

**SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n-BUTANOL
MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI
MENGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK**

SKRIPSI

Oleh :
MUHAMMAD FAUZI
0310920040



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2009**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pentanal.....	5
2.2 Analisa Retrosintesis.....	5
2.3 Reaksi-Reaksi Sintesis	
2.3.1 Reaksi substitusi alkohol.....	10
2.3.2 Sintesis alkohol.....	10
2.3.3 Reagen Grignard.....	11
2.3.4 Reaksi adisi reagen Grignard.....	12
2.3.5 Osidasi alkohol.....	14
2.4 Mekanisme Kerja Gelombang Ultrasonik.....	16
2.4.1 Peristiwa kavitasi.....	19
2.4.2 Aplikasi gelombang ultrasonik dalam bidang kimia	20
2.5 Spektrofotometer Infra Merah (IR).....	21
2.6 Kromatografi Gas Cairan (GC).....	22
2.7 Hipotesis.....	22

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	23
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	23
3.2.1 Bahan penelitian.....	23
3.2.2 Alat penelitian	23
3.3 Tahapan Penelitian	23
3.3.1 Aktivasi logam magnesium.....	23
3.3.2 Penentuan waktu optimum butil bromida.....	23
3.3.3 Penentuan waktu optimum n-pentanol.....	23
3.3.4 Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal.....	23
3.3.5 Analisa hasil sintesis	
a. Analisa dengan spektrofotometer infra merah.	23
b. Analisa dengan kromatografi gas.....	23
3.4 Cara Kerja Penelitian.....	23
3.4.1 Aktivasi logam magnesium.....	23
3.4.2 Penentuan waktu optimum butil bromida.....	24
3.4.3 Penentuan waktu optimum n-pentanol.....	24
3.4.4 Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal.....	25
3.4.5 Analisa hasil sintesis.....	25
a. Analisa dengan spektrofotometer infra merah.	25
b. Analisa dengan kromatografi gas.....	25
3.5 Analisa Data.....	26
3.5.1 Spektrum IR.....	26
3.5.2 Kromatogram GC.....	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis butil bromida.....	28
4.3 Sintesis n-pentanol.....	33
4.4 Sintesis pentanal.....	40

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan.....	44
5.2. Saran.....	44

DAFTAR PUSTAKA	45
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	49
-----------------------	-----------

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur pentanal.....	5
Gambar 2.2	Contoh reaksi diskoneksi dan IG	7
Gambar 2.3	Retrosintesis 4-metil-2-pentanol.....	8
Gambar 2.4	Sintesis 4-metil-2-pentanol.....	8
Gambar 2.5	Retrosintesis pentanal.....	9
Gambar 2.6	Reaksi sintesis pentanal.....	10
Gambar 2.7	Reaksi substitusi alkohol.....	10
Gambar 2.8	Reaksi sintesis alkohol dari suatu alkil halida	11
Gambar 2.9	Reaksi sintesis alkohol dari suatu keton....	11
Gambar 2.10	Reaksi sintesis alkohol dari suatu alkena...	11
Gambar 2.11	Mekanisme radikal bebas pada reagen Grignard.....	12
Gambar 2.12	Reaksi reagen Grignard.....	12
Gambar 2.13	Mekanisme reaksi reagen Grignard dengan aldehyd.....	13
Gambar 2.14	Reaksi pembentukan oksidator PCC.....	15
Gambar 2.15	Reaksi oksidasi pentanol.....	16
Gambar 2.16	Karakteristik gelombang ultrasonik.....	17
Gambar 2.17	Peristiwa kavitasi.....	20
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi brominasi n-butanol.....	28
Gambar 4.2	Hubungan antara persen hasil butil bromida dengan lama sonikasi pada reaksi brominasi	30
Gambar 4.3	Spektra FTIR butil bromida.....	31
Gambar 4.4	Kromatogram GC butil bromida.....	32
Gambar 4.5	Reaksi pembentukan butil magnesium bromida.....	34
Gambar 4.6	Mekanisme reaksi adisi nukleofilik butil bromida.....	35
Gambar 4.7	Reaksi pembentukan alkoksi magnesium bromida.....	35
Gambar 4.8	Mekanisme reaksi dehidrasi alkohol.....	36
Gambar 4.9	Grafik hubungan antara persen hasil pentanol dengan lama sonikasi pada reaksi Grignard.....	37
Gambar 4.10	Spektra FTIR Sintesis pentanol.....	38
Gambar 4.11	Kromatogram GC pentanol.....	39

Gambar 4.12	Spektra FTIR sintesis pentanal.....	41
Gambar 4.13	Kromatogram GC sintesis pentanal.....	42

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Tipe gugus fungsi spektrum FTIR senyawa hasil butil bromida.....	31
Tabel 4.2	Tipe gugus fungsi spektrum FTIR senyawa hasil sintesis pentanol.....	38
Tabel 4.3	Tipe gugus fungsi spektrum FTIR senyawa hasil sintesis pentanal.....	42



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Preparasi bahan.....	49
Lampiran 2	Skema kerja penelitian.....	50
Lampiran 3	Komatogram dan Spektra dalam sintesis butil bromida.....	54
Lampiran 4	Spektra standart dan hasil sintesis butil bromida.....	57
Lampiran 5	Komatogram dan spektra dalam sintesis n- pentanol.....	58
Lampiran 6	Komatogram dan spektra dalam sintesis pentanal.....	62
Lampiran 7	Perhitungan persen hasil sintesis.....	63



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.

**SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n-BUTANOL
MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI
MENGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK**

SKRIPSI

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

Oleh :
MUHAMMAD FAUZI
0310920040



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

MALANG

2009

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n -BUTANOL MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI MENGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK

Oleh :

MUHAMMAD FAUZI

0310920040

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

Menyetujui,

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Warsito, MS
NIP. 131 471 016

M. Farid Rahman, S.Si., M.Si
NIP. 132 158 728

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 131 653 134

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Muhammad Fauzi

NIM : 0310920040

Jurusan : Kimia

Penulisan skripsi berjudul :

SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n-BUTANOL MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI MENGGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK

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, Februari 2009

Yang menyatakan,

Muhammad Fauzi
NIM. 0310920040

SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n-BUTANOL MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI MENGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK

ABSTRAK

Telah disintesis senyawa pentanal menggunakan bahan dasar n-butanol. Penetapan n-butanol sebagai bahan dasar didasarkan atas retrosintesis senyawa molekul target pentanal. Sedangkan pengubahan bahan dasar n-butanol menjadi pentanal dilakukan dengan tiga tahap yaitu reaksi substitusi nukleofilik n-butanol oleh KBr dilarutkan dalam H_2SO_4 , diikuti dengan reaksi kondensasi dengan reaktan formaldehid melalui reaksi Grignard dan diakhiri dengan oksidasi menggunakan oksidator PCC. Perbandingan mol reaktan dalam masing-masing tahapan reaksi adalah 1:1. Penelitian ini digunakan bantuan gelombang ultrasonik dalam setiap tahapan reaksi dan variasi sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit. Analisis hasil sintesis menggunakan spektrofotometer infra merah dan kromatografi gas. Pola hasil reaksi untuk brominasi dan reaksi Grignard dijumpai meningkat dengan bertambahnya lama sonikasi. Penerapan lama sonikasi maksimal dijumpai pada 45 menit dengan hasil 72,87% untuk reaksi brominasi dan 86,99% untuk reaksi Grignard. Sedangkan hasil oksidasi selama 45 menit dengan bantuan gelombang ultrasonik diperoleh produk 35,03%. Metode identifikasi gugus senyawa hasil oksidasi digunakan spektrofotometer FTIR ditunjukkan munculnya serapan karbonil $\text{C}=\text{O}$ pada bilangan gelombang $1730,03 \text{ cm}^{-1}$.

SYNTHESIS PENTANAL FROM MATERIAL START n-BUTANOL THROUGH REACTION GRIGNARD AND OXIDATION WITH ULTRASONIC WAVES

ABSTRACT

It has been synthesised compound pentanal by using n-butanol as starting material. Reason for using n-butanol as starting material is according to retrosynthesis method of molecule target pentanal. To change n-butanol in to pentanal is used three steps that are nucleophilic substitution by KBr in solvent H_2SO_4 , followed by condensation with formaldehyd reagent on Grignard reaction, and completed with PCC oxidator. Ration between mol reagent in every step of reaction is 1 : 1. in this research, it is used ultrasonic waves in every step of reaction with varied timed of sonication 15, 30, 45, and 60 minutes. The result of synthesis is analyzed with infra red spectrophotometer and gas chromatography. Trend of reaction result for both bromination and Grignard reaction increase when time of sonication increase. The trend is maximum for 45 minutes sonication with 72,87 % yield for bromination and 86,99 % for reaction Grignard. The result for oxidation 45 minutes with ultrasonic waves is 35,03 % yield. Infra red spectrophotometer is used to identify the result of oxidation, it shows $\text{C}=\text{O}$ absorbance on $1730,03 \text{ cm}^{-1}$.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya. Skripsi ini berjudul “SINTESIS PENTANAL DARI BAHAN DASAR n-BUTANOL MELALUI REAKSI GRIGNARD DAN OKSIDASI MENGGUNAKAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK” merupakan sebagian persyaratan akademik untuk mencapai gelar sarjana sains di Jurusan KIMIA Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Pada kesempatan ini pula dengan segala kerendahan dan ketulusan hati, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Drs. Warsito, MS. selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing II dan ketua jurusan Kimia atas bimbingan dan nasehat yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Masruri, S.Si, M.Si selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
4. Dosen-dosen Kimia yang telah memberikan nasehat, petunjuk selama melaksanakan studi.
5. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya skripsi ini.
6. Para laboran yang telah banyak membantu demi kelancaran penelitian ini.
7. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis juga menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, maka dari itu penulis harapkan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi ini.

Malang, Februari 2009

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	3
1.3. Batasan Masalah.....	4
1.4. Tujuan Penelitian.....	4
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. n-pentanal	5
2.2. Analisa Retrosintesis	5
2.3. Reaksi Substitusi Alkohol	10
2.4. Sintesis Alkohol	7
2.5. Reagen Grignard	8
2.6. Reaksi Adisi Reagen Grignard	9
2.7. Osidasi Alkohol	10
2.8. Mekanisme Kerja Gelombang Ultrasonik	12
2.7.1 Peristiwa Kavitasi	13
2.7.2 Aplikasi Gelombang Ultrasonik dalam Bidang Kimia	13
2.8. Spektrofotometer Infra Merah (IR)	14
2.9. Kromatografi Gas Cairan (GC)	15
2.10. Hipotesis.....	15

BAB III METODE PENELITIAN

3.1	Tempat dan Waktu Penelitian	16
3.2	Bahan dan Alat Penelitian	16
3.2.1	Bahan Penelitian	16
3.2.2	Alat Penelitian	16
3.3	Tahapan Penelitian	16
3.4	Cara Kerja Penelitian	
3.4.1	Brominasi n-butanol	16
3.4.2	Sintesis n-pentanol	17
3.4.3	Oksidasi n-pentanol	17
3.4.4	Analisa dengan Spektrofotometer Infra Merah.....	18
3.4.5	Analisa dengan Spektrofotometer Kromatografi Gas.....	18
3.5.	Analisa Data	
3.5.1	Spektrum IR	18
3.5.2	Kromatogram GC	19

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Proses Sintesis Butil Bromida.....	20
4.2	Identifikasi Hasil Sintesis Butil Bromida.....	22
4.3	Sintesis n-pentanol	25
4.4	Identifikasi Hasil Sintesis n-pentanol.....	31
4.5	Proses Sintesis n-pentanal	33
4.6	Identifikasi Hasil Sintesis n-pentanal.....	36

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1.	Kesimpulan.....	39
5.2.	Saran.....	39

DAFTAR PUSTAKA	40
-----------------------------	----

LAMPIRAN	43
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur n-pentanol.....	4
Gambar 2.2	Reaksi Retrosintesis 4-metil-2 pentanol	5
Gambar 2.3	Sintesis 4-metil-2-pentanol	6
Gambar 2.4	Reaksi Sintesis n-pentanol	6
Gambar 2.5	Reaksi Substitusi alkohol	7
Gambar 2.6	Reaksi Sintesis Alkohol Dari Suatu Alkil Halida	7
Gambar 2.7	Reaksi Sintesis Alkohol Dari Suatu Keton...	7
Gambar 2.8	Reaksi sintesis Alkohol Dari Suatu Alkena..	8
Gambar 2.9	Mekanisme Radikal Bebas Pada Reagen Grignard	8
Gambar 2.10	Reaksi reagen Grignard.....	9
Gambar 2.11	Mekanisme Reaksi Reagen Grignard Dengan Aldehid	9
Gambar 2.12.	Reaksi Pembentukan Oksidator PCC	11
Gambar 2.13.	Reaksi Oksidasi n-pentanol	12
Gambar 2.14.	Karakteristik Gelombang Ultrasonik	12
Gambar 2.15.	Peristiwa Kavitasi	13
Gambar 4.1.	Mekanisme reaksi brominasi n-propanol	20
Gambar 4.2.	Grafik Waktu Optimum Sintesis Butil Bromida	22
Gambar 4.3.	Spektra IR Butil Bromida pada 45 menit.....	23
Gambar 4.4.	Kromatogram GC pada 45 menit	24
Gambar 4.5.	Kromatogram GC Formaldehid.....	25
Gambar 4.6.	Reaksi Pembentukan Butil Bromida.....	26
Gambar 4.7.	Reaksi Pembentukan Alkoksi Magnesium Bromida	27
Gambar 4.8	Mekanisme Reaksi Adisi Nukleofilik Butil Bromida	28
Gambar 4.9	Mekanisme Reaksi Dehidrasi Alkohol	28
Gambar 4.10	Grfaik Waktu optimum Sintesis n-pentanol..	31
Gambar 4.11	Spektra IR Sintesis n-pentsanol.....	32
Gambar 4.12	Kromatogram GC n-pentanol Hasil Sintesis.....	33
Gambar 4.13	Reaksi Pembentukan Oksidator PCC.....	33
Gambar 4.14	Mekanisme Reaksi Oksidasi n-pentaol.....	34
Gambar 4.15	Mekanisme Pembentukan Asam Pentanoat..	35

Gambar 4.16	Spektra IR Sintesis n-pentsanol.....	36
Gambar 4.17	Kromatogram GC n-pentanol Sintesis.....	37

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Oksidasi alkohol dengan PCC.....	2
Tabel 4.1	Persentase produk brominasi 15, 30, 45 dan 90 menit	21
Tabel 4.2	Tabel Kromatogram Bahan Dasar n-butanol...	25
Tabel 4.3	Persentase Kelimpahan Produk n-pentanol	29



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa golongan aldehid banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Senyawa ini menimbulkan bau yang harum dan cita rasa sehingga sifat ini dimanfaatkan dalam produk parfum dan produk konsumsi. Sebagai contoh, sinamaldehid menyebabkan bau kayu manis (Hart, *et al*, 2003), pentanal terkandung dalam minuman kesehatan yang bahan utamanya adalah sari klorofil dari daun Alfaifa (*Medicago sativa*) merupakan suatu herbal yang bernutrisi tinggi (Anonymous, 2008^b).

Pentanal dapat disintesis melalui beberapa macam reaksi antara lain reaksi hidroborasi dari pentena dengan menggunakan disiklohesilboran dan peroksida dalam keadaan basa dihasilkan pentanal (Luis, 2008). Reaksi oksidasi dari pentena dengan menggunakan katalis rhodium karbon dioksida dan pelarut tetrahidrofuran (THF) direfluks selama 24 jam dihasilkan pentanal 98 % (Seiche, *et al*, 2005). Reaksi ozonolisis heksena menjadi pentanal dan formaldehid (Anonymous, 2008^a).

Berdasarkan pendekatan analisa retrosintesis terhadap molekul target 4-metil-5-nonanol diketahui pentanal merupakan prekursor untuk sintesis senyawa feromon agregat kumbang kelapa (*Rhynchophorus ferrugineus*) dan dalam aplikasinya sebagai komponen dalam pemberantasan serangga hama tanaman secara terpadu (PHT) yang sedang dilakukan oleh pemerintah (Soebandrijo, 1990).

Feromon agregat kumbang kelapa dapat disintesis dengan prekursor pentanal dan 2-bromobutana. Akan tetapi penyediaan senyawa pentanal dalam laboratorium sangat jarang ditemukan, hal itu berkenaan dengan nilai ekonomi yang mahal. Retrosintesis lebih lanjut dari molekul target pentanal diperoleh bahan dasar n-butanol. Pemilihan bahan dasar ini didasarkan atas kondisi reaksi yang tidak ekstrim, keselamatan sintesis dan kemudahan memperoleh bahan dasar n-butanol.

Pentanal dapat disintesis melalui tiga tahap reaksi yaitu reaksi brominasi (substitusi nukleofilik) n-butanol dengan KBr yang dilarutkan dalam H_2SO_4 , diikuti dengan reaksi kondensasi menggunakan reaktan formaldehid melalui reaksi Grignard dan diakhiri dengan reaksi oksidasi menggunakan oksidator PCC.

Substitusi gugus hidroksi molekul alkohol dengan nukleofil bromida dapat menggunakan beberapa reagen antara lain PBr_3 , HBr , NH_2 , dan KBr (Hart, *et al*, 2003). Reagen KBr mempunyai keunggulan antara lain tidak beracun, kondisi reaksi pada suhu kamar dan mudah diperoleh. Cami and Williams (2002) mempelajari reaksi substitusi dalam sintesis 1-phenil etil bromida dengan mereaksikan 1-phenil etanol dan piridinium tribromida menggunakan pelarut toluen, kondisi reaksi pada suhu 60°C dan direfluks selama 24 jam dihasilkan 49%.

Reaksi tahap kedua, dalam penelitian ini dilakukan dengan mengubah butil bromida menjadi pentanol. Reaksi perpanjangan atom karbon ini dapat dilakukan melalui beberapa reaksi yaitu reaksi kondensasi aldol, reaksi Friedel-Craft dan reaksi Grignard. Namun dalam penelitian ini digunakan reaksi Grignard, karena reaksi berlangsung lebih mudah, keberhasilan sintesis lebih besar (Solomons, 1998). Margulis (2002) telah mempelajari reaksi Grignard dalam sintesis 2-pentena dengan mereaksikan bromo 2-butena dengan formaldehid dan menggunakan alkil halida berupa logam litium, kondisi reaksi pada suhu 50°C dan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik dihasilkan 2-pentena sebesar 85%.

Reaksi tahap ketiga, dalam penelitian ini dilakukan dengan mengoksidasi pentanol menjadi pentanal. Beberapa jenis oksidator yang digunakan antara lain KMnO_4 , H_2CrO_4 , CrO_3 yang dilarutkan dalam asam sulfat (reagen Jones) dan piridinium klorokromat (PCC). Menurut Ferdanes (2003) keunggulan PCC sebagai oksidator yaitu mampu mengubah gugus hidroksi menjadi gugus aldehid tanpa teroksidasi lebih lanjut menjadi asam karboksilat serta menghasilkan produk oksidasi yang lebih banyak. Corey dan Suggs (1975) dalam Budimawanti (1996) telah melakukan reaksi oksidasi terhadap beberapa senyawa alkohol sekunder maupun alkohol primer menggunakan oksidator PCC. Sebagai contoh oksidasi 1-dekanol menjadi 1-dekanal menggunakan oksidator PCC dihasilkan 92%.

Ada beberapa alternatif untuk menyempurnakan reaksi sintesis senyawa organik antara lain dengan menggunakan

penambahan panas (*refluks*), penggunaan gelombang mikro (*microwave*), sinar laser dan penggunaan gelombang ultrasonik (Wenxiang, 2001). Akhir-akhir ini dalam sintesis senyawa organik mulai banyak dikembangkan pemanfaatan gelombang ultrasonik. Keunggulan penggunaan gelombang ultrasonik dalam sintesis senyawa organik antara lain dapat meningkatkan produk, reaksi menjadi lebih irreversible, lebih cepat, dapat menggunakan temperatur yang rendah dan memungkinkan reaksi menggunakan reagen *organometalik* dengan aman. (Singh,1998). Hu and Wang (2001) menerapkan gelombang ultrasonik untuk reaksi adisi, substitusi, hidrolisis, esterifikasi, transesterifikasi, alkilasi, kondensasi, dehidrogenasi, oksidasi dan sebagainya dengan hasil yang baik. Xia (2001) mensintesis dan mengkarakteristik konduktifitas partikel nanopoli anilin dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik yang dilakukan dengan variasi waktu dan perbandingan rasio reaktan 1:1 antara anilin dengan ammonium peroksidisulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$). Penggunaan gelombang ultrasonik selama 1 menit dihasilkan 31,40%, 3 menit dihasilkan 18,98%, 4 menit dihasilkan 12,65% dan 5 menit dihasilkan 9,49%. Pada penelitian tersebut lama sonikasi mempengaruhi persen hasil reaksi. Oleh karena itu, menarik untuk dikaji dalam penelitian ini menggunakan variasi lama sonikasi dengan menggunakan gelombang ultrasonik dalam proses sintesis pentanal.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan dari penelitian ini yaitu :

1. Bagaimana senyawa pentanal disintesis menggunakan bahan dasar n-butanol melalui tahapan reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.
2. Bagaimana pengaruh lama sonikasi terhadap persen hasil sintesis melalui tahapan reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.

