

**Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO
dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural
dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor*
*Autoclave***

SKRIPSI

oleh :

AMANIYAH

105090200111020



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

SKRIPSI

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

oleh:

AMANIYAH

105090200111020



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

oleh:

Amaniyah
105090200111020

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, S.Si, M.Sc., Dr.Sc
NIP. 19810406 200502 2 009

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

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 : Amaniyah
NIM : 105090200111020
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton
Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

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, Agustus 2014
Yang menyatakan,

(Amaniyah)
NIM.105090200111020

Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO , dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan metode *autoclave*. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode difraksi sinar-X (DSX) dan mikroskop elektron pindai-dispersi energi sinar-X (SEM-EDS). Uji aktivitas katalis dilakukan dengan perbandingan mol furfural dan aseton 1:1. Katalis MgO menunjukkan aktivitas yang lebih baik dibandingkan $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap reaksi kondensasi. Aktivitas katalis dihitung berdasarkan persen furfural yang tersisa pada akhir reaksi, dianalisis dengan kromatografi cair-spektra massa (KC-SM). Reaksi dengan katalis MgO dan pelarut air pada waktu reaksi selama 2, 4, 6 dan 8 jam menghasilkan produk kondensasi secara kuantitatif, yaitu 100%. Memperpanjang waktu reaksi selama 10 dan 12 jam menurunkan jumlah produk kondensasi yang terbentuk. Produk kondensasi yang teridentifikasi yaitu 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) dalam bentuk isomer *trans*-4-furanil-3-butena-2-on dan *cis*-4-furanil-3-butena-2-on. Pembentukan produk 1,5 difuranil-1,4-pentadiena-3-on (**P2**) dideteksi dengan analisis spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 367 - 368 nm. Katalis MgO menunjukkan selektivitas yang baik terhadap pembentukan produk 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) pada waktu reaksi 2, 4, 6 dan 8 jam.

Kata kunci: furfural, aseton, $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, kondensasi aldol, Oil batch reactor autoclave

Comparative Study of Catalysts Activity MgO/ γ -Al₂O₃, MgO and γ -Al₂O₃ in the Aldol Condensation Reaction Between Acetone Furfural Using Oil Batch Reactor Autoclave Method

ABSTRACT

The purpose of this research is to know about the catalytic activity and selectivity of MgO/ γ -Al₂O₃, MgO and γ -Al₂O₃ in the aldol condensation between furfural and acetone using reactor autoclave method. Catalysts characterized by Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectrometer (SEM-EDX) and X-ray Diffraction (XRD). Catalyst activity performed in condensation of furfural and acetone with the mole ratio of 1: 1. The result showed that MgO gave the higher activity than MgO/ γ -Al₂O₃ and γ -Al₂O₃ catalysts in aldol condensation. Catalyst activity was calculated based on the percent remaining of furfural at aldol reaction by Liquid Chromatography - Mass Spectrometry (LC-MS). Condensation reactions with MgO catalysts using solvent water at 2, 4, 6 and 8 hour gave the product yield is 100%. At the longer reaction time for 10 and 12 hours result decreased yield of product formed. The identified product is 4-furanyl-3-buten-2-on (P1) in the form of *trans*-4-furanyl-3-butene-2-on and *cis*-4-furanyl-3-buten-2-one. The formed of 1,5 difuranyl-1,4-pentadien-3-one (P2) detected by UV-Vis spectrophotometry at wavelength of 367 - 368 nm. MgO show good selectivity in formed 4-furanyl-3-buten-2-on (P1) at time reaction 2, 4, 6 and 8 hour.

Key word: furfural, acetone, MgO/ γ -Al₂O₃, aldol condensation, reactor autoclave

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan anugerah kelancaran dan kemudahan dalam penelitian serta penulisan tugas akhir ini yang berjudul “**Studi Perbandingan Aktivitas Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave*”, Penulis menyampaikan terimakasih kepada :**

1. Siti Maryah Ulfa, S.Si, M.Sc., Dr.Sc selaku Pembimbing I dan Dr. Edi Priyo Utomo, MS., selaku Dosen Pembimbing II, atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian dan kesabaran yang diberikan kepada penulis.
2. Drs.Mohammad Misbah Khunur, M.Si selaku dosen penasehat akademik atas segala nasehat, pengarahan, dan semangat yang diberikan kepada penulis.
3. Dosen Penguji Tugas Akhir, Elly Indahyanti, S.Si., M.Eng atas telaah 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 dan segala hal yang diberikan kepada penulis.
6. Seluruh teman-teman kimia, rekan- rekan di Laboratorium Organik dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis mengharapkan masukan, kritik dan saran yang bersifat membangun untuk lebih melengkapi penulisan skripsi ini. Penulis juga berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan bagi pembacanya.

Malang, Agustus 2014

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	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Furfural.....	4
2.2 Reaksi Kondensasi Aldol	5
2.3 <i>Batch Reactor Autoclave</i>	7
2.4 Katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃	8
2.5 Metode Pembuatan Katalis	9
2.6 Difraksi Sinar-X (DSX).....	9
2.7 Mikroskop Pemindai Elektron-Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)	10
2.8 Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)	10
2.9 Kromatografi Cair-Spektrometri Massa (KC-SM).....	11
2.10 Spektrofotometri UV-Vis	11
2.11 Spektrofotometri Inframerah	12
2.12 Hipotesis	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2 Bahan Penelitian	14
3.3 Alat Penelitian	14
3.4 Instrumentasi	14
3.5 Tahapan Penelitian	15

3.6	Prosedur Kerja.....	15
3.6.1	Isolasi dan karakterisasi furfural dari tongkol Jagung.....	15
3.6.2	Preparasi katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ dan γ -Al ₂ O ₃	15
3.6.3	Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ dan γ -Al ₂ O ₃ dengan SEM-EDX.....	16
3.6.4	Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ dan γ -Al ₂ O ₃ dengan DSX.....	17
3.6.5	Uji aktivitas katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ pada reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton tanpa pelarut.....	17
3.6.6	Uji aktivitas katalis pada reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan variasi pelarut. ...	18
3.6.7	Karakterisasi produk kondensasi aldol dengan metode spektrofotometri UV-Vis.....	18
3.6.8	Karakterisasi produk kondensasi aldol dengan metode spektrofotometri FTIR.....	19
3.6.9	Karakterisasi produk kondensasi aldol dengan metode KC-SM.....	19
3.6.10	Karakterisasi furfural isolasi dengan metode KG-SM	20
3.6.11	Analisis Data.....	20

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Isolasi dan Karakterisasi Furfural dari tongkol Jagung.....	21
4.1.1	Isolasi furfural dari tongkol jagung	21
4.1.2	Karakterisasi furfural isolasi dengan KLT, UV-Vis, FTIR dan KG-SM.....	21
4.2	Preparasi Katalis γ -Al ₂ O ₃ dan MgO/ γ -Al ₂ O ₃	24
4.2.1	Preparasi Katalis γ -Al ₂ O ₃ dan MgO/ γ -Al ₂ O ₃	24
4.2.2	Karakterisasi Katalis Menggunakan metode SEM-EDX.....	24
4.2.3	Karakterisasi Katalis Menggunakan metode DSX.....	26
4.3	Uji Aktivitas Katalis terhadap Reaksi Kondensasi Aldol dan Karakterisasinya dengan KLT dan Spektrofotometer UV-Vis.....	27
4.4	Karakterisasi Produk Reaksi Kondensasi Menggunakan Metode FTIR	32

4.5 Karakterisasi Produk Reaksi Kondensasi Menggunakan

Metode KC-SM 34

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan 40

5.2 Saran 40

DAFTAR PUSTAKA 41

LAMPIRAN 46

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1:	Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan propanal (1:1) mol dengan katalis MgO/ZrO ₂	7
Tabel 2.2:	Hasil kondensasi aldol furfural:Aseton (1:1).....	7
Tabel 2.3:	Jenis-jenis transisi energi pada berbagai gugus kromofor	12
Tabel 2.4:	Daerah serapan infra merah beberapa gugus Fungsi .	13
Tabel 4.1:	Analisis kualitatif furfural isolasi dan furfural Standart.....	21
Tabel 4.2:	Interpretasi gugus fungsi IR furfural standart.....	22
Tabel 4.3:	Komposisi unsur katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ Dan γ -Al ₂ O ₃	25
Tabel 4.4:	Nilai sudut difraksi 2 θ katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ dan γ -Al ₂ O ₃	26
Tabel 4.5:	Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan katalis MgO/ γ -Al ₂ O ₃ tanpa pelarut	28
Tabel 4.6:	Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan pelarut metanol.....	29
Tabel 4.7:	Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan pelarut air	30
Tabel 4.8 :	Data gugus fungsi furfural standar, produk E1 dan E6.....	33
Tabel 4.9 :	Data hasil karakterisasi produk kondensasi aldol dengan KC-SM.....	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1:	Struktur senyawa furfural.....	4
Gambar 2.2:	Reaksi pembentukan furfural dari pentosa.....	5
Gambar 2.3:	Kesetimbangan keto-enol pada asetaldehida.....	5
Gambar 2.4:	Reaksi kondensasi aldol dengan katalis asam atau basa.....	5
Gambar 2.5:	Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan katalis MgO/ZrO_2	6
Gambar 2.6:	Reaksi Kondensasi Aldol Furfural dan Aseton 1:1 dengan katalis MgO/ZrO_2 dan $MgO/\theta Al_2O_3$	8
Gambar 2.7:	Molekul air pada alumina	8
Gambar 4.1	Spektrum IR furfural isolasi dan furfural Standart.....	22
Gambar 4.2:	<i>Total Ionic Chromatogram (TIC)</i> dan spektra massa furfural isolasi.....	23
Gambar 4.3:	Pola fragmentasi senyawa furfural isolasi	24
Gambar 4.4:	Profil permukaan katalis pada perbesaran 1000 kali dan grafik energi (keV) (a) $\gamma-Al_2O_3$ (b) $MgO/\gamma-Al_2O_3$	25
Gambar 4.5:	Difraktogram $MgO/\gamma-Al_2O_3$ (hitam) dan $\gamma-Al_2O_3$ (merah).....	26
Gambar 4.6:	Reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton.....	28
Gambar 4.7:	Spektra UV-Vis produk kondensasi aldol	31
Gambar 4.8:	Spektra IR furfural standar dengan produk hasil kondensasi dengan pelarut air 2 jam (E1) dan 12 jam (E6)	33
Gambar 4.9:	Bilangan gelombang pada furfural dan produk kondensasi	34
Gambar 4.10:	Kromatogram produk kondensasi (a) furfural standart (b) E1 (c) E2 (d) E3 (e) E4 (f) E5 (g) E6(h)	35
Gambar 4.11:	Fragmentasi senyawa 4-furanil-3-butena-2-keton (P1).....	37
Gambar 4.12:	Isomer senyawa 4-furanil-3-butena-2-keton	37
Gambar 4.13:	Grafik hubungan kadar (furfural dan produk) dengan waktu reaksi	38
Gambar 4.14:	Perbesaran m/z 97 produk (a) E5 (b) E6	39
Gambar 4.15:	Prediksi resonansi furfural.....	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Skema Kerja

A.1 Tahapan Penelitian.....	46
A.2 Isolasi Furfural dari Tongkol Jagung.....	47
A.3 Karakterisasi Furfural isolasi Menggunakan Metode KLT	48
A.4 Karakterisasi Furfural Isolasi dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis	48
A.5 Karakterisasi Furfural isolasi Menggunakan Metode Spektrofotometri FTIR	49
A.6 Karakterisasi Furfural Isolasi Menggunakan Metode KG-SM	49
A.7 Preparasi Katalis $MgO/\gamma-Al_2O_3$	50
A.8 Preparasi Katalis $\gamma-Al_2O_3$	50
A.9 Karakterisasi Katalis Menggunakan SEM-EDX.....	51
A.10 Karakterisasi Katalis Menggunakan DSX	51
A.11 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton menggunakan metode <i>Oil Batch Reactor Autoclave</i> (Tanpa Pelarut)	52
A.12 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton menggunakan metode <i>Oil Batch Reactor Autoclave</i> (Variasi Pelarut).....	53
A.13 Karakterisasi Produk Kondensasi Menggunakan Metode KLT	54
A.14 Karakterisasi Produk Kondensasi Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis	54
A.15 Karakterisasi Produk Kondensasi Menggunakan Metode Spektrofotometri FTIR	55
A.16 Karakterisasi Produk Kondensasi dengan KC-SM	55

Lampiran B Perhitungan

B.1 Pengenceran H_2SO_4 98% Menjadi H_2SO_4 10%.....	56
B.2 Rendemen dan Massa Jenis Furfural Isolasi	56
B.3 Perhitungan Analisis KG-SM Furfural Isolasi.....	56
B.4 Preparasi Katalis $MgO/\gamma-Al_2O_3$	57
B.5 Reaktan Reaksi Kondensasi Aldol.....	57
B.6 Persen Massa Produk Kondensasi	58

Lampiran C Mekanisme Reaksi	
C.1 Mekanisme Reaksi Pembentukan Furfural.....	60
C.2 Mekanisme Reaksi Kondensasi antara Furfural dan Aseton.....	61
C.3 Reaksi Pembentukan Katalis $MgO/\gamma-Al_2O_3$	62
Lampiran D Data Hasil Karakterisasi	
D.1 Hasil KLT Furfural dan Produk Kondensasi	62
D.1.1 Hasil KLT FS dan FI	62
D.1.2 Hasil KLT produk kondensasi aldol tanpa pelarut	62
D.1.3 Hasil KLT produk kondensasi aldol dengan pelarut metanol.....	62
D.1.4 Hasil KLT Hasil KLT produk kondensasi aldol dengan pelarut air	63
D.2 Hasil UV-Vis Furfural dan Produk Kondensasi	63
D.2.1 Hasil UV-Vis furfural standart	63
D.2.2 Hasil UV-Vis furfural isolasi	63
D.2.3 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (tanpa pelarut)	64
D.2.4 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (pelarut metanol)	67
D.2.5 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (pelarut air).....	70
D.3 Hasil KC-SM Produk Kondensasi Aldol.....	74
D.4 Hasil FT-IR Furfural Isolasi	77
D.5 Hasil DSX Katalis	77
D.5.1 Hasil DSX $MgO/\gamma-Al_2O_3$	77
D.5.2 Hasil DSX $\gamma-Al_2O_3$	78
D.6 Hasil SEM-EDX Katalis.....	78
D.6.1 Hasil SEM-EDX $MgO/\gamma-Al_2O_3$	78
D.6.2 Hasil SEM-EDX $\gamma-Al_2O_3$	79
Lampiran E Dokumentasi Penelitian	
E.1 Isolasi Furfural dari Tongkol Jagung	81
E.2 Preparasi Katalis.....	81
E.3 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton.....	82
E.4 Karakterisasi Produk Kondensasi.....	82

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Salah satu permasalahan yang sedang dihadapi sebagian besar negara saat ini adalah ketersediaan sumber energi yang kian menipis. Salah satu penyebab krisis tersebut adalah meningkatnya kebutuhan energi seiring dengan semakin pesatnya pertumbuhan industri dan ekonomi di dunia. Sumber energi di dunia saat ini masih didominasi oleh energi fosil seperti minyak bumi, batu bara dan gas alam yang merupakan sumber energi tidak terbarukan [1]. Kesadaran akan masalah tersebut mendorong berbagai riset untuk menemukan sumber energi alternatif dari bahan yang melimpah yang bersifat kontinu (dapat diperbaharui) dan ramah lingkungan.

Salah satu energi alternatif yang sedang berkembang saat ini adalah biofuel. Biofuel merupakan bahan bakar baik padatan, cairan ataupun gas yang dihasilkan dari konversi biomassa yang bersifat dapat diperbaharui serta ramah lingkungan. Indonesia sebagai negara agraris memiliki potensi untuk mengembangkan bahan bakar berbasis biomassa ini. Limbah pertanian seperti tongkol jagung merupakan sumber biomassa yang mengandung pentosan cukup tinggi yaitu sekitar 30-32% yang berpotensi untuk dikonversi menjadi bahan kimia furfural melalui proses hidrolisis [2].

Furfural merupakan zat cair tidak berwarna yang memiliki rumus molekul $C_5H_4O_2$ dan sering digunakan sebagai bahan baku pembuatan senyawa-senyawa furan, tetrahidrofuran serta bahan baku dalam industri karet sintetik. Furfural dapat dijadikan sebagai sumber biofuel dengan cara memperpanjang rantai karbon melalui reaksi kondensasi aldol (*Claisen-Schmidt reaction*). Hasil reaksi kondensasi akan memiliki rantai karbon antara $C_8 - C_{15}$ yang berpotensi menjadi bahan bakar diesel [3]. Untuk mempercepat reaksi kondensasi dapat digunakan katalis heterogen. Katalis heterogen memiliki beberapa keunggulan jika dibandingkan dengan katalis homogen, diantaranya adalah kemudahan untuk dapat dipisahkan dari campuran reaksinya dan kestabilannya terhadap perlakuan suhu [4].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Shen [5], perpanjangan rantai melalui reaksi kondensasi aldol antara furfural dan propanol dengan perbandingan 1:1 menggunakan pelarut metanol/air 1:1 serta katalis MgO/ZrO_2 pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 16

jam, dialiri gas Helium hingga bertekanan 11,5 atm dengan metode *batch reactor* diperoleh persentase konversi furfural sebesar 66%. Penelitian lain oleh Faba [6] menyebutkan reaksi kondensasi aldol antara furfural dengan aseton 1:1 suhu 50 °C selama 24 jam dengan katalis $\text{MgO}/\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ tanpa menggunakan pelarut pada *batch reactor autoclave* yang dialiri gas N_2 hingga bertekanan 9,8 atm menghasilkan 31,3% senyawa FA (4-furanil-3-butena-2-on) dan 42,9% senyawa F_2A (1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on).

Berdasarkan penelitian-penelitian di atas, penggunaan katalis, pelarut dan waktu reaksi berpengaruh terhadap hasil reaksi. Pada penelitian ini dilakukan reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton 1:1 dengan katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada berbagai variasi pelarut dan waktu reaksi menggunakan metode *oil batch reactor autoclave*. Aktivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ juga akan dibandingkan dengan MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Karakterisasi katalis dilakukan dengan Difraksi Sinar-X (DSX) dan Mikroskop Pemindai Elektron-Spektrometri-Energi Dispersi Sinar-X (SEM-EDX). Sedangkan produk kondensasi akan dikarakterisasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), FT-IR, UV-Vis, Kromatografi Cair-Spektrometer Massa (KC-SM).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan masalah penelitian sebagai berikut:

1. Bagaimana aktivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibandingkan dengan katalis MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan metode *oil batch reactor autoclave*?
2. Bagaimana selektivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibandingkan dengan katalis MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam pembentukan produk kondensasi aldol?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah di atas, penelitian ini dibatasi oleh variabel sebagai berikut:

1. Katalis yang digunakan adalah $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
2. Karakterisasi katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan menggunakan DSX dan SEM-EDX

3. Karakterisasi senyawa produk hasil reaksi kondensasi dilakukan dengan KLT, UV-Vis, FT-IR, KC-SM.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui aktivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibandingkan dengan katalis MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan metode *oil batch reactor autoclave*.
2. Mengetahui selektivitas dari katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibandingkan dengan katalis MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam pembentukan produk kondensasi aldol.

1.5 Manfaat Penelitian

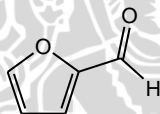
Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi tentang pengelolaan limbah pertanian khususnya tongkol jagung yang dapat dikonversi menjadi senyawa kimia furfural sebagai bahan dasar pembuatan bioenergi.
2. Memberikan informasi ilmiah mengenai reaksi perpanjangan rantai karbon furfural dengan kondensasi aldol pada berbagai variasi waktu dan pelarut dengan menggunakan katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Furfural

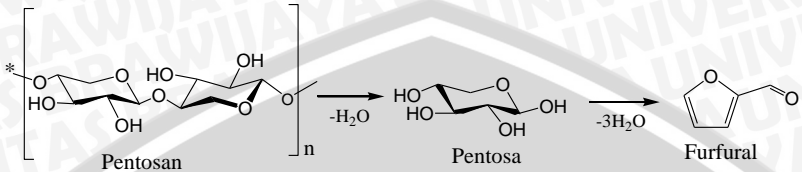
Furfural merupakan senyawa organik yang terdiri dari cincin furan heteroaromatik dan gugus fungsi aldehid dengan rumus molekul $C_5H_4O_2$. Senyawa ini sering disebut dengan 2-furankarboksaldehid, furanaldehid, 2-furfuraldehid dan furaldehid. Furfural memiliki fase cair berwarna kuning hingga kecoklatan, titik didihnya $161,5\text{ }^\circ\text{C}$, berat molekul sebesar $96,086\text{ g/mol}$, memiliki densitas $1,16\text{ g/cm}^3$ pada suhu $20\text{ }^\circ\text{C}$, bersifat kurang larut dalam air namun larut dalam alkohol, eter dan benzena [7]. Furfural diperoleh dari bahan lignoselulosa limbah pertanian yang mengandung pentosan seperti tongkol jagung, sekam padi, ampas tebu dan biji kapas [8]. Rumus struktur furfural dapat dilihat pada **Gambar 2.1** [7].



Gambar 2.1: Struktur senyawa furfural

Furfural diidentifikasi sebagai bahan kimia berbasis biomassa yang bernilai tinggi. Pada umumnya furfural digunakan sebagai pelarut selektif untuk pemurnian minyak pelumas, bahan bakar diesel, bahan baku antara (intermediet) dalam pembuatan pelarut tetrahidrofuran (THF), metil tetrahidrofuran (MeTHF), furfural alkohol, bahan pembuatan plastik dan bahan pembantu dalam industri karet sintesis [9].

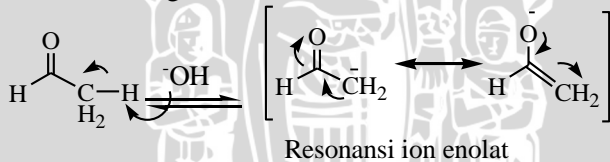
Produksi furfural secara komersial saat ini dilakukan dengan metode hidrolisis asam secara konvensional ataupun dalam suatu reaktor *batch*. Hidrolisis meliputi proses pemecahan polisakarida di dalam biomassa lignoselulosa, yaitu selulosa dan hemiselulosa menjadi monomer gula penyusunnya [10]. Katalis asam yang umum digunakan dalam hidrolisis ini seperti asam sulfat (H_2SO_4) dan asam klorida (HCl). Hidrolisis dengan menggunakan H_2SO_4 mampu menghasilkan rendemen yang lebih besar dibandingkan HCl [11]. Reaksi pembentukan furfural dapat dilihat pada **Gambar 2.2** [12].



