

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM FOSFOTUNGSTAT
($H_3PW_{12}O_{40} \cdot H_2O$)**

SKRIPSI

diajukan untuk memenuhi sebagian syarat memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia



Oleh:

Kameliani Hibatulloh Gustiawan

1701478

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

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM FOSFOTUNGSTAT
($H_3PW_{12}O_{40}\cdot H_2O$)**

Oleh

Kameliani Hibatulloh Gustiawan

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

© Kameliani Hibatulloh Gustiawan 2021

Universitas Pendidikan Indonesia

Agustus 2021

Hak cipta dilindungi Undang-Undang

Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruhnya atau sebagian,
dengan dicetak ulang, difotokopi, atau cara lainnya tanpa ijin dari penulis.

i

HALAMAN PENGESAHAN

KAMELIANI HIBATULLOH GUSTIAWAN

**SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DAN ETILEN
GLIKOL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM FOSFOTUNGSTAT
($H_3PW_{12}O_{40}\cdot H_2O$)**

disetujui dan disahkan oleh pembimbing :

Pembimbing I



Prof. Dr. H. R. Asep Kadarohman, M.Si.
NIP. 196305091987031002

Pembimbing II



Prof. Dr. Ratnaningsih Eko Sardjono, M.Si.
NIP. 196904191992032002

Mengetahui,

Ketua Departemen Pendidikan Kimia



Dr. Hendrawan, M.Si.
NIP. 196309111989011001

ABSTRAK

Frukton merupakan bahan parfum dengan aroma buah apel dan dapat diperoleh melalui reaksi asetalisasi etil asetoasetat dan etilen glikol menggunakan katalis asam fosfotungstat ($H_3PW_{12}O_{40}.H_2O$). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh metode refluks azeotrop menggunakan pelarut sikloheksana dan kondisi optimum dari pembentukan senyawa frukton menggunakan katalis asam fosfotungstat. Sintesis frukton dari etil asetoasetat dan etilen glikol menggunakan metode refluks azeotrop dilengkapi alat *dean-stark* dan pelarut sikloheksana. Penentuan kondisi optimum dilakukan menggunakan variasi suhu, rasio mol pereaksi, katalis, dan lama waktu reaksi. Variasi suhu reaksi dilakukan pada suhu $74^\circ C$, $75^\circ C$, $76^\circ C$, $78^\circ C$ dan $81^\circ C$. Variasi mol pereaksi antara etil asetoasetat dan etilen glikol 1 : 1,5; 1 : 2; dan 1 : 3. Variasi mol katalis asam fosfotungstat sebanyak 20×10^{-4} mol; 10×10^{-4} mol; 5×10^{-4} mol; $2,5 \times 10^{-4}$ mol; dan $1,25 \times 10^{-4}$ mol. Variasi waktu reaksi dilakukan pada 30 menit; 60 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit; 180 menit; 210 menit; dan 240 menit. Analisis hasil sintesis dilakukan menggunakan instrumen Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GC-MS). Ditemukan kondisi optimum sintesis frukton pada suhu $78^\circ C$, jumlah katalis 10×10^{-4} mol dengan rasio mol etil asetoasetat dan etilen glikol 1 : 3 selama 3 jam. Produk hasil reaksi diperoleh sebesar 93,42%.

Kata Kunci : Frukton, Asetalisasi, Asam Fosfotungstat, $H_3PW_{12}O_{40}.H_2O$

ABSTRACT

Fructose is a perfume ingredient with an apple aroma and can be obtained through the acetalization reaction of ethyl acetoacetate and ethylene glycol using a phosphotungstic acid ($H_3PW_{12}O_{40} \cdot H_2O$) as a catalyst. This study aims to determine the effect of the azeotropic reflux method using cyclohexane as an organic solvent and the optimum conditions for the formation of fructose using phosphotungstic acid catalyst. Synthesis of fructose from ethyl acetoacetate and ethylene glycol using the cyclohexane-water azeotropic reflux method equipped with a Dean-Stark apparatus. Determination of the optimum conditions was carried out using variations of temperature, mole ratio of the reagent, catalyst, and reaction time. Variation of temperature was carried out at 74°C, 75°C, 76°C, 78°C and 81°C. Variation of reagent mole between ethyl acetoacetate and ethylene glycol 1:1,5; 1:2; and 1:3. Variation of moles of phosphotungstic acid catalyst as much as 20×10^{-4} mol; 10×10^{-4} mol; 5×10^{-4} mol; 2.5×10^{-4} mol; and 1.25×10^{-4} mol. Variation of reaction time was carried out at 30 minutes; 60 minutes; 90 minutes; 120 minutes; 150 minutes; 180 minutes; 210 minutes; and 240 minutes. Analysis of the synthesis results was carried out using Gas Chromatography (GC) and Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) instruments. The optimum condition for fructose synthesis was found at a temperature of 78°C, the amount of phosphotungstic acid catalyst was 10×10^{-4} moles with a mole ratio of ethyl acetoacetate and ethylene glycol 1:3 for 3 hours with the yield product obtained is 93,42%.

