

**PENGARUH KONSENTRASI NaOH PADA SINTESIS BENZILIDENSIKLOHEKSANON
MENGUNAKAN METODE MICROWAVE ASSISTED ORGANIC SYNTHESIS
(MAOS)**

***THE EFFECT OF NaOH CONCENTRATION ON BENZYLIDENECYCLOHEXANONE
SYNTHESIS BY MICROWAVE ASSISTED ORGANIC (MAOS) METHOD***

Nurani Diah Safitri, Sri Handayani

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Email: handayani137uny@yahoo.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk sintesis senyawa benzilidensikloheksanon dari benzaldehida dan sikloheksanon dengan katalis NaOH. Selain itu, untuk menentukan konsentrasi NaOH minimal yang dapat menghasilkan produk maksimal, dan pengaruh konsentrasi NaOH pada sintesis benzilidensikloheksanon.

Reaksi yang terjadi pada sintesis ini adalah reaksi kondensasi aldol silang. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS). Metode ini menggunakan *microwave*. Pelarut yang digunakan yaitu metanol. Waktu reaksi yang dibutuhkan adalah 120 detik. Variasi konsentrasi NaOH yang digunakan sebagai katalis, yaitu 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01; dan 0,0125 mol.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa benzilidensikloheksanon dapat disintesis dari benzaldehida dan sikloheksanon dengan katalis NaOH. Konsentrasi NaOH yang dapat menghasilkan rendemen optimal adalah 0,005 mol. Semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan, rendemen benzilidensikloheksanon yang dihasilkan semakin kecil.

Kata kunci : benzilidensikloheksanon, *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS), konsentrasi NaOH

Abstract

The aims of this research were to synthesis benzylidenecyclohexanone from benzaldehyde and cyclohexanone by NaOH as a catalyst. Moreover, to determine the concentration of NaOH which gave the highest yields, and the effect of NaOH's concentration on synthesis of benzylidenecyclohexanone.

Reaction happened via crossed-aldol condensation. The research's method was Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS) for 120 seconds. This method was using microwave. Methanol was used as the solvent. It needed 120 seconds to react. Variations of NaOH concentration as the catalyst, they were 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01; and 0,0125 moles.

The results show that benzylidenecyclohexanone can be synthesized from benzaldehyde and cyclohexanone with NaOH as catalyst. Concentration of NaOH

that give the highest yield is 0,005 moles. The bigger NaOH concentration used, the smaller yields benzylidenecyclohexanone that is produced.

Keywords: benzylidenecyclohexanone, Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS), concentration of NaOH

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Dewasa ini, hampir semua aspek kebutuhan manusia dipenuhi dengan pemanfaatan senyawa hasil sintesis. Berbagai jenis senyawa pun kemudian dikenal oleh masyarakat dan dimanfaatkan. Salah satunya adalah senyawa turunan benzil keton yang dapat dimanfaatkan sebagai senyawa tabir surya [1].

Katalis dibutuhkan dalam sebuah reaksi untuk mempercepat keberlangsungan suatu reaksi dengan memperkecil energi pengaktifan suatu reaksi [2]. Oleh karena itu, besar konsentrasi katalis yang digunakan kemungkinan memiliki pengaruh terhadap hasil sintesis. Katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah NaOH, yang merupakan katalis basa. Penggunaan katalis basa lebih efektif daripada katalis asam [3]

Sebagian besar reaksi kimia yang dilakukan bersifat tidak ramah lingkungan. Sehingga diperlukan reaksi yang lebih aman, yang dikenal

sebagai *Eco-Friendly Reaction*, atau *Green Chemistry*. Salah satu metode yang menerapkan *Green Chemistry* adalah *Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS)*.

Sintesis senyawa benzilidensikloheksanon melibatkan reaksi kondensasi aldol silang. Reaksi ini merupakan reaksi antara senyawa aldehida dan senyawa keton. Senyawa aldehida yang terlibat dalam sintesis ini adalah benzaldehida, sedangkan senyawa keton adalah sikloheksanon.

Rasio mol benzaldehida-sikloheksanon yang digunakan adalah 1 : 2. Besar mol sikloheksanon yang digunakan lebih banyak daripada benzaldehida. Hal ini bertujuan untuk mencegah terbentuknya senyawa dibenzilidensikloheksanon.