Gambar 2.2: Reaksi pembentukan furfural dari pentosan

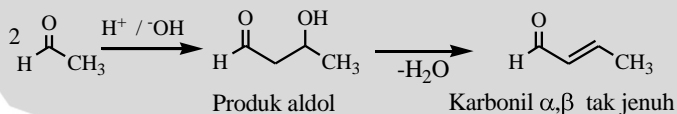
2.2 Reaksi Kondensasi Aldol

Kondensasi aldol adalah reaksi antara dua molekul aldehida atau 2 molekul keton membentuk senyawa aldol yang mengandung gugus aldehida (karbonil) dan alkohol (OH) dan berlangsung dalam suasana asam atau basa. Reaksi kondensasi aldol dapat terjadi terus-menerus dimana dua molekul atau lebih bergabung menjadi satu molekul yang lebih besar dengan atau tanpa hilangnya suatu molekul kecil (seperti air). Reaksi kondensasi aldol hanya akan terjadi jika salah satu aldehid atau keton yang bereaksi mempunyai H_{α} [13]. Keasaman H_{α} akan semakin meningkat sebagai akibat penarikan elektron oleh gugus karbonil sehingga kerapatan elektron pada atom karbon α semakin berkurang dan ikatannya semakin lemah. Jika dalam reaksi terdapat suatu katalis basa maka akan terjadi eliminasi H_{α} menghasilkan ion enolat (**Gambar 2.3**). Sedangkan dengan katalis asam akan menghasilkan ion enol [14].



Gambar 2.3: Kestimbangan keto-enol pada asetaldehida

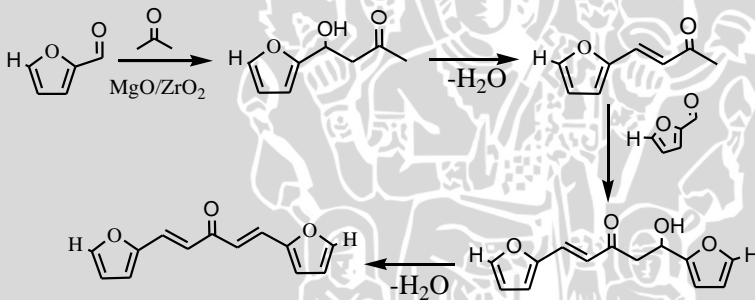
Reaksi kondensasi aldol dengan menggunakan katalis basa maupun asam ditunjukkan pada **Gambar 2.4** [15]:



Gambar 2.4: Reaksi kondensasi aldol dengan katalis asam atau basa

Kondensasi aldol dibedakan menjadi beberapa jenis yaitu kondensasi aldol sederhana, kondensasi aldol silang, dan kondensasi *Claisen Schmidt*. Reaksi kondensasi aldol sederhana adalah gabungan dari dua molekul yang sama (aldehid-aldehid atau keton-keton) dengan adanya suatu katalis basa. Reaksi kondensasi aldol silang merupakan gabungan dari dua molekul karbonil yang berbeda. Sedangkan reaksi kondensasi aldol *Claisen-Schmidt* merupakan reaksi antara aldehida aromatis dan senyawa alkil keton atau aril keton [17].

Furfural merupakan senyawa aldehid yang tidak mempunyai H- α . Perpanjangan rantai karbon pada furfural dapat dilakukan dengan prinsip reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt*. Furfural direaksikan dengan aseton yang mempunyai H α akan membentuk turunan β -hidroksi karbonil yang kemudian diikuti dengan dehidrasi menghasilkan β -karbonil tak jenuh [18]. Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton ditunjukkan pada **Gambar 2.5** [5]:



Gambar 2.5: Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan katalis MgO/ZrO₂

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Shen [5], reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan perbandingan mol 1:1 menggunakan pelarut air dan metanol (perbandingan volume 1:1). Reaksi kondensasi berlangsung dengan menggunakan 15 mg katalis MgO/ZrO₂ pada suhu 120 °C selama 24 jam ditunjukkan pada **Tabel 2.1** [5].

Tabel 2.1: Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan propanal (1:1) mol dengan katalis MgO/ZrO₂

Waktu reaksi (jam)	Konversi furfural (%)	Distribusi Produk (%)	
		Monomer	Dimer
2	11,4	85,9	14,1
4	20,4	81,8	18,2
6	24,9	76,7	23,4
10	30,9	69,6	30,1

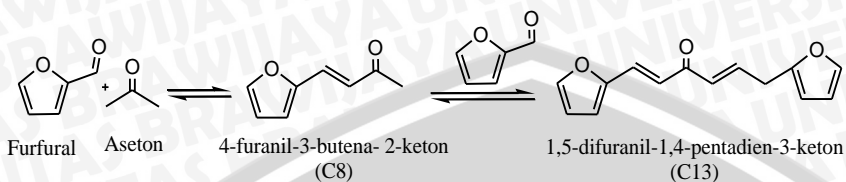
2.3 Batch Reactor Autoclave

Reactor autoclave merupakan reaktor pemanas tertutup untuk produksi berkapasitas kecil, misalnya dalam proses pelarutan padatan, pencampuran produk, dan reaksi kimia dengan adanya pengaruh tekanan dan temperatur pada keadaan vakum. Adanya tekanan dan temperatur pada sistem autoclave menjadi faktor utama perubahan bahan organik. Kelarutan senyawa organik akan semakin besar seiring dengan meningkatnya temperatur dan tekanan [20].

Penelitian oleh Faba menyebutkan reaksi kondensasi aldol antara furfural dengan aseton 1:1 pada suhu 50 °C selama 24 jam dengan katalis MgO/θAl₂O₃ dan MgO/ZrO₂ pada *batch reactor autoclave* dan dialiri gas N₂ hingga bertekanan 9,8 atm yang ditunjukkan pada **Tabel 2.2** dan reaksinya yang ditunjukkan pada **Gambar 2.6** [6].

Tabel 2.2: Hasil kondensasi aldol furfural : aseton (1:1) dengan katalis MgO/θAl₂O₃ dan MgO/ZrO₂

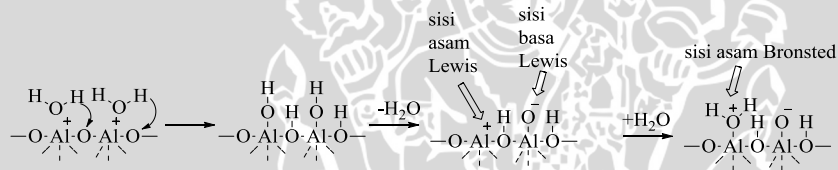
Katalis		Selektivitas	
		C ₈	C ₁₃
MgO/θAl ₂ O ₃	Katalis yang belum pernah digunakan	31,3%	42,9%
	Katalis re-generasi	3,4%	0,6%
MgO/ZrO ₂	Katalis yang belum pernah digunakan	14,7%	61,5%
	Katalis re-generasi	11,9%	2,9%



Gambar 2.6: Reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton 1:1 dengan katalis MgO/ZrO_2 dan $\text{MgO}/\theta\text{Al}_2\text{O}_3$

2.4 Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Senyawa oksida $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ merupakan jenis alumina aktif yang banyak digunakan sebagai adsorben, katalis serta pendukung katalis karena mempunyai luas permukaan yang besar (sekitar 200 sampai $350 \text{ m}^2/\text{g}$), volume pori yang besar ($0,5\text{-}1 \text{ cm}^3/\text{g}$) dan relatif stabil pada berbagai rentang suhu untuk reaksi katalitik. Sisi aktif $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berasal dari pelepasan molekul air permukaan alumina sebagaimana disajikan dalam **Gambar 2.7** [21].



Gambar 2.7: Molekul air pada alumina

Senyawa oksida MgO dapat diimbangkan pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebagai katalis padatan. Tujuan menambahkan oksida MgO kedalam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ untuk meningkatkan sifat basa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Situs basa pada oksida MgO disebabkan karena adanya pasangan ion Mg^{2+} dan O^{2-} . Dimana ion logam positif memiliki sifat asam lewis dan ion oksigen negatif memiliki sifat basa bronsted [22].

Metode pengembanan oksida MgO pada penyangga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat dilakukan dengan impregnasi kering (*dry impregnation*) dan impregnasi basah (*wet impregnation*). Pada impregnasi kering, volume larutan prekursor yang digunakan lebih kecil 1,2 kali volume pori penyangga. Sedangkan pada impregnasi basah, volume larutan prekursor yang digunakan lebih besar 1,5 kali volume pori penyangga [23].

2.5 Metode Pembuatan Katalis

Metode pembuatan katalis yang umum digunakan adalah impregnasi basah (*wet impregnation*) karena mudah dilakukan dibandingkan dengan impregnasi kering (*dry impregnation*) [23]. Impregnasi dilakukan dengan cara perendaman pengemban pada larutan prekursor melalui pengadukan selama 24 jam. Tahapan yang dilakukan setelah impregnasi adalah pengeringan dan kalsinasi. Pengeringan bertujuan untuk menghilangkan kandungan H₂O di dalam katalis sehingga garam logam dapat mengedap pada permukaan pori penyangga. Temperatur yang digunakan untuk pengeringan katalis berkisar antara 110-200 °C. Sedangkan proses kalsinasi bertujuan untuk mendekomposisi garam menjadi bentuk oksidanya, meningkatkan stabilitas mekanik katalis dan menghilangkan kandungan H₂O yang masih tersisa. Temperatur kalsinasi yang biasa digunakan berkisar 400-650 °C [24].

2.6 Difraksi Sinar-X (DSX)

Spektroskopi difraksi sinar-X (DSX) merupakan metode yang digunakan untuk mengidentifikasi ukuran serta menentukan sifat kristal dari suatu katalis dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-x. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (2.1) [25]:

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

dimana:

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

d: Jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan

λ: Panjang gelombang radiasi sinar-X

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi [25].

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Faba (2012) [6] analisis kristal dari katalis MgO/θ-Al₂O₃ dengan X-Ray Difraktometer Philips PW 1710 menggunakan sumber radiasi Cu/Kα

($\lambda = 0,154 \text{ nm}$) dan intensitas difraksi antara $5^\circ - 85^\circ$. Dari hasil XRD tersebut didapatkan nilai sudut difraksi θ - Al_2O_3 JCPDC 01-086-1410 ($2\theta = 32^\circ, 35^\circ, 48^\circ$ dan 67°). Sedangkan sudut difraksi MgO adalah $32^\circ, 35^\circ, 84^\circ$ dan 67° [6].

2.7 Mikroskop Pemindai Elektron - Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)

Mikroskop Pemindai Elektron (SEM) merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan mikro struktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) permukaan benda padat. Sedangkan penentuan komposisi unsur senyawa ditentukan dengan EDX melalui analisis sinar X yang dipancarkan oleh materi [26].

Prinsip kerja SEM-EDX adalah dengan menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Namun terdapat satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM akan mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberikan informasi tentang profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan [27].

Selain itu pada saat terjadi tumbukan berkas elektron (akibat penembakan energi pada sampel), elektron akan menghasilkan emisi sinar-X yang merupakan karakteristik dari atom-atom sampel. Energi dari sinar-X dapat digunakan untuk identifikasi unsur-unsur dalam sampel [27].

2. 8 Kromatografi Gas-Spektrofotometri Massa (KG-SM)

Kromatografi Gas-Spektrofotometri Massa (KG-SM) adalah salah satu analisis kuantitatif yang merupakan perpaduan dari kromatografi gas dan spektroskopi massa. Dalam KG-SM, senyawa yang telah dipisahkan oleh kromatografi gas akan dideteksi atau dianalisis dengan spektroskopi massa [28].

Secara umum prinsip kerja pada KG-SM adalah sampel diinjeksi pada aliran fasa gerak dan selanjutnya sampel akan dibawa melalui kolom kapiler. Komponen sampel akan terpisah berdasarkan kemampuannya untuk terdistribusi dalam fasa gerak dan

fasa diam. Kolom kromatografi gas terhubung secara langsung pada ruang ionisasi spektrometer massa. Pada ruang ionisasi semua molekul (termasuk gas pembawa, pelarut, dan solut) akan terionisasi dan ion dipisahkan berdasarkan massa dan rasio muatannya. Setiap solut mengalami fragmentasi yang khas (karakteristik) menjadi ion yang lebih kecil. Beberapa ion akan menunjukkan masing-masing unit massa/muatan yang terekam sebagai spektrum massa [28,29].

Berdasarkan penelitian oleh Sashikala (2007) [30] analisis furfural dengan KG-SM menghasilkan peak adsorpsi m/z 96,03 pada waktu retensi 4,60 menit. Sedangkan penelitian yang dilakukan Sadaba (2012) [3] analisis KG-SM hasil reaksi kondensasi aldol antara furfural dengan aseton dengan katalis Mg-Zr menghasilkan FA-OH (4-furanil-4-hidroksi-2-butanon) dengan *peak* adsorpsi m/z 154,08 ; 111,07 ; 96,96 ; 69,03 dan 42,82. Sedangkan senyawa F₂A (1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-keton) dengan *peak* adsorpsi m/z 214,5 ; 186,02 ; 157,05 ; 120,85 ; 92,77 ; 64,95 ; dan 38,75.

2.9 Kromatografi Cair – Spektrometer Massa (KC-SM)

Metode KC-SM merupakan metode pemisahan beberapa senyawa berdasarkan kepolarannya. Pemisahan analit terjadi di dalam kolom yang kemudian akan masuk ke detektor massa. Di dalam detektor ini, analit akan mengalami ionisasi menjadi ion dalam fase gas. Ion-ion tersebut akan terpisah berdasarkan rasio *mass to charge* (m/z) dan akan terdeteksi berdasarkan kelimpahan masing-masing ion [31].

Salah satu metode ionisasi dalam spektrometer massa adalah *electrospray* (ESI). Prinsip kerja metode ini adalah terbentuknya droplet campuran pelarut dan analit yang bermuatan listrik karena dilewatkan melalui celah sempit yang berpotensi listrik tinggi (4-5 kV). Metode ESI dapat menggunakan pilihan pengionan positif atau negatif. Pengionan positif akan membuat analit mengalami protonasi atau menjadi kation, sedangkan pengionan negatif akan membuat analit mengalami deprotonasi atau menjadi anion. Kation-kation yang sering terbentuk dalam metode ESI adalah ion pseudomolekul hasil adisi antara analit dengan proton (H^+). Oleh karena itu, nilai m/z dalam spektra akan bernilai $(M + H)^+$ dengan M adalah bobot molekul analit [31].

2.10 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode pengukuran absorbansi energi cahaya oleh sistem kimia pada panjang gelombang antara 200 nm- 800 nm. Spektrum absorpsi ultraviolet meliputi daerah ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm). Penyerapan sinar tampak atau ultraviolet oleh suatu molekul dapat menyebabkan eksitasi elektron dalam orbital molekul tersebut dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Gugus fungsi atau senyawa yang dapat mengabsorpsi radiasi elektromagnetik di daerah panjang gelombang ultraviolet dan sinar tampak dikenal dengan sebutan gugus kromofor [32]. Jenis-jenis transisi energi yang terjadi pada berbagai gugus kromofor ditunjukkan pada **Tabel 2.3** [33].

Tabel 2.3: Jenis transisi energi pada berbagai gugus kromofor[33]

Gugus Kromofor	Jenis Transisi Energi
Alkana, Alkohol, Eter,	$n \rightarrow \sigma^*$
Amina, Sulfur	$n \rightarrow \sigma^*$
Alkena dan Alkuna	$\pi \rightarrow \pi^*$
Senyawa Karbonil	$n \rightarrow \pi^*$

2.11 Spektrofotometri Inframerah

Spektrofotometri inframerah merupakan salah satu analisa kuantitatif yang digunakan untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa organik dan untuk mengetahui informasi struktur suatu senyawa organik dengan membandingkan daerah sidik jarinya. Di dalam spektroskopi inframerah, seringkali frekuensi dinyatakan dalam bentuk bilangan gelombang. Rentang bilangan gelombang pada spektroskopi inframerah adalah antara 4600cm^{-1} hingga 400cm^{-1} . Radiasi inframerah akan menghasilkan energi yang menyebabkan terjadinya vibrasi atau getaran pada molekul [35].

Tabel 2.4: Daerah serapan infra merah beberapa gugus fungsi

Gugus fungsi	Daerah frekuensi (cm ¹)	Jenis vibrasi
C=O (aldehid)	1685-1666 1725-1810	C=O <i>stretch</i> terkonjugasi C=O <i>stretch</i>
C-H (aldehid)	2830-2810 dan 2740-2720	<i>Fermi doblet</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	=C-H <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	C-H <i>stretch</i> dalam C sp ³
C-H (alkena)	3090-3070	C-H <i>stretch</i> dalam C sp ²

2.12 Hipotesis

Katalis MgO, γ -Al₂O₃ dan MgO/ γ -Al₂O₃ dapat digunakan untuk reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan metode metode *oil Batch Reactor Autoclave*. Produk yang dimungkinkan akan terbentuk adalah 4-furanil-3-butena-2-on (FA) dan 1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on (F₂A).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya. Pelaksanaan penelitian dilakukan selama 6 bulan yaitu mulai bulan Februari sampai Juli 2014.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi tongkol jagung, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ MERCK, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ MERCK, asam sulfat (H_2SO_4) *pro-analysis* SmartLAB 98%, Natrium Klorida (NaCl) teknis, kloroform MERCK, furfural ($\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_2$) standar SIGMA-ALDRICH, Natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4) MERCK, aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) MERCK, metanol (CH_3OH) MERCK, magnesium oksida (MgO) teknis, aqua demineralisasi (H_2O) HYDROBAT, diklorometana (CH_2Cl_2), n-hexana (C_6H_{14}) teknis, etil asetat ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$) teknis, gas nitrogen, silika gel (SiO_2) MERCK dan pasir laut *extra pure* MERCK.

3.3 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat destilasi sederhana, corong pisah 250 mL, rotary evaporator vakum IKA, labu evaporasi 250 mL, labu ukur 100 mL, gelas kimia 250 mL, spatula, pipet tetes, pipet ukur 10 mL, reaktor autoclave modifikasi, tanur modifikasi, seperangkat alat uji kromatografi lapis tipis (KLT) dan oven Memmert.

3.4 Instrumentasi

Instrumentasi yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitik *Ohaus Precision Advanced*, Spektrofotometri UV-Visibel *double beam* Shimadzu 1601, FT-IR Shimadzu 8400S, Kromatografi Cair - Spektrometer Massa (KC-SM) TSQ Quantum ACCES MAX, Kromatografi Gas - Spektrometer Massa (KG-MS) QP 2010S, *X-ray diffraction* (XRD) E'Xpert PRO PanAlytical, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) HITACHI TM3000 yang dilengkapi dengan *Energy-Dispersive X-ray Spectrometer* (EDX) SWIFT ED3000.

3.5 Tahapan Penelitian

Tahapan kerja pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Isolasi furfural dari tongkol jagung
2. Karakterisasi furfural hasil isolasi dengan KG-SM
3. Preparasi Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
4. Karakterisasi katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode SEM-EDX dan XRD.
5. Uji aktivitas katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap reaksi kondensasi dengan variasi pelarut menggunakan metode *oil batch reactor autoclave*.
6. Karakterisasi produk hasil reaksi kondensasi menggunakan KLT, spektrofotometer UV-Visible, FT-IR, KC-SM.
7. Analisa Data.

3.6 Prosedur Kerja

3.6.1 Isolasi furfural dari tongkol jagung

Tongkol jagung dibersihkan, dipotong kecil-kecil dan dikering anginkan. Kemudian tongkol jagung yang sudah kering digiling hingga menjadi serbuk. Selanjutnya dilakukan proses hidrolisis asam dengan cara sebanyak 50 gram serbuk tongkol jagung dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Kemudian ditambahkan dengan 62,5 gram NaCl dan 250 mL larutan H_2SO_4 10 % dan diaduk hingga homogen. Larutan dihidrolisis 5 jam dan diamati suhunya. Setelah suhu mencapai sekitar 100 °C, diperoleh campuran uap air dan furfural yang akan menetes ke dalam corong pisah. Lapisan organik dipisahkan dan dikeringan dengan Na_2SO_4 anhidrat selanjutnya dimasukkan ke dalam botol vial. Lapisan air diekstraksi cair-cair dengan penambahan 10 mL kloroform untuk memisahkan furfural dalam campuran tersebut sehingga diperoleh lapisan bawah berupa furfural dalam kloroform sedangkan lapisan atas berupa air. Selanjutnya lapisan organik dievaporasi untuk menghilangkan kandungan kloroform dan dimurnikan dengan dialiri gas Nitrogen. Furfural yang diperoleh dikarakterisasi kualitatif dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen etil asetat : n-heksana 9:1 serta uji kuantitatif dengan KG-SM.

3.6.2 Preparasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃

Impregnasi Mg ke permukaan γ -Al₂O₃ dilakukan dengan cara menimbang 15,81 gram padatan Mg(NO₃)₂·6H₂O. Kemudian dilarutkan dalam metanol dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan ditambahkan γ -Al₂O₃ sebanyak 8,5 gram. Larutan distirer selama 24 jam dalam suhu ruang dengan pelarut metanol. Setelah itu sisa metanol diuapkan dengan evaporator pada suhu 35 °C selama 1 jam. Padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 110 °C selama 3 jam. Katalis dikalsinasi pada suhu 650 °C sambil dialiri gas Nitrogen dengan kecepatan alir 30 cm³ min⁻¹ selama 5 jam. Sebagai katalis pembanding, dilakukan juga kalsinasi terhadap γ -Al₂O₃ dengan metode yang sama.

