

## ASETILASI PADA FENOL DAN ANISOL MENGGUNAKAN ANHIDRIDA ASAM ASETAT BERKATALIS $Zr^{4+}$ -ZEOLIT BETA

DA Retnoningrum<sup>✉</sup> E Cahyono, E Kusuma

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang, Indonesia

### Info Artikel

#### Sejarah Artikel:

Diterima Agustus 2014  
Disetujui September 2014  
Dipublikasikan Oktober 2014

#### Keywords:

acetylation, phenol and anisole,  $Zr^{4+}$ -zeolit beta

### Abstrak

Zeolit beta pada umumnya memiliki keasaman tinggi dan berpotensi aktif sebagai katalis heterogen dalam asilasi Friedel-Crafts senyawa aromatik. Untuk meningkatkan stabilitas dan selektivitasnya, zeolit beta perlu diaktivasi dan dimodifikasi terlebih dahulu dengan mengembangkan logam aktif zirkonium dengan metode pertukaran ion. Karakterisasi katalis meliputi analisis kristalinitas katalis dengan XRD, sifat permukaan katalis dengan *Surface Area Analyzer* dan uji keasaman dengan pengadsorpsi piridin. Dalam penelitian ini, dipelajari aktivitas dan selektivitas katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta dalam reaksi asetilasi fenol dan anisol. Reaksi dilakukan pada berbagai variasi suhu yaitu 100 dan 130°C dengan waktu reaksi yaitu pada jam ke 4, 8 dan 12. Hasil asetilasi kemudian dianalisis menggunakan GC, FTIR dan analisis produk menggunakan GC-MS. Asetilasi fenol dengan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta menghasilkan produk fenil etanoat dengan kadar 95,87% dan selektivitas 100%. Hasil ini didapatkan pada suhu reaksi 130°C dan waktu reaksi 8 jam. Asetilasi pada cincin benzena baik pada fenol maupun anisol tidak terjadi, hal ini karena asetilasi pada cincin benzena lebih sukar dibandingkan asetilasi pada gugus OH fenol. Perlu adanya kondisi lain untuk melakukan asetilasi pada cincin benzena. Asetilasi anisol pada waktu reaksi 24 jam dan temperatur 130°C didapatkan produk dengan kadar 74%.

### Abstract

Beta zeolite generally has a high acidity and potentially active as heterogeneous catalyst in the Friedel-Crafts acylation of aromatic compounds. To improve its stability and selectivity, beta zeolite needs to be activated and modified in advance with zirconium to elicit active metal using ion exchange method. Characterization of catalyst include catalyst's crystallinity using XRD analysis, the nature of the catalyst surface with the Surface Area Analyzer and the acidity test using pyridine adsorption. In the current study the activity and the selectivity of catalyst  $Zr^{4+}$ -beta zeolite was studied in the acetylation reaction of phenol and anisole. Reaction was carried out at various temperatures, i.e. 100 and 130 °C with the reaction time at 4th, 8th and 12th hours. Acetylation results were then analyzed using GC, FTIR and product analysis using GC-MS. Acetylation of phenol with catalyst  $Zr^{4+}$ - beta zeolite produced phenyl ethanoate at level of 95.87% and selectivity 100%. These results were obtained at a reaction temperature of 130 °C and the reaction time of 8 hours. Acetylation at both the benzene ring of phenol and anisole did not occur, it is because acetylation at the benzene ring was more difficult than acetylation at the OH group of phenol. It needs to apply other conditions to do acetylation of benzene ring. Acetylation of anisole at 24-h reaction time and temperature of 130 °C resulted in product with level of 74%.

© 2014 Universitas Negeri Semarang

<sup>✉</sup> Alamat korespondensi:

Gedung D6 Lantai 2, Kampus Unnes Sekaran,  
Gunungpati, Semarang, 50229  
E-mail: d\_anggun90@yahoo.co.id

ISSN 0215-9945

## PENDAHULUAN

Dalam industri, reaksi asetilasi biasa digunakan pada pembuatan selulosa asetat dan pembuatan aspirin (asam asetil salisilat). Agen asetilasi yang umum digunakan untuk industri adalah anhidrida asetat karena lebih murah, tidak mudah dihidrolisis, dan reaksinya tidak berbahaya (Wahyuni 2004). Reaksi berkatalis asam dari suatu anhidrida dengan alkohol atau fenol akan menghasilkan ester. Reaksi ini menggunakan anhidrida asetat yang tersedia secara komersial (Harwood *et al.* 2009).