1.3 Batasan Masalah

1. Ultrasonik yang digunakan tipe Ultrasonic Cleaner, Model 2210, 234/240 VAC dengan kapasitas : 2.81L (3/4 gal.) dan frekuensi $47 \text{ kHz} \pm 6 \%$
2. Oksidator yang digunakan adalah piridinium klorokromat (PCC)
3. Sintesis dilakukan pada waktu optimum dari variasi lama sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit kecuali reaksi oksidasi pada lama sonikasi 45 menit.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mensintesis pentanal dengan bahan dasar n-butanol melalui reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.
2. Mengetahui pengaruh lama sonikasi terhadap persen hasil sintesis pentanal dengan bahan dasar n-butanol melalui reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.

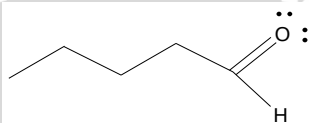
1.5 Manfaat Penelitian

Ditemukan metode sintesis pentanal dengan bahan dasar n-butanol melalui reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pentanal

Senyawa pentanal merupakan salah satu golongan senyawa aldehid yang disebut valeraldehid dengan memiliki rumus molekul $C_5H_{10}O$ dengan mempunyai berat molekul 86,13 g/mol. Rumus struktur pentanal sebagai berikut :



Gambar 2.1 Rumus struktur pentanal

Senyawa pentanal merupakan cairan tak berwarna dengan sifat fisik yaitu titik beku $-91^{\circ}C$, titik didih $103^{\circ}C$, densitas 0,8095 g/mL ($20^{\circ}C$) dan indeks bias 1,3944 ($20^{\circ}C$). Senyawa ini bersifat sangat sedikit larut air, namun mudah bercampur dengan pelarut organik seperti alkohol dan eter, serta mudah terbakar (Budavari, 1989).

2.2 Analisis retrosintesis

Dalam merancang sintesis terhadap molekul target, pendekatan yang harus dipilih memperlihatkan ha-hal seperti kesederhanaan reaksi, ketersediaan bahan dasar yang potensial, prosentase hasil sintesis tinggi, nilai ekonomi dan keselamatan sintesis (Daley and daley, 2005). Retrosintesis memegang peranan sangat penting dalam proses sintesis organik. Retrosintesis merupakan suatu operasi kebalikan dari sintesis. Dengan adanya retrosintesis, sintesis suatu molekul organik dapat didesain sedemikian rupa hingga diperoleh jalur yang paling sederhana dan menguntungkan (Greeves dan Craig, 2007).

Retrosintesis dapat dilakukan dengan memotong molekul target sehingga didapatkan struktur subunit yang dinamakan sinton, sinton kemudian dipotong lagi sehingga didapatkan intermediat prekursor, proses tersebut dilakukan berulang-ulang sehingga didapatkan intermediat prekursor yang berbeda dan diperoleh bahan

dasar (*starting material*) yang mungkin. Proses retrosintesis disimbolkan dengan panah berganda (Serratos,1990) :



Suatu senyawa kimia dapat disintesis melalui berbagai metode dan dari bahan dasar yang berbeda. Pemilihan metode dan bahan dasar yang tepat untuk sintesis senyawa organik merupakan persyaratan penting. Pemilihan ini terutama didasarkan pada kemampuannya yang besar untuk menghasilkan molekul target yang maksimal dan bermutu tinggi, disamping itu faktor ketersediaan dan harga bahan dasar (Pine *et al*, 1980).

Jalur sintesis melalui analisa retrosintesis dilakukan dengan tahapan sebagai berikut (Warren, 1982) :

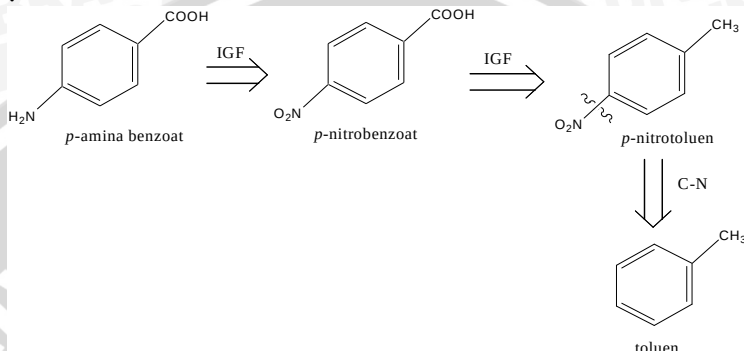
1. Analisa awal
 - a. Menenal terhadap gugus fungsional dari molekul target
 - b. Melakukan diskoneksi molekul target yang mungkin dapat dilakukan dan dilakukan IGF
 - c. Menentukan bahan dasar yang tersedia
2. Melakukan sintesis
 - a. Menuliskan rancangan sintesis dengan menambahkan reagen dengan kondisi reaksi berdasarkan analisa awal
 - b. Menentukan jalur sintesis yang dapat dilakukan di laboratorium

Setelah didapatkan bahan dasar yang sesuai kemudian dilakukan sintesis dengan tahapan sebagai berikut :

1. Rencana sintesis ditulis menurut hasil analisis retrosintesis, kemudian ditambahkan bahan dasar dan kondisi reaksi yang sesuai
2. Dilakukan tinjauan kembali terhadap jalan sintesis yang relevan.

Retrosintesis merupakan proses pengerjaan mundur dari molekul target secara berurutan untuk menentukan bahan dasar melalui diskoneksi dan *Interkonversi Gugus Fungsi* (IGF). Diskoneksi adalah suatu pemutusan ikatan untuk membentuk molekul menjadi suatu bahan dasar yang sederhana (Smith, 2002). IGF merupakan proses pengubahan suatu gugus fungsi ke gugus fungsi lain dengan substitusi, adisi, eliminasi, reduksi dan oksidasi. Pendekatan ini digunakan dalam retrosintesis terutama untuk mengaktifkan suatu gugus fungsi dalam sintesis. Contoh reaksi

diskoneksi dan IGF ditunjukkan gambar sebagai berikut (Warren, 1982) :

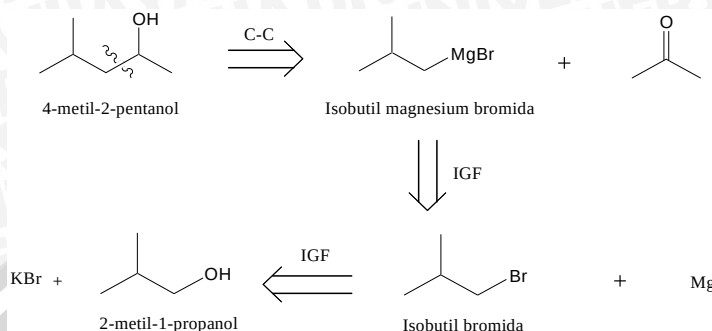


Gambar 2.2 Contoh reaksi diskoneksi dan IGF

Tampak contoh diatas bahwa *p*-amina benzoat dilakukan IGF pada gugus amina dengan gugus nitro, selanjutnya dilakukan IGF lagi pada gugus karboksilat dengan gugus metil. Proses retrosintesis diakhiri dengan diskoneksi pada atom karbon C-N sehingga dihasilkan bahan dasar toluen.

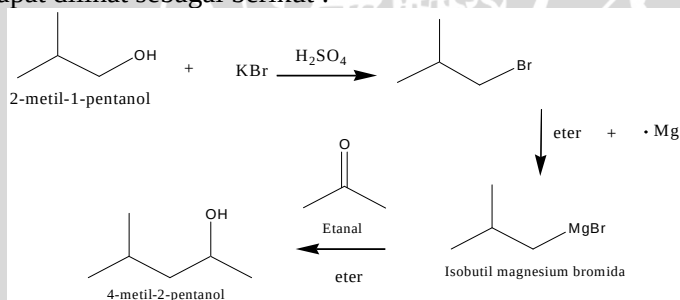
Tahap berikutnya dilakukan sintesis dengan cara mereaksikan toluen dengan asam nitrat dengan menggunakan pelarut H_2SO_4 dihasilkan *p*-nitrotoluen, selanjutnya *p*-nitrotoluen dioksidasi dengan KMnO_4 dihasilkan *p*-nitrobenzoat, proses sintesis diakhiri dengan *p*-nitrobenzoat direduksi dengan H_2 dan PdC dihasilkan *p*-amina benzoat.

Tuot dan Guyard dalam Warren (1982) telah berhasil mensintesis senyawa 4-metil-2-pentanol. Analisa retrosintesis terhadap molekul target (4-metil-2-pentanol) dengan cara mendiskoneksi C-C pada atom karbon ketiga karena diskoneksi ikatan C-C dekat dengan gugus hidroksi akan menunjukkan bahwa senyawa ini dapat dibuat dari keton dengan reagen Grignard, sehingga diskoneksi ikatan C-C dihasilkan isobutil magnesium bromida dan asetaldehid, isobutil magnesium bromida dilakukan IGF pada gugus magnesium dihasilkan isobutil bromida dan logam magnesium, selanjutnya isobutil bromida dilakukan IGF pada gugus bromo dihasilkan bahan dasar 2-metil-1-pentanol dan KBr. Analisa retrosintesis dapat dilihat sebagai berikut :



Gambar 2.3 Retrosintesis 4-metil-2-pentanol

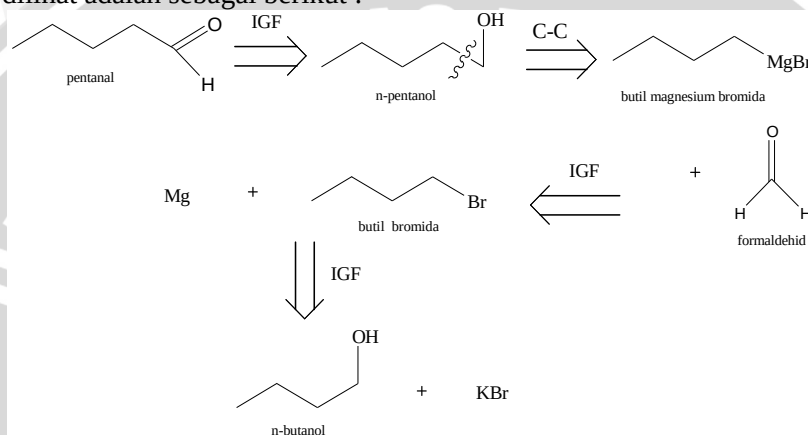
Sintesis dapat dilakukan dengan cara mereaksikan bahan dasar (2-metil-1-propanol) dengan KBr yang dilarutkan dalam H_2SO_4 dihasilkan isobutil bromida. Reagen Grignard dibentuk dengan mereaksikan isobutil bromida dengan logam magnesium dalam pelarut eter maka dihasilkan isobutil magnesium bromida, proses sintesis diakhiri dengan senyawa isobutil magnesium bromida direaksikan dengan senyawa asetaldehid dalam pelarut eter dihasilkan molekul target (4-metil-2-pentanol). Tahapan reaksi sintesis dapat dilihat sebagai berikut :



Gambar 2.4 Sintesis 4-metil-2-pentanol

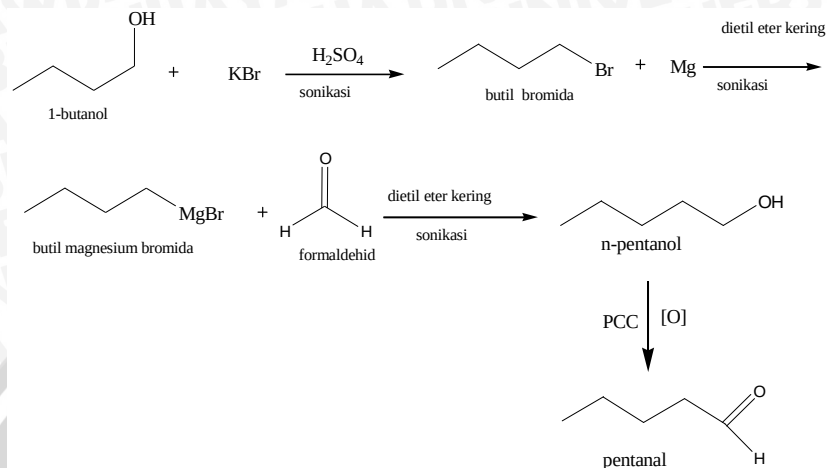
Berdasarkan proses retrosintesis diatas, maka dapat dianalogkan untuk retrosintesis senyawa pentanal, senyawa pentanal dilakukan IGF menjadi n-pentanol, selanjutnya senyawa n-pentanol dilakukan diskoneksi pada ikatan C-C pada atom karbon kedua karena diskoneksi ikatan C-C dekat gugus hidroksi akan menunjukkan bahwa senyawa ini dapat dibuat dari aldehyd berupa

formaldehid dan reagen Grignard berupa butil magnesium bromida. Reagen Grignard ini dilakukan IGF pada gugus magnesium menghasilkan butil bromida dan logam magnesium, selanjutnya butil bromida dilakukan IGF pada gugus bromo menghasilkan bahan dasar berupa n-butanol dan KBr. Analisa retrosintesisnya dapat dilihat adalah sebagai berikut :



Gambar 2.5 Retrosintesis pentanal

Sintesis dapat dilakukan dengan cara mereaksikan bahan dasar n-butanol dengan KBr yang dilarutkan dalam H_2SO_4 menghasilkan butil bromida, reaksi pembentukan reagen Grignard dilakukan dengan cara mereaksikan butil bromida dengan logam magnesium dalam pelarut dietil eter menghasilkan butil magnesium bromida. Reagen Grignard berupa butil magnesium bromida direaksikan dengan formaldehid dalam pelarut dietil eter menghasilkan n-pentanol, alkohol primer berupa pentanol dapat dioksidasi dengan PCC dalam pelarut dikloro metana menghasilkan pentanal. Tahapan reaksi sintesis dapat dilihat pada gambar 2.6 :

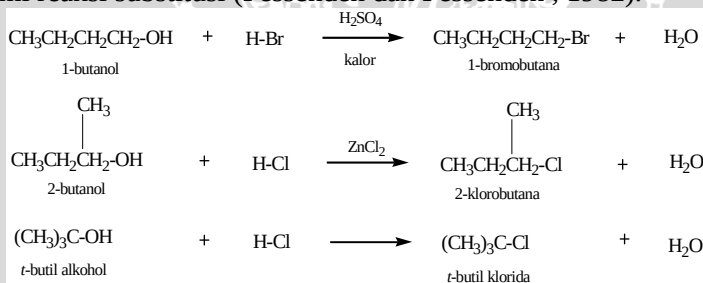


Gambar 2.6 Reaksi sintesis pentanal

2.3 Reaksi-Reaksi Sintesis

2.3.1 Reaksi substitusi alkohol

Alkohol dapat mengalami beberapa macam reaksi, salah satunya adalah reaksi substitusi. Dalam larutan asam, alkohol dapat mengalami reaksi substitusi (Fessenden dan Fessenden, 1982).

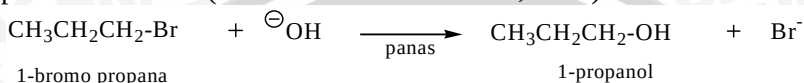


Gambar 2.7 Reaksi substitusi alkohol

2.3.2 Sintesis alkohol

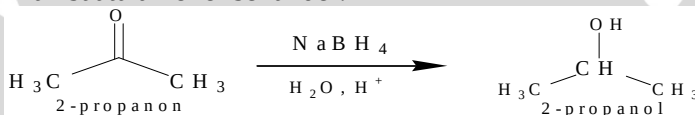
Metode yang sering digunakan untuk mensintesis alkohol antara alkil halida dan ion OH^- merupakan suatu reaksi substitusi nukleofilik. Apabila alkil halida direaksikan dengan natrium hidroksida dalam air maka terjadi reaksi dengan jalan reaksi nukleofilik bimolekuler ($\text{S}_\text{N}2$). Alkohol primer dapat diperoleh dengan rendemen yang baik oleh teknik ini. Namun tidak baik untuk

mensintesis alkohol sekunder dan tersier, karena akan dihasilkan produk eliminasi (Fessenden dan Fessenden, 1982).



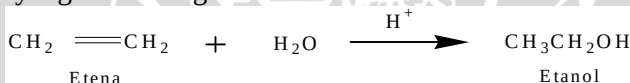
Gambar 2.8 Reaksi sintesis alkohol dari suatu alkil halida

Alkohol juga dapat disintesis dari senyawa karbonil dengan jalan reduksi, dimana atom hidrogen ditambahkan kepada gugus karbonil. Reduksi suatu karbon dengan hidrida logam akan menghasilkan suatu alkohol sekunder.



Gambar 2.9 Reaksi sintesis alkohol dari suatu keton

Reaksi hidrasi terhadap alkena juga dapat digunakan untuk mensintesis alkohol. Suatu alkena bila direaksikan dengan air dalam asam kuat, unsur-unsur air (H_3O^+ dan OH^-) akan mengadisi ikatan rangkap yang akan menghasilkan suatu alkohol.



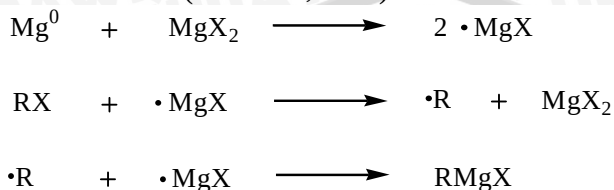
Gambar 2.10 Reaksi sintesis alkohol dari suatu alkena

Metode lain yang sangat berguna untuk mensintesis alkohol dengan kerangka karbon yang rumit dan panjang adalah dengan menggunakan reaksi adisi reagen Grignard terhadap senyawa karbonil.

2.3.3 Reagen Grignard

Alkil magnesium halida atau lebih dikenal dengan reagen Grignard merupakan senyawa organologam penting yang banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik. Reagen Grignard ini dihasilkan melalui reaksi alkil halida dengan logam magnesium dalam pelarut eter (Fessenden dan Fessenden, 1982). Pembentukan

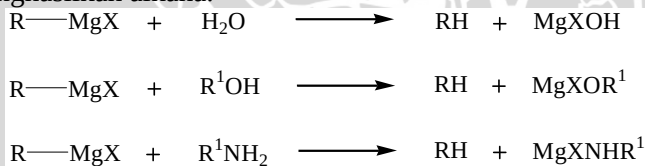
reagen Grignard melalui mekanisme radikal bebas seperti terlihat pada persamaan berikut (Poestema, 2003) :



Gambar 2.11 Mekanisme radikal bebas pada reagen Grignard

Reagen Grignard merupakan senyawa yang tidak stabil, kecuali bila dilarutkan dalam pelarut eter. Eter tidak reaktif terhadap reagen Grignard dan dapat menyumbangkan pasangan elektron bebasnya terhadap logam magnesium. Gugus metilnya memberikan lingkungan hidrokarbon yang berperan sebagai pelarut pada alkil dari reagen Grignard (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Reagen Grignard adalah basa kuat bertindak sebagai nukleofil yang kuat (Ault, 1983). Hal ini disebabkan atom karbon yang berikatan dengan logam magnesium terpolarisasi menjadi bermuatan negatif parsial dan memiliki karakter seperti karbanion. Sebagai basa kuat reagen Grignard akan bereaksi dengan semua senyawa yang mengandung hidrogen asam seperti air, alkohol, dan amina menghasilkan alkana.