3.6.3 Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ dengan Mikroskop Pemindai Elektron - Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)

Analisis katalis dengan metode SEM-EDX dilakukan beberapa tahap. Pertama, sampel diletakkan pada kaca preparat yang dilekatkan dengan selotip. Kemudian kaca preparat diletakan pada *sample holder* dan dimasukkan dalam Qourum Q150R S untuk pelapisan konduktif sampel dengan logam Au. Hal ini bertujuan mempersiapkan lapisan ultra tipis dari permukaan spesimen yang akan diamati. Selanjutnya sampel dimasukkan dalam alat pengujian SEM dan terjadi penembakan energi (dengan sumber elektron 15Kv) pada sampel. Pantulan elektron dari tumbukan dengan sampel akan dianalisis sebagai gambar struktur mikro dan juga dalam bentuk grafik nilai energi (KeV) oleh EDX sehingga dapat diketahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel. Spesifikasi SEM HITACHI TM3000 yang digunakan adalah sebagai berikut:

Perbesaran	: 5000x
Sumber elektron	: 15kV
Lebar gambar	: 32,1 μ m
Waktu akusisi	: 100 s

Spesifikasi alat EDX yang digunakan adalah sebagai berikut :

Tipe Detektor	: Detektor silikon
Area Deteksi	: 30 mm ²
Resolusi Energi	: 161 eV
Resolusi	: 256 x 192 pixels

3.6.4 Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ dengan Difraksi Sinar-X (DSX)

Karakterisasi katalis dilakukan dengan spektroskopi XRD menggunakan radiasi Cu-K α ($\alpha = 1.54056 \text{ \AA}$). Tabung X-ray dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. Tahap pertama yang dilakukan analisa pemeriksaan terhadap katalis MgO/ γ -Al₂O₃ yang belum diketahui strukturnya. Analisis dilakukan dengan cara sampel ditembak dengan sinar X pada panjang gelombang tertentu sehingga diperoleh data output kuantitas intensitas difraksi dan sudut-sudut difraksi (2θ) dari katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ dalam bentuk kurva. Sudut nilai difraksi yang terukur dibandingkan dengan sudut difraksi standart teoritis Data standar dapat diperoleh melalui Joint Committee of Powder Diffraction Standart (JCPDS).

Spesifikasi XRD PanAlytical X'pert Pro yang digunakan adalah tabung anoda Cu (menghasilkan radiasi sinar-X Cu-K α / $\alpha : 1.54056 \text{ \AA}$), *Scanning rate* : 0,02°/s dan Jarak kisaran sudut difraksi: 10° – 90°.

3.6.5 Uji aktivitas katalis MgO/ γ -Al₂O₃ pada reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton tanpa menggunakan pelarut dengan metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

Reaksi kondensasi aldol berlangsung pada autoclave dengan daya tampung larutan sebesar 10 mL. Larutan organik yang digunakan adalah furfural dan aseton dengan pebandingan 1:1 mmol. Sedangkan katalis yang digunakan adalah MgO/ γ -Al₂O₃. Reaksi dilakukan dengan menimbang katalis sebanyak 0,4 gram dan dimasukkan ke dalam reaktor autoclave. Kemudian ditambahkan furfural sebanyak 1 mL (12,1 mmol ; 1,16 gram) dan aseton 0,9 mL (12,1 mmol ; 0,702 gram). Sebelum reaksi kondensasi dimulai, reaktor dialiri gas N₂ hingga bertekanan 2,5 atm. Reaksi kondensasi aldol dilakukan pada suhu 80 °C dengan variasi waktu 2,4,6,8,10 dan 12 jam dengan sistem *oil batch*. Produk hasil kondensasi diuji kualitatif dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dan spektrofotometri UV-Visible.

3.6.6 Uji aktivitas katalis MgO/ γ -Al₂O₃, MgO dan γ -Al₂O₃ pada reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton menggunakan variasi pelarut dengan metode *Oil Batch Reactor Autoclave*

Reaksi kondensasi aldol dilakukan dengan variasi pelarut yaitu metanol dan air. Sedangkan katalis yang digunakan adalah MgO/ γ -Al₂O₃, MgO dan γ -Al₂O₃. Reaksi ini diawali dengan menimbang katalis sebanyak 0,4 gram kemudian dipanaskan dalam oven dengan suhu 150 °C selama 1 jam. Selanjutnya katalis dimasukkan ke dalam reaktor autoclave dan ditambahkan furfural sebanyak 1 mL (12,1 mmol ; 1,16 gram) dan aseton 0,9 mL (12,1 mmol ; 0,702 gram) serta pelarut sebanyak 5 mL. Sebelum reaksi kondensasi dilakukan, reaktor dialiri dengan gas N₂ hingga bertekanan 2,5 atm. Reaksi kondensasi aldol dilakukan pada suhu 80 °C dengan variasi waktu 2, 4, 6, 8, 10, 12 dan 24 jam. Sesudah reaksi selesai, sampel disaring dan pelarut diuapkan dengan *rotary evaporator vacum*. Produk hasil kondensasi diuji dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), spektrofotometri UV-Vis, spektrofotometri FT-IR dan KC-SM.

3.6.7 Karakterisasi senyawa hasil reaksi kondensasi aldol dengan spektrofotometer UV-Vis

Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis *double beam* dilakukan terhadap produk kondensasi aldol secara kuantitatif melalui beberapa tahap, yaitu:

Pengenceran 1 : sampel ditimbang dengan massa 0,01 – 0,02 mg, kemudian diencerkan dalam 10 mL metanol.

Pengenceran 2 : larutan dari pengenceran 1, dipipet 100 – 150 μ L dan dilarutkan dalam 10 mL metanol.

Pengenceran 3 : larutan dari pengenceran 2, dipipet 100 μ L dan dilarutkan dalam 10 mL metanol.

Dari hasil pengenceran tersebut, diperoleh konsentrasi pada masing-masing produk sebesar 0.1 – 0,5 ppm.

Pengukuran dengan spektrofotometri UV-Vis diawali dengan *baseline* pelarut metanol pada panjang gelombang 200-600 nm. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi dan panjang gelombang maksimal pada tiap sampel dengan range panjang gelombang 200-600 nm. Setiap pergantian pengukuran sampel, sebelumnya harus dilakukan *baseline* terlebih dahulu. 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

3.6.8 Karakterisasi senyawa hasil reaksi kondensasi aldol dengan spektrofotometer FT-IR

Karakterisasi dengan spektrofotometer FT-IR dilakukan terhadap produk kondensasi aldol dengan cara meneteskan sampel pada pellet KBr yang berada di dalam *sample holder*. Selanjutnya sampel di *press* hingga terbentuk lapisan tipis. Sampel ini diletakkan pada pemegang *sample holder* dan dimasukkan ke dalam ruang sampel pada spektrofotometer FT-IR. Sampel akan diidentifikasi dengan tembakan infra merah sehingga akan 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	: Pellet KBr

3.6.9 Karakterisasi senyawa hasil reaksi kondensasi aldol dengan Kromatografi Cair - Spektrometer Massa (KC-SM)

Karakterisasi dengan KC-SM dilakukan terhadap senyawa hasil reaksi kondensasi aldol yang menghasilkan data berupa *Total Ionic Chromatogram (TIC)* dan beberapa ion akan menunjukkan nilai unit massa/muatan (m/z). Dimana nilai m/z dalam spektra akan bernilai $(M+H)^+$ dengan M adalah bobot molekul analit. Karakterisasi ini dilakukan dengan pengenceran 0,4 μL sampel ke dalam 1 mL acetonitril yang kemudian diinjeksikan pada instrument TSQ Quantum ACCES MAX LC-MS/MS.

Spesifikasi LC-MS yang digunakan adalah sebagai berikut:

Jenis Kolom	: HYPERSIL GOLD (50 x 2,1 x 1,9 μM)
<i>Solvent</i>	: 0,1% asam formiat dalam aquabidest

0,1% asam formiat dalam metanol

Volume injeksi : 5 μ L
Waktu retensi : 1,00-7,00 menit
Jenis Pompa : Acella tipe 1250
Tekanan Pompa: 10 bar
Aliran : 250 μ L/ menit
Batas scan : 150 m/z

3.6.10 Karakterisasi senyawa furfural isolasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)

Karakterisasi dengan KG-SM dilakukan terhadap senyawa hasil reaksi kondensasi aldol yang menghasilkan data berupa *Total Ion Chromatogram* (TIC) yang terdiri dari kromatogram dan spektrum massa. Karakterisasi ini dilakukan dengan cara menginjeksikan sampel dengan menggunakan *syringe* pada instrumen KG-SM QP2010S SHIMADZU. Spesifikasi KG-SM yang digunakan adalah sebagai berikut:

Jenis kolom : AGILENT HP 5 MS
Panjang kolom : 30 meter
Temperatur kolom : 50-300 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/menit)
Gas Pembawa : Gas Helium
Kecepatan aliran gas : 84,2 mL/menit
Tekanan Gas : 12 kPa
Jenis pengion : EI 70 Ev
Split Ratio : 142,7

3.6.11 Analisa Data

Analisa data pada karakterisasi katalis menggunakan DSX dilakukan dengan membandingkan nilai 2θ dari hasil pengukuran dengan data standart JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standards*). Pada uji katalis dengan SEM-EDX, analisis gambar topografi dilakukan dengan membandingkan morfologi permukaan serta komposisi unsur dari katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dengan katalis γ -Al₂O₃. Sedangkan analisa pada produk kondensasi aldol dilakukan dengan beberapa uji, yaitu uji KLT untuk mengetahui nilai Rf. Uji spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui nilai λ_{max} dan absorbansi tiap-tiap senyawa. Uji spektrofotometri FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa serta uji KC-SM untuk mengetahui persentase konversi furfural menjadi produk dan nilai

m/z dari tiap-tiap senyawa yang dihasilkan. Hasil spektra yang didapatkan juga dibandingkan dengan literatur

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Isolasi dan Karakterisasi Furfural dari Tongkol Jagung

4.1.1. Isolasi furfural dari tongkol jagung

Isolasi furfural dilakukan melalui proses hidrolisis pentosan dalam tongkol jagung menggunakan katalis asam sulfat 10% pada suhu 100 °C selama 5 jam. Reaksi pembentukan furfural berlangsung melalui 2 tahap, yaitu hidrolisis pentosan menjadi pentosa. Selanjutnya diikuti dengan proses dehidrasi pentosa menjadi furfural. Hidrolisis furfural dilakukan sebanyak 14 kali dengan massa tongkol jagung 650 gram sehingga diperoleh furfural sebanyak 41,8 mL (46,87 gram ; 5,75-8,92%) (**Lampiran B.2**). Furfural hasil isolasi dikarakterisasi secara kualitatif yang meliputi warna, bau, bentuk dan densitas dan dibandingkan dengan furfural standart (**Tabel 4.1**). Furfural hasil isolasi yang didapatkan berbentuk cairan pekat berwarna coklat kehitaman dengan densitas 1,12 g/mL yang memiliki kemiripan sifat dengan furfural standart.

Tabel 4.1: Analisis kualitatif furfural isolasi dan furfural standart

Parameter Fisik	Furfural Isolasi	Furfural Standart
Warna	Coklat kehitaman	Kuning kecoklatan
Bau	Berbau almond	Berbau almond
Berat jenis	1,12 g/mL	1,16 g/mL

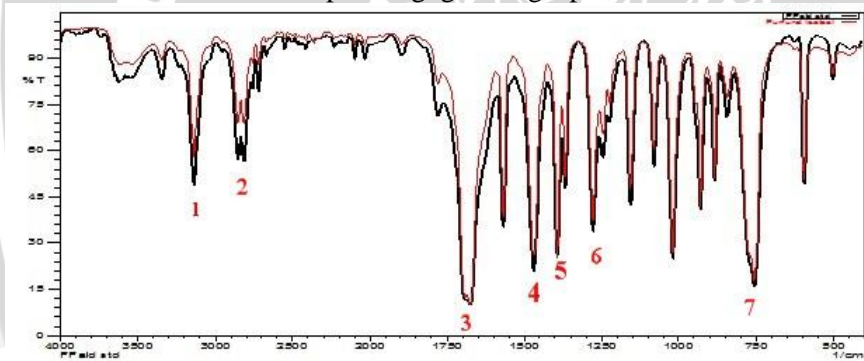
4.1.2 Karaterisasi furfural isolasi dengan KLT, spektrofotometer UV-Vis, FT-IR dan KG-SM

Karakterisasi kualitatif furfural isolasi dilakukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT). Analisis ini dilakukan untuk memisahkan senyawa yang terkandung di dalam sampel berdasarkan tingkat kepolarannya. Pada uji KLT ini, eluen yang digunakan adalah n-heksana dan etil asetat dengan perbandingan 9:1. Dari analisis ini, diperoleh nilai Rf (*Retardation factor*) dari furfural isolasi 0,275 dan furfural standart 0,25 (**Lampiran D.1.1**)

Karakterisasi berikutnya dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui nilai panjang gelombang maksimum (λ_{max}) dari furfural isolasi. Pada analisis ini, sampel akan menyerap energi monokromatis dari sumber sinar sehingga elektron akan tereksitasi.

Transisi yang terjadi pada furfural isolasi adalah transisi elektron dari $\pi \rightarrow \pi^*$ dari ikatan rangkap C=C dan $n \rightarrow \pi^*$ dari C=O. Pengukuran dilakukan dengan pelarut metanol. Nilai λ_{max} furfural isolasi adalah 271,50 nm. Sedangkan nilai panjang gelombang furfural standar adalah 272 nm.

Analisis untuk mengetahui gugus fungsi dari furfural isolasi dilakukan dengan spektrofotometri FT-IR. Dari hasil pengukuran akan diperoleh spektra senyawa furfural yang menunjukkan puncak dengan intensitas tertentu pada bilangan gelombang antara 4000-400 cm^{-1} . Spektra IR furfural isolasi dan furfural standar disajikan pada **Gambar 4.1** dan interpretasi gugus fungsi pada **Tabel 4.2**.



Gambar 4.1: Spektrum IR furfural isolasi (merah) dan furfural standart (hitam)

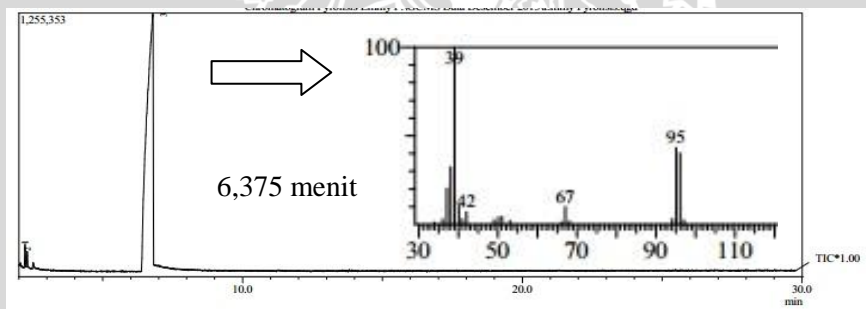
Tabel 4.2: Interpretasi gugus fungsi IR furfural standar

Puncak	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
1	3134,11 cm^{-1}	=C–H stretch
2	2848,67 dan 2812,02 cm^{-1}	Fermi doublet C–H aldehida
3	1674,10 cm^{-1}	C=O (aldehida) stretch terkonjugasi
4	1467,73 cm^{-1}	Vibrasi ulur C=C

5	1392,51 cm^{-1}	Vibrasi tekuk C–H aldehida
6	1276,79 cm^{-1}	Vibrasi ulur C–O–C eter siklis
7	754,12 cm^{-1}	Vibrasi tekuk =C–H

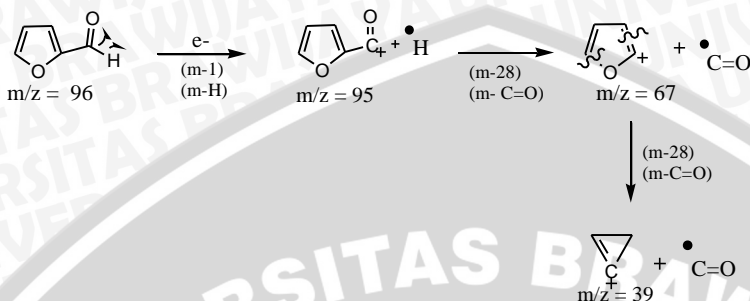
Berdasarkan spektra yang diperoleh dari uji spektrofotometri FT-IR, dapat diidentifikasi adanya gugus fungsi yang sama antara furfural isolasi dengan furfural standar. Gugus fungsi spesifik pada furfural yang dideteksi terletak pada bilangan gelombang 2848,67 dan 2812,02 cm^{-1} yang menunjukkan serapan fermidoblet C-H aldehid. Selain itu pada bilangan gelombang 1674,10 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan C=O aldehid terkonjugasi.

Karakterisasi furfural hasil isolasi juga dilakukan dengan Kromatografi Gas – Sprektrometer Massa (KG–SM). Dari hasil pengukuran KG-SM diperoleh *Total Ionnic Chromatogram (TIC)* dan spektra massa untuk mendeteksi senyawa yang dianalisis. Kromatogram furfural isolasi ditunjukkan pada **Gambar 4.2**.



Gambar 4.2: *Total Ionnic Chromatogram (TIC)* dan spektra massa furfural isolasi

Berdasarkan kromatogram pada **Gambar 4.2** didapatkan puncak furfural pada waktu retensi 6,375 menit dengan persen area 98,31%. Nilai persen area yang didapatkan menunjukkan bahwa furfural isolasi memiliki nilai kemurnian yang tinggi, yaitu 98,31% (**Lampiran B.3**). Sedangkan dari spektra massa didapatkan puncak furfural pada m/z 96, 95, 67,42 dan 39. Pola fragmentasi tersebut memiliki kemiripan dengan spektra massa senyawa furfural pada pustaka WILLEY229.LIB dengan *simialirity index* (SI) 90%. Kemungkinan pola fragmentasi yang terjadi pada furfural dengan base peak m/z= 39 ditunjukkan pada **Gambar 4.3**



Gambar 4.3: Pola fragmentasi furfural isolasi

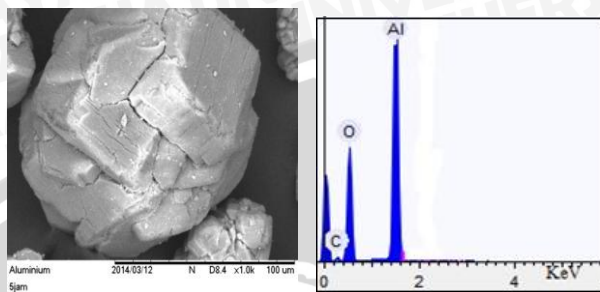
4.2 Preparasi dan Karakterisasi Katalis MgO/ γ -Al₂O₃

4.2.1 Preparasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃

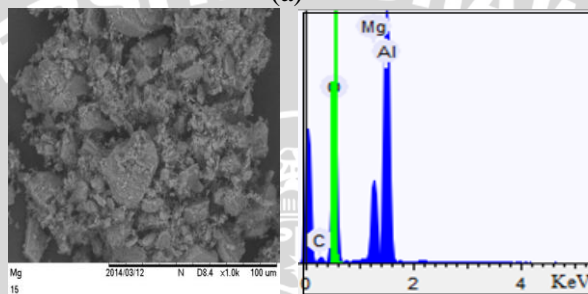
Pembuatan katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dilakukan dengan metode impregnasi basah, yaitu melarutkan garam Mg(NO₃)₂·6H₂O ke dalam metanol, kemudian diimpregnasikan dengan γ -Al₂O₃ melalui pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang. Katalis yang terbentuk dikeringkan pada suhu 110 °C selama 3 jam untuk menghilangkan kandungan H₂O. Tahap terakhir adalah kalsinasi pada suhu 650 °C sambil dialiri gas nitrogen dengan kecepatan alir 30 cm³ min⁻¹ selama 5 jam yang bertujuan untuk mendekomposisi garam menjadi bentuk oksidanya sehingga akan terbentuk katalis MgO/ γ -Al₂O₃. Sebagai katalis pemanding untuk reaksi kondensasi aldol digunakan katalis γ -Al₂O₃ yang dikalsinasi dan MgO.

4.2.2 Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ menggunakan Mikroskop Pemindai Elektron-Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)

Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dilakukan dengan menggunakan SEM HITACHI TM3000 dengan sumber elektron 15kV yang berfungsi untuk mengetahui struktur permukaan katalis. Selain itu dilakukan juga karakterisasi SEM terhadap γ -Al₂O₃. Sedangkan penentuan komposisi unsur senyawa dalam katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ ditentukan dengan Spektrometri Energi Dispersif Sinar-X (EDX) melalui analisis sinar X yang dipancarkan oleh materi. Struktur permukaan dan grafik nilai energy (KeV) katalis γ -Al₂O₃ katalis MgO/ γ -Al₂O₃ pada **Gambar 4.4**



(a)



(b)

Gambar 4.4: Profil permukaan katalis pada perbesaran 1000 kali dan grafik energi (keV) (a) γ - Al_2O_3 (b) MgO/γ - Al_2O_3

Pada **Gambar 4.4** diatas, hasil uji SEM menunjukkan bahwa katalis MgO/γ - Al_2O_3 memiliki ukuran partikel yang lebih kecil daripada katalis γ - Al_2O_3 sehingga permukaan katalis MgO/γ - Al_2O_3 lebih luas dibandingkan dengan γ - Al_2O_3 . Dari uji EDX, grafik energi katalis MgO/γ - Al_2O_3 menunjukkan adanya logam Mg yang teridentifikasi dengan komposisi tiap-tiap unsur yang disajikan pada **Tabel 4.3**.

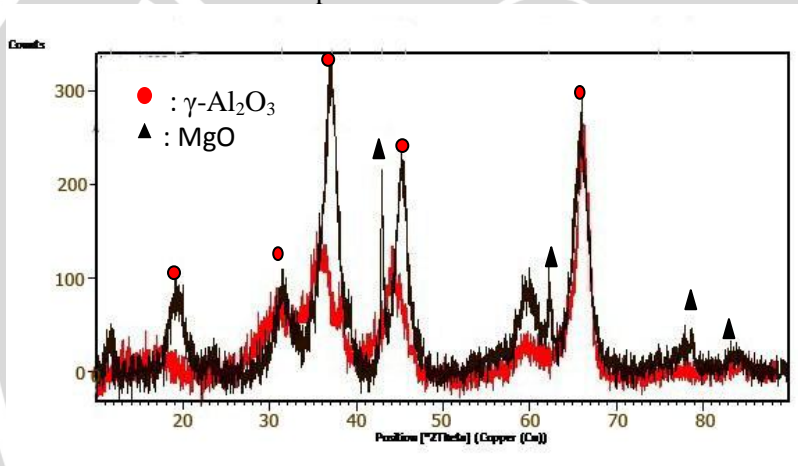
Tabel 4.3 Komposisi unsur katalis MgO/γ - Al_2O_3 dan γ - Al_2O_3

Katalis	Kadar Unsur		
	Al	O	Mg
MgO/γ - Al_2O_3	29,174	53,110	9,105
γ - Al_2O_3	36,810	55,793	-

Berdasarkan data diatas, menunjukkan bahwa kadar Mg yang teridentifikasi di dalam katalis MgO/ γ -Al₂O₃ sebesar 9,1%. Hal ini mengindikasi bahwa logam Mg telah terimpregnasikan pada permukaan γ -Al₂O₃.