Asilasi aromatik secara umum berlangsung dengan bantuan katalis asam Lewis. Dalam substitusi elektrofilik, substituen yang telah ada dalam cincin mengarahkan elektrofilik yang akan masuk pada posisi-posisi tertentu dan juga mempengaruhi laju reaksi substitusi. Ada dua jenis *substituen*, yang pertama gugus aktivasi membentuk produk *-orto* dan *-para*. Kedua merupakan gugus deaktivasi membentuk produk *-meta* (Sitorus 2010). Orientasi dan laju substitusi elektrofilik pada fenol dan anisol mengarahkan pada posisi *orto*- dan *para*- atau merupakan gugus pengaktivasi cincin.

Nuraningsih & Irmira (2007) telah melakukan penelitian mengenai reaksi asilasi fenol dengan menggunakan katalis homogen ( $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeCl}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Hasil penelitian tersebut menyatakan bahwa produk asetofenon dan fenil etanoat dengan peningkatan keasaman katalis sebanding dengan meningkatnya produk asetofenon dari hasil asilasi. Ramli *et al.* (2002) melakukan penelitian mengenai asilasi anisol menggunakan katalis H-zeolit beta dengan agen asilasi anhidrida propionik. Hasil asilasi diperoleh produk utama *p*-metoksi propiofenon sebesar 75,3% dan hasil samping berupa asam propionik.

Penggunaan katalis heterogen dapat menjadi suatu alternatif yang sangat menarik dalam industri kimia, karena kemudahan dalam pemisahan dan katalis ini dapat digunakan kembali. Selain itu, harga katalis heterogen pada umumnya lebih rendah daripada katalis homogen (Triyono 2002). Di antara logam-logam transisi, logam zirkonium merupakan unsur logam transisi yang banyak digunakan dalam

proses katalitik pada katalis sebagai pendukung dan juga sebagai promotor (Sugiyanto & Suyanti 2010). Yongzhong *et al.* (2005) melaporkan bahwa zirkonium dapat dimasukkan atau diimbangkan ke dalam zeolit beta sampai 2,4%.

Pada penelitian ini akan dipreparasi katalis dari logam  $\text{Zr}^{4+}$  yang diimbangkan pada zeolit beta. Katalis tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai pengemban karena memiliki stabilitas pemanasan yang tinggi, porositas yang baik dan luas permukaan yang besar. Penelitian ini mempelajari pengaruh temperatur, waktu reaksi serta aktivitas dan selektivitas katalis  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta pada reaksi asetilasi fenol dan anisol.

## METODE PENELITIAN

Preparasi katalis dilakukan dengan memanaskan H-zeolit beta dengan oven pada suhu  $150^\circ\text{C}$  selama 2 jam sehingga terbentuk H-zeolit beta aktif. Pemanasan bertujuan untuk mengurangi kandungan air yang menutupi permukaan pori H-zeolit beta. Hasilnya, 5 g H-zeolit beta aktif direndam dalam 25 mL  $\text{ZrCl}_4$  0,1 N dan dipanaskan selama 24 jam pada suhu  $90^\circ\text{C}$  sambil diaduk menggunakan *stirrer magnetic*. Pengadukan bertujuan untuk menghindari terakumulasinya logam aktif pada permukaan katalis, sehingga diperoleh keadaan yang homogen. Campuran disaring menggunakan pompa vakum dan dicuci dengan aquades. Hasil yang diperoleh dideteksi dengan larutan  $\text{AgNO}_3$  hingga bebas  $\text{Cl}^-$ . Hasil ini berupa  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta yang dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 3 jam dan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Langkah selanjutnya adalah uji kristalinitas menggunakan XRD (Philips pW 1800), uji porositas menggunakan BET (SAA Quantachrome NOVA 1200e), dan uji keasaman menggunakan pengadsorpsi piridin.

