

STUDI TEMPERATUR REAKSI KONDENSASI TERHADAP SINTESIS SENYAWA TURUNAN FURFURAL DENGAN 2-BUTANON

Eris Agustin Wardani, Siti Mariyah Ulfa*, Suratmo

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: ulfa.ms@ub.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui senyawa turunan furfural dan rendemen yang diperoleh dari reaksi kondensasi antara furfural dengan 2-butanon pada berbagai temperatur reaksi. Reaksi kondensasi dilakukan pada suhu ruang (30 °C), suhu 0 °C, dan suhu refluks (98 °C) selama 4 jam. Reaksi kondensasi menggunakan furfural pada temperatur reaksi tersebut menghasilkan produk sebesar 5%; 15,42%; dan 17,01% (b/b). Semakin tinggi temperatur reaksi, maka prosentase terbentuknya produk hasil kondensasi semakin meningkat. Produk utama yang dapat diidentifikasi dari reaksi tersebut adalah 5-furanil-4-penten-3-on dan 5-furanil-3-metil-3-buten-2-on.

Kata kunci: 2-butanon, furfural, reaksi kondensasi, senyawa turunan furfural, temperatur reaksi.

ABSTRACT

The aim of this study is to determine furfural derivatives and yields of the products from condensation reaction between furfural and 2-butanone at various reaction temperatures. Condensation reaction was carried out at room temperature (30 °C), chilled condition (0°C), and reflux temperature (98 °C) for 4 hours. The product obtained from the reaction of furfural and 2-butanone at the stated reaction temperature is 5%, 15.42%, and 17.01% (w/w). It shows that by increasing reaction temperature, the condensation product is also increase. Elucidation of the product gives the major products as 5-furanyl-pent-4-en-3-one and 5-furanyl-3-methyl-but-3-en-2-one.

Keywords: 2-butanone, condensation reaction, furfural, furfural derivatives, reaction temperatures.

PENDAHULUAN

Jumlah biomassa pertanian yang semakin meningkat menuntut upaya pengolahan sehingga menghasilkan produk bernilai jual. Limbah ini mengandung bahan organik selulosa, hemiselulosa, dan lignin yang merupakan sumber rantai karbon yang panjang sehingga berpotensi sebagai sumber energi terbarukan [1]. Salah satu sumber biomassa di Indonesia yang potensial adalah limbah tongkol jagung. Pentosan yang terkandung dalam tongkol jagung merupakan gula aldosa yang tersusun atas 5 atom karbon yang membentuk cincin. Pentosan dalam lignoselulosa dapat dikonversi menjadi monosakarida melalui reaksi hidrolisis asam dan dehidrasi menghasilkan furfural [2].

Furfural adalah senyawa intermediet yang digunakan dalam pemurnian minyak pelumas dan resin. Senyawa ini berpotensi menjadi sumber bahan bakar dengan cara memperpanjang

rantai karbonnya melalui reaksi kondensasi aldol [3]. Reaksi kondensasi ialah reaksi dimana dua molekul atau lebih bergabung menjadi satu molekul yang lebih besar, dengan atau tanpa hilangnya molekul air [4]. Reaksi kondensasi tipe *Claisen-Schmidt* digunakan pada senyawa aldehida atau keton yang tidak memiliki hidrogen- α sehingga membentuk campuran aldehida atau keton enolat. Reaksi inilah yang terjadi pada reaksi kondensasi aldol pada furfural [5].

Reaksi kondensasi aldol yang dilaporkan oleh Barrett, dkk (2006) dengan mereaksikan furfural dan aseton selama 26 jam menggunakan katalis Pd/MgO-ZrO₂. Hasilnya menunjukkan bahwa laju reaksi meningkat seiring dengan peningkatan temperatur. Pada penelitian tersebut temperatur optimum untuk reaksi kondensasi aldol furfural dengan aseton adalah pada suhu 53 °C [6]. Reaksi kondensasi aldol antara benzaldehida dan aseton juga dilakukan oleh Handayani (2012) menggunakan katalis NaOH/ZrO₂-montmorilonit. Hasil optimal sintesis benzalaseton dilakukan selama 4 jam pada suhu 28 °C [7].

Berdasarkan penelitian diatas, temperatur reaksi berpengaruh terhadap produk kondensasi yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan studi pengaruh temperatur reaksi terhadap sintesis senyawa turunan furfural menggunakan katalis basa NaOH. Produk kondensasi yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis, Spektrofotometer Infra Merah (IR) dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR).

