

**SINTESIS ETIL ASETOASETAT DARI ETIL ASETAT DENGAN
MENGGUNAKAN KALIUM TERSIER BUTOKSIDA**

SKRIPSI

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



Oleh:

Silvi Nurhafifah

1801562

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPARTEMEN PENDIDIKAN KIMIA

**FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA**

2022

**SINTESIS ETIL ASETOASETAT DARI ETIL ASETAT DENGAN
MENGGUNAKAN KALIUM TERSIER BUTOKSIDA**

Oleh

Silvi Nurhafifah

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

@Silvi Nurhafifah 2022
Universitas Pendidikan Indonesia
Agustus 2022

Hak cipta dilindungi Undang-Undang
Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruhnya atau sebagian,
Dengan dicetak ulang, difotokopi, atau cara lainnya tanpa izin dari penulis

LEMBAR PENGESAHAN
SINTESIS ETIL ASETOASETAT DARI ETIL ASETAT DENGAN
MENGGUNAKAN KALIUM TERSIER BUTOKSIDA

Silvi Nurhafifah

1801562

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. 196310291987031001

ABSTRAK

Etil asetoasetat (etil 3-oksobutanoat) merupakan salah satu bahan parfum yang memiliki bau seperti buah mangga muda. Etil asetoasetat banyak digunakan sebagai zat perantara dalam produksi farmasi, pembuatan pewarna, tinta dan parfum. Sintesis etil asetoasetat merupakan reaksi kondensasi claisen antara dua molekul etil asetat dengan adanya basa kuat. Basa kuat yang digunakan pada penelitian ini yaitu kalium tersier butoksida. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum sintesis senyawa etil asetoasetat dengan menggunakan katalis kalium tersier butoksida. Sintesis etil asetoasetat menggunakan metode refluks dengan adanya penangas minyak. Penentuan kondisi optimum sintesis etil asetoasetat dilakukan dengan variasi suhu, variasi jumlah kalium dan variasi waktu. Variasi suhu dilakukan pada suhu 75°C, 77°C, 79°C dan 81°C. Variasi kalium dilakukan sebanyak 4,29 gram (0,11 mol), 4,68 gram (0,12 mol) dan 5,07 gram (0,13 mol). Variasi waktu reaksi dilakukan selama 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit dan 180 menit . Hasil sintesis dianalisis menggunakan Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GC-MS). Hasil penelitian menunjukkan kondisi optimum sintesis etil asetoasetat yaitu pada kondisi etil asetat 19,5 mL (0,2 mol), tersier butanol 9,5 mL (0,1 mol) kalium 5,07 gram (0,13 mol) pada suhu 81°C serta waktu reaksi selama 2,5 jam. Hasil analisis GC menunjukkan konversi produk hasil sebesar 81,88 %.

Kata kunci : Etil Asetoasetat, Kondensasi Claisen, Kalium Tersier Butoksida

ABSTRACT

Ethyl acetoacetate (ethyl 3-oxobutanoate) is a perfume ingredient that smells like young mango. Ethyl acetoacetate is widely used as an intermediate in pharmaceutical production, manufacture of dyes, inks and perfumes. The synthesis of ethyl acetoacetate is a Claisen condensation reaction between two molecules of ethyl acetate in the presence of a strong base. The strong base used in this study is potassium tertiary butoxide. This study aims to determine the optimum conditions for the synthesis of ethyl acetoacetate using a tertiary potassium butoxide catalyst. Synthesis of ethyl acetoacetate using the reflux method in the presence of an oil bath. Determination of the optimum conditions for the synthesis of ethyl acetoacetate was carried out with variations in temperature, variations in the amount of potassium and variations in time. Temperature variations were carried out at 75°C, 77°C, 79°C and 81°C. Potassium variations were carried out as much as 4.29 grams (0.11 mol), 4.68 grams (0.12 mol) and 5.07 grams (0.13 mol). Reaction time variations were carried out for 30 minutes, 60 minutes, 90 minutes, 120 minutes, 150 minutes and 180 minutes. The synthesis results were analyzed using Gas Chromatography (GC) and Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS). The results showed that the optimum conditions for the synthesis of ethyl acetoacetate were 19.5 mL (0.2 mol), tertiary butanol 9.5 mL (0.1 mol) potassium 5.07 grams (0.13 mol) at 81°C. and a reaction time of 2.5 hours. The results of the GC analysis show that the conversion of the resulting product is 81.88%.