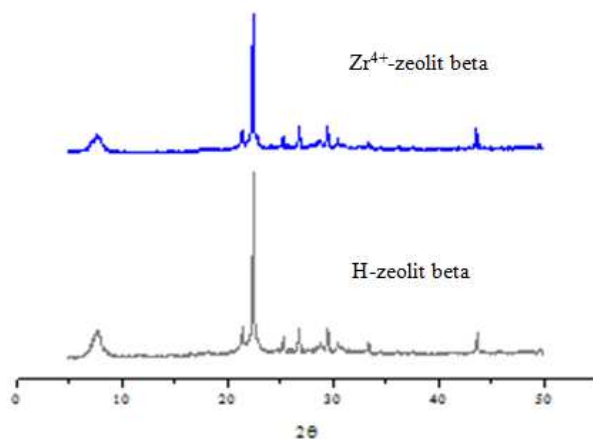
Reaksi asetilasi fenol dilakukan dalam labu leher 3 yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dan pendingin balik. Ke dalam labu tersebut dimasukkan 2 g katalis  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta, anhidrida asetat (9,5 g; 0,1 mol) dan fenol (9,4 g; 0,1 mol) sambil diaduk dan dipanasi pada temperatur  $100^\circ$  dan  $130^\circ\text{C}$ . Selama reaksi berlangsung, diambil 1 mL

sampel setelah 4, 8 dan 12 jam. Pada setiap sampel yang diambil ditambahkan 9 mL campuran *n*-heksana: air (1:3) dan dipisahkan dengan *centrifuge*, fasa organik kemudian dianalisis dengan GC untuk mengetahui kadar produk yang terbentuk. Analisis struktur produk reaksi dilakukan dengan GC-MS (Shimadzu QP 5000) dan analisis gugus fungsi dengan menggunakan FT-IR. Reaksi asetilasi anisol

dilakukan dengan metode yang sama dengan asetilasi fenol, yakni dengan perbandingan mol 1:1.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh pengembunan logam zirkonium aktif pada kristalinitas zeolit beta diamati melalui data XRD. Difraktogram pola hasil uji XRD disajikan dalam Gambar 1.



**Gambar 1.** Difraktogram  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta dan H-zeolit beta

Pola difraksi dari H-zeolit beta dan  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta terlihat hampir sama yang menunjukkan tidak terjadi perubahan struktur padatan secara signifikan akibat pertukaran ion. Difraktogram menunjukkan bahwa selain terdapat puncak yang tajam, juga terjadi pelebaran puncak dan penurunan intensitas relatif sudut  $2\theta$  membentuk fase *rutile*. Hal ini berarti kristalinitas yang dihasilkan lebih kecil dan telah terjadi proses penukaran ion pada  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta, sehingga katalis ini bersifat kristalin yang stabil.

Pada H-zeolit beta terlihat puncak tajam yakni pada  $2\theta=7,68180$  ( $d=11,49910$  Å), pada  $2\theta=21,45670$  ( $d=4,13789$  Å), dan pada  $2\theta=22,48203$

( $d=3,95144$  Å) yang merupakan puncak karakteristik dari zeolit beta sesuai dengan hasil JCPDS (*Joint Commitee of Powder Diffraction Standart*). Pada  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta juga terdapat puncak yang khas terlihat pada  $2\theta=25,29058$  ( $d=3,51863$  Å) dan pada  $2\theta=29,49039$  ( $d=3,02639$  Å). Puncak khas yang muncul pada  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit membuktikan telah terjadi proses pertukaran ion.

Sifat-sifat permukaan katalis seperti luas permukaan spesifik, volume total dan rerata jejari total dapat dianalisis dengan menggunakan metode BET (*Bruner Emmert and Teller*). Data sifat-sifat permukaan tersebut disajikan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Sifat-Sifat Permukaan H-zeolit beta dan  $\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta

Parameter	H-zeolit beta	$\text{Zr}^{4+}$ -zeolit beta
Luas permukaan spesifik ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	0,452 $\text{m}^2/\text{g}$	8,514 $\text{m}^2/\text{g}$
Volume total ( $\text{cc}/\text{g}$ )	0,015 $\text{cc}/\text{g}$	0,032 $\text{cc}/\text{g}$
Rerata jejari total (Å)	302,826 Å	15,261 Å

Analisis dengan metode BET didasarkan pada banyaknya gas nitrogen yang teradsorpsi pada

permukaan padatan. Semakin banyak gas nitrogen yang teradsorpsi pada permukaan padatan maka luas

permukaan semakin besar. Sebaliknya semakin sedikit gas nitrogen yang teradsorpsi pada permukaan padatan maka semakin kecil luas permukaan.