Penelitian ini akan dilakukan variasi konsentrasi NaOH sebagai katalis. Sehingga didapatkan konsentrasi NaOH minimal yang menghasilkan produk secara optimal, dan pengaruh konsentrasi NaOH

sebagai katalis dalam sintesis benzilidensikloheksanon.

Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis benzilidensikloheksanon dari benzaldehida dan sikloheksanon dengan katalis NaOH menggunakan metode MAOS, menentukan konsentrasi NaOH minimal yang dapat menghasilkan rendemen optimal benzilidensikloheksanon, dan pengaruh konsentrasi NaOH terhadap rendemen hasil sintesis senyawa benzilidensikloheksanon.

Kajian Pustaka

Katalis dibedakan menjadi 3, yaitu katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis heterogen [4]. NaOH merupakan katalis homogen, yaitu katalis yang memiliki fase yang sama dengan fase zat yang bereaksi maupun zat hasil reaksi. Besar konsentrasi katalis yang digunakan memiliki pengaruh terhadap hasil sintesis. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sahubawa [5], disebutkan bahwa pada presentase konsentrasi katalis NaOH yang digunakan, yaitu 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0% menghasilkan rendemen

berturut-turut: 54,50; 66,30; 80,96; dan 0%.

Kondensasi aldol yaitu sebuah reaksi organik yang melibatkan ion enolat dengan senyawa karbonil. Kemudian membentuk β -hidroksialdehida atau β -hidroksiketon dan diikuti dengan dehidrasi dan menghasilkan enon terkonjugasi.

Sebagian besar reaksi kimia yang dilakukan bersifat tidak ramah lingkungan. Adanya reaksi yang tidak ramah lingkungan tersebut kemudian diperlukan reaksi yang lebih aman, yang dikenal sebagai *Eco-Friendly Reaction*, atau *Green Chemistry*.

Salah satu metode yang menerapkan *Green Chemistry* yaitu metode *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS). Metode MAOS adalah metode proses kimia yang menggunakan *microwave* dalam reaksinya. *Microwave* memanfaatkan radiasi gelombang mikro yang dalam spektrum elektromagnetik berada di antara radiasi gelombang inframerah dan gelombang radio. Waktu reaksi yang singkat dan berbagai perluasan reaksi merupakan kelebihan dari *Microwave Assisted Organic*

Synthesis (MAOS) yang sangat membantu terutama dalam peningkatan produk pada sebuah industri [6].

Kromatografi adalah teknik memisahkan campuran berdasarkan perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran tersebut di antara dua fase, yaitu fase diam (padat atau cair) dan fase gerak (cair atau gas). Data yang diperoleh dari KLT adalah berupa nilai Rf. Nilai Rf yang baik selalu kurang dari 1,0 yaitu sekitar 0,2-0,8.

Spektroskopi inframerah berfungsi untuk menganalisis gugus fungsi dari suatu senyawa kimia. Spektroskopi inframerah berdasarkan interaksi gelombang elektromagnetik pada daerah inframerah dan materi berupa absorpsi pada frekuensi atau panjang gelombang tertentu yang berhubungan dengan keadaan energi transisi antartingkat vibrasi-rotasi dari molekul [7]. Sedangkan ^1H NMR digunakan dalam analisis kualitatif, khususnya dalam penentuan struktur molekul organik [8].

METODE PENELITIAN

Sintesis pertama menggunakan 0,0025 mol NaOH. Larutan induk

NaOH 0,01 mol sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam krus 25 mL. Kemudian menambahkan 1,5 mL metanol. Senyawa benzaldehida 0,53 gram (0,005 mol) dan sikloheksanon 0,98 gram (0,01 mol) secara berturut-turut ditambahkan ke dalam krus hingga bercampur. Krus yang sudah berisi campuran lalu ditutup menggunakan *aluminium foil*. Tutup dilubangi dengan diameter ± 5 mm sebanyak 3 lubang. Campuran tersebut lalu dimasukkan ke dalam *microwave* selama 120 detik dengan frekuensi pengecekan setiap 15 detik. Endapan hasil sintesis dibiarkan dalam suhu kamar selama 10 hari

Cara kerja di atas diulangi untuk variasi NaOH 0,05 mol (1 mL NaOH 0,01 mol dan 1 mL metanol); 0,075 mol (1,5 mL NaOH 0,01 mol dan 0,5 mL metanol); 0,01 mol (2 mL NaOH 0,01 mol); dan 0,0125 mol (2 mL NaOH 0,0125 mol) sedangkan besar mol benzaldehida dan sikloheksanon dibuat tetap.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data hasil sintesis disajikan pada Tabel 1. Besar Rf dan kadar (% area) didapatkan melalui uji KLT *Scanner*.

