

## STUDI VARIASI PELARUT PADA REAKSI KONDENSASI ALDOL ANTARA FURFURAL DAN ASETON MENGGUNAKAN KATALIS $MgO/\gamma-Al_2O_3$

Ryzki Martha Anjani, Siti Mariyah Ulfa\*, Rachmat Triandi Tjahjanto

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel: +62-341-575838, Fax: +62-341-575835

Email: ulfa.ms@ub.ac.id

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh polaritas pelarut terhadap aktivitas dan selektivitas katalis  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  pada reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton. Katalis  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  dibuat menggunakan metode impregnasi basah. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode Difraksi Sinar-X dan Mikroskop Pemindai Elektron-Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X. Uji aktivitas katalis dilakukan dengan perbandingan mol furfural dan aseton 1:1 menggunakan metode refluks selama 180 menit pada atmosfer gas  $N_2$ . Variasi pelarut yang digunakan dalam reaksi kondensasi ini adalah air, etanol-air 50%, dan metanol. Hasil penelitian menunjukkan katalis  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  memiliki aktivitas yang lebih tinggi untuk reaksi kondensasi dengan pelarut air, menghasilkan produk dengan  $\lambda_{max}$  sebesar 300 nm (berdasarkan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis). Memperpanjang waktu reaksi sampai 360 menit meningkatkan  $\lambda_{max}$  hingga 312,5 nm. Pada penggunaan variasi pelarut etanol-air dan metanol, tidak didapatkan produk kondensasi.

**Kata kunci:** furfural, aseton,  $MgO/\gamma-Al_2O_3$ , kondensasi aldol, refluks.

### ABSTRACT

The aim of this research is to examine the effect of solvent's polarity against the catalytic activity and selectivity of  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  catalysts for aldol condensation reaction between furfural and acetone.  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  catalyst made by wet impregnation method. The catalysts characterized by X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersive X-Ray Spectrometry. The reaction was conducted by reflux with the molar ratio 1:1 for furfural and acetone in  $N_2$  atmosphere (180 minutes). Water, ethanol:water 50%, and methanol used in this reaction as solvents. The result showed that  $MgO/\gamma-Al_2O_3$  have been higher activity for aldol reaction in water as a solvent and produced condensation product with the value of  $\lambda_{max}$  was 300nm (measured by UV-Vis spectrophotometers). Prolonged the reaction time to 360 minutes increased the value of  $\lambda_{max}$  to be 312,5 nm. In ethanol:water and methanol solvent didn't get the product of condensation.

**Keyword:** furfural, acetone,  $MgO/\gamma-Al_2O_3$ , aldol condensation, reflux.

### PENDAHULUAN

Eksplorasi sumber daya alam untuk mendapatkan sumber energi terbarukan diyakini dapat mengatasi krisis energi jangka panjang [1]. Salah satu sumber daya alam yang melimpah adalah limbah biomassa pertanian. Tongkol jagung merupakan limbah biomassa pertanian yang mengandung pentosan yang cukup tinggi yaitu 30-32%. Pentosan ini melalui reaksi hidrolisis dapat menghasilkan senyawa furfural [2]. Furfural adalah senyawa siklis heteroatom dengan lima atom karbon. Senyawa ini berpotensi menjadi sumber energi dengan

memperpanjang rantai luarnya melalui reaksi kondensasi aldol [3]. Reaksi kondensasi aldol ini dapat berlangsung menggunakan katalis asam maupun basa [4].

Penelitian yang sedang berkembang adalah pemakaian katalis heterogen untuk reaksi kondensasi aldol. Pemanfaatan 20% MgO/NaY pada reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dilakukan secara refluks dengan pelarut etanol-air 50% (85 °C) memberikan selektivitas 99,6% (4-furan-2-il-but-3-en-2-on (42,2%) dan 1,5-bis-furan-2-il-penta-1,4-dien-3-on (57,1%)) dan rendemen 98,6% [5]. Penelitian lain menyebutkan katalis oksida Mg dan MgZr menghasilkan nilai konversi produk kondensasi yang meningkat sebanding dengan waktu reaksi [6]. Selain itu dilaporkan pula bahwa  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> selektif pada konversi 2-propanol menjadi propena dengan nilai selektivitas sebesar 98,95% [7]. Berdasarkan penelitian yang telah dilaporkan maka dilakukan reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton menggunakan katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan metode refluks.

## **METODE PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan diantaranya tongkol jagung, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> SMART LAB 10%, NaCl teknis, CHCl<sub>3</sub> MERCK, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> MERCK, furfural SIGMA-ALDRICH, Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O MERCK,  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MERCK, CH<sub>3</sub>OH MERCK, N<sub>2(g)</sub>, aseton MERCK, aqua demineralisasi HYDROBAT, etanol MERCK, dan CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> MERCK. Sedangkan alat-alat yang digunakan adalah penggiling, seperangkat alat distilasi, Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601, tanur modifikasi, DSX XPERT PRO Panalytical, SEM HITACHI TM3000, EDX Swift ED3000, dan seperangkat alat refluks.

### **Prosedur**

#### **Preparasi dan Karakterisasi Katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dibuat dengan mencampurkan 21,09 g Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dan 8 g  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam 100 mL metanol kemudian diaduk selama 24 jam (27 °C). Campuran yang dihasilkan dievaporasi, dan dikeringkan (110 °C). Kemudian katalis dikalsinasi dengan aliran gas N<sub>2</sub> (30 mL/menit) selama lima jam (650 °C). Katalis yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan DSX dan SEM-EDX.

#### **Uji Aktivitas Katalis Terhadap Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton**

Reaksi dilakukan dengan mencampurkan furfural (1 mL; 12,1 mmol); aseton (0,9 mL; 12,1 mmol); 0,2 gram katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; dan aqua demineralisasi (40 mL). Kemudian direfluks pada atmosfer N<sub>2</sub> disertai pengadukan untuk memulai reaksi katalitik. Hasil



$\lambda_{\max}$  322 nm dan menurut Puspitasari [9] produk kondensasi **P2** memiliki  $\lambda_{\max}$  sebesar 396 nm. Sedangkan  $\lambda_{\max}$  furfural sendiri berdasarkan penelitian ini adalah 271,5 nm. Reaksi kondensasi yang dilakukan tercantum dalam **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Parameter kualitatif hasil reaksi kondensasi.

Kode Sampel	Katalis	Pelarut	Waktu Reaksi	Produk	
				Rf	$\lambda_{\max}$ (nm)
A1	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	air	180	0,175 0,425	300
B1	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Etanol:air (1:1)	180	0,15 0,425	282
C1	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Metanol	180	0,15 0,375	280
A2	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	air	240	0,2 0,475	278
A3	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	air	300	0,2 0,425	277
A4	MgO/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	air	360	0,2 0,425	312,5

**Tabel 1** menunjukkan terjadinya pergeseran  $\lambda_{\max}$  pada produk A1, B1, dan C1. Pergeseran  $\lambda_{\max}$  terbesar terjadi pada produk A1 yaitu reaksi kondensasi dengan pelarut air. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan jenis pelarut berpengaruh dalam berlangsungnya reaksi katalitik ini. Menurut Solhy [10] dalam penelitiannya keberadaan air dalam reaksi ini mengaktifkan situs aktif dari katalis.

Perpanjangan waktu reaksi yang dilakukan pada penelitian ini tidak memberikan pergeseran  $\lambda_{\max}$  yang signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa produk kondensasi **P1** dan **P2** belum terbentuk karena pergeseran  $\lambda_{\max}$  yang belum sesuai dengan literatur yaitu 322 nm (**P1**) [5] dan 369 nm (**P2**) [9]. Berdasarkan hasil ini didapatkan bahwa katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kurang aktif terhadap pembentukan produk kondensasi. Pengembangan katalis MgO ke dalam  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diduga menyebabkan menurunnya aktivitas katalis dalam reaksi katalitik. Hal ini diduga karena  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memiliki sisi asam Lewis, asam Bronsted, dan basa Lewis [7].

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa katalis MgO/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki aktivitas yang rendah terhadap pembentukan produk kondensasi.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Binder, J.B., Blank, J.J., Cefali, A.V., Raines, R.T., 2010, Synthesis of Furfural From Xylose and Xylan, *Chemistry and Sustainability*, No. 11, Vol. 3, 1268-1272.
2. Hidajati, N., 2006, Pengolahan Tongkol Jagung Sebagai Bahan Pembuatan Furfural, *Jurnal Ilmu Dasar*, No. 1, Vol. 8, 45-53.
3. Sithisa, S., dan Resasco, D.E., 2011, Hydrodeoxygenation of Furfural Over Supported Metal Catalysts, *Catalysts Letter*, Vol. 141, 784-791.
4. Vashishtha, M., Mishra, M., Shah, D.O., 2013, A Novel Approach for Selective Cross Aldol Condensation Using Reusable NaOH-Cationic Micellar Systems, *Applied Catalysis A : General*, Vol. 466, 38-44.
5. Xiao-Ming, H., Qing, Z., Tie-Jun, W., Qi-Ying, L., Long-Long, M., Qi, Z., 2012, Production of Jet Fuel Intermediates from Furfural and Acetone by Aldol Condensation Over MgO/NaY, *Journal of Fuel Chemistry and Technology*, No. 8, Vol. 40, 973-978.
6. Sadaba, I., Ojeda, M., Mariscal, R., Fierro, J.L.G., Granados, M.L., 2011, Catalytic and Structural Properties of Co-Precipitated Mg-Zr Mixed Oxides for Furfural Valorization Via Aqueous Aldol Condensation With Acetone, *Applied Catalysis B : Environmental*, Vol. 101, 638-648.
7. Wibowo, W., Sunardi, Yulia, I., 2007, Studi Reaksi Konversi Katalisis 2-Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Buletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*, Vol. 2, 56-61.
8. Faba, L., Diaz, E., Ordonez, S., 2012, Aqueous-Phase Furfural-Acetone Aldol Condensation Over Basic Mixed Oxides, *Applied Catalysis B : Environmental*, No. 114, Vol. 113, 201-211.
9. Puspitasari, R.D., Ulfa, S.M., Utomo, E.P., 2014, Studi Temperatur Reaksi Kondensasi Terhadap Sintesis Senyawa Turunan Furfural dengan Aseton, *Kimia Student Journal*, Vol. 1, 15-21.
10. Solhy, A., Amer, W., Karkouri, M., Tahir, R., Bouari, A. E., Fihri, A., Bousmina, M., Zahouily, M., 2011, Bi-Functional Modified-Phosphate Catalyzed The Synthesis of  $\alpha$ - $\alpha'$ -(EE)-Bis (Benzylidene)-Cycloalkanones : Microwave Versus Conventional-Heating, *Journal of Molecular Catalysis A : Chemical*, Vol. 336, 8-15.