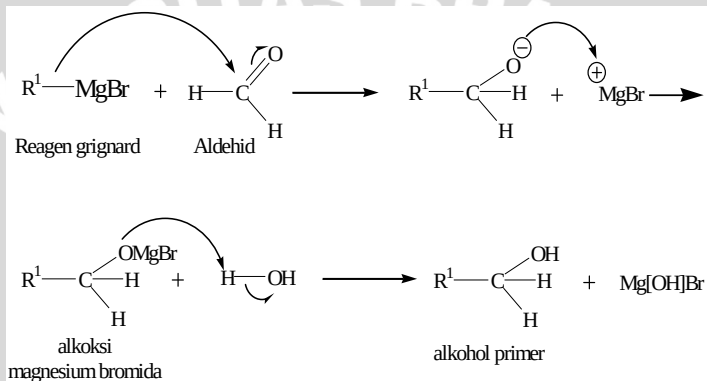
Gambar 2.12 Reaksi reagen Grignard

Oleh sebab itu semua peralatan dan bahan yang digunakan dalam preparasi reagen Grignard harus dalam keadaan kering (Williamson, 1987).

2.3.4 Reaksi adisi reagen Grignard

Reaksi terpenting dari suatu reagen Grignard adalah reaksi dengan senyawa yang mengandung karbonil seperti aldehyd (Corey, 1995). Gugus karbonil dari suatu aldehyd, elektron dalam ikatan karbon dengan oksigen (sigma dan pi) ditarik ke atom oksigen yang

lebih elektronegatif. Karbonil menjadi bermuatan parsial positif dan akan diserang oleh karbon dari reagen Grignard karena sebagai nukleofil kuat. Produk reaksi yang dihasilkan adalah suatu garam alkoksi magnesium halida dan bila direaksikan lebih lanjut dengan air atau larutan asam lemah akan dihasilkan suatu alkohol. Peristiwa ini dapat digambarkan sebagai berikut (Fessenden dan Fessenden, 1982) :



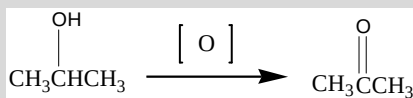
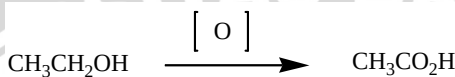
Gambar 2.13 Mekanisme reaksi reagen Grignard dengan aldehid

Sintesis senyawa alkohol melalui reaksi adisi reagen Grignard telah banyak dilakukan, baik alkohol primer, sekunder, maupun tersier dengan persen hasil yang tinggi. Senyawa 3-metil-2-butanol telah disintesis dari asetaldehid dengan isopropil magnesium bromida yang digunakan berasal dari isopropil bromida yang direaksikan dengan logam magnesium dalam pelarut eter (Furnish, 1978). Senyawa 4-metil-3-heptanol yang merupakan prekursor untuk sintesis senyawa 4-metil-3-heptanon (feromon bagi semut pemotong daun di Texas) juga telah disintesis dari sekunder amil magnesium bromida dengan propionaldehid, garam yang terbentuk dihidrolisis dengan larutan amonium klorida (Ault, 1983).

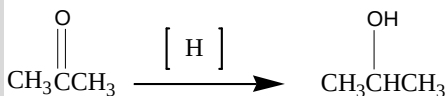
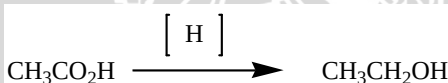
2.3.5 Oksidasi Alkohol

Dalam kimia anorganik, oksidasi didefinisikan sebagai dilepaskannya elektron oleh suatu atom, sedangkan reduksi adalah diperolehnya elektron oleh suatu atom. Dalam reaksi organik, tidaklah mudah untuk menentukan apakah sebuah atom karbon memperoleh atau kehilangan elektron, tetapi ada aturan sederhana untuk menentukan apakah senyawa organik itu dioksidasi ataukah direduksi yaitu (Fessenden dan Fessenden, 1982) :

1. Jika sebuah molekul memperoleh oksigen atau kehilangan hidrogen maka molekul itu teroksidasi



2. Jika molekul itu kehilangan oksigen atau memperoleh hidrogen, maka molekul itu tereduksi

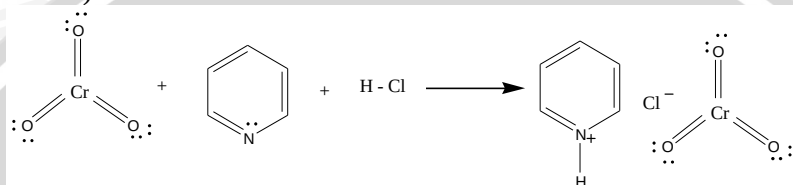


Alkohol primer dapat dioksidasi menjadi aldehid atau asam karboksilat tergantung pada kondisi reaksi. Alkohol dioksidasi terlebih dahulu menjadi aldehid lalu dioksidasi lebih lanjut menjadi asam karboksilat (Kavala, *et al.*, 2004). Reaksi oksidasi lebih lanjut alkohol primer membentuk asam karboksilat dipercepat dengan adanya pemanasan, penggunaan oksidator berlebih dan adanya molekul air (Smith, 2002).

Pereaksi tertentu digunakan apabila intermediat aldehid merupakan hasil yang diinginkan (Fessenden dan Fessenden, 1997). Beberapa zat pengoksidasi yang khas untuk oksidasi ialah (Fessenden dan Fessenden, 1982) :

1. Kalium permanganat basa : $\text{KMnO}_4 + ^-\text{OH}$
2. HNO_3 pekat dan dalam keadaan panas

3. Asam kromat : H_2CrO_4 (dibuat *insitu* dari CrO_3 atau Cr_2O_7 dengan H_2SO_4 yang biasa disebut dengan reagen Jones)
4. Kromium trioksida (CrO_3) yang dikomplekskan dengan piridin dengan HCl . Reaksi pembentukan PCC sebagai berikut (Berti, 2003) :

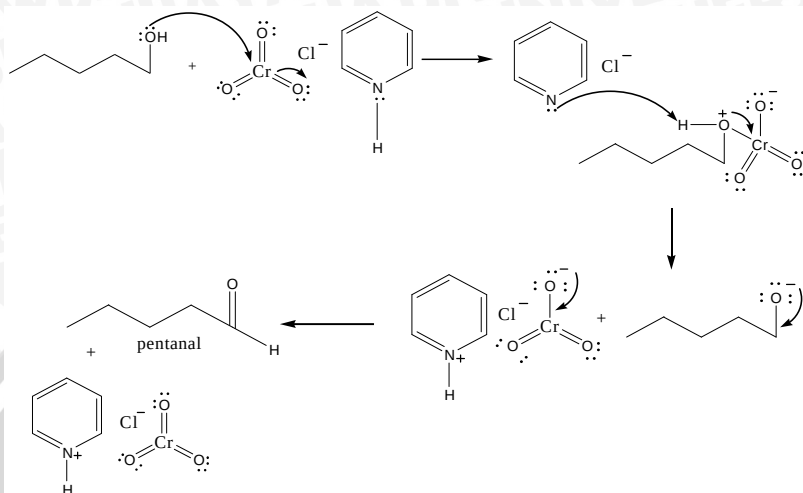


Gambar 2.14 Reaksi pembentukan oksidator PCC

Piridinium klorokromat (PCC) merupakan senyawa kristal berwarna kuning orange dengan titik leleh $205\text{ }^{\circ}\text{C}$ dapat disintesis dengan cara kromium trioksida ditambahkan asam klorida dan piridin, kristal senyawa piridinium klorokromat (PCC) akan segera diendapkan setelah penambahan piridin. PCC sebagai oksidator yang biasanya dilarutkan dalam dikloro metana (Norman, 1993). Hasanah (2003) telah mengoksidasi n-pentanol dengan PCC dihasilkan persen berat 9% dan rendemen 8,81%, sedangkan dengan asam kromat pentanal dihasilkan persen berat 3% dan rendemen 3,78%.

Senyawa kromium (VI) oksida (CrO_3) yang digunakan dalam pembuatan oksidator PCC dikenal pula sebagai kromat anhidrid merupakan kristal berwarna merah gelap dengan titik leleh sebesar $196\text{ }^{\circ}\text{C}$ yang dapat diperoleh melalui pengkristalan asam kromat, senyawa ini larut dalam air, alkohol dan asam-asam mineral encer (Budavari, 1989).

Reaksi oksidasi senyawa pentanol dengan PCC menjadi senyawa pentanal dengan cara penyerangan elektron bebas pada atom oksigen terhadap atom kromium, kromium (VI) oksida terprotonasi sehingga terbentuk karbokation, piridin pada PCC digunakan sebagai penstabil karbokation dengan cara pasangan elektron bebas pada atom nitrogen menyerang gugus hidrogen sehingga gugus oksigen akan terprotonasi dan melepas kromium (VI) oksida dan piridin, gugus oksigen akan mengalami resonansi membentuk pentanal dan dihasilkan kembali oksidator PCC. Mekanisme reaksinya dapat dilihat sebagai berikut :

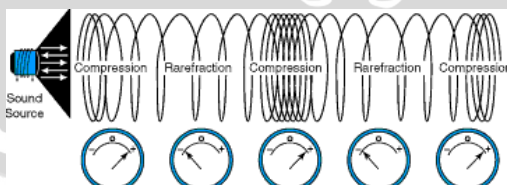


Gambar 2.15 Reaksi oksidasi pentanol

2.4 Mekanisme Kerja Gelombang Ultrasonik

Ultrasonik merupakan bunyi yang mempunyai frekuensi diluar kemampuan manusia untuk mendengarnya. Batas pendengaran manusia antara 16 Hz – 18 kHz, sedangkan ultrasonik mempunyai frekuensi bunyi 20 kHz - 10 MHz. Dalam aplikasi sonikimia di laboratorium biasa digunakan frekuensi antara 20 sampai 40 kHz (Mason,1997).

Karakteristik gelombang ultrasonik yang melalui medium mengakibatkan getaran partikel dengan medium. Amplitudo sejajar dengan arah rambat secara longitudinal sehingga menyebabkan partikel medium membentuk rapatan (*strain*) dan tegangan (*stress*). Proses kontinu yang menyebabkan terjadinya rapatan dan regangan di dalam medium disebabkan oleh getaran partikel secara periodik selama gelombang ultrasonik melaluinya (Halliday dan Resnick, 1992).



Gambar 2.16 karakteristik gelombang ultrasonik

Penjalaran gelombang akan mengalami penurunan intensitas yang biasa disebut atenuasi, berkurangnya intensitas ini disebabkan oleh 2 mekanisme gelombang yang berbeda yaitu (Kane, 1988) :

1. Penyebaran gelombang

Atenuasi akibat penyebaran gelombang yang disebabkan oleh menjalarnya gelombang dalam medium berkas gelombangnya berubah, gelombangnya berubah biasanya bertambah luas sehingga intensitas berkurang. Bentuk dari berkas gelombang yang dipancarkan oleh sumber gelombang tergantung pada ukuran, sumber dan panjang gelombang. Bila ukurannya jauh lebih besar dari panjang gelombang maka radiasi berupa gelombang bidang datar.

2. Absorpsi gelombang

Mekanisme kedua terjadinya penurunan intensitas dari suatu gelombang yang menjalar dalam suatu medium adalah adanya energi oleh medium. Meskipun berkas gelombang tak berubah, intensitasnya tetap mengalami penurunan. Besarnya penyerapan energi tergantung pada jenis mediumnya. Parameter yang digunakan untuk penyerapan energi ini adalah koefisien absorpsi atau koefisien *atenuasi*.

Perambatan gelombang ultrasonik dalam suatu medium akan mengalami perpindahan partikel yang selalu serah dengan arah penjalaran gelombangnya. Perpindahan partikel tersebut mengakibatkan terjadinya proses tegangan dan rapatan dalam suatu medium dan terjadi penjalaran energi pada medium karena suatu partikel akan mengganggu partikel sekitarnya, sehingga besarnya energi akustik dari gelombang yang melewati medium tersebut ditentukan oleh besarnya energi kinetik. Partikel medium mengalami perpindahan energi, besarnya energi gelombang ultrasonik yang dimiliki partikel medium adalah (Sahala, 2008) :

$$E = E_p + E_k \dots\dots\dots (2.1)$$

Dengan : E_p = energi potensial (Joule)

E_k = energi kinetik (Joule)

Untuk menghitung intensitas gelombang ultrasonik perlu mengetahui energi yang dibawa oleh gelombang ultrasonik. Intensitas gelombang ultrasonik (I) adalah energi yang melewati luas permukaan medium $1 \text{ m}^2/\text{s}$ atau watt/m^2 . Intensitas didefinisikan sebagai daya (P) yang ditransmisikan melewati suatu luas (s) yang normal terhadap arah penjalaran gelombang. Gelombang bunyi beramplitudo (A), berfrekuensi (f), berkecepatan rambat pada mediumnya (v), memiliki kerapatan (ρ) dengan luas (A) dan panjang (L) untuk sebuah permukaan, intensitas gelombang ultrasonik (I) dapat ditulis persamaannya (Sahala, 2008) :

$$I = 1/2 \rho v A^2 (2\pi f)^2 = 1/2 Z (A \omega)^2 \dots\dots\dots (2.2)$$

Dengan :

ρ = massa jenis medium/jaringan (kg/m^3), f = frekuensi (Hz)

v = kecepatan gelombang ultrasonik (m/s), V = volume (m^3)

A = amplitudo maksimum (m)

$$A = \frac{1}{\pi \cdot f} \times \sqrt{\frac{I}{2 \cdot \rho \cdot v}}$$

$Z = \rho v$ = impedansi Akustik ($\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$)

$\omega = 2\pi f$ = frekuensi sudut (rad/s)

Gelombang ultrasonik merambat membawa energi dari satu medium ke medium lainnya, energi yang dipindahkan sebagai energi getaran dari partikel ke partikel pada medium tersebut. Besarnya energi yang dibawa partikel tersebut adalah (Sahala, 2008) :

$$E = 1/2 k A^2 \dots\dots\dots (2.3)$$

Dengan ; k = konstanta = $4\pi^2 m/T^2 = 4\pi^2 m f^2$

T = periode (s)

A = amplitudo geraknya (m)

m = massa partikel pada medium (kg)

Kemudian :

$$E = 2 \rho \pi^2 m f^2 A^2 \dots\dots\dots (2.4)$$

Jika : $m = \rho \cdot V = \rho \cdot s \cdot l = \rho \cdot s \cdot v \cdot t$ = massa (kg)

V = volume = luas . tebal = $S l$ (m^3)

s = luas permukaan penampang lintang yang dilalui gelombang (m^2)
 $l = v t$ = jarak yang ditempuh gelombang dalam waktu t (m)
 v = laju gelombang (m/s)
 t = waktu (s)

maka ;

$$E = 2.\pi^2.\rho. s.v.t f^2.A^2 \dots\dots\dots(2.5)$$

Dari persamaan 2.5 diperoleh hasil bahwa energi yang dibawa oleh gelombang ultrasonik sebanding dengan kuadrat amplitudo. Besarnya daya yang dibawa gelombang ultrasonik (P) adalah (Sahala, 2008) :

$$P = \frac{E}{t} = 2.\pi^2. \rho. s.v f^2.A^2 \dots\dots\dots(2.6)$$

Intensitas gelombang ultrasonik adalah daya yang dibawa melalui luas permukaan yang tegak lurus terhadap aliran energi (Sahala, 2008), maka :

$$I = \frac{P}{s} = 2.\pi^2. \rho.v f^2.A^2 \dots\dots\dots(2.7)$$

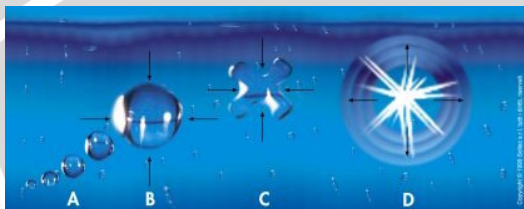
Persamaan 2.7 menyatakan hubungan secara eksplisit bahwa intensitas gelombang ultrasonik sebanding dengan kuadrat amplitudo (A) dan dengan kuadrat frekuensi (f).

2.4.1 Peristiwa kavitasi

Hal utama dibalik teknologi ultrasonik adalah peristiwa kavitasi. Kavitasi adalah salah satu efek dari radiasi gelombang ultrasonik di dalam cairan yang menyebabkan pecahnya gelembung gas dengan intensitas gelombang yang cukup tinggi menyebabkan terbentuknya gelembung kavitasi. Efek gelombang ultrasonik menyebabkan tekanan cairan tersebut akan bertambah dari keadaan semula saat amplitudonya positif dan tekanan akan berkurang saat amplitudonya negatif. Akibat perubahan tekanan ini, maka gelembung-gelembung gas yang biasanya ada di dalam cairan akan terkompresi pada saat tekanan cairan naik dan akan tereksansi pada saat tekanan cairan turun. (Mason,1997; Trisnobudi, 2003).

Apabila amplitudo gelombang ultrasonik cukup besar maka gelombang tersebut dapat pecah pada saat kompresi, yaitu pada saat

tekanan di luar gelembung besar untuk memecahkan gelembung yang sebelumnya sudah berukuran maksimum. Pecahnya gelembung ini akan menimbulkan gelombang kejut (*shock waves*) karena terjadi pada tekanan yang besar. Peristiwa kavitasi dengan pecahnya gelembung menyebabkan energi kimia dan efek mekanik (Mason,1997).



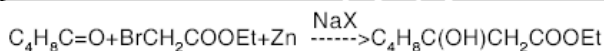
Gambar 2.17 Peristiwa Kavitasi

2.4.2 Aplikasi Gelombang Ultrasonik dalam bidang kimia

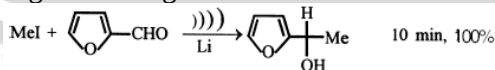
Gelombang ultrasonik telah banyak dikembangkan dalam bidang kimia. Pada umumnya sintesis senyawa organik lebih efisien dengan menggunakan gelombang ultrasonik (Singh *et al.*, 1998). Menurut Wenxiang and Wang (2001) gelombang ultrasonik dapat digunakan untuk reaksi adisi, substitusi, hidrolisis, esterifikasi, transesterifikasi, alkilasi, kondensasi, dehidrogenasi, oksidasi dan sebagainya dengan hasil yang baik.

Beberapa keuntungan ketika menggunakan gelombang ultrasonik yaitu meningkatkan produk, reaksi yang terjadi lebih cepat, dapat menggunakan temperatur yang rendah, dan memungkinkan reaksi menggunakan reagen *organometalic* dengan aman. Beberapa contoh reaksi menggunakan gelombang ultrasonik (Singh *et al.*, 1998) :

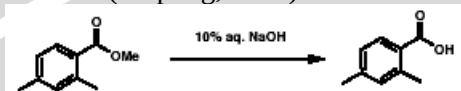
1. Reaksi reformatsky menghasilkan produk 98 % dengan waktu 30 menit pada suhu 25 – 30°C. Sedangkan jika menggunakan metode yang konvensional diperoleh produk 50 % selama 12 jam pada suhu 80°C.



2. Luche tahun 1980, melakukan sintesis senyawa organik dengan produk yang besar dengan waktu 10 menit.



3. Reaksi saponifikasi, menggunakan sonikasi pada suhu 23° C menghasilkan produk 96% sedangkan refluks 90 menit menghasilkan 15% (Sarpong, 2003).



2.5 Spektrofotometer Infra Merah (IR)

Spektrofotometer Infra merah merupakan studi mengenai interaksi energi cahaya infra merah dengan molekul-molekul dalam suatu senyawa. Penyerapan radiasi infra merah oleh suatu senyawa organik didasarkan pada perbedaan energi vibrasi dalam molekul. Inti-inti atom yang terikat secara kovalen dalam suatu molekul akan mengalami getaran (vibrasi) dengan cara serupa seperti dua bola yang terikat oleh suatu pegas. Bila molekul menyerap radiasi infra merah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom yang terikat itu. Getaran-getaran yang mempunyai perubahan momen dwi kutub yang akan teramati pada infra merah (Fessenden dan Fessenden, 1992).

Spektrofotometer infra merah bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa di daerah bilangan gelombang 4000 – 650 cm^{-1} . Senyawa alkohol mempunyai serapan O-H pada daerah 3000 – 3700 cm^{-1} , C-H sp^3 (alkena atau gugus alkil) mempunyai serapan pada daerah 2800 – 3000 cm^{-1} . Adanya gugus ester ditandai dengan adanya pita serapan karbonil 1640 – 1820 cm^{-1} dan pita C-O yang khas dari suatu ester pada daerah 1110 – 1300 cm^{-1} (Fessenden dan Fessenden, 1992).