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain furfural (99%), NaOH, metanol Merck dengan derajat kemurnian *pro analysis*, 2-butanon (teknis), aquades serta HCl SmartLab *pro analysis*. Sedangkan alat-alat yang digunakan adalah neraca analitik *Ohaus Precision Advanced*, Spektrofotometer UV-Vis 1601 Shimadzu, Spektrofotometer IR Shimadzu FT-IR 8400S, dan NMR Varian 400.

Prosedur

Reaksi kondensasi furfural dengan 2-butanon pada berbagai temperatur reaksi

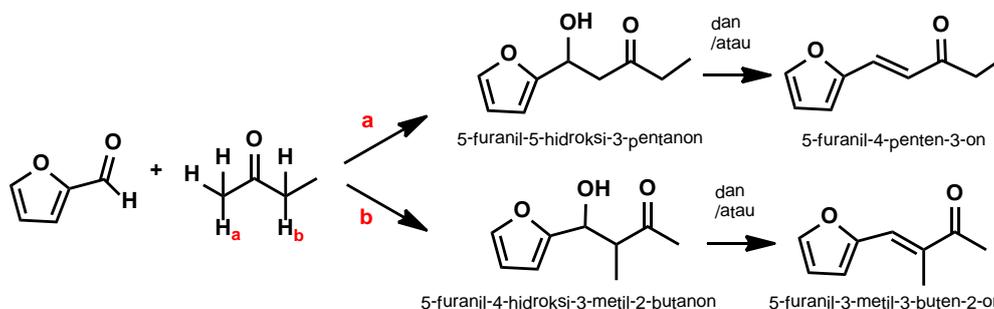
Reaksi kondensasi dilakukan dengan mereaksikan sebanyak 2,4 gram furfural (2,784 mL; 0,025 mol), 1,8 gram 2-butanon (2,24 mL; 0,025 mol), 10% NaOH 10 mL dan 8 mL metanol diaduk dalam labu alas bulat dengan variasi temperatur yaitu 0 °C, 30 °C, dan 98 °C selama 4 jam. Larutan hasil reaksi dinetralkan dengan HCl 10%. Pemisahan produk

dilakukan dengan penyaringan dan dekantasi. Karakterisasi produk hasil reaksi kondensasi dilakukan dengan Spektrofotometer UV-Vis, IR, dan NMR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Reaksi kondensasi furfural dengan 2-butanon pada berbagai temperatur reaksi

Reaksi kondensasi aldol antara furfural dan 2-butanon dilakukan dengan perbandingan mol 1:1 menggunakan katalis NaOH dan pelarut metanol. Reaksi kondensasi diprediksikan terjadi melalui 2 jalur (Gambar 1), yaitu H- α yang menyerang C=O aldehid berasal dari $-\text{CH}_3$ (jalur a) dan berasal dari metilen $-\text{CH}_2-$ (jalur b). Prediksi produk yang dihasilkan adalah senyawa turunan hidroksil-keton dan alkena-keton. Produk alkena-keton terbentuk dari reaksi dehidrasi hidroksil-keton. Produk ini lebih stabil karena mempunyai ikatan rangkap terkonjugasi.



Gambar 1. Reaksi kondensasi furfural dengan 2-butanon

Sifat fisik produk hasil kondensasi furfural dengan 2-butanon ditunjukkan pada Tabel 1. Produk kondensasi berbentuk minyak dan gel, berwarna merah kecoklatan hingga coklat kehitaman. Berdasarkan data pada Tabel 1 diketahui bahwa massa produk terbentuk berkisar antara 0,12-0,41 gram dengan persen hasil sebesar 5-17,01%. Data tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur reaksi meningkatkan massa produk yang dihasilkan.