Key words : Ethyl Acetoacetate, Claisen Condensation, Tertiary Potassium Butoxide

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	i
UCAPAN TERIMA KASIH.....	ii
ABSTRAK.....	iv
ABSTRACT.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
BAB I	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat yang diharapkan.....	3
1.5 Struktur Organisasi Skripsi	3
BAB II	4
TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Etil asetoasetat.....	4
2.2 Alkoksida	6
2.3 Kondensasi Claisen	6
2.4 Ekstraksi.....	7
2.5 Refluks.....	7
2.6 Destilasi sederhana	8
2.7 Gas Chromatography (GC).....	9
2.8 Gas Chromatography- Mass Spectrometer (GC-MS).....	10
BAB III	13
METODOLOGI PENELITIAN.....	13
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	13
3.2 Alat dan Bahan.....	13
3.1.1 Alat.....	13
3.1.2 Bahan.....	13
3.3 Desain Penelitian	13
3.4 Prosedur penelitian	14

3.4.1 Pembuatan larutan asam asetat 50%.....	14
3.4.2 Pembuatan etil asetoasetat.....	14
3.4.3 Variabel suhu.....	15
3.4.4 Variabel jumlah kalium.....	15
3.4.5 Variabel waktu.....	15
3.4.6. Karakterisasi etil asetoasetat.....	16
BAB IV	17
TEMUAN DAN PEMBAHASAN.....	17
4.1 Sintesis Etil Asetoasetat	17
4.1.1 Variabel suhu reaksi.....	24
4.1.2 Variabel jumlah kalium.....	25
4.1.3 Variabel waktu reaksi.....	26
4.2 Hasil Analisa Gas Chromatography- Mass Spectrometer (GC-MS)	27
BAB V	31
KESIMPULAN DAN SARAN.....	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA.....	32
LAMPIRAN.....	36
DAFTAR RIWAYAT HIDUP	74

DAFTAR TABEL

Tabel 1. 1. Data pKa alkohol	2
Tabel 2. 1. Sifat Fisik dan Kimia Senyawa Etil Asetoasetat.....	5
Tabel 4. 1.Perbandingan nilai pKa alkohol	18
Tabel 4. 2. Komponen senyawa pada sampel hasil analisis.....	28

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1. Persamaan reaksi pembentukan β -keto ester.....	1
Gambar 2. 1. Struktur kimia etil asetoasetat	4
Gambar 2. 2. Bentuk Keto dan Enol Senyawa Etil Asetoasetat.....	5
Gambar 2. 3.Persamaan reaksi pembentukan kalium tersier butoksida.....	6
Gambar 3. 1. Desain Penelitian Sintesis Etil Asetoasetat	14
Gambar 4. 1. Persamaan reaksi pembentukan kalium tersier butoksida.....	18
Gambar 4. 2. Mekanisme reaksi pembentukan etil asetoasetat.....	19
Gambar 4. 3.Kromatogram standar etil asetoasetat	21
Gambar 4. 4. Kromatogram sampel	22
Gambar 4. 5. Mekanisme pembentukan t-butil asetat.....	23
Gambar 4. 6. Grafik hubungan suhu reaksi dengan produk yang dihasilkan	24
Gambar 4. 7.Grafik hubungan jumlah kalium dengan produk yang dihasilkan .	25
Gambar 4. 8. Hasil sintesis etil asetoasetat variabel waktu.....	26
Gambar 4. 9. Grafik sintesis etil asetoasetat variasi waktu.....	27
Gambar 4. 10. Kromatogram komponen senyawa yang terdapat pada sampel hasil sintesis	28
Gambar 4. 11. Spektrum senyawa puncak nomor 5 (A) dan spektrum senyawa etil asetoasetat (B).....	29
Gambar 4. 12. Pola fragmentasi senyawa etil asetoasetat.....	30

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.Bagan alir sintesis senyawa etil asetoasetat.....	36
Lampiran 2.Perhitungan.....	37
Lampiran 3.Hasil GC dan GC-MS.....	38
Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian.....	71