Penelitian ini menghasilkan 2 produk, yaitu produk 1 dan produk 2. Berdasarkan besar kadar yang didapatkan, sampel D dan E memiliki kadar tertinggi. Kadar pada sampel D dan E masih kurang dari 80%, sehingga dilakukan rekristalisasi.

Rekristalisasi pertama dilakukan pada sampel E menggunakan pelarut metanol. Akan tetapi, sampel ternyata kurang polar sehingga saat melarutkan sampel, sampel sukar larut.

Rekristalisasi kedua dilakukan pada sampel D menggunakan pelarut etanol dan diperoleh kadar sebesar 82,37%. Kemudian dilakukan analisis menggunakan spektroskopi IR. Spektrum Inframerah sampel D disajikan pada Gambar 1.

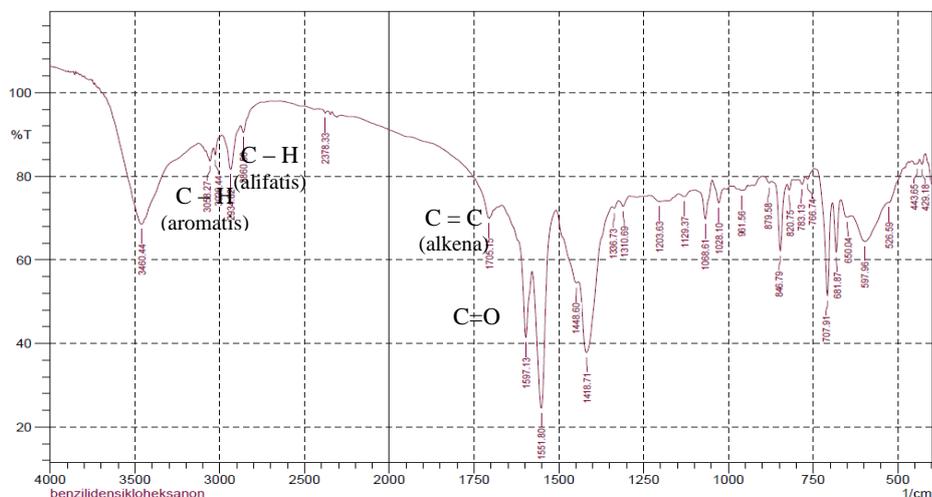
Dalam spektrum yang dihasilkan, terdapat puncak kuat pada 1597,13 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C=O. Pita-pita pada

3058,27 cm^{-1} dan 3026,44 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus aromatik, hal ini diperkuat dengan adanya pita tajam pada 1551,80 cm^{-1} . Gugus C-H alifatik ditunjukkan pada pita antara 3000 cm^{-1} dan 2800 cm^{-1} , yaitu 2934,82 cm^{-1} dan 2860,56 cm^{-1} yang didukung dengan adanya serapan pada 1448,60 cm^{-1} . Selain itu, serapan lemah pada 1705,15 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=C alkena. Kesimpulannya, pada senyawa tersebut terdapat gugus aromatik, C=O, C=C alkena, dan C-H alifatik.

Analisis selanjutnya menggunakan ^1H NMR. Spektrum ^1H NMR sampel D disajikan pada Gambar 2. Berdasarkan daerah serapan yang ada, dapat dikarakterisasi kemungkinan senyawa yang terbentuk. Data spektrum ^1H NMR disajikan pada Tabel 2.

Tabel 1. Data Hasil Uji KLT Scanner

Kode Sampel	NaOH (mol)	Berat Hasil (gram)	Produk 1			Produk 2		
			Rf	Kadar (%)	Rendemen (%)	Rf	Kadar (%)	Rendemen (%)
A	0,0025	1,178	0,32	53,17	67,55	0,38	31,88	27,41
B	0,005	1,785	0,30	50,82	97,54	0,41	31,06	40,47
C	0,0075	1,123	0,37	54,43	65,72	0,47	23,28	19,08
D	0,01	1,671	0,31	5,05	9,07	0,42	66,94	81,65
E	0,0125	1,874	0,33	3,95	7,96	0,45	69,18	94,63