4.2.3 Karakterisasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ dengan menggunakan Difraksi Sinar-X (DSX)

Karakterisasi penentuan sifat kristal katalis dilakukan dengan menggunakan XRD PanAlytical X'pert Pro dengan radiasi Cu-K α ($\alpha=1.54056 \text{ \AA}$) dan jarak kisaran sudut difraksi: 10^o – 90o. Grafik difraktogram MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃ hubungan antara sudut difraksi 2 θ terhadap intensitas ditunjukkan pada **Gambar 4.5** dan nilai sudut difraksi pada **Tabel 4.4**.



Gambar 4.5: Difraktogram MgO/ γ -Al₂O₃ (hitam) dan γ -Al₂O₃ (merah)

Tabel 4.4: Nilai sudut difraksi 2 θ MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃

Katalis	Nilai 2 θ (°)		Teoritis
	Penelitian		
MgO	-		43, 62, 74 ,78 (JCPDC 00-001-1235)*
γ -Al ₂ O ₃	32,6 46,7	39,7 67,2	45,8 (JCPDS00-001-1235)**
MgO/ γ -Al ₂ O ₃	19,1 ; 31,4 ; 37,1 39,1 ; 42,9 ; 45,5 62,2 ; 74,8 ; 78,7		-

(*) : penelitian oleh Faba (2012) [6]; (**) : penelitian Alarcon (2013) [26]

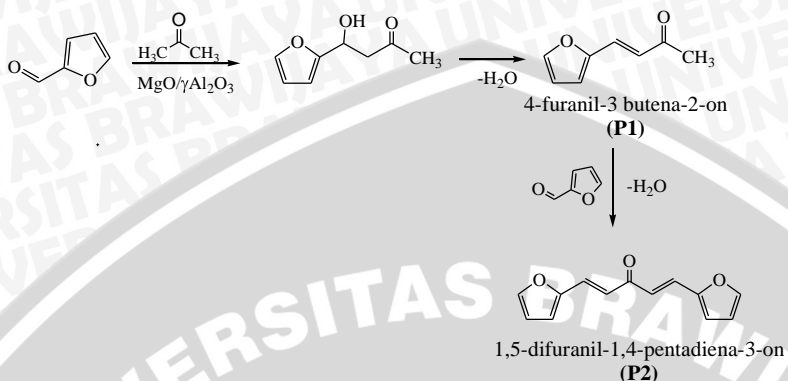
Berdasarkan hasil analisis XRD dapat diidentifikasi adanya puncak MgO terukur ($42,9^\circ$; $62,2^\circ$; $74,8^\circ$ dan $78,7^\circ$) dari katalis MgO/ γ -Al₂O₃ yang sesuai dengan nilai standar JCPDC 00-001-1235 yaitu $2\theta = 43^\circ$, 62° , 74° dan 78° . Dari hasil identifikasi tersebut dapat dinyatakan bahwa garam Mg(NO₃)₂ telah berhasil terdekomposisi menjadi bentuk oksidanya (MgO) melalui proses kalsinasi [24].

4.3 Uji Aktivitas Katalis MgO/ γ -Al₂O₃ untuk Reaksi Kondensasi Aldol serta Karakterisasinya dengan KLT dan Spektrofotometri UV-Vis

Uji aktivitas katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dilakukan terhadap reaksi kondensasi aldol antara furfural dan aseton dengan perbandingan mol 1:1 pada suhu 80 °C dan tekanan 2,5 atm dalam atmosfer gas N₂. Reaksi kondensasi aldol ini berlangsung di dalam reaktor autoclave dengan sistem pemanasan menggunakan *oil batch*. Adanya temperatur sistem yang dapat diatur oleh pemanasan dari luar serta tekanan yang tinggi pada sistem autoclave menjadi faktor utama perubahan bahan organik. Kelarutan senyawa organik akan semakin besar seiring dengan meningkatnya temperatur dan tekanan [20].

Parameter terbentuknya produk kondensasi aldol dapat diamati dari analisis KLT dan spektrofotometri UV-Vis. Pada analisis dari uji KLT, hasil produk kondensasi akan mengalami kenaikan nilai *Retardation factor* (Rf) dari furfural. Sedangkan pada analisis spektrofotometri UV-Vis akan terjadi pergeseran panjang gelombang maksimum yang semakin besar (batokromik) karena adanya pertambahan ikatan rangkap terkonjugasi pada produk hasil kondensasi. Transisi elektron yang terjadi adalah transisi dari n ke π^* dengan jenis kromofor yang menyerap sinar UV adalah gugus C=O dan transisi dari π ke π^* dengan jenis kromofor yang menyerap sinar UV adalah gugus C=C.

Produk kondensasi yang diprediksikan terbentuk adalah produk monomer (4-furanil-3-butena-2-on) dan dimer (1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on) yang ditunjukkan pada **Gambar 4.8**.



Gambar 4.6: Reaksi kondensasi aldol furfural dan aseton

Reaksi kondensasi aldol menggunakan katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilakukan tanpa adanya pelarut (*Solvent Free*) dengan variasi waktu 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 jam. Hasil karakterisasi fisik serta uji KLT dengan eluen n-heksana dan etil asetat 9:1 dan spektrofotometri UV-Vis produk hasil kondensasi aldol ditunjukkan pada **Tabel 4.5**.

Tabel 4.5: Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tanpa pelarut

Kode sampel	Waktu reaksi (jam)	Massa (gram)	Rf n-heksana:etil asetat (9:1)	Analisa UV-Vis	
				λ_{max}	ϵ
A1	2	0,3	0,3	281	18,4
A2	4	0,46	0,3	277,50	14,2
				322,50	1,5
A3	6	0,54	0,3	285	13,1
A4	8	1,04	0,3	283	17,3
				315,50	1,5
A5	10	0,54	0,3	279,50	12,3
				313,50	0,78
A6	12	0,57	0,3	281,50	12,7
FS ^{*)}	-	-	0,25	272	5,2

^{*)}Furfural standart

Produk kondensasi aldol yang diperoleh berwujud *oily* dan berwarna kuning kecoklatan hingga hitam. Dari data analisis KLT, didapatkan nilai Rf noda pada produk kondensasi yang mengalami kenaikan dari nilai Rf furfural (0,25 \rightarrow 0,3). Sedangkan dari data

analisis UV-Vis, dapat dilihat bahwa nilai λ_{\max} dari produk kondensasi sedikit bergeser dari nilai λ_{\max} furfural. Pada produk **A2**, **A4** dan **A5** dihasilkan dua puncak spektra dengan panjang gelombang yang berbeda. Sehingga dapat diprediksikan terdapat dua senyawa yang terdapat di dalam produk. Dimana nilai dengan λ_{\max} di atas 315nm memiliki nilai absorptivitas molar (ϵ) yang lebih kecil dibandingkan pada panjang gelombang di 280 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa tingkat konversi furfural yang belum bereaksi masih besar.

Berdasarkan analisis data di atas, diprediksikan masih belum terbentuk produk kondensasi yang sempurna. Sehingga akan dilakukan reaksi kondensasi aldol dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan MgO sebagai katalis pemandu. Reaksi dilakukan dengan perlakuan yang sama menggunakan variasi pelarut air dan metanol. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Abderrahim [38] penggunaan pelarut air dapat mengaktifkan reaksi dan menghasilkan *yield* yang lebih besar dibandingkan dengan penggunaan pelarut metanol pada reaksi kondensasi aldol. Hal ini dikarenakan air lebih bersifat polar (momen dipol:1,8) dibandingkan dengan metanol (momen dipol:1,7). Hasil reaksi kondensasi dengan pelarut metanol disajikan pada **Tabel 4.6**.

Tabel 4.6: Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan pelarut metanol

Kode sampel	Katalis	Waktu reaksi (jam)	Massa (gram)	Rf ^(*)	Data UV-Vis	
					λ_{\max}	ϵ
B1	MgO/ $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$	12	0,98	0,275	270 315,5	27,3 2,5
B2	MgO/ $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$	24	1,13	0,275	276,5 317	9,3 1,2
C1	$\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$	12	1,07	0,275	271,00 314,50	25,3 1,6
C2	$\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$	24	1,14	0,275	276,50	8,5
D1	MgO	12	1,12	0,275	283,50 314	12,3 1,6
D2	MgO	24	1,14	0,275	279 313,5	13,2 1,8
FS ^(*)	-	-	-	0,25	272	5,2

^(*) furfural standar ; ^(*) eluen n-heksana dan etil asetat 9:1

Dari data diatas, hasil analisis KLT menunjukkan bahwa produk kondensasi yang mengalami kenaikan dari nilai Rf furfural (0,25 → 0,275). Sedangkan dari data analisis UV-Vis, dapat dilihat bahwa sebagian besar produk kondensasi menghasilkan dua puncak spektra, yaitu pada λ_{\max} di 271 nm dan 315 nm. nilai absorptivitas molar (ϵ) yang lebi kecil dibandingkan pada panjang gelombang di 271 nm. Sehingga dapat diprediksikan kadar konversi furfural yang belum bereaksi masih besar. Reaksi kondensasi aldol selanjutnya dilakukan dengan pelarut air yang disajikan dalam **Tabel 4.7**.

Tabel 4.7: Data karakterisasi produk hasil kondensasi dengan pelarut air

Kode sampel	Katalis	Waktu reaksi (jam)	Massa (gram)	Rf (*)	Data UV-Vis	
					λ_{\max}	ϵ
E1	MgO	2	1,07	0,275	271,00	8,23
					316,50	3,25
E2	MgO	4	0,12	0,275	318,50	23,96
E3	MgO	6	0,58	0,275	318,50	7,20
E4	MgO	8	0,85	0,275	317,00	9,17
E5	MgO	10	1,14	0,275	319,50	5,51
				0,425	367,50	2,82
E6	MgO	12	1,15	0,275	321,00	1,77
				0,425	368,50	1,54
F1	MgO/ γ Al ₂ O ₃	4	0,67	0,275	214,00	20,61
					325,00	7,6
					364,00	6,61
F2	γ Al ₂ O ₃	4	1,08	0,25	272,00	2,56
					324,00	0,6
FS ^{*)}	-	-	-	0,25	272	5,2

^{*)} Furfural standart

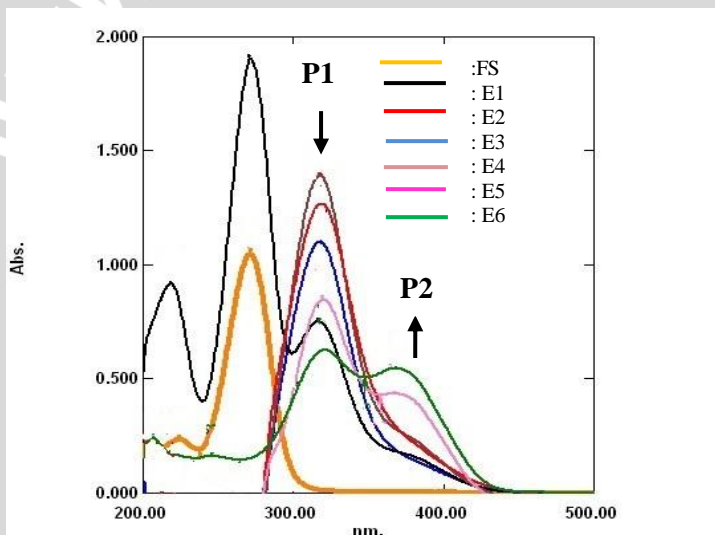
^(*) eluen n-heksana dan etil asetat 9:1

Berdasarkan **Tabel 4.7** diatas, hasil analisis KLT menunjukkan bahwa produk kondensasi mengalami kenaikan dari dibandingkan dengan nilai Rf furfural (0,25 → 0,275). Sebagian besar produk diidentifikasi menghasilkan satu noda, sehingga dapat diprediksikan hanya dihasilkan produk dengan satu jenis senyawa saja atau menghasilkan beberapa senyawa dengan nilai Rf yang sama. Sedangkan pada produk **E5** dan **E6** dihasilkan dua noda

dengan nilai Rf yang berbeda. Hal ini menunjukkan adanya dua jenis senyawa yang terdapat dalam produk E5 dan E6.

Reaksi kondensasi aldol dengan pelarut air menggunakan katalis MgO menghasilkan nilai λ_{\max} pada 316 - 319 nm dan 367 nm. Terjadinya pergeseran pada λ_{\max} 316 nm dikarenakan bertambahnya ikatan rangkap terkonjugasi dari senyawa furfural yang diprediksikan adalah produk monomer (**P1**). Sedangkan pada λ_{\max} 367 - 368 nm diprediksikan sebagai produk dimer (**P2**) yang menunjukkan bertambahnya ikatan rangkap terkonjugasi dari produk monomer.

Spektra UV-Vis produk kondensasi aldol dengan katalis MgO dalam pelarut air ditunjukkan pada **Gambar 4.7**.



Gambar 4.7: Spektra UV-Vis produk kondensasi aldol

Dari data hasil identifikasi dengan spektrofotometri UV-Vis diatas, dapat dilihat semakin bertambahnya waktu reaksi, absorbansi produk monomer (**P1**) mengalami penurunan sedangkan produk dimer (**P2**) mengalami kenaikan.

Penggunaan katalis MgO dalam reaksi kondensasi aldol dalam pelarut air lebih selektif dibandingkan dengan katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃. Hal ini ditunjukkan dari data pada **Tabel 4.6** diatas, dimana pada waktu reaksi 4 jam, produk kondensasi dengan katalis MgO selektif terhadap pembentukan produk monomer (318 nm). Sedangkan pada penggunaan katalis MgO/ γ -Al₂O₃ dengan waktu

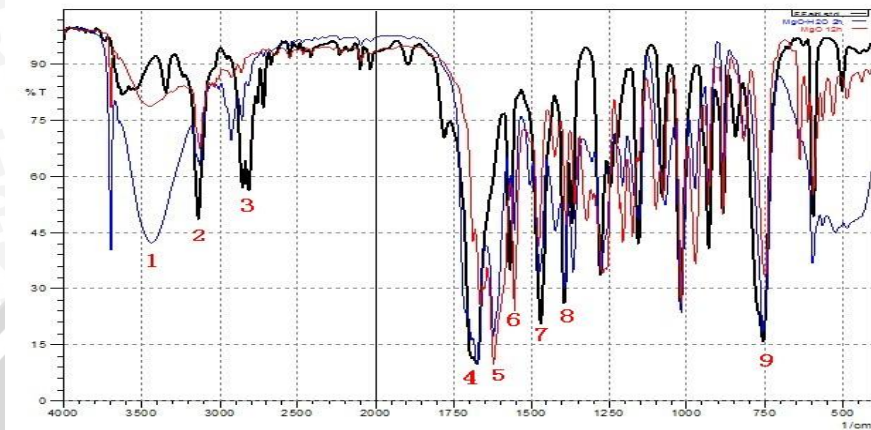
reaksi 4 jam (**F1**) menghasilkan λ_{\max} 214 nm, 325 nm dan 364 nm dengan nilai absorptivitas molar (ϵ) pada λ_{\max} 214 nm lebih besar daripada λ_{\max} 325 dan 364 nm. Pada penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (**F2**) menunjukkan nilai λ_{\max} 272 dan 324 nm, dimana nilai absorptivitas molar (ϵ) pada λ_{\max} 272 nm lebih besar dari 324 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa kadar furfural yang belum bereaksi masih besar.

Berdasarkan analisis di atas, penggunaan katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ memiliki aktivitas yang rendah dalam pembentukan produk kondensasi aldol. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wiboo [39] $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ memiliki sisi asam Lewis, asam Bronsted, dan basa Lewis. Adanya sisi asam-basa Lewis merupakan penyebab kurang aktif dan selektifnya katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi kondensasi aldol. Sedangkan reaksi kondensasi dengan pelarut air menggunakan katalis MgO lebih selektif terhadap pembentukan produk monomer (4-furani-3-butena-2 keton (**P1**) (λ_{\max} 316-318 nm). Berdasarkan penelitian oleh Helwani [22] situs basa pada katalis MgO disebabkan karena adanya pasangan ion Mg^{2+} dan O^{2-} . Dimana Ion Mg^{2+} memiliki sifat asam lewis sedangkan O^{2-} bersifat basa Brønsted. Sifat basa bronsted pada MgO mengakibatkan katalis ini aktif dalam reaksi kondensasi aldol.

Analisis lebih lanjut dengan spektrofotometri FT-IR dan spektrometer LC-MS dilakukan pada produk kondensasi aldol dengan katalis MgO dalam pelarut air (**E1, E2, E3, E4, E5** dan **E6**).

4.4 Karakterisasi Produk Kondensasi Aldol menggunakan Spektrofotometer FT-IR

Karakterisasi menggunakan spektrofotometri FT-IR dilakukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang ada pada produk hasil reaksi kondensasi aldol. Penentuan gugus fungsi pada produk didasarkan pada getaran (vibrasi) molekul yang menyerap sinar infra merah. Spektra IR **furfural standar** (warna hitam) dan produk hasil kondensasi **E1** (warna merah) dan **E6** (warna biru) ditunjukkan pada **Gambar 4.8** dengan interpretasi gugus fungsi disajikan dalam **Tabel 4.8**.



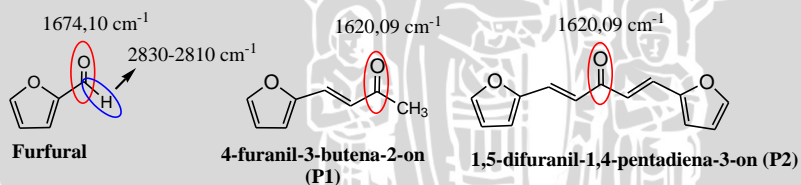
Gambar 4.8: Spektra furfural standar dengan produk hasil kondensasi E5-2 jam (biru) dan E6-12 jam (merah)

Tabel 4.8: Data gugus fungsi Furfural standar, produk E1 dan E6

Puncak	Furfural standar	Produk E1	Produk E6
1	-	Gugus OH (3434,98 cm^{-1})	-
2	=C-H ulur (3134,11 cm^{-1})	=C-H ulur (3128,32 cm^{-1})	=C-H ulur (3122,54 cm^{-1})
3	<i>Fermi doublet</i> C-H aldehyd (2830-2810 cm^{-1})	<i>Fermi doublet</i> C-H aldehyd (2923,88-2854,45 cm^{-1})	<i>Fermi doublet</i> C-H aldehyd (2920,03-28584,31 cm^{-1})
4	C=O (aldehyd) ulur terkonjugasi (1674,10 cm^{-1})	C=O (aldehyd) ulur terkonjugasi (1674,10 cm^{-1} dan 1710,74 cm^{-1})	C=O ulur terkonjugasi (1664,45 cm^{-1})
5	-	Gugus α - β tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm^{-1})	Gugus α - β tak jenuh (C=O keton ulur terkonjugasi) (1620,09 cm^{-1})
6	Vibrasi ulur C=C (1568,52 cm^{-1} dan 1467,73 cm^{-1})	Vibrasi ulur C=C (1552,59 cm^{-1} dan 1473,51 cm^{-1})	Vibrasi ulur C=C (1552,59 cm^{-1} dan 1475,44 cm^{-1})
7	Vibrasi tekuk C-H (aldehyda)	Vibrasi tekuk C-H (aldehyda) (1392,51-	Vibrasi tekuk C-H (1388,5 cm^{-1})

	(1392,51 cm^{-1})	1365,51 cm^{-1})	
Puncak	Furfural standar	Produk E1	Produk E6
8	C–O–C (eter siklis) ulur (1276,79 cm^{-1})	C–O–C (eter siklis) ulur (1274,86 cm^{-1})	C–O–C (eter siklis) ulur (1269,07 cm^{-1})
9	=C–H tekuk (754,12 cm^{-1})	=C–H tekuk (754,12 cm^{-1})	=C–H tekuk (748,33 cm^{-1})

Berdasarkan data **Tabel 4.8** diatas, serapan yang dihasilkan produk kondensasi selama 2 jam (**E1**) memiliki perbedaan dengan serapan *starting material* (Furfural), yaitu semakin rendahnya intensitas serapan *fermi doublet* (puncak 3: 2923,88 cm^{-1} dan 2854,45 cm^{-1}) yang diikuti dengan rendahnya intensitas gugus C-H aldehyd (puncak 7: 1392,51-1365,51 cm^{-1}). Selain itu muncul puncak pada bilangan gelombang 1620,09 cm^{-1} yang diprediksikan sebagai gugus C=O keton terkonjugasi. Pada produk 12 jam (**E6**) intensitas serapan *fermildoublet* sangat rendah dan munculnya serapan gugus C=O keton terkonjugasi (puncak 5: 1620,09 cm^{-1}). Selain itu intensitas serapan gugus C=C (puncak 6: 1552,59 cm^{-1}) semakin meningkat, hal ini mengindikasikan adanya dehidrasi gugus hidroksil yang menghasilkan alkena terkonjugasi. Sehingga dapat diprediksikan adanya produk kondensasi yang terbentuk. Perbedaan serapan C=O pada furfural dan produk kondensasi ditunjukkan pada **Gambar 4.9**.

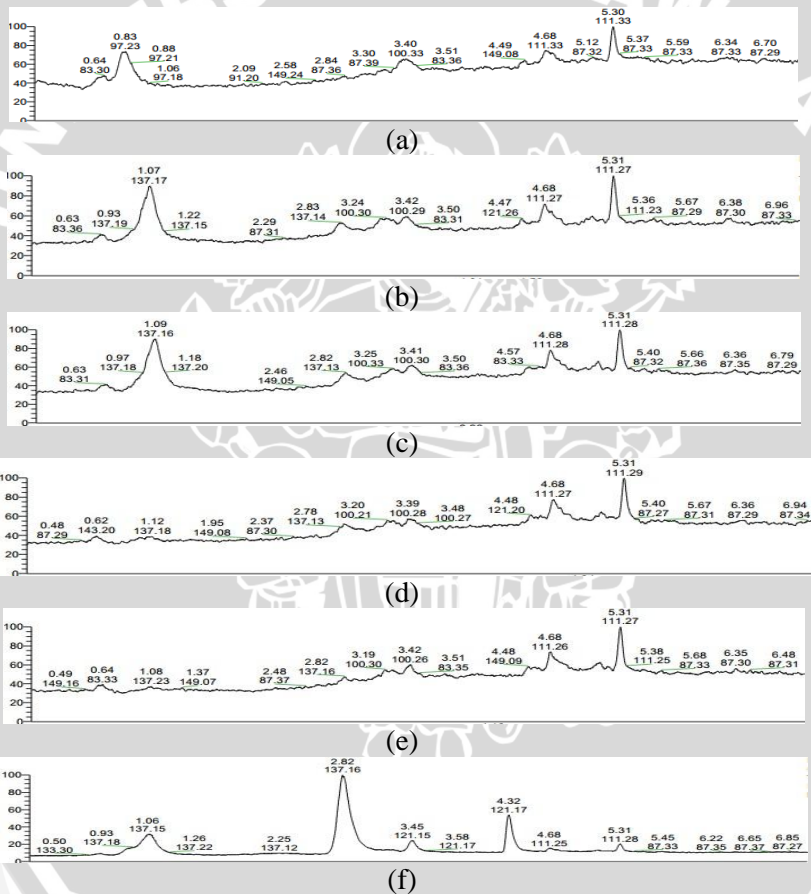


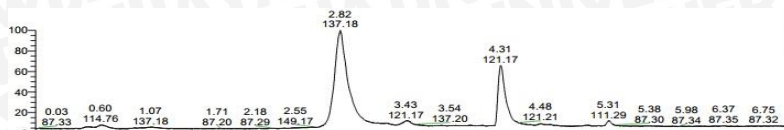
Gambar 4.9 Bilangan gelombang pada furfural dan produk kondensasi

Dari analisis tersebut, dapat diprediksikan bahwa semakin bertambahnya waktu, kadar sisa furfural yang tidak bereaksi semakin rendah sehingga akan dihasilkan produk yang lebih stabil.

4.5 Karakterisasi Produk Kondensasi Aldol menggunakan KC-SM (Kromatografi Cair-Spektrometer Massa)

Karakterisasi menggunakan KC-SM dilakukan pada produk kondensasi aldol dengan pelarut air menggunakan katalis MgO (E1, E2, E3, E4, E5 dan E6). Dari hasil pengukuran KG-SM diperoleh *Total Ionnic Chromatogram (TIC)* dan beberapa ion akan menunjukkan nilai unit massa/muatan (m/z). Dimana nilai m/z dalam spektra akan bernilai $(M+H)^+$ dengan M adalah bobot molekul analit sehingga dapat dideteksi senyawa yang akan dianalisis. Kromatogram hasil karakterisasi KC-SM tercantum pada **Gambar 4.10** dan interpretasinya pada **Tabel 4.9**.





(g)

Gambar 4.10: Kromatogram produk kondensasi (a) furfural standart (b) E1 (c) E2 (d) E3 (e) E4 (f) E5 (g) E6

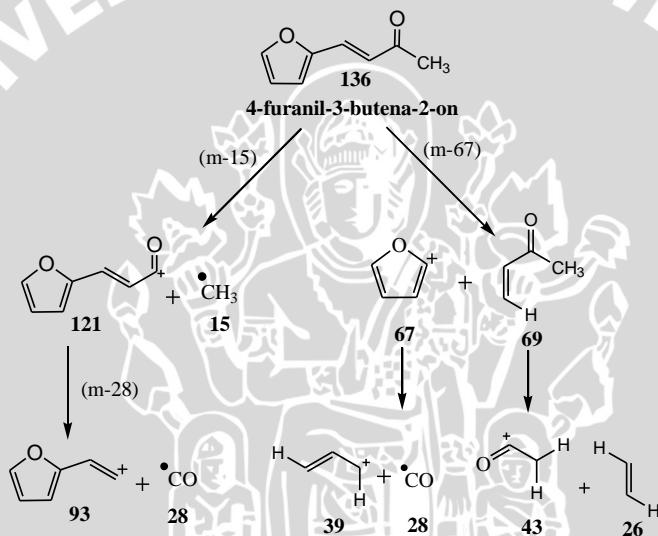
Tabel 4.9: Data hasil karakterisasi produk kondensasi aldol (E1, E2, E3, E4, E5 dan E6) dengan KC-SM

Kode sampel	Waktu reaksi	(M+H ⁺) terdeteksi	Waktu retensi	% Kadar	
				Furfural	Produk
Furfural standart	-	97,23	0,83 menit	-	-
		111,33	5,30 menit		
E1	2 jam	111,27	5,31 menit	0 %	100 %
		137,16	2,81 menit		
		137,17	1,07 menit		
E2	4 jam	111,28	5,31 menit	0 %	100 %
		137,13	2,82 menit		
		137,16	1,09 menit		
E3	6 jam	111,29	5,31 menit	0 %	100 %
		137,11	2,82 menit		
		137,14	1,07 menit		
E4	8 jam	111,27	5,31 menit	0 %	100 %
		137,16	2,82 menit		
		137,19	1,08 menit		
E5	10 jam	97,23	0,89 menit	15,89 %	84,11 %
		111,25	5,31 menit		
		121,17	4,32 menit		
		137,15	1,06 menit		
		137,16	2,82 menit		
E6	12 jam	97,23	0,89 menit	50,67 %	49,33 %
		97,24	4,30 menit		
		111,29	5,31 menit		
		121,17	4,31 menit		
		137,18	2,82 menit		

Berdasarkan data karakterisasi KC-SM diatas, dapat dilihat bahwa kromatogram furfural dihasilkan puncak pada m/z 97 dan m/z 111. Nilai m/z 97 berkorelasi dengan massa molar relatif molekul senyawa furfural (96 g/mol). Sedangkan puncak pada m/z 111

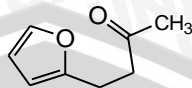
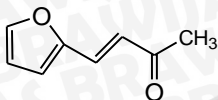
diperkirakan adalah 5-metil-furfural yang merupakan produk samping hasil hidrolisis furfural. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Zeitch [8] yang menyatakan bahwa pada furfural hasil distilasi mengandung 5-metil-furfural sekitar 0,32-0,95%.

Pada produk kondensasi **E1**, **E2**, **E3**, **E4**, **E5** dan **E6** terdapat senyawa yang terdeteksi disekitar nilai m/z 137. Nilai m/z 137 tersebut berkorelasi dengan massa molar relatif molekul senyawa 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) (136 g/mol) yang diprediksikan sebagai produk monomer (C8). Kemungkinan pola fragmentasi produk yang terjadi ditunjukkan pada **Gambar 4.11**.



Gambar 4.11: Fragmentasi senyawa 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) [6]

Pada kromatogram KC-SM, senyawa 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) muncul disekitar waktu retensi 1,07 menit dan 2,81 menit. Hal ini mengindikasikan terbentuknya isomer pada produk kondensasi 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**). Dimana senyawa *Trans*-4-furanil-3-butena-2-on bersifat lebih stabil dibandingkan dengan *cis*-4-furanil-3-butena-2-on. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Faba yang menyatakan bahwa isomer yang terbentuk pada produk kondensasi aldol dikarenakan adanya ikatan rangkap dan gugus fungsi yang dapat menyebabkan perbedaan struktur molekul. Prediksi isomer senyawa 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**) yang sesuai dengan penelitian Faba [6], ditunjukkan pada **Gambar 4.12**.

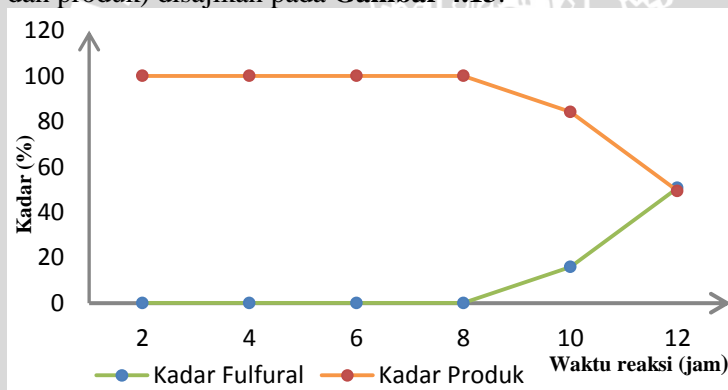


Trans-4-furanil-3-butena-2-on (P1)

Cis-4-furanil-3-butena-2-on (P2)

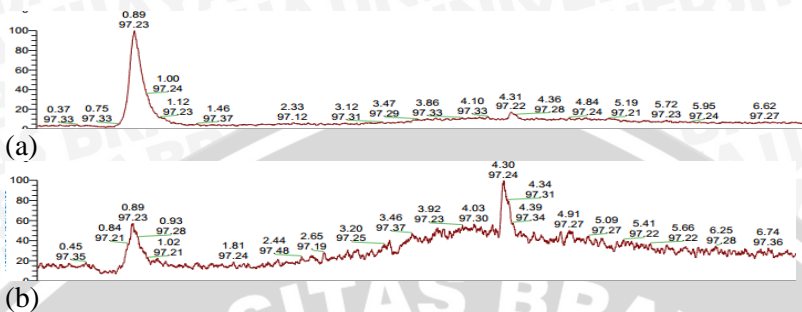
Gambar 4.12: Isomer senyawa 4-furanil-3-butena-2-on (P1)

Berdasarkan hasil perhitungan dengan software LC Quan dapat diketahui kadar furfural sisa yang masih terdapat dalam produk (**Tabel 4.9**). Dimana pada produk **E1**, **E2**, **E3** dan **E4** ditunjukkan bahwa furfural telah terkonversi 100% menjadi produk kondensasi. Sedangkan pada produk **E5** dan **E6**, masih teridentifikasi adanya kadar furfural sisa masing-masing sebesar 15,89 % dan 50,67 %. Grafik hubungan antara waktu reaksi dengan persen kadar (furfural dan produk) disajikan pada **Gambar 4.13**.



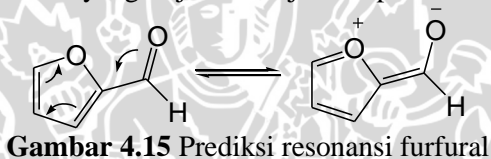
Gambar 4.13: Grafik hubungan kadar (furfural dan produk) dengan waktu reaksi

Berdasarkan grafik diatas dapat dijelaskan bahwa pada waktu reaksi 10 jam (**E5**) dan 12 jam (**E6**), kadar produk mengalami penurunan, dimana pada produk E5 sebesar 84,11% dan pada produk E6 sebesar 49,33%. Pada produk E6 mengalami penurunan kadar yang cukup signifikan. Dimana kadar furfural sisa yang terdeteksi menjadi sangat tinggi. Hal ini juga ditunjukkan dengan adanya puncak m/z 97 pada kromatogram E5 dan E6. pada produk E6 ditunjukkan adanya dua puncak pada m/z 97 dengan waktu retensi yang berbeda (**Gambar 4.14**).



Gambar 4.14: Perbesaran m/z 97 produk (a) E5 (b) E6

Pada **Gambar 4.14** diatas, dapat dilihat pada produk E6 terdeteksi adanya dua puncak pada m/z 97 dengan waktu retensi yang berbeda (0,89 menit dan 4,30 menit). Dari hal tersebut, dapat diprediksi adanya senyawa furfural yang mengalami resonansi. Kemungkinan resonansi yang terjadi ditunjukkan pada **Gambar 4.15**



Berdasarkan analisa dengan KC-SM, reaksi dengan katalis MgO dan pelarut air pada waktu reaksi selama 2, 4, 6 dan 8 jam menghasilkan produk kondensasi secara kuantitatif, yaitu 100%. Sedangkan pada waktu reaksi 10 dan 12 jam menurunkan jumlah produk kondensasi yang terbentuk. Hal ini tidak sesuai dengan hasil karakterisasi UV-Vis pada produk E5 dan E6 yang menunjukkan terjadinya pergeseran λ_{\max} yang semakin besar dari λ_{\max} furfural (271 nm \rightarrow 319 nm – 360 nm). Selain itu dari hasil uji FT-IR pada produk E6 juga menunjukkan serapan *fermildoublet* yang sangat rendah dan munculnya serapan gugus C=O keton terkonjugasi. Hal ini mengindikasi bahwa sebagian besar furfural telah bereaksi menjadi produk. Dari analisis tersebut, maka belum dapat dinyatakan dengan pasti waktu optimum untuk reaksi kondensasi aldol. Sehingga dari penelitian ini hanya dapat ditentukan produk yang terbentuk, yaitu 4-furanil-3-butena-2-on (**P1**). Sedangkan prediksi produk 1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on (**P2**) hanya terdeteksi pada uji UV-Vis yang menghasilkan nilai λ_{\max} lebih panjang dari λ_{\max} **P1** (316 nm \rightarrow 368 nm).

BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa katalis MgO dalam pelarut air memiliki aktivitas dan konversi tertinggi terhadap pembentukan produk kondensasi aldol dibandingkan dengan MgO/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃. Senyawa yang teridentifikasi dari hasil analisis produk kondensasi adalah produk monomer (4-furanil-2-butena-3-on) dalam bentuk isomer *cis*-4-furanil-2-butena-3-on dan *trans*-4-furanil-2-butena-3-on. Senyawa dimer (5-difuranil-1,4-pentadiena-3-on) teridentifikasi pada λ_{\max} yang lebih panjang dari produk monomer (316 nm \rightarrow 368 nm).

5.2 Saran

Perlu dilakukan preparasi katalis MgO/ γ -Al₂O₃ yang lebih baik sehingga dapat diketahui pengaruh impregnasi logam terhadap pengemban pada reaksi kondensasi aldol. Selain itu perlu dilakukan karakterisasi KG-SM terhadap produk kondensasi sehingga dapat diketahui kadar selektivitas pada masing-masing senyawa yang terbentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Forsberg, C. W, 2009, **Sustainability By Combining Nuclear, Fossil, And Renewable Energy Sources**, *Progress in Nuclear energy*, Vol. 51, No. 1, 192-200.
- [2] Hidajati, N, 2006, **Pengolahan Tongkol Jagung sebagai Bahan Pembuatan Furfural**, *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 8 No. 1.
- [3] Sádaba, I., Ojeda, M., Mariscal, R., Fierro, J. L. G., dan 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, No. 3, 638-648.
- [4] Augustine, R. L, 1996, **Heterogeneous Catalysis For The Synthetic Chemist**, Marcel Dekker Inc, New York.
- [5] Shen, W., Tompsett, G. A., Hammond, K. D., Xing, R., Dogan, F., Grey, C. P., dan Huber, G. W, 2011, **Liquid Phase Aldol Condensation Reactions With Mgo–Zro And Shape-Selective Nitrogen-Substituted Nay**, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 392, No. 1, 57-68
- [6] 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.
- [7] Kirk, R. E dan Othmer, D., 1955, **Encyclopedia of Chemical Technology**, The Interscience Encyclopedia Inc., New York.

- [8] Zeitsch, K. J, 2000, **The Chemistry And Technology Of Furfural And Its Many By-Products** ,Vol. 13, Elsevier.
- [9] Hoydonckx, H. E., Van Rhijn, W. M., Van Rhijn, W., De Vos, D. E., dan Jacobs, P. A, 2007, **Furfural And Derivatives**, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.
- [10] Sun, Y., dan Cheng, J, 2002, **Hydrolysis Of Lignocellulosic Materials For Ethanol Production: A Review**. *Bioresource technology*, Vol. 83, No.1, 1-11.
- [11] Hamelinck, C. N., Hooijdonk, G. V., dan Faaij, A. P, 2005, **Ethanol From Lignocellulosic Biomass: Techno Economic Performance In Short, Middle-And Long-Term**, *Biomass and bioenergy*, Vol. 28, No. 4, 384-410.
- [12] Yang, W, Li, P, Bo,D, Chang, H., 2012, **The Optimization Of Formic Acid Hydrolysis Of Xylose In Furfural Production**, *Carbohydrate Research*, Vol. 35 No. 7, 53–61.
- [13] Wade, L.G., 2006, **Organic Chemistry**, Pearson Prentice Hall, Upper Saddle River.
- [14] Hoffman, R.V.,2004, **Organic Chemistry and Intermediet Text 2nd Edition**, John Willey and Sons, United States.
- [15] Daley, R, F dan Daley, S, J., 2005, **Organic Chemistry**, www.ochem4free.com, diakses tanggal 3 Februari 2014.
- [16] Casale, M. T., Richman, A. R., Elrod, M. J., Garland, R. M., Beaver, M. R., dan Tolbert, M. A, 2007, **Kinetics Of Acid-Catalyzed Aldol Condensation Reactions Of Aliphatic Aldehydes**. *Atmospheric Environment*, Vol. 41, No. 29, 6212-6224.

- [17] Hart, H. L. E, Craine, D. J. Hart. 2003, **Organic Chemistry. 11th Edition**, Houghton Mifflin Company. Boston, USA.
- [18] Rahman, A. F. M., Ali, R., Jahng, Y., dan Kadi, A. A, 2012, **A Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis Of A, A'-Bis-(Substituted-Benzylidene) Cycloalkanones And A, A'-Bis-(Substituted-Alkylidene) Cycloalkanones**, *Molecules*, Vol. 17, No. 1, 571-583.
- [19] Hora, L, Kelbichová,V, Kikhtyanin, O, Bortnovskiy, O, Kubicka, D., 2014, **Aldol Condensation Of Furfural And Acetone Over Mg Al Layered Double Hydroxides And Mixed Oxides**, *Catalyst Today*, Vol. 22, No. 3 138-147.
- [20] Papadimitriou, E. K., 2010, **Hydrolysis Of Organic Matter During Autoclaving Of Commingled Household Waste**, *Waste management*, Vol. 30, No. 4, 572-582.
- [21] Augustine, R. L., 1996, **Heterogeneous Catalysis For The Synthetic Chemist**, Marcel Dekker Inc, New York.
- [22] Helwani, Z.,Othman, M.R., Aziz N., Kim, J., dan Fernando, W.J.N., 2009, **Solid Heterogeneous Catalysts For Transesterification Of Triglycerides With Methanol: A review**, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 363, 1-10.
- [23] Lestari,H.D., 2006, **Sintesis Katalis Ni/Mo untuk Hydrotreating Coker Nafta**, Tesis, Progam Studi Teknik Kimia Institusi Teknologi Bandung.
- [24] Regalbuto, J., 2007, **Supported Metal Oxides and The Surfaces Density Metric**, *Catalyst Preparation*

Science and Engineering, CRC Press Taylor dan Francis Group, New York.

- [25] Zachariasen, W.H., 2004, **Theory of X-Ray Diffraction in Crystals**, J. Wiley and Sons, New York.
- [26] Escobar-Alarcón, L., Klimova, T., Escobar-Aguilar, J., Romero, S., Morales-Ramírez, C., Solís-Casados, D., 2013, **Preparation And Characterization Of Al₂O₃-Mgo Catalytic Supports Modified With Lithium**, *Fuel*, Vol. 110, 278-285.
- [27] Yurugi, T., Ito, S., Numata, Y., Sykes, K., Yurugi, O., Ito, S., Numata, Y., dan Sykes, K., 2001, **SEM/EDX-Integrated Analysis System**, Hitachi Science Systems, Ltd, Feature Article, No. 22.
- [28] Harvey, D., 2000, **Modern Analytical Chemistry**, McGraw Hill, New York.
- [29] Silverstein, R. M., X. W. Francis, dan J. K. David. 2005, **Spectrometric Identification of Organic Compound**, Edisi 7. John Wiley dan Sons Inc, USA.
- [30] Sashikala, M., dan Ong, H. K., 2007, **Synthesis and identification of furfural from rice straw**, *Journal of Tropical Agriculture and Food Science*, Vol. 35, No.1, 165.
- [31] Kazakevich, Y., dan Lobrutto, R., 2007, **HPLC for Pharmaceutical Scientist**, John Wiley dan Sons, Inc., New Jersey.
- [35] 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.

