

**Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan
Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO**

SKRIPSI

oleh:

INDAH NUR PRAMESTI

115090201111006



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2015

**Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan
Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

INDAH NUR PRAMESTI

115090201111006



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2015**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO

oleh:

INDAH NUR PRAMESTI
115090201111006

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Siti Mariyah Ulfa, M.Sc., Dr.Sc.
NIP. 19810406 200502 2 009

Dr. Elvina D. Iftitah, S.Si., M.Si
NIP. 197204191997022001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS
NIP. 19571227 198603 1 003

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Indah Nur Pramesti
NIM : 115090201111006
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul:

Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2015
Yang menyatakan,

(Indah Nur Pramesti)
NIM. 115090201111006

Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis Ni/MgO pada reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton. Katalis Ni/MgO disiapkan melalui metode impregnasi basah menggunakan garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan pengemban MgO. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode difraksi sinar-X (DSX) dan fluoresensi sinar-X. Uji aktivitas katalis dilakukan pada reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap reaksi dan dua tahap menggunakan metode *autoclave oil batch reactor*. Reaksi dilakukan dengan perbandingan mol 1:1 antara furfural dan aseton menggunakan pelarut air. Karakterisasi produk hasil reaksi satu tahap pada suhu 120 °C menunjukkan terbentuknya produk hidrogenasi 1,5-di(2-furanil)-pent-1-en-3-on yang merupakan hasil reduksi parsial dari produk kondensasi 1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on. Reaksi dalam pelarut isopropanol tidak menunjukkan terbentuknya produk kondensasi maupun hidrogenasi. Reaksi pada suhu yang lebih tinggi yaitu 180 °C, menunjukkan peningkatan intensitas C=O keton pada bilangan gelombang 1714,6 cm^{-1} dari hasil analisis dengan Spektrofotometer Infra Merah.

Kata kunci: furfural, aseton, kondensasi, hidrogenasi, katalis Ni/MgO

Study of Condensation-Hydrogenation Reaction between Furfural and Acetone Using Ni/MgO Catalyst

ABSTRACT

This research is investigated the catalytic activity of Ni/MgO catalyst applied for condensation-hydrogenation reaction between furfural and acetone. Ni/MgO catalyst were prepared by wet impregnation methods using $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ salt and magnesium oxide as supported material. The catalyst was characterized by X-ray diffraction (XRD) and X-rays fluorescence (XRF). The catalyst performance was tested for one-step and two-step condensation-hydrogenation reaction using autoclave oil batch reactor. The reaction was conducted by reacting furfural and acetone in 1:1 ratio using water as solvent. Characterization of the products from one-step reaction at 120 °C showed the formation of 1,5-di(2-furanyl)-pent-1-en-3-one from partial reduction of condensation product 1,5-difuranyl-1,4-pentadien-3-one. Modifying the solvent using isopropanol didn't give either condensation or hydrogenation products. Then, increasing reaction temperature to 180 °C showed the increasing of carbonyl keton character at 1714.6 cm^{-1} from 1,5-di(2-furanyl)-pent-1-en-3-ono analyzed by Fourier Transformed IR.

Key word: furfural, acetone, condensation, hydrogenation, Ni/MgO catalyst

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT karena limpahan rahmat dan hidayahnya sehingga penelitian serta penulisan tugas akhir yang berjudul **“Studi Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan Aseton menggunakan Katalis Ni/MgO”** dapat terselesaikan dengan baik. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulisan tugas akhir ini dapat terlaksana dengan baik atas bantuan, bimbingan, dan saran dari semua pihak. Ungkapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Siti Maryah Ulfa, S.Si, M.Sc., Dr.Sc selaku Pembimbing I, dan Dr. Elvina D. Iftitah, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing II, atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian dan kesabaran yang diberikan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Drs. Sutrisno, M.Si selaku dosen penasehat akademik atas segala nasehat serta pengarahan kepada penulis.
3. Dosen Penguji Tugas Akhir atas telah memberikan kritik dan saran kepada penulis.
4. Dr. Edi Priyo Utomo, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, staf pengajar, dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua bantuan yang diberikan.
5. Kedua orang tua dan seluruh keluarga besar penulis, atas doa, motivasi, nasihat, dukungan moral maupun materiil yang diberikan kepada penulis.
6. Seluruh teman-teman kimia, rekan-rekan seperjuangan di Laboratorium Kimia Organik dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan tugas akhir ini masih jauh dari kesempurnaan maka dari itu kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan. Penulis juga berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan bagi pembaca.

Malang, 14 Januari 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Furfural	5
2.2 Aseton	6
2.3 Reaksi Kondensasi Aldol Furfural dengan Aseton	7
2.4 Reaksi Hidrogenasi	7
2.5 Katalis Heterogen	11
2.6 Difraksi Sinar-X (DSX)	12
2.7 Fluorosensi Sinar-X	13
2.8 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	14
2.9 Spektrofotometri UV-Vis	14
2.10 Spektrofotometri FR-IR	14
2.11 Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	15
2.12 Hipotesis	16
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Bahan Penelitian	17
3.3 Alat Penelitian	17
3.4 Instrumentasi	18
3.5 Tahapan Penelitian	18
3.6 Prosedur Kerja	18

3.6.1	Preparasi Katalis	18
3.6.2	Karakterisasi Katalis	19
3.6.3	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Furfural dengan Aseton	20
3.6.4	Identifikasi Produk Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi	21
3.6.5	Analisis data	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Preparasi Katalis	25
4.2	Karakterisasi Katalis	26
4.2.1	Difraksi Sinar-X	26
4.2.2	Fluorosensi Sinar-X	28
4.3	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dengan Aseton	29
4.3.1	Reaksi Kondensasi	29
4.3.2	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap antara Furfural dengan Aseton Menggunakan Katalis Ni/MgO	34
4.3.3	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap antara Furfural dengan Aseton Menggunakan Katalis Ni/MgO	38
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan	48
5.2	Saran	48
DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN		
		49
		54

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dan aseton dengan katalis Pd/MgO-ZrO ₂	10
Tabel 2.2	Daerah serapan inframerah beberapa gugus fungsi	15
Tabel 4.1	Nilai sudut difraksi 2 Ni/MgO/ -Al ₂ O ₃ dan -Al ₂ O ₃	27
Tabel 4.2	Nilai sudut difraksi 2 Ni/MgO dan -Al ₂ O ₃	28
Tabel 4.3	Komposisi unsur katalis Ni/MgO menggunakan XRF PANalytical minipal 4	29
Tabel 4.4	Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi tanpa pelarut	31
Tabel 4.5	Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut air	32
Tabel 4.6	Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut isopropanol	34
Tabel 4.7	Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dua tahap dengan katalis Ni/MgO	36
Tabel 4.8	Data gugus fungsi hasil reaksi kondensasi D1 dan hasil reaksi hidrogenasi D2	37
Tabel 4.9	Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dua tahap dengan katalis Ni/MgO	39
Tabel 4.10	Data gugus fungsi hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap	41
Tabel 4.11	Data analisis waktu retensi, % area, dan m/z menggunakan GC-MS Shimadzu QP2010S produk EI	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi pembentukan furfural	5
Gambar 2.2	Reaksi ion enolat	6
Gambar 2.3	Reaksi kondensasi aldol furfural dengan aseton	7
Gambar 2.4	Jalur hidrogenasi senyawa 4-(2-furil)-3-butena-2-on	8
Gambar 2.5	Jalur hidrogenasi senyawa 1,5-bis-furan-2-il-penta-1,4-dien-3-on	9
Gambar 2.6	Reaksi kondensasi dan hidrogenasi antara furfural dan aseton	10
Gambar 4.1	Katalis Ni/MgO (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah reduksi	25
Gambar 4.2	Difraktogram Ni/MgO/ γ - Al_2O_3 (biru) dan α - Al_2O_3 (merah)	26
Gambar 4.3	Difraktogram Ni/MgO (biru) dan MgO (merah)	28
Gambar 4.4	Reaksi kondensasi antara furfural dan aseton	30
Gambar 4.5	Spektra UV-Vis hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut air	33
Gambar 4.6	Reaksi hidrogenasi produk monomer	35
Gambar 4.7	Reaksi hidrogenasi profuk dimer	35
Gambar 4.8	Spektra IR hasil reaksi kondensasi D1 (hitam) dengan hasil reaksi hidrogenasi D2	37
Gambar 4.9	Spektra UV-Vis hasil reaksi kondensasi- hidrogenasi satu tahap	39
Gambar 4.10	Bilangan gelombang gugus C=O dari furfural, produk kondensasi dan produk hidrogenasi	40
Gambar 4.11	Spektra IR hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi E1 (hitam), E2 (biru) dan E3 (merah)	41
Gambar 4.12	Kromatogram hasil reaksi kondensasi- hidrogenasi satu tahap produk E1	42
Gambar 4.13	Prediksi mekanisme fragmentasi puncak 2	44
Gambar 4.14	Prediksi mekanisme fragmentasi puncak 4	44
Gambar 4.15	Prediksi mekanisme fragmentasi puncak 3	45
Gambar 4.16	Prediksi mekanisme fragmentasi <i>trace product</i>	46
Gambar 4.17	Reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Skema Kerja

A.1	Diagram Alir Penelitian	54
A.2	Preparasi Katalis MgO/ $-Al_2O_3$	55
A.3	Preparasi Katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$	56
A.4	Preparasi Katalis Ni/MgO	57
A.5	Karakterisasi Katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ menggunakan DSX	58
A.6	Karakterisasi Katalis Ni/MgO menggunakan Spektrofotometer Fluorosensi Sinar-X	58
A.7	Reaksi Kondensasi antara Furfural dengan Aseton	59
A.8	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap antara Furfural dengan Aseton	60
	A.8.1 Reaksi Kondensasi	60
	A.8.2 Reaksi Hidrogenasi	61
A.9	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap antara Furfural dengan Aseton	62
A.10	Karakterisasi Produk Kondensasi-Hidrogenasi dengan KLT	63
A.11	Karakterisasi Produk Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis	64
A.12	Karakterisasi Produk Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan spektrofotometer FT-IR	64
A.13	Karakterisasi Produk Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan KG-SM	64

Lampiran B Perhitungan

B.1	Perhitungan Preparasi Katalis	65
	B.1.1 Katalis MgO/ $-Al_2O_3$	65
	B.1.2 Katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$	65
	B.1.3 Katalis Ni/MgO	66
B.2	Perhitungan Reaktan	66
	B.2.1 Perbandingan mol furfural:aseton 1:9	66
	B.2.2 Perbandingan mol furfural:aseton 1:1	67
B.3	Persen Massa Hasil Reaksi Kondensasi dan Hidrogenasi	67
	B.3.1 Reaksi Kondensasi Tanpa Pelarut	67

B.3.2	Reaksi Kondensasi dengan Pelarut Air	68
B.3.3	Reaksi Kondensasi dengan Pelarut Isopropanol	68
B.3.4	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap	68
B.3.5	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap	68

Lampiran C Reaksi

C.1	Reaksi Pembentukan Katalis	69
C.2	Mekanisme Reaksi Kondensasi Furfural dengan Aseton	70
C.2	Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Produk Kondensasi Furfural dengan Aseton	71

Lampiran D Data Hasil Karakterisasi

D.1	Hasil KLT Produk Kondensasi dan Hidrogenasi	72
D.1.1	Produk Kondensasi Tanpa Pelarut	72
D.1.2	Produk Kondensasi dengan Pelarut Air	72
D.1.3	Produk Kondensasi dengan Pelarut Isopropanol	72
D.1.4	Produk Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap	73
D.1.5	Produk Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap	73
D.2	Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis	73
D.2.1	Hasil UV-Vis Furfural Standar	73
D.2.2	Hasil UV-Vis Produk A1	74
D.2.3	Hasil UV-Vis Produk A2	74
D.2.4	Hasil UV-Vis Produk A3	74
D.2.5	Hasil UV-Vis Produk B1	75
D.2.6	Hasil UV-Vis Produk B2	75
D.2.7	Hasil UV-Vis Produk B3	75
D.2.8	Hasil UV-Vis Produk B4	76
D.2.9	Hasil UV-Vis Produk B5	76
D.2.10	Hasil UV-Vis Produk C1	76
D.2.11	Hasil UV-Vis Produk D1	77
D.2.12	Hasil UV-Vis Produk D2	77
D.2.13	Hasil UV-Vis Produk E1	77
D.2.14	Hasil UV-Vis Produk E2	78

D.2.15	Hasil UV-Vis Produk E3	78
D.3	Hasil Karakterisasi Spektrofotometer FT-IR	78
D.3.1	Spektra IR Produk B4	78
D.3.2	Spektra IR Produk D2	79
D.3.3	Spektra IR Produk E1	79
D.3.4	Spektra IR Produk E2	79
D.3.5	Spektra IR Produk E3	80
D.4	Hasil Karakterisasi KG-SM Produk E1	80
D.5	Hasil DSX Katalis	82
D.5.1	Hasil DSX Katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$	82
D.5.2	Hasil DSX Katalis Ni/MgO	82

Lampiran E Dokumentasi Penelitian

E.1	Preparasi Katalis	83
E.2	Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Furfural dengan Aseton	83



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Furfural merupakan senyawa karbonil yang memiliki rumus molekul $C_5H_4O_2$. Furfural mempunyai ikatan rangkap $C=C$ tak jenuh dan ikatan $C=O$. Furfural sering digunakan sebagai bahan baku pembuatan senyawa-senyawa furan, tetrahidrofuran serta bahan baku dalam industri karet sintetik. Rantai karbon furfural dapat diperpanjang melalui reaksi kondensasi aldol dengan aseton, kemudian melalui kombinasi reaksi hidrogenasi dan dehidrasi akan diperoleh alkana rantai lurus (C_8-C_{15}) yang merupakan senyawa penyusun bahan bakar [1]. Furfural diperoleh dari hidrolisis dan dehidrasi dari xylan yang terkandung dalam lignoselulosa [2].

Reaksi kondensasi aldol pada umumnya melalui reaksi katalisis basa dengan sistem homogen [3]. Katalis basa homogen seperti NaOH dan KOH memiliki reaktivitas yang tinggi dan tidak mahal, akan tetapi katalis ini sulit dipisah dari produk, tidak dapat digunakan kembali dan juga dapat mengkatalisis reaksi samping seperti oksidasi dan reaksi Cannizaro [4].

Penelitian yang berkembang saat ini adalah penggunaan katalis heterogen pada reaksi kondensasi aldol. Katalis heterogen adalah katalis basa padat yang membuat proses lebih sederhana, mudah dipisahkan dan menurunkan biaya produksi karena dapat digunakan secara berkelanjutan [5,6]. Penelitian yang dilakukan oleh Tsuji (1994) [3], menunjukkan bahwa katalis MgO memiliki aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan katalis $MgO/ -Al_2O_3$ dalam pembentukan trimerik glikol ester melalui reaksi *self condensation* n-butiraldehid. Katalis MgO menghasilkan nilai konversi 52 %, sedangkan katalis $MgO/ -Al_2O_3$ menghasilkan nilai konversi sebesar 37 %.

Pada proses hidrogenasi umumnya digunakan katalis logam seperti Cu, Ni, Pt, Cr dan Pd yang didepositkan pada oksida logam [7]. Dilaporkan oleh Gandia (1993) [8], bahwa logam Ni memiliki aktivitas tinggi untuk hidrogenasi senyawa aromatik, alkena dan senyawa karbonil. Katalis Ni/MgO memiliki selektivitas tinggi dalam reaksi hidrogenasi aseton menjadi metil isobutil keton dan 2-propanol. Hidrogenasi pada suhu 500 °C menurunkan produk metil

isobutil keton dan meningkatkan produk 2-propanol dengan selektivitas di atas 80 %.

Penelitian lain yang mulai berkembang adalah penggunaan katalis bifungsi pada reaksi kondensasi dan hidrogenasi sehingga reaksi dapat berjalan lebih efisien dalam satu tahap reaksi. Katalis bifungsi merupakan katalis yang memiliki fungsi ganda. Katalis ini memiliki dua sisi aktif yang dapat digunakan untuk dua reaksi yang berbeda [6].

Penelitian mengenai reaksi kondensasi dan hidrogenasi satu tahap antara furfural dan aseton telah dilakukan oleh Dedsuksophon (2010) [6] menggunakan katalis Pd/Al₂O₃ tanpa menggunakan pelarut. Dari penelitian tersebut didapatkan persentase produk sebesar 26,28% dengan selektivitas produk C8 sebesar 99,48%. Kondisi optimum reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton yang diperoleh pada temperatur 80 °C selama 24 jam dan reaksi hidrogenasi pada temperatur 120 °C selama 6 jam. Dari penelitian Pupovac (2013) [9] menggunakan katalis Cu/MgAl₂O₄, reaksi kondensasi dan hidrogenasi antara 5-hidroksimetilfurfural dan aseton dilakukan dengan menambahkan pelarut isopropanol saat reaksi hidrogenasi. Katalis Cu/MgAl₂O₄ menghasilkan selektivitas sebesar 77% terhadap produk 4-(5-metilfuran-2-il)-butan-2-ol.

Berdasarkan penelitian di atas, adanya pelarut serta temperatur reaksi akan berpengaruh terhadap hasil reaksi kondensasi dan hidrogenasi furfural dan aseton. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan reaksi kondensasi dan hidrogenasi antara furfural dan aseton dengan variasi pelarut dan temperatur hidrogenasi menggunakan desain katalis Ni/MgO. Aktivitas katalis Ni/MgO juga akan dibandingkan dengan katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃. Karakterisasi katalis dilakukan dengan Difraksi Sinar-X (DSX) dan Fluorosensi Sinar-X. Karakterisasi produk dilakukan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FT-IR, dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana aktivitas Ni/MgO terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton?
2. Bagaimana pengaruh pelarut dalam reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton menggunakan katalis Ni/MgO?
3. Bagaimana pengaruh temperatur hidrogenasi terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton menggunakan katalis Ni/MgO?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Katalis yang digunakan dalam reaksi adalah Ni/MgO.
2. Karakterisasi katalis dilakukan menggunakan metode Difraksi Sinar-X (DSX) dan Fluorosensi Sinar-X.
3. Uji aktivitas katalis dilakukan dengan metode *Autoclave Oil Batch Reactor*.
4. Karakterisasi produk hasil reaksi kondensasi dan hidrogenasi dilakukan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT), spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FT-IR, dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui aktivitas Ni/MgO sebagai katalis bifungsi pada reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton.
2. Untuk mengetahui pengaruh pelarut dalam reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton menggunakan katalis Ni/MgO.
3. Untuk mengetahui pengaruh temperatur hidrogenasi terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton menggunakan katalis Ni/MgO.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai efektifitas katalis Ni/MgO sebagai katalis bifungsi dalam reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dengan aseton. Hasil penelitian ini diharapkan juga memberikan informasi mengenai pelarut dan temperatur yang paling efektif dalam reaksi kondensasi-hidrogenasi antara furfural dan aseton.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

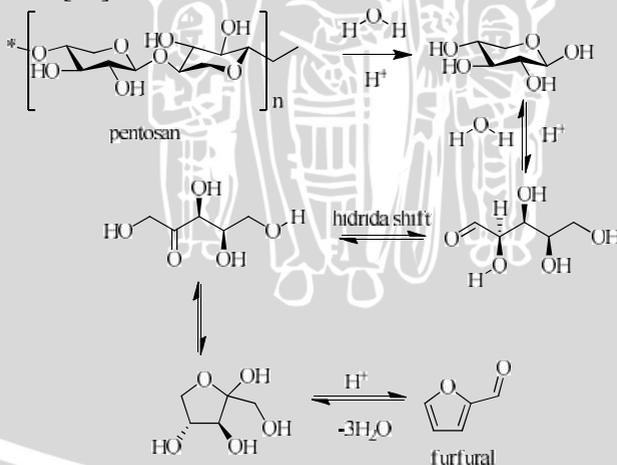


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Furfural

Furfural adalah senyawa karbonil yang mengandung ikatan C=C tak jenuh dan ikatan C=O [1]. Furfural merupakan senyawa aldehid heterosiklik dengan rumus molekul C_5H_4O . Pada temperatur ruang furfural murni berwujud cairan tak berwarna dengan bau almond-benzaldehida yang karakteristik, akan tetapi ketika terkena udara dan air berubah menjadi berwarna merah kecoklatan. Senyawa ini memiliki berat molekul sebesar 96,086 g/mol, titik didih 161,7 °C, titik beku -36,5°C, indeks bias 1,5260 (20 °C), dan panas penguapan 107,5 kalori. Furfural memiliki sifat larut dalam alkohol, eter, benzena dan 8,3% larut dalam air pada 20 °C serta mudah terbakar [10,11].

Furfural diperoleh dari melalui reaksi hidrolisis bahan yang mengandung pentosan diantaranya limbah hasil pertanian yaitu sekam padi, tongkol jagung, ampas tebu, dan kulit gandum. Selanjutnya dilakukan pemanasan dalam asam sulfat atau asam klorida encer selama 2-4 jam sehingga terjadi dehidrasi dan siklisasi membentuk senyawa heterosiklik yaitu furfural [12]. Reaksi hidrolisis dan dehidrasi pentosan menjadi furfural disajikan pada **Gambar 2.1** [13].



Gambar 2.1 Reaksi pembentukan furfural

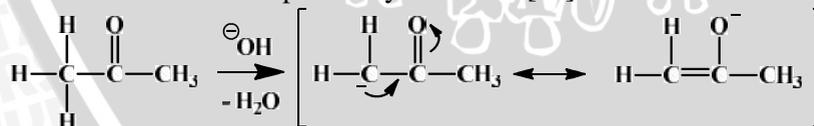
Kegunaan utama dari furfural adalah sebagai pelarut yang selektif terhadap pemisahan senyawa jenuh dan tak jenuh pada industri minyak bumi, pelarut penyulingan minyak pelumas, butadiena dan senyawa organik lainnya. Furfural juga merupakan senyawa intermediet pada berbagai industri kimia, misalnya tetrahidrofuran (THF), metil tetrahidrofuran (MeTHF), furfural alkohol, polimer fenolik, furan, plastik dan senyawa agrokimia [10,14].