Gambar 1. Spektrum Inframerah Sampel D

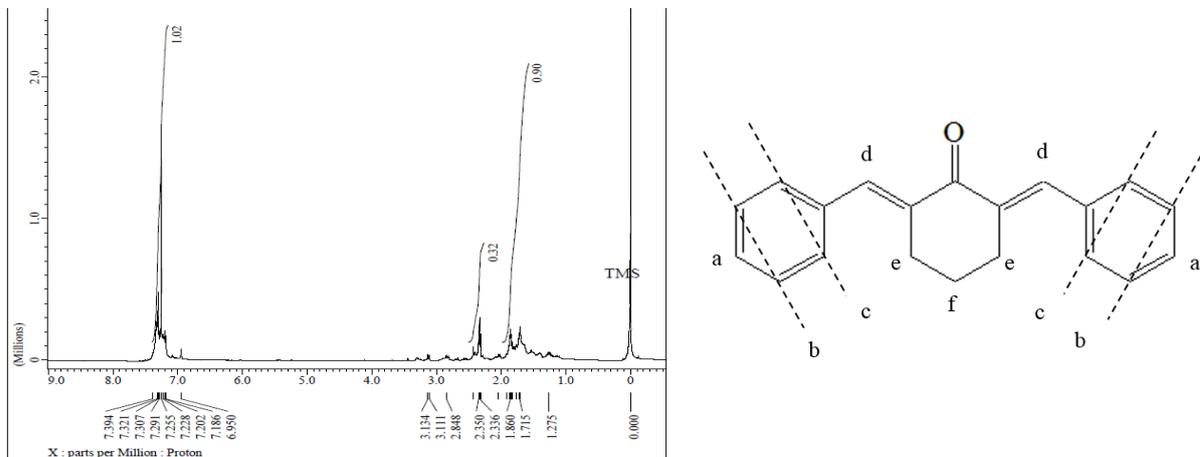
Berdasarkan data spektrum pada Tabel 2, dapat disimpulkan senyawa yang terbentuk adalah dibenzilidensikloheksanon. Produk dominan pada sampel D adalah produk 2. Sehingga produk 2 adalah dibenzilidensikloheksanon sedangkan produk 1 adalah benzilidensikloheksanon.

Konsentrasi NaOH minimal yang menghasilkan benzilidensikloheksanon optimal adalah 0,005 mol. Rendemen benzilidensikloheksanon semakin menurun saat konsentrasi NaOH lebih dari 0,005 mol sedangkan rendemen dibenzilidensikloheksanon semakin meningkat (Gambar 3).

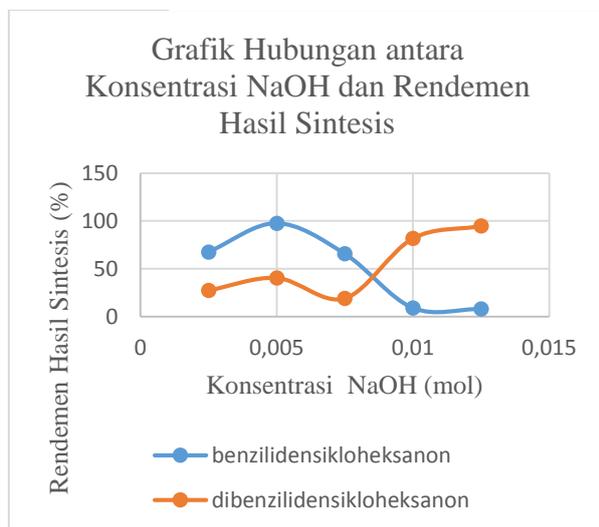
Tabel 2. Data Spektra ¹H NMR Sampel D

No.	¹ H NMR senyawa hasil sintesis		Jenis Proton
	δ H (ppm)	Jumlah H	
1.	7,255	2	H alkena (H _d)
2.	7,186 – 7,394	10	H aromatis (H _a , H _b , H _c)
3.	2,350	4	H siklis (H _e)
4.	1,860	2	H siklis (H _f)