- [36] Hwang, B.S., Wang, J.T., 2003, **A simplified method for the quantification of total cholesterol in lipids using gas chromatography**, *Journal of Food Composition and Analysis*, Vol. 16, 169–178.
- [37] Mulja, M., dan Syahrani, A., 1990, **Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV**, Mecphiso Grafika, Surabaya.
- [38] 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 α - α' -*EE*-bis (benzylidene)-cycloalkanones: Microwave versus conventional-heating**. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 336, No. 1, 8-15.
- [39] Wibowo, W., Sunardi, Yulia, I., 2007, **Studi Reaksi Konversi Katalisis 2-Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis γ -Al₂O₃**, *Buletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*, Vol. 2, 56-61

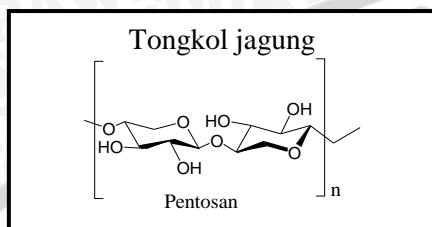
LAMPIRAN

Lampiran A. Skema Kerja

A.1 Tahapan Penelitian



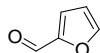
A.2 Isolasi Furfural dari Tongkol Jagung



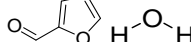
- dibersihkan
- dikeringanginkan
- digiling hingga halus

Serbuk tongkol jagung

- ditimbang sebanyak 50 g
- dimasukkan pada labu alas bulat
- ditambahkan H_2SO_4 10 % 250 mL dan 62,5 g NaCl
- diaduk hingga homogen
- dipanaskan pada suhu 110 °C selama 5 jam



Fasa organik

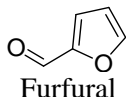


Fasa air

- dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat

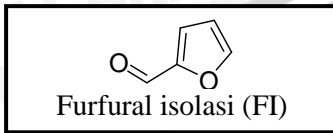
- diekstraksi dengan kloroform
- dievaporasi
- dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat

- dialiri gas N_2



Furfural

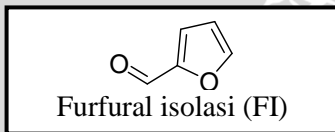
A.3 Karakterisasi Furfural Isolasi Menggunakan Metode KLT



- ditotolkan pada plat KLT
- dimasukkan dalam bejana pengembang ang berisi eluen n-heksana dan etil asetat 9:1
- dielusi dengan eluen hingga mencapai batas garis pelarut
- diamati noda yang terbentuk dengan lampu UV
- dihitung nilai Rf

Nilai Rf furfural isolasi (FI)

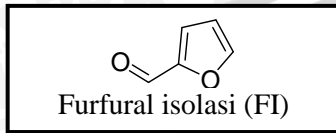
A.4 Karakterisasi Furfural Isolasi Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis



- diencerkan dengan metanol hingga 0,2 ppm
- dilakukan baseline dengan metanol
- diukur nilai λ max dan absorbansi furfural

Spektra UV furfural isolasi (FI)

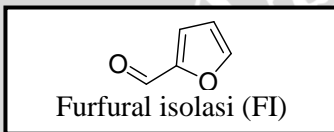
A.5 Karakterisasi Furfural Isolasi Menggunakan Metode Spektrofotometri FT-IR



- diteteskan pada pellet KBr yang berada di dalam *sample holder*
- dilakukan pengepresan hingga terbentuk lapisan tipis dari sampel
- dilakukan penyinaran dengan infra merah di dalam spektrofotometer FT-IR

Spektra IR furfural isolasi (FI)

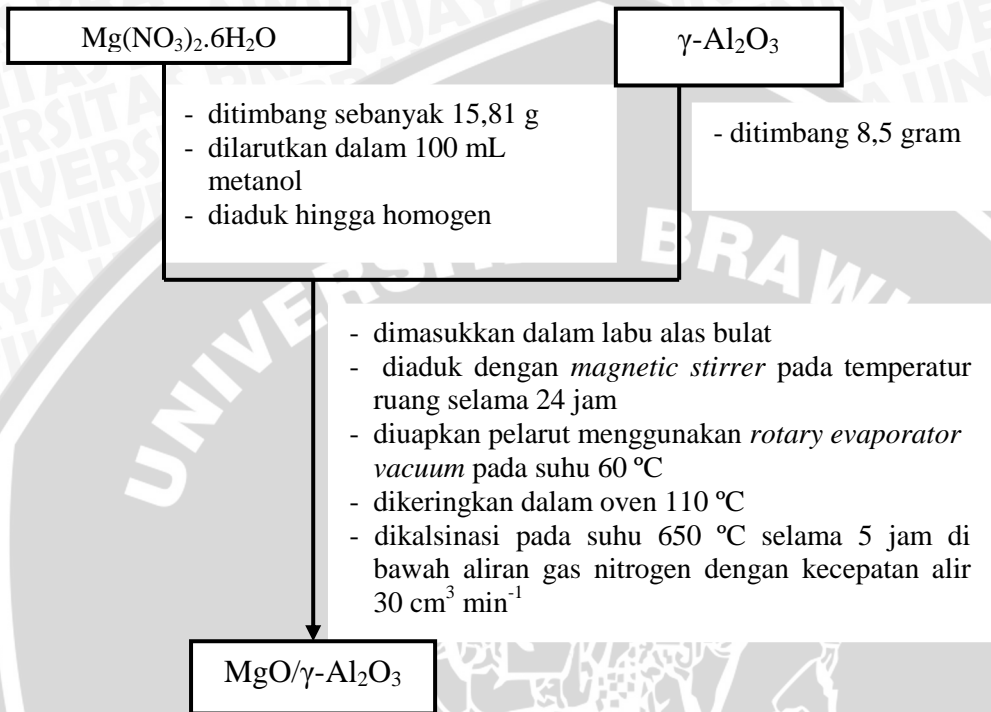
A.6 Karakterisasi Furfural Isolasi Menggunakan KG-SM



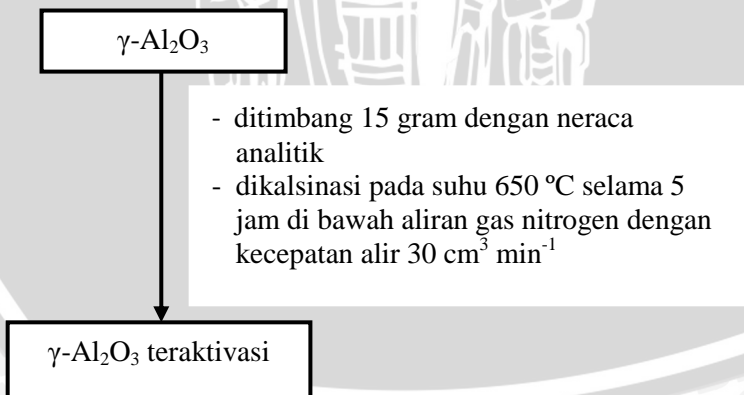
- diinjeksikan pada KG-SM sebanyak 0,05 μL
- dianalisis hasilnya

Kromatogram furfural isolasi (FI)

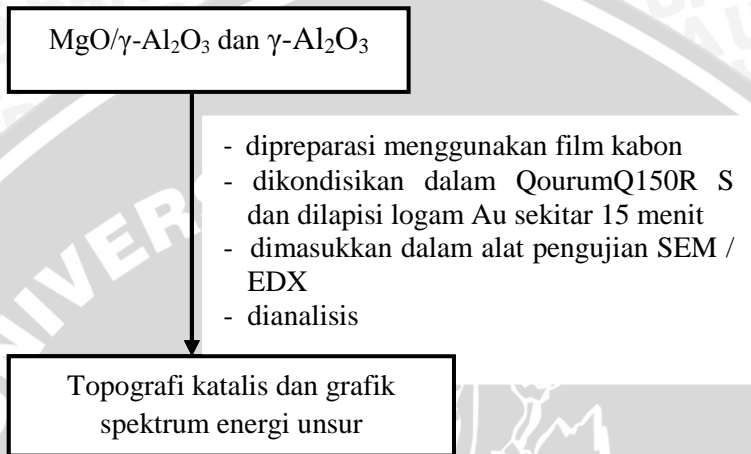
A.7 Preparasi Katalis MgO/ γ -Al₂O₃



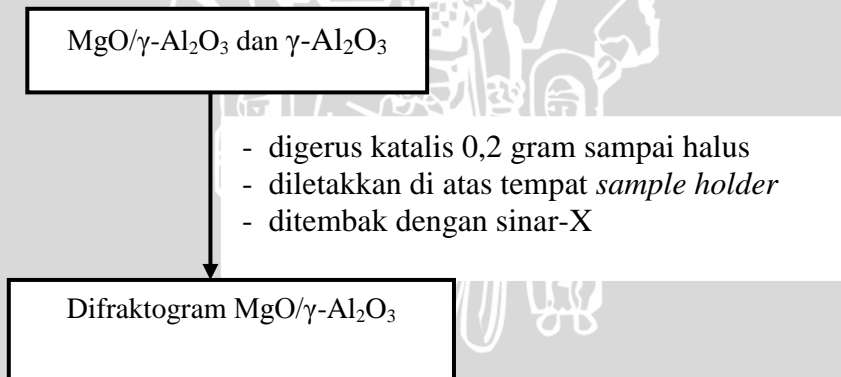
A.8 Preparasi Katalis γ -Al₂O₃



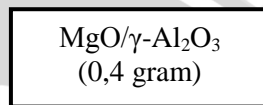
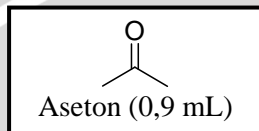
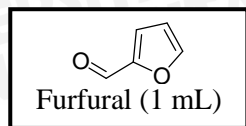
A.9 Karakterisasi Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode SEM-EDX



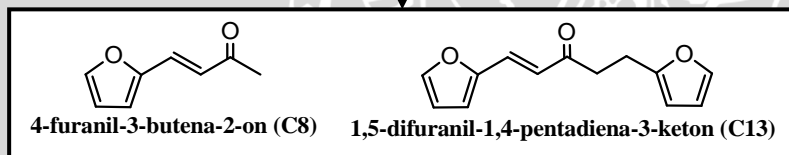
A.10 Karakterisasi Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode DSX



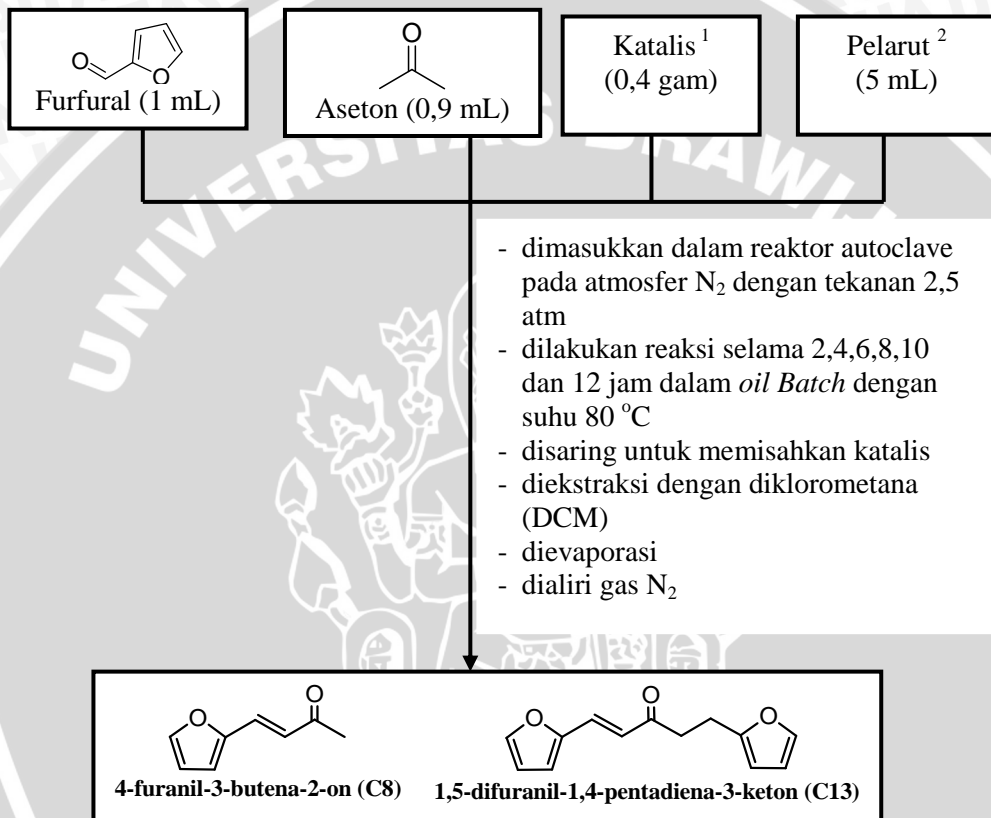
A.11 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton Menggunakan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave* (Tanpa Pelarut)



- dimasukkan dalam reaktor autoclave pada atmosfer N₂ dengan tekanan 2,5 atm
- dilakukan reaksi selama 2,4,6,8,10 dan 12 jam dalam *oil Batch* dengan suhu 80 °C
- disaring untuk memisahkan katalis



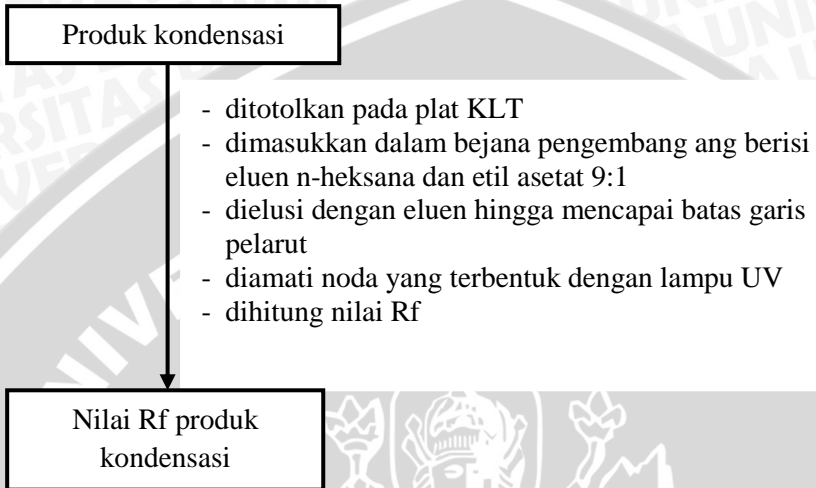
A.12 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton dengan Metode *Oil Batch Reactor Autoclave* (Variasi Pelarut)



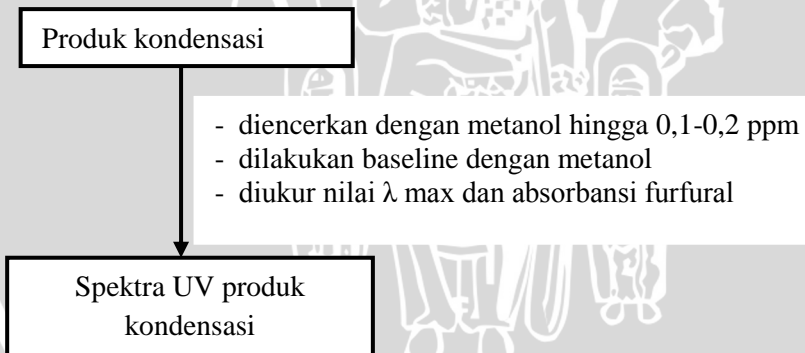
¹ Variasi katalis : MgO/ γ -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ dan MgO

² Variasi pelarut : Metanol (MeOH) dan air (H₂O)

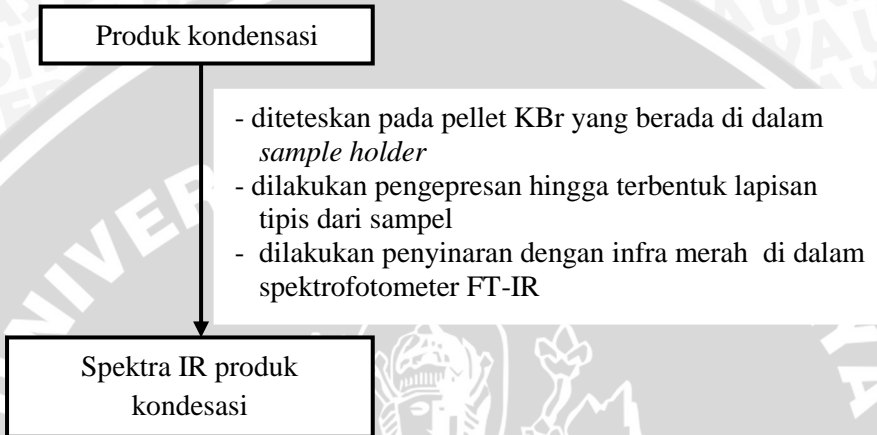
A.13 Karakterisasi Produk Kondensasi dengan KLT



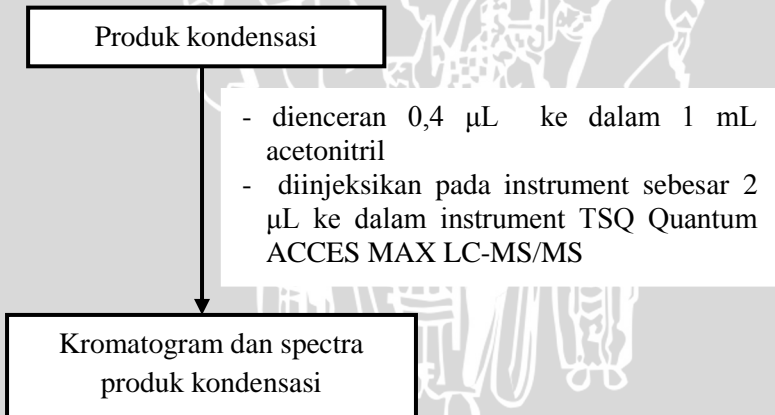
A.14 Karakterisasi Produk Kondensasi dengan Spektrofotometri UV-Vis



A.15 Karakterisasi Produk Kondensasi dengan Spektrofotometri FT-IR



A.16 Karakterisasi Produk Kondensasi dengan KC-MS



LAMPIRAN B PERHITUNGAN

B.1 Pengenceran H₂SO₄ 98% Menjadi H₂SO₄ 10%

Pengenceran H₂SO₄ 98% menjadi H₂SO₄ 10%

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\98\% \times V_1 &= 10\% \times 250 \text{ mL} \\V_1 &= 25,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

B.2 Rendemen dan Massa Jenis Produk Furfural Isolasi

Hidrolisis furfural dilakukan dalam 2 tahapan,

Tahap 1: diperoleh massa furfural = 20,12 gram

Tahap 2 : diperoleh massa furfural = 26,75 gram

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat furfural}}{\text{berat awal tongkol jagung}} \times 100\%$$

$$\text{Rendemen}_1 = \frac{20,12 \text{ g}}{350 \text{ g}} \times 100\% = 5,75\%$$

$$\text{Rendemen}_2 = \frac{26,75 \text{ g}}{300 \text{ g}} \times 100\% = 8,92\%$$

Massa jenis (ρ) furfural isolasi dihitung dengan rumus:

$$\text{Massa jenis } (\rho) = \frac{\text{massa furfural}}{\text{volume furfural}}$$

$$\text{Rendemen}_1 = \frac{46,87 \text{ g}}{41,8 \text{ mL}} = 1,12 \text{ g/mL}$$

B.3 Perhitungan Analisis KG-SM Furfural Isolasi

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{\text{area furfural isolasi}}{\text{total area terukur}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{18748417}{19070598} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kemurnian} = 98,31 \%$$

B.4 Preparasi Katalis MgO/ γ -Al₂O₃

$$\text{Massa Mg} = \frac{15}{100} \times 10 \text{ gram} = 1,5 \text{ gram}$$

$$\text{Massa } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = \frac{85}{100} \times 10 \text{ gram} = 8,5 \text{ gram}$$

Massa Mg(NO₃)₂·6H₂O yang dibutuhkan :

$$\frac{\text{Ar Mg}}{\text{Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa Mg}}{\text{Massa Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$
$$\frac{24,31}{256,31} = \frac{1,5 \text{ gram}}{\text{Massa Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{Massa Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{256,31 \times 1,5 \text{ gram}}{24,31}$$

$$\text{Massa Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 15,81 \text{ gram}$$

B.5 Reaktan Reaksi Kondensasi Aldol

Perbandingan mol furfural dan aseton 1 : 1

Kebutuhan furfural

Kebutuhan reaksi 12,1 mmol

massa furfural = mol furfural x BM furfural

$$= 0,0121 \times 96 \text{ g/mol}$$

$$= 1,16 \text{ g}$$

*diasumsikan furfural hasil hidrolisis mempunyai kemurnian 100%

volume furfural yang dibutuhkan

$$= \frac{\text{massa furfural hasil isolasi}}{\text{massa jenis furfural hasil isolasi}}$$
$$= \frac{1,16 \text{ g}}{1,16 \text{ g/mL}}$$
$$= 1 \text{ mL}$$

Kebutuhan aseton

Kebutuhan reaksi 12,1 mmol

massa aseton = mol aseton x BM aseton

$$= 0,0121 \text{ mol} \times 58,08 \text{ g/mol}$$

$$= 0,702 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{volume aseton yang dibutuhkan} &= \frac{\text{massa aseton}}{\text{massa jenis aseton}} \\ &= \frac{0,702 \text{ g}}{0,787 \text{ g/mol}} \\ &= 0,9 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.6 Persen Massa Produk Kondensasi

❖ Produk Kondensasi Aldol (Tanpa pelarut)

$$\text{Rendemen A1} = \frac{0,3 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 25,9 \%$$

$$\text{Rendemen A2} = \frac{0,46 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 39,6 \%$$

$$\text{Rendemen A3} = \frac{0,54 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 46,5 \%$$

$$\text{Rendemen A4} = \frac{1,04 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 89,6 \%$$

$$\text{Rendemen A5} = \frac{0,54 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 46,5 \%$$

$$\text{Rendemen A6} = \frac{0,57 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 49,1 \%$$

❖ Produk Kondensasi Aldol (Pelarut Metanol)

$$\text{Rendemen B1} = \frac{0,98 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 84,5 \%$$

$$\text{Rendemen B2} = \frac{1,13 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 97,4 \%$$

$$\text{Rendemen C1} = \frac{1,07 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 92,2 \%$$

$$\text{Rendemen C2} = \frac{1,14 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 98,3 \%$$

$$\text{Rendemen D1} = \frac{1,12 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 96,5 \%$$

$$\text{Rendemen D2} = \frac{1,14 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 98,3 \%$$

❖ **Produk Kondensasi Aldol (Pelarut air)**

$$\text{Rendemen E1} = \frac{1,07 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 92,2 \%$$

$$\text{Rendemen E2} = \frac{0,12 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 10,3 \%$$

$$\text{Rendemen E3} = \frac{0,58 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 50 \%$$

$$\text{Rendemen E4} = \frac{0,85 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 73,3 \%$$

$$\text{Rendemen E5} = \frac{1,14 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 98,3 \%$$

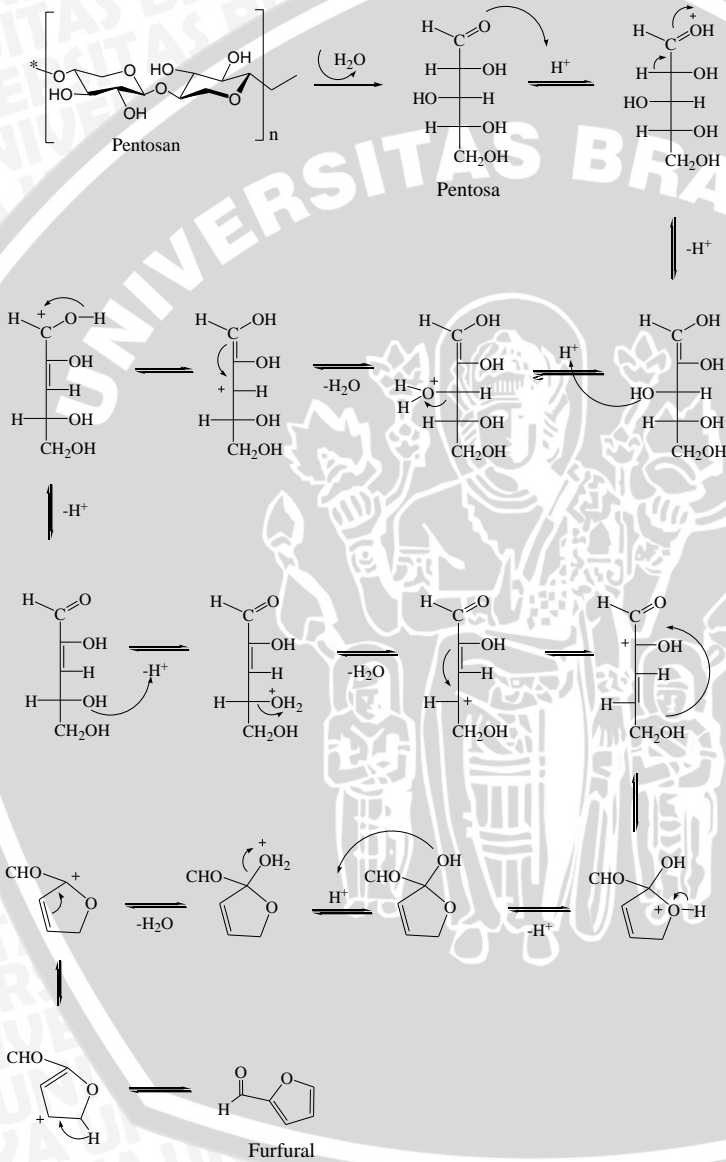
$$\text{Rendemen E6} = \frac{1,15 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 99,1 \%$$

$$\text{Rendemen F1} = \frac{0,67 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 57,7 \%$$