2.6 Kromatografi Gas Cairan (GC)

Kromatografi merupakan cara pemisahan yang berdasarkan partisi cuplikan antara fasa diam dan fasa bergerak. Di dalam kromatografi gas-cairan, fasa diam adalah cairan dan fasa bergerak adalah gas (Day dan Underwood, 1996).

Senyawa yang mempunyai afinitas rendah terhadap fasa diam akan keluar terlebih dahulu, sedangkan senyawa-senyawa yang afinitasnya besar terhadap fasa diam akan lama ditahan dalam fasa diam sehingga keluar lebih lama (Sastrohamidjojo, 1991).

Kromatografi gas merupakan metode yang tepat dan cepat untuk memisahkan campuran yang sangat rumit. Waktu yang dibutuhkan beragam mulai dari beberapa detik untuk campuran yang mengandung 500 – 1000 komponen. Komponen campuran dapat diidentifikasi dengan menggunakan waktu retensi (Gritter, 1986).

Kromatografi terdiri dari 7 bagian pokok instrument yaitu : (1) Silinder tempat gas pengangkut/pembawa, (2) Pengatur aliran dan tekanan, (3) Tempat injeksi cuplikan, (4) Kolom, (5) Detektor, (6) Pencatat, (7) Termostat. Pada kolom kromatografi diisi dengan padatan pendukung yang diikat oleh fasa diam. Persyaratan padatan yang baik adalah : inert (tidak menyerap cuplikan), kuat, stabil pada suhu tinggi, memiliki luas permukaan yang besar $1 \text{ m}^2/\text{g} - 20 \text{ m}^2/\text{g}$ (permukaan yang teratur), ukuran yang sama, ukuran pori sekitar $10 \text{ }\mu\text{m}$, harus mempunyai tahanan yang rendah terhadap gas pembawa (Sastrohamidjojo, 2002).

2.7 Hipotesis

Sintesis senyawa pentanal dapat dilakukan dengan bahan dasar n-butanol dengan melalui reaksi substitusi, reaksi Grignard dan oksidasi. Lama sonikasi berpengaruh terhadap persen hasil dalam sintesis penatanal.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan September sampai dengan bulan November 2008. Sedangkan Analisis menggunakan GC dilakukan di Politeknik Negeri Malang.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini yaitu n-butanol, KBr, Magnesium, I₂, natrium hidrogen karbonat, asam sulfat 9 M, dietil eter, ammonium klorida, logam natrium, magnesium sulfat anhidrat, semua bahan berderajat pa (*pro analis*) kecuali PCC, formaldehid berderajat teknis dan akuades.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, seperangkat alat ultrasonik, termometer, spektrofotometer infra merah merk Shimadzu tipe FTIR 8400S, seperangkat alat kromatografi gas (GC) HP. S890.

3.3. Tahapan Penelitian

3.3.1. Aktivasi logam magnesium

3.3.2. Penentuan waktu optimum butil bromida

3.3.3. Penentuan waktu optimum n-pentanol

3.3.4. Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal

3.3.5. Analisa hasil sintesis

- a. Analisa dengan spektrofotometer infra merah (IR)
- b. Analisa dengan kromatografi gas (GC)

3.4. Cara Kerja Penelitian

3.4.1. Aktivasi logam magnesium

Logam magnesium ditimbang sebanyak 3 g dan dimasukkan dalam beaker gelas 250 mL. Larutan campuran dibuat antara metanol : HCl pekat (99 : 1), larutan campuran sebanyak 15 mL dituang ke beaker gelas yang berisi logam magnesium dan direndam, sesekali digoyang sampai gelembung dipermukaan tidak ada. Perendaman ini dilakukan sampai logam magnesium berwarna *silver*, didekantasi dan diambil logam magnesium yang teraktivasi (logam magnesium bebas dari oksidanya).

3.4.2 Penentuan waktu optimum butil bromida

Waktu sonikasi optimum sintesis butil bromida ditentukan dengan cara menentukan persen hasil butil bromida terbanyak pada variasi lama sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit. Asam sulfat 9 M (lampiran 7) dipipet sebanyak 13 mL dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga yang telah dilengkapi dengan kondensor dan

termometer. Lalu ditambahkan n-butanol sebanyak 0,0503 mol (4,6 mL) dimasukkan ke dalam labu. Kemudian ditambahkan dengan kalium bromida sebanyak 0,0503 mol (7,14 gram). Campuran disonikasi selama 60 menit, kemudian campuran sonikasi dipipet sebanyak 2 mL pada masing-masing waktu sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit. Hasil sonikasi masing-masing waktu kemudian dituang dalam corong pisah, kemudian ditambah 1 mL aquades pada masing-masing waktu sonikasi dan ditambahkan 1 mL H_2SO_4 . Kemudian dipisahkan. Fase organik ditambah dengan NaHCO_3 tetes demi tetes sampai pH 7-8 dan dipisahkan. Fase organik ditambah dengan 0,1 g MgSO_4 anhidrat dan dipekatkan dengan cara mengalirkan gas N_2 dan dilakukan analisa IR dan GC.

3.4.3. Penentuan waktu optimum n-pentanol

Butil bromida hasil yang disintesis seperti prosedur pada 3.4.2 selama 45 menit ditambahkan dietil eter kering sebanyak 7,5 ml dan dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga yang dilengkapi kondensor, ditambahkan logam magnesium sebanyak 3 gram dan 0,03 gram I_2 . Kemudian ditambahkan 0,0185 mol (2 mL) butil bromida hasil sintesis dalam 7,5 mL dietil eter kering. Selanjutnya disonikasi selama 15 menit. Larutan formaldehid hasil pemurnian ditambahkan (lampiran 7) sebanyak 0,0185 mol (2,5 mL) dalam 7,5 mL dietil eter kering, larutan ini ditambahkan ke dalam labu tetes demi tetes, setelah semua formaldehid ditambahkan, kemudian dilakukan sonikasi lagi selama 60 menit. Campuran sonikasi dipipet pada masing-masing lama sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit. Hasil sonikasi masing-masing waktu kemudian dituang dalam corong pisah yang berisi 10 ml larutan NH_4Cl jenuh dan didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan. Kemudian dipisahkan, lapisan air ditambahkan 10 mL dietil eter kering dan dikocok dipisahkan fase organiknya digabung dengan fase organik yang pertama. kemudian ditambahkan dengan larutan NaHCO_3 jenuh tetes demi tetes sampai pH 7-8. Selanjutnya dipisahkan, fase organik ditambahkan dengan MgSO_4 anhidrat sebanyak 0,1 g. Produk pada masing-masing waktu sonikasi dipekatkan dengan gas N_2 dan dilakukan analisa IR dan GC.

3.4.4. Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal

n-pentanol hasil yang sintesis seperti pada prosedur 3.4.3 selama 45 menit dipipet sebanyak 0,25 mL dan dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga yang dilengkapi kondensor dan termometer selanjutnya ditambah dikloro metana sebanyak 7,5 mL. Ditambah PCC sebanyak 0,49 gram dan disonifikasi selama 45 menit. Hasil produk didekantasi, pasta kuning diekstrak sebanyak 3 x 10 mL dengan dietil eter kering, hasil ekstrak digabung dengan filtrat dipekatkan dengan *rotary evaporator* dan ditambah dengan MgSO_4 anhidrat sebanyak 2 g. Kemudian dilakukan analisa.

3.4.5. Analisa hasil sintesis

a. Analisa dengan Spektrofotometer Infra Merah (IR)

Disiapkan pellet KBr dengan cara dimasukkan 2 gram serbuk kering KBr kedalam pellet press dengan kompresi hidrolik berkekuatan 2 torr yang dihubungkan pompa vakum, kemudian ditetaskan sampel diatas pellet KBr. Selanjutnya pellet KBr yang mengandung sampel diletakkan diantara dua celah yang dilewati berkas sinar infra merah dan dibuat spektranya pada rentang bilangan gelombang $4000\text{ cm}^{-1} - 600\text{ cm}^{-1}$.

b. Analisa dengan kromatografi gas (GC)

Senyawa hasil sintesis butil bromida diinjeksikan sebanyak 1 μL dalam alat GC dengan tipe dan kondisi operasional alat antara lain tipe alat HP. 5890, kolom (fase diam) propak Q, detektor TCD, temperatur detektor $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur injektor $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur oven $100\text{--}250\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur kolom awal $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan kenaikan $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan temperatur akhir $280\text{ }^{\circ}\text{C}$, tipe injeksi split, gas pembawa helium dengan kecepatan alir $30\text{ mL}/\text{menit}$ dan tekanan 60 mmHg .

Senyawa hasil sintesis n-pentanol dan pentanal diinjeksikan sebanyak 1 μL dalam alat GC dengan tipe dan kondisi operasional alat antara lain tipe alat HP. 5890 Series II, kolom (fase diam) HP 5 (Fenil Metil Siloksan), detektor FID, temperatur detektor $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur injektor $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur oven $100\text{--}250\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatur kolom awal $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan kenaikan $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan temperatur akhir $280\text{ }^{\circ}\text{C}$, tipe injeksi split, gas pembawa helium dengan kecepatan alir $30\text{ mL}/\text{menit}$ dan tekanan 60 mmHg .

3.5. Analisa Data

3.5.1 Spektrum FTIR

Spektrum FTIR dari butil bromida mempunyai peak-peak yang spesifik, Adanya gugus Bromida ditandai dengan adanya pita serapan yang khas dari C-Br pada $600 - 700 \text{ cm}^{-1}$ akibat vibrasi ulur. Gugus metil mempunyai serapan pada daerah $1370 - 1380 \text{ cm}^{-1}$ dan metilen pada daerah $1445 - 1485 \text{ cm}^{-1}$.

Spektrum FTIR dari n-pentanol juga mempunyai peak yang spesifik, Adanya gugus OH ditandai dengan adanya pita serapan tajam dan melebar dari $3200 - 3600 \text{ cm}^{-1}$ akibat vibrasi ulur, dan pada daerah $1085 - 1125 \text{ cm}^{-1}$ juga merupakan akibat vibrasi tekuk. Gugus metil mempunyai serapan pada daerah $1370 - 1380 \text{ cm}^{-1}$ dan metilen pada daerah $1445 - 1485 \text{ cm}^{-1}$.

Spektrum FTIR dari pentanal juga mempunyai peak yang spesifik, Adanya gugus karbonil C=O ditandai dengan adanya pita serapan tajam dan melebar dari 1728 cm^{-1} akibat vibrasi ulur, dan ikatan C-H istimewa ini menunjukkan dua pita ulura karakteristik (tepat di kanan pita CH alifatik) pada $2820 - 2900 \text{ cm}^{-1}$ dan $2700 - 2800 \text{ cm}^{-1}$.

3.5.2 Kromatogram GC

kromatogram GC dapat digunakan untuk mengetahui Kemurnian suatu senyawa dengan melihat puncak baru yang muncul. Suatu senyawa mempunyai waktu retensi tertentu yang dipengaruhi oleh jenis kolom, eluen, kecepatan aliran dan detektor. Analisa secara kualitatif dengan melihat waktu retensi hasil sintesis dibandingkan dengan standart n-butanol, n-pentanol dan pentanal. Secara kuantitatif senyawa hasil sintesis dapat dilihat berdasarkan luasan puncak (peak) pada kromatogram atau prosentase kelimpahan produknya.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

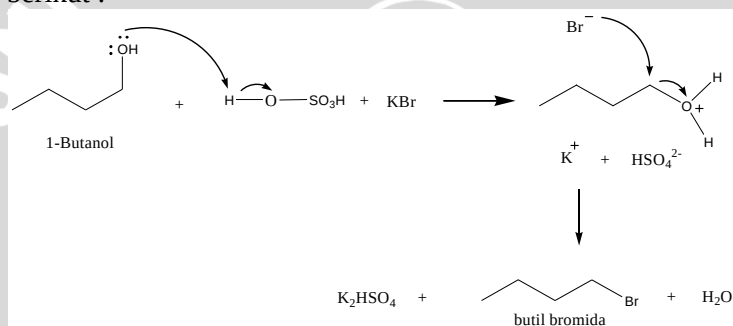
Hasil penelitian dan pembahasan ini disusun berdasarkan pola penelitian yaitu penentuan waktu optimum sintesis butil bromida, sintesis butil bromida, penentuan waktu optimum sintesis n-pentanol, sintesis n-pentanol, oksidasi n-pentanol menjadi pentanal.

4.1 Sintesis Butil Bromida

Sintesis butil bromida digunakan n-butanol sebagai bahan dasar dan reaksi pembatas sehingga dalam reaksinya jumlah mol

yang direaksikan lebih sedikit dibandingkan dengan mol KBr. Disamping itu, reaksi brominasi ini bersifat eksotermis, maka supaya reaksi berjalan sempurna selama sonikasi digunakan pendinginan dengan cara mengalirkan air es pada kondensor untuk menghindari menguapnya reaktan n-butanol dan mengatasi hilangnya ion Br^- yang menguap dalam bentuk Br_2 ke udara. Mengingat Br_2 yang bersifat racun maka kondensor dihubungkan selang ke larutan NaOH agar jika masih ada Br_2 yang lepas akan bereaksi dengan larutan ini (NaOH) dan terbentuk garam NaBr. Reaksi brominasi bersifat eksotermis ini ditandai dengan kenaikan suhu sistem dari 25°C menjadi 48°C .

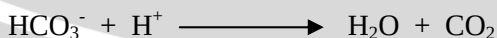
Mekanisme reaksi brominasi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut :



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi brominasi n-butanol

Mekanisme reaksi brominasi dapat dijelaskan sebagai berikut : pasangan elektron bebas pada atom oksigen dalam molekul n-butanol akan menarik proton yang berasal dari asam sulfat sehingga terbentuk ion oksonium dan ion sulfat, sedangkan kalium bromida akan terdisosiasi menjadi ion K^+ dan Br^- . Bromida akan menyerang atom karbon pada ion oksonium sehingga dihasilkan H_2O dan butil bromida, anion K^+ akan membentuk garam dengan ion sulfat menjadi K_2HSO_4 .

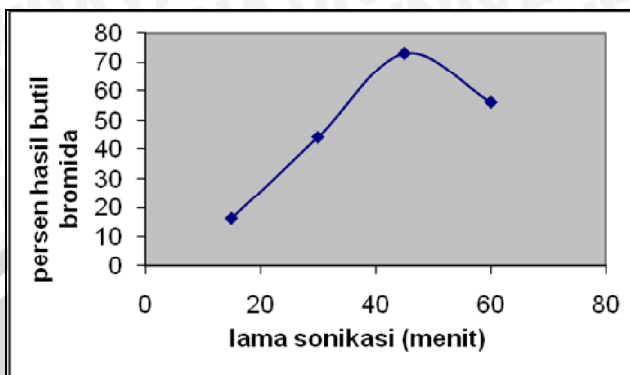
Untuk menetralkan sisa asam sulfat yang kemungkinan masih ada, dalam penelitian ini dilakukan dengan menambahkan larutan NaHCO_3 , reaksi sebagai berikut :



Reaksi netralisasi sisa asam dari katalis diketahui dengan terbentuk gelembung gas CO_2 ketika ditambahkan NaHCO_3 dan hasil pengukuran dari fase organik menggunakan pH universal menunjukkan nilai pH 7-8. selanjutnya proses pemurnian butil bromida menggunakan cara destilasi, diketahui bahwa destilat dihasilkan pada suhu 96° sampai 108°C .

Pada sintesis butil bromida digunakan bantuan gelombang ultrasonik. Gelombang ultrasonik ini akan mempengaruhi materi yang dilewati gelombang ultrasonik tersebut. Akibat rapatan dan regangan tersebut akan terbentuk gelembung kavitasi. Gelembung kavitasi ini terbentuk dalam cairan yang dilewati oleh rambatan gelombang ultrasonik. Setelah gelembung terbentuk, gelembung tersebut akan selalu bergetar dalam periode waktu tertentu dan kemudian akan mengecil dan membesar sehingga gelembung tersebut menjadi tidak stabil dan akan pecah dengan hebat. Pecahnya gelembung tersebut akan menghasilkan gelombang kejut yang akan merambat di sekitar titik pecahnya gelembung sehingga akan mempengaruhi lingkungan sekitarnya yang menyebabkan energi kimia dan energi mekanik.

Suatu reaksi kimia dipengaruhi oleh pemberian sejumlah energi. Pemberian energi dapat dilakukan dengan menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 47 kHz. Berdasarkan perhitungan pada lampiran 7 diketahui bahwa energi yang diberikan pada reaktan bertambah dengan meningkatnya lama sonikasi. Pengaruh lama sonikasi terhadap hasil brominasi dapat dibandingkan berdasarkan % area pada kromatogram GC. Pemberian gelombang ultrasonik pada penelitian ini dilakukan pada variasi waktu 15, 30, 45, dan 60 menit yang dapat digunakan untuk menentukan waktu optimum sonikasi. Persen hasil dari konversi % area GC (Lampiran 7) pada reaksi brominasi dengan berbagai variasi lama sonikasi disajikan pada gambar 4.2 :



Gambar 4.2 Hubungan antara persen hasil butil bromida dengan lama sonikasi pada reaksi brominasi

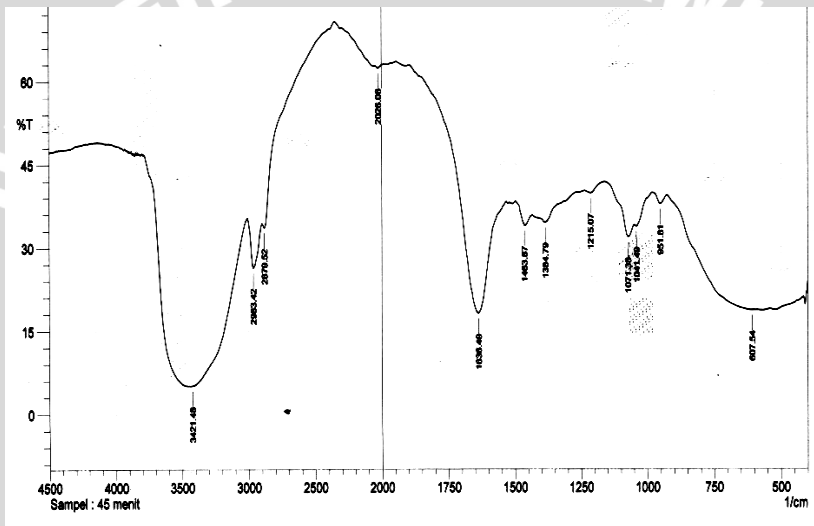
Berdasarkan pada gambar 4.2, diketahui bahwa terjadi kenaikan persen hasil pada waktu sonikasi 15 menit ke 30 menit, yaitu dari 16,36 % menjadi 44,16 %. Begitu juga pada waktu sonikasi 45 menit, terjadi kenaikan persen hasil menjadi 72,87 % (setara dengan energi sebesar $6,325 \times 10^5$ J). Hal ini menunjukkan bahwa energi dari gelombang ultrasonik dapat mengubah bahan dasar n-butanol menjadi butil bromida karena penambahan gelombang ultrasonik mengakibatkan jumlah partikel reaktan yang bertumbukan semakin meningkat sehingga probabilitas pembentukan produk juga meningkat. Namun pada menit ke 60 justru mengalami penurunan produk menjadi 56,11 %. Hal ini disebabkan setelah produk hasil reaksi brominasi terbentuk maksimal dengan adanya penambahan energi dari gelombang ultrasonik akan menyebabkan terus terjadinya tumbukan antara molekul sehingga terbentuk produk samping yang ditunjukkan pada kromatogram GC dengan t_R 7,148 menit baru. Dari gambar 4.2 diketahui waktu optimum untuk reaksi brominasi adalah 45 menit.