Keyword: Fructose, Acetalization, Phosphotungstic acid, $H_3PW_{12}O_{40} \cdot H_2O$

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	iv
UCAPAN TERIMAKASIH.....	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I.....	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
1.5 Struktur Organisasi Skripsi.....	5
BAB II.....	6
KAJIAN PUSTAKA.....	6
2.1 Frukton	6
2.2 Etil Asetoasetat.....	7
2.3 Etilen Glikol	8
2.4 Reaksi Asetalisasi.....	9
2.5 Refluks.....	10
2.6 Distilasi.....	11
2.7 Katalis.....	12
2.8 Asam Fosfotungstat	14
2.9 Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GC-MS) 17	
2.10 Landasan Teori	19
BAB III.....	23
METODE PENELITIAN.....	23
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	23

3.2	Alat dan Bahan Penelitian	23
3.2.1	Alat	23
3.2.2	Bahan	23
3.3	Alur Penelitian	24
3.4	Prosedur Penelitian	25
3.4.1	Reaksi Asetalisasi Pembentukan Fruktan	25
3.4.2	Analisis Komposisi produk	26
BAB IV		27
TEMUAN DAN PEMBAHASAN		27
4.1	Reaksi Asetalisasi Etil Asetoasetat dan Etilen Glikol	27
4.2	Pengaruh Metode Azeotrop dengan Sikloheksana	30
4.3	Pengaruh Suhu Reaksi Asetalisasi	32
4.4	Pengaruh Perbedaan Rasio Mol Reaktan	33
4.5	Pengaruh Jumlah Mol Katalis	34
4.6	Pengaruh Perbedaan Waktu Reaksi	36
4.7	Identifikasi Hasil Sintesis menggunakan GC-MS	37
BAB V		40
SIMPULAN, IMPLIKASI DAN REKOMENDASI		40
5.1	Simpulan	40
5.2	Implikasi	40
5.3	Rekomendasi	40
DAFTAR PUSTAKA		41
LAMPIRAN		48

DAFTAR PUSTAKA

- Amien, M. S. M., Suwondo, A., & Jayanti, S. (2015). HUBUNGAN PAPARAN TOLUENE DENGAN GANGGUAN FUNGSI HATI PADA PEKERJA BAGIAN PENGECATAN SEBUAH INDUSTRI KAROSERI DI MAGELANG. *JURNAL KESEHATAN MASYARAKAT (e-Journal)*, 3(1), 395–404. <http://ejournal-s1.undip.ac.id/index.php/jkm>
- 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. <https://doi.org/10.36434/scientia.v6i2.57>
- Api, A. M., Belsito, D., Botelho, D., Bruze, M., Burton, G. A., Buschmann, J., Dagi, M. L., Date, M., Dekant, W., Deodhar, C., Francis, M., Fryer, A. D., Jones, L., Joshi, K., La Cava, S., Lapczynski, A., Liebler, D. C., O'Brien, D., Patel, A., ... 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(September), S438–S444. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2018.09.076>
- Ashari, A. U. (2009). *PRARANCANGAN PABRIK SIKLOHEKSANA DENGAN PROSES HIDROGENASI BENZENA KAPASITAS 88.509 TON PER TAHUN*. UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURAKARTA.
- Atkins, P. W. (1993). *Kimia Fisika Jilid 2* (P. W. Indarto (ed.); 4th ed.). Penerbit Erlangga.
- Badan Pusat Statistik. (2020). *EKSPOR DAN IMPOR*. <https://www.bps.go.id/exim/>
- Bardin, B. B., & Davis, R. J. (2000). Effect of water on silica-supported phosphotungstic acid catalysts for 1-butene double bond shift and alkane skeletal isomerization. *Applied Catalysis A: General*, 200(1), 219–231. [https://doi.org/10.1016/S0926-860X\(00\)00651-7](https://doi.org/10.1016/S0926-860X(00)00651-7)