DAFTAR PUSTAKA

- Berk, Z. (2018). *Food Process Engineering And Technology. Extraction. In Food Process Engineering And Technology* (Issue Chapter 11, Pp. 289–310).
<Https://Doi.Org/10.1016/C2016-0-03186-8>
- Braithwaite, A. Dan Smith, F.J. 1999, *Chromatographic Methods, Edisi Kelima*, Kluwer Academic Press, Dordrecht, The Netherlands.
- Carey, F. A., & Sundberg, R. J. (2007). *Advanced Organic Chemistry Part A: Structure And Mechanisms. In Advanced Organic Chemistry*.
<Https://Doi.Org/10.1021/Ed065pa139.2>
- Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar Edisi Ketiga Konsep-Konsep Inti*. Erlangga
- Cook, W. M., Purchase, R., Ford, G. P., Creasy, D. M., Brantom, P. G., & Gangolli, S. D. (1992). A 28-Day Feeding Study With Ethyl Acetoacetate In Rats. *Food And Chemical Toxicology*, 30(7). [Https://Doi.Org/10.1016/0278-6915\(92\)90190-V](Https://Doi.Org/10.1016/0278-6915(92)90190-V)
- Đur, J. (2013). Mechanistic Insight Into Alkylation Of The Ethyl Acetoacetate Anion With Different Ethyl Halides 1. 87(13), 2207–2213.
<Https://Doi.Org/10.1134/S0036024413130165>
- Farhadi, A., & Ali, M. (2011). Investigation Of The Interaction Of Ethyl Acetoacetate With Nano Alumina Particles As Lewis Acid In Acetonitrile Solvent. 6(3), 248–252. <Https://Doi.Org/10.1007/S11458-011-0247-4>
- Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. (1999). *Kimia Organik Edisi Ketiga*. Penerbit Erlangga.
- Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. (2013). *Organic Chemistry: Second Edition. In Nanochemistry: Second Edition*. Willard Grant Press.
<Https://Doi.Org/10.1016/C2011-0-04490-3>
- Firdaus. (2012). *Kimia Organik Sintesis I*. Program Studi Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
- Gandjar, I. G., Dan Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar,

Yogyakarta.

Halpani, C. G., & Mishra, S. (2020). *Lewis Acid Catalyst System For Claisen-Schmidt Reaction Under Solvent Free*. *Tetrahedron Letters*, 152175.

<Https://Doi.Org/10.1016/J.Tetlet.2020.152175>

Hansley, V. L., & Schoot, S. (1958). *Production Of Ethyl Acetoacetate. United States Patent Office*

Hendayana, Sumar. 2010. *Kimia Pemisahan*. PT Remaja Rosdakarya Offset, Bandung

Irawan, T. A. B. (2010). *Peningkatan Mutu Minyak Nilam Dengan Ekstraksi Dan Destilasi Pada Berbagai Komposisi Pelarut*.

Kaur, G. (2020). *Gas Chromatography – A Brief Review*. September.

Kellner, R., Mermet, J. M. Otto, M. And Widner, H. M, 1998, *Analytical Chemistry*, Weinheim: Willey-VCH.

Kitson, F. G., Larsen, B. S., & McEwen, C. N. (2002). *Gas Chromatography And Mass Spectrometry A Practical Guide*. Academic Press.

Lenehan, C. E. (2013). *Chromatography: Basic Principles*. In *Encyclopedia Of Forensic Sciences: Second Edition*. <Https://Doi.Org/10.1016/B978-0-12-382165-2.00244-0>

Lin, Z., Huang, B., Ouyang, L., & Zheng, L. (2022). *Synthesis Of Cyclic Fragrances Via Transformations Of Alkenes, Alkynes And Enynes: Strategies And Recent Progress*.

Liu, H., Chen, J., & Ge, H. (2009). *Chemical Modification Of Ethyl Acetoacetate With ASB In Aqueous Medium*. *Journal Wuhan University Of Technology, Materials Science Edition*, 24(1), 68–71. <Https://Doi.Org/10.1007/S11595-009-1068-X>

Liu, Y., Wang, Y., & Tao, D. (2014). *RSC Advances Facile Synthesis Of Fructone From Ethyl Acetoacetate And Ethylene Glycol Catalyzed By SO 3 H-Functionalized Brønsted Acidic Ionic Liquids*. 22520–22525.

[Https://Doi.Org/10.1039/C4ra01708k](https://doi.org/10.1039/C4ra01708k)

M.D Nehal Ahmed*, Shaik Naziya, Kathula Supriya, Syed Ammar Ahmed, Et Al. (2019). *A Review On Perfumery. World Journal Of Pharmaceutical Sciences*, 7(4)(4), 56–68.