Pori katalis memiliki peran penting dalam peningkatan luas permukaan padatan. Untuk memperoleh luas permukaan padatan yang besar maka harus memperhatikan luas dan volume pori padatan. Masuknya logam aktif  $Zr^{4+}$  ke dalam pori zeolit beta terbukti memperluas permukaan zeolit beta. Hal ini dapat dilihat dari peningkatan luas permukaan spesifik yang cukup besar dari 0,452  $m^2/g$  pada H-zeolit beta menjadi 8,514  $m^2/g$  pada  $Zr^{4+}$ -zeolit beta dan volume pori total juga semakin meningkat dari 0,015 cc/g pada H-zeolit beta menjadi 0,032 cc/g pada  $Zr^{4+}$ -zeolit beta.

Proses pertukaran ion juga menyebabkan terjadinya penurunan rerata jejari pori total secara signifikan sebagai akibat terbukanya pori berukuran kecil (mikropori), yaitu dari 302,826 Å pada H-zeolit

beta menjadi 15,261 Å pada  $Zr^{4+}$ -zeolit beta karena luas permukaan spesifik yang meningkat. Tujuan pertukaran ion logam aktif ke permukaan suatu padatan adalah untuk memperluas permukaan padatan tersebut (sampel katalis) dan diharapkan aktivitas katalis akan meningkat. Semakin banyak logam yang dipertukarkan secara merata pada pori dan permukaan katalis diharapkan luas permukaan spesifik akan meningkat pula.

Keasaman merupakan salah satu faktor penting dalam penggunaan zeolit sebagai katalis. Uji keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui jumlah situs asam pada padatan katalis tersebut. Makin besar sifat keasaman berarti semakin banyak situs pada padatan katalis tersebut. Keasaman yang ditentukan dalam penelitian ini merupakan keasaman pada permukaan katalis yang ditentukan secara gravimetri dengan piridin sebagai basa adsorbat. Hasil pengukuran keasaman katalis disajikan pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Jumlah situs asam katalis H-zeolit beta, H-zeolit beta aktif,  $Zr^{4+}$ -zeolit beta

Jenis Katalis	$W_1$ (g)	$W_2$ (g)	$W_3$ (g)	Keasaman (mmol/g)
H-zeolit beta	21,5515	21,8424	21,8713	1,2576
H-zeolit beta aktif	18,3705	18,6519	18,6820	1,3539
$Zr^{4+}$ -zeolit beta	22,8671	23,1558	23,1931	1,6311

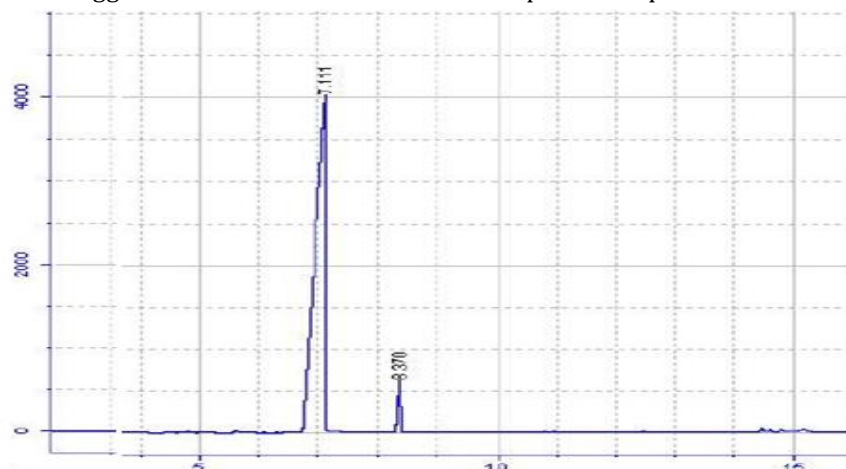
Katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta mengalami kenaikan situs asam bila dibandingkan dengan H-zeolit beta aktif dan H-zeolit beta. Kenaikan situs asam pada katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta dikarenakan adanya logam zirkonium sebagai logam pengemban dalam katalis. Distribusi logam yang tersebar merata pada permukaan zeolit beta akan meningkatkan keasaman katalis karena adanya orbital d yang belum penuh pada logam  $Zr^{4+}$  yang efektif untuk menerima pasangan elektron dari basa adsorbat. Berdasarkan Tabel 2, jumlah situs asam pada permukaan katalis paling tinggi adalah pada katalis  $Zr^{4+}$  zeolit beta.