- Bruckner, R. (2002). Advanced organic chemistry. In N. Donaghy (Ed.), *Journal of Chemical Education* (Vol. 79, Issue SUPPL.). HARCOURT/ACADEMIC PRESS.
<https://doi.org/10.1093/jaoac/34.2.496>
- Budiyanto, R. (2012). *AKTIVITAS DAN SELEKTIVITAS KATALIS Ni/H5NZA TERHADAP HIDRORENGKAH METIL OLEAT MENJADI SENYAWA HIDROKARBON FRAKSI PENDEK* [Universitas Jember].
<https://doi.org/10.20473/jkr.v3i1.8902>
- Chang, R. (2003). *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti Jilid 2* (L. Simarmata (ed.); 3rd ed.). Penerbit Erlangga.
- Dabiri, M., & Bashiribod, S. (2009). Phosphotungstic acid: An efficient, cost-effective and recyclable catalyst for the synthesis of polysubstituted quinolines. *Molecules*, 14(3), 1126–1133.
<https://doi.org/10.3390/molecules14031126>
- Day, R. A., & Underwood, A. L. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif* (6th ed.). Penerbit Erlangga.
- Demesa, A. G., Laari, A., Sillanp, M., & Koironen, T. (2017). Valorization of lignin by partial wet oxidation using sustainable heteropoly acid catalysts. *Molecules*, 22(10), 1–11. <https://doi.org/10.3390/molecules22101625>
- Faradisha, J., Tualeka, A. R., Widajati, N., & Mulyono. (2019). Analysis of correlation between toluene exposure and health risk characterization on printing worker of plastic bags industry. *Indian Journal of Public Health Research and Development*, 10(6), 411–415.
<https://doi.org/10.5958/0976-5506.2019.01307.X>
- Fatimura, M. (2014). TINJAUAN TEORITIS FAKTOR-FAKTOR YANG MEMPENGARUHI OPERASI PADA KOLOM DESTILASI. *Jurnal Media Teknik*, 11(1), 23–31.
- Fauziah, S. (2015). *SINTESIS SENYAWA DIHIDROPIRIMIDINON DARI ETIL*

ASETOASETAT DAN APLIKASINYA SEBAGAI ANTIBAKTERI.
Universitas Negeri Semarang.

Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. (1999). *Kimia Organik Jilid 2* (3rd ed.). Penerbit Erlangga.

Forgacs, E., & Cserhati, T. (2003). Gas Chromatography. In Lees M (Ed.), *Food Authenticity and Treaceability* (pp. 197–217). CRC Press.

Grey, F. A. (2000). *Organic Chemistry* (4th ed.). McGraw-Hill Higher Education.
<https://doi.org/10.2533/chimia.2011.24>

Handayani, F. Y., & Sujarwo, W. (2020). *OPERASI TEKNIK KIMIA*. PT Kuantum Buku Sejahtera.

Hartanti, M. T. (2017). *SINTESIS 4-METIL-2-PENTANON DARI ETIL ASETOASETAT DAN s-PROPIL BROMIDA MENGGUNAKAN KATALIS ETOKSIDA MELALUI REAKSI ALKILASI DAN DEKARBOKSILASI*. Universitas Negeri Yogyakarta.

Hartati, Santoso, M., Nur, H., Wai Loon, L., Bahruji, H., Qoniah, I., & Prasetyoko, D. (2019). Selective hierarchical aluminosilicates for acetalization reaction with propylene glycol. *Indonesian Journal of Chemistry*, 19(4), 975–984.
<https://doi.org/10.22146/ijc.40106>

Hasrianti, Nururrahmah, & Nurasia. (2016). Pemanfaatan Ekstrak Bawang Merah dan Asam Asetat Sebagai Pengawet Alami Bakso. *Jurnal Dinamika*, 07(1), 9–30.

Hidayaturrahman, M. (2014). *Sintesis Zr-MOFs sebagai Katalis Reaksi Asetalisasi Benzaldehid dengan Metanol*. Institut Teknologi Bandung.

Horsley, L. H. (1962). *Azeotropic Data—II*. American Chemical Society.
<http://pubs.acs.org/doi/book/10.1021/ba-1962-0035>

Huang, H. J., Ramaswamy, S., Tschirner, U. W., & Ramarao, B. V. (2010).

Separation and purification processes for lignocellulose-to-bioalcohol production. *Bioalcohol Production: Biochemical Conversion of Lignocellulosic Biomass*, 246–277. <https://doi.org/10.1533/9781845699611.3.246>

Humairoh, F. (2019). *Prarancangan Pabrik Etilen Glikol dari Etilen Oksida dan Air dengan Menggunakan Proses Hidrolisis Non Katalitik dengan Kapasitas 150.000 Ton/Tahun*. Universitas Bhayangkara.

Isac-García, J., Dobado, J. A., Calvo-Flores, F. G., & Martínez-García, H. (2016). Basic Laboratory Operations. *Experimental Organic Chemistry*, 71–144. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803893-2.50004-8>

Kankam, K. (2020). *Alkylation of Benzene on Immobilized Phosphotungstic Acid* [East Tennessee State University]. <https://dc.etsu.edu/etd/3847>

Kaur, G., & Sharma, S. (2018). Gas Chromatography – A Brief Review. *International Journal of Information and Computing Science*, 5(7), 125–131.

