

**PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL
ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT**

SKRIPSI

diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia



Oleh:

Iim Ismaya

1805930

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN PENDIDIKAN KIMIA
FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA
BANDUNG
2022**

**PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL
ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT**

Oleh
Iim Ismaya

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

©Iim Ismaya 2022
Universitas Pendidikan Indonesia
Agustus 2022

Hak Cipta dilindungi undang-undang
Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruh atau sebagian,
dengan cetak ulang, difotokopi, atau cara lainnya tanpa izin dari penulis.

HALAMAN PENGESAHAN

IIM ISMAYA

**PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL
ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT**

Disetujui dan disahkan oleh:

Pembimbing I



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

NIP. 196305011987031002

Pembimbing II



Vidia Afina Nuraini, S.Si., M.Sc

NIP. 199307052020122009

Mengetahui,

Ketua Departemen Pendidikan Kimia



Dr. Hendrawan, M. Si.

NIP. 196310291987031001

ABSTRAK

Frukton (etil-2-metil-1,3-dioksolana-2-asetat), juga dikenal sebagai bahan perisa dengan aroma buah apel, banyak digunakan dalam industri wewangian, kosmetik, dan detergen. Frukton dapat disintesis melalui reaksi asetalisasi etil asetoasetat menggunakan katalis H_2SO_4 . Namun, reaksi sintesis frukton menghasilkan produk samping, yaitu trietilen glikol diasetat. Terbentuknya produk samping disebabkan oleh hidrolisis etil asetoasetat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh air dalam reaksi terhadap jumlah frukton dan produk samping serta kondisi optimum untuk sintesis frukton. Frukton disintesis menggunakan metode refluks yang dilengkapi set alat *dean-stark* dari etil asetoasetat dan etilen glikol pada berbagai variasi kondisi suhu, perbandingan mol etil asetoasetat dan etilen glikol, jumlah katalis, dan waktu reaksi. Untuk mengetahui pengaruh air, frukton di sintesis menggunakan kondisi azeotrop dengan variasi volume sikloheksan. Produk reaksi dianalisis menggunakan GC (*Gas Chromatography*) dan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengurangan jumlah air dalam sistem reaksi dapat meningkatkan hasil konversi sintesis frukton dan menurunkan jumlah produk samping. Kondisi optimum reaksi untuk sintesis frukton diperoleh pada suhu $80^\circ C$ dengan penambahan 35 mL sikloheksan, perbandingan etil asetoasetat dan etilen glikol 1:2, waktu reaksi 2 jam, dan katalis H_2SO_4 sebanyak 0,006 mol (6mol%) dengan frukton yang dihasilkan sebanyak 93,02%, sisa etil asetoasetat yang tidak bereaksi 3,90%, dan produk samping sebanyak 3,08%.

Kata Kunci: Sintesis, Frukton, Reaksi asetalisasi, Azeotrop.

ABSTRACT

Fructose (ethyl-2-methyl-1,3-dioxolane-2-acetate), also known as an apple-like flavouring agent, widely used in the perfumery, cosmetics, and detergent industries. Fructose can be synthesized by the catalytic acetalization of ethyl acetoacetate in the presence of H_2SO_4 . However, this reaction produces side products, including triethylene glycol diacetate. The formation of these by-products is thought to be due to the hydrolysis of ethyl acetoacetate. This study aims to determine the effect of water on the yield of fructose and by-products, and also find the optimum reaction conditions for the synthesis of fructose. Fructose was synthesized by refluxing which was equipped with a dean-stark kit ethyl acetoacetate with ethylene glycol under various conditions of temperature, different mol ratio of ethyl acetoacetate and ethylene glycol, catalyst dosage, and reaction time. To determine the effect of water, fructose was synthesized using the azeotropic condition with the various volume of cyclohexane. The reaction products were analyzed by GC (Gas Chromatography) and GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry). It was found that reducing the amount of water in the reaction system could increase the yield conversion of fructose and decrease the by-products. The optimum reaction conditions for the synthesis of fructose were found to be at $80^\circ C$ with the addition of 35 mL of cyclohexane, the ratio of ethyl acetoacetate and ethylene glycol of 1:2, reaction time of 2 hours, and catalyst loading of 0.006 mol(6mol%) H_2SO_4 , thus resulting fructose in 93.02%, unreacted ethyl acetoacetate of 3.90% and by-product of 3.08%.