2.2 Aseton

Aseton merupakan senyawa yang berbentuk cairan, tidak berwarna, berbau manis, mudah menguap dan mudah terbakar. Senyawa ini memiliki rumus molekul CH_3COCH_3 , titik didih sebesar $56,2^\circ\text{C}$, densitas sebesar 0,792 dan indeks biasnya 1,3591 (20°C). Aseton dikenal juga dengan nama dimetilketon atau 2-propanon. Aseton dapat larut dalam air, alkohol, eter, kloroform dan minyak [10]. Aseton termasuk dalam golongan senyawa keton yang memiliki hidrogen (α). Hidrogen yang terletak pada posisi α dari gugus karbonil memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dibandingkan atom hidrogen lainnya. Atom hidrogen tersebut akan terlepas dengan penambahan basa kuat dan menghasilkan ion enolat [15].

Adanya gugus karbonil akan meningkatkan keasaman dari senyawa keton. Hal ini dikarenakan atom oksigen yang memiliki elektronegativitas tinggi akan menarik kerapatan elektron dari ikatan

C-H sehingga ikatannya menjadi lebih lemah dan atom hidrogen menjadi mudah terlepas [15]. Ion enolat yang terbentuk distabilkan dengan adanya resonansi seperti pada **Gambar 2.2**. Aseton juga memiliki reaktivitas lebih tinggi dibandingkan diisopropil keton dan tersierbutil keton. Adanya halangan sterik yang lebih besar akan menghambat penyerangan gugus nukleofil sehingga memperlambat reaksi adisi nukleofilik pada senyawa keton [16].

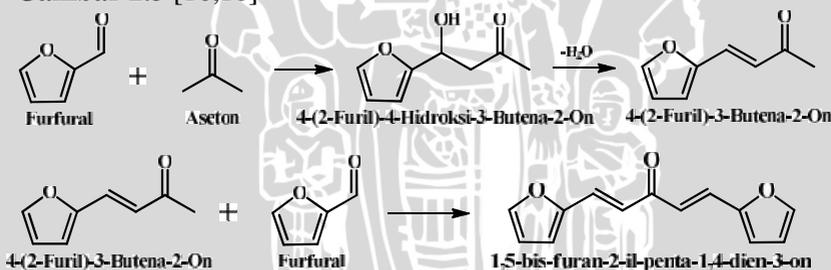


Gambar 2.2 Resonansi Ion Enolat

2.3 Reaksi Kondensasi Furfural dengan Aseton

Reaksi kondensasi adalah reaksi penggabungan 2 molekul dengan hilangnya suatu molekul kecil (biasanya air atau alkohol). Reaksi kondensasi aldol adalah reaksi yang terjadi antara enolat aldehid atau keton dengan aldehid atau keton yang menghasilkan senyawa β -hidroksi aldehid atau keton. Dengan pemanasan lebih lanjut produk kondensasi aldol akan terdehidrasi menjadi senyawa enon [17]. Reaksi kondensasi aldol umumnya menggunakan katalis basa seperti NaOH dan KOH pada pelarut organik. NaOH dan KOH merupakan katalis basa homogen yang banyak digunakan dalam katalisis reaksi organik karena memiliki reaktivitas yang tinggi dan harganya yang relatif murah [4].

Reaksi kondensasi aldol furfural dengan aseton termasuk dalam jenis reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt*. Furfural merupakan senyawa aldehid yang tidak memiliki hidrogen (α) sehingga hanya dapat bertindak sebagai elektrofil dan diperlukan suatu keton yang mempunyai hidrogen α sebagai anion (ion enolat). Reaksi ini dipercepat dengan penambahan katalis asam atau basa. Kemudian akan membentuk turunan β -hidroksi karbonil yang kemudian diikuti dengan dehidrasi menghasilkan α,β -karbonil tak jenuh, seperti pada **Gambar 2.3** [16,18]



Gambar 2.3 Reaksi kondensasi aldol furfural dengan aseton

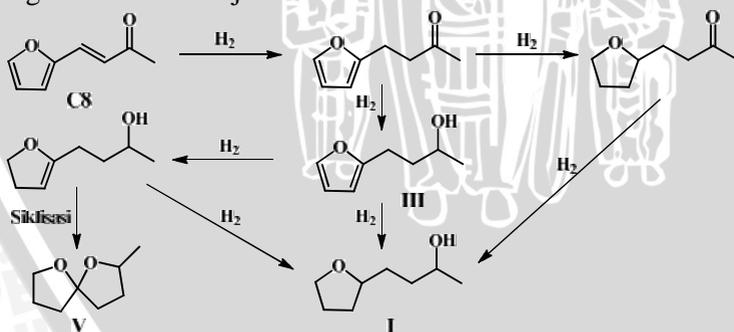
2.4 Reaksi Hidrogenasi

Reaksi hidrogenasi merupakan reaksi reduksi yang melibatkan penambahan atom hidrogen (biasanya sebagai H₂). Senyawa organik yang mengalami reaksi hidrogenasi akan menghasilkan senyawa yang lebih jenuh karena terjadi perubahan ikatan rangkap menjadi ikatan tunggal [19]. Produk kondensasi furfural dengan aseton dapat

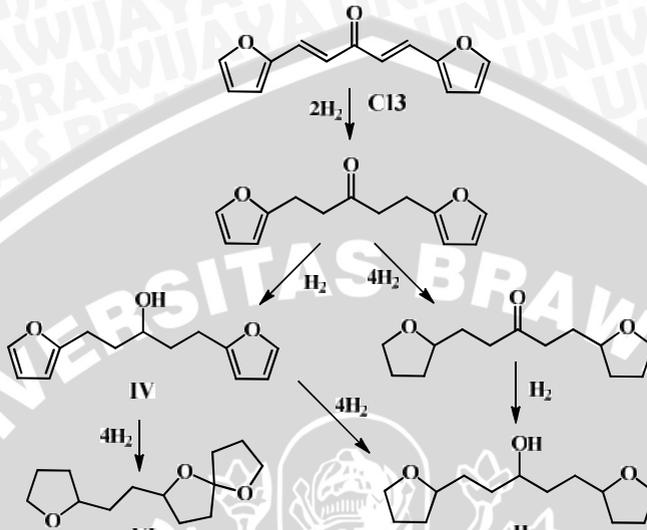
mengalami reaksi hidrogenasi dengan adanya katalis logam mulia seperti Ni, Cu, Pd dan Pt [10].

Penelitian yang berkembang saat ini, reaksi kondensasi aldol dan hidrogenasi dilakukan dengan menggunakan katalis bifungsi. Katalis bifungsi merupakan katalis yang memiliki fungsi ganda diantaranya yaitu dapat digunakan dalam reaksi kondensasi aldol dan hidrogenasi dalam satu sistem reaksi. Katalis yang digunakan harus memiliki sifat basa untuk reaksi kondensasi aldol dan sisi logam untuk reaksi hidrogenasi [6].

Senyawa produk kondensasi 4-(2-furil)-3-butena-2-on dan 1,5-bis-furan-2-il-penta-1,4-dien-3-on setelah mengalami reaksi hidrogenasi akan membentuk beberapa kemungkinan senyawa dengan struktur seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.4** dan **Gambar 2.5** [20,21]. Berdasarkan penelitian yang telah dilaporkan oleh Xu (2010) [20] dengan katalis Pd/Cobalt aluminate didapatkan informasi bahwa dengan meningkatnya waktu reaksi hidrogenasi maka produk III dan IV semakin menurun dan produk I dan II semakin meningkat. Dengan kata lain, hidrogenasi dari cincin furan merupakan *rate determining step*. Temperatur dan tekanan berpengaruh terhadap produk kondensasi dan hidrogenasi. Produk siklisasi (V dan VI) berjumlah sangat sedikit dibawah temperatur 120 °C. Produk samping juga meningkat dengan meningkatnya temperatur dan tekanan. Dengan menggunakan katalis Pd/Cobalt aluminate diperoleh produk I dan II dengan total selektifitas hingga 90,0% pada tekanan 4 MPa, temperatur 120 °C dan waktu reaksi hidrogenasi selama 10 jam.



Gambar 2.4 Jalur hidrogenasi senyawa 4-(2-furil)-3-butena-2-on

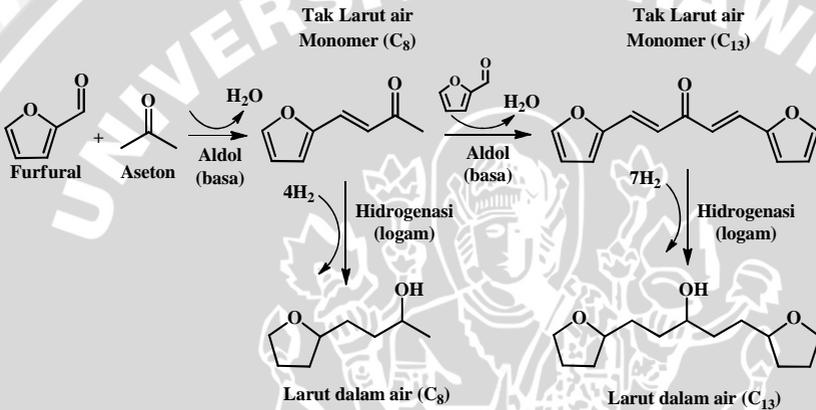


Gambar 2.5 Jalur hidrogenasi senyawa 1,5-bis-furan-2-il-penta-1,4-dien-3-on

Penelitian lain yang dilakukan oleh Barret (2006) [5] menggunakan katalis bifungsi Pd/MgO-ZrO₂ pada reaksi kondensasi aldol silang dan hidrogenasi antara furfural dan aseton dalam sebuah reaktor tunggal. Reaksi berlangsung dalam suatu *batch reactor* dengan katalis 5% Pd/MgO-ZrO₂ dan rasio molar furfural dengan aseton 1:1. Reaksi kondensasi aldol berlangsung selama 24-26 jam dan reaksi hidrogenasi berlangsung pada temperatur 120 °C dan dialiri gas H₂ dengan tekanan 55 bar selama 4-6 jam. Dari penelitian tersebut didapatkan bahwa temperatur optimum untuk kondensasi aldol adalah pada 80 °C. Reaksi kondensasi aldol silang menghasilkan produk monomer yang tak larut dalam air (C8) dan dimer (C13), sedangkan setelah mengalami hidrogenasi dihasilkan produk yang larut dalam air dengan jumlah karbon yang tinggi (>80%).

Tabel 2.1 Reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dan aseton dengan katalis Pd/MgO-ZrO₂

Waktu kondensasi (jam)	Temperatur kondensasi (°C)	Konversi Furfural (%)	Selektivitas (%)		Jumlah karbon (%)
			C8	C13	
26	53	79	34	43	91
24	80	95	35	60	88
26	120	98	35	62	80



Gambar 2.6 Reaksi kondensasi dan hidrogenasi antara furfural dan aseton

Dedsuksophon (2010) [6] juga telah melakukan reaksi kondensasi aldol dan hidrogenasi furfural dengan aseton menggunakan katalis Pd/Al₂O₃. Reaksi tersebut dilakukan didalam reaktor pipa kecil yang terbuat dari *stainless steel* dengan dialiri gas helium dan hidrogen. Dari penelitian tersebut didapatkan kondisi optimum reaksi kondensasi aldol furfural dengan aseton adalah pada 80 °C selama 24 jam dan reaksi hidrogenasi pada 120 °C selama 6 jam dengan perbandingan rasio molar furfural:aseton yaitu 4:1. Katalis Pd/Al₂O₃ yang digunakan sebanyak 0,1 gram dan diperoleh persentase produk sebesar 26,28% dengan selektifitas produk C₈ sebesar 99,48%.

2.5 Katalis Heterogen

Katalis didefinisikan sebagai senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi, akan tetapi tidak mengubah tetapan keseimbangan reaksi. Luas sisi aktif dari katalis merupakan faktor yang sangat mempengaruhi aktivitas dan efektifitas dari katalis. Penambahan pendukung pada katalis merupakan salah satu cara untuk menambah jumlah sisi aktif dari katalis. Fasa aktif katalis akan tersebar pada permukaan material pendukung. Penyebaran fasa aktif pada katalis sangat penting karena akan mempermudah interaksi dengan reaktan sehingga meningkatkan efisiensi proses katalisis [22].

Impregnasi merupakan teknik yang umum digunakan untuk menambahkan suatu pendukung katalis. Metode impregnasi ini umumnya meliputi tiga tahap yaitu kontak pendukung dengan larutan, pengeringan dan kalsinasi untuk mengaktivasi katalis. Metode ini dibagi menjadi 2 jenis yaitu impregnasi basah dan impregnasi kering. Impregnasi basah menggunakan larutan garam logam yang melebihi volume pori penyangga sedangkan impregnasi kering menggunakan larutan garam logam yang sedikit. Dalam impregnasi basah, salah satu faktor yang penting adalah pengeringan. Kecepatan pengeringan akan menentukan dispersi deposit fasa aktif yang terbentuk. Apabila pengeringan terlalu lambat maka deposit akan terbentuk di dasar pori, sedangkan apabila pengeringan terlalu cepat maka deposit akan berada di permukaan pori [23].

Magnesium Oksida (MgO) merupakan oksida yang bersifat basa tinggi ($pK_a = 26$) sehingga dapat mengkatalisis reaksi kondensasi aldol [3]. Struktur dan reaktivitas dari MgO dapat diketahui dari sifat sisi aktifnya yaitu sisi Mg^{2+} bersifat asam lewis, sisi O^{2-} bersifat basa lewis, ikatan kisi hidroksil, dan berpeluang membentuk anionik dan kationik. Katalis MgO telah dilaporkan oleh Choudary (2004) [24] sebagai katalis nano heterogen bifungsi dalam reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt* benzaldehid dengan asetofenon yang menghasilkan senyawa kalkone, selanjutnya diikuti oleh reaksi epoksidasi asimetris dengan (+)-dietil tartrat (DET) yang menghasilkan senyawa keton epoksi kiral dalam dua sistem reaksi.

Logam nikel merupakan unsur paling banyak ke-22 pada kerak bumi. Pada umumnya memiliki dua tipe bijih yang penting yaitu laterit dan sulfida. Laterit merupakan bijih nikel dalam bentuk oksida

atau silika. Oksida nikel dapat direduksi dengan H_2 untuk menjadi bentuk logam pada temperatur $600\text{ }^\circ\text{C}$ [25]. Logam Ni memiliki aktivitas yang tinggi dalam hidrogenasi senyawa aromatik. Oleh karena itu logam Ni banyak digunakan sebagai katalis hidrogenasi dalam berbagai reaksi diantaranya reaksi hidrogenasi furfural menjadi furfural alkohol dengan menggunakan pendukung katalis $MgAlO$, reaksi hidrogenasi nitril menjadi amina dan aseton menjadi metil isobutil keton dengan menggunakan pendukung katalis MgO , dan reaksi hidrogenasi m-dinitrobenzena menjadi m-fenilendiamina [9,26,27].

Peranan nikel pada permukaan katalis adalah mengadsorpsi reaktan yang telah terdifusi pada permukaan katalis, sehingga reaksi berlangsung lebih cepat. Logam nikel merupakan unsur transisi yang memiliki daya adsorpsi yang kuat karena memiliki orbital 3d yang tidak berpasangan sehingga cenderung berikatan dengan atom lain. Mekanisme penggunaan katalis padat adalah dengan mengadsorpsi molekul reaktan pada permukaan logam yang memiliki elektron tak berpasangan di orbital 3d. Logam nikel akan mengadsorpsi reaktan yang akan mendonorkan elektronnya, selanjutnya memecah ikatan kimia dalam reaktan sehingga terbentuk intermediet reaktan-katalis. Intermediet tersebut akan berikatan dengan reaktan lain terlepas dari katalis menjadi produk. Akan tetapi fasa aktif katalis nikel tidak memiliki permukaan yang luas sehingga dalam bentuk butiran besar tidak seluruh pusat aktifnya dapat mengadakan kontak dengan reaktan. Oleh karena itu katalis nikel perlu disebarakan pada permukaan padatan penyangga yang memiliki luas permukaan yang besar [23].

2.6 Difraksi Sinar-X (DSX)

Salah satu metode dalam mengkarakterisasi struktur padatan kristalin adalah dengan menggunakan DSX. Teknik ini dapat digunakan untuk analisis parameter kisi kristal tunggal, sifat struktur, tekstur dan bahan polikristalin. Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV - 1 MeV dengan panjang gelombang antara $0,5$ - $2,5\text{ \AA}$. Metode DSX berdasarkan pada difraksi sinar-X yang terjadi ketika sinar-X ditembakkan pada padatan kristalin. Kemudian detektor mendeteksi

berkas difraksi sinar-X. Difraksi sinar-X memenuhi hukum Bragg [28]:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.1)$$

dengan ;
n : orde difraksi (1,2,3,...)
λ : panjang sinar X
d : jarak kisi
θ : sudut difraksi

Setiap padatan kristalin memiliki kisi kristal dan unit parameter yang berbeda sehingga pola difraksi setiap padatan sangat khas. Metode DSX menghasilkan difraktogram berupa data analog atau digital. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak difraksi sepanjang nilai 2θ . Besarnya intensitas puncak bergantung pada jumlah atom atau ion serta distribusinya di dalam material tersebut [28].

Penelitian Chen (2010), melakukan karakterisasi katalis Ni/MgO menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) (*X'PERT diffractometer*, radiasi CuK α). Hasil analisis DSX didapatkan puncak difraksi MgO pada 2θ 37,0°; 43,1° dan 62,5° dan puncak 2θ logam nikel berada pada 44,5° [27]. Ukuran kristal Ni akan meningkat dengan meningkatnya temperatur prekalsinasi akan tetapi luas permukaan dan dispersi logamnya menurun. Nilai 2θ untuk puncak difraksi Ni sesuai JCPDS no. 04-0850 adalah 44,51°; 51,84° dan 76,37° [29].

2.7 Fluorosensi Sinar-X

Teknik analisis fluoresensi sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi yang banyak digunakan karena metode ini sangat cepat, seksama, dan dapat digunakan untuk cuplikan berbentuk cair, lumpur maupun padatan [30]. Metode ini didasarkan pada intensitas dari sinar-X yang dipancarkan setiap unsur. Sinar-X dari sumber pengekstisasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi yang akan menghasilkan sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan akan terbaca oleh detektor sinar-X [31].

Pada analisis ini diperlukan adanya standar sehingga termasuk dalam metode komparatif. Analisis fluoresensi sinar-X tidak dapat mendeteksi unsur-unsur dengan nomor atom yang rendah. Metode ini akan mendeteksi macam-macam unsur dan konsentrasi unsur yang

terdapat dalam sampel didasarkan pada besar tenaga sinar-X yang dipancarkan [32].

2.8 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi adalah suatu metode pemisahan fisik dengan mendistribusikan komponen-komponennya di antara dua fase. Salah satu fase merupakan fase diam dengan permukaan yang luas (adsorben) dan fase lain adalah fase gerak berupa fluida yang mengalir di permukaan fase diam (eluen). Kromatografi lapis tipis merupakan metode pemisahan komponen kimia berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi. Pemisahan komponen didasarkan pada perbedaan tingkat kepolaran. Setiap komponen akan bergerak naik mengikuti fase gerak akibat adanya daya serap adsorben dengan kecepatan yang berbeda sesuai tingkat kepolarannya [33].

2.9 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada penyerapan energi cahaya oleh suatu molekul pada panjang gelombang antara 200-800 nm. Prinsip spektrofotometer UV-Vis ini adalah sinar tampak atau ultraviolet yang ditembakkan pada suatu molekul akan diserap dan menyebabkan eksitasi elektron dalam orbital molekul tersebut. Eksitasi elektron terjadi dari tingkat energi dasar (*ground state*) ke tingkat energi yang lebih tinggi (*excited state*). Energi sinar yang diteruskan akan tertangkap oleh detektor dan diubah menjadi nilai absorbansi [34].

Gugus kromofor adalah gugus fungsi yang dapat menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah panjang gelombang ultraviolet dan sinar tampak. Contoh gugus kromofor adalah ikatan rangkap $C=C$, $C=C-C=C$, $C=O$, $N=N$, dan cincin aromatik [34].

2.10 Spektrofotometri FT-IR (*Fourier Transform-Infrared Spectroscopy*)

Karakterisasi menggunakan spektrofotometri FT-IR memiliki fungsi antara lain untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui dengan menentukan gugus fungsi yang ada dalam senyawa yang diidentifikasi. Spektrofotometri FT-IR didasarkan pada interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yaitu menggunakan tembakan sinar inframerah pada suatu senyawa yang akan

menghasilkan suatu vibrasi molekul. Metode analisa ini merupakan pengujian kualitatif dan kuantitatif untuk sebuah sampel yang bersifat non-destruktif atau tidak merusak sampel. Ukuran puncak (*peak*) data spektrofotometri FT-IR menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat di dalam sampel. Beberapa daerah serapan gugus fungsi disajikan pada **Tabel 2.2** [17].