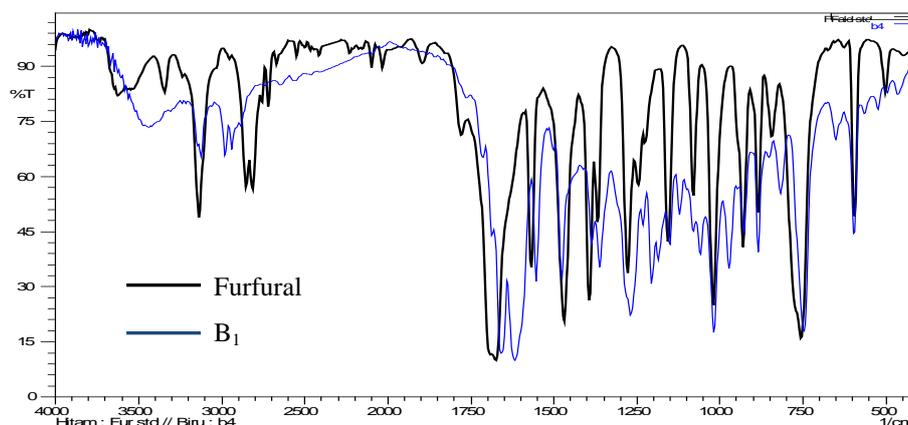
Hasil analisa UV-Vis produk kondensasi menghasilkan panjang gelombang maksimum (λ_{max}) sebesar 316-319,5 nm. Panjang gelombang tersebut lebih besar daripada panjang gelombang maksimum furfural (276,5 nm). Peningkatan panjang gelombang ini menunjukkan adanya penambahan jumlah ikatan rangkap terkonjugasi pada produk hasil reaksi kondensasi. Transisi elektron yang terjadi adalah transisi dari π ke π^* dengan jenis kromofor C=C yang memiliki orbital molekul π . Selain itu terjadi transisi dari n ke π^* dengan jenis kromofor yang menyerap sinar UV adalah gugus C=O yang memiliki pasangan elektron bebas [8].

Tabel 1. Produk hasil kondensasi furfural dengan 2-butanon

Kode*	Suhu	Massa (g)	Hasil (b/b)	Bentuk produk	Warna Produk	λ_{\max} (nm)
FS	-	-	-	Minyak	Kuning kecoklatan	276,5
B ₁	0 °C	0,12	5,00	Minyak	Merah kecoklatan	317,5
B ₂	Ruang (30 °C)	0,37	15,42	Minyak	Coklat kehitaman	316
B ₃	Refluks (98 °C)	0,41	17,01	Gel	Coklat kehitaman	319,5

*) FS : furfural; B₁: reaksi pada suhu 0 °C; B₂: suhu ruang 30 °C; B₃: suhu refluks 98 °C

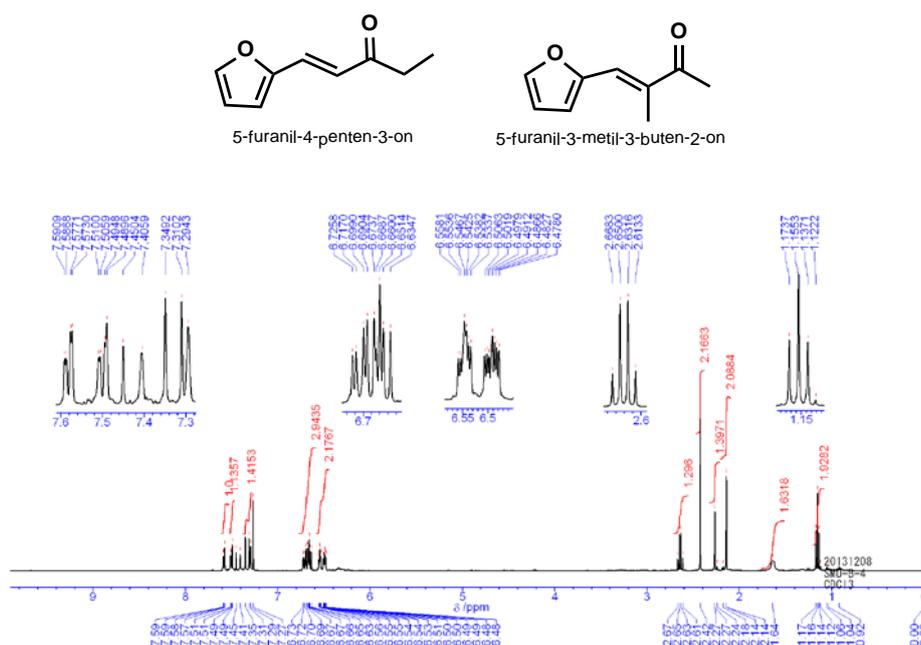
Gugus fungsi yang terdapat pada produk hasil kondensasi dapat diidentifikasi melalui analisa menggunakan spektrofotometer IR. Spektra pada Gambar 2 menunjukkan bahwa terjadi perubahan gugus fungsi dari furfural standar (hitam) dengan produk kondensasi B₁ (spektra biru, reaksi suhu 0 °C). Hal ini menunjukkan bahwa produk kondensasi telah terbentuk. Serapan *fermi doublet* C–H aldehida pada produk kondensasi bergeser ke daerah 2960-2880 cm⁻¹ dengan intensitas yang lebih kecil. Selain itu serapan ulur C=O karbonil α - β tak jenuh pada produk hasil kondensasi bergeser ke daerah 1710-665 cm⁻¹. Serapan C=C alkena dari produk kondensasi yang bergeser ke daerah 1552 cm⁻¹ mengindikasikan bahwa ikatan C=C yang terbentuk lebih terkonjugasi [9].