Reaksi asetilasi fenol dilakukan dengan menggunakan agen asetilasi anhidrida asam asetat dan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta. Sebelum dilakukan reaksi asetilasi, terlebih dahulu fenol dikarakterisasi menggunakan GC. Fenol dilarutkan dalam kloroform untuk memudahkan dalam analisis menggunakan GC.

Hasil analisis dengan GC menunjukkan bahwa fenol akan keluar pada waktu retensi 7,11 menit. Kromatografi hasil GC fenol dapat dilihat pada Gambar 2.

Reaksi asetilasi dilakukan dengan mereaksikan fenol dan anhidrida asam asetat dengan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta. Masing-masing hasil reaksi asetilasi fenol pada variasi waktu dan temperatur dianalisis menggunakan kromatografi gas untuk mengetahui pengaruh waktu dan temperatur terhadap aktivitas dan selektivitas katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta dalam reaksi asetilasi. Reaksi asetilasi dilakukan dengan menggunakan labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik, pemanas, magnetik stirer, dan termometer. Hasil reaksi asetilasi dengan variasi waktu pada suhu tertentu dianalisis menggunakan GC untuk mendapatkan waktu optimal. Hasil analisis dengan GC pada hasil reaksi asetilasi fenol dan

anhidrida asam asetat menggunakan katalis  $Zr^{4+}$  zeolit beta dapat dilihat pada Tabel 3.



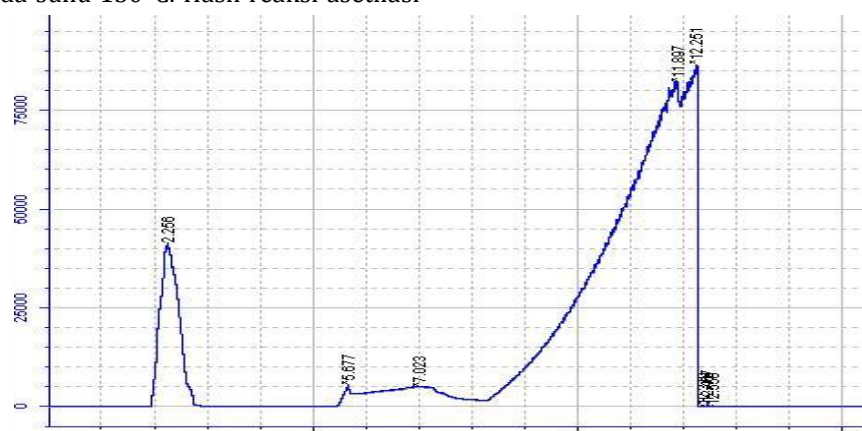
**Gambar 2.** Kromatogram GC fenol

**Tabel 3.** Hasil GC produk reaksi asetilasi fenol terkatalis  $Zr^{4+}$  zeolit beta

Temperatur (°C)	% luas area produk dari GC pada waktu t(jam)		
	4	8	12
130	84,23	86,58	74,25
100		32,29	

Reaksi asetilasi fenol dengan anhidrida asam asetat berkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta dimulai dengan variasi waktu pada suhu 130°C. Hasil reaksi asetilasi

pada suhu tersebut membuktikan bahwa waktu maksimum untuk reaksi asetilasi fenol adalah pada jam ke 8. Waktu optimum yang didapatkan kemudian digunakan pada reaksi asetilasi fenol pada suhu 100°C. Hasil maksimum asetilasi fenol dan anhidrida asam asetat berkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta adalah pada suhu 130°C dengan waktu 8 jam reaksi. Hal ini berarti semakin tinggi temperatur maka persentase kadar produk yang dihasilkan semakin besar. Hasil GC pada keadaan optimum dapat dilihat pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Kromatogram GC produk asetilasi fenol terkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta

Hasil analisis dengan GC pada hasil reaksi asetilasi fenol dan anhidrida asam asetat menunjukkan beberapa puncak yaitu pelarut n-heksana, sisa fenol dan fenil etanoat sebagai produk utama. Fenol memiliki sebuah gugus -OH yang terikat langsung pada sebuah cincin benzena. Reaksi antara

fenol dengan anhidrida asam asetat mirip dengan reaksi dalam pembuatan aspirin yang menghasilkan sebuah ester. Reaksi anhidrida asam asetat dengan fenol menghasilkan ester seperti pada reaksi:

$$(CH_3CO)_2O + C_6H_5OH \rightarrow CH_3COOC_6H_5 + CH_3COOH$$

Jika dilihat dari reaksi diatas maka akan terlihat jelas bahwa dihasilkan sebuah ester yaitu fenil etanoat. Gugus -OH pada fenol telah digantikan oleh sebuah gugus asil sehingga dapat dikatakan bahwa fenol telah terasetilasi atau telah mengalami asilasi.

Hasil asetilasi fenol dan anhidrida asam asetat dengan bantuan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta menghasilkan selektivitas terbentuknya fenil etanoat sebesar 100% karena merupakan satu-satunya produk yang dihasilkan dari hasil asetilasi fenol. Reaksi berkatalis asam dari suatu anhidrida dengan alkohol atau fenol akan menghasilkan ester (Harwood *et al.* 2009). Data analisis GC, menunjukkan bahwa kadar terbentuknya fenil etanoat dan konversi total adalah banyaknya fenol yang berhasil menjadi produk. Kadar terbentuknya fenil etanoat dan konversi total dapat dilihat pada Tabel 4.

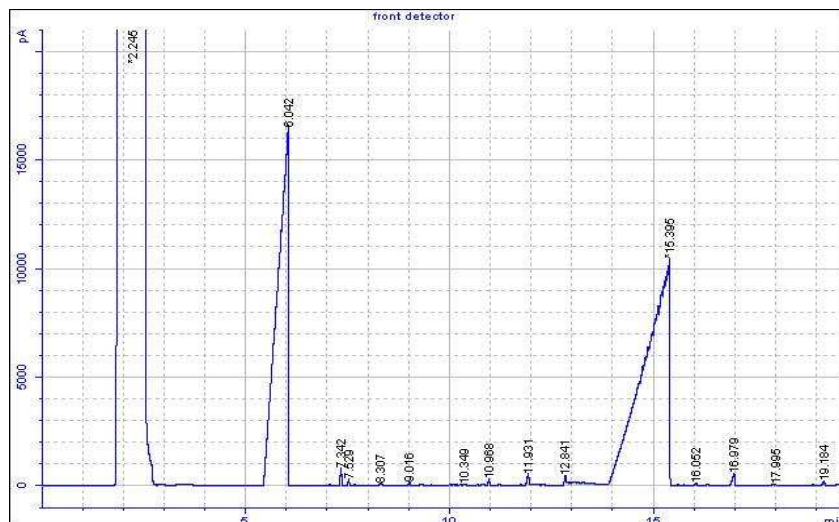
**Tabel 4.** Persentase kadar dan konversi total fenol pada temperatur 130°C dengan variasi waktu reaksi

Hasil GC	4 jam	8 jam	12 jam
Konversi total (%)	89,36	95,88	95,55
Kadar fenil etanoat (%)	89,33	95,87	95,50

Fenil etanoat yang terbentuk pada suhu 130°C memiliki persentase tertinggi pada jam ke 8, begitu juga dengan konversi total. Reaksi asetilasi fenol dan anhidrida asam asetat berkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta pada suhu 130°C dengan waktu reaksi 8 jam memiliki konversi total terbaik sebesar 95,88% dan hasil terbaik terhadap kadar fenil etanoat sebesar 95,87%. Hal ini berarti dengan menggunakan metode dalam penelitian ini, maka reaksi asetilasi fenol dengan anhidrida asam asetat berkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta

sangat selektif untuk pembentukan fenil etanoat. Reaksi berkatalis asam dari suatu anhidrida dengan alkohol atau fenol akan menghasilkan ester (Harwood *et al.* 2009). Fenol memiliki gugus OH- yang sama dengan alkohol sehingga ketika bereaksi dengan anhidrida asam asetat akan membentuk suatu ester. Dalam penelitian ini dilakukan pula analisis menggunakan GC-MS terhadap hasil reaksi untuk mengetahui terbentuknya produk fenil etanoat.