Tabel 2.2 Daerah serapan infra merah beberapa gugus fungsi

Gugus fungsi	Daerah frekuensi (cm ⁻¹)	Jenis vibrasi
C=O (aldehid)	1685-1666 1725-2810	C=O <i>stretch</i> terkonjugasi
C-H (aldehid)	2830-2810 dan 2740-2720	C=O <i>stretch</i> <i>Fermi doublet</i>
C-O (eter)	1250-1710	C-O-C <i>stretch</i> eter siklis
-CH=CH-	1665-1620	C=C <i>stretch</i>
C-H (aromatik)	3100-3000	CH <i>stretch</i>
C-C (aromatik)	1400, 1500, 1600	C-C <i>stretch</i> pada cincin
C=O (keton)	1725-1705 1705-1665	C=O <i>stretch</i> alifatik C=O <i>stretch</i> terkonjugasi
OH (sekunder)	3630-3620 1120-1080	O-H <i>stretch</i> C-OH <i>stretch</i>
C-H (alkana)	2970-2830	CH <i>stretch</i> dalam C sp ³
C-H (alkena)	3090-3070	CH <i>stretch</i> dalam C sp ²

2.11 Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Kromatografi Gas (KG) merupakan jenis kromatografi yang umum digunakan untuk memisahkan dan menganalisis senyawa yang dapat menguap tanpa terdekomposisi. Penggunaan KG dapat mencakup penentuan kemurnian zat tertentu atau memisahkan berbagai komponen dari campuran serta membantu identifikasi suatu

senyawa. KG biasanya digabungkan dengan pendeteksi Spektrometer Massa (SM) sehingga dapat diketahui massa dari molekul yang terdeteksi. Pada KG-SM aliran dari kolom terhubung secara langsung pada ruang ionisasi spektrometer massa. Dalam ruang ionisasi maka semua molekul akan terionisasi termasuk gas pembawa, kemudian ion terpisahkan berdasarkan massa dan rasio muatannya (m/z). Setelah itu setiap solut akan mengalami fragmentasi yang khas, sehingga muncul spektra massa [17].

2.12 Hipotesis

Berdasarkan uraian di atas, hipotesis yang dapat diambil adalah katalis Ni/MgO berpotensi sebagai katalis bifungsi untuk reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dan aseton. Impregnasi Ni terhadap MgO diharapkan dapat meningkatkan aktivitas katalis dalam pembentukan produk hidrogenasi.



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya. Pelaksanaan penelitian selama empat bulan dimulai dari bulan September hingga Desember 2014. Analisis kristalinitas katalis dengan DSX dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Fakultas Teknologi Industri Insitut Teknologi Sepuluh November Surabaya. Analisis kadar unsur katalis dengan Fluorosensi Sinar-X dilakukan di Laboratorium Sentral Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang. Analisis hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dengan Spektrofotometer UV-Vis dan FT-IR dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Universitas Brawijaya Malang. Analisis hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dengan KG-SM dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Fakultas MIPA Universitas Gajahmada Yogyakarta.

3.2 Bahan Penelitian

Beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya furfural standart ($C_5H_4O_2$) SIGMA-ALDRICH, magnesium oksida (MgO) teknis, nikel(II) nitrat heksahidrat ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) MERCK, metanol (CH_3OH) MERCK, $-Al_2O_3$ MERCK, aquades (H_2O), isopropanol p.a. MERCK, gas nitrogen standart (N_2), gas hydrogen UHP (H_2), aseton p.a. (C_3H_6O) MERCK, aqua demineralisasi (H_2O) HYDROBAT, natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4) MERCK, diklorometana (CH_2Cl_2), n-hexana (C_6H_{14}) teknis, etil asetat ($C_4H_8O_2$) teknis.

3.3 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Autoclave Oil Batch Reactor* modifikasi, pengaduk magnet, *rotary evaporator* IKA, oven memmert, corong pisah 250 mL, seperangkat alat kromatografi lapis tipis (KLT), labu evaporasi 250 mL, labu ukur 100 mL, gelas kimia 250 mL, corong gelas, kertas saring, spatula, pipet tetes, pipet ukur 10 mL, bola hisap, *micropipette*, jarum injeksi One Med 10 mL dan tanur modifikasi.

3.4 Instrumentasi

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitik *Ohaus Precision Advanced*, *X-Ray Diffraction* (XRD) *XPert MPD Analytical*, *X-Ray Fluorescence* (XRF) *PANalytical minipal 4*, Spektrofotometer UV-Vis *double beam Shimadzu 1600 series*, Spektrofotometer FT-IR *Shimadzu 8400S*, dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* (GC-MS) *Shimadzu QP2010S*.

3.5 Tahapan Penelitian

Tahapan pelaksanaan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ dan Ni/MgO.
2. Karakterisasi katalis menggunakan Difraksi Sinar-X (DSX) dan Fluorosensi Sinar-X.
3. Uji aktivitas katalis terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton.
4. Identifikasi produk reaksi kondensasi-hidrogenasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Spektrofotometer UV-Vis, Spektrofotometer FT-IR dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).
5. Analisis data.

3.6 Prosedur Kerja

3.6.1 Preparasi Katalis

a. Katalis MgO- Al_2O_3

Katalis MgO/ $-Al_2O_3$ dibuat menggunakan metode impregnasi basah. Sebanyak 13 gram $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dilarutkan kedalam dalam 35 mL metanol, kemudian dimasukkan 8 gram $-Al_2O_3$ dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada temperatur ruang (27 °C) selama 24 jam. Selanjutnya padatan katalis diperoleh dengan evaporasi metanol menggunakan *rotary evaporator*. Padatan yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada temperatur 50 °C hingga massa padatan konstan. Padatan yang diperoleh dikalsinasi pada temperatur 550 °C selama 4 jam.

b. Katalis Ni/MgO- Al_2O_3

Katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ dibuat dengan melakukan impregnasi $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ke dalam MgO/ $-Al_2O_3$. $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ sebanyak

11,77 gram dilarutkan dalam metanol hingga 35 mL, kemudian ditambah dengan 9 gram katalis MgO/ -Al₂O₃ dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada temperatur ruang (27 °C) selama 24 jam. Setelah pengadukan selesai, metanol pada larutan Ni/MgO/ -Al₂O₃ diuapkan dengan *rotary evaporator*. Padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada temperatur dibawah 50 °C hingga massa padatan konstan, kemudian dikalsinasi dengan aliran gas N₂ (25 mL/menit) pada temperatur 550 °C selama 4 jam dan direduksi dengan aliran gas H₂ (20 mL/menit) pada temperatur 550 °C selama 2 jam.

c. Katalis Ni/MgO

Katalis Ni/MgO dibuat dengan melakukan impregnasi Ni(NO₃)₂.6H₂O ke dalam MgO. Ni(NO₃)₂.6H₂O sebanyak 12,38 gram dilarutkan dalam metanol hingga 35 mL, kemudian ditambah dengan 8,3 gram MgO dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada temperatur ruang (27 °C) selama 24 jam. Setelah pengadukan selesai, metanol pada larutan Ni/MgO diuapkan dengan *rotary evaporator*. Padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada temperatur 50 °C hingga massa padatan konstan, kemudian dikalsinasi dengan aliran gas N₂ pada temperatur 500 °C selama 4 jam dan direduksi dengan aliran gas H₂ pada temperatur 550 °C selama 2 jam.

3.6.2 Karakterisasi Katalis

a. Difraksi Sinar-X (DSX)

Katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ -Al₂O₃ yang terbentuk kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan analisis DSX. Analisis DSX dilakukan dengan metode serbuk. Sebelum dianalisis 0,2 gram sampel dihaluskan kemudian dianalisis dengan DSX PanAnalytical X'pert MPD. Berikut spesifikasi alat yang digunakan :

Radiasi : Cu-K 1/2 ($\lambda_1 = 1,54060 \text{ \AA}$, $\lambda_2 = 1,54443 \text{ \AA}$)

Jarak kisaran sudut difraksi : 0° – 90°

Tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. Sampel yang akan dianalisis diletakkan pada titik fokus hamburan sinar-X, selanjutnya ditembak dengan sinar-X pada panjang gelombang tertentu sehingga diperoleh data intensitas dan sudut difraksi (2θ) dari katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ -Al₂O₃.

b. Fluorosensi Sinar-X

Analisis fluorosensi sinar-X dilakukan dengan metode serbuk. Sebelum dianalisis 1 gram sampel dihaluskan kemudian dianalisis dengan XRF PANalytical minipal 4. Sampel yang akan dianalisis diletakkan pada *sample holder*, selanjutnya ditembak dengan sinar-X sehingga diperoleh data kadar unsur logam dari katalis Ni/MgO.

3.6.3 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dengan Aseton

a. Reaksi Kondensasi

Reaksi kondensasi furfural dengan aseton dilakukan dalam sebuah *autoclave stainless steel* 100 ml dengan sistem *oil batch* yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dan pengontrol temperatur. Sebelum reaksi, sejumlah 0,2 gram katalis diaktivasi dengan dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dilakukan pemanasan selama 60 menit pada temperatur 150 °C dengan diberi gas N₂ hingga tekanan 20 psi. Rasio mol furfural dengan aseton yang digunakan adalah sebesar 1:9. Selanjutnya furfural sebanyak 1,16 gram (0,012 mol; 1 mL) dan aseton sebanyak 6,272 gram (0,108 mol; 8 mL) dimasukkan ke dalam reaktor serta diberi gas N₂ dengan tekanan hingga 40 psi.

Reaksi kondensasi dilakukan pada temperatur 100 °C selama 8 jam. Setelah reaksi kondensasi selesai, produk kondensasi dikeluarkan dan disaring untuk memisahkan katalis. Sisa Aseton selanjutnya diuapkan dengan *rotary evaporator* pada temperatur 56 °C. Reaksi kondensasi juga dilakukan menggunakan pelarut air demineralisasi dan isopropanol. Reaksi kondensasi dengan pelarut air dan isopropanol menggunakan rasio mol furfural dan aseton sebesar 1:1. Produk yang didapatkan diuji kualitatif dengan KLT dan dianalisis lebih lanjut menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan Spektrofotometer FT-IR.

b. Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap

Reaksi kondensasi-hidrogenasi dua tahap dilakukan dengan prosedur kondensasi yang sama, akan tetapi digunakan air demineralisasi sebagai pelarut. Rasio mol furfural dengan aseton yang digunakan adalah sebesar 1:1. Furfural yang digunakan sebanyak 1,16 gram (0,012 mol; 1 mL), aseton sebanyak 0,702 gram (0,012 mol; 0,9 mL) serta 10 mL pelarut air demineralisasi.

Setelah reaksi kondensasi selesai, produk kondensasi dikeluarkan dan disaring untuk memisahkan katalis. Kemudian produk diekstrak menggunakan diklorometana (DCM). Pelarut DCM selanjutnya diuapkan dengan *rotary evaporator* pada temperatur 43 °C kemudian dilanjutkan dengan reaksi hidrogenasi. Produk kondensasi dimasukkan kembali dalam *autoclave*. Sebelumnya sejumlah 0,2 gram katalis diaktivasi pada temperatur 120 °C dan diberi gas H₂ bertekanan 30 psi selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 5 mL isopropanol sebagai pelarut. Selanjutnya dimasukkan gas H₂ hingga tekanan 58 psi dan dilakukan pemanasan selama 7 jam dengan temperatur 120 °C. Hasil reaksi difiltrasi untuk memisahkan katalis dengan produk. Selanjutnya filtrat diuapkan dengan *rotary evaporator* untuk menguapkan isopropanol [9]. Produk yang didapatkan diuji kualitatif dengan KLT dan dianalisis lebih lanjut menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan Spektrofotometer FT-IR.

c. Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap

Reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap antara furfural dengan aseton dilakukan prosedur yang sama. Hanya saja pada reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap tidak dilakukan penyaringan serta pemisahan katalis setelah reaksi kondensasi. Reaksi satu tahap dilakukan dengan mengganti gas N₂ setelah reaksi kondensasi dengan gas H₂ untuk reaksi hidrogenasi. Setelah reaksi hidrogenasi, produk dikeluarkan dan disaring untuk memisahkan katalis. Kemudian produk diekstrak menggunakan DCM. Pelarut DCM selanjutnya diuapkan dengan *rotary evaporator* pada temperatur 43 °C. Reaksi hidrogenasi dilakukan pada temperatur 120, 150 dan 180 °C selama 7 jam. Produk yang didapatkan diuji kualitatif dengan KLT dan dianalisis lebih lanjut menggunakan spektrofotometer UV-Vis, Spektrofotometer FT-IR dan KG-SM.

3.6.4 Identifikasi Produk Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi

a. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Uji KLT dilakukan dengan mengencerkan hasil reaksi kondensasi dan hidrogenasi menggunakan DCM. Kemudian hasil reaksi ditotolkan pada plat silika dan dimasukkan dalam ruang pengembang. Selanjutnya dielusi dengan pelarut n-heksana:etil asetat

(9:1) hingga mencapai tanda batas. Spot noda yang terbentuk diamati dibawah sinar UV.

b. Spektrofotometer UV-Vis

Analisis dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan melakukan *baseline* terlebih dahulu menggunakan pelarut isopropanol pada panjang gelombang 200-600 nm. Sampel diencerkan dengan menggunakan pelarut metanol. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi dan panjang gelombang maksimal pada tiap sampel dengan range panjang gelombang 200-600 nm. Panjang gelombang maksimum dari sampel ditentukan dari absorbansi yang memiliki nilai di atas 0,2. Spesifikasi spektrofotometer UV-Visible yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tipe alat : UV-1600 series
panjang gelombang sinar : 340,8 nm

c. Spektrofotometer FT-IR

Analisis dengan spektrofotometer FT-IR dilakukan dengan cara meneteskan sampel pada NaCl *window* yang berada di dalam *sample holder*. Selanjutnya sampel ditutup dengan NaCl *window* lain dan dieratkan dalam *sample holder*. Sampel ini diletakkan pada pemegang *sample holder* dalam ruang sampel spektrofotometer FT-IR. Sampel diidentifikasi dengan tembakan infra merah sehingga dihasilkan kromatogram yang menunjukkan puncak dengan intensitas tertentu pada bilangan gelombang antara 4000-400 cm^{-1} . Spesifikasi spektrofotometer infra merah yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tipe alat : Shimadzu 8400S
Interferometer : Tipe Michelson
Sistem optik : Sinar tunggal
Sumber inframerah : Keramik globular
Medium sampel : NaCl *window*

d. Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Analisis produk dengan KG-SM akan menghasilkan data berupa Total Ion Chromatogram (TIC) yang terdiri dari kromatogram dan spektrum massa. Analisis ini dilakukan dengan menginjeksikan 0,05 μL sampel menggunakan *syringe* pada instrumen GC-MS Shimadzu

QP2010S kemudian diulangi untuk larutan sampel yang lain. Analisis dilakukan dengan mengamati pola fragmentasi yang didapatkan. Spesifikasi instrumen KG-SM yang digunakan:

Jenis kolom	: AGILENT HP 5MS
Panjang kolom	: 30 meter
Temperatur kolom	: 70 °C
Temperatur injektor	: 300°C
Kecepatan aliran gas	: 3 mL/menit
Gas pembawa	: gas He
Tekanan	: 13 kPa

3.6.5 Analisis data

Karakterisasi katalis menggunakan DSX dan spektrofotometer fluoresensi sinar-x. Dari uji DSX dihasilkan grafik difraktogram yang berupa grafik hubungan antara sudut difraksi 2 (*diffraction angle*) terhadap intensitas. Nilai 2 puncak-puncak yang muncul dibandingkan dengan nilai 2 pada data standart JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standards*) untuk dapat mengetahui komposisi fasa pada katalis. Analisis menggunakan fluoresensi sinar-x akan diketahui kadar unsur yang ada di dalam katalis.

Uji kualitatif hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dilakukan menggunakan kromatografi lapis tipis. Uji KLT bertujuan untuk mengetahui nilai R_f serta profil noda di bawah sinar UV. Dari analisis KLT dapat diketahui jumlah komponen senyawa dalam hasil reaksi. Karakterisasi produk kondensasi dan hidrogenasi antara furfural dan aseton dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FT-IR dan KG-SM. Analisis dengan spektrofotometer UV-Vis bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dan absorbansi setiap senyawa. Analisis dengan spektrofotometer FT-IR untuk memberikan gugus fungsi yang terdapat dalam produk.

Analisis selanjutnya dengan KG-SM akan didapatkan data berupa kromatogram dan spektra massa yang menunjukkan pola fragmentasi molekul. Kromatogram tersebut berisi puncak-puncak area pada rentang waktu tertentu. Dari analisis SM didapatkan spektra massa berupa grafik hubungan antara m/z dan % *base peak*.

Nilai m/z menunjukkan massa ion molekul dan tingginya % *base peak* menunjukkan kestabilan dari ion molekul yang terfragmentasi.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



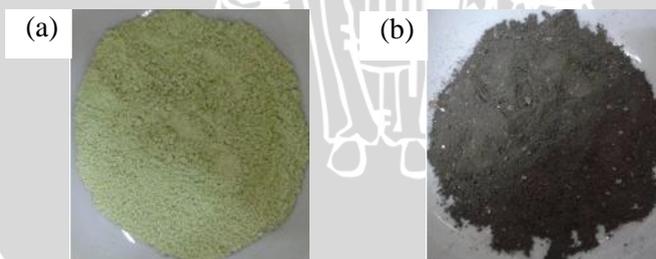
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Katalis

Dalam penelitian ini disiapkan dua jenis katalis yaitu Ni/MgO dan Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ sebagai katalis pembanding pada reaksi kondensasi-hidrogenasi. Pembuatan kedua katalis tersebut dilakukan dengan metode impregnasi basah menggunakan pelarut metanol.

Pembuatan katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ dilakukan dalam dua tahap yaitu impregnasi MgO kedalam $-Al_2O_3$, dilanjutkan dengan impregnasi logam Ni. Melalui proses kalsinasi didapatkan katalis NiO/MgO/ $-Al_2O_3$. Kalsinasi bertujuan membuka pori-pori dari pengemban sehingga oksida logam dapat masuk dan mengalami oksidasi. Tahap reduksi dilakukan dengan aliran gas H_2 yang bertujuan untuk mengubah nikel oksida (NiO) menjadi Ni/MgO/ $-Al_2O_3$. Reaksi kalsinasi dan reduksi katalis dapat dilihat pada **Lampiran C**.

Katalis Ni/MgO dibuat dengan melarutkan garam $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dalam metanol kemudian diimpregnasikan ke dalam magnesium oksida (MgO). Kalsinasi dilakukan untuk mengoksidasi garam Ni menjadi NiO membentuk katalis NiO/MgO dan direduksi membentuk katalis Ni/MgO. Setelah kalsinasi dan reduksi, padatan katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ berubah warna dari hijau menjadi abu-abu. Hal ini dapat menunjukkan bahwa garam nikel nitrat telah terdekomposisi menjadi logam nikel yang berwarna hitam. Perubahan warna katalis ditunjukkan pada **Gambar 4.1**.



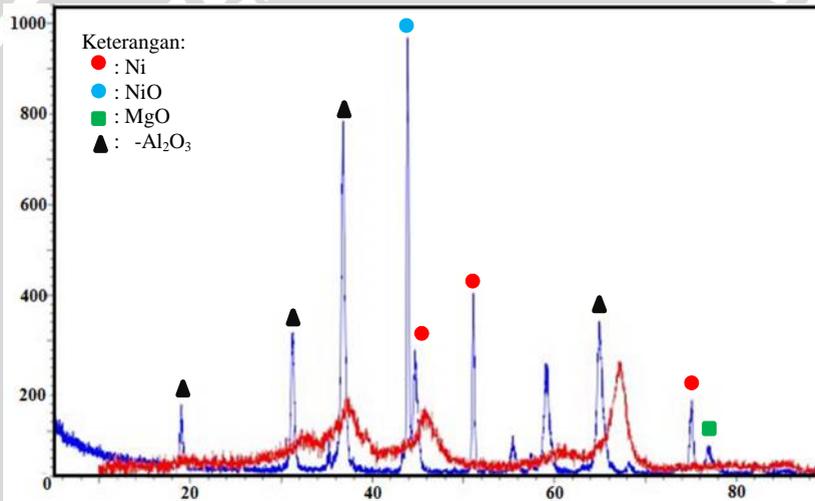
Gambar 4.1 Katalis Ni/MgO (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah reduksi

4.2 Karakterisasi Katalis

4.2.1 Difraksi Sinar-X

a. Katalis Ni/MgO/ γ - Al_2O_3

Karakterisasi dengan DSX digunakan untuk menentukan sifat kristal dan komposisi fasa katalis. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD PanAnalytical X'pert MPD dengan radiasi Cu-K α ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$) dan jarak kisaran sudut difraksi: $0 - 90^\circ$. Grafik difraktogram Ni/MgO/ γ - Al_2O_3 dan γ - Al_2O_3 hubungan antara sudut difraksi 2θ terhadap intensitas ditunjukkan pada **Gambar 4.2** dan nilainya ditabulasikan pada **Tabel 4.1**.



Gambar 4.2 Difraktogram Ni/MgO/ γ - Al_2O_3 (biru) dan γ - Al_2O_3 (merah)

Berdasarkan hasil DSX katalis Ni/MgO/ γ - Al_2O_3 dapat diidentifikasi adanya puncak 2 Ni pada $44,7^\circ$, $51,12^\circ$, dan $75,11^\circ$. Nilai 2θ tersebut sesuai dengan nilai standar JCPDC yaitu $44,5^\circ$, 52° , dan $76,37^\circ$ [35]. Adanya puncak 2 NiO juga teridentifikasi pada $43,91^\circ$ sesuai dengan JCPDC. Dari hasil identifikasi tersebut dapat diketahui bahwa garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ telah teroksidasi menjadi oksidanya yaitu NiO melalui proses kalsinasi. Pada proses reduksi, tidak semua NiO tereduksi menjadi logam Ni sehingga masih terdeteksi puncak NiO dalam katalis pada nilai 2θ 43° . Sementara itu, puncak 2 MgO

hanya muncul pada $74,8^\circ$ dengan intensitas yang kecil. Hal ini menandakan bahwa MgO tidak terimpregnasi secara sempurna dalam permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Garam prekursor $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ diindikasikan belum teroksidasi secara sempurna saat proses kalsinasi. Sehingga belum terbentuk Mg^{2+} yang mengakibatkan hanya muncul puncak 2θ MgO dengan intensitas kecil.