Keywords: *Synthesis, Fructose, Acetalization reaction, Azeotrope*

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
UCAPAN TERIMA KASIH.....	ii
ABSTRAK	iv
<i>ABSTRACT</i>	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
1.5 Struktur Organisasi Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Frukton	5
2.2 Reaksi Asetalisasi.....	6
2.3 Katalis.....	9
2.4 Azeotrop	10
2.5 Refluks	11
2.6 Destilasi.....	12
2.7 Instrumentasi	14
2.7.1 Kromatografi Gas (GC).....	14
2.7.2 Kromatografi Spektrometri Massa (GC-MS).....	15
BAB III METODE PENELITIAN.....	17
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan	17
3.3 Desain Penelitian.....	18

lim Ismaya, 2022

PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT

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

3.4	Prosedur Percobaan	18
3.4.1	Sintesis Frukon.....	18
3.4.2	Analisis Hasil.....	19
BAB IV	TEMUAN DAN PEMBAHASAN	20
4.1	Sintesis Senyawa Frukon	20
4.2	Pengaruh Air dalam Sistem Reaksi	24
4.3	Penentuan Kondisi Optimum Variasi Suhu	27
4.4	Penentuan Kondisi Optimum Variasi Perbandingan Mol Pereaksi	29
4.5	Penentuan Jumlah Sikloheksan	30
4.6	Penentuan Kondisi Optimum Variasi Penambahan Jumlah Katalis	31
4.7	Penentuan Kondisi Optimum Variasi Waktu Reaksi	33
4.8	Analisis Hasil Kromatografi Spektrometri Massa (GC-MS)	34
BAB V	SIMPULAN, IMPLIKASI, DAN REKOMENDASI	38
5.1	Simpulan.....	38
5.2	Implikasi.....	38
5.3	Rekomendasi	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Persamaan reaksi sintesis frukton.....	1
Gambar 2.1	Struktur kimia senyawa frukton	5
Gambar 2.2	Persamaan reaksi sintesis frukton.....	5
Gambar 2.3	Pembentukan produk asetal siklik dan asiklik.....	7
Gambar 2.4	Tahap adisi reaksi pembentukan asetal	7
Gambar 2.5	Tahap pembentukan karbokation α -alkoxy pada reaksi pembentukan asetal	7
Gambar 2.6	Tahap terakhir reaksi pembentukan asetal	8
Gambar 2.7	Persamaan reaksi pembentukan hemiasetal dan asetal.....	8
Gambar 2.8	Skema rangkaian alat kromatografi gas: (1) Port injeksi, (2) Kolom, (3) Gas pembawa, (4) Oven, (5) Detektor, dan (6) Pemroses data.	14
Gambar 2.9	Skema rangkaian alat kromatografi gas: (1) Port injeksi, (2) Kolom, (3) Gas pembawa, (4) Oven, (5) Detektor MS, (6) Ionisasi elektron, (7) Lensa, (8) Analisis massa, dan (9) Detektor elektron multiplier, dan (9) Pemroses data.	16
Gambar 3.1	Desain penelitian sintesis frukton.....	18
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa frukton.....	20
Gambar 4.2	Kromatogram standar (a) etil asetoasetat dan (b) frukton	23
Gambar 4.3	Persamaan termokimia reaksi sintesis frukton	24
Gambar 4.4	Struktur kimia trietilen glikol diasetat	24
Gambar 4.5	Usulan mekanisme reaksi pembentukan asam asetat	25
Gambar 4.6	Usulan mekanisme reaksi pembentukan trietilen glikol.....	25
Gambar 4.7	Usulan mekanisme reaksi pembentukan trietilen glikol diasetat ...	26
Gambar 4.8	Mekanisme reaksi pembentukan asam 3,3-etilenadioksi-butanoat	26
Gambar 4.9	Pengaruh variasi suhu reaksi terhadap hasil sintesis frukton	28
Gambar 4.10	Pengaruh variasi jumlah sikloheksan terhadap hasil sintesis frukton	31
Gambar 4.11	Pengaruh variasi jumlah katalis terhadap hasil sintesis frukton.....	32
Gambar 4.12	Pengaruh variasi waktu terhadap hasil sintesis senyawa frukton ...	33