Senyawa hasil sintesis butil bromida pada lama sonikasi 45 menit diidentifikasi menggunakan spektrofotometer infra merah dengan tipe gugus fungsi spektra FTIR yang disajikan pada tabel 4.1:

Tabel 4.1. Tipe gugus fungsi spektra FTIR senyawa hasil sintesis butil bromida

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Tipe Gugus Fungsi
607,54	Ulur C-Br
2963,42-287952	ulur- CH_2
1463,87	Tekuk C-H (CH_2)
1384,79	Tekuk C-H ($-\text{CH}_3$)

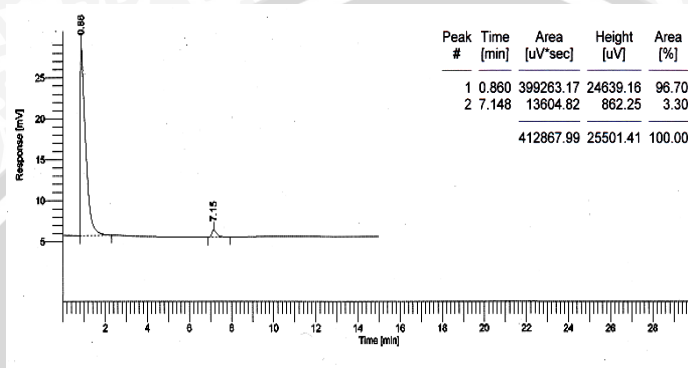
Sedangkan spektra FTIR dari hasil sintesis dapat dilihat pada gambar 4.3 :



Gambar 4.3 Spektra FTIR butil bromida

Berdasarkan gambar 4.3, beberapa pita serapan dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya butil bromida. Pita serapan utama dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya senyawa butil bromida yaitu munculnya serapan pada bilangan gelombang $607,54 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari C-Br akibat vibrasi ulur. Serapan tajam pada daerah $2879,52 \text{ cm}^{-1}$ dan $2963,42 \text{ cm}^{-1}$ merupakan C-H sp^3 dari gugus alkil vibrasi ulur, sedangkan vibrasi tekuk ikatan tersebut muncul pada daerah $1384,79 \text{ cm}^{-1}$. Serapan pada daerah $1463,87 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari CH_2 akibat vibrasi tekuk.

Senyawa hasil sintesis butil bromida pada lama sonikasi 45 menit diidentifikasi menggunakan kromatografi gas dihasilkan kromatogram yang disajikan pada gambar 4.4:



Gambar 4.4 Kromatogram GC butil bromida

Berdasarkan gambar 4.4, Kromatogram bahan dasar n-butanol (lampiran 3) mempunyai t_R 9,93 menit sedangkan kromatogram butil bromida hasil sintesis mempunyai puncak dengan t_R 0,860 menit. Dari identifikasi menggunakan GC tersebut diduga telah terbentuk produk reaksi brominasi, hal ini ditunjukkan adanya perbedaan t_R bahan dasar dengan t_R hasil reaksi brominasi. Senyawa butil bromida mempunyai t_R yang lebih pendek dari pada n-butanol. Hal ini berhubungan erat dengan interaksi antara fase gerak dan fase diam. Fase diam yang digunakan pada GC ini adalah propak Q yang bersifat non polar, semakin polar suatu senyawa maka semakin cepat ia terelusi dari kolom sehingga t_R yang dihasilkan menjadi lebih pendek. Senyawa butil bromida lebih bersifat polar sehingga senyawa tersebut akan terelusi terlebih dahulu daripada senyawa n-butanol yang lebih bersifat kurang polar. Sedangkan puncak no 2 diduga milik dari produk samping dari reaksi brominasi.

4.2 Sintesis n-Pentanol

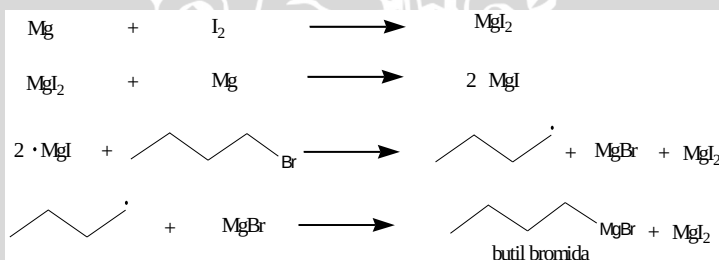
Pada tahap yang kedua adalah sintesis n-pentanol. Sintesis ini menggunakan bahan dasar butil bromida hasil sintesis pada tahap pertama. Sebelum dilakukan reaksi, terlebih dahulu didestilasi formaldehid dengan tujuan meningkatkan kemurniannya, destilatnya ditampung pada wadah yang kelilingi *dry ice* untuk menjaga

formaldehid tidak menguap. Berdasarkan lampiran 5 diketahui bahwa kemurnian formaldehid dalam penelitian ini sebesar 91,96 %.

Pembentukan reagen Grignard dimulai dengan butil bromida hasil sintesis direaksikan dengan logam magnesium teraktivasi. Logam magnesium dapat diaktivasi melalui pencucian logam magnesium dengan campuran metanol : HCl pekat (99 : 1). Pencucian ini bertujuan membersihkan permukaan logam magnesium dari oksida yang menempel pada permukaan logam dengan ditandai kerak warna hitam hilang menjadi logam magnesium berwarna *silver*. Pembentukan reagen Grignard didukung dengan penambahan iodin sebanyak 0,03 gram yang berfungsi sebagai indikator dan inisiator menurut persamaan reaksi sebagai berikut (Poestema, 2003) :



Reagen Grignard bersifat eksotermis karena merupakan reaksi radikal bebas antara logam magnesium dengan butil bromida, berlangsungnya reaksi ditandai dengan warna coklat mulai menghilang berubah menjadi warna larutan menjadi warna keabu-abuan menandakan reaksi Grignard terbentuk. Reaksi pembentukan reagen Grignard ini dapat dituliskan pada gambar 4.5 :

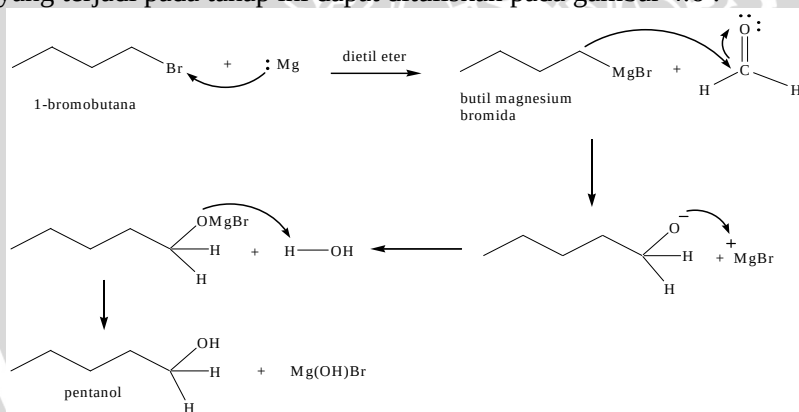


Gambar 4.5 Reaksi pembentukan butil bromida

Reagen Grignard cukup stabil dalam dietil eter kering, kestabilan reagen Grignard ini disebabkan oleh kemampuan dari dietil eter untuk menyumbangkan pasangan elektron bebasnya terhadap logam magnesium serta gugus etilnya berperan sebagai pelarut. Penggunaan dietil eter kering dimaksudkan untuk

menghindari terjadinya penurunan reaktivitas dari logam magnesium karena adanya air. Logam magnesium dan air dapat bereaksi membentuk magnesium oksida yang akan menutupi atau menyelimuti permukaan logam magnesium.

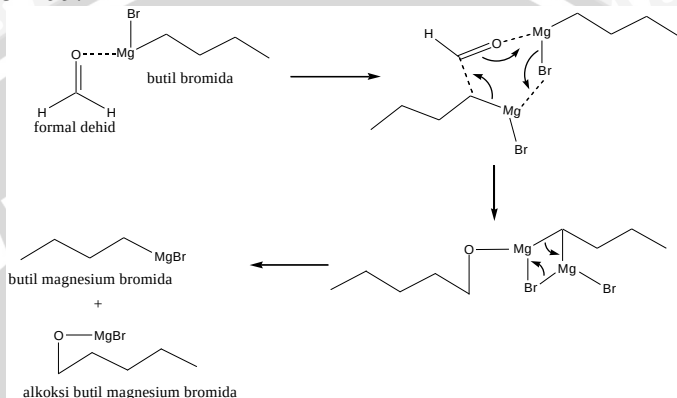
Reaksi adisi nukleofilik butil magnesium bromida diawali dengan reagen Grignard mengadisi gugus karbonil aldehid karena CH_3 yang terikat pada atom Mg terpolarisasi negatif akibat dari atom Mg yang bersifat elektropositif sehingga gugus metil dari reagen Grignard merupakan gugus nukleofil kuat yang akan menyerang atom C dari gugus karbonil yang berparsial positif. Atom C pada gugus karbonil yang bersifat elektropositif disebabkan adanya atom O yang keelektronegatifitasnya tinggi untuk menarik elektron pada atom C sehingga kerapatan elektron di atom C menjadi berkurang. Akibat serangan reagen Grignard maka terbentuk karbanion, atom O yang terpolarisasi negatif menyerang ion H^+ dan melepas kation $^+\text{MgBr}$ membentuk n-pentanol, Ion hidroksi akan berikatan dengan kation $^+\text{MgBr}$ menghasilkan garam Mg(OH)Br . Mekanisme reaksi yang terjadi pada tahap ini dapat dituliskan pada gambar 4.6 :



Gambar 4.6 Mekanisme reaksi adisi nukleofilik butil bromida

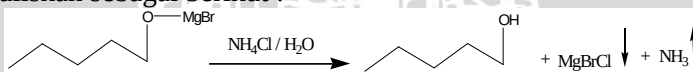
Peggunaan reagen Grignard dalam berbagai sintesis dilakukan secara *in situ* sehingga penambahan aldehid dilakukan langsung setelah reagen terbentuk. Oleh karena itu reagen Grignard dengan aldehid juga bersifat eksotermis maka dalam penelitian ini dilakukan penurunan suhu pada suhu 25°C sehingga terjadi endapan putih pada waktu penambahan formaldehid yang menunjukkan telah

terbentuknya garam alkoksi magnesium bromida. Reaksi pembentukan garam alkoksi magnesium bromida dapat dituliskan sebagai berikut :

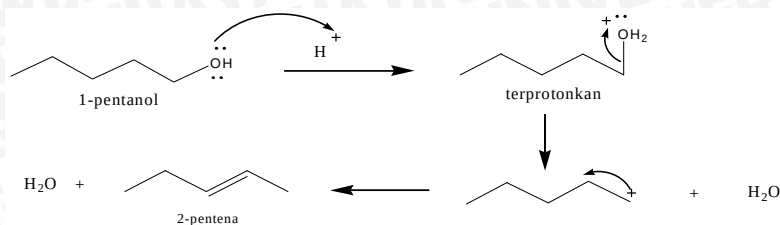


Gambar 4.7 Reaksi Pembentukan alkoksi magnesium bromida

Garam yang dihasilkan kemudian dihidrolisis dengan larutan garam amonium klorida jenuh yang bersifat asam lemah. Ion H⁺ yang dihasilkan oleh garam NH₄Cl akan memutus ikatan sigma O-Mg, dimana atom O yang terpolarisasi negatif akan menyerang proton H⁺. MgBr⁺ yang terbentuk akan berikatan dengan Cl⁻ membentuk MgBrCl. Reaksi hidrolisis oleh NH₄Cl dihasilkan gelembung gas NH₃ ketika ditambahkan NH₄Cl. Reaksi hidrolisis dapat dituliskan sebagai berikut :

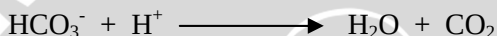


Penambahan asam untuk reaksi hidrolisis tidak dilakukan dengan asam kuat karena adanya asam kuat dapat mengakibatkan reaksi lebih lanjut yaitu reaksi dehidrasi alkohol membentuk alkena dengan cara elektron bebas pada atom O akan menarik ion H⁺ membentuk hidroksi pentana, hidroksi pentana akan terproton gugus hidroksi sehingga diperoleh karbokation dan gugus hidroksi, resonansi untuk menstabilkan karbokation pada pentana akan membentuk 2-pentena. Reaksi dehidrasi ditunjukkan pada gambar 4.8 :



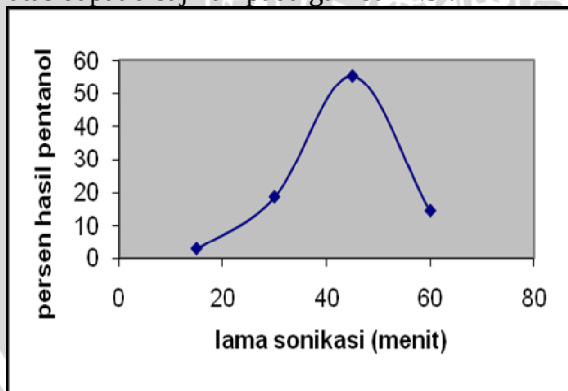
Gambar 4.8 Mekanisme reaksi dehidrasi alkohol

Untuk menetralkan sisa asam yang kemungkinan masih ada, dalam penelitian ini dilakukan dengan menambahkan larutan $NaHCO_3$, reaksi sebagai berikut :



Reaksi netralisasi sisa asam dari katalis diketahui dengan terbentuk gelembung gas CO_2 ketika ditambahkan $NaHCO_3$. Hasil pengukuran dari fase organik menggunakan pH universal menunjukkan nilai pH 7-8. Sedangkan untuk pemekatan hasil sintesis digunakan *rotary evaporator*.

Pada sintesis n-pentanol digunakan bantuan gelombang ultrasonik. Gelombang ultrasonik ini diberikan pada variasi waktu 15, 30, 45, dan 60 menit. Persen hasil dari konversi % area GC (lampiran 7) pada reaksi Grignard dengan berbagai variasi lama sonikasi diatas dapat disajikan pada gambar 4.9 :



Gambar 4.9 Grafik hubungan antara persen hasil n-pentanol dengan lama sonikasi pada reaksi Grignard

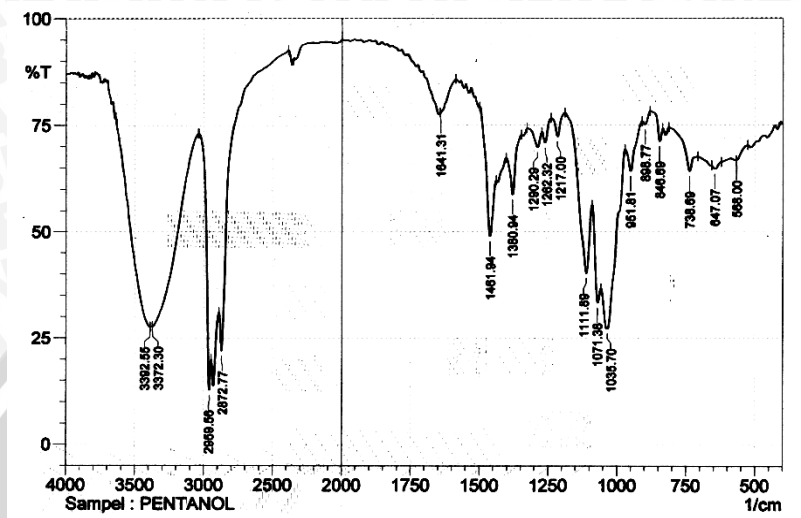
Berdasarkan gambar diatas, diketahui bahwa terjadi kenaikan persen hasil pada lama sonikasi 15 menit ke 30 menit, yaitu dari 2,81 % menjadi 18,65 %. Begitu juga pada waktu sonikasi 45 menit, terjadi kenaikan persen hasil menjadi 55,48 %. Hal ini menunjukkan bahwa energi dari gelombang ultrasonik dapat mengubah bahan butil bromida menjadi pentanol, karena penambahan gelombang ultrasonik mengakibatkan jumlah partikel reaktan yang bertumbukan semakin meningkat sehingga probabilitas pembentukan produk juga meningkat. Namun pada menit ke 60 justru mengalami penurunan produk menjadi 14,46 %. Hal ini disebabkan setelah produk reaksi Grignard terbentuk maksimal dengan adanya penambahan energi dari gelombang ultrasonik justru menyebabkan terbentuknya produk baru.

Senyawa hasil sintesis n-pentanol pada lama sonikasi 45 menit dapat diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan spektrofotometer infra merah pada tabel 4.2 :

Tabel 4.2 Tipe gugus fungsi spektrum FTIR senyawa hasil sintesis n-pentanol

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Tipe Gugus Fungsi
3392,55 & 3372,30	ulur-OH
2963,42-287952	ulur-CH ₂
1463,87	Tekuk C-H (CH ₂)
1384,79	Tekuk C-H (-CH ₃)
1071,38 & 1041,49	Ulur C-O alkohol

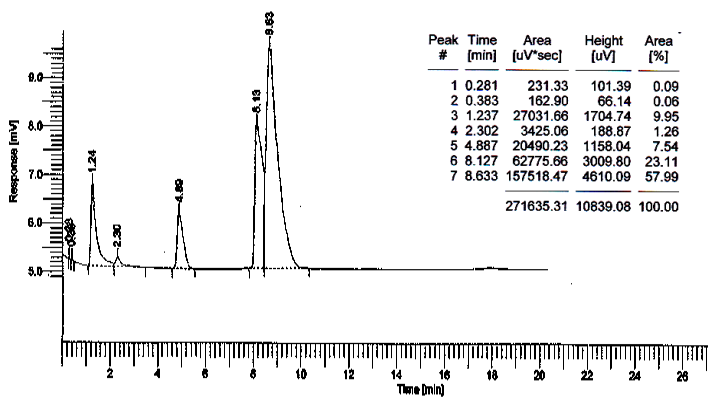
Sedangkan spektra FTIR dapat dilihat sebagai berikut :



Gambar 4.10 Spektra FTIR sintesis n-pentanol

Berdasarkan gambar 4.10, beberapa pita serapan dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya n-pentanol. Pita serapan utama yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya senyawa n-pentanol yaitu munculnya serapan tajam dan melebar pada daerah $3392,55\text{ cm}^{-1}$ dan $3372,30\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan adanya gugus OH akibat vibrasi ulur. Serapan tajam pada daerah $2959,56\text{ cm}^{-1}$ dari CH_2 dari gugus alkil merupakan vibrasi ulur. Serapan tajam pada daerah $2872,77\text{ cm}^{-1}$ merupakan C-H sp^3 dari gugus alkil merupakan vibrasi ulur, sedangkan vibrasi tekuk ikatan tersebut muncul pada daerah $1380,34\text{ cm}^{-1}$ dan $1461,94\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan tiga serapan pada $1111,89\text{ cm}^{-1}$, $1071,38\text{ cm}^{-1}$ dan $1035,70\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan C-O akibat vibrasi ulur ciri khas dari alkohol primer.

Pada penelitian ini digunakan n-pentanol standart yang di analisis dengan GC diperoleh t_R 9,792 menit dengan kelimpahan produk sebesar 96,76 %, selanjutnya dapat dilihat pada Lampiran 5. Sedangkan hasil sintesis n-pentanol pada lama sonikasi 45 menit diperoleh kromatogram GC pada gambar 4.11 :



Gambar 4.11 Kromatogram GC n-pentanol hasil sintesis

Berdasarkan gambar 4.11, kromatogram GC senyawa hasil sintesis diperoleh t_R 8,633 menit dengan kelimpahan produk sebesar 57,99% diduga milik n-pentanol, apabila dibandingkan dengan t_R standart n-pentanol yaitu 9,792 menit. Dari identifikasi menggunakan GC tersebut diduga telah terbentuk produk reaksi Grignard. Hal ini berhubungan erat dengan interaksi antara fase gerak dan fase diam. Fase diam yang digunakan pada kromatografi ini adalah fenil metil siloksan yang bersifat polar, semakin bersifat non polar suatu senyawa, maka semakin cepat ia terelusi dari kolom sehingga t_R yang dihasilkan menjadi lebih pendek. Senyawa n-pentanol lebih bersifat polar sehingga senyawa tersebut akan terelusi terlebih lama. Sedangkan senyawa yang bersifat non polar akan terelusi terlebih dahulu sehingga t_R lebih pendek.

4.3 Sintesis Pentanal

Pada tahap yang ketiga adalah oksidasi n-pentanol menjadi pentanal menggunakan piridinium klorokromat (PCC). Oksidator PCC diperoleh dari sintesis dengan cara mereaksikan kromium (VI) oksida dengan piridin dalam pelarut asam klorida sehingga dihasilkan oksidator PCC.