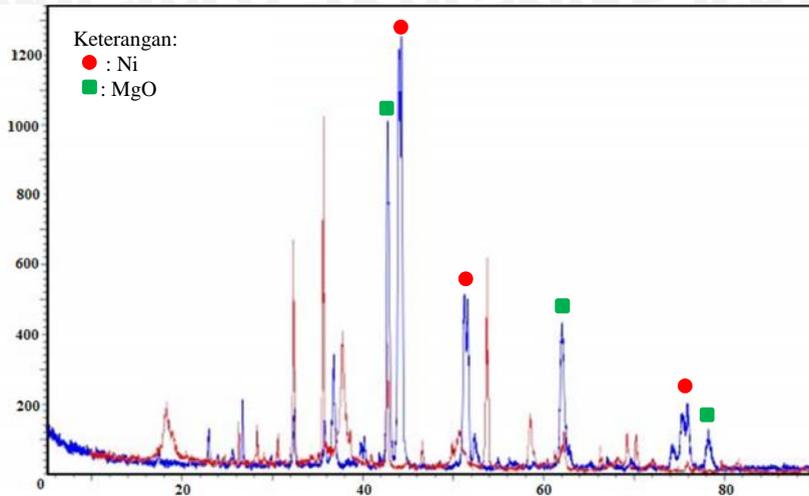
Tabel 4.1 Nilai sudut difraksi 2θ Ni/MgO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Spesi	Nilai 2θ ($^\circ$)	
	Penelitian	Literatur
Ni	44,7 ; 51,12 ; 75,11	44,5 ; 52 ; 76,37 [35]
NiO	43,91	43 ; 63 [36]
MgO	74,8	43 ; 62 ; 74; 78 [37] 29 ; 39 ; 43 ; 67 [38]
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	19,02; 31,27 ; 36,77 64,97	19,2 ; 31,3; 37,5 ; 45,4 ; 66,0 [38]

b. Katalis Ni/MgO

Karakterisasi katalis Ni/MgO dilakukan dengan menggunakan XRD PanAnalytical X'pert MPD dengan radiasi Cu-K α ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) dan jarak kisaran sudut difraksi: $0-90^\circ$. Grafik difraktogram Ni/MgO dan MgO hubungan antara sudut difraksi 2θ terhadap intensitas ditunjukkan pada **Gambar 4.3** dan nilai sudut difraksi pada **Tabel 4.2**.

Difraktogram pada **Gambar 4.3** menunjukkan difraktogram katalis Ni/MgO dibandingkan dengan difraktogram MgO. Nilai 2θ $42,74^\circ$ dan $62,01^\circ$ dari difraktogram katalis Ni/MgO sama dengan MgO tetapi memiliki intensitas yang lebih tinggi. Munculnya puncak baru pada 2θ $44,27^\circ$; $51,59^\circ$ dan $75,89^\circ$ menunjukkan bahwa logam Ni telah terimpregnasi ke dalam permukaan MgO. Nilai 2θ pada 43° dan 63° tidak ditemukan, hal ini menunjukkan nikel telah tereduksi menjadi logam Ni [36].



Gambar 4.3 Difraktogram Ni/MgO (biru) dan MgO (merah)

Tabel 4.2 Nilai sudut difraksi 2 θ Ni/MgO dan γ -Al₂O₃

Katalis	Nilai 2 θ (°)	
	Penelitian	Literatur
Ni	44,27; 51,59 ; 75,89	44,5 ; 52 ; 76,37 [35]
MgO	42,74; 62,01 ; 78,18	43 ; 62 ; 74; 78 [37] 29 ; 39 ; 43 ; 67 [38]

Berdasarkan karakterisasi dengan DSX, hasil impregnasi katalis Ni/MgO lebih baik dibandingkan katalis Ni/MgO/ γ -Al₂O₃. Difraktogram katalis Ni/MgO/ γ -Al₂O₃ menunjukkan bahwa NiO tidak terdekomposisi sempurna menjadi logam Ni dan MgO tidak terimpregnasi sempurna dalam pengembangan γ -Al₂O₃. Berdasarkan hal tersebut, katalis Ni/MgO lebih berpotensi memiliki aktivitas yang baik dalam reaksi kondensasi dan hidrogenasi furfural dengan aseton. Oleh karena itu dilakukan karakterisasi selanjutnya menggunakan fluorosensi sinar-X untuk mengetahui karakter lain dari katalis Ni/MgO.

4.2.2 Fluorosensi Sinar-X

Karakterisasi dengan fluorosensi sinar-X digunakan untuk mengetahui kadar unsur dalam katalis. Katalis Ni/MgO

dikarakterisasi menggunakan XRF PANalytical minipal 4. Hasil karakterisasi menunjukkan kadar unsur dalam katalis Ni/MgO yang disajikan pada **Tabel 4.3**.

Tabel 4.3 Karakterisasi komposisi unsur katalis Ni/MgO menggunakan XRF PANalytical minipal 4

No.	Unsur	Kadar (%)
1.	Ni	53,3
2.	Mg	6,6
3.	Fe	34,2
4.	Si	2,3
5.	Ca	1,15

Berdasarkan **Tabel 4.3**, ditunjukkan bahwa kadar Ni yang teridentifikasi di dalam katalis Ni/MgO sebesar 53,3%. Kadar tersebut mengindikasikan banyaknya jumlah Ni dalam katalis Ni/MgO. Hasil ini sesuai dengan data analisis DSX yang mengindikasikan bahwa Ni telah terimpregnasi ke dalam pengemban MgO. Kadar logam Ni yang teridentifikasi lebih besar dibandingkan perhitungan teoritis pembuatan katalis. Dari perhitungan secara teoritis, kadar Ni yang diharapkan adalah sebesar 25%. Hal ini dapat disebabkan karena MgO yang digunakan adalah MgO teknis, sehingga kadar Mg yang teridentifikasi kecil dan berkorelasi dengan meningkatnya kadar Ni dalam katalis.

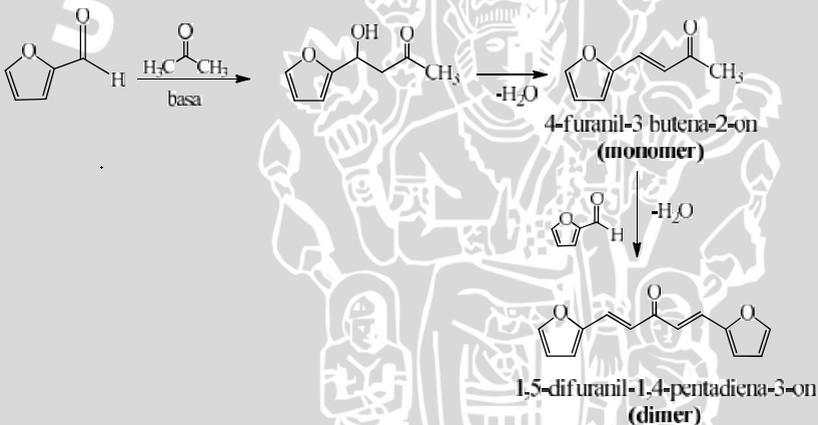
4.3 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dengan Aseton

4.3.1 Reaksi Kondensasi

Uji aktivitas katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ dilakukan terhadap reaksi kondensasi antara furfural dan aseton. Reaksi kondensasi dilakukan dengan menggunakan *autoclave oil batch* modifikasi dalam atmosfer gas N_2 . *Autoclave* yang digunakan disertai dengan pengatur temperatur pemanasan dari luar. Kelebihan dari sistem *autoclave* adalah dapat digunakan pada tekanan dan temperatur yang tinggi.

Reaksi kondensasi antara furfural dan aseton akan membentuk produk monomer C8 (4-furanil-3-butena-2-on) dan

dimer C13 (1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on) yang ditunjukkan pada **Gambar 4.4** [18]. Produk monomer dan dimer yang terbentuk dapat dianalisis menggunakan KLT dan spektrofotometri UV-Vis. Analisis dengan menggunakan KLT akan diperoleh nilai *Retardation factor* (Rf) dari produk kondensasi berbeda dengan Rf furfural sebagai *starting material*. Profil noda dari produk kondensasi juga akan berbeda dengan profil noda dari furfural. Sedangkan dari analisis dengan spektrofotometri UV-Vis dapat diketahui dengan adanya efek batokromik yaitu pergeseran panjang gelombang maksimum ke panjang gelombang yang lebih panjang (*red shift*). Hal ini disebabkan adanya pertambahan ikatan rangkap terkonjugasi pada produk kondensasi. Berdasarkan penelitian Xiao-Ming (2012), λ_{max} senyawa monomer berada pada 320 nm, sedangkan λ_{max} senyawa dimer pada 370 nm [39].



Gambar 4.4 Reaksi kondensasi antara furfural dan aseton

a. Reaksi Kondensasi Tanpa Pelarut (*Solvent Free*)

Reaksi kondensasi furfural dengan aseton menggunakan katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃ dan Ni/MgO dilakukan tanpa adanya pelarut (*Solvent Free*). Perbandingan mol furfural:aseton yang digunakan adalah 1:9. Perbandingan mol reaksi berdasarkan penelitian Xu (2010). Hasil karakterisasi KLT (eluen n-heksana:etilasetat 9:1) dan spektrofotometri UV-Vis hasil reaksi kondensasi ditunjukkan pada **Tabel 4.4**. Hasil reaksi kondensasi tanpa pelarut yang diperoleh berwarna kuning kecoklatan. Hasil analisis KLT menunjukkan nilai

Rf noda dari hasil reaksi kondensasi sama dengan nilai Rf furfural yaitu 0,275. Profil noda KLT hasil reaksi kondensasi dengan furfural di bawah sinar UV juga tidak berbeda. Profil noda KLT dapat dilihat pada **Lampiran D**.

Tabel 4.4 Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi tanpa pelarut

Kode sampel	Katalis	Waktu reaksi (jam)	Massa (gram)	% Rendemen (b/b)	Rf	λ_{max} (nm)	A
FS*	-	-	-	-	0,275	271,5	0,697
A1	Ni/MgO/ - Al ₂ O ₃	5	0,96	82,75	0,275	271,5	0,426
A2	Ni/MgO/ - Al ₂ O ₃	8	0,66	56,89	0,275	271,5	0,352
A3	Ni/MgO	5	0,19	16,38	0,35 0,275	271,5	0,329

*Furfural standart

Dari analisis spektrofotometri UV-Vis diperoleh nilai λ_{max} produk kondensasi memiliki nilai yang sama dengan λ_{max} dari furfural. Tidak adanya pergeseran λ_{max} pada hasil reaksi kondensasi mengindikasikan bahwa produk kondensasi belum terbentuk pada reaksi kondensasi tanpa menggunakan pelarut.

b. Reaksi Kondensasi Menggunakan Pelarut Air

Berdasarkan hasil reaksi kondensasi tanpa pelarut, maka dilakukan reaksi kondensasi menggunakan pelarut air. Katalis perbandingan yang digunakan adalah -Al₂O₃. Perbandingan mol furfural:aseton yang digunakan adalah 1:1. Hasil reaksi kondensasi dengan menggunakan pelarut air disajikan pada **Tabel 4.5**.

Berdasarkan data **Tabel 4.5**, hasil analisis UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃ (**B1**) menggunakan pelarut air menunjukkan tidak adanya pergeseran λ_{max} menuju yang lebih panjang dari furfural (271,5 nm). Kondisi serupa didapatkan pada hasil reaksi produk kondensasi menggunakan katalis -Al₂O₃ (**B5**). Hal ini menunjukkan bahwa produk kondensasi tidak terbentuk pada reaksi kondensasi menggunakan katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃ maupun -Al₂O₃ dengan pelarut air. Tidak terbentuknya produk

kondensasi dimungkinkan kurangnya sisi basa pada katalis. Hal ini sesuai dengan penelitian Tsuji (1994) yang menyatakan bahwa MgO/ $-Al_2O_3$ memiliki aktivitas lebih rendah dibandingkan MgO pada reaksi kondensasi yang disebabkan sifat kebasaaan yang rendah dan keasaman yang lebih tinggi dari permukaan alumina [3]. Selain itu, karakterisasi DSX menunjukkan bahwa intensitas puncak MgO yang terdeteksi kecil sehingga ketersediaan sisi basa dalam katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ kurang. Jumlah sisi asam yang berlebih dalam katalis Ni/MgO/ $-Al_2O_3$ dimungkinkan menghambat kerja MgO yang bersifat basa dalam melakukan reaksi kondensasi.

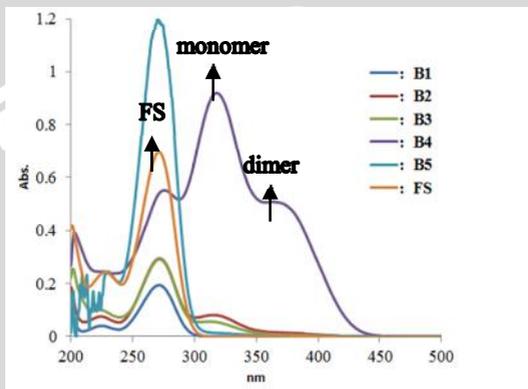
Tabel 4.5 Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut air

Kode sampel	Katalis	Waktu reaksi (jam)	Volume Air (mL)	% Rendemen (b/b)	Rf**	max (nm)	A
FS*	-	-	-	-	0,275	271,5	0,697
B1	Ni/MgO/ $-Al_2O_3$	5	40	17,24	0,35 0,275	271	0,194
B2	Ni/MgO	5	40	27,58	0,35 0,25	271,5 315	0,295 0,081
B3	Ni/MgO	8	40	38,79	0,375 0,3	271,5 312,5	0,291 0,057
B4	Ni/MgO	8	10	36,20	0,625 0,4	275,5 317,5 364,5	0,552 0,919 0,509
B5	$-Al_2O_3$	8	40	56,89	0,35 0,275	270,5	1,203

*Furfural standart ; **Eluen n-heksana:etil asetat 9:1

Pada hasil analisis UV-Vis produk kondensasi katalis Ni/MgO, terdapat pergeseran λ_{max} menuju yang lebih panjang yang mengindikasikan terbentuknya produk kondensasi. Hasil reaksi kondensasi menggunakan katalis Ni/MgO dengan pelarut 40 mL air (**B3**) menghasilkan dua puncak spektra, yaitu pada λ_{max} di 271,5 nm dan 312,5 nm. Nilai absorbansi pada 312,5 nm sangat kecil dibandingkan absorbansi pada 271,5 nm. Sehingga diprediksi bahwa konversi furfural masih sangat kecil pada kondisi reaksi yang dilakukan. Sedangkan pada analisis UV-Vis produk kondensasi menggunakan katalis Ni/MgO dengan pelarut 10 mL air (**B4**)

menghasilkan tiga puncak spektra, yaitu pada λ_{max} di 275,5 nm; 317,5 nm dan 364,5 nm. Nilai absorbansi pada 317,5 nm lebih besar dibandingkan absorbansi pada 275,5 nm, sehingga diprediksi bahwa furfural telah bereaksi menjadi produk kondensasi. Spektra UV-Vis hasil reaksi kondensasi dengan menggunakan pelarut air ditunjukkan pada **Gambar 4.5**.



Gambar 4.5 Spektra UV-Vis hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut air

Hasil reaksi kondensasi dengan katalis Ni/MgO dan pelarut air menghasilkan pergeseran λ_{max} menjadi lebih panjang yaitu pada 317,5 nm dan 364,5 nm. Dengan demikian dapat diprediksi bahwa reaksi **B4** telah menghasilkan produk kondensasi yaitu monomer dan dimer.

c. Reaksi Kondensasi Menggunakan Pelarut Isopropanol

Reaksi kondensasi antara furfural dan aseton juga dilakukan menggunakan pelarut isopropanol dengan katalis Ni/MgO. Perbandingan mol furfural:aseton yang digunakan adalah 1:1 dengan volume isopropanol sebesar 10 mL. Hasil reaksi kondensasi dengan menggunakan pelarut isopropanol disajikan pada **Tabel 4.6**.

Berdasarkan **Tabel 4.6**, reaksi kondensasi menggunakan pelarut isopropanol tidak menunjukkan adanya produk kondensasi. Tidak ada pergeseran λ_{max} menuju yang lebih panjang dari furfural (271,5 nm), sehingga hanya menunjukkan adanya *starting material* pada

hasil reaksi. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi kondensasi furfural dan aseton tidak dapat dilakukan dalam pelarut isopropanol. Berdasarkan penelitian Solhy (2011), reaksi kondensasi dengan pelarut air menghasilkan *yield* terbesar dibandingkan butanol, etanol dan methanol. Efektifitas pelarut dalam reaksi kondensasi dipengaruhi oleh polaritas pelarut tersebut [40]. Isopropanol memiliki momen dipol (1,66) lebih kecil dibandingkan dengan air (1,85) [41], sehingga isopropanol kurang polar dibandingkan dengan air. Hal ini yang menyebabkan kurang aktifnya reaksi dalam isopropanol.

Tabel 4.6 Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi menggunakan pelarut isopropanol

Kode sampel	Katalis	Waktu reaksi (jam)	Massa (gram)	% Rendemen (b/b)	Rf**	max (nm)	A
FS*	-	-	-	-	0,275	271,5	0,697
C1	Ni/MgO	5	0,59	50,86	0,35	271,5	0,201

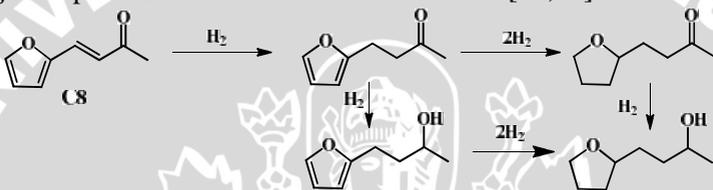
*Furfural standart ; **Eluen n-heksana:etil asetat 9:1

Berdasarkan hasil analisis UV-Vis, produk monomer dan dimer dapat dihasilkan dari reaksi kondensasi menggunakan katalis Ni/MgO dalam pelarut air. Hal ini menunjukkan bahwa katalis Ni/MgO memiliki aktivitas terhadap reaksi kondensasi furfural dan aseton. Kondisi terbaik yang diusulkan untuk reaksi kondensasi sesuai dengan metode pada reaksi **B4**, yaitu menggunakan katalis Ni/MgO dalam 10 mL pelarut air. Adanya air yang bersifat polar dalam sistem reaksi akan mengaktivasi reaksi dan menghasilkan produk kondensasi yang lebih banyak.

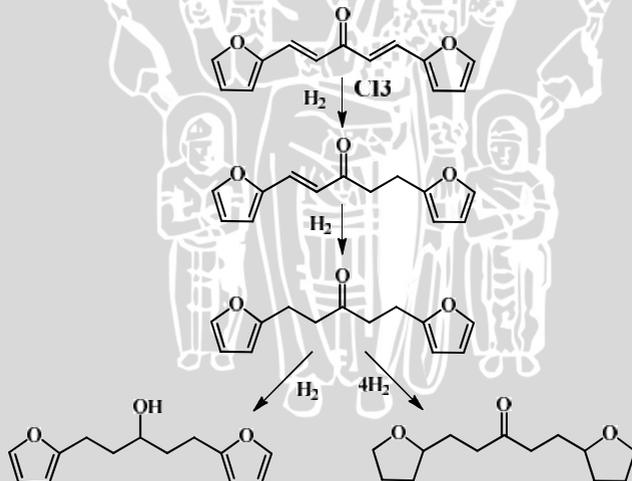
Di sisi lain, air memiliki peran yang penting dalam reaksi kondensasi aldol. Reaksi kondensasi aldol diawali dengan pembentukan ion enolat. Kemudian ion enolat bereaksi dengan molekul aldehid dengan cara mengadisi C=O karbonil membentuk ion alkoksida. Ion alkoksida selanjutnya akan bereaksi dengan proton dari air untuk menghasilkan produk aldol [42]. Oleh karena itu, keberadaan pelarut air dalam reaksi kondensasi dapat menghasilkan produk monomer dan dimer.

4.3.2 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap antara Furfural dengan Aseton Menggunakan Katalis Ni/MgO

Setelah kondensasi, reaksi berikutnya adalah reaksi hidrogenasi dari produk kondensasi furfural dengan aseton. Reaksi hidrogenasi dilakukan menggunakan *autoclave oil batch* modifikasi dalam atmosfer gas H_2 . Reaksi hidrogenasi pada produk kondensasi, monomer (C8) dan dimer (C13), akan menyebabkan bertambahnya jumlah atom hidrogen dalam molekul dengan mengadisi ikatan rangkap C=C atau ikatan C=O. Reaksi hidrogenasi dari produk kondensasi furfural dan aseton diprediksi menghasilkan produk yang disajikan pada **Gambar 4.6**. dan **Gambar 4.7** [20,21]



Gambar 4.6 Reaksi hidrogenasi produk monomer [20]



Gambar 4.7 Reaksi hidrogenasi produk dimer [21]

Reaksi hidrogenasi dilakukan terhadap produk kondensasi furfural dan aseton yang dihasilkan dari reaksi dengan kondisi

optimum sesuai **B4**. Reaksi hidrogenasi menggunakan katalis Ni/MgO dalam 5 mL pelarut isopropanol pada temperatur 120 °C selama 7 jam.

Salah satu tantangan reaksi hidrogenasi adalah dibutuhkannya tekanan hidrogen yang tinggi. Isopropanol diharapkan menjadi sumber hidrogen karena merupakan alkohol sekunder yang memungkinkan adanya transfer hidrogenasi [9]. Oleh karena itu, penggunaan isopropanol sebagai pelarut diharapkan dapat membantu reaksi hidrogenasi. Hasil karakterisasi KLT (eluen n-heksana:etil asetat 9:1) dan spektrofotometri UV-Vis produk hidrogenasi ditunjukkan pada **Tabel 4.7**.