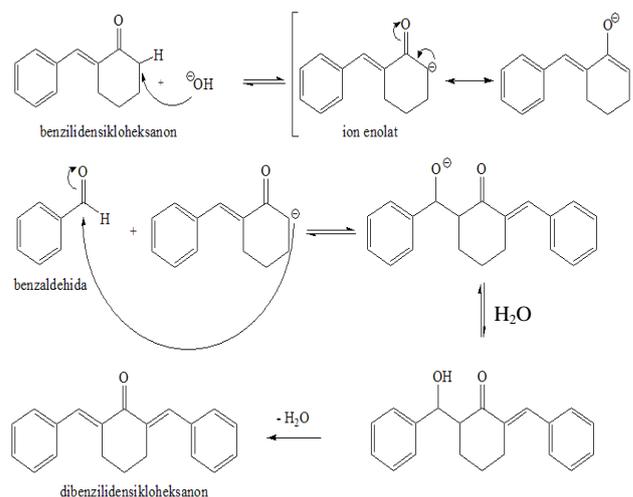
Sikloheksanon dan katalis NaOH akan membentuk ion enolat sehingga dapat menyerang benzaldehida. Semakin banyaknya ion enolat yang terbentuk, kemungkinan terjadi *self condensation* dari senyawa keton yang terlibat yaitu sikloheksanon. Reaksi terbentuknya senyawa dibenzilidensikloheksanon disajikan pada Gambar 4.



Gambar 2. Spektrum ^1H NMR dan Perkiraan Posisi Proton Senyawa Hasil Sintesis (Sampel D)



Gambar 3. Grafik Hubungan antara Konsentrasi NaOH dan Rendemen Hasil Sintesis



Gambar 4. Reaksi Pembentukan Senyawa Dibenzilidensikloheksanon

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Benzilidensikloheksanon dapat disintesis dari benzaldehida dan sikloheksanon dengan katalis NaOH menggunakan metode MAOS.

2. Konsentrasi NaOH minimal untuk menghasilkan rendemen optimal benzilidensikloheksanon adalah 0,005 mol.
3. Pengaruh konsentrasi NaOH terhadap sintesis benzilidensikloheksanon yaitu semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan, rendemen

benzilidensikloheksanon yang
dihasilkan semakin kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Saya mengucapkan terima kasih
kepada Dr. Sri Handayani, M. Si.,
selaku pembimbing utama.

DAFTAR PUSTAKA

1. Prabawati, S. Y., dkk. (2014). Pengembangan Senyawa Turunan Benzalaseton sebagai Senyawa Tabir Surya. *Pharmaciana* (4)1:31-38.
2. Hambali, K. A. (2009). *Ka-ta-lis*. Diakses dari http://kimia.upi.edu/utama/bahanajar/kuliah_web/2009/0706704/fungsi%20katalis.html. pada tanggal 31 Mei 2015, pukul 20.29 WIB.
3. Budimarwanti, C. dan Handayani, S. (2010). Efektivitas Katalis Asam Basa pada Sintesis 2-hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi sebagai Zat Warna. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
4. Ernawati, D. (2013). *Katalis Homogen dan Katalis Asam Basa*. Diakses dari <https://dyahernawati.wordpress.com/2013/12/27/katalis-homogen-dan-katalis-asam-basa/>. pada tanggal 23 Maret 2016, pukul 06.26 WIB.
5. Sahubawa, L. (2010). Pengaruh Penggunaan Katalis pada Reaksi Transesterifikasi terhadap Kualitas Biodiesel Limbah Minyak Tepung Ikan Sardin. *J. Manusia dan Lingkungan* (17)3:200-206.
6. Lidström, *et al.* (2001). Microwave Assisted Organic Synthesis-a review. *Tetrahedron* (57)589:9225-9283.
7. Sungkono, H. dan Darminto. (2006). Studi Spektral Inframerah pada Ferit Spinel Nanokristal MFe_2O_4 (M=Ni, Mn, dan Zn). *Jurnal Fisika dan Aplikasinya* (2)2: Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.
8. Seran, E. (2011). *Prinsip Dasar Spektroskopi NMR*. Diakses dari <https://wanibesak.wordpress.com/2011/07/12/pinsip-dasar-spektroskopi-nmr/>. pada tanggal 5 April 2016, pukul 04.33 WIB.

Artikel ini telah disetujui untuk
diterbitkan oleh Pembimbing 1 pada
tanggal 10 Mei 2016



Dr. Sri Handayani, M. Si.
NIP 19700713 199702 2 001

Artikel ini telah direview oleh Penguji
Utama pada tanggal 4 Mei 2016



Karim Theresih, SU
NIP 19650824 198303 1 002