Madasu, J., Shinde, S., Dan, R., Patella, S., & Shard, A. (2020). *Potassium Tert-Butoxide Mediated C-C, C-N, C-O And C-S Bond Forming Reactions Jayashree*. [Https://Doi.Org/10.1039/D0OB01382J](https://doi.org/10.1039/D0OB01382J)

Mcmurry, J. (2010). *Organic Chemistry Eight Edition*. Brooks/Cole Cengange Learning.

Millipore. (2021). *Lembar Data Keselamatan Etil Asetoasetat*. Sigmaaldrich.Com.

Mukhriani. (2016). *Ekstraksi, Pemisahan Senyawa, Dan Identifikasi Senyawa Aktif. Jurnal Agripet*, 16(2), 76. [Https://Doi.Org/10.17969/Agripet.V16i2.4142](https://doi.org/10.17969/Agripet.V16i2.4142)

Nugroho, A., & Mangkurat, U. L. (2019). *Teknologi Bahan Alam Buku Ajar : Teknologi Bahan Alami* (Issue November).

Patel, K., Panchal, N., & Ingle, P. (2019). *Review Of Extraction Techniques Extraction Methods: Microwave, Ultrasonic, Pressurized Fluid, Soxhlet Extraction, Etc. International Journal Of Advanced Research In Chemical Science*, 6(3), 6–21. [Https://Doi.Org/10.20431/2349-0403.0603002](https://doi.org/10.20431/2349-0403.0603002)

Pearson, D. E., Buehler, C. A., Michael, C., & Stobbe, D. (1973). *Potassium Tert-Butoxide In Synthesis*.

Pedavoah, M.-M. (2010). *Process Optimization and the Kinetics of Transesterification of Jatropha curcas Oil*.

Roni, K. A., & Legiso. (2021). *Kimia Organik*. In *Syria Studies* (Vol. 7, Issue 1). Noer Fikri Offset

Salim, A. H. (2021). *Sintesis Etil Asetoasetat Dari Etil Asetat Dengan Menggunakan Katalis Natrium Etoksida* (Vol. 3, Issue March).

Sastrawidana, I. D. K. (2018). *Buku Penuntun Praktikum Metode Pemisahan*. 1–45.

- Schroeder, M. L. (2018). *Investigation Of Nutrients As Treatments Of Bacterial Biofilms*. North Dakota State University.
- Sembiring B. (2007). *Teknologi Penyiapan Simplicia Terstandar Tanaman Obat*. Warta Puslitbangbun Vol 13 No 12 Agustus 2007. Balitro.Litbang.Depta.Go.Id [Diakses Pada 10 Agustus 2022]
- Solomon, T. W. G., & Fryhle, C. B. (2015). *Organic Chemistry Tenth Edition*. In *Syria Studies* (Vol. 7, Issue 1). Associate Publisher.
- Stephenson, R. M., & Malanowski, S. (1987). *Handbook Of The Thermodynamics Of Organic Compounds. In The Handbook Of Thermodynamics Of Organic Compounds*. Elsevier Science Publishing Co., Inc. <Https://Doi.Org/10.1007/978-94-009-3173-2>
- Sudjadi. 1986. Metode Pemisahan*. UGM Press : Yogyakarta
- Sunarya, Yayan, 2016. *Kimia Dasar 2*. Bandung. Yrama Widya.
- Wahyudi, N. T., Ilham, F. F., Kurniawan, I., & Sanjaya, A. S. (2018). *Rancangan Alat Destilasi Untuk Menghasilkan Kondensat Dengan Metode Distilasi Satu Tingkat*. *Jurnal Chemurgy*, 1(2), 30. <Https://Doi.Org/10.30872/Cmg.V1i2.1142>
- Ward, C. H. (1962). *Keto-Enol Tautomerism Of Ethyl Acetoacetate. Experiment In Homogeneous Equilibrium*. In *Journal Of Chemical Education* (Vol. 39, Issue 2). <Https://Doi.Org/10.1021/Ed039p95>
- Pecsok, Robert L ; Shield, L. Donald, Thomas Cairns, Ian G. Mcwilliam, 1968. *Modern Methods Of Chemical Analysis, Second Edition*. John Wiley & Sons : Canada