Tabel 4.7 Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi dua tahap dengan katalis Ni/MgO

Kode sampel	Reaksi	Massa (gram)	% Rendemen (b/b)	Rf**	max (nm)	A
FS*	-	-	-	0,275	271,5	0,697
D1	Kondensasi	0,6	51,74	0,475	275,5	0,863
				0,3	318,5	1,432
D2	Hidrogenasi	0,61	52,58	0,5	318,5	1,628
				0,3	368	1,047

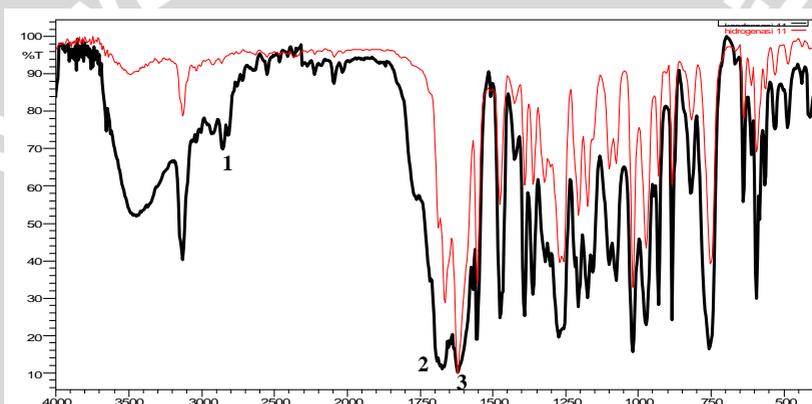
*Furfural standart ; **Eluen n-heksana:etil asetat 9:1

Dari hasil KLT diketahui bahwa hasil reaksi hidrogenasi **D2** memiliki 2 noda dengan Rf yang hampir sama dengan hasil reaksi kondensasi **D1**. Profil noda hasil reaksi hidrogenasi **D2** dan kondensasi **D1** di bawah sinar UV juga tidak berbeda. Profil noda tersebut dapat dilihat pada **Lampiran D**. Hal ini menunjukkan tidak adanya senyawa baru dalam hasil reaksi hidrogenasi atau ada senyawa baru yang memiliki nilai Rf yang sama dengan produk kondensasi.

Berdasarkan analisis UV-Vis, hasil reaksi hidrogenasi **D2** memiliki λ_{max} yang tidak berbeda dengan produk kondensasi **D1**. Pada dasarnya produk hidrogenasi akan mengalami reduksi ikatan rangkap menjadi ikatan tunggal. Hal ini menyebabkan λ_{max} dari produk hidrogenasi akan menurun dan tidak dapat terdeteksi pada panjang gelombang sinar UV. Oleh karena itu, adanya serapan yang

dihasilkan melalui analisis UV-Vis diprediksi hanya merupakan serapan dari produk kondensasi.

Selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometri FT-IR yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada hasil reaksi kondensasi maupun hasil reaksi hidrogenasi. Gugus fungsi produk hidrogenasi akan memiliki gugus fungsi yang berbeda dari produk kondensasi. Spektra IR hasil reaksi kondensasi **D1** (hitam) dan hasil reaksi hidrogenasi **D2** (merah) ditunjukkan pada **Gambar 4.8** dengan interpretasi gugus fungsi pada **Tabel 4.8**.



Gambar 4.8 Spektra IR hasil reaksi kondensasi **D1** (hitam) dengan hasil reaksi hidrogenasi **D2** (merah)

Tabel 4.8 Data gugus fungsi hasil reaksi kondensasi **D1** dan hasil reaksi hidrogenasi **D2**

Puncak	Produk D1	Produk D2
1	Fermi doublet C–H aldehyd (2854,45- 2813,95 cm^{-1})	-
2	C=O (aldehid) ulur terkonjugasi (1670,24 cm^{-1})	C=O (aldehid) ulur terkonjugasi (1685,67 cm^{-1} dan 1664,45 cm^{-1})
3	Gugus – tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm^{-1})	Gugus – tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm^{-1})

Berdasarkan **Tabel 4.8**, serapan yang dihasilkan produk kondensasi **D1** memiliki sedikit perbedaan dengan serapan produk hidrogenasi **D2**. Sesuai analisis UV-Vis, produk kondensasi **D1** memiliki puncak pada panjang gelombang 275,5 nm yang mengindikasikan adanya furfural dalam produk **D1**. Sehingga dalam produk **D1** muncul serapan *fermildoublet* aldehyd ($2854,45\text{-}2813,95\text{ cm}^{-1}$) dan C=O aldehyd terkonjugasi ($1670,24\text{ cm}^{-1}$) yang identik dengan gugus fungsi dari furfural. Produk kondensasi **D1** memiliki puncak serapan pada bilangan gelombang $1620,09\text{ cm}^{-1}$ yang diprediksi sebagai gugus C=O keton terkonjugasi.

Pada spektra IR produk hidrogenasi **D2** dibandingkan dengan produk **D1** tidak ada serapan baru yang signifikan. Pada produk **D2** serapan gugus *fermildoublet* aldehyd menghilang dan intensitas C=O aldehyd terkonjugasi menurun. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi furfural dalam produk **D2** mengalami penurunan akan tetapi produk hidrogenasi diindikasikan belum terbentuk.

4.3.3 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap antara Furfural dengan Aseton Menggunakan Katalis Ni/MgO

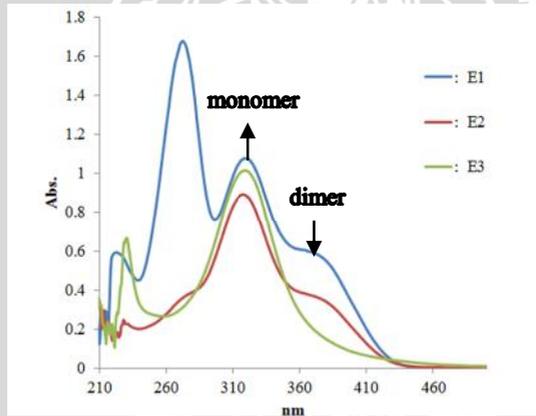
Uji aktivitas katalis Ni/MgO terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap dilakukan dengan menggunakan *autoclave oil batch* modifikasi. Reaksi kondensasi-hidrogenasi dilakukan menggunakan pelarut air demineralisasi sebanyak 10 mL. Pada saat reaksi kondensasi digunakan atmosfer N_2 sedangkan reaksi hidrogenasi menggunakan atmosfer gas H_2 . Reaksi kondensasi dilakukan sesuai kondisi optimum reaksi **B4**. Reaksi hidrogenasi dilakukan pada temperatur 120, 150, 180 C selama 7 jam. Hasil karakterisasi KLT dan spektrofotometri UV-Vis produk kondensasi-hidrogenasi ditunjukkan pada **Tabel 4.9**.

Berdasarkan **Tabel 4.9**, hasil analisis KLT menunjukkan bahwa produk hidrogenasi **E1**, **E2** dan **E3** memiliki noda lebih dari 3, yang mengindikasikan adanya senyawa baru dalam produk hidrogenasi. Adanya nilai R_f yang lebih rendah pada produk hidrogenasi mengindikasikan adanya senyawa yang bersifat lebih polar. Spektra UV-Vis produk kondensasi-hidrogenasi disajikan pada **Gambar 4.9**.

Tabel 4.9 Karakterisasi KLT dan UV-Vis dari hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap dengan katalis Ni/MgO

Kode sampel	Temperatur reaksi (°C)	Massa (gram)	% Rendemen (b/b)	Rf**	max (nm)	A
FS*	-	-	-	0,275	271,5	0,697
E1	120	0,8	68,96	0,45	272	1,679
				0,375		
E2	150	0,65	56,03	0,175	317,5	0,889
				0,1		
E3	180	0,38	32,76	0,475	319,5	1,106
				0,325		
				0,225		
				0,125		
				0,4		
				0,275		
				0,0875		

*Furfural standart ; **Eluen n-heksana:etil asetat 9:1

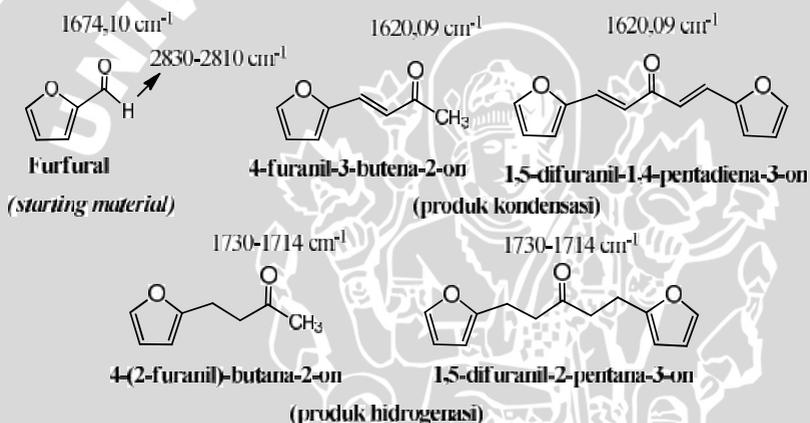


Gambar 4.9 Spektra UV-Vis hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap

Dari data hasil analisis spektrofotometer UV-Vis di atas, dapat dilihat bahwa dengan semakin tinggi temperatur reaksi hidrogenasi, maka intensitas produk dimer semakin menurun. Penurunan intensitas ini mengindikasikan adanya perubahan struktur dari produk dimer. Perubahan struktur tersebut dapat terjadi akibat

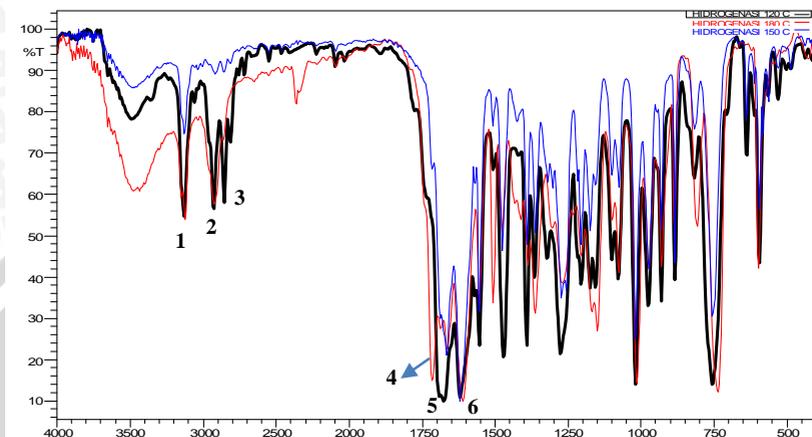
adanya reduksi ikatan rangkap C=C sehingga membuat susunan ikatan rangkap menjadi tidak terkonjugasi. Hal ini yang menyebabkan senyawa tersebut tidak menghasilkan serapan sinar UV.

Selanjutnya dilakukan karakterisasi produk kondensasi-hidrogenasi menggunakan spektrofotometri FT-IR yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada produk akhir hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi. Produk kondensasi-hidrogenasi akan memiliki gugus fungsi yang berbeda dari produk kondensasi. Perbedaan bilangan gelombang dari gugus C=O senyawa furfural, produk kondensasi dan hidrogenasi ditunjukkan pada **Gambar 4.10**.



Gambar 4.10 Bilangan gelombang gugus C=O dari furfural, produk kondensasi dan produk hidrogenasi

Produk hidrogenasi akan memiliki serapan C=O pada 1730-1714 cm^{-1} akibat reduksi ikatan rangkap yang menyebabkan gugus C=O tidak terkonjugasi. Spektra IR produk kondensasi-hidrogenasi **E1** (hitam), **E2** (biru) dan **E3** (merah) ditunjukkan pada **Gambar 4.11** dengan interpretasi gugus fungsi pada **Tabel 4.10**.



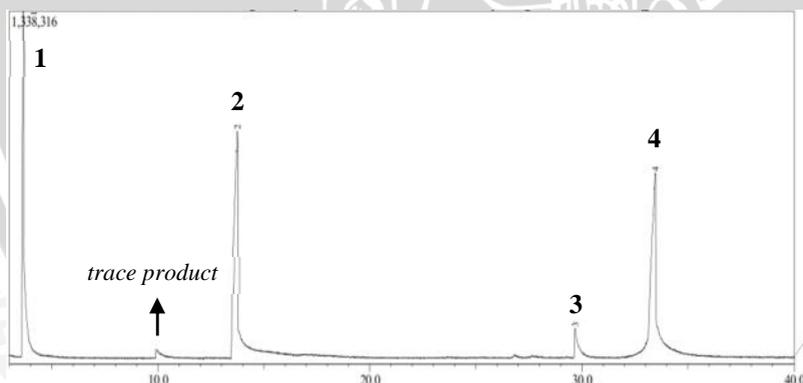
Gambar 4.11 Spektra IR hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi **E1** (hitam), **E2** (biru) dan **E3** (merah)

Tabel 4.10 Data gugus fungsi hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap

Puncak	Produk E1	Produk E2	Produk E3
1	=C–H ulur (3130,25 cm ⁻¹)	=C–H ulur (3126,40 cm ⁻¹)	=C–H ulur (3120,61 cm ⁻¹)
2	-	-	-C-H ulur (2920,03 cm ⁻¹)
3	<i>Fermi doublet</i> C–H aldehid (2925,81-2852,52 cm ⁻¹)	<i>Fermi doublet</i> C–H aldehid (2914,24-2856,38 cm ⁻¹)	-
4	C=O keton ulur (1733,89 cm ⁻¹)	C=O keton ulur (1714,60 cm ⁻¹)	C=O keton ulur (1714,60 cm ⁻¹)
5	C=O (aldehid) ulur terkonjugasi (1676,03 cm ⁻¹)	C=O (aldehid) ulur terkonjugasi (1664,45 cm ⁻¹)	C=O (aldehid) ulur terkonjugasi (1662,52 cm ⁻¹)
6	Gugus – tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm ⁻¹)	Gugus – tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm ⁻¹)	Gugus – tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1610,45 cm ⁻¹)

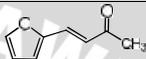
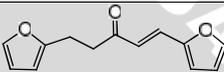
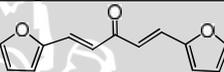
Berdasarkan **Tabel 4.10** di atas, serapan yang dihasilkan produk **E1** dan **E2** memiliki perbedaan dengan serapan produk **E3**, yaitu hilangnya serapan gugus fungsi *fermidoblet* C-H aldehyd serta munculnya serapan pada $2920,03\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus C-H alkana. Selain itu intensitas serapan gugus C=O keton tak terkonjugasi pada bilangan gelombang $1714,60\text{ cm}^{-1}$ meningkat secara signifikan. Serapan gugus fungsi pada produk **E3** mengindikasikan adanya produk hidrogenasi yang terbentuk. Besarnya intensitas gugus C=O keton tak terkonjugasi dan adanya gugus C-H alkan pada produk **E3** menunjukkan bahwa konsentrasi produk hidrogenasi pada **E3** akan lebih besar dibandingkan pada produk **E1** maupun **E2**. Dari analisis tersebut, dapat diprediksi bahwa pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ akan dihasilkan *yield* produk hidrogenasi yang lebih besar.

Karakterisasi KG-SM dilakukan pada produk kondensasi-hidrogenasi dengan temperatur hidrogenasi $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ (**E1**). Dari analisis menggunakan KG-SM diperoleh kromatogram yang menunjukkan komponen-komponen yang terkandung dalam produk serta pola fragmentasi dari setiap komponen tersebut. Pengukuran dengan KG-SM akan diketahui nilai *m/z* yaitu nilai unit massa/muatan yang menunjukkan bobot molekul analit. Hasil karakterisasi KG-SM produk **E1** disajikan pada **Gambar 4.12** dan interpretasinya pada **Tabel 4.11**.



Gambar 4.12 Kromatogram hasil reaksi kondensasi-hidrogenasi satu tahap produk **E1**

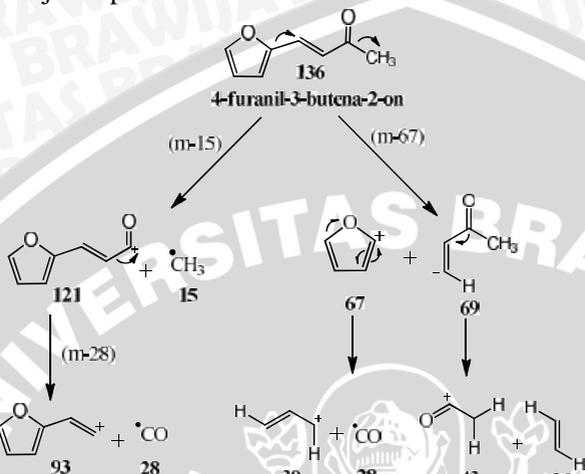
Tabel 4.11 Data analisis waktu retensi, % area, dan m/z menggunakan GC-MS Shimadzu QP2010S produk **E1**

Peak	Waktu Retensi (menit)	Pola Fragmentasi (m/z)	% Area	Perkiraan Senyawa
1	3,664	96, 95, 67, 42, 39	30,53	 Furfural
2	13,756	136, 121, 94, 65, 43, 39	36,60	 4-furanil-3-butena-2-on
3	29,676	216, 135, 121, 107, 94, 81, 65, 53, 39	2,68	 1,5-di(2-furanil)-pent-1-en-3-on
4	33,452	214, 186, 157, 129, 121, 93, 77, 65, 55, 39	30,19	 1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on

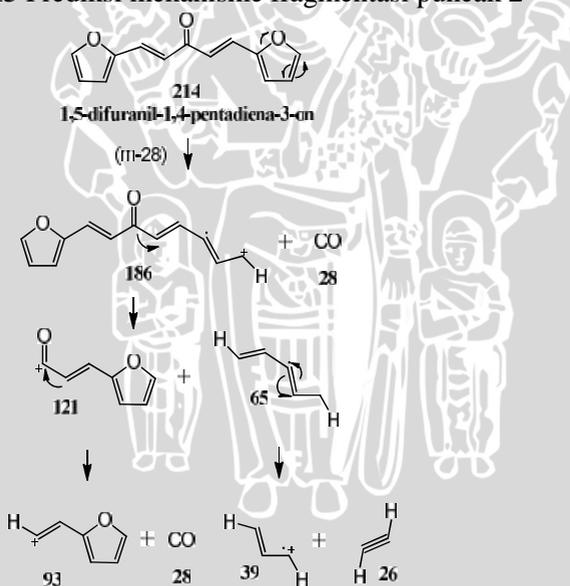
Berdasarkan data karakterisasi KG-SM diatas, dapat dilihat adanya 5 puncak yang menunjukkan adanya 5 senyawa dalam produk **E1** dengan 1 senyawa merupakan *trace product*. % area menunjukkan konsentrasi senyawa dalam produk **E1**. Pola fragmentasi setiap puncak dapat dilihat pada **Lampiran D**. Puncak **1** pada m/z 96 berkorelasi dengan massa molar relatif senyawa furfural (96 g/mol). Pola fragmentasi puncak **1** sesuai dengan struktur dari furfural dan memiliki kemiripan dengan spektra massa senyawa furfural pada pustaka WILLEY229.LIB dengan *similarity index* (SI) sebesar 95%.

Pucak pada m/z 136 berkorelasi dengan massa molar relatif senyawa **4-furanil-3-butena-2-on** (136 g/mol). Pola fragmentasi puncak 2 juga memiliki kemiripan dengan spektra senyawa **4-furanil-3-butena-2-on** pada pustaka NIST62.LIB dengan *similarity index* (SI) sebesar 90%. Sedangkan puncak dengan m/z 214 berkorelasi dengan massa molar relatif senyawa **1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on** (214 g/mol). Pola fragmentasi puncak **2** dan **4** tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Sadaba (2011)

[41]. Kemungkinan mekanisme fragmentasi dari puncak 2 dan puncak 4 disajikan pada **Gambar 4.13** dan **Gambar 4.14**.

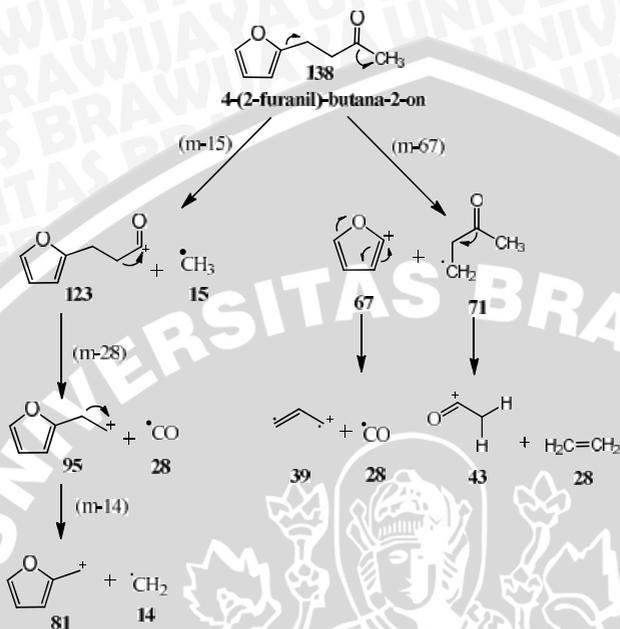


Gambar 4.13 Prediksi mekanisme fragmentasi puncak 2



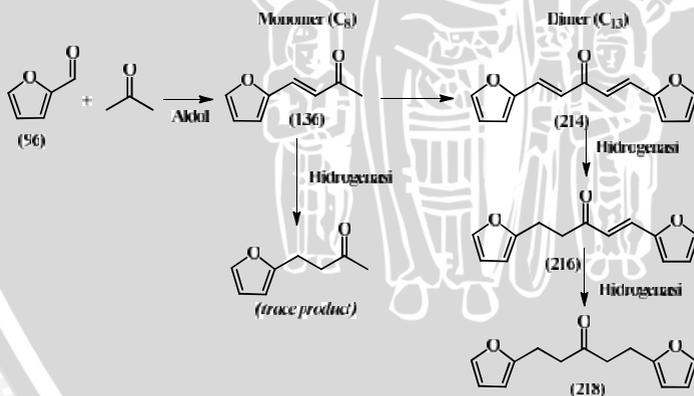
Gambar 4.14 Prediksi mekanisme fragmentasi puncak 4

Berdasarkan mekanisme fragmentasi dan waktu retensinya maka puncak 2 dan 4 diprediksi kuat sebagai senyawa **4-furanil-3-**
44



Gambar 4.16 Prediksi mekanisme fragmentasi *trace product*

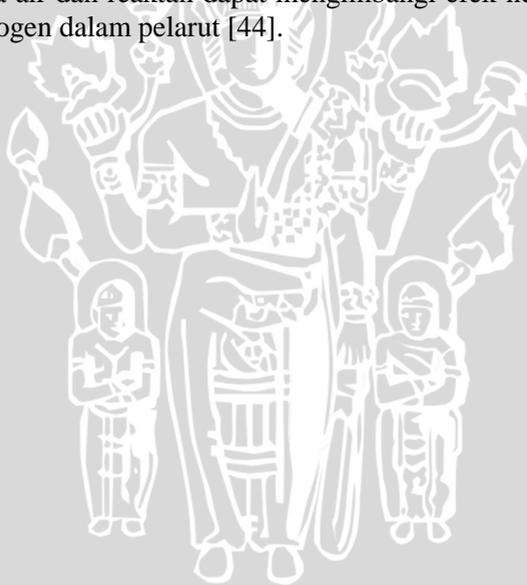
Berikut ini disajikan alur reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton pada **Gambar 4.17**.