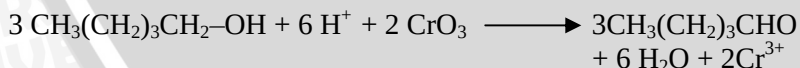
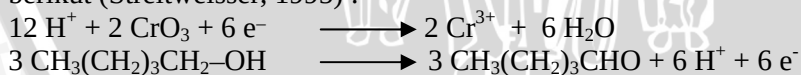
Penelitian ini digunakan oksidator PCC karena oksidator PCC adalah oksidator ini sangat efektif untuk mengoksidasi alkohol

primer menjadi aldehid (Brown, 1995). n-pentanol dioksidasi dengan PCC dengan cara penyerangan elektron bebas pada atom oksigen n-pentanol terhadap atom kromium, kromium (VI) oksida terprotonasi sehingga terbentuk karbokation, piridin pada PCC untuk menstabilkan karbokation dengan cara elektron bebas pada atom nitrogen menyerang gugus hidrogen sehingga gugus oksigen akan terprotonasi dan melepas kromium (VI) oksida dan piridin, gugus oksigen akan mengalami resonansi membentuk pentanal dan dihasilkan kembali oksidator PCC. Mekanisme reaksi dalam oksidasi pentanol dengan PCC dapat dilihat pada gambar 2.15.

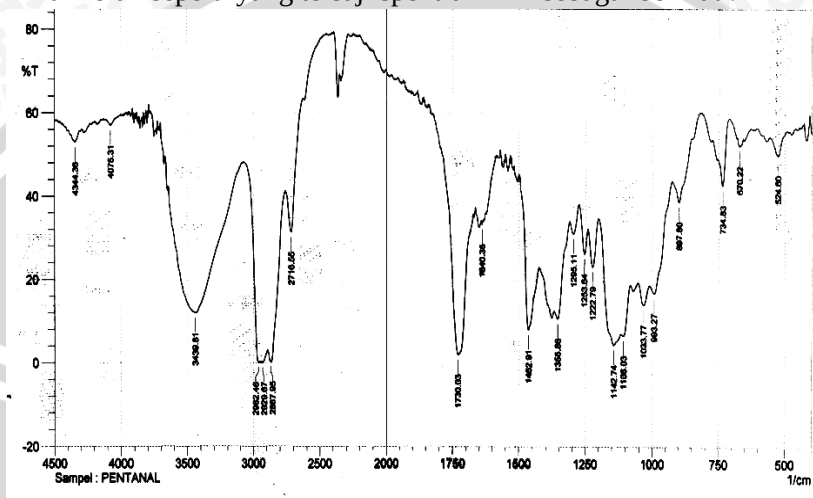
Reaksi oksidasi pentanal menggunakan PCC dilakukan dalam suatu pelarut organik yaitu dikloro metana, oleh sebab itu keberadaan air selama reaksi berlangsung dapat dikurangi. Adanya molekul air dalam larutan selama reaksi oksidasi sedang berlangsung maka akan menyebabkan reaksi lebih lanjut terbentuk asam pentanoat.

Metode pemisahan dari sintesis pentanal yang diperoleh dapat dilakukan dengan ekstraksi pelarut, sedangkan pemurniannya dengan cara distilasi. Pemilihan pelarut yang akan digunakan dalam ekstraksi pelarut berdasarkan prinsip "*Like Dissolve Like*". Senyawa aldehid mempunyai mempunyai gugus karbonil yang bersifat polar, namun semakin panjang ikatan alkil pada karbonil pada molekul suatu aldehid dapat mengurangi kepolaran gugus karbonil tersebut, sehingga cenderung mudah larut dalam pelarut organik. Penelitian ini digunakan pelarut dietil éter yang bersifat non polar untuk ekstraksi. Ratcliffe 2002 telah memisahkan senyawa 1-dekanal hasil sintesis dengan oksidator PCC dan mengekstraknya sebanyak 3 kali dengan menggunakan pelarut dietil eter.

Secara umum reaksi oksidasi-reduksi yang terjadi dalam proses sintesis pentanal dengan bahan dasar n-pentanol sebagai berikut (Streitweiser, 1995) :



Senyawa hasil sintesis pentanal pada lama sonikasi 45 menit dapat diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan spektrofotometer infra merah seperti yang tersaji spektra FTIR sebagai berikut :



Gambar 4.12 Spektra FTIR sintesis pentanal

Sedangkan tipe gugus fungsi dengan bilangan gelombang dapat dilihat pada tabel 4.3 :

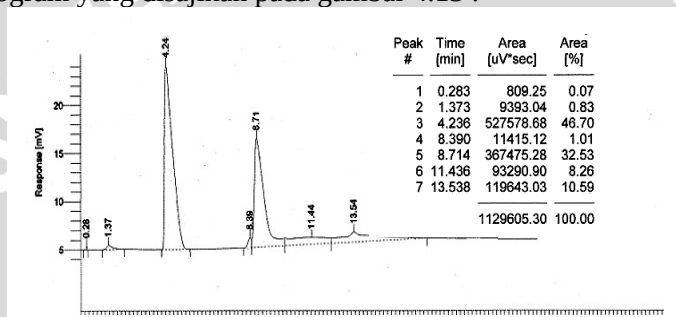
Tabel 4.3 Tipe gugus fungsi spektrum FTIR senyawa hasil sintesis pentanal

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Tipe Gugus Fungsi
2962,42-2929,67	ulur- CH_2
2716,55	Ulur C-H alkana
1730,03	Ulur ikatan C=O aldehyd
1462,91	Tekuk C-H (CH_2)
1355,86	Tekuk C-H ($-\text{CH}_3$)

Berdasarkan spektrum table 4.3, beberapa pita serapan yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya pentanal. Pita serapan utama yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya senyawa pentanal yaitu munculnya serapan tajam $1730,30 \text{ cm}^{-1}$ yang

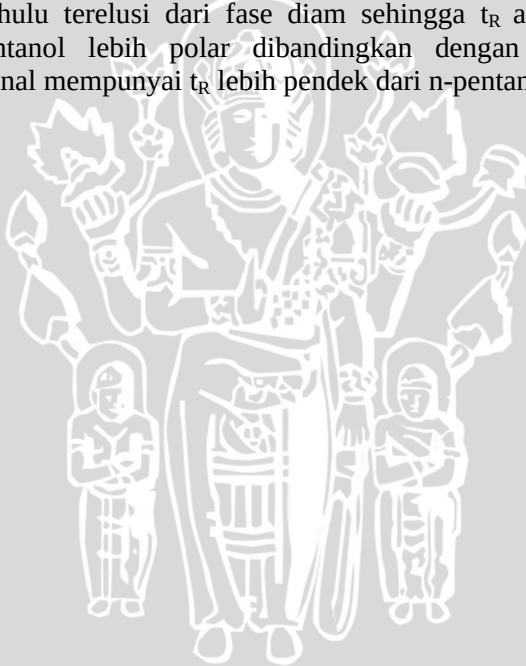
merupakan serapan karbonil C=O aldehid akibat vibrasi ulur. Serapan tajam pada daerah $2962,46\text{ cm}^{-1}$ dan $2929,67\text{ cm}^{-1}$ dari gugus alkil C-H alifatik yang merupakan vibrasi ulur. Serapan tajam pada daerah $2716,55\text{ cm}^{-1}$ merupakan C-H dari gugus aldehid yang merupakan vibrasi ulur, sedangkan vibrasi tekuk ikatan dari gugus alkil C-H alifatik tersebut muncul pada daerah $1462,91\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi tekuk ikatan dari gugus alkil C-H₃ alifatik tersebut muncul pada daerah $1355,86\text{ cm}^{-1}$.

Senyawa hasil sintesis pentanal pada lama sonikasi 45 menit diidentifikasi menggunakan kromatografi gas dihasilkan kromatogram yang disajikan pada gambar 4.13 :



Gambar 4.13 Kromatogram GC sintesis pentanal

Berdasarkan gambar 4.13, kromatogram GC hasil sintesis dengan menggunakan gelombang ultrasonik selama 45 menit dengan kelimpahan 46,70 % dengan t_R 4,236 menit, t_R ini diduga milik pentanal karena munculnya peak baru dengan kelimpahan relatif besar yang berbeda dengan t_R bahan dasar n-pentanol dengan t_R 8,633 menit. Senyawa pentanal mempunyai t_R yang lebih pendek dari n-pentanol. Hal ini berhubungan erat dengan interaksi antara fasa diam dan fasa gerak. Fase diam yang digunakan pada GC ini adalah fenil metil siloksan yang bersifat polar, semakin polar suatu senyawa maka semakin lama terelusi dari fase diam sehingga t_R lebih lama. Sedangkan senyawa yang bersifat kurang polar (non polar) akan lebih dahulu terelusi dari fase diam sehingga t_R akan lebih pendek, n-pentanol lebih polar dibandingkan dengan pentanal sehingga pentanal mempunyai t_R lebih pendek dari n-pentanol.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Senyawa pentanal dapat disintesis melalui reaksi brominasi, reaksi Grignard dan oksidasi menggunakan oksidator PCC dari bahan dasar n-butanol dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik.
2. Energi gelombang ultrasonik berpengaruh pada sintesis butil bromida dengan penerapan gelombang ultrasonik selama 45 menit sebesar 56,16 %, sintesis n-pentanol dengan penerapan gelombang ultrasonik selama 45 menit sebesar 31,13 %, sedangkan reaksi oksidasi n-pentanol menjadi pentanal dengan penerapan gelombang ultrasonik 45 menit sebesar 35,03 % dengan energi yang diserap sebesar $6,325 \times 10^5$ J. Terbentuknya pentanal berdasarkan analisa IR ditandai dengan adanya pita serapan tajam karbonil C=O pada panjang gelombang $1730,03 \text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal sebaiknya digunakan PCC sebagai reaksi pembatas supaya tidak mengoksidasi lebih lanjut menjadi asam pentanoat dan pada saat oksidasi sebaiknya dilakukan waktu optimum dari oksidasi pentanal tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonimous, 2008^a, **Synthesis of Aldehydes**, <http://www.organic-chemistry.org/synthesis/C2O/aldehydes.shtml>, diakses tanggal 14 januari 2009.
- Anonimous, 2008^b, **Manfaat Pentanal**, http://healthy-check.blogspot.com/2008_04_01_archive.html, diakses tanggal 29 januari 2009.
- Ault, A., 1983, **Techniques and Experiment for Organic Chemistry**, 4th edition, Allyn and Bacon Inc., Boston, pp. 404-405.
- Berti, 2003, **Alcohol Oxidation**, McMaster college, USA, http://www.chemistry.mcmaster.ca/berti/3Fo3/class_03_pdf, diakses pada 18 oktober 2008, jam 20.43.
- Brown, H.W., 1995, **Organic Chemistry**, International cd, Saunders college and publishing, florida, pp. 220.
- Budavari, S., 1989, **The Merck Index**, Merck and co., inc, Newyork, pp 258, 1100.
- Budimarwanti, C., 1996, **Oksidasi Senyawa 1-(3,4-Dimetoksi Fenil)-2-propanol dengan PCC, PDC, dan aluminium iso Propoksida**, Thesis, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, hal 18-21, 32.
- Coates, J., 2000, **Encyclopedia of Analytical Chemistry : Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach**, R. A. Meyers (ed), John Willey and Sons, Ltd., Chichester, pp 10815 – 10837.
- Corey, E.J and Sugg, J.J., 1975, **Pyridinium Chlorochromat An Effisient Reagen For Oxidation Primary and Secondary Alcohol to Carbonyl Compounds**, J. Org. Chem, pp. 26, 2640–2650.
- Corey, E.J., dan Cheng, X.M., 1995, **The Logic Of Chemical Synthesis**, http://en.wikipedia.org/wiki/Retrosynthesis_analysis, tanggal akses 28 September 2008.
- Daley, S.J., and Daley, R.F., 2005, **Organic Chemistry : Organic Synthesis**,

- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 1996, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Edisi Kelima, Penerbit Erlangga, Jakarta, hal. 388-396.
- Fessenden, R., J., dan Fessenden, S., J., 1982, **Kimia Organik**, jilid 2, edisi ketiga, alih bahasa : Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Ph.d., Penerbit Erlangga, Jakarta, hal. 421.
- Fessenden, R., J., dan Fessenden, S., J., 1997, **Dasar-dasar Kimia Organik**, Penerjemah: Sukmariah maun, Kamianti Anas, Tilda S. Sally. Binarupa Aksara, Jakarta, hal. 317, 318.
- Ferdanes, R.A., 2003, **Novel Oxidation Reaction**, J. Chem. Educ, 61:741.
- Furnish, B. S., Hanford, A. J., Rogers, W., Smith, P. W. T. Tacthel, A. R., 1978, **A Textbook of Practical Organic Chemistry**, 4th edition, Longman Group Ltd., London, pp. 369-373, 921.
- Greeves, N. and D. Craig, 2007, **Retrosynthesis and Reactivity**, www.Scintificupdate.co.uk, tanggal akses : 1 Desember 2008.
- Gritter, R. J., Babbitt, J. M., dan Schwarting, A. E., 1991, **Pengantar Kromatografi**, Penerbit ITB, Bandung, hal. 34-42.
- Halliday, D. dan Resnick R., 1984, **Fisika Jilid kedua Edisi Ketiga**, Alih Bahasa : Pantur Silaban dan Erwin Sucipto, Erlangga, Jakarta.
- Hart, H., Craine, L., Hart, D., 2003, **Kimia Organik**, Alih bahasa : Suminar Setiati Ahmadi, Erlangga, Jakarta, hal 194-195.
- Hu, W., and J. Wang, 2001, **Combinatorial Catalysis with Physical, Chemical, and Biological Methodologies**, *J. National Sciences Foundation of China*, 3 (9), 44.
- Kavala, V., Samal, A.K., dan Patel, B.K., 2004, **Water as Catalyst and Solvent**, http://arkat.protecting_group/alkohol/THP, tanggal akses : 28 September 2008.
- Kane, W., 1988, **FISIKA**, Edisi ke tiga, ITB, Bandung, hal 5-6.
- Luis, Escrito, 2008, **Síntesis de Pentanal a Partir de Acetileno**, <http://www.quimicaorganica.org/apuntes-quimica-organica/sintesis-de-pentanal-a-partir-de-acetileno.html>, diakses tanggal 14 januari 2009.
- Mason, T. J., 1997, **Ultrasound In Synthetic Organic Chemistry**, *J. Chemical Society Reviews*, volume 26 : 443.

- Margulis, M., A., 2002, **Sonochemistry as a New Promising Area of High Energy Chemistry**, High Energy Chemistry, vol 38, No. 03, pp 135-142.
- Norman, R. O. C., and Coxon, J. M., 1993, **Principle Of Organic Synthesis**, tiga edition, Blackie Academic and Proffessionals, London, pp. 459-464.
- Pine, S. H., Henrikcson, J. B., Cram, dan D. J., Hammound, S. H., 1987, **Organic Chemistry**, 4th edition, Mc Graw Hill Company Inc., New York, pp. 205-271.
- Poestema, M., 2003, **The Grignard and Related Reaction in Synthesis**, Departemen of Chemistry Wayne University, Michigan.
- Ratcliffe, R. W., 2002, **Oxidation 1-decanal With The Chromium Trioxide Pyridine Complex Prepared In situ**, J. Org. Synthesis 258, vol. 7, 373, <http://www.shemweb.com>. Diakses tanggal 18 oktober 2008, jam 20.43.
- Sastrohamidjojo, H., 1985, **Spektroskopi**, Liberty, Yogyakarta, hal. 11-15.
- Sastrohamidjojo, H., 2002, **Kromatografi**, Edisi II, Penerbit Liberty, Yogyakarta, hal 17-18.
- Sarpong, R., 2003, **Sonochemistry: Ultrasound Applications In Organic Synthesis**, http://stoltz.caltech.edu/litmtg/2003/sarpong-lit-3_13_03.pdf diakses 25 September 2008.
- Seiche, A., Schuschkowski, B., 2005, **Synthesis Of Aldehydes And Ketones**, *Adv. Syn. Catal*, pp 1488-1494.
- Sahala, Stepanus, 2008, **Pengendalian Hama Belalang Kembara (*locusta migratoria*) Dengan Menggunakan Gelombang Ultrasonik Di Kalimantan Barat**, <http://www.damandiri.or.id/file/stepanussahalaunairbab2.pdf>, diakses tanggal 28 November 2008.
- Serratosa, F., 1990, **Organic Chemistry in Action**, Elsevier Science Publisher, Amsterdam, pp. 43.
- Singh, V., Kanwal P. K., Anupam K. and G. L. Kad, 1998, **Ultrasound: A Boon in the Synthesis of Organic Compounds**, *J. Department of Chemistry Panjab University Chandigarh* : 59-60.

- Smith, B.M., 2002, **Organic Synthesis**, Mc Graw Hill Book Co.inc., New York, hal. 228.
- Soebandrijo, 1990, **Penggunaan Feromon Untuk Mengendalikan Ulat Daun Tembakau Spodoptera Dan Heliothis spp**, Balitass, Malang, hal 19-23.
- Streitweisser, A., Heathcock, C. H., 1985, **Introduction to organic chemistry**, 3rd Edition, MC Mulain Publishing co. inc, New York, pp 205, 77.
- Trisnobudi, A., 2003, **Aplikasi Ultrasonik**, Penerbit ITB, hal. 34-36.
- Uswatun, Hasanah, 2003, **Studi Perbandingan Oksidasi n-Pentanol Dengan Asam Kromat Dan Piridinium Kloro Kromat**, Skripsi, Jurusan Kimia, FMIPA, Unibraw, Malang.
- Warren, S., 1982, **Sintesis Organik Pendekatan Diskoneksi**, Penerjemah : Reksohadiprodjo, M. S, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, hal. 281.
- Wenxiang Hu and Wang Jianying, 2001 **Combinatorial catalysis with physical, chemical and biological methodologies**, J. National Sciences Foundation of China.
- Williamson, K. L., 1987. **Microscale Organic Experiments**, D.C. Health and Company, Toronto, pp. 285-287.
- Xie, H., and Wang, Q., 2001, **Synthesis and Characterization Of Conductive Polyaniline Nanoparticles Throgh Ultrasonic Assisted Inverse Microemulsion Polymerization**, Shisuan University, Journal of Nanoparticle Research, pp 401-411.



LAMPIRAN 1

Preparasi Bahan

1. Pengenceran asam sulfat

Asam sulfat pekat pada perhitungan (lampiran 7) dipipet sebanyak 23,9 mL dan dimasukkan dalam beaker gelas 250 mL yang terisi aquades 20 mL, larutan tersebut didinginkan dan dimasukkan ke labu ukur 50 mL (dibilas beaker gelas) dan ditandabatkan, asam sulfat 9M ini disimpan dalam botol gelap dan diberi label.

2. Pengeringan dietil eter

Dietil eter dipipet sebanyak 150 mL dan dimasukkan dalam beaker gelas 250 mL. Logam natium dibersihkan, diiris sampai kelihatan berwarna *silver* dan dipotong kecil. Logam natrium dimasukkan kedalam beaker gelas yang terisi dietil eter, dидiamkan sampai gelembung tidak ada. Disimpan dalam botol gelap dan diberi label.

3. Pembuatan larutan NaHCO_3 jenuh

Aquades dimasukkan dalam beaker gelas sebanyak 200 mL dan natrium bikarbonat ditambah sedikit demi sedikit sampai tidak larut lagi, disaring dengan kertas whatman 40 dan disimpan pada botol gelap dan diberi label.

4. Pembuatan larutan NH_4Cl jenuh

Aquades dimasukkan dalam beaker gelas sebanyak 200 mL dan natrium bikarbonat ditambah sedikit demi sedikit sampai tidak larut lagi, disaring dengan kertas whatman 40 dan disimpan pada botol gelap dan diberi label.

5. Pengeringan MgSO_4 hidrat

Magnesium sulfat ditimbang sebanyak 40,04 g dan dihaluskan dengan mortar, selanjutnya dioven selama 24 jam pada suhu 200°C ditimbang dihasilkan 23,75 g, dioven lagi selama 1 jam pada suhu 200°C diperoleh berat konstan 23,75 g dan disimpan dalam desikator.