Hasil asetilasi anisol dengan anhidrida asam asetat terkatalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta tidak memperoleh produk. Gugus asetil dari anhidrida asam asetat sukar untuk menggantikan atom H pada cincin benzena baik pada fenol maupun anisol. Asetilasi pada cincin benzena dengan perbandingan mol yang sama antara senyawa pereaksi dengan anhidrida asam asetat membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama dan temperatur reaksi yang lebih tinggi dibandingkan asetilasi pada gugus OH dalam fenol. Variasi temperatur dan waktu reaksi dalam penelitian ini tidak cukup untuk melakukan asetilasi pada cincin benzena baik pada fenol maupun anisol, sehingga dilakukan penelitian lebih lanjut dengan memperpanjang waktu reaksi asetilasi pada anisol dengan menggunakan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta. Reaksi asetilasi lanjut dilakukan pada temperatur 130°C dengan waktu reaksi diperpanjang sampai 24 jam. Hasil analisis dengan GC pada asetilasi anisol diperoleh produk dengan kadar sebesar 74%. Hal ini menunjukkan bahwa untuk reaksi asetilasi pada cincin benzena dengan perbandingan mol yang sama dibutuhkan waktu reaksi lebih dari 12 jam dengan menggunakan katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta. Hasil GC dari reaksi asetilasi anisol pada temperatur 130°C dan waktu reaksi 24 jam dapat dilihat pada Gambar 4.



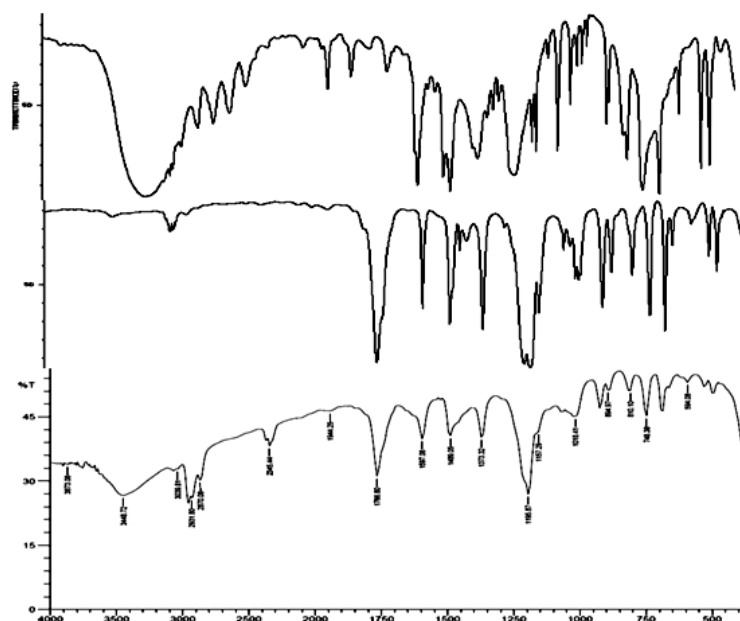
**Gambar 4.** Kromatogram hasil GC reaksi asetilasi anisol dengan anhidrida asetat

Hasil analisis dengan GC menunjukkan terbentuknya tiga puncak utama yaitu pelarut atau n-heksana, sisa anisol, dan produk utama. Berbeda dengan hasil GC asetilasi anisol pada jam ke 12 yang belum dapat membentuk produk asetilasi, dengan memperpanjang waktu reaksi 24 jam produk asetilasi dari anisol dengan anhidrida asetat dapat terbentuk dengan kadar 74% dan selektivitas 100%.