Gambar 4.17 Reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton

Berdasarkan hasil analisis KG-SM, reaksi kondensasi-hidrogenasi menggunakan katalis Ni/MgO dan pelarut air pada temperatur reaksi hidrogenasi 120 °C selama 7 jam (E1), menghasilkan produk hidrogenasi senyawa dimer yaitu 1,5-di(2-furanil)-pent-1-en-3-on. Produk hidrogenasi 1,5-di(2-furanil)-pent-1-en-3-on yang terbentuk sebanyak 2,68%. Produk tersebut merupakan hasil reduksi parsial ikatan rangkap C=C dari senyawa dimer. Reaksi hidrogenasi membutuhkan tekanan hidrogen yang sangat tinggi. Kurangnya tekanan hidrogen pada sistem reaksi membuat katalis hanya mampu memutus satu ikatan rangkap C=C.

Pelarut air dalam hidrogenasi menunjukkan aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut isopropanol. Berdasarkan penelitian Cheng (2013), penambahan air sebagai pelarut hidrogenasi dapat mempercepat reaksi dalam pelarut n-heptana. Efek positif dari interaksi antara air dan reaktan dapat mengimbangi efek negatif dari kelarutan hydrogen dalam pelarut [44].



BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa katalis Ni/MgO dalam pelarut air memiliki aktivitas terhadap reaksi kondensasi-hidrogenasi furfural dengan aseton dibandingkan dengan pelarut isopropanol. Kepolaran pelarut mempengaruhi reaksi kondensasi-hidrogenasi. Semakin polar pelarut maka reaksi dapat berjalan dengan baik. Temperatur reaksi hidrogenasi akan mempengaruhi pembentukan produk hidrogenasi. Berdasarkan hasil analisis FT-IR, pada temperatur 180 °C menunjukkan peningkatan intensitas C=O keton pada bilangan gelombang 1715 cm^{-1} . Senyawa produk hidrogenasi yang teridentifikasi adalah 1,5-di(2-furanil)-pent-1-en-3-on.

5.2 Saran

Sebaiknya dilakukan karakterisasi KG-SM terhadap produk kondensasi-hidrogenasi lainnya sehingga dapat diketahui kondisi optimum reaksi hidrogenasi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Xinghua, Z., Wang T., Ma L., and Wu C., 2010, **Aqueous-Phase Catalytic Process for Production of Pentane from Furfural Over Nickel-Based Catalysts**, *Fuel*, Vol. 89, 2697-2702
2. Dutta, S., Sudipta D., Basudep S and Imteyaz A., 2012, **Advances In Conversion of Hemicellulosic Biomass to Furfural and Upgrading to Biofuels**, *Catalysis Science & Technology*, Vol. 2, 2025-2036
3. Tsuji, H., Fuyuki Y., Hideshi H., and Hideaki K., 1994, **Self-Condensation of n-Butyraldehyde Over Solid Base Catalysts**, *Journal of Catalysis*, Vol. 148, 750-770
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. Barret, C.J., Chheda, J.N., Huber, G.W., and Dumesic J.A., 2006, **Single-Reactor Process for Sequential Aldol-Condensation and Hydrogenation of Biomass-Derived Compounds In Water**, *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 66, 111-118
6. Dedsuksophon, W., Champreda, V., and Laosiripojana N., 2010, **Study of Liquid Alkana Production from Biomassa Derived Carbohydrates by Aldol Condensation and Hydrogenation Processes**, *Engineering Journal*, Vol. 14, 1-10
7. Sitthisa, S., dan Resasco, D.E., 2011, **Hydrodeoxygenation of Furfural Over Supprted Metal Catalysts : A comparative Study of Cu, Pd, And Ni**, *Catalysts Letter*, Vol. 141, 784-791
8. Gandía, L.M., and Montes, M., 1993, **Highly Selective One-Step Formation of Methyl Isobutyl Ketone from Acetone with A Magnesia Supported Nickel Catalyst.**, *Applied. Catalysis. A: General.* Vol. 101, L1-L6
9. Pupovac, K., and Pakovits R., 2013, **Cu/MgAl₂O₄ as Bifunctional Catalyst for Aldol Condensation of 5-Hydroxymethylfurfural and Selective Transfer Hydrogenation**, *Wiley Online Library*, Vol. 6, 2103-2110
10. Lewis, R. J., 2007, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary Fifteenth Edition**, John Wiley & Sons, Inc., New York

11. Malinowski, A., Wardzinska D., 2012, **Catalytic Conversion of Furfural Toward Fuel Biocomponents**, *Chemik*, Vol.66, No.9, 982-990
12. Hidajati, N., 2006, **Pengolahan Tongkol Jagung sebagai Bahan Pembuatan Furfural**, *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 8, No.1, 45-53
13. Enslow, K.R. dan Bell, A.T., 2012, **The Kinetics of Bronsted Acid-Catalyzed Hydrolysis of Hemicellulose Dissolved in 1-Ethyl-3-methylimidazolium Chloride**, *Royal Society of Chemistry Advances*, Vol. 2, No. 26, 10028-10036
14. Yemis, O., Mazza G., 2011, **Acid-Catalyzed Conversion of Xylose, Xylan and Straw into Furfural by Microwave-Assisted Extraction**, *Bioresource Technology.*, Vol.102, 7371-7378
15. McMurry, J., 2011, **Fundamental of Organic Chemistry**, Brooks/Cole, United State of America
16. Fox, M. A., and James K. W., 2004, **Organic Chemistry Third Edition**, Jones and Bartlett Publishers Inc., United Kingdom
17. Hoffman, R. V., 2004, **Organic Chemistry an Intermediate Text Second Edition**, John Wiley & Sons, Inc., United State of America
18. Pudjono, Sismindari dan Widada, H., 2008, **Synthesis of 2,5-bis-(4' hydroxybenzylidene) cyclopentanone and 2,5-bis-(4'-chlorobenzylidene) cyclopentanone compounds and Antiproliferative Test to Hela Cells**, *Majalah Farmasi Indonesia* 19(1), 48-55
19. Helmenstine, A. M., 2014, **Hydrogenation Definition**, http://chemistry.about.com/od/chemistry_glossary/a/hydrogenation.htm, diakses tanggal 4 Agustus 2014
20. Xu, W., Liu X., Ren J., Zhang P., Wang Y., Guo Y., Guo Y., and Lu G., 2010, **A Novel Mesoporous Pd/Cobalt Aluminate Bifunctional Catalyst for Aldol Condensation and Following Hydrogenation**, *Catalyst Communications*, Vol. 11, 721-726
21. Xing, R., Subrahmanyam A. V., Olcay H., Qi W., Walcum G. P., Pendse H., and George W. H., 2010, **Production of Jet and Diesel Fuel Range Alkanes from Waste Hemicellulose-Derived Aqueous Solution**, *Green Chemistry*, Vol. 12, 1933-1946

22. A'yuni, Q., dan Muwarni I. K., 2012, **Impregnasi dan Karakterisasi Struktur Padatan Co_3O_4 pada Pendukung CaF_2** , *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1, No. 1, 1-3
23. Agus, D.P., 2007, **Preparasi Katalis Ni/ $-\text{MnO}_2$ dan Aplikasinya Untuk Hidrogenasi Benzena Menjadi Sikloheksana**, Skripsi, Universitas Indonesia, Depok
24. Choudary B. M., Kantam M. L., Ranganath K. V. S., Mahendar K., and Sreedhar B., 2004, **Bifunctional Nanocrystalline MgO for Chiral Epoxy Ketones via Claisen-Schmidt Condensation-Asymmetric Epoxidation Reactions**, *Journal American Chemical Society*, Vol. 126, 3396-3397
25. Greenwood, N.N, and Earnshaw A., 1997, **Chemistry of Elements Second Edition**, Reed Educational and Professional Publishing Ltd., Britain
26. Chenghua, X., Liangke, Z., Jianying, L., and Zunyu H., 2011, **Furfural Hydrogenation on Nickel-promoted Cu-containing Catalysts Prepared from Hydrotalcite-Like Precursors**, *Chinese Journal of Chemistry.*, Vol. 29, 691-697
27. Chen, H., Xue, M., and Shen J., 2010, **Surface Properties of Ni/MgO Catalysts for the Hydrogenation of Lauronitrile**, *Journal Catalytic Letter*, Vol. 135, 246-255
28. Chung, F. H., and Deane K. S., 2000, **Industrial Applications of X-Ray Dffraction**, Macel Dekker, Inc., United State of America
29. Maulana, A. R., Muq'asfa M. W., dan Gunardi I., 2012, **Pemanfaatan Gliserol Menjadi Alkohol Dengan Cara Hidrogenasi di Atas Katalis Padat**, *Jurnal Pomits*, Vol. 1, No. 1, 1-4
30. Iswani, S., 1983, **Spektrometri Pendar Sinar X**, Diktat Pelatihan Instrumentasi Kimia I, PPBMI – BATAN Yogyakarta
31. Pramana, D., 2007, **Petunjuk Praktikum Spektrometer Pendar Sinar - X**, STTN-Batan, Yogyakarta
32. Cahyono, A., 2008, **Analisis Kadar Logam Mayor (Fe, Ca, Ti) dan Logam Minor (Ba, Zr, Ce) pada Sendimen Sungai dengan XRF**, STTN – Batan, Yogyakarta
33. Day, R.A., and Underwood, A.L., 2002, **Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam**, Erlangga, Jakarta
34. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., and Vyvyan, J. R., 2009, **Introduction to Spectroscopy 4th edition**, Department of

Chemistry Western Washington University Bellingham, Washington.

35. Al Anshori, J. dan Muchalal, 2009, **Hidrogenasi Pulegil Asetat Dikatalisis Ni/ $-Al_2O_3$** , *Sains dan Terapan Kimia*, Vol. 3 No.2, 104-111
36. Li, G., Hu, L., Hill, J. M., 2006, **Comparasion of Reducibility and Stability of Alumina-supported Ni Catalysts Prepared by Impregnation and Co-precipitation**, *General*, Vol. 301,16-24
37. Faba, L., Díaz, E., dan Ordóñez, S, 2012, **Aqueous-Phase Furfural-Acetone Aldol Condensation Over Basic Mixed Oxides**, *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 113, 201-211
38. Escobar-Alarcón, L, Klimova, T, Escobar-Aguilar, J, Romero, S, Morales-Ramírez, C, Solís-Casados, D., 2013, **Preparation And Characterization Of Al_2O_3 -MgO Catalytic Supports Modified With Lithium**, *Fuel*, Vol. 110, 278-285
39. 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*, Vol. 40, No. 8, 973-978
40. Solhy, A., Amer, W., Karkouri, M., Tahir, R., El Bouari, A., Fihri, A., Bousmina, M., dan Zahouily, 2011, **Bi-functional modified-phosphate catalyzed the synthesis of EE -bis (benzylidene)-cycloalkanones: Microwave versus conventional-heating**, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 336, No. 1, 8-15
41. Singh, T.K, Jain, C.L., Sharma, S.K., and Singh, S.S, 1999, **Preparation of Dispersed Silica by Hydrolysis of Tertaethyl Orthosilicate**, *Indian Journal of Engineering & Materials Sciences*, Vol. 6, 349-351
42. Daley, R, F dan Daley, S, J., 2005, **Organic Chemistry**, www.ochem4free.com, diakses tanggal 3 Januari 2015
43. 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

44. Cheng, H., Xiangchun, M., Yancun, Y., and Fengyu, Z., 2013, **The Effect of Water on The Hydrogenation Of O-Chloronitrobenzene in Ethanol, n-Heptane And Compressed Carbon Dioxide**, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 455, 8-15

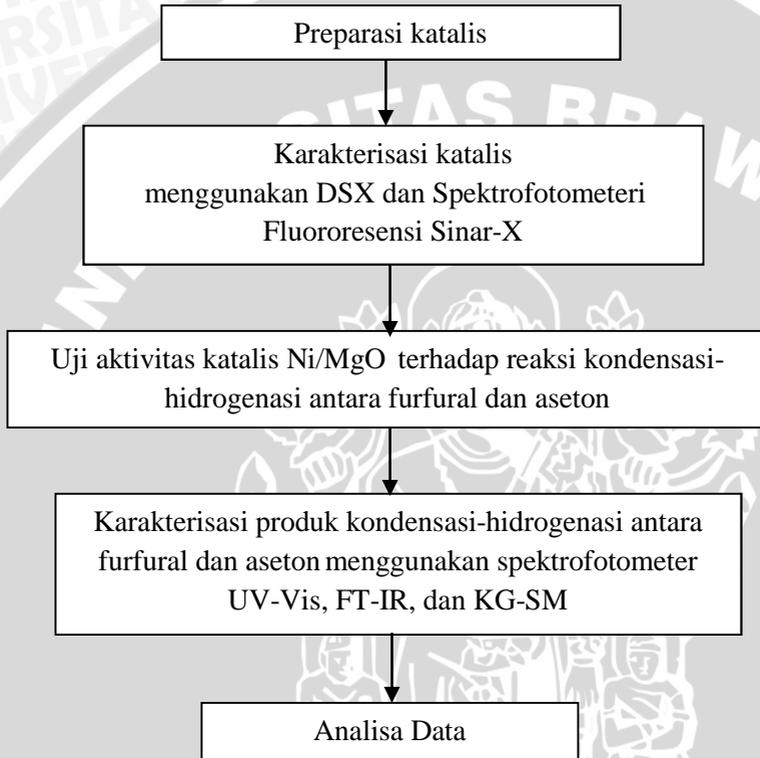
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



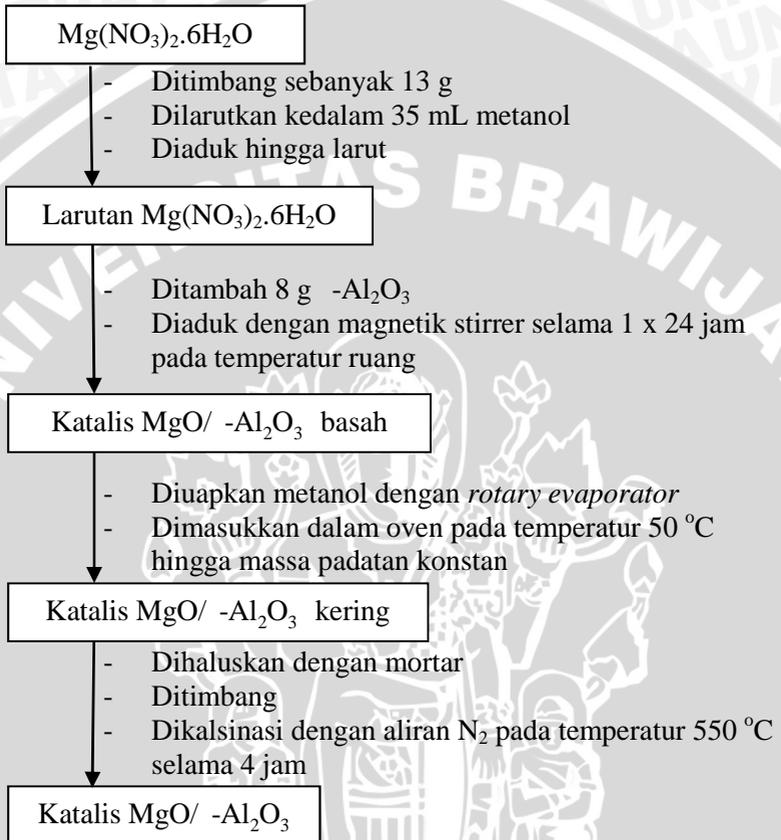
LAMPIRAN

LAMPIRAN A SKEMA KERJA

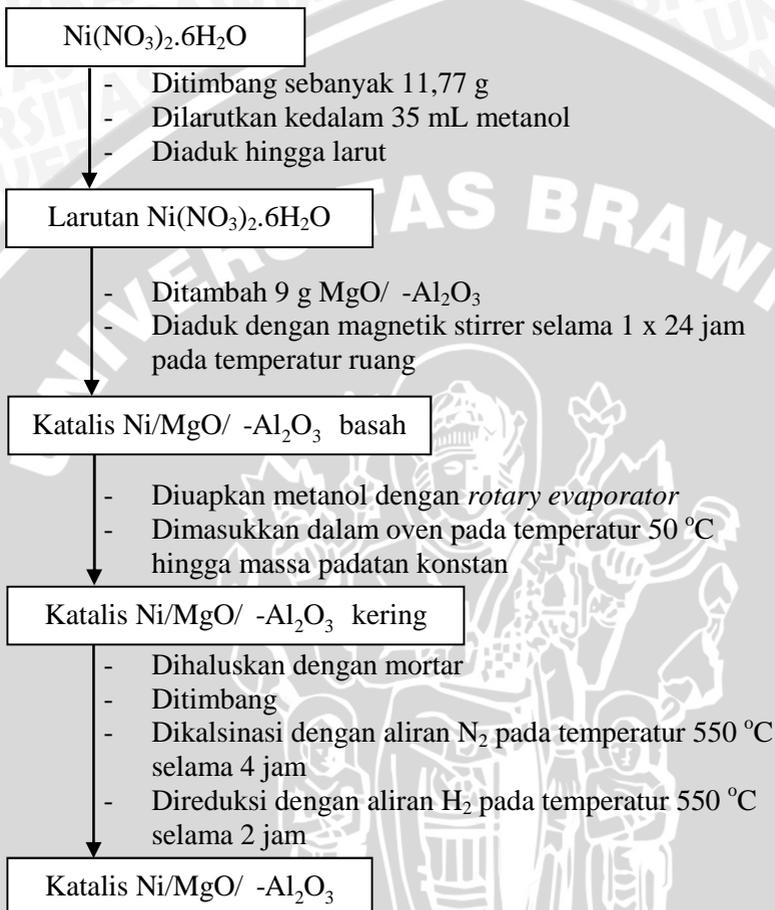
A.1 Diagram Alir Penelitian



A.2 Preparasi Katalis MgO/ -Al₂O₃



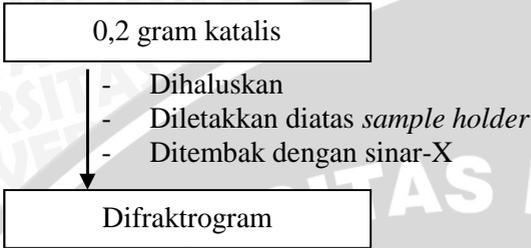
A.3 Preparasi Katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃



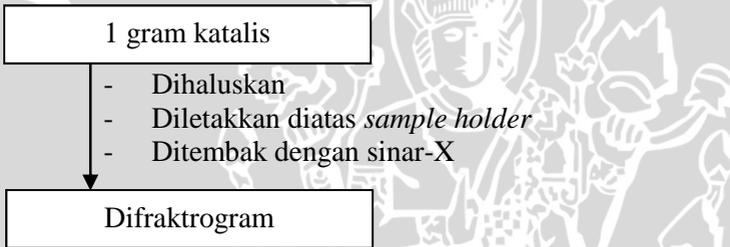
A.4 Preparasi Katalis Ni/MgO



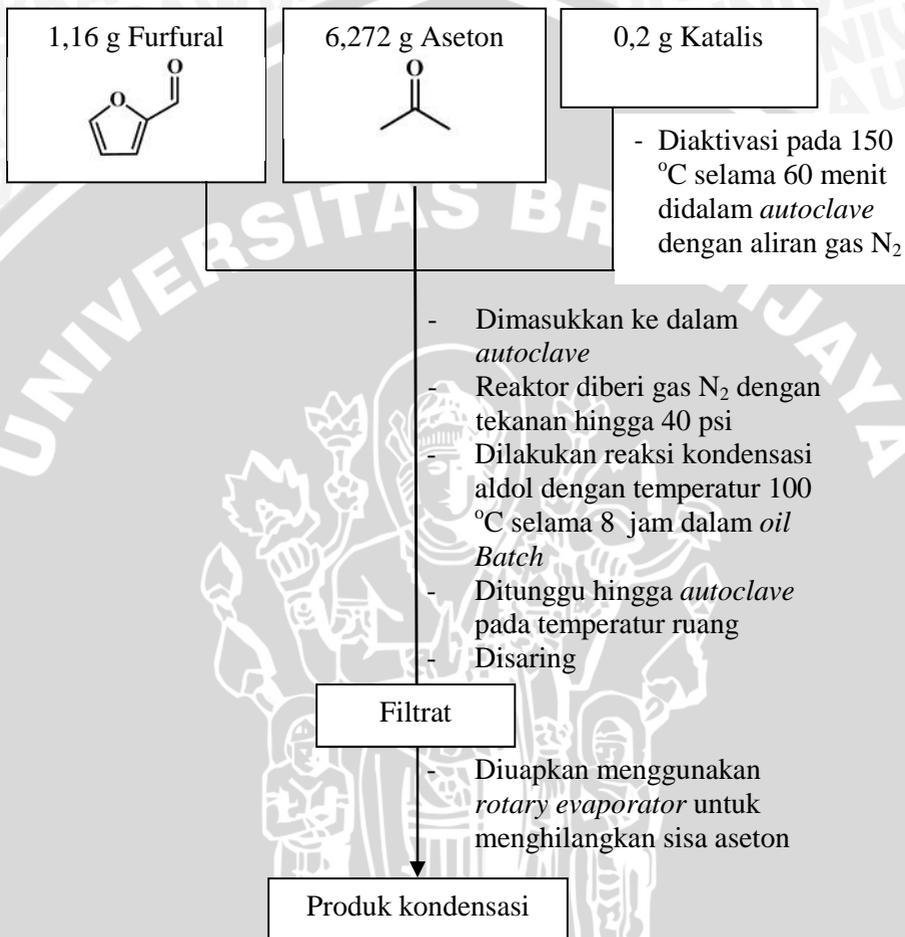
A.5 Karakterisasi Katalis Ni/MgO dan Ni/MgO/ -Al₂O₃ menggunakan Difraksi Sinar-X (DSX)