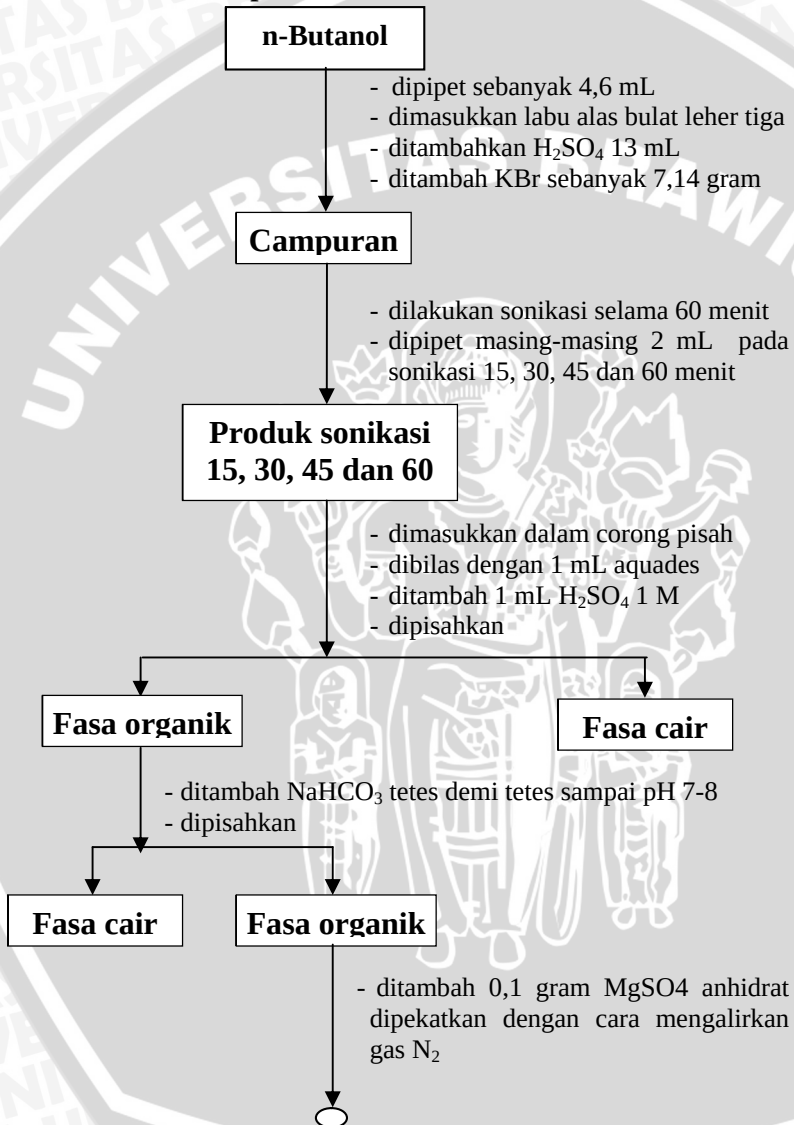
6. Pemurnian formaldehid

Alat destilasi disiapkan dan dirangkai, penampung destilat dikondisikan dalam keadaan dingin dengan melapisi penampung menggunakan *dry ice*. Formaldehid dipipet sebanyak 20 mL didistilasi pada suhu 91° sampai 96°C dihasilkan destilat sebanyak 10 mL dan disimpan pada lemari es dan diberi label.

LAMPIRAN 2

Skema Kerja Penelitian

1. Penentuan waktu optimum butil bromida



- dianalisis dengan Spektrofotometer FTIR dan GC

Hasil

2. Penentuan waktu optimum n-pentanol

Logam magnesium

- ditimbang 3 gram
- dimasukkan ke labu alas leher tiga

Dietil eter

- dipipet 15 mL
- dimasukkan ke labu alas bulat tiga

- ditambah kristal I_2 0,3 g
- ditambah 2 mL bbromida dalam 15 mL eter kering
- disonifikasi selama 15 menit

Butil Magnesium Bromida

- ditambah 2,5 mL formaldehid dalam 15 mL dietil eter kering sedikit demi sedikit

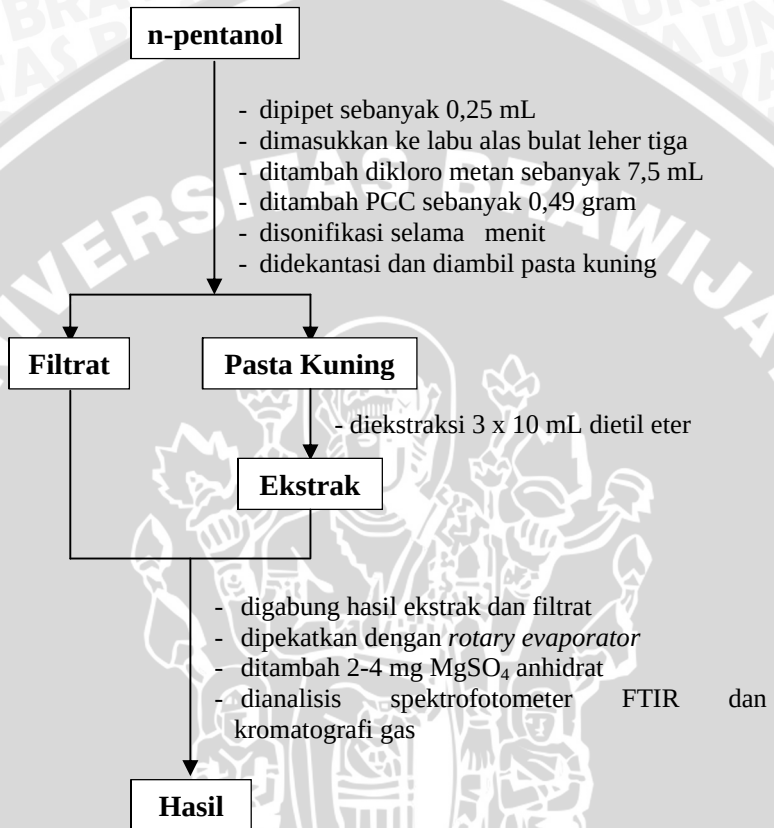
Campuran

- disonifikasi selama 60 menit
- dipipet masing-masing 2 mL pada sonikasi 15, 30, 45 dan 60 menit

**Produk sonikasi
15, 30, 45 dan 60**

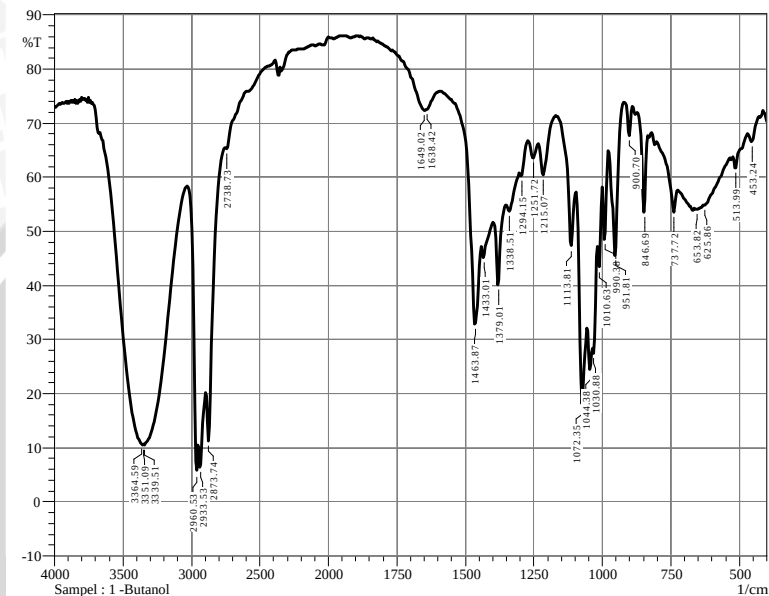
- dituang ke dalam gelas beaker yang berisi 10 mL larutan NH_4CL jenuh
- didiamkan sampai terbentuk dua lapisan

3. Oksidasi 1-pentanol

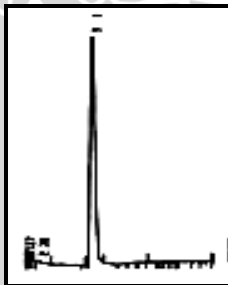


LAMPIRAN 3

1. Spektra FTIR Dari Bahan Dasar n-butanol

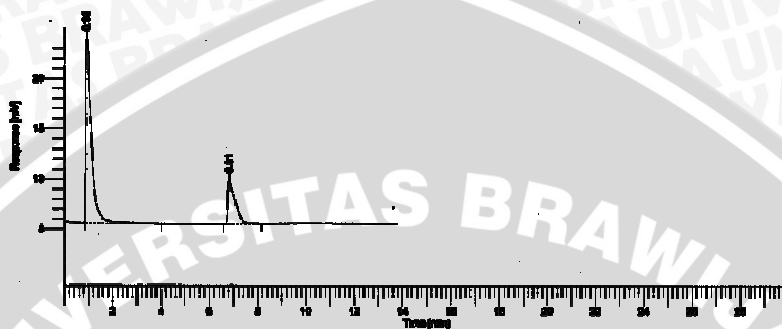


2. Kromatogram GC Bahan Dasar n-butanol



No	t _R (menit)	Kelimpahan prdoduk (%)
1	0,27	0,034
2	2,38	0,231
3	9,93	99,735

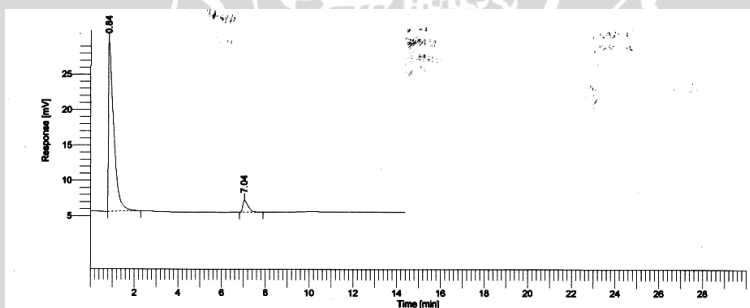
3. Kromatogram GC Butil Bromida pada waktu 15 menit



Laporan Hasil

Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Height [uV]	Area [%]
1	0.812	286781.73	20021.24	78.36
2	6.815	83439.82	4283.82	24.04
		370201.55	24305.06	100.00

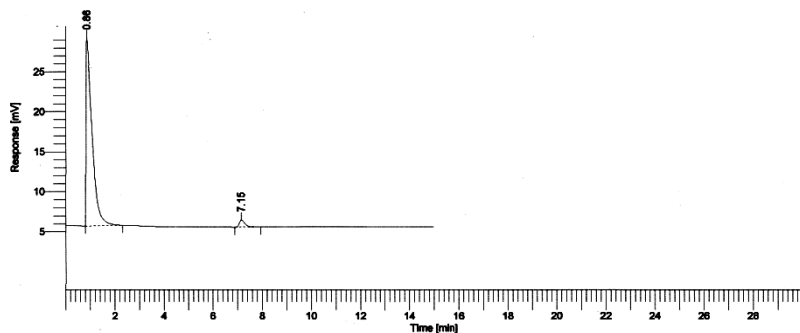
4. Kromatogram GC Butil Bromida pada waktu 30 menit



Laporan Hasil

Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Height [uV]	Area [%]
1	0.844	399262.36	26030.02	93.45
2	7.041	27966.20	1870.41	6.55
		427228.57	27700.44	100.00

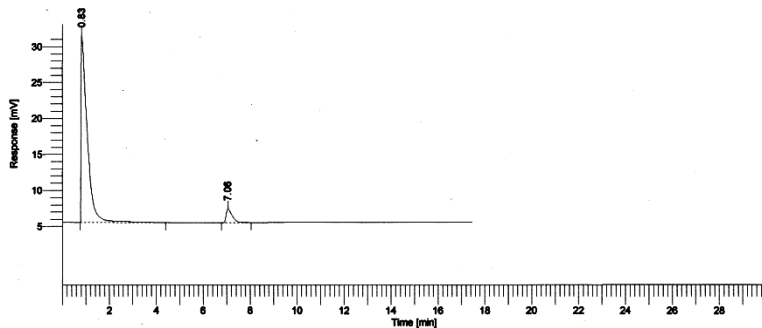
5. Kromatogram GC Butil Bromida pada waktu 45 menit



Laporan Hasil

Peak #	Time [min]	Area [$\mu\text{V}\cdot\text{sec}$]	Height [μV]	Area [%]
1	0.860	399263.17	24639.16	96.70
2	7.148	13604.82	862.25	3.30
		412867.99	25501.41	100.00

6. Kromatogram GC Butil Bromida pada waktu 60 menit

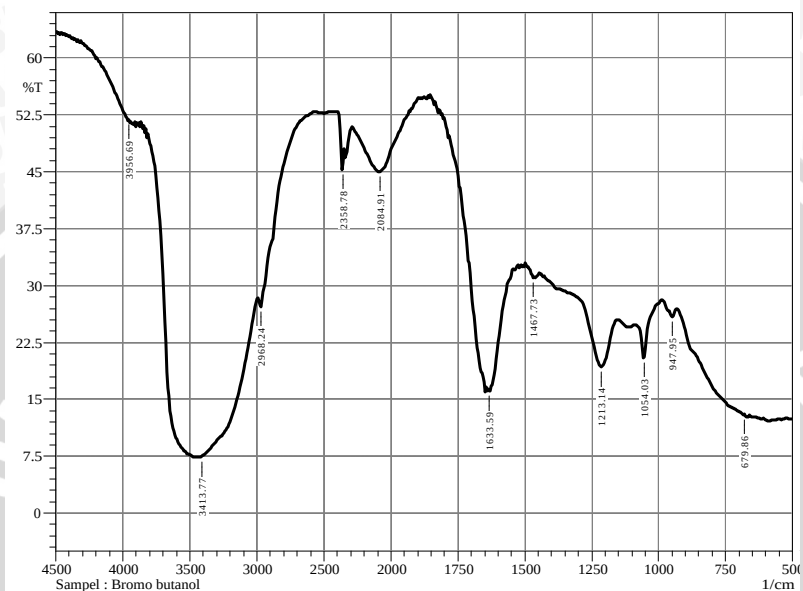


Laporan Hasil

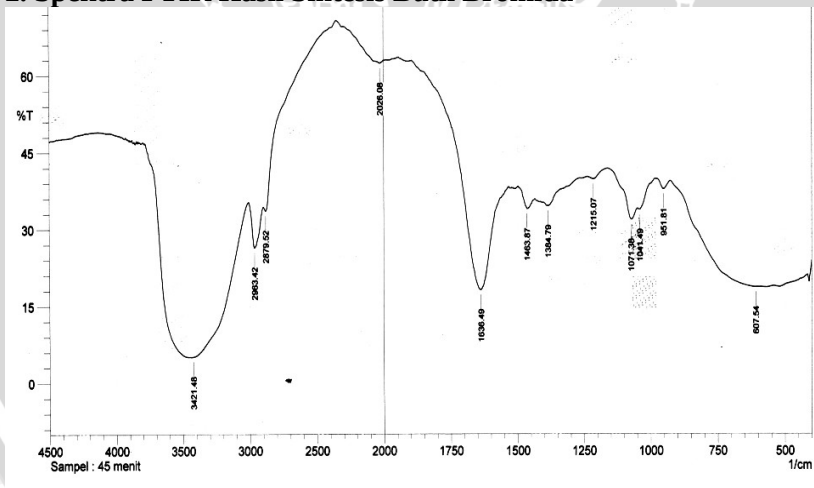
Peak #	Time [min]	Area [$\mu\text{V}\cdot\text{sec}$]	Height [μV]	Area [%]
1	0.829	476750.73	28304.80	93.47
2	7.057	33308.69	1900.31	6.53
		510059.42	30205.11	100.00

LAMPIRAN 4

1. Spektra FTIR Standart Butil Bromida

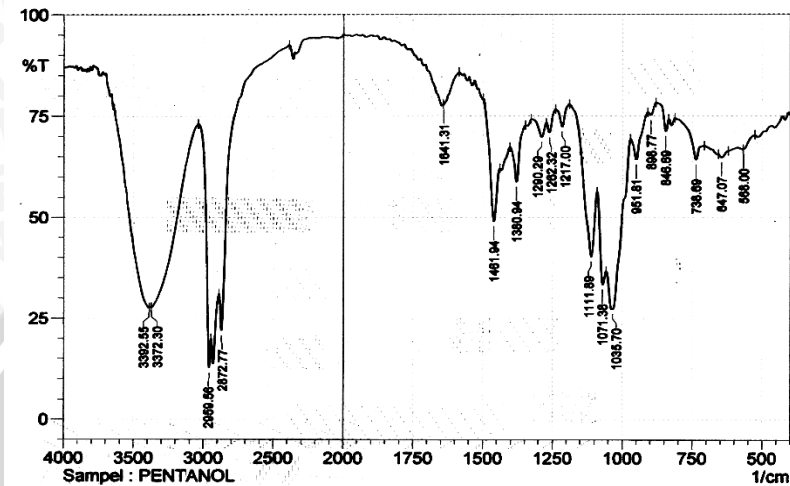


2. Spektra FTIR Hasil Sintesis Butil Bromida

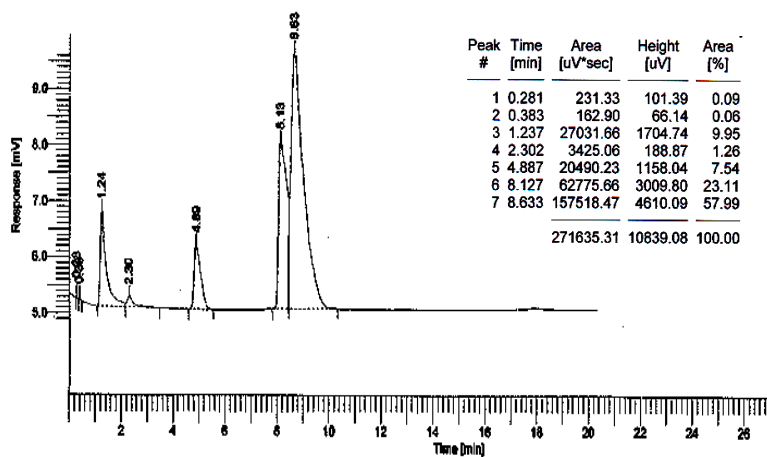


LAMPIRAN 5

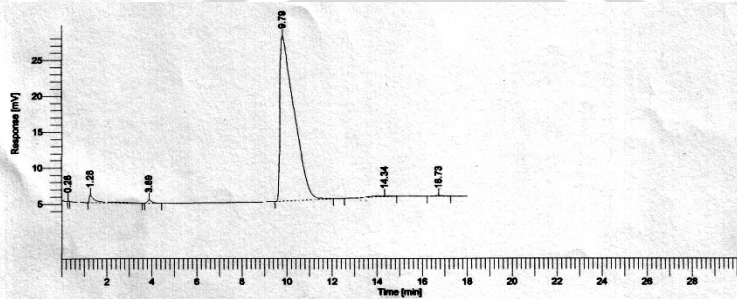
1. Spektra FTIR Hasil Sintesis n-Pentanol



2. Kromatogram GC Hasil Sintesis n-Pentanol



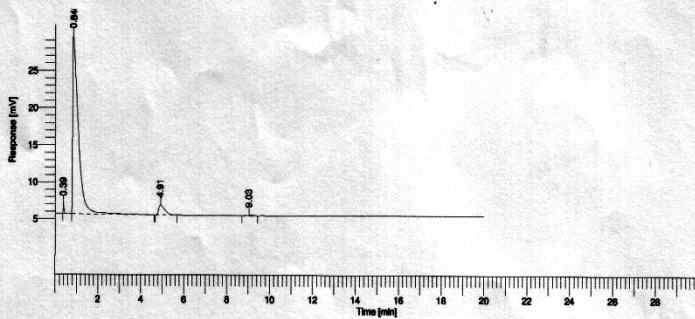
3. Kromatogram GC Standart n-Pentanol



Laporan Analisis Alkohol

Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Area [%]
1	0.282	286.58	0.03
2	1.276	21653.65	2.09
3	3.889	6034.23	0.58
4	9.792	998947.80	96.47
5	14.342	7318.20	0.71
6	16.735	1214.92	0.12
		1035455.38	100.00

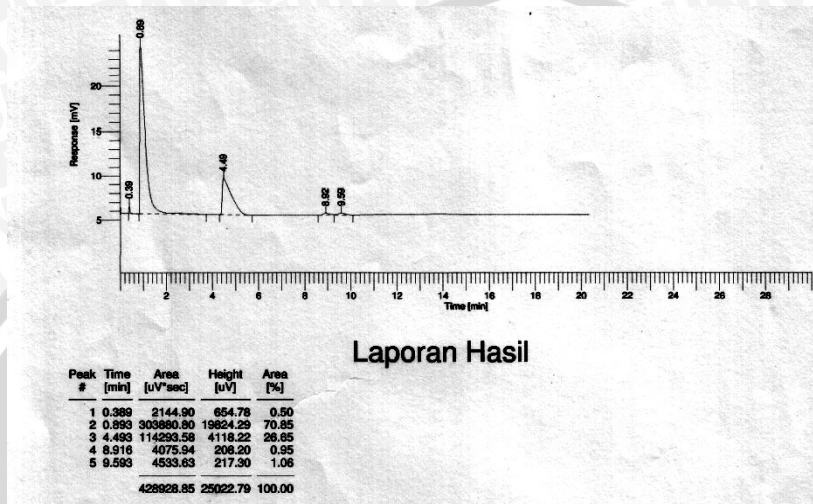
4. Kromatogram GC n-Pentanol Pada 15 Menit