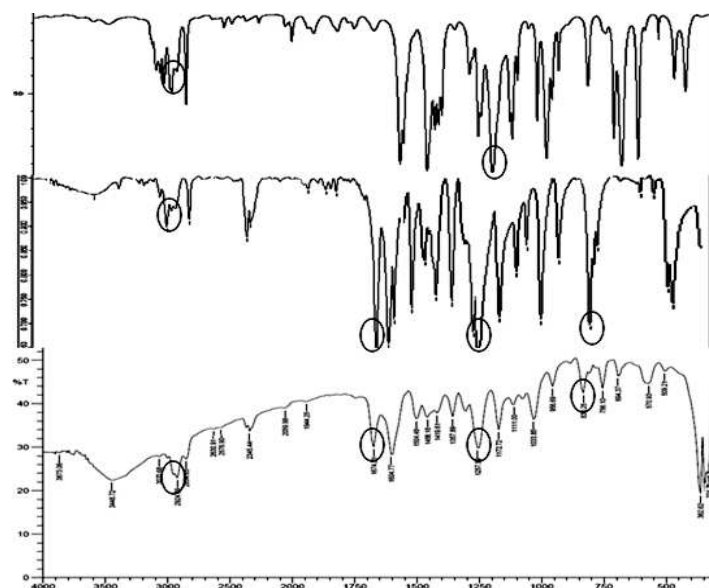
Gambar 5 adalah hasil analisis dengan menggunakan IR yakni membandingkan pita serapan pada fenol, hasil reaksi asetilasi fenol, dan fenil etanoat murni. Hasil analisis ini menunjukkan bahwa gugus OH pada fenol yang berada pada serapan  $3000\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$  telah berkurang pada IR hasil asetilasi. Terdapat kemiripan spektrum IR fenil etanoat dan

hasil asetilasi dengan adanya serapan yang sama pada CH ( $3000\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ ), C-O ( $1110\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ ), C=O ( $1640\text{--}1820\text{ cm}^{-1}$ ). Hal ini berarti telah terjadi reaksi asetilasi fenol yang menghasilkan fenil etanoat.

Hasil analisis IR pada anisol para metoksi asetofenon dan hasil asetilasi anisol dapat dilihat pada Gambar 6 yang menunjukkan adanya perbedaan puncak serapan vibrasi antara anisol dan hasil asetilasi serta terdapat kemiripan antara para metoksi asetofenon. Puncak khas yang terdapat pada hasil asetilasi adalah C-O ( $1110\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ ), C=O ( $1640\text{--}1820\text{ cm}^{-1}$ ) dan CH pada posisi para ( $800\text{--}860\text{ cm}^{-1}$ ). Hal ini berarti telah terjadi reaksi asetilasi pada anisol yang menghasilkan para metoksi asetofenon.



**Gambar 5.** Hasil IR perbandingan fenol, fenil etanoat, dan hasil asetilasi fenol



**Gambar 6.** Hasil IR perbandingan anisol , para metoksi asetofenon dan hasil asetilasi anisol

## PENUTUP

Semakin panjang waktu reaksi dalam reaksi asetilasi maka semakin banyak produk yang dihasilkan, namun dalam reaksi asetilasi fenol yang menghasilkan fenil etanoat akan mengalami

penurunan setelah jam ke 8. Waktu terbaik untuk asetilasi fenol didapatkan pada jam ke-8 dengan suhu reaksi sebesar 130°C. Katalis  $Zr^{4+}$ -zeolit beta memiliki aktivitas yang baik dalam pembentukan fenil etanoat dalam reaksi asetilasi fenol dengan selektivitas terbentuknya fenil etanoat sebesar 100%



dan kadar sebesar 95,87%, sedangkan substitusi pada cincin benzena baik pada fenol maupun pada anisol membutuhkan waktu reaksi lebih dari 12 jam.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Harwood JR, McKendrick & Heat W. 2009. *At A Glance Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Nuraningsih & Irmina K. 2007. Aktivitas dan selektivitas katalis  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Dan  $\text{FeCl}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  pada reaksi asilasi fenol. *Jurnal Akta Kimindo* 3(1): 49-54
- Ramli Z, Abdul M & Prasetyoko D. 2007. Biofunctional Nb/Ti-MCM-41 catalyst in oxidative acidic reaction of cyclohexene to diol. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences* 11(1):117-123.
- Sitorus M. 2010. *Kimia Organik Umum*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Sugiyanto KH & Suyanti RD. 2010. *Kimia Organik Logam*. Yogyakarta: Gaha Ilmu.
- Triyono. 2002. *Kimia Katalis*. Yogyakarta: FMIPA UGM
- Wahyuni E. 2004. Pemanasan Gelombang Mikro Dalam Reaksi Asetilasi Anilin dan Turunannya di atas Alumina. *Laporan Penelitian*. Bogor: Departemen FMIPA Universitas Indonesia.
- Yongzhong Z, Yungtong H, Jaenicke S & Chuah GK. 2005. Cyclisation of citronellel over zirkonium zeolit beta a highly diastereoselective catalyst to-isopulegol. *J Catal* 229: 404-413.