lim Ismaya, 2022

**PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DENGAN
KATALIS ASAM SULFAT**

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

Gambar 4.13	Kromatogram GC-MS sintesis frukton	34
Gambar 4.14	(a) Spektrum senyawa puncak 4 dan (b) spektrum senyawa frukton	35
Gambar 4.15	Pola fragmentasi senyawa frukton.....	36
Gambar 4.16	Struktur kimia senyawa <i>(2-Methyl[1,3]dioxolan-2-yl)thioacetic acid S-[3-(2-methyl[1,3]dioxolan-2-yl)-2-oxopropyl]ester</i>	37

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat fisika dan kimia senyawa frukton	5
Tabel 4.1	Pengaruh penambahan sikloheksan terhadap jumlah frukton dan produk samping yang dihasilkan	27
Tabel 4.2	Pengaruh perbandingan pereaksi terhadap hasil sintesis frukton	29
Tabel 4.3	Komponen senyawa pada sampel hasil identifikasi GC-MS	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Perhitungan	44
Lampiran 2	Bagan Alir Percobaan	47
Lampiran 3	Hasil GC dan GC-MS Sintesis Senyawa Fruktan	48
Lampiran 4	Dokumentasi Penelitian	73
Lampiran 5	Riwayat Hidup Penulis	76

lim Ismaya, 2022

PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT

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

DAFTAR PUSTAKA

- Api, A. M., Belsito, D., Botelho, D., Bruze, M., Burton, G. A., Buschmann, J., Dagli, M. L., et al. (2018). RIFM fragrance ingredient safety assessment, ethyl 2-methyl-1,3-dioxolane-2-acetate, CAS Registry Number 6413-10-1. *Food and Chemical Toxicology*.
- Aprianita, T. D. (Ed.). (2009). *Perkembangan Bioteknologi G2 : teknologi dan perspektif*. Jakarta: LIPI Press.
- Arita, S., SAri, R. P., & Liony, I. (2015). Purifikasi Limbah Spent Acid dengan Proses Adsorpsi Menggunakan Zeolit dan Bentonit. *Jurnal Teknik Kimia*, 21(4).
- Asten, A. Van. (2002). The importance of GC and GC-MS in perfume analysis. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 21(9–10).
- Atkins, P., & Paula, J. de. (2006). *Physical Chemistry, Eighth Edition*. New York, NY 10010: Oxford University Press. Retrieved from www.whfreeman.com
- Aziz, R., Aisyah, & Suriani. (2016). Sintesis Metil Ester dari Minyak Biji Kemiri (Aleurites Molluccana) Menggunakan Metode Ultrasonokimia. *Al-kimia*, 21–30.
- Baelena, G. Van, Vreysena, S., * V. G., Donisc, I. R., Jeroen, Geensd, & Bart Janssens. (2010). Isopropyl Alcohol Recovery by Heteroazeotropic Batch Distillation. *Solid State Ionics*, 181(5–7).
- Budiman, A. (2014). *Distilasi Teori dan Pengendalian Operasi*. UGM PRESS.
- Chang, R., & Collage, W. (2003a). *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti Jilid 2*. (S. T. Lemeda Simartata, Ed.) (Edisi 3.). Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Chang, R., & Collage, W. (2003b). *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Jilid 2*. (L. Simarmata, Ed.) (Edisi 3.). Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Climent, M. J., Corma, A., Velty, A., & Susarte, M. (2000). Zeolites for The Production of Fine Chemicals: Synthesis of The Fructose Frangancy. *Journal of Catalysis*, 196(2).
- Dong, J. L., Yu, L. S. H., & Xie, J. W. (2018). A Simple and Versatile Method for the Formation of Acetals/Ketals Using Trace Conventional Acids. *ACS Omega*, 3(5).