Kemenperin. (2009). *Pemasok 90% Bahan Baku Dunia, Tapi RI Masih Impor Parfum*. <https://kemenperin.go.id/artikel/1921/pemasok-90-bahan-baku-dunia,-Tapi-RI>

Khopkar, S. M. (2014). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-Press.

Kristianingrum, S. (2010). *Konsep dasar Spektroskopi Massa*. Universitas Negeri Yogyakarta. <http://staffnew.uny.ac.id/upload/131872520/pendidikan/Handout-INSTRUMEN-Spektrometri+Massa-Susi.pdf>

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. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2010.06.002>

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. <https://doi.org/10.1039/c4ra01708k>

McMurry, J. E. (2015). *Organic Chemistry* (9th ed.). Brooks Cole. <https://doi.org/10.1021/ja01419a808>

Minakawa, M., Yamada, Y. M. A., & Uozumi, Y. (2014). Driving an equilibrium acetalization to completion in the presence of water. *RSC Advances*, 4(69), 36864–36867. <https://doi.org/10.1039/c4ra07116f>

National Center for Biotechnology Information. (2021a). *1,2-Ethanediol*. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1_2-Ethanediol

National Center for Biotechnology Information. (2021b). *Ethyl acetoacetate*. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ethyl-acetoacetate#section=Information-Sources>

National Center for Biotechnology Information. (2021c). *PubChem Compound Summary for CID 16212977, Phosphotungstic acid hydrate*. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Phosphotungstic-acid-hydrate>

Noshi, M. N. (2013). Phosphotungstic Acid Hydrate. In *Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis*. <https://doi.org/10.1002/047084289x.rn01615>

Rieke, R. D., Thakur, D. S., Roberts, B. D., & White, G. T. (1997). Fatty methyl ester hydrogenation to fatty alcohol part I: Correlation between catalyst properties and activity/selectivity. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 74(4), 333–339. <https://doi.org/10.1007/s11746-997-0088-y>

Risnandar, A. I., & Prabawati, S. Y. (2020). Sintesis Senyawa Mentil Vanilat dari Vanilin dan Aplikasinya sebagai Parfum. *ALKIMIA : Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*, 3(2), 61–69. <https://doi.org/10.19109/alkimia.v3i2.3805>

- Santoso, H., Inggrid, M., Christiana, E., Arvina, S., Paru, M. P., Albert, T. S., & Fitriah. (2016). *PEMBUATAN KATALIS ASAM HETEROGEN DENGAN METODE KARBONISASI HIDROTERMAL SATU TAHAP*.
- Silberberg, M. S. (2009). *Principles of General Chemistry* (3rd ed). McGraw-Hill Companies.
- Silverstein, R. M., & Webster, F. X. (1998). *Spectrometric Identification Of Organic Compounds* (6th ed.). John Willey & Sons, Inc.
- Stauffer, E. (2008). Gas chromatography and Gas Chromatography-Mass Spectrometry. In *Fire Debris Analysis* (pp. 235–293). <https://doi.org/10.1016/b978-012663971-1.50012-9>
- Susanty, S., & Bachmid, F. (2016). PERBANDINGAN METODE EKSTRAKSI MASERASI DAN REFLUKS TERHADAP KADAR FENOLIK DARI EKSTRAK TONGKOL JAGUNG (*Zea mays L.*). *Jurnal Konversi*, 5(2), 87–93. <https://doi.org/10.24853/konversi.5.2.87-92>
- Vasiliev, A., Musrock, H., Nshizirungu, P., & Kuvayskaya, A. (2018). Immobilized phosphotungstic acid for catalytic alkylation of aromatic compounds. *Advances in Chemical Engineering & Technology*, 8, 69–70. <https://doi.org/10.4172/2090-4568-C3-012>
- Widi, R. K. (2018). *PEMANFAATAN MATERIAL ANORGANIK: PENGENALAN DAN BEBERAPA INOVASI DI BIDANG PENELITIAN*. Deepublish.
- Zhai, L., & Li, H. (2019). Polyoxometalate-polymer hybrid materials as proton exchange membranes for fuel cell applications. *Molecules*, 24(19), 1–20. <https://doi.org/10.3390/molecules24193425>
- Zhang, F., Yuan, C., Wang, J., Kong, Y., Zhu, H., & Wang, C. (2006). Synthesis of fructose over dealuminated USY supported heteropoly acid and its salt catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 247(1–2), 130–137. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2005.11.036>

Zhang, G., & Zheng, C. (2001). Synthesis of Fructose with Phosphotungstic Acid as Catalyst. *Guangzhou Chemistry*, 430(4), 35–37.
<https://doi.org/10.16560/j.cnki.gzhx.2001.04.009>