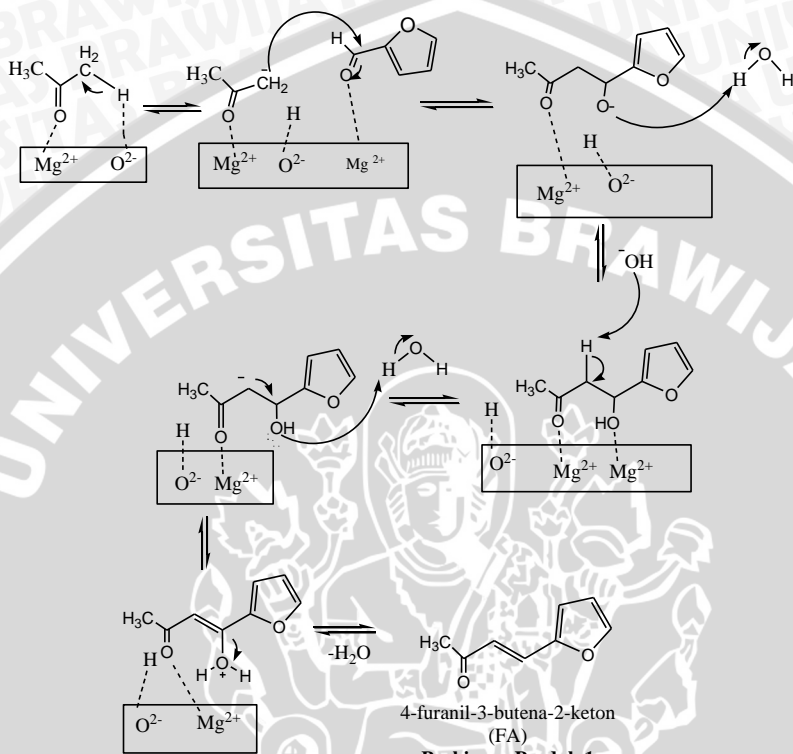
$$\text{Rendemen F2} = \frac{1,08 \text{ g}}{1,16 \text{ g}} \times 100\% = 93,1 \%$$

LAMPIRAN C MEKANISME REAKSI

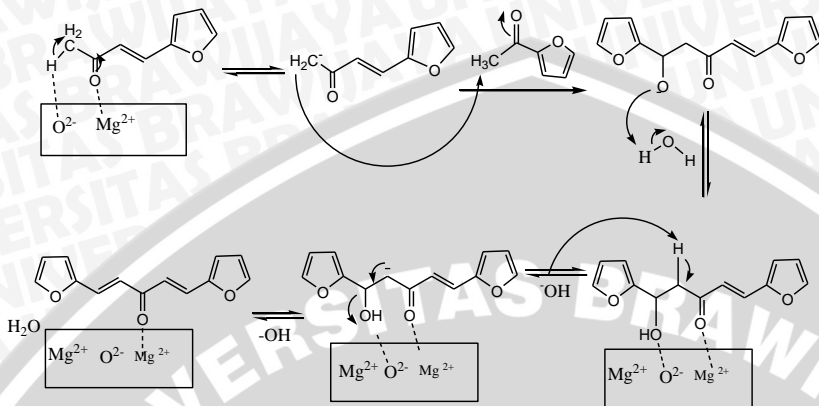
C.1 Mekanisme Reaksi Pembentukan Furfural



C.2 Mekanisme Reaksi Kondensasi Antara Furfural dan Aseton

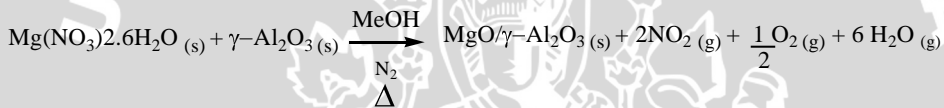


Prakiraan Produk 1



1,5-difuranil-1,4-pentadiena-3-keton (F₂A)
Prakiraan produk 2

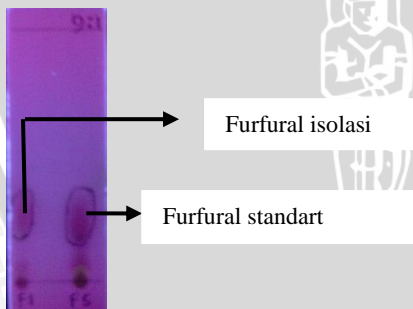
C.3 Reaksi Pembentukan Katalis MgO/ γ -Al₂O₃



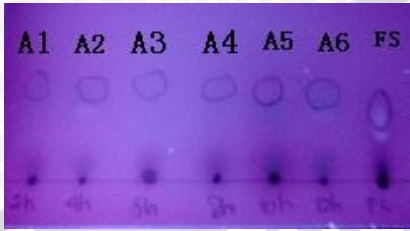
LAMPIRAN D DATA HASIL KARAKTERISASI

D.1 Hasil KLT Furfural dan Produk Kondensasi

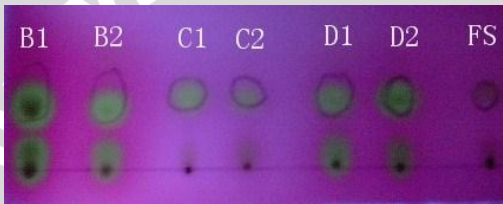
D.1.1 Hasil KLT furfural isolasi dan furfural standart



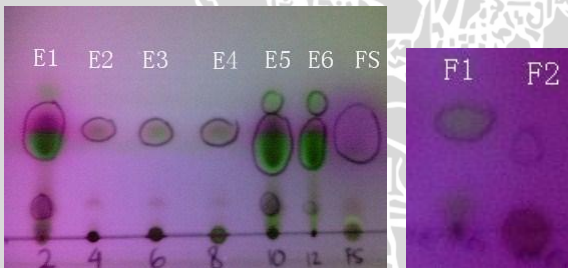
D.1.2 Produk kondensasi aldol tanpa pelarut



D.1.3 Produk kondensasi aldol dengan pelarut metanol

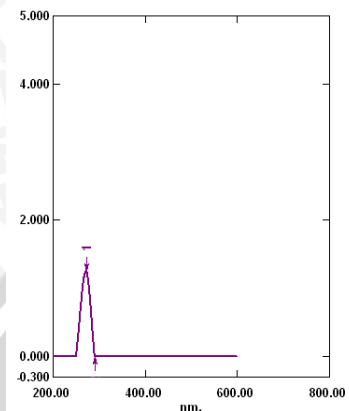


D.1.4 Produk kondensasi aldol dengan pelarut air

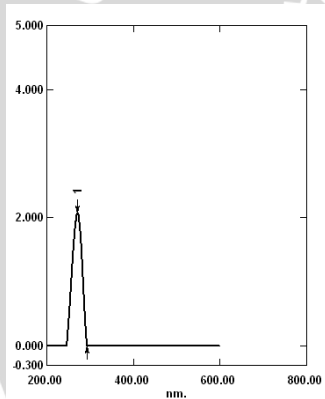


D.2 Hasil Karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis

D.2.1 Hasil UV-Vis furfural standart

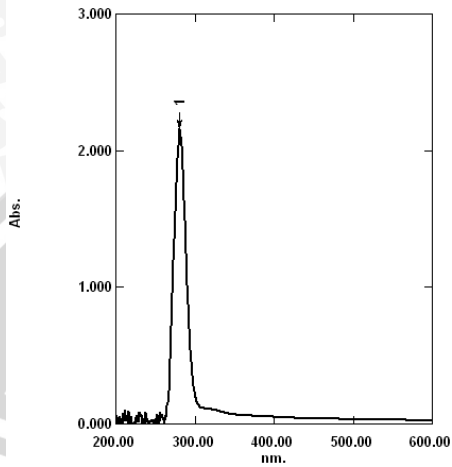


D.2.2 Hasil UV-Vis furfural isolasi

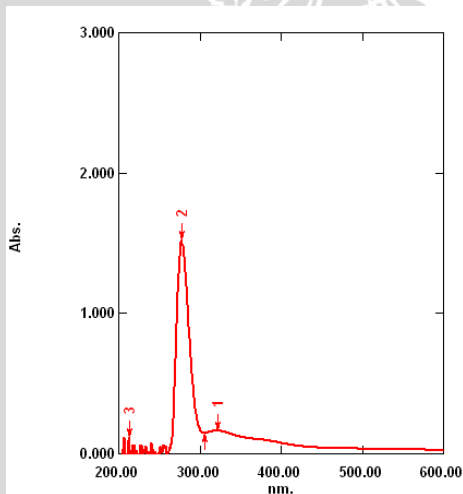


D.2.3 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (tanpa pelarut)

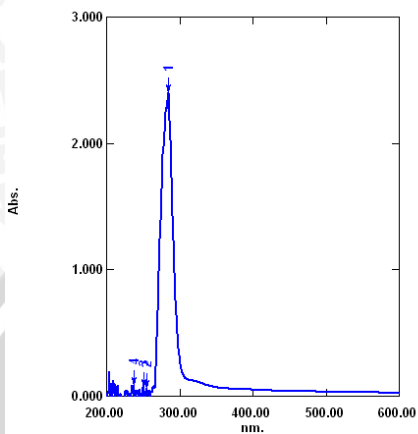
D.2.3.1 produk A1 (MgO/ γ -Al₂O₃ – 2 jam)



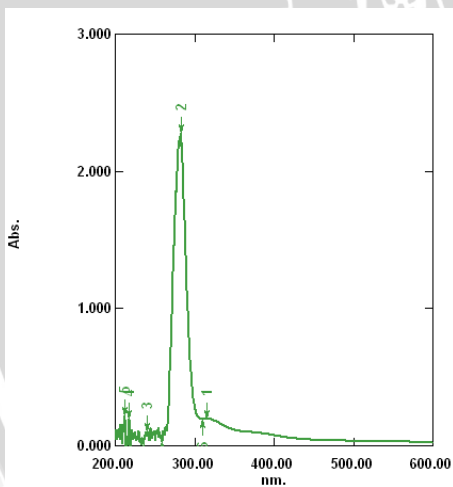
D.2.3.2 produk A2 (MgO/ γ -Al₂O₃ – 4 jam)



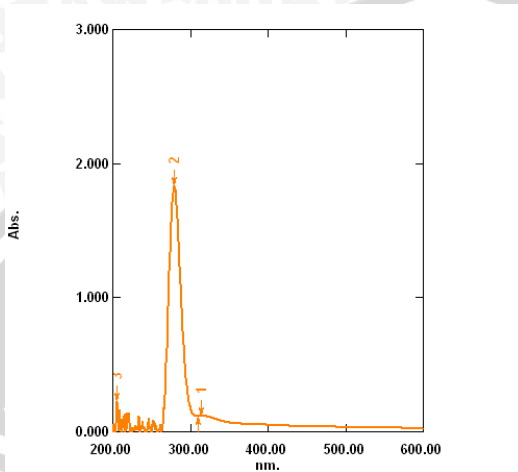
D.2.3.3 produk A3 ($\text{MgO}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3 - 6 \text{ jam}$)



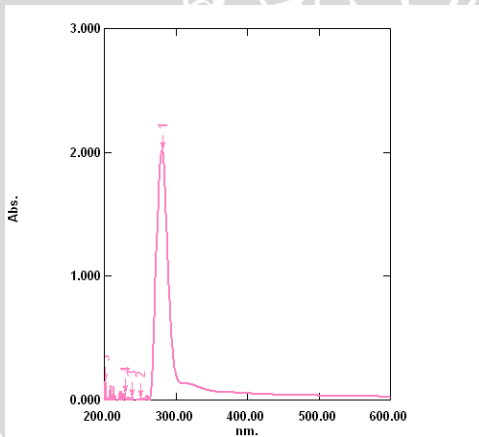
D.2.3.4 produk A4 ($\text{MgO}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3 - 8 \text{ jam}$)



D.2.3.5 produk A5 ($\text{MgO}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3 - 10 \text{ jam}$)

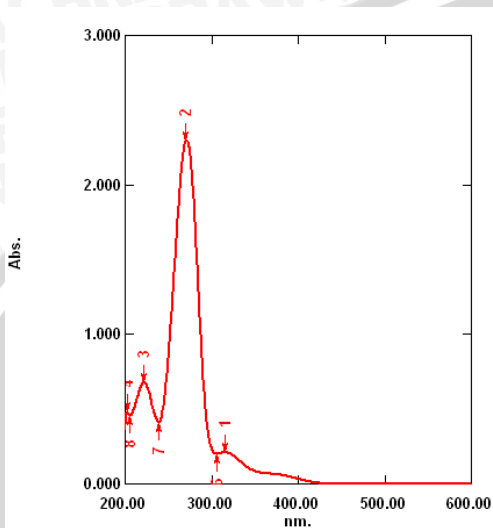


D.2.3.6 produk A6 ($\text{MgO}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3 - 12 \text{ jam}$)

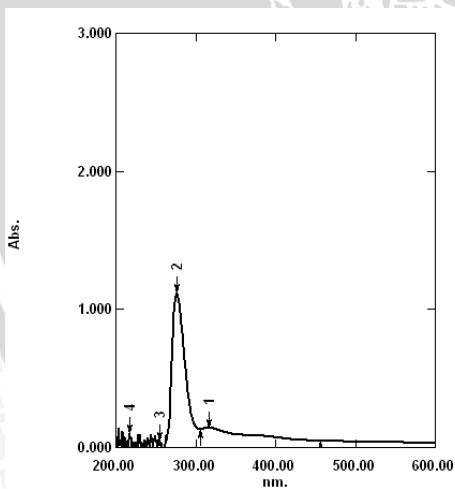


D.2.4 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (pelarut metanol)

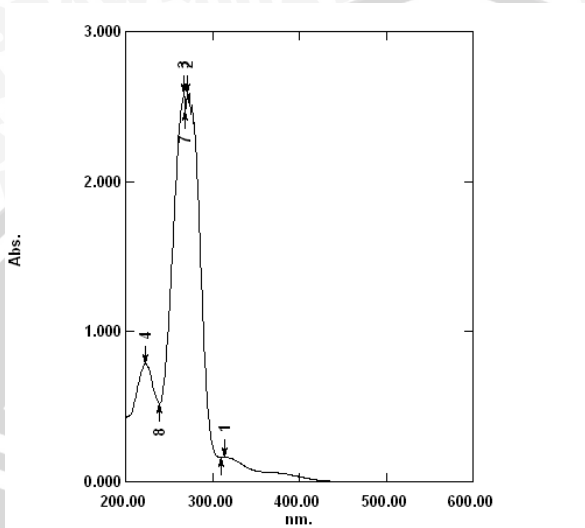
D.2.4.1 Produk B1 (MgO/ γ -Al₂O₃ – 12 jam)



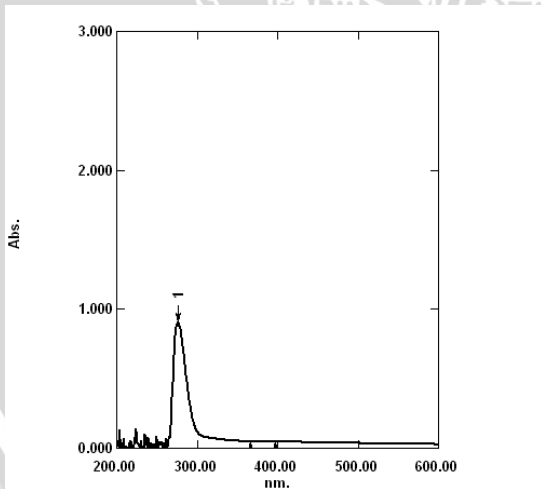
D.2.4.2 Produk B2 (MgO/ γ -Al₂O₃ – 24 jam)



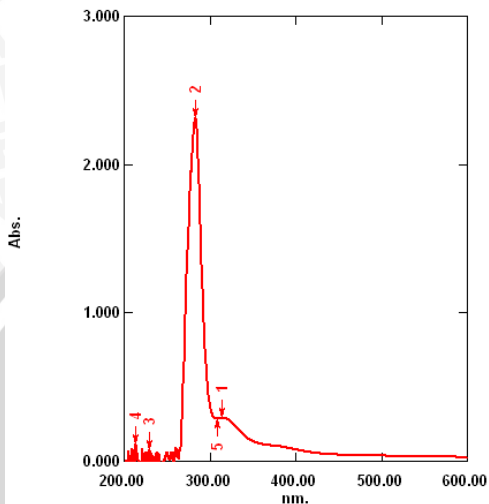
D.2.4.3 Produk C1 ($\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ – 12 jam)



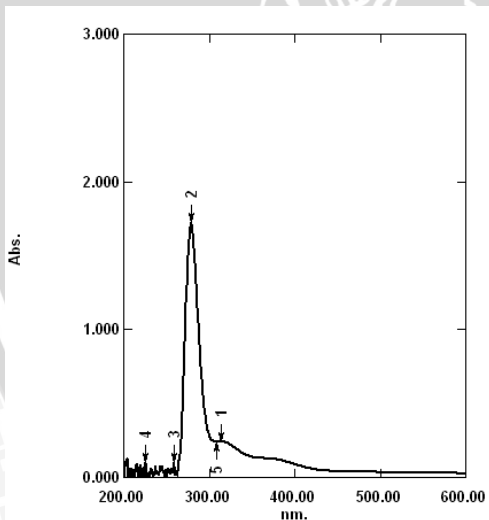
D.2.4.4 Produk C2 ($\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ – 24 jam)



D.2.4.5 Produk D1 (MgO– 12 jam)

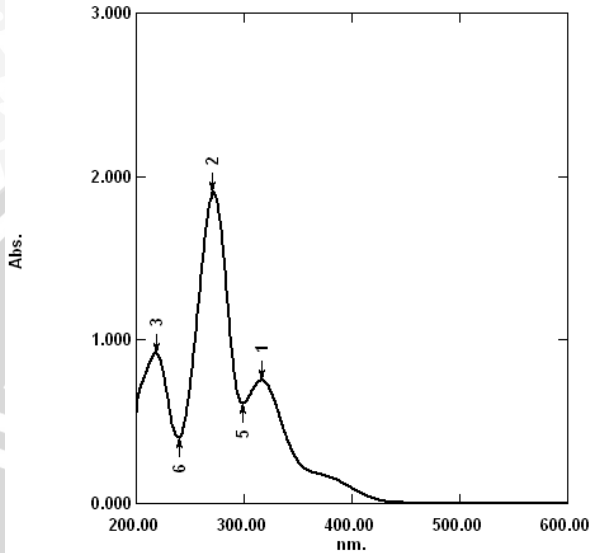


D.2.4.6 Produk D2 (MgO– 24 jam)

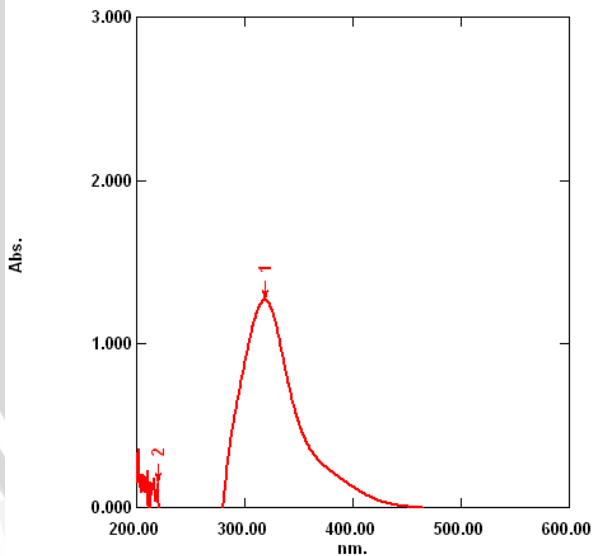


D.2.5 Hasil UV-Vis produk kondensasi aldol (pelarut air)

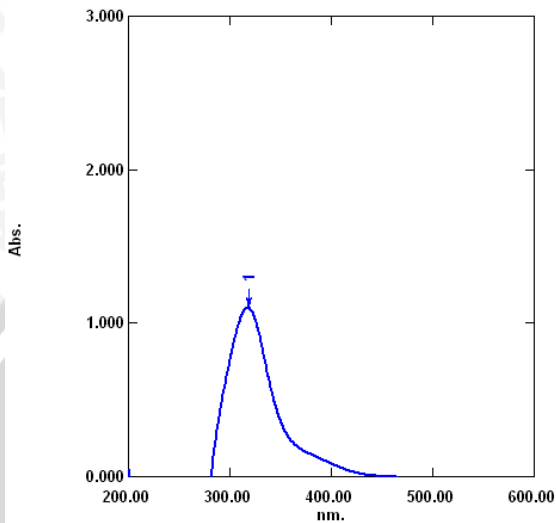
D.2.5.1 Produk E1 (MgO – 2 jam)



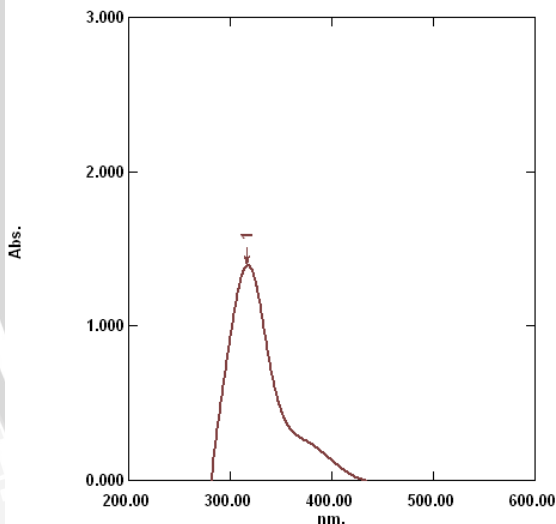
D.2.5.2 Produk E2 (MgO – 4 jam)