lim Ismaya, 2022

PENGARUH AIR TERHADAP HASIL SINTESIS FRUKTON DARI ETIL ASETOASETAT DENGAN KATALIS ASAM SULFAT

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

- Edo, R. S., Vinata, Y., & Wulandari, Y. (2020). Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga *Nannochloropsis* sp . Menggunakan Metode Transesterifikasi Insitu dengan Bantuan Katalis Asam Sulfat. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi Terapan*.
- Engewald, K. D., & Werner, W. (2014). *Practical Gas Chromatography*. New York Dordrecht London: Springer Heidelberg. Retrieved from www.springer.com
- Fatimura, M. (2014). Tinjauan Teoritis Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Operasi Pada Kolom Destilasi. *Jurnal Media Teknik*, 11(1), 23–31.
- Gao, S., Liang, X., Yang, J., & He, M. (2008). Highly efficient heterogeneous procedure for the synthesis of fructose fragrance. *Science in China, Series B: Chemistry*, 51(7).
- Hadler, A. B., Ott, L. S., & Bruno, T. J. (2009). Study of azeotropic mixtures with the advanced distillation curve approach. *Fluid Phase Equilibria*, 281(1).
- Hartati, Prasetyoko, D., & Santoso, M. (2016). Cyclic Acetalization of Furfural on Porous Aluminosilicate Acid Catalysts. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(3).
- 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).
- Hendayana, S. (2010). *Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*. Bandung: PT Remaja Rosdakarya.
- J. Clayden, N. Greeves, S. W. (2001). *Organic Chemistry*. Oxford University Press.
- Julianto, T. S. (2016). *Minyak Atsiri Bunga Indonesia* (1st ed.). Yogyakarta: Deepublish. Retrieved from www.deepublish.co.id
- Kolapkar, S. (2018). Digital Commons @ Michigan Tech Pyrolysis of Fiber-Plastic Waste Blends, (January 2018). Retrieved from <https://digitalcommons.mtu.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1777&context=etdr>
- Kong, Z., He, L., Shi, Y., Guan, Q., & Ning, P. (2020). A Review of Thermal Homogeneous Catalytic Deoxygenation Reactions for Valuable Products. *Heliyon*.

- Kumar, K., Pathak, S., & Upadhyayula, S. (2021). Acetalization of 5-hydroxymethyl furfural into biofuel additive cyclic acetal using protic ionic liquid catalyst- A thermodynamic and kinetic analysis. *Renewable Energy*, 167.
- Lestari, D. Y. (2012). Pemilihan Katalis Yang Ideal. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*.
- Li, D., Gao, Z., Vasudevan, N. K., Li, H., Gao, X., Li, X., & Xi, L. (2020). Molecular Mechanism for Azeotrope Formation in Ethanol/Benzene Binary Mixtures through Gibbs Ensemble Monte Carlo Simulation. *Journal of Physical Chemistry B*, 124(16).
- Li, R. Y., Song, D. Y., Song, H. Y., & Chen, J. (2017). Brønsted Acidic Ionic Liquids as Efficient and Recyclable Catalysts for the Acetalization of Aldehyde with Alcohol. *Journal of Molecular Catalysis*, 31(4).
- 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).
- 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).
- Loudon, M., & Parise, J. (2016). *Organic Chemistry, sixth edition*. (J. S. Fein & J. Murdzek, Eds.). New York: W. H. Freeman and Company, One New York Plaza.
- Machado, M. E. (2015). *Chromatographic Techniques for Organic Analytes*, (November 2017).
- Minakawa, M., Yamada, Y. M. A., & Uozumi, Y. (2014). Driving An Equilibrium Acetalization to Completion in The Presence of Water. *RSC Advances*, 4(69).
- Mohrig, J. R., Hammond, C. N., & Schatz, P. F. (2010). *Techniques in Organic Chemistry*. (K. Treadway, Ed.) (Third Edit.). New York: W. H. Freeman and Company.
- Moldoveanu, S. C. (2018). *Pyrolysis of organic molecules: Applications to health and environmental issues. Pyrolysis of Organic Molecules: Applications to Health and Environmental Issues*.

