

SINTESIS SENYAWA 2,6-DIBENZILIDENSIKLOHEKSANON BERBASIS *GREEN CHEMISTRY*

Rochmad Akbar dan Sri Handayani

*Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
Email: handayani137uny@yahoo.com*

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon dari senyawa benzaldehida dan sikloheksanon menggunakan katalis NaOH melalui metode MAOS, menentukan rendemen hasil sintesis senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon pada setiap variasi mol NaOH dan menentukan jumlah mol NaOH optimum sebagai katalis untuk menghasilkan rendemen senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon optimal.

Sintesis 2,6-dibenzilidensikloheksanon dilakukan menggunakan metode MAOS (*Microwave Assisted Organic Synthesis*) menggunakan alat *microwave* tipe SIGMATIC SMO-25SSG dalam waktu 60-120 detik. Bahan dasar yang digunakan adalah sikloheksanon (0,005 mol), benzaldehida (0,010 mol) dan NaOH sebagai katalis. Variasi mol NaOH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0,0025 mol; 0,0050 mol; 0,0075 mol; 0,0100 mol; dan 0,0125 mol.

Senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon dapat disintesis dari senyawa sikloheksanon dan benzaldehida menggunakan katalis NaOH melalui metode MAOS. Sintesis dengan variasi mol katalis NaOH 0,0025 mol; 0,0050 mol; 0,0075 mol; 0,0100 mol; dan 0,0125 mol menghasilkan rendemen hasil secara berurutan 84,93%; 82,48%; 97,76%; 115,93% dan 61,79%. Dari hasil penelitian yang dilakukan, jumlah mol katalis NaOH optimum yang menghasilkan rendemen optimal adalah 0,0100 mol.

Kata kunci : MAOS, Dibenzilidensikloheksanon, *Green Chemistry*

SYNTHESIS OF 2,6-DIBENZYLIDENECYCLOHEXANONE BASED ON GREEN CHEMISTRY

Rochmad Akbar and Sri Handayani

Chemistry Education Department, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Email: handayani137uny@yahoo.com

ABSTRACT

This research aims to synthesize the compound 2,6-dibenziliden cyclohexanone from benzaldehyde and cyclohexanone compound using NaOH catalyst through methods MAOS, determine the yield of synthesized compounds 2,6-dibenzilidensikloheksanon on every variation of moles NaOH and determine the optimum number of moles NaOH as a catalyst to generate yield compound 2,6-dibenzilidensikloheksanon optimal.

Synthesis of 2,6-dibenzilidensikloheksanon performed using methods MAOS (Microwave Assisted Organic Synthesis) using a microwave-type SIGMATIC SMO-25SSG within 60-120 seconds. The basic material used is cyclohexanone (0.005 mol), benzaldehyde (0.010 mol) and sodium hydroxide as a catalyst. Variations mol NaOH used in this study was 0.0025 mol; 0.0050 mol; 0.0075 mol; 0.0100 mol; and 0.0125 mol.

The compound 2,6-dibenzilidensikloheksanon compounds can be synthesized from cyclohexanone and benzaldehyde using NaOH catalyst through methods MAOS. Synthesis with variations 0.0025 mol; 0.0050 mol; 0.0075 mol; 0.0100 mol; and 0.0125 mol NaOH catalyst produce sequentially generate yield results 84.93%; 82.48%; 97.76%; 115.93% and 61.79%. From the research conducted, the number of moles of NaOH optimum catalyst that produces optimal yield was 0.0100 mol.

