari, T., Luthfan Irfana, M., & Achmadi, S. S. (2021). *Penuntun Pratikum Kimia Organik Berbasis Kompetensi Untuk Mahasiswa S1 Kimia*. PT Penerbit IPB Press.
- Budiman, A. (2021). *Distilasi teori dan pengendalian operasi*. UGM PRESS.
- Chang, R. (2005). Kimia dasar: konsep-konsep inti. *Jakarta: Erlangga*.
- Chisvert, A., Lopez-Nogueroles, M., & Salvador, A. (2018). Perfumes. *Encyclopedia of Analytical Science (Third Edition)*, Academic Press.
- Climent, M. J., Corma, A., Velly, A., & Susarte, M. (2000). Zeolites for the production of fine chemicals: Synthesis of the fructose fragrance. *Journal of Catalysis*, 196(2), 345-351.

- Dewi, T. K., & Novriyansyah, T. (2016). Pengaruh Rasio Reaktan pada Impregnasi dan Suhu Reduksi terhadap Karakter Katalis Kobalt/Zeolit Alam Aktif. *Jurnal Teknik Kimia*, 22(3), 34-42.
- Fadillah, A., & Fitria, C. (2020). *Desain Proses Extractive Distillation Sistem Etil Asetat-Etanol Dan Etil Asetat-Air dengan Menggunakan Organic Solvent Dan Ionic Liquid Sebagai Entrainer* (Doctoral dissertation, Institut Teknologi Kalimantan).
- Fatimura, M. (2017). Tinjauan Teoritis Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Operasi Pada Kolom Destilasi. *Jurnal Media Teknik*, 11(1).
- Fauziah, S. (2015). *SINTESIS SENYAWA DIHIDROPIRIMIDINON DARI ETIL ASETOASETAT DAN APLIKASINYA SEBAGAI ANTIBAKTERI* (Doctoral dissertation, UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG).
- Fenida, T. M. (2010). Studi Reaksi Hidrolisis Glukosa untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis Homogen dan Katalis Heterogen Asam. *Skripsi. Depok: Kimia FMIPA-UI*.
- Ferreira, G. K. B., Carvalho, C., & Nakagaki, S. (2019). Studies of the Catalytic Activity of Iron (III) Porphyrins for the Protection of Carbonyl Groups in Homogeneous Media. *Catalysts*, 9(4), 334.
- Forgacs, E., & Cserhati, T. (2003). Gas Chromatography. *Food authenticity and traceability 192-217*. Elsevier.
- Gao, S., Liang, X., Yang, J., & He, M. (2008). Highly efficient heterogeneous procedure for the synthesis of fructose fragrant. *Science in China Series B: Chemistry*, 51(7), 646.
- Harris, T. K., & Keshwani, M. M. (2009). Measurement of enzyme activity. In *Methods in enzymology* (Vol. 463, pp. 57-71). Academic Press.
- Haryono, H. E. (2019). *Kimia Dasar*. Deepublish.
- Hidayatullah, M. (2014). Sintesis Zr-MOFs sebagai Katalis Reaksi Asetalisasi Benzaldehid dengan Metanol. *Skripsi Institut Teknologi Bandung*.
- Husin, H., Mahidin, M., & Marwan, M. (2011). Studi penggunaan katalis abu sabut kelapa, abu tandan sawit dan K₂CO₃ untuk konversi minyak jarak menjadi biodiesel. *Reaktor*, 13(4), 254-261.

- Isac-García, J., Dobado, J. A., Calvo-Flores, F. G., & Martínez-García, H. (2016). *Experimental Organic Chemistry: Laboratory Manual*. Academic Press.
- Izhari, M. A., Bhatt, A. B., Pant, S., Pant, D., & Ansari, M. S. (2013). Gaschromatography/mass spectrometry analysis of degradation of ethylacetoacetate achieved in shake flask culture using a previously characterized yeast strain *Tichosporon dermatis*. *Journal of Natural Sciences*, 27-35.
- Jain, M. (1998). Competition science vision. *India: Pratiyogita Darpan*.
- Keenan. (1999). Ilmu Kimia untuk Universitas, edisi keenam. Erlangga: Jakarta.
- Kristianingrum, S. (2003). Kinetika Kimia. *Workshop Guru Bidang Studi Kimia*. Sidoarjo.
- Kulkarni, R. M., & Arvind, N. (2021). Acetalization of glycerol and benzaldehyde to synthesize biofuel additives using SO₄²⁻/CeO₂-ZrO₂ catalyst. *Heliyon*, 7(1), e06018.
- Le Page, J. F. (1987). *Applied Heterogeneous Catalysr*. Editions OPHRYS.
- LI, R. Y., SONG, D. Y., SONG, H. Y., & Jing, C. H. E. N. (2017). Brønsted Acidic Ionic Liquids as Efficient and Recyclable Catalysts for the Acetalization of Aldehyde with Alcohol. *分子催化*, 31(4), 305-315.
- Lin, Q., Li, X., Chen, Y., & Lou, B. (2011). Preparation of fructose catalyzed by aluminium sulfate in ionic liquid medium. *Journal of Saudi Chemical Society*, 15(2), 101-103.
- Liu, Y., Wang, Y. T., Liu, T., & Tao, D. J. (2014). Facile synthesis of fructose from ethyl acetoacetate and ethylene glycol catalyzed by SO₃H-functionalized Brønsted acidic ionic liquids. *RSC Advances*, 4(43), 22520-22525.
- Minakawa, M., Yamada, Y. M., & Uozumi, Y. (2014). Driving an equilibrium acetalization to completion in the presence of water. *RSC advances*, 4(69), 36864-36867.
- National Center for Biotechnology Information (2021). PubChem Compound Summary for CID 8868, Ethyl acetoacetate. Retrieved February 23,

2021 from <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ethyl-acetoacetate>.