- Purnami, P., Wardana, I., & K, V. (2015). Pengaruh Penggunaan Katalis Terhadap Laju Dan Efisiensi Pembentukan Hidrogen. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 6(1).
- 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).
- Safitri, A. (2021). *Sintesis Fruktan Dari Etil Asetoasetat dan Etilen Glikol Menggunakan Katalis H₂SO₄*. Universitas Pendidikan Indonesia. Retrieved from <http://repository.upi.edu/64118/>
- Sari, L., Lesmana, D., & Taharuddin. (2018). Estraksi Minyak Atsiri Dari Daging Buah Pala (Tinjauan Pengaruh Metode Destilasi dan Kadar Air Bahan). *Seminar Nasional Sains dan Teknologi, TK-021*. Retrieved from jurnal.umj.ac.id/index.php/semnastek
- Silberberg, M. . (2010). *Principles of GENERAL CHEMISTRY, Second Edition*. Americas, New York, NY 10020: The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Subhan. (2013). *Kimia Dasar II*. (Ruslan, Ed.) (Cetakan Pe.). Makassar, Sulawesi Selatan: DUA SATU PRESS.
- Sudarmo, U. (2013). *Kimia Untuk SMA/MA Kelas X*. Jakarta: Erlangga.
- Sunarya, Y. (2016). *Kimia Dasar 2*. Bandung: CV. YRAMA WIDYA.
- Sunarya, Y., & Setiabudi, A. (2009). *Mudah dan Aktif Belajar Kimia*. (Y. Hidayat & I. Permata, Eds.). Jakarta: Pusat Pembukuan, Departemen Pendidikan Nasional.
- Supaya. (2019). Refdes Kombinasi Alat Refluks dan Distilasi, Upaya Efisiensi Proses Refluks dan Distilasi untuk Praktikum Kimia Organik. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(4).
- Susanty, & Bachmid, F. (2016). Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi dan Refluks terhadap Kadar Fenolik dari Ekstrak Tongkol Jagung (*Zea mays L.*). *JURNAL KONVERSI*, 5(2).
- Vinu, A., Justus, J., Balasubramanian, V. V., Halligudi, S. B., Ariga, K., & Mori, T. (2008). Synthesis of Fructone and Acylal Using Hexagonally Ordered Mesoporous Aluminosilicate Catalyst. *Collection of Czechoslovak Chemical Communications*, 73(8–9).

- Wahyudi, N. T., Ilham, F. F., Kurniawan, I., & Sanjaya, A. S. (2018). Rancangan Alat Distilasi untuk Menghasilkan Kondensat dengan Metode Distilasi Satu Tingkat. *Jurnal Chemurgy*, 1(2).
- Walangare, K. B. A., Lumenta, A. S. M., Wuwung, J. O., & Sugiarto, B. A. (2013). Rancang Bangun Alat Konversi Air Laut Menjadi Air Minum Dengan Proses Destilasi Sederhana Menggunakan Pemanas Elektrik. *e-Jurnal Teknik Elektro dan komputer*.
- Wardiyah. (2016). *Kimia Organik*. (N. L. Saputri & A. Sosiawan, Eds.). Indonesia: Pusdik SDM Kesehatan.
- 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).