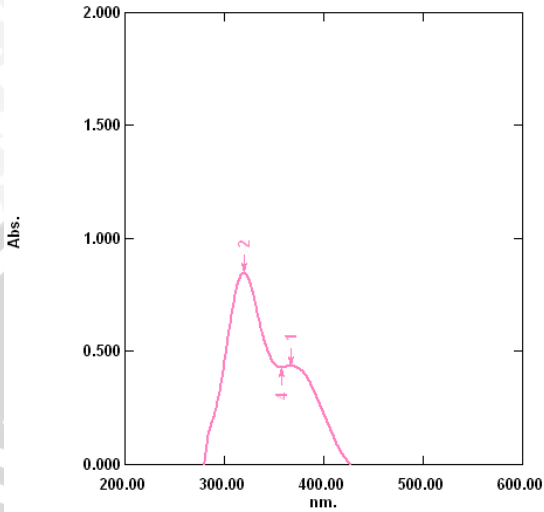
D.2.5.3 Produk E3 (MgO- 6 jam)



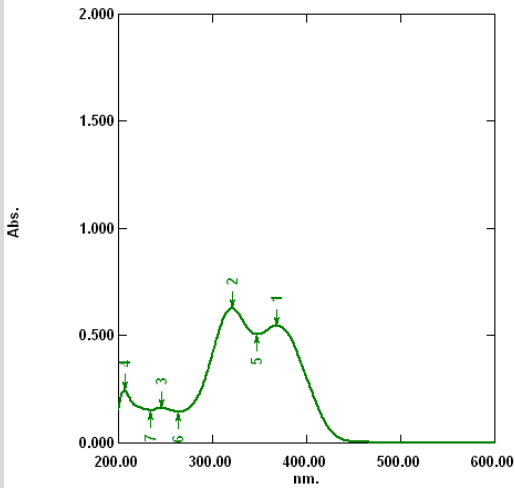
D.2.5.4 Produk E4 (MgO- 8 jam)



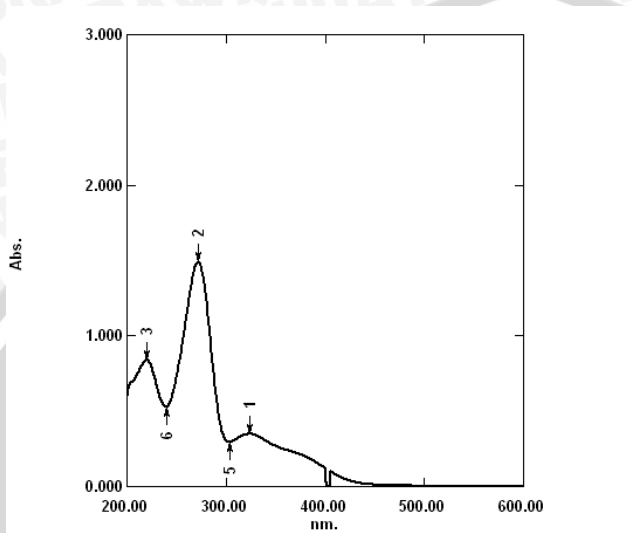
D.2.5.5 Produk E5 (MgO- 10 jam)



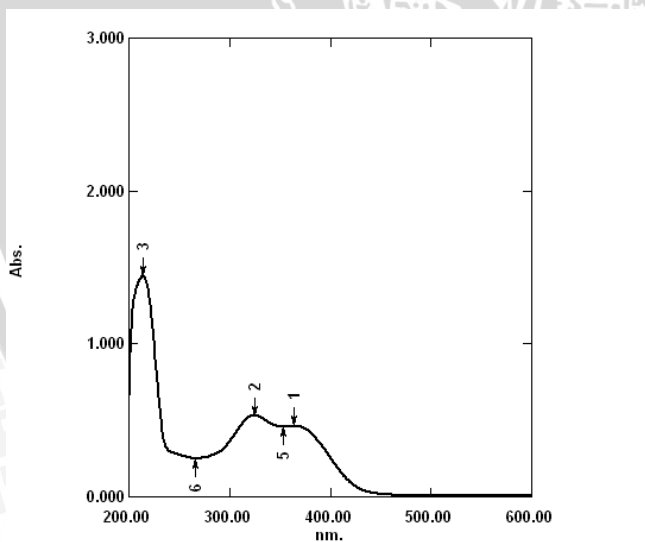
D.2.5.6 Produk E6 (MgO- 12 jam)



D.2.5.7 Produk F1 ($\text{MgO}/\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ – 4 jam)

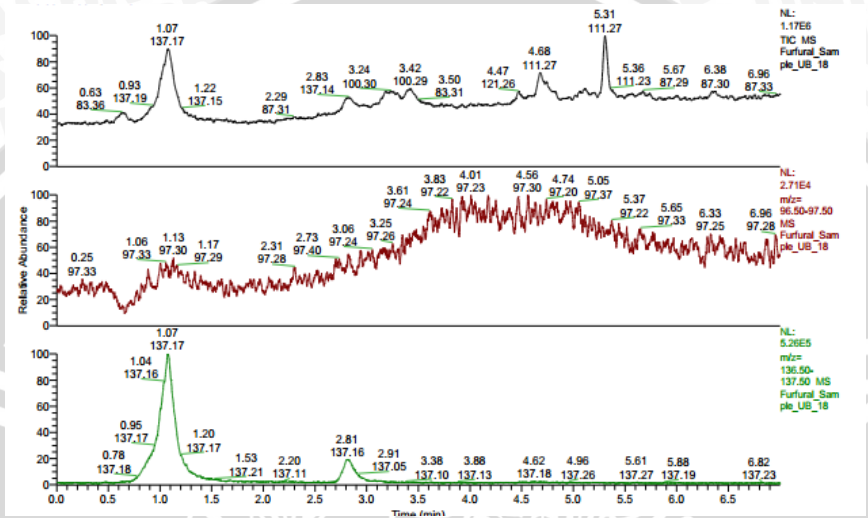


D.2.5.8 Produk F2 ($\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ – 4 jam)

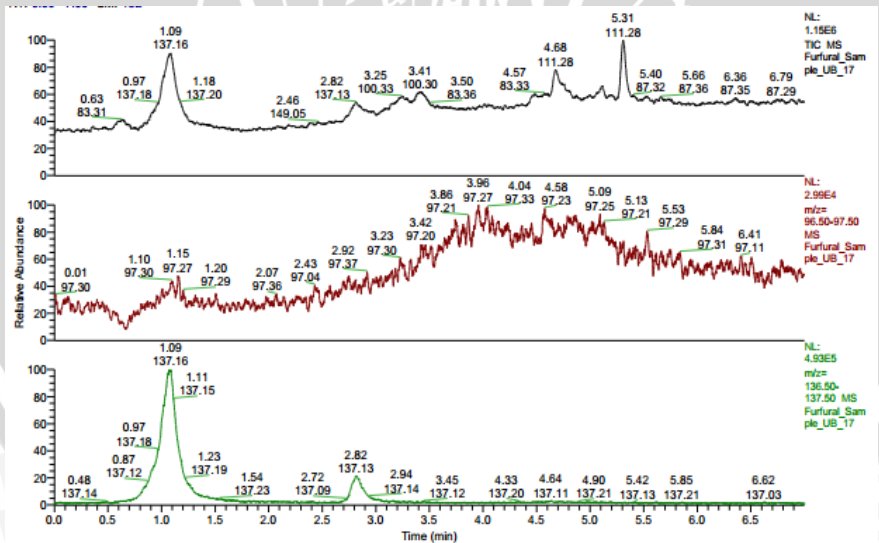


D.3 Hasil KC-SM Produk Kondensasi Aldol

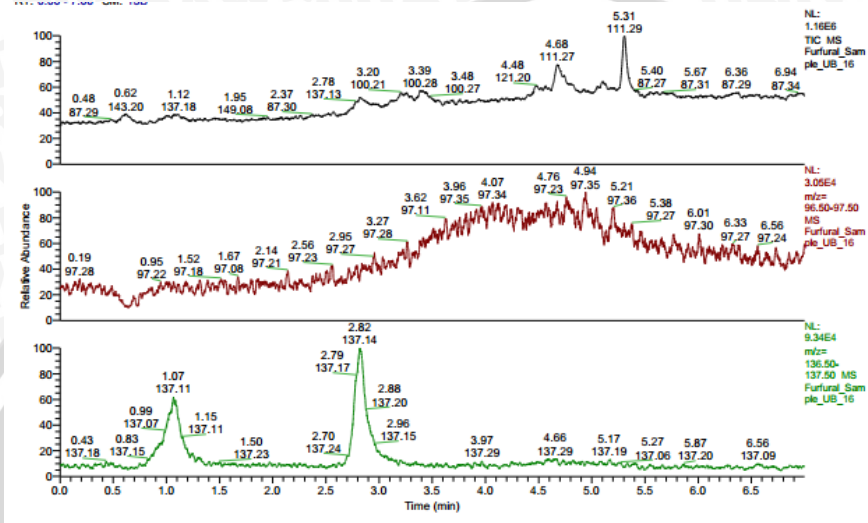
D.3.1 Poduk E1 (2 jam)



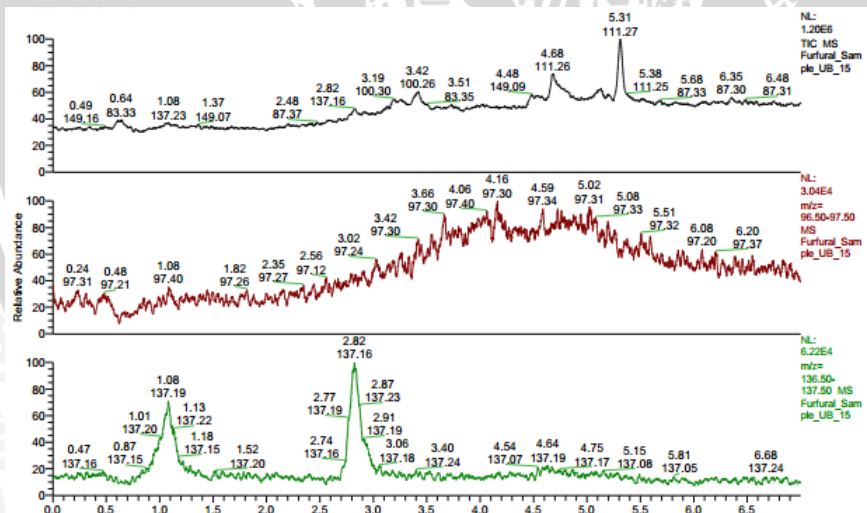
D.3.2 Poduk E2 (4 jam)



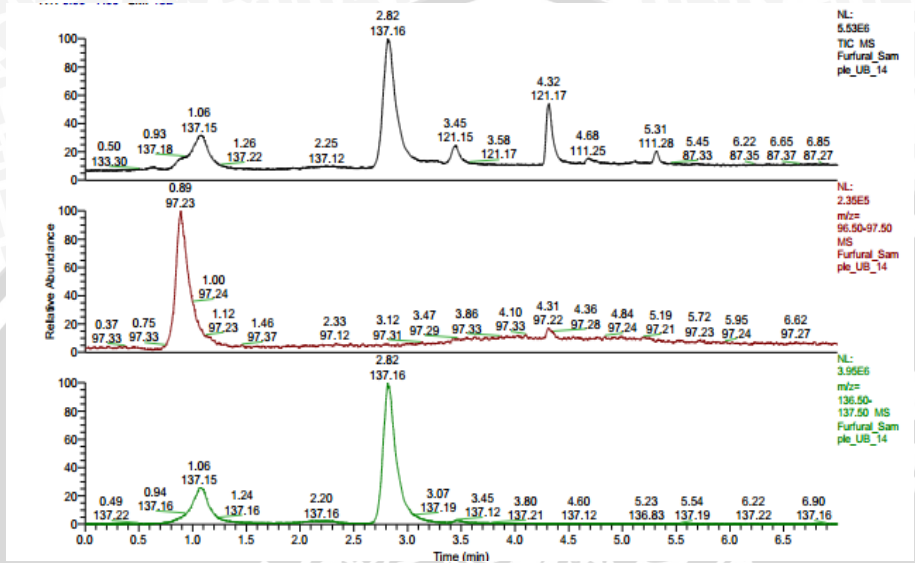
D.3.3 Produk E3 (6 jam)



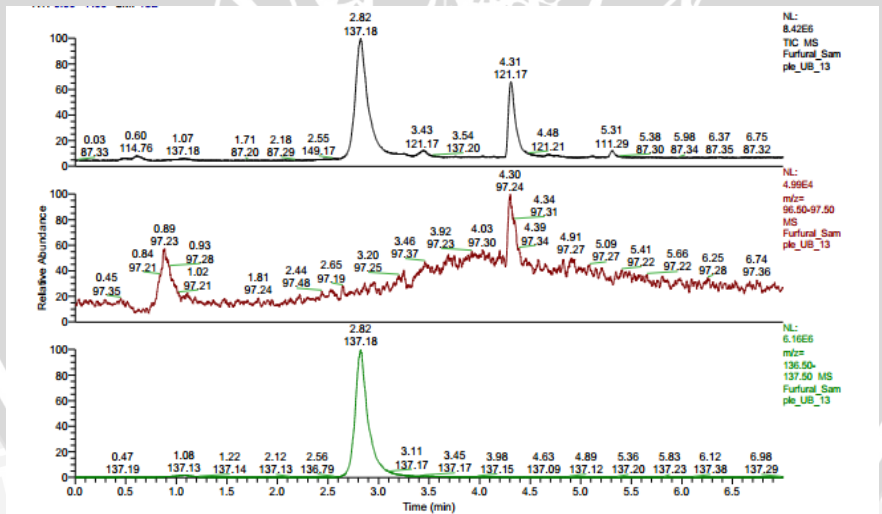
D.3.4 Produk E4 (8 jam)



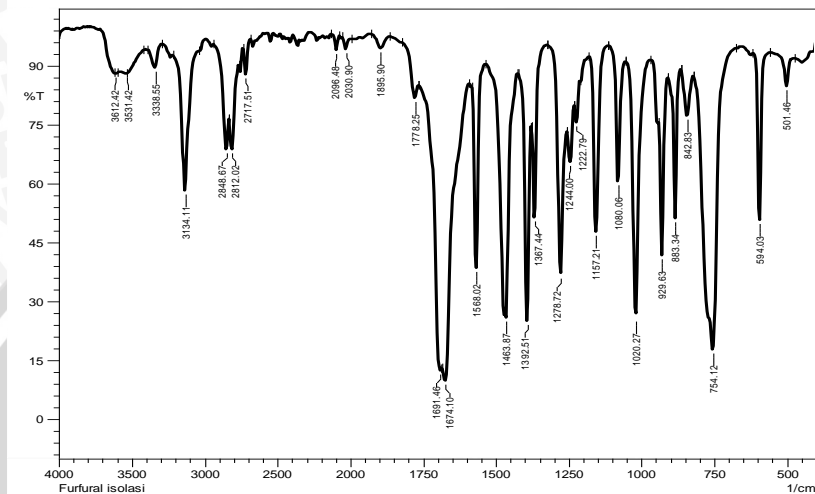
D.3.5 Poduk E5 (10 jam)



D.3.6 Poduk E6 (12jam)

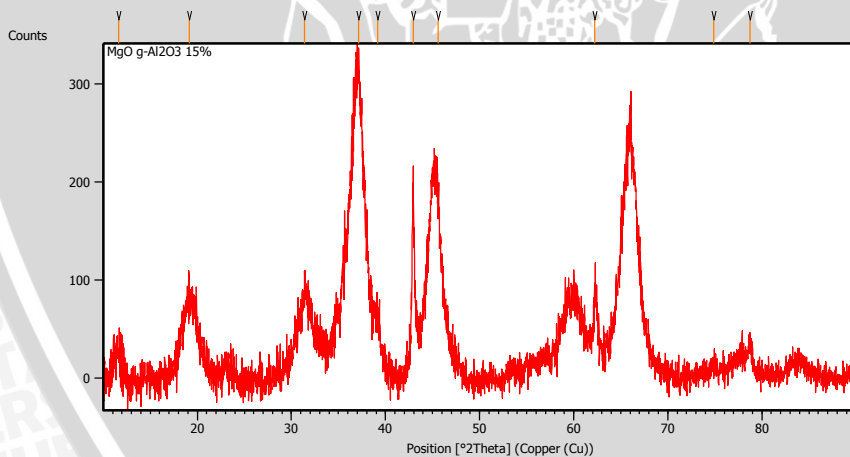


D.4 Hasil FT-IR Furfural isolasi

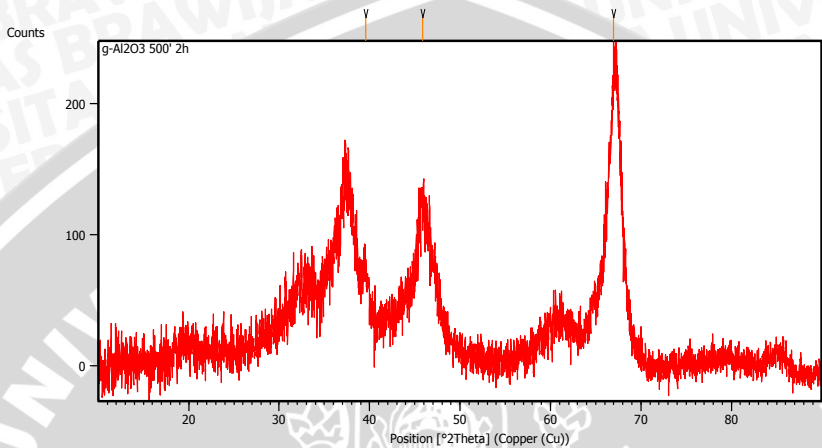


D.5 Hasil DSX Katalis

D.5.1 Hasil DSX Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

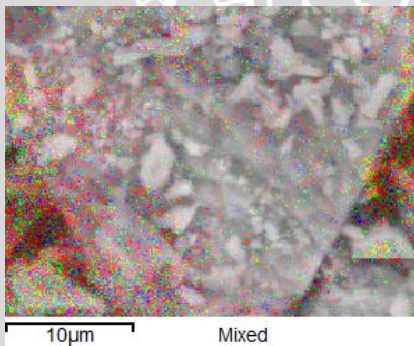


D.5.2 Hasil DSX Katalis γ -Al₂O₃

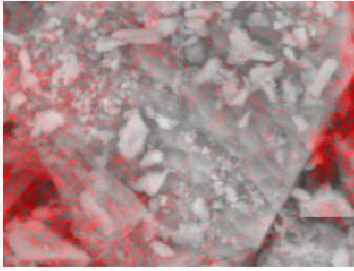


D.6 Hasil SEM-EDX Katalis

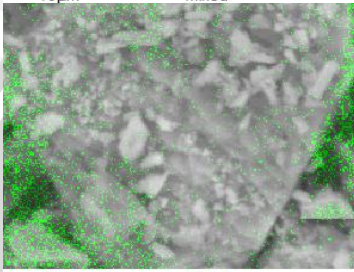
D.6.1 Hasil SEM MgO/ γ -Al₂O₃



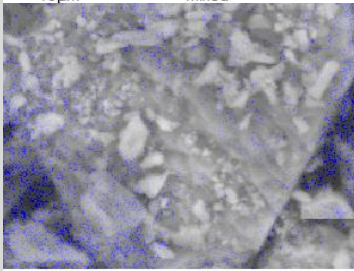
Merah = Alumunium
Hijau = Oksigen
Biru = Magnesium



Merah = Aluminium

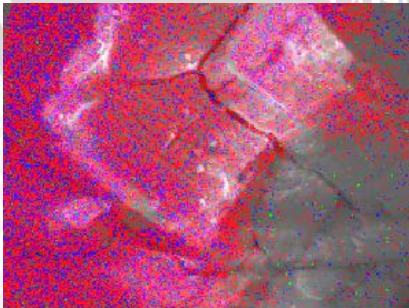


Hijau = Oksigen

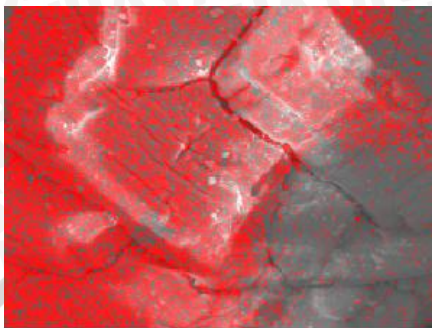


Biru = Magnesium

D.6.2 Hasil SEM Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$



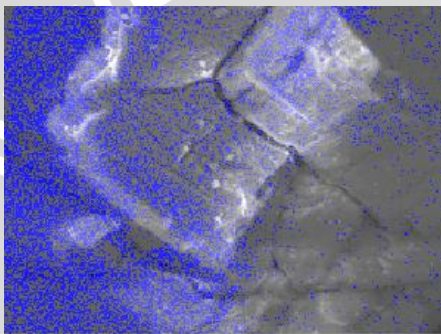
Merah = Aluminium
Biru = Oksigen



40µm

Mixed

Merah = Alumunium



40µm

Mixed

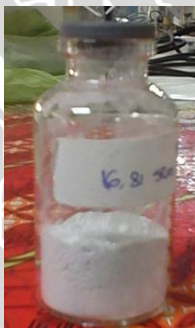
Biru = Oksigen

LAMPIRAN E DOKUMENTASI PENELITIAN

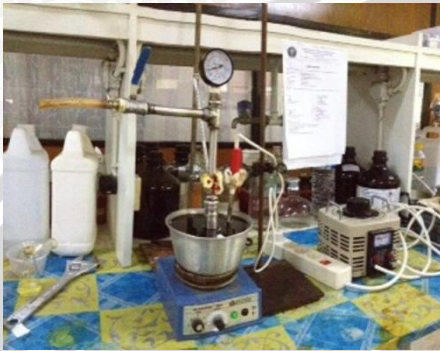
E.1 Hidrolisis Furfural



E.2 Preparasi Katalis $\text{MgO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$



E.3 Reaksi Kondensasi Aldol antara Furfural dan Aseton



E.4 Uji Karakterisasi KLT Produk Kondensasi Aldol