- National Center for Biotechnology Information (2021). PubChem Compound Summary for CID 174, 1,2-Ethanediol. Retrieved February 23, 2021 from https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1_2-Ethanediol.
- Pratiwi, D. N. (2011). Optimalisasi reaksi esterifikasi asam asetat dengan 1-heksena, sebagai salah satu tahapan pada proses pembuatan etanol. Skripsi. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Purba, E., Khairunisa, A. C., No, J. S. B., & Lampung, B. (2012). Kajian awal laju reaksi fotosintesis untuk penyerapan gas CO₂ menggunakan mikroalga *Tetraselmis chuii*. *J. Rekayasa Proses*, 6(1), 7-13
- Rieke, R. D., Thakur, D. S., Roberts, B. D., & White, G. T. (1997). Fatty methyl ester hydrogenation to fatty alcohol part II: process issues. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 74(4), 341-345.
- Rubiyanto, D. (2016). *Teknik dasar kromatografi*. Deepublish.
- Ruikar, A., Torane, R., Tambe, A., Puranik, V., & Deshpande, N. (2009). GC-MS study of a steam volatile matter from *Mimusops elengi*. *Int J Chemtech Res Coden*, 1(2), 158-161.
- Rozhkova, A. G., Butyrskaya, E. V., Rozhkova, M. V., & Shaposhnik, V. A. (2007). Quantum chemical calculation of cation interaction with water molecules and ethylene glycol. *Journal of Structural Chemistry*, 48(1), 166-169.
- Santoso, H., Inggrid, M., Arvina, S., Paru, M. P., Christiana, E., & Santosa, T. (2016). Pembuatan katalis asam heterogen dengan metode karbonisasi hidrotermal satu tahap. *Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas Parahyangan*.
- Shriver, D. dan Atkins, P. (1999). *Inorganic Chemistry*, Third Edition. New York : Oxford University Press.
- Siahaan, P. (2000). Analisa Data Kinetika Dengan Mathcad: Reaksi Dekomposisi Etilen Oksida Asumsi Orde-1, Orde-2, dan Orde-3. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 3(3), 197-202.

- Silverstein, R. M., & Bassler, G. C. (1962). Spectrometric identification of organic compounds. *Journal of Chemical Education*, 39(11), 546.
- Smirnov, A. A., Selishcheva, S. A., & Yakovlev, V. A. (2018). Acetalization catalysts for synthesis of valuable oxygenated fuel additives from glycerol. *Catalysts*, 8(12), 595.
- Smith, M. B. (2020). *A Q&A Approach to Organic Chemistry*. CRC Press.
- Stauffer, E., Dolan, J. A., & Newman, R. (2008). CHAPTER 8-Gas chromatography and gas chromatography—mass spectrometry. *Fire debris analysis*, 235-293.
- Susianti, F., D. (2008). Konversi Pentosan Dalam Sekam Padi Menjadi Furfural Dengan Teknik Refluk Sederhana: “Aplikasi Pemisahan Dengan Teknik Ekstraksi Bertahap”. *Skripsi. Yogyakarta: Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma*.
- The Good Scent Company. (2021). The Good Scent Company : Fragrance Demo Formula. Diakses pada 15 Juli 2021 dari <http://www.thegoodscentcompany.com/demos/dm1033271.html>.
- Valero, D. A. (2010). Environmental Biochemodynamic Processes. *Environmental Biotechnology*. Academic Press.
- Wahyuni, I. (2012). Studi Pemisahan Campuran Azeotrop Etanol-Air dan Isopropil Alkohol-Air melalui Proses Pervaporasi dengan Membran Thin Film Composite Komersial. *Universitas Indonesia. Depok*.
- Walangare, K. B., Lumenta, A. S., Wuwung, J. O., & Sugiarto, B. A. (2013). Rancang bangun alat konversi air laut menjadi air minum dengan proses destilasi sederhana menggunakan pemanas elektrik. *Jurnal Teknik Elektro dan Komputer*, 2(2).
- Widelia, I. (2012). Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Narkotika Jenis Kristal Metamfetamina (Shabu) Menggunakan GCMS. Tugas Akhir Teknik Kimia. Bandung: Politeknik Negeri Bandung.
- Widodo, H. (2018). Studi Kinetika Reaksi Metil Asetat dari Asam Asetat dan Methanol dengan Variabel Waktu, Konsentrasi Katalis dan Perbandingan Reaktan. *Jurnal Ilmiah WIDYA*, 4(3).

- Wilandari, S. (2015). *PEMANFAATAN LIMBAH KULIT PISANG LILIN (MUSA ZEBRINE VAN HOUTTE) SEBAGAI BAHAN BAKU PEMBUATAN PLASTIK BIODEGRADABLE*(Doctoral dissertation, Politeknik Negeri Sriwijaya).
- 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).
- Yusuf, M. (2019). Theoretical study on the reaction mechanism of acetalization of 3-chlorobenzaldehyde catalyzed by halogen acid. *EAI Confrence Proceedings*, 477-484.