A.6 Karakterisasi Katalis Ni/MgO menggunakan Spektrofotometer Fluorosensi Sinar-X

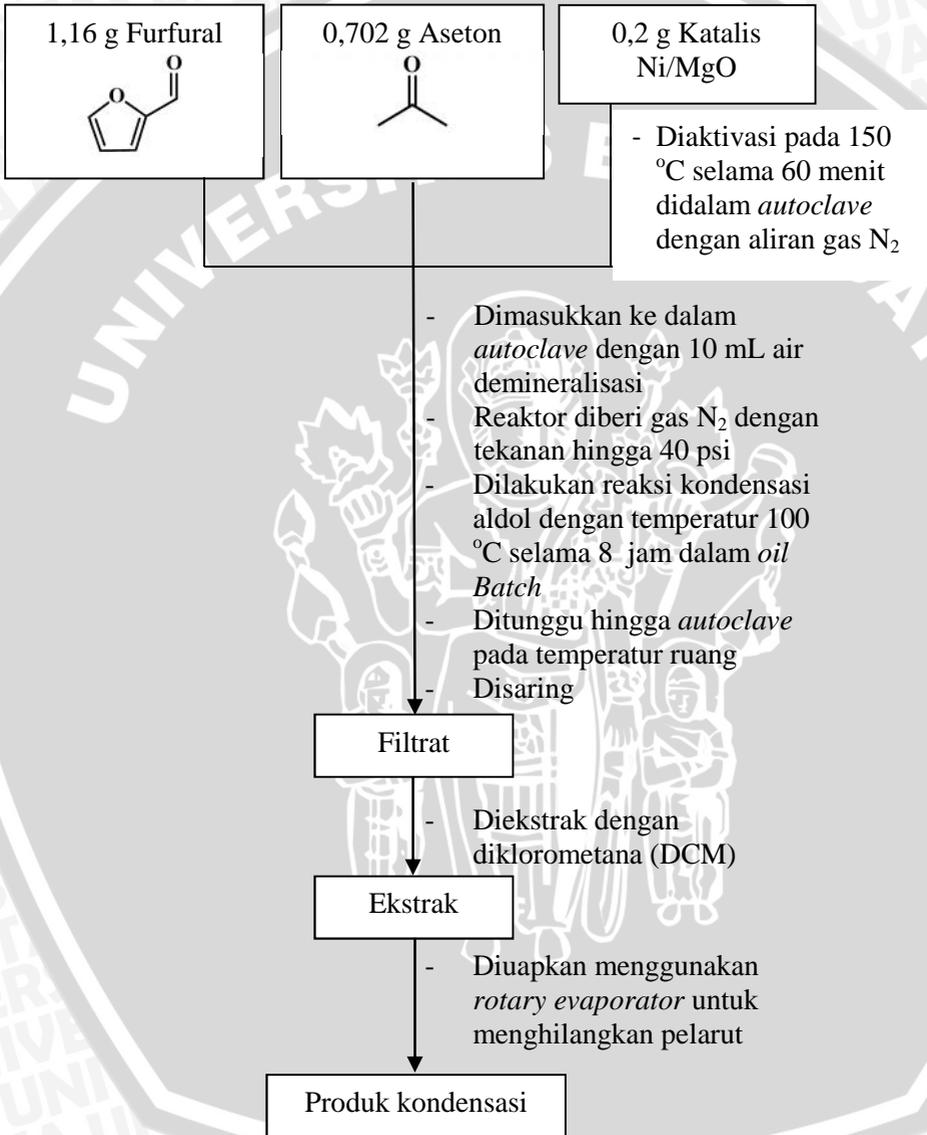


A.7 Reaksi Kondensasi antara Furfural dengan Aseton



A.8 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap antara Furfural dengan Aseton

A.8.1 Reaksi Kondensasi

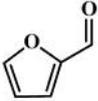


A.8.2 Reaksi Hidrogenasi



A.9 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap antara Furfural dengan Aseton

1,16 g Furfural



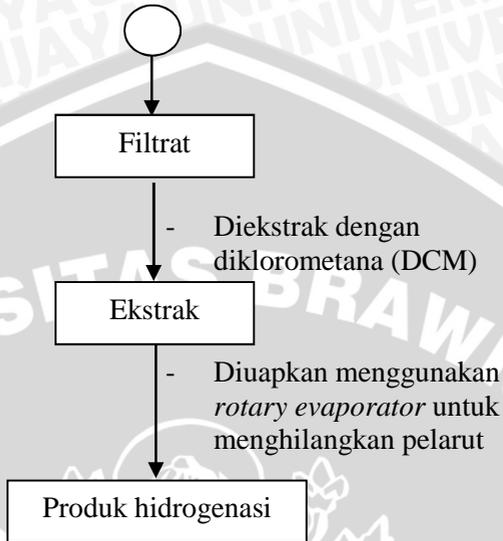
0,702 g Aseton



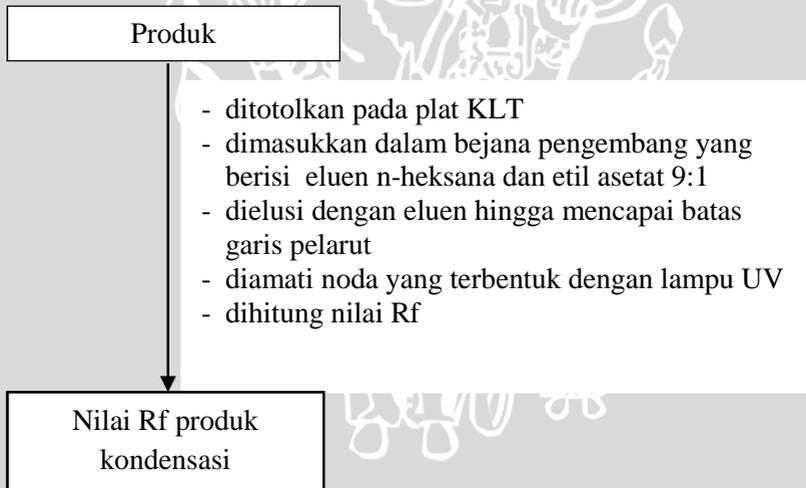
0,2 g Katalis
Ni/MgO

- Diaktivasi pada 150 °C selama 60 menit didalam *autoclave* dengan aliran gas N₂

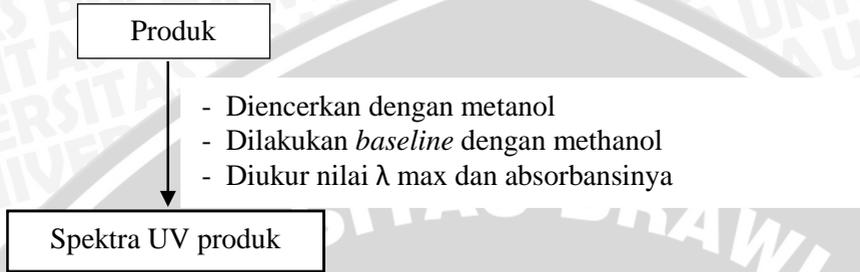
- Dimasukkan ke dalam *autoclave* dengan 10 mL air demineralisasi
- *Autoclave* diberi gas N₂ dengan tekanan hingga 40 psi
- Dilakukan reaksi kondensasi aldol dengan temperatur 100 °C selama 8 jam dalam *oil Batch*
- Ditunggu hingga *autoclave* pada temperatur ruang
- Gas N₂ dikeluarkan dari *autoclave*
- *Autoclave* diberi gas H₂ dengan tekanan hingga 58 psi
- Dilakukan reaksi hidrogenasi dengan temperatur 120 °C, 150 °C, 180 °C selama 7 jam dalam *oil Batch*
- Ditunggu hingga *autoclave* pada temperatur ruang
- Disaring



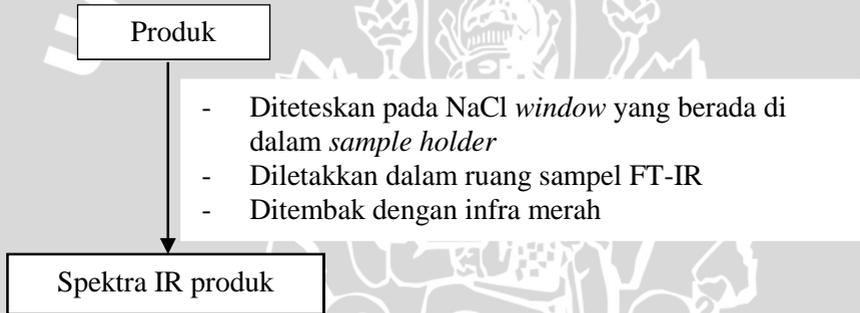
A.10 Karakterisasi Produk Kondensasi-Hidrogenasi dengan KLT



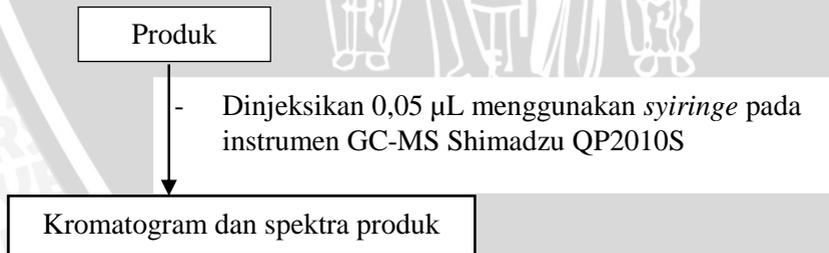
A.11 Karakterisasi Produk Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis



A.12 Karakterisasi Produk Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan Spektrofotometer FT-IR



A.13 Karakterisasi Produk Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)



LAMPIRAN B PERHITUNGAN

B.1 Perhitungan Preparasi Katalis

B.1.1 Katalis MgO/ γ -Al₂O₃

$$\text{Massa } \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{80}{100} \times 10 \text{ g} = 8 \text{ g}$$

$$\text{Massa MgO dalam 20\%} = \frac{20}{100} \times 10 \text{ g} = 2 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O yang diperlukan} &= \\ \frac{\text{Mr MgO}}{\text{Mr Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{2 \text{ g}}{x \text{ g}} \\ \frac{40,3 \text{ g/mol}}{256,3 \text{ g/mol}} &= \frac{2 \text{ g}}{x \text{ g}} \end{aligned}$$

$$x \text{ g} = 12,72 \text{ g}$$

Mg(NO₃)₂·6H₂O diambil berlebih sehingga Mg(NO₃)₂·6H₂O yang digunakan sebanyak 13 g.

B.1.2 Katalis Ni/MgO/ γ -Al₂O₃

$$\text{Massa MgO/} \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 = 9 \text{ g}$$

9 g MgO/ γ - Al₂O₃ merupakan 80% dari Ni/MgO/ γ -Al₂O₃

Sehingga massa Ni/MgO/ γ -Al₂O₃ yang dibuat sebanyak =

$$\frac{100}{80} \times 9 \text{ g} = 11,25 \text{ g}$$

$$\text{Massa Ni dalam 20\%} = \frac{20}{100} \times 11,25 \text{ g} = 2,25 \text{ g}$$

Massa Ni(NO₃)₂·6H₂O yang diperlukan =

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Ni}}{\text{Mr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{2,25 \text{ g}}{x \text{ g}} \\ \frac{58,71 \text{ g/mol}}{290,71 \text{ g/mol}} &= \frac{2,25 \text{ g}}{x \text{ g}} \end{aligned}$$

$$x \text{ g} = 11,14 \text{ g}$$

Ni(NO₃)₂·6H₂O diambil berlebih sehingga Ni(NO₃)₂·6H₂O yang digunakan sebanyak 11,77 g.

B.1.3 Katalis Ni/MgO

$$\text{Massa MgO} = \frac{75}{100} \times 10 \text{ g} = 7,5 \text{ g}$$

$$\text{Massa Ni} = \frac{25}{100} \times 10 \text{ g} = 2,5 \text{ g}$$

Massa Ni(NO₃)₂·6H₂O yang diperlukan =

$$\frac{\text{Ar Ni}}{\text{Mr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{2,5 \text{ g}}{x \text{ g}}$$

$$\frac{58,71 \text{ g/mol}}{290,71 \text{ g/mol}} = \frac{2,5 \text{ g}}{x \text{ g}}$$

$$x \text{ g} = 12,38 \text{ g}$$

B.2 Perhitungan Reaktan

B.2.1 Perbandingan mol furfural:aseton 1:9



Perbandingan mol furfural dan aseton 1 : 9 = 0,012 : 0,108

- Kebutuhan Furfural

Kebutuhan reaksi 0,012 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa furfural} &= \text{Mol furfural} \times \text{BM furfural} \\ &= 0,012 \text{ mol} \times 96 \text{ g/mol} \\ &= 1,16 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume furfural} &= \frac{\text{Massa furfural}}{\text{Massa jenis furfural}} \\ &= \frac{1,16 \text{ g}}{1,16 \text{ g/mL}} \\ &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

- Kebutuhan Aseton

Kebutuhan reaksi 0,108 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa aseton} &= \text{Mol aseton} \times \text{BM aseton} \\ &= 0,108 \text{ mol} \times 58,08 \text{ g/mol} \\ &= 6,272 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume aseton} &= \frac{\text{Massa aseton}}{\text{Massa jenis aseton}} \\
 &= \frac{6,272 \text{ g}}{0,79 \text{ g/mL}} \\
 &= 7,93 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

B.2.2 Perbandingan mol furfural:aseton 1:1

Perbandingan mol furfural dan aseton 1 : 1 = 0,012 : 0,012

- Kebutuhan Furfural

Kebutuhan reaksi 0,012 mol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa furfural} &= \text{Mol furfural} \times \text{BM furfural} \\
 &= 0,012 \text{ mol} \times 96 \text{ g/mol} \\
 &= 1,16 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume furfural} &= \frac{\text{Massa furfural}}{\text{Massa jenis furfural}} \\
 &= \frac{1,16 \text{ g}}{1,16 \text{ g/mL}} \\
 &= 1 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- Kebutuhan Aseton

Kebutuhan reaksi 0,012 mol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa aseton} &= \text{Mol aseton} \times \text{BM aseton} \\
 &= 0,012 \text{ mol} \times 58,08 \text{ g/mol} \\
 &= 0,696 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume aseton} &= \frac{\text{Massa aseton}}{\text{Massa jenis aseton}} \\
 &= \frac{0,696 \text{ g}}{0,79 \text{ g/mL}} \\
 &= 0,882 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

B.3 Persen Massa Hasil Reaksi Kondensasi dan Hidrogenasi

B.3.1 Reaksi Kondensasi Tanpa Pelarut

$$\text{Rendemen A1} = \frac{0,96 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 82,75 \%$$

$$\text{Rendemen A2} = \frac{0,66 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 56,89 \%$$

$$\text{Rendemen A3} = \frac{0,19 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 16,38 \%$$

B.3.2 Reaksi Kondensasi Menggunakan Pelarut Air

$$\text{Rendemen B1} = \frac{0,20 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 17,24 \%$$

$$\text{Rendemen B2} = \frac{0,32 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 27,58 \%$$

$$\text{Rendemen B3} = \frac{0,45 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 38,79 \%$$

$$\text{Rendemen B4} = \frac{0,42 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 36,20 \%$$

$$\text{Rendemen B5} = \frac{0,66 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 56,89 \%$$

B.3.3 Reaksi Kondensasi Menggunakan Pelarut Isopropanol

$$\text{Rendemen C1} = \frac{0,59 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 50,86 \%$$

B.3.4 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap

$$\text{Rendemen D1} = \frac{0,60 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 51,74 \%$$

$$\text{Rendemen D2} = \frac{0,61 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 52,58 \%$$

B.3.5 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap

$$\text{Rendemen E1} = \frac{0,8 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 68,96 \%$$

$$\text{Rendemen E2} = \frac{0,65 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 56,03 \%$$

$$\text{Rendemen E3} = \frac{0,38 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 32,76 \%$$

LAMPIRAN C REAKSI

C.1 Reaksi Pembentukan Katalis

- **Kalsinasi MgO/ -Al₂O₃**



- **Kalsinasi Ni/MgO/ -Al₂O₃**



- **Reduksi Ni/MgO/ -Al₂O₃**



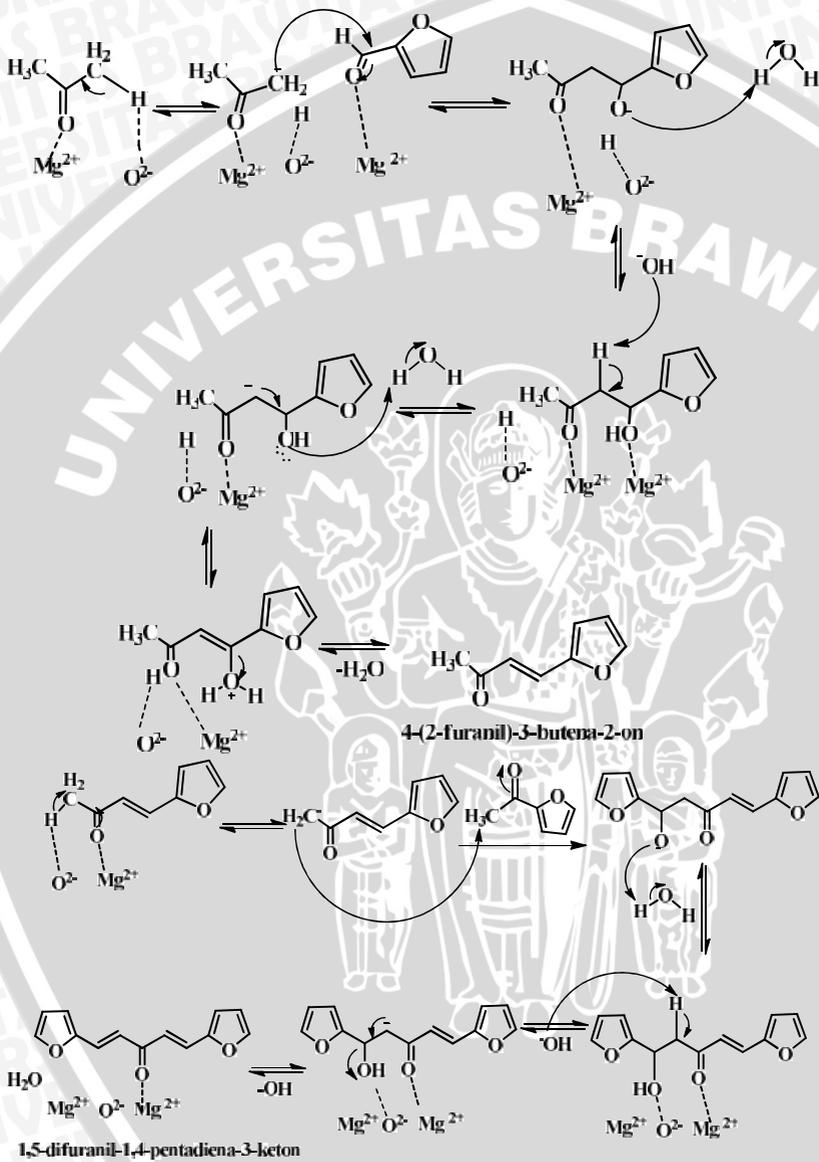
- **Kalsinasi Ni/MgO**



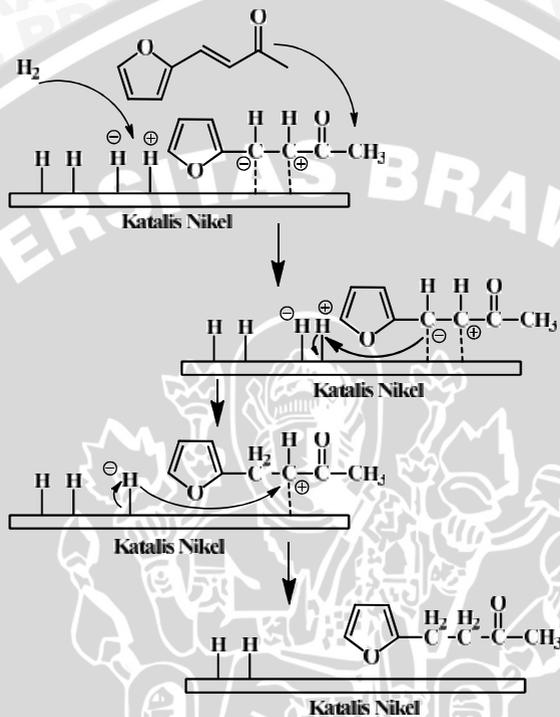
- **Reduksi Ni/MgO**



C.2 Mekanisme Reaksi Kondensasi Furfural Dengan Aseton



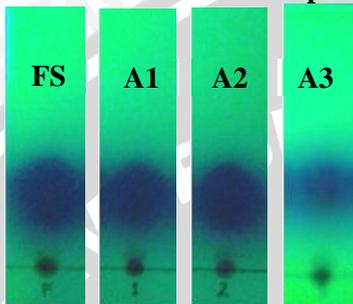
C.3 Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Produk Kondensasi Furfural dengan Aseton



