

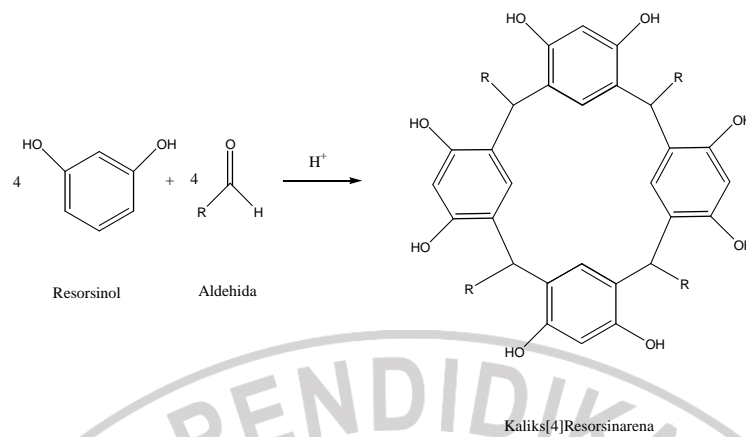
BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Penelitian

Kaliksarena (*calixarene*) adalah suatu senyawa oligomer siklis yang tersusun dari satuan-satuan aromatis dan dihubungkan oleh suatu jembatan. Kelompok senyawa ini mempunyai geometri yang unik yaitu berongga pada bagian pusatnya dan dapat berbentuk seperti mangkuk sehingga dapat digunakan dalam sistem *host-guest* (inang-tamu). Oleh karena itu, kaliksarena telah dimanfaatkan untuk berbagai keperluan, seperti kristal cair (Patel dkk., 2009), ekstraksi (Moccerino dkk., 2001), sensor (Britz-Mckibbin dan Chen, 1998), membran (Jain dkk., 2005), reseptor (Moon dkk., 2003), surfaktan dan katalis (Shinkai, 1986), atau fasa diam kromatografi (Hamilton, 2003; Suh dkk., 2001).

Terdapat berbagai jenis kaliksarena, diantaranya kaliksarena turunan resorsinol atau kaliksresorsinarena. Kaliksarena ini disintesis dari resorsinol dan suatu aldehida, baik aldehida alifatik maupun aromatis. Struktur aldehida yang digunakan akan menentukan struktur kaliks[4]resorsinarena yang dihasilkan. Perbedaan jenis aldehida akan menyebabkan struktur jembatan kaliks[4]resorsinarena yang diperoleh berbeda-beda. Reaksi umum pembentukan kaliksresorsinarena ditunjukkan pada Gambar 1.1.



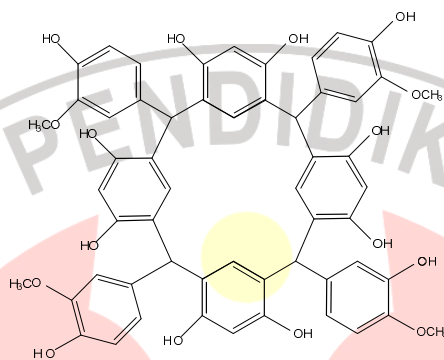
Gambar 1.1 Reaksi umum sintesis kaliks[4]resorsinarena

Kaliksarena turunan resorsinol atau kaliksresorsinarena yang telah berhasil disintesis diantaranya C-4-metoksifenil kaliks[4]resorsinarena (CMFKR), C-4-hidroksifenil kaliks[4]resorsinarena (CHFKR), C-metil kaliks[4]resorsinarena (CMKR) (Sardjono, 2007) dan C-fenil kaliks[4]resorsinarena (Tunstad, 1989).

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida. Semua aldehida yang digunakan tersebut merupakan aldehida aromatis. Vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida merupakan bahan yang relatif banyak tersedia. Vanilin merupakan senyawa yang terdapat pada buah tanaman panili (*Vanilla planifolia*), sinamaldehida merupakan senyawa penyusun minyak kayu manis terbesar, sedangkan anisaldehida merupakan senyawa penyusun minyak adas. Tanaman panili, minyak kayu manis dan minyak adas merupakan potensi kekayaan alam Indonesia yang dapat dikembangkan peranannya sebagai bahan baku pembuatan kaliksresorsinarena sehingga akan meningkatkan nilai guna dan ekonomisnya.

Sardjono (2007) telah mensintesis kaliks[4]resorsinarena dengan menggunakan vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid sebagai aldehidanya dengan pemanasan konvensional (refluks) pada temperatur 78°C selama 15 jam.

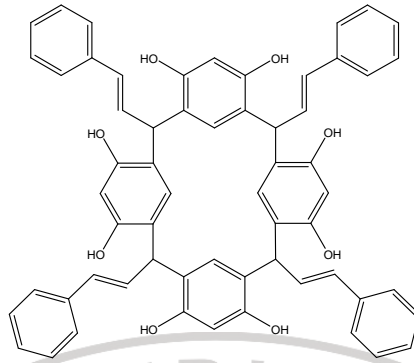
Siklooligomerisasi vanilin dan resorsinol yang dibantu oleh suatu katalis asam menghasilkan suatu kaliksresorsinarena yaitu C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R) dengan persentase hasil yang tergolong tinggi, yaitu 98,36%. Berikut merupakan struktur senyawa C-vanilin kaliks[4]resorsinarena.