Keywords: MAOS, 2,6-dibenzilidenecyclohexanone, Green Chemisty

PENDAHULUAN

Perkembangan kimia organik dewasa ini sangat pesat seiring dengan banyak munculnya permasalahan kesehatan dan kemajuan ilmu pengetahuan. Sintesis dalam kimia organik mempunyai peranan penting sebagai solusi untuk penyelesaian permasalahan-permasalahan tersebut. Sintesis kimia organik dapat dilakukan dengan metode konvensional dan modern. Salah satu metode modern yang sedang berkembang dan banyak digunakan adalah metode MAOS (*Microwave Assist Organic Synthesis*). Metode MAOS sangat mempercepat perubahan kimia secara langsung dan merupakan metode pemanasan yang lebih efektif dibandingkan pemanasan secara konvensional [1]. Penggunaan metode MAOS merupakan inovasi alternatif pada prinsip *green chemistry*. Keuntungan reaksi via MAOS adalah reaksi lebih bersih, ekonomis dan ramah lingkungan. Reaksi dapat berjalan dengan lebih murah karena dapat menggunakan *microwave oven* rumah tangga serta menggunakan alat gelas sederhana sehingga mudah diajarkan pada

mahasiswa [2]. Pemilihan penggunaan oven *microwave* sangat ideal menurut 12 prinsip *green chemistry*. Menurut Mavandadi dan Pilotti, pemanasan reaksi dengan alat konvensional seperti penangas minyak, penangas air, mantel pemanas, kompor listrik, tidak hanya lama tapi juga membuat permukaan alat yang bersinggungan langsung dengan substrat menjadi panas. Sebaliknya, energi *microwave* langsung bersentuhan dengan pelarut melewati dinding *vessel*. [3]

Wisnu pada tahun 2013 melaporkan bahwa metode MAOS memberikan efektifitas waktu lebih baik dibandingkan metode konvensional maupun sonokimia pada sintesis 2-hidroksikalkon dengan katalis NaOH. Dalam penelitian tersebut waktu yang digunakan dalam sintesis menggunakan metode konvensional, MAOS dan sonokimia berturut-turut adalah 3 jam, 30-50 detik, dan 30 menit menghasilkan rendemen hasil secara berurutan 10,37%, 40,35%, dan 31,2% [4]. Penggunaan katalis dalam sebuah reaksi kimia organik dibutuhkan untuk mempercepat jalannya reaksi. Penggunaan katalis

juga merupakan salah satu aspek dari *green chemistry*.

Pada tahun 2010, Budimarwati dan Handayani dalam penelitiannya melaporkan bahwa kondensasi aldol silang lebih efektif menggunakan katalis basa dibandingkan dengan katalis asam [5]. Dalam penelitian lain, dilakukan oleh Fitriani pada tahun 2015 diketahui bahwa pada reaksi kondensasi aldol, penggunaan katalis basa NaOH lebih baik dibandingkan dengan basa KOH pada sintesis 3-metoksi-4-hidroksi kalkon [6]. Konsentrasi NaOH yang tepat akan menyebabkan reaksi kondensasi aldol berjalan dengan baik sehingga produk yang dihasilkan juga semakin banyak [7].

Berdasarkan uraian di atas, mendorong peneliti untuk melakukan sintesis senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon berbasis *green chemistry*, dengan bahan dasar sikloheksanon, bezaldehida dan NaOH sebagai katalis. Sintesis dilakukan dengan metode MAOS dan memvariasi jumlah mol katalis NaOH sehingga didapat jumlah mol katalis optimum untuk menghasilkan rendemen dari senyawa 2,6-

dibenzilidensikloheksanon yang optimal.

METODE PENELITIAN

Alat

Erlenmeyer, pengaduk magnet, *stirrer*, pipet tetes dan volume, spatula, botol flakon, krus 25 mL, *chamber*, timbangan digital, pelat silika gel, *microwave* tipe SIGMATIC SMO-25SSG, KLT *Scanner* (CAMAG), spektrometer IR (*Nicolet Avatar 360 IR*), dan spektrometer ¹H-NMR 400 MHz.

Bahan

NaOH p.a Merck, sikloheksanon p.a Merck, benzaldehida p.a Merck, metanol p.a Merck, kloroform p.a Merck, dan n-hexana.

PROSEDUR KERJA

NaOH sebanyak 0,4 g (0,0100 mol) dilarutkan dalam 2 mL metanol dan dimasukkan dalam krus. Sikloheksanon sebanyak 0,49 g (0,005 mol) ditambahkan dan diaduk hingga tercampur. Selanjutnya menambahkan benzaldehida 1,06 g (0,010 mol) secara perlahan (tetes demi tetes) sambil terus diaduk. Kemudian krus ditutup *aluminum foil* dan dimasukkan ke dalam *microwave* selama 60-120 detik.

Hasil penelitian yang diperoleh kemudian dikeringkan dan ditimbang, proses selanjutnya adalah diidentifikasi kasi menggunakan KLT, spektroskopi IR dan $^1\text{H-NMR}$.

Prosedur di atas diulang dengan menggunakan katalis NaOH 0,0025; 0,0050; 0,0075; dan 0,0125 mol dengan masing-masing volume larutan NaOH yang dimasukkan dalam krus tersebut sebanyak 2 mL.

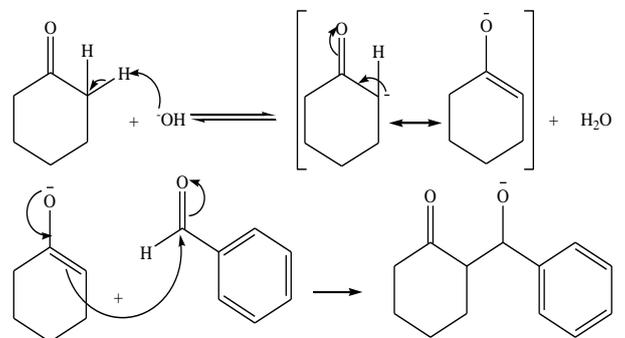
HASIL DAN DISKUSI

Sintesis senyawa 2,6-dibenziliden sikloheksanon

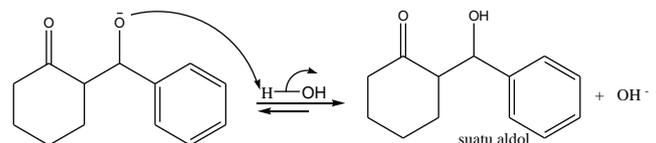
Senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon disintesis dari bahan dasar sikloheksanon dan benzaldehida menggunakan katalis NaOH dengan metode MAOS. Sintesis dilakukan dengan beberapa variasi mol NaOH yaitu 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,0100; dan 0,0125 mol. Fungsi NaOH dalam reaksi ini adalah sebagai katalis yang berperan dalam menarik H_α pada sikloheksanon sehingga terbentuk ion enolat. Ion enolat berfungsi sebagai nukleofil dari sikloheksanon yang akan menyerang $\text{C}=\text{O}$ karbonil pada gugus aldehida, sehingga terjadi kondensasi aldol silang antara sikloheksanon

dengan benzaldehida dalam bentuk ion alkoksida. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi kondensasi aldol silang dengan mekanisme *Claisen-Schmidt*.

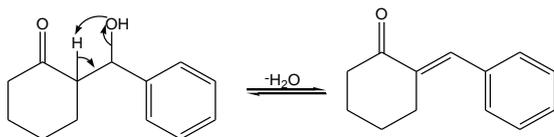
Mekanisme reaksi pada pembentukan ion enolat disajikan pada Gambar 1. Selanjutnya dengan air akan terjadi reaksi penyempurnaan aldol disajikan pada Gambar 2, dan kesetimbangan bentuk keto-enol. Setelah mengalami kesetimbangan keto-enol selanjutnya terjadi dehidrasi aldol. Mekanisme dehidrasi aldol digambarkan dalam Gambar 3.



Gambar 1. Reaksi Pembentukan Ion Enolat

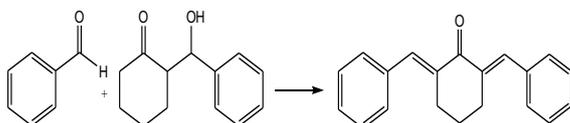


Gambar 2. Mekanisme pembentukan aldol



Gambar 3. Mekanisme reaksi dehidrasi aldol

Sikloheksanon masih memiliki dua buah H_{α} sehingga akan terjadi reaksi kondensasi aldol kembali. Diawali lagi dengan pembentukan ion enolat, pembentukan ion alkoksida, kesetimbangan bentuk keto-enol, dan dehidrasi aldol. Hasil dari sintesis senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon berupa padatan berbentuk serbuk kering dan berwarna kuning. Reaksi aldol lanjutan dalam pembentukan senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon disajikan pada Gambar 4 berikut ini.



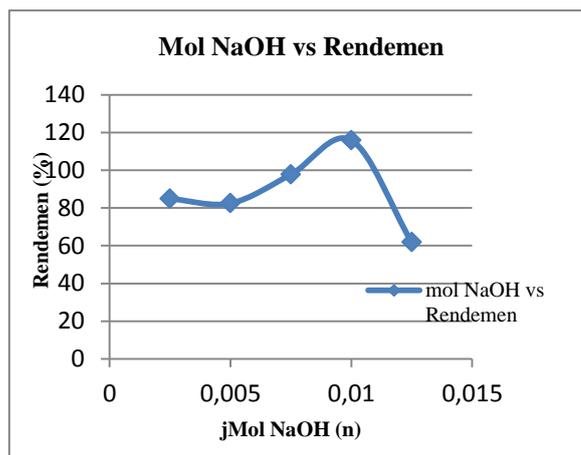
Gambar 4. Reaksi pembentukan senyawa 2,6-dibenzilidensikloheksanon

Dari hasil penelitian didapatkan rendemen yang melebihi 100%, hal ini diduga dikarenakan noda pada KLT melebar sehingga pembacaan luas area (% kemurnian) oleh KLT *Scanner* ikut membesar dan tidak spesifik pada luasan puncak noda utama. Hasil sintesis senyawa dari

0,005 mol sikloheksanon dan 0,010 mol benzalehida dengan variasi mol katalis disajikan pada Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1. Data Hasil Sintesis 2,6-dibenzilidensiklo heksanon dengan Variasi Mol NaOH

No	NaOH (mol)	Berat Hasil (gram)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)
1.	0,0025	1,41	82,53	84,96
2.	0,0050	1,62	69,76	82,48
3.	0,0075	1,96	68,33	97,76
4.	0,0100	2,19	72,52	115,93
5.	0,0125	1,77	47,83	61,79



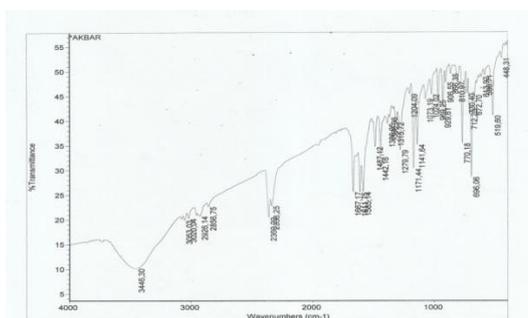
Gambar 5. Grafik mol NaOH vs Rendemen

Jumlah mol katalis NaOH optimal bisa terlihat jelas pada jumlah mol 0,0100. Hal ini dikarenakan pembacaan semua noda pada KLT oleh KLT *Scanner* melebar. Dengan demikian hasil optimum sintesis 2,6-dibenzilidensikloheksanon diperoleh

pada jumlah NaOH sebesar 0,0100 mol, setara dengan jumlah mol benzaldehida yang digunakan. Hasil ini sesuai dengan prinsip *green chemistry* karena tidak perlu menggunakan katalis berlebih untuk menghasilkan produk maksimum.

Identifikasi dengan IR

Analisis dengan spektrometer IR dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari senyawa hasil sintesis 2,6-dibenzilidensikloheksanon. Spektrum IR dari senyawa tersebut ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum IR hasil sintesis

Berdasarkan spektrum IR dapat dilihat bahwa ada serapan melebar pada daerah di atas 3000 cm^{-1} tepatnya pada 3446,30 cm^{-1} . Hal ini dikarenakan adanya kontaminasi uap air terhadap KBr yang menyebabkan adanya serapan hidroksi [8]. Adanya serapan dengan intensitas sedang-

lemah dan berdamp pada daerah sekitar 1600 cm^{-1} yang menandakan adanya gugus aromatis [9] yaitu di 1585,14 cm^{-1} dan 1487,12 cm^{-1} . Serapan untuk C=C dalam senyawa tak jenuh α,β muncul pada daerah 1611,75 cm^{-1} . Sedangkan serapan pada daerah 1667,17 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=O karbonil dari keton. Gugus C-H alifatik dan aromatis juga memberikan serapan spesifik dengan intensitas rendah yaitu pada daerah 2926,14 cm^{-1} dan 3053,03 cm^{-1} . Hasil spektrum IR ini menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis diduga merupakan 2,6-dibenzilidensikloheksanon, karena adanya persamaan gugus fungsi dengan senyawa yang diidentifikasi tersebut.

Identifikasi dengan $^1\text{H-NMR}$

Karakterisasi senyawa hasil sintesis 2,6-dibenzilidensikloheksanon dilanjutkan dengan menggunakan spektrometer $^1\text{H-NMR}$ 400 MHz untuk mengetahui posisi, jumlah dan lingkungan kimia di sekitar atom hidrogen.

DAFTAR PUSTAKA

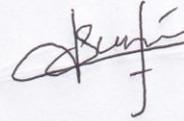
- [1] Shore, G., Morin, S., Organ, M.G., (2006), Catalysis in Capillaries by Pd thin Film using Microwave-assisted Continuous-flow Organic Synthesis (MACOS), *Angew.Chem.*, 188, 2827-2832.
- [2] Martin, E., & Kellen-Yuen, C. (2007). Microwave-Assisted Organic Synthesis in the Organic Teaching Lab: A Simple, Greener Wittig Reaction. *Journal of Chemical Education*, 84(12), 2004. doi:10.1021/ed084p2004
- [3] Mavandadi, F., & Pilotti, A. (2006). The impact of microwave-assisted organic synthesis in drug discovery *REVIEWS*, 11(3), 165–174.
- [4] Wisnu Pambudi. (2013). Efektivitas Sintesis Hidroksikalkon Menggunakan Katalis NaOH dan NaOH+ZrO₂ Montmorilonit Melalui Metode Konvensional, *Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS) Dan Sonokimia. Abstrak Tesis*. Yogyakarta: Perpustakaan Pusat UGM
- [5] Budimarwanti dan Sri Handayani. (2010). Efektifitas Asam Basa Pada Sintesis 2-Hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi Sebagai Zat Warna. *Prosiding*, Seminar Nasional. Yogyakarta: FMIPA UNY
- [6] Fitriyani. (2015). Optimasi Pembentukan Senyawa 3-Metoksi-4-Hidroksikalkon Pada Variasi Jenis Dan Konsentrasi Katalis Melalui Kondensai Claisen-Schmidt Dengan Teknik Grinding. *Skripsi*. UIN Sunankalijaga Yogyakarta
- [7] Deni Pranowo, M. Yusuf Afandi, Wahyu Candraningrum, dan M. Muchalal. (2012). *Mempelajari Sintesis 4-(Hidroksi Fenil)-3-Buten-2-On*. *Prosiding*, Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia II, 13 Maret 2010, Program Studi Pendidikan Kimia PMIPA FKIP UNS
- [8] Pavia, D.L G. M. Lampman, G. S. Kriz, & J. R. Vyvyan. (2009). *Introduction to Spektroskopi*. Washington : Brooks/Cole Cengage Learning.
- [9] Harjono Sastrohamidjojo. (2001). *Dasar-Dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh pembimbing pada tanggal



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

Artikel ini telah direview oleh Penguji Utama pada tanggal



Prof. Dr. Nurfina Aznam, SU. Apt.
NIP. 19561206 198103 2 002