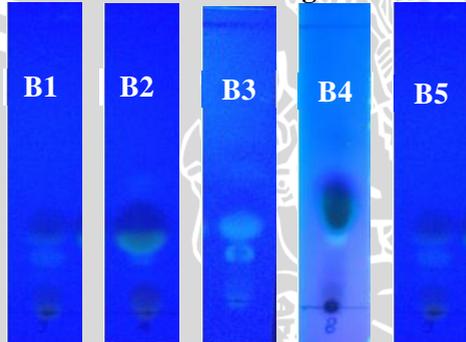
LAMPIRAN D DATA HASIL KARAKTERISASI

D.1 Hasil KLT Produk Kondensasi dan Hidrogenasi

D.1.1 Produk Kondensasi Tanpa Pelarut



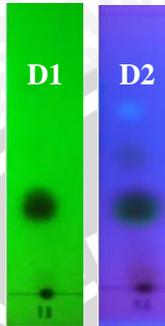
D.1.2 Produk Kondensasi dengan Pelarut Air



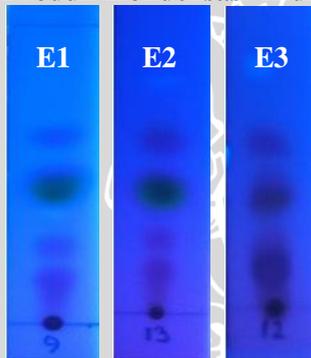
D.1.3 Produk Kondensasi dengan Pelarut Isopropanol



D.1.4 Produk Kondensasi-Hidrogenasi Dua Tahap

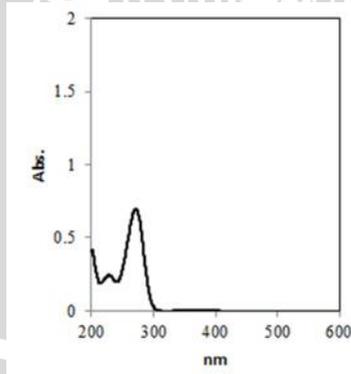


D.1.5 Produk Kondensasi-Hidrogenasi Satu Tahap

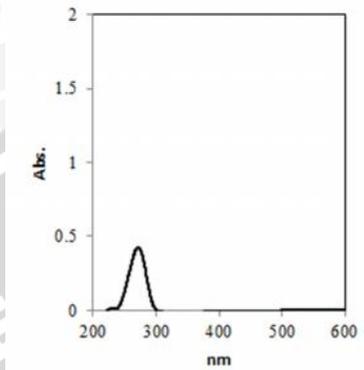


D.2 Hasil Karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis

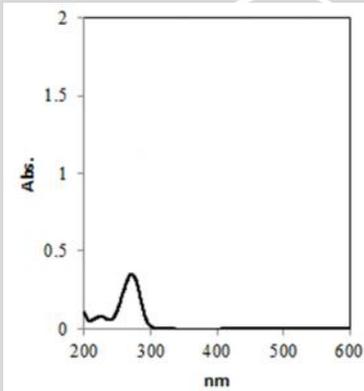
D.2.1 Hasil UV-Vis Furfural Standar



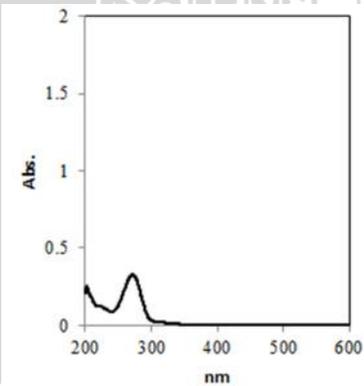
D.2.2 Hasil UV-Vis Produk A1



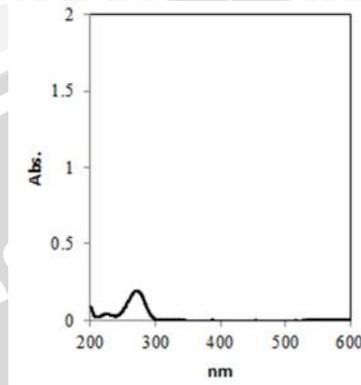
D.2.3 Hasil UV-Vis Produk A2



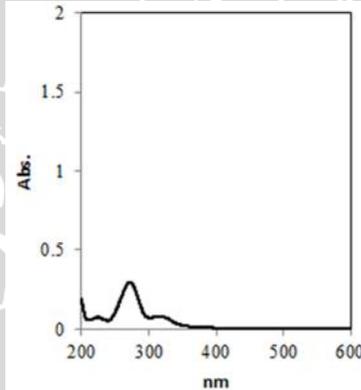
D.2.4 Hasil UV-Vis Produk A3



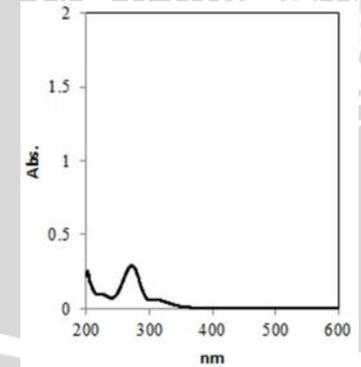
D.2.5 Hasil UV-Vis Produk B1



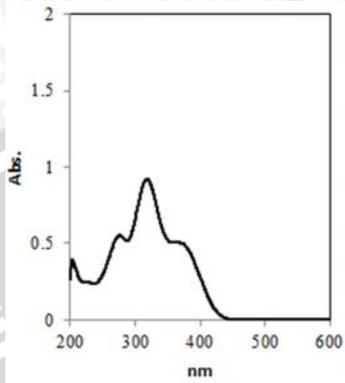
D.2.6 Hasil UV-Vis Produk B2



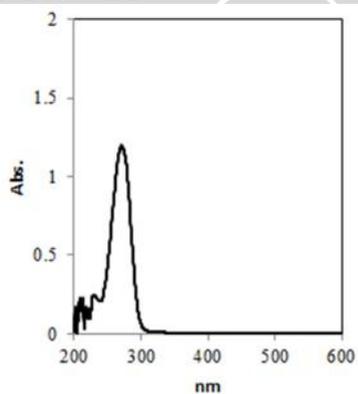
D.2.7 Hasil UV-Vis Produk B3



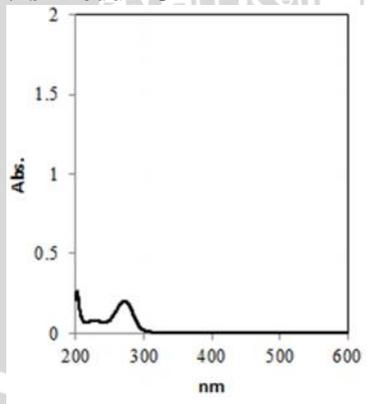
D.2.8 Hasil UV-Vis Produk B4



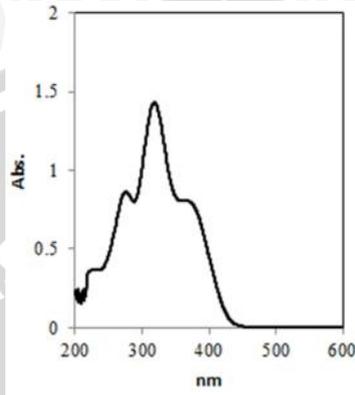
D.2.9 Hasil UV-Vis Produk B5



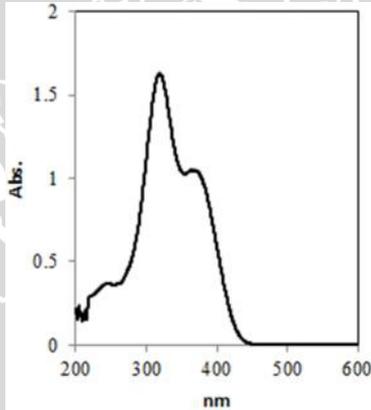
D.2.10 Hasil UV-Vis Produk C1



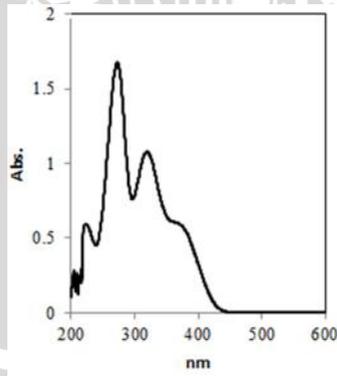
D.2.11 Hasil UV-Vis Produk D1



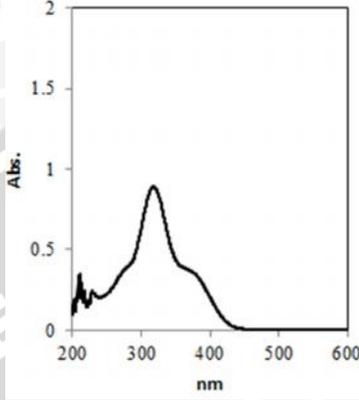
D.2.12 Hasil UV-Vis Produk D2



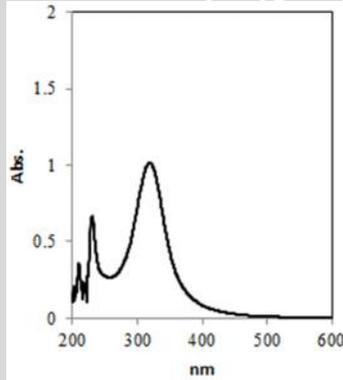
D.2.13 Hasil UV-Vis Produk E1



D.2.14 Hasil UV-Vis Produk E2

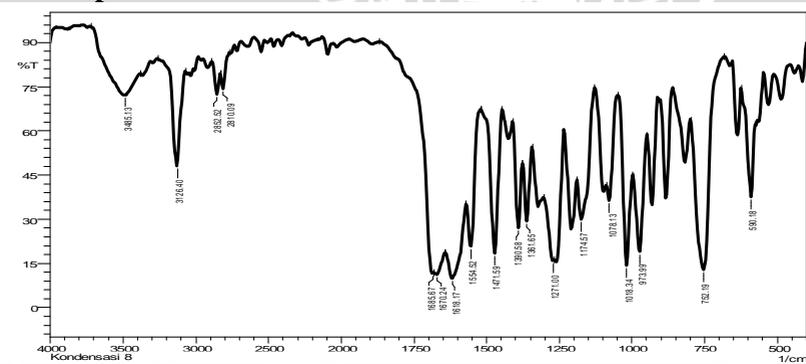


D.2.15 Hasil UV-Vis Produk E3

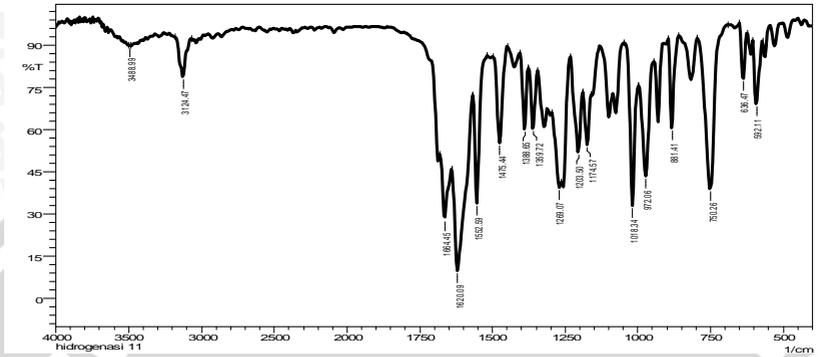


D.3 Hasil Karakterisasi Spektrofotometri FT-IR

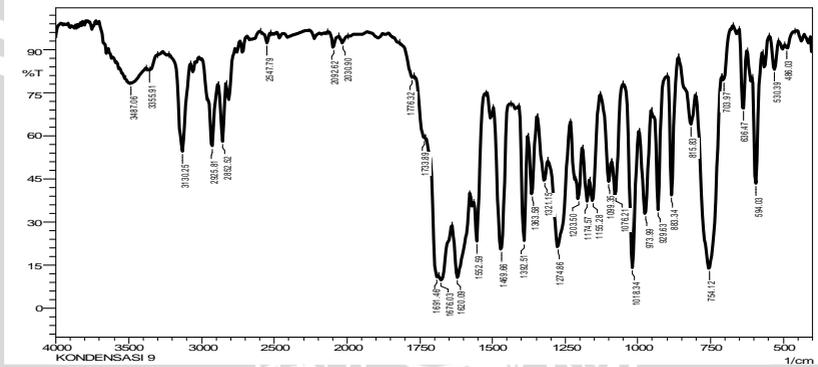
D.3.1 Spektra IR Produk B4



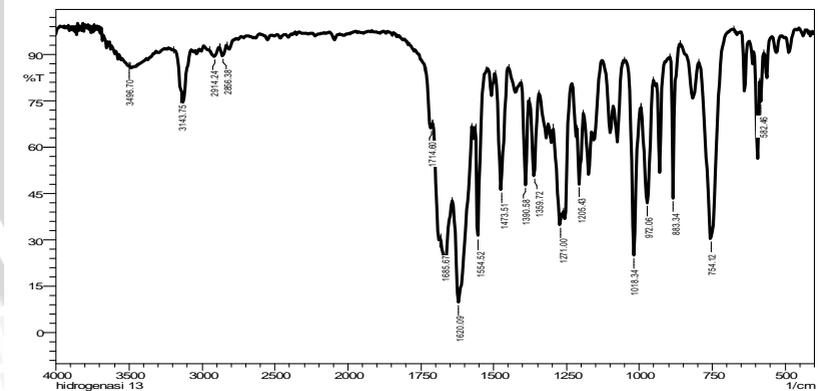
D.3.2 Produk D2



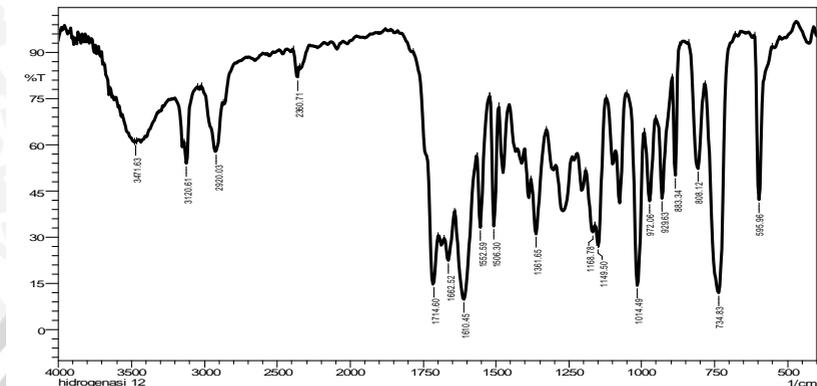
D.3.3 Produk E1



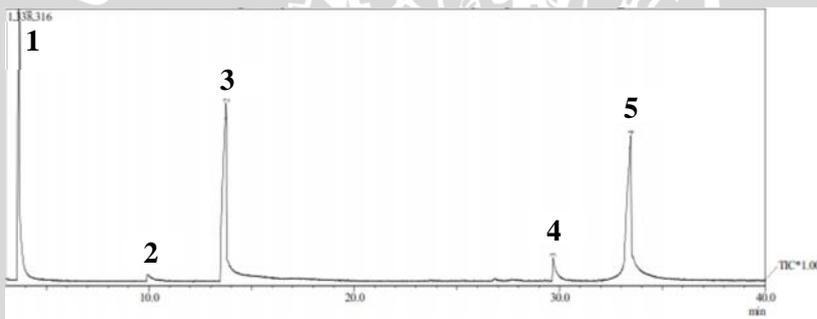
D.3.4 Produk E2



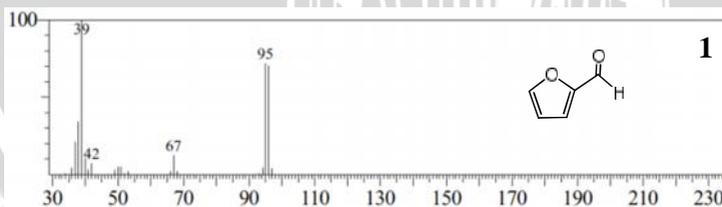
D.3.5 Produk E3

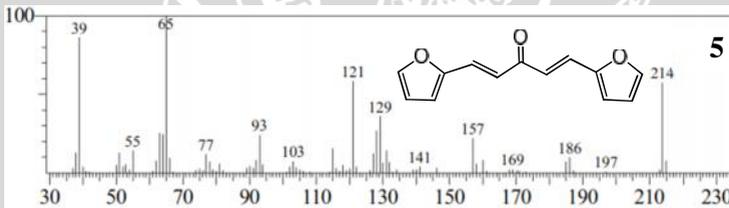
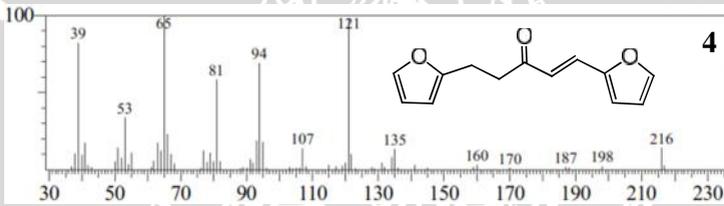
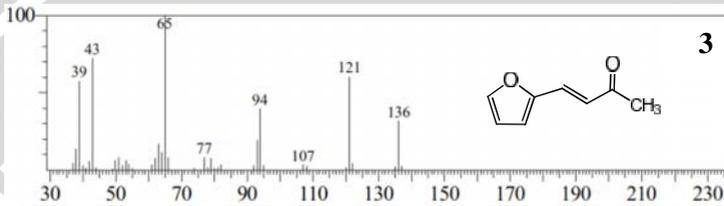
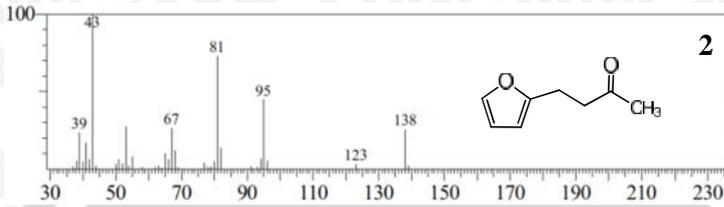


D.4 Hasil Karakterisasi KG-SM Produk E1 Difraktogram



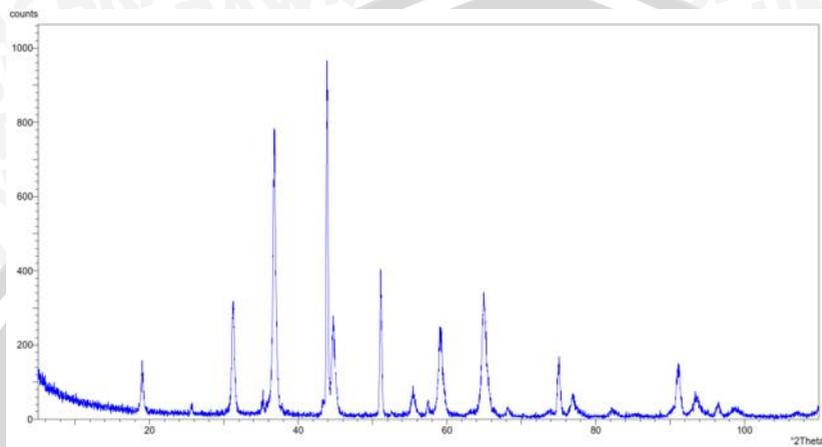
Spektra Massa



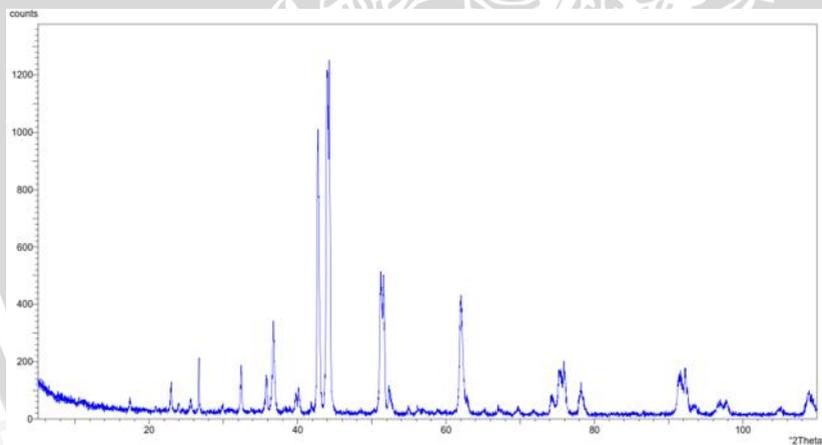


D.5 Hasil DSX Katalis

D.5.1 Hasil DSX Katalis Ni/MgO/ -Al₂O₃



D.5.1 Hasil DSX Katalis Ni/MgO



LAMPIRAN E DOKUMENTASI PENELITIAN

E.1 Preparasi Katalis



E.2 Reaksi Kondensasi-Hidrogenasi antara Furfural dan Aseton