Gambar 2. Spektra IR furfural dan produk kondensasi suhu 0 °C (B₁)

Karakterisasi lebih lanjut dilakukan menggunakan $^1\text{H-NMR}$ pada produk B_1 (Gambar 3). Berdasarkan spektra tersebut dapat diprediksi bahwa produk yang terbentuk adalah senyawa turunan alkena-keton, yaitu 5-furanil-4-penten-3-on dan 5-furanil-3-metil-3-buten-2-on. Senyawa 5-furanil-4-penten-3-on memiliki puncak spesifik pada pergeseran kimia 1,55 ppm ($J = 7,4$ Hz) dengan splitting triplet untuk atom H pada metil ($-\text{CH}_2-\text{CH}_3$). Selain itu terdapat puncak kuartet pada 2,64 ppm ($J = 7,4$ Hz) untuk H pada metilen ($-\text{CH}_2-$). Nilai kopling konstan yang sama menunjukkan kedua proton berada pada lingkungan yang berdekatan dengan jarak tiga ikatan [10]. Sedangkan mutiplet pada 6,47-6,55 ppm menunjukkan atom H dari metin ($-\text{CH}=\text{CH}-$) dengan kopling konstan sebesar 1,84 Hz.

Produk kedua, 5-furanil-3-metil-3-buten-2-on dapat diidentifikasi dari puncak spesifik pada 2,14 ppm (s, 3H) yang menunjukkan adanya serapan H untuk metil ($-\text{CH}_3$) yang terdapat terminal dengan *splitting* singlet. Selain itu juga terdapat serapan pada pergeseran kimia 2,42 ppm (s, 3H) yang menunjukkan gugus metil ($-\text{CH}_3$).



Gambar 3. Spektra NMR furfural hasil kondensasi suhu 0°C (B_1)

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa produk yang terbentuk dari reaksi kondensasi furfural dengan 2-butanon adalah 5-furanil-4-penten-3-on dan 5-furanil-3-metil-3-buten-2-on. Temperatur reaksi mempengaruhi produk hasil reaksi, yaitu semakin tinggi temperatur reaksi meningkatkan produk kondensasi yang dihasilkan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak Hadi Kurniawan sebagai laboran Laboratorium Instrumentasi Kimia Universitas Brawijaya yang telah membantu analisis menggunakan spektrofotometer FT-IR dan kepada Profesor Hideki Okamoto dari Universitas Okayama Jepang yang telah menganalisis produk kondensasi menggunakan instrumentasi $^1\text{H-NMR}$.

DAFTAR PUSTAKA

1. Lehman, J., 2007, *Bio-energy in The Black : Concepts and Question*, Front Ecology Environment, 5, 381-387.
2. Shashikala, M. dan Ong, H. K., 2007, *Synthesis and Identification of Furfural from Rice Straw*, Journal Tropical Agricultural and Food Science, 35, 165-172.
3. Dutta, S., Sudipta, Basudep, dan Alam, I., 2012, *Advances in Conversion of Hemicellulosic Biomass to Furfural and Upgrading to Biofuels*, Catalysis Science and Technology, 2, 2025-2036.
4. Solomon, T. W., dan Fryhle, C. B., 2011, *Organic Chemistry*, 10th Edition, John Wiley and Sons Inc., New York.
5. Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., 1994, *Kimia Organik*, Edisi Ketiga, diterjemahkan oleh: Pudjaatmaka, A. H., Erlangga, Jakarta.
6. Barrett, C. J., J. N. Chheda, G. W. Huber, dan J. A. Dumesic, 2006, *Single-Reactor Process for Sequential Aldol-Condensation and Hydrogenation of Biomass-Derived Compounds in Water*, Catalysis and Environmental, 66, 111-118.
7. Handayani, S., 2012, *Sintesis Analog Benzalaseton Menggunakan Katalis NaOH/ZrO₂. Montmorilonit dan Uji Aktivitasnya Sebagai Antioksidan*, Disertasi, Program Studi S3 Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

8. Mulja, M., dan Syahrani, A., 1990, *Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV*, Mecphiso Grafika, Surabaya.
9. Silverstein, R. M., X. W. Francis, dan J. K. David, 2005, *Spectrometric Identification of Organic Compound*, 7th Edition, John Wiley and Sons Inc., New York.
10. Bretmaier, E., 1993, *Structure Elucidation by NMR in Organic Chemistry*, John Wiley and Sons, New York.