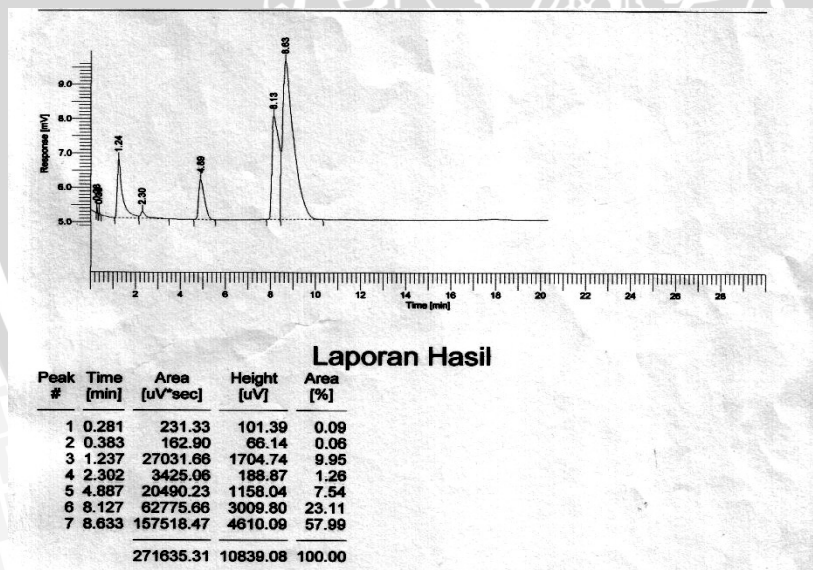
Laporan Hasil

Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Height [uV]	Area [%]
1	0.386	3006.70	968.57	0.65
2	0.841	433198.51	24339.46	93.41
3	4.906	26396.66	1325.61	5.89
4	9.033	1174.00	64.37	0.25
		463773.87	26698.00	100.00

5. Kromatogram GC n-Pentanol Pada 30 Menit



6. Kromatogram GC n-Pentanol Pada 45 Menit



7. Kromatogram GC n-Pentanol Pada 60 Menit

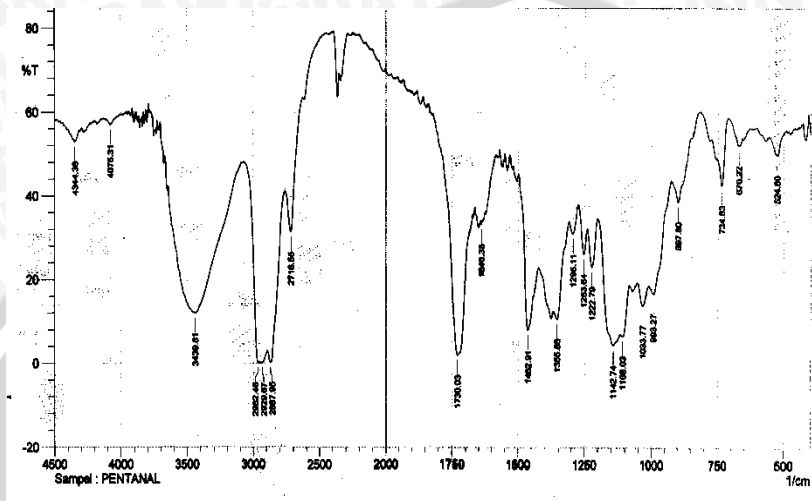


UNIVERSITAS BRAWIJAYA

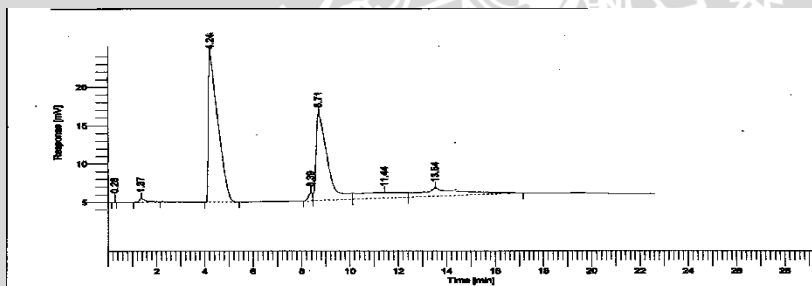


LAMPIRAN 6

1. Spektra FTIR Hasil Sintesis Pentanal



2. Kromatogram GC Hasil Sintesis pentanal



Laporan Analisis Alkohol

Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Area [%]
1	0.283	809.25	0.07
2	1.373	9393.04	0.83
3	4.236	527578.68	46.70
4	8.390	11415.12	1.01
5	8.714	367475.28	32.53
6	11.436	93290.90	8.26
7	13.538	119643.03	10.59
		1129605.30	100.00

LAMPIRAN 7

Perhitungan Persen Hasil Sintesis

1.1 Sintesis Butil Bromida

$$[\text{H}_2\text{SO}_4] = \frac{\rho \text{ (g/mL)} \times 10 \times \text{kadar H}_2\text{SO}_4 \text{ (\%)}}{\text{Berat molekul H}_2\text{SO}_4}$$

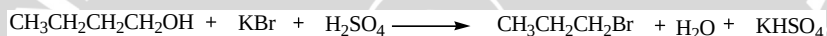
$$= \frac{1,925 \text{ g/mL} \times 10 \times 96 \%}{98,08 \text{ g/mol}} = 18,84 \text{ M}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 18,84 \text{ M} = 50 \text{ mL} \times 9 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 9 \text{ M}}{18,84 \text{ M}} = 23,9 \text{ mL}$$

Jadi H_2SO_4 yang di pipet sebanyak 23,9 mL dari asam sulfat pekat 18,84 M untuk mendapatkan asam sulfat 9 M



$$\begin{aligned} \text{mol butanol} &= \frac{\rho \text{ (g/mL)} \times \text{volum (mL)}}{\text{berat molekul butil bromida (g/mol)}} \\ &= \frac{0,81 \text{ g/mL} \times 11,5 \text{ mL}}{74,12 \text{ g/mol}} \\ &= 0,126 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mol butanol} &= \text{mol butil bromida} \\ &= 0,126 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa butil bromida teoritis} &= \text{mol} \times \text{BM butil bromida (g/mol)} \\ &= 0,126 \text{ mol} \times 137,03 \text{ g/mol} \\ &= 17,27 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa penelitian} &= 10,05 \text{ g} & \text{volume H}_2\text{SO}_4 \text{ 9 M} &= 32,5 \text{ mL} \\ \% \text{ area GC} &= 96,70 \% & \text{massa KBr} &= 18,03 \text{ g} \\ &= 0,967 \end{aligned}$$

$$\text{Persen hasil butil bromida} = \frac{w_{\text{bro min asi}}}{w_{\text{teoritis}}} \times \% \text{ area GC} \times 100 \%$$

$$\text{Persen hasil} = \frac{10,05 \text{ gram}}{17,27 \text{ gram}} \times 0,9670 \times 100 \% = 56,16 \%$$

1.2 Waktu Optimum Sintesis Butil Bromida

Reaksi yang terjadi pada penentuan waktu optimum adalah :



$$\begin{aligned}
 \text{mol butanol} &= \frac{\rho \text{ (g/mL)} \times \text{volum butanol (mL)}}{\text{berat molekul butil bromida (g/mol)}} \\
 &= \frac{0,81 \text{ g/mL} \times 4,6 \text{ mL}}{74,12 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,0503 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{mol butanol} &= \text{mol butil bromida} \\
 &= 0,0503 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{massa butil bromida teoritis} &= \text{mol} \times \text{BM butil bromida (g/mol)} \\
 &= 0,0503 \text{ mol} \times 137,03 \text{ g/mol} \\
 &= 6,89 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\text{massa penelitian 15 menit} = 0,17 \text{ g}$$

$$\text{massa penelitian 30 menit} = 0,37 \text{ g}$$

$$\text{massa penelitian 45 menit} = 0,59 \text{ g}$$

$$\text{massa penelitian 60 menit} = 0,47 \text{ g}$$

$$\text{Persen hasil} = \frac{w_{\text{bro minasi}}}{w_{\text{teoritis}}} \times \% \text{ area GC} \times 100 \%$$

$$\begin{aligned}
 \text{Brominasi 15 menit} &= \frac{0,17 \text{ g} \times (17,6 \text{ ml} / 2 \text{ mL})}{6,89 \text{ gram}} \times 0,7536 \times 100 \% \\
 &= 16,36 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Brominasi 30 menit} &= \frac{0,37 \text{ g} \times (17,6 \text{ ml} / 2 \text{ mL})}{6,89 \text{ gram}} \times 0,9345 \times 100 \% \\
 &= 44,16 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Brominasi 45 menit} &= \frac{0,59 \text{ g} \times (17,6 \text{ ml} / 2 \text{ mL})}{6,89 \text{ gram}} \times 0,967 \times 100 \% \\
 &= 72,87 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Brominasi 60 menit} &= \frac{0,47 \text{ g} \times (17,6 \text{ ml} / 2 \text{ mL})}{6,89 \text{ gram}} \times 0,9347 \times 100 \% \\
 &= 56,11 \%
 \end{aligned}$$

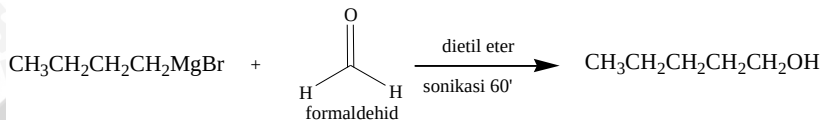
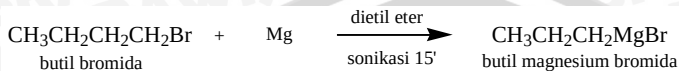
2.1 Sintesis n-pentanol

Destilasi formaldehid

Suhu destilasi $91^{\circ} - 97^{\circ} \text{ C}$

Volume sebelum destilasi = 20 mL

Volume akhir destilasi = 10 mL



Berat Mg = 3 gram

Berat I₂ = 0,03 gram

Mol butil bromida = $\frac{\rho \text{ (g/mL)} \times \text{volum butil bromida (mL)}}{\text{berat molekul butil bromida (g/mol)}}$

$$= \frac{1,2686 \text{ g/mL} \times 4 \text{ mL}}{137,03 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,037 \text{ mol}$$

Mol n-pentanol = mol butil bromida

$$= 0,037 \text{ mol}$$

Massa n-pentanol teoritis = mol x BM (g/mol)

$$= 0,037 \text{ mol} \times 88 \text{ g/mol}$$

$$= 3,26 \text{ g}$$

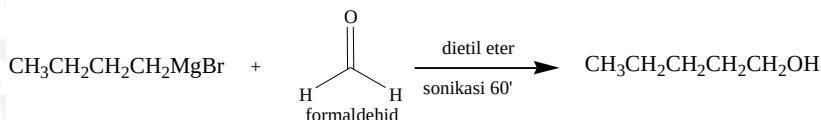
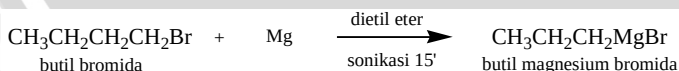
massa penelitian = 1,75 g

% area GC = 57,99 %

$$\text{Persen hasil} = \frac{w_{\text{brominasi}}}{w_{\text{teoritis}}} \times \% \text{ area GC} \times 100 \%$$

$$\text{Persen hasil n-Pentanol} = \frac{1,75 \text{ gram}}{2,54 \text{ gram}} \times 0,5799 \times 100 \% = 31,13 \%$$

2.2 Waktu Optimum Sintesis n-pentanol



Berat Mg = 3 gram

Berat I₂ = 0,03 gram

$$\text{Mol butil bromida} = \frac{\rho \text{ (g/mL)} \times \text{volum (mL)}}{\text{berat molekul butil bromida (g/mol)}}$$

$$= \frac{1,2686 \text{ g/mL} \times 2 \text{ mL}}{137,03 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,0185 \text{ mol}$$

Mol n-pentanol = mol butil bromida

$$= 0,0185 \text{ mol}$$

Massa n-pentanol teoritis = mol x BM (g/mol)

$$= 0,0185 \text{ mol} \times 88 \text{ g/mol}$$

$$= 1,62 \text{ g}$$

massa penelitian 15 menit = 0,09 g

massa penelitian 30 menit = 0,13 g

massa penelitian 45 menit = 0,18 g

massa penelitian 60 menit = 0,12 g

$$\text{Persen hasil} = \frac{w_{\text{bro min asi}}}{w_{\text{teoritis}}} \times \% \text{ area GC} \times 100 \%$$

$$\text{n-pentanol 15 menit} = \frac{0,09 \text{ g} \times (27 \text{ mL} / 2 \text{ mL})}{1,62 \text{ gram}} \times 0,0589 \times 100 \%$$

$$= 2,54$$

$$\text{n-pentanol 30 menit} = \frac{0,13 \text{ g} \times (27 \text{ mL} / 2 \text{ mL})}{1,62 \text{ gram}} \times 0,2665 \times 100 \%$$

$$= 28,87 \%$$

$$\text{n-pentanol 45 menit} = \frac{0,18 \text{ g} \times (27 \text{ mL} / 2 \text{ mL})}{1,62 \text{ gram}} \times 0,5799 \times 100 \%$$

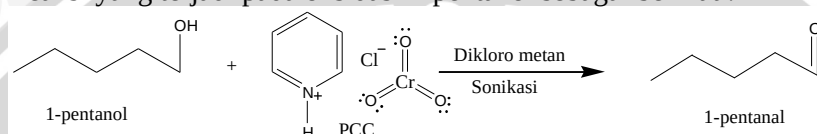
$$= 86,99 \%$$

$$\text{n-pentanol 60 menit} = \frac{0,12 \text{ g} \times (27 \text{ mL} / 2 \text{ mL})}{1,62 \text{ gram}} \times 0,2267 \times 100 \%$$

$$= 22,67 \%$$

3. Oksidasi n-pentanol menjadi pentanal

Reaksi yang terjadi pada oksidasi n-pentanol sebagai berikut :



$$\text{Mol n-pentanol} = \frac{\rho \text{ (g/mL)} \times \text{volum (mL)}}{\text{berat molekul n-pentanol (g/mol)}}$$

$$= \frac{0,824 \text{ g/mL} \times 0,25 \text{ mL}}{88,15 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,00234 \text{ mol}$$

$$\text{Mol n-pentanol} = \text{mol PCC} = \text{mol Pentanal} = 0,00234 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa PCC yang harus ditimbang} &= \text{mol} \times \text{Berat molekul PCC} \\ &= 0,00234 \text{ mol} \times 210,5 \text{ g/mol} \\ &= 0,49 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa pentanal teoritis} &= \text{mol} \times \text{Berat molekul pentanal} \\ &= 0,00234 \text{ mol} \times 86,13 \text{ g/mol} \\ &= 0,20 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Persen hasil} = \frac{w_{\text{percobaan}}}{w_{\text{teoritis}}} \times \% \text{ area GC} \times 100 \%$$

$$\text{Persen hasil Pentanal} = \frac{0,15 \text{ g}}{0,20 \text{ g}} \times 46,70 \% \times 100 \% = 35,03 \%$$

4. Perhitungan energi gelombang ultrasonik pada variasi waktu

$$\text{Dikethui : Daya maksimal} = 234 \text{ (w)}$$

$$S = 0,14 \text{ m} \times 0,1 \text{ mm} = 0,014 \text{ m}^2$$

$$\text{Kec. Bunyi pada medium air } 20^\circ\text{C, } 1 \text{ atm} = 1440 \text{ m/s}$$

$$I = \frac{P}{S} = \frac{234(w)}{0,014m^2}$$

$$= \frac{234J/s}{0,014m^2} = 16714,28 Js^{-1}m^{-2}$$

$$A = \frac{1}{\pi \cdot f} \times \sqrt{\frac{I}{2 \cdot \rho \cdot v}}$$

$$= \frac{1}{3,14 \times 47000s^{-1}} \times \sqrt{\frac{16714,28 Js^{-1}m^{-2}}{2 \times 10^3 kgm^{-3} \times 1440ms^{-1}}}$$

$$A^2 = (6,78 \times 10^{-6})^2 \times \frac{16714,28 Js^{-1}m^{-2}}{2 \times 1.10^3 kgm^{-3} \times 1440ms^{-1}}$$

$$A^2 = 45,9684 \times 10^{-12} s^2 \times 5,8036 \times 10^{-3} Jkg^{-1}$$

$$A^2 = 266,78 \times 10^{-15} J kg^{-1} s^2$$

$$A^2 = 266,78 \times 10^{-15} kgm^2 / s^{-2} kg^{-1} s^2$$

$$A^2 = 266,78 \times 10^{-15} m^2$$

Untuk menghitung energi yang di serap oleh senyawa melalui medium dengan variasi waktu maka dapat di hitung dengan menggunakan persamaan 2.5 sebagai berikut :

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2$$

E pada sonikasi 15 menit = 900 sekon

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2$$

$$= 2 \times (3,14)^2 \times 1.10^3 kgm^{-3} \times 0,014 m^2 \times 1440 m/s \times 900 s \times$$

$$(47.10^3 s^{-1})^2 \times 266,78 \times 10^{-15} m^2$$

$$= 2,108 \times 10^5 kgm^2 s^{-2}$$

$$= 2,108 \times 10^5 J$$

E pada sonikasi 30 menit = 1800 sekon

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2$$

$$= 2 \times (3,14)^2 \times 1.10^3 kgm^{-3} \times 0,014 m^2 \times 1440 m/s \times 1800 s \times$$

$$(47.10^3 s^{-1})^2 \times 266,78 \times 10^{-15} m^2$$

$$= 4,217 \times 10^5 kgm^2 s^{-2}$$

$$= 4,217 \times 10^5 J$$

E pada sonikasi 45 menit = 2700 sekon

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2$$

$$= 2 \times (3,14)^2 \times 1.10^3 \text{ kgm}^{-3} \times 0,014 \text{ m}^2 \times 1440 \text{ m/s} \times 2700 \text{ s} \times (47.10^3 \text{ s}^{-1})^2 \times 266,78 \times 10^{-15} \text{ m}^2$$

$$= 6,325 \times 10^5 \text{ kgm}^2 \text{ s}^{-2}$$

$$= 6,325 \times 10^5 \text{ J}$$

E pada sonikasi 60 menit = 3600 sekon

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2$$

$$= 2 \times (3,14)^2 \times 1.10^3 \text{ kgm}^{-3} \times 0,014 \text{ m}^2 \times 1440 \text{ m/s} \times 3600 \text{ s} \times (47.10^3 \text{ s}^{-1})^2 \times 266,78 \times 10^{-15} \text{ m}^2$$

$$= 8,434 \times 10^5 \text{ kgm}^2 \text{ s}^{-2}$$

$$= 8,434 \times 10^5 \text{ J}$$



LAMPIRAN 7

1. Data preparasi $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

No	Penimbangan	Berat MgSO_4 (g)
1	Awal	40,04
2	Setelah di oven 24 jam pada temperatur 200°C	23,75
3	Setelah di oven 1 jam pada temperatur 200°C	23,75

Reaksi



x = jumlah molekul hidrat yang hilang

$$\text{massa MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 40,04 \text{ g}$$

$$\text{massa MgSO}_4 \cdot (7-x)\text{H}_2\text{O} = 23,75 \text{ g}$$

$$\text{massa } x\text{H}_2\text{O} = 40,04 \text{ g} - 23,75 \text{ g} = 16,29 \text{ g}$$

$$\text{Mr MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 246 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr } 7\text{H}_2\text{O} = 126 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa } 7\text{H}_2\text{O} = \frac{126 \text{ g/mol}}{246 \text{ g/mol}} \times 40,04 \text{ g}$$

$$= 20,51 \text{ g}$$

$$\text{Mol } x\text{H}_2\text{O} = \frac{16 \text{ g}}{20 \text{ g}} \times 7$$

$$= 5,56 \approx 6 \text{ mol H}_2\text{O}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.