Gambar 1.2 Struktur C-Vanilin Kaliks[4]resorsinarena

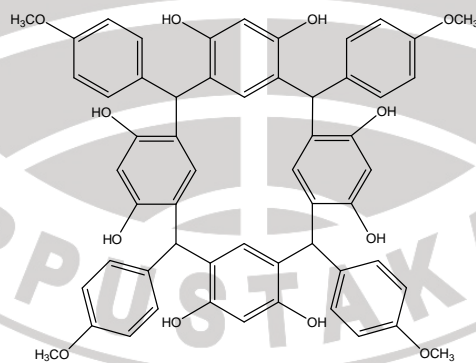
Nurwahidin (2008) juga telah mensintesis CVK4R dengan pemanasan konvensional (refluks) pada temperatur 73°C dengan variasi waktu reaksi selama 20, 24 dan 30 jam. Persentase hasil reaksi CVK4R yang dihasilkan juga tergolong tinggi, yaitu masing-masing sebesar 97,25 ; 96,93 dan 94,24%.

Sardjono (2008) juga telah mensintesis kaliksresorsinarena dari sinamaldehida dengan pemanasan konvensional (refluks) pada temperatur 77°C dengan variasi waktu reaksi selama 20, 24 dan 30 jam. Siklooligomerisasi sinamaldehida dan resorsinol yang dibantu oleh suatu katalis asam menghasilkan suatu kaliksresorsinarena yaitu C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R) dengan persentase hasil masing-masing sebesar 69,42 ; 75,08 dan 71,23%. Berikut merupakan struktur senyawa C-sinamal kaliks[4]resorsinarena.



Gambar 1.3 Struktur C-sinamal kaliks[4]resorsinarena

Sintesis kaliksresorsinarena dari anisaldehyda (4-metoksibenzaldehida) juga telah dilakukan oleh Sardjono (2007) dengan pemanasan konvensional (refluks) pada temperatur 78°C selama 24 jam. Siklooligomerisasi anisaldehyda dan resorsinol yang dibantu oleh suatu katalis asam menghasilkan suatu kaliksresorsinarena yaitu C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R) atau C-4-metoksifenil kaliks[4]resorsinarena (CMFKR) dengan persentase hasil yang cukup berlimpah sebesar 90,35%. Berikut merupakan struktur senyawa C-anisal kaliks[4]resorsinarena.



Gambar 1.4 Struktur C-anisal kaliks[4]resorsinarena

Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R), C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R) dan C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R) pada

penelitian-penelitian tersebut dilakukan dengan cara pemanasan konvensional (refluks). Suhu reaksi sintesis kaliks[4]resorsinarena antara 73-78°C dan waktu reaksi antara 15-30 jam. Proses sintesis kaliks[4]resorsinarena dengan menggunakan pemanasan konvensional tersebut kurang efektif karena membutuhkan waktu yang lama walaupun persentase hasil yang diperoleh cukup tinggi. Selain itu, proses reaksi sintesis kaliks[4]resorsinarena dengan pemanasan konvensional juga membutuhkan banyak pelarut.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R), C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R) dan C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R) menggunakan pemanasan gelombang mikro (*microwave*). Sintesis kaliksarena khususnya kaliks[4]resorsinarena dengan pemanasan gelombang mikro (*microwave*) telah dilakukan oleh Hedidi dkk. (2006) pada berbagai variasi aldehida dan resorsinol dengan katalis asam 12-tungstophosphoric tipe Keggin ($H_3PW_{12}O_{40} \cdot 13H_2O$) dan HCl pekat. Kaliks[4]resorsinarena yang dihasilkan dari sintesis dengan *microwave* tersebut memberikan persentase hasil yang cukup tinggi, yaitu mencapai lebih dari 90% dengan waktu reaksi yang sangat singkat (3-5 menit). Efek iradiasi *microwave* dalam reaksi kimia merupakan kombinasi antara efek termal dan non termal. Kedua efek tersebut dapat meningkatkan probabilitas kontak efektif di antara zat-zat yang akan bereaksi (de la Hoz, 2004). Gelombang mikro dapat menginduksi kenaikan vibrasi suatu molekul sehingga berpengaruh terhadap frekuensi tumbukan (Lidstrom, 2001). Kenaikan frekuensi tumbukan akibat kenaikan vibrasi suatu moleku berbanding lurus dengan konstanta laju. Bila konstanta laju suatu reaksi meningkat, maka laju reaksi pun akan meningkat, sehingga reaksi menjadi lebih cepat.

Oleh karena itu, sintesis kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida dalam penelitian ini dilakukan dengan pemanasan gelombang mikro (*microwave*). Sintesis kaliks[4]resorsinarena dengan gelombang mikro ini memiliki keuntungan dari segi efisiensi waktu, pelarut dan kemudahan dalam proses sintesisnya.

1.2 Rumusan Masalah Penelitian

Dari uraian yang telah disampaikan di atas, maka masalah dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut :

1. Apakah tetramer siklik kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida dapat disintesis dengan pemanasan gelombang mikro (*microwave*) ?
2. Bagaimana kondisi optimum sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R) dengan pemanasan gelombang mikro ?
3. Bagaimana kondisi optimum sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R) dengan pemanasan gelombang mikro ?
4. Bagaimana kondisi optimum sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R) dengan pemanasan gelombang mikro ?

1.3 Batasan Masalah Penelitian

Batasan masalah dalam penelitian yang dilakukan adalah :

1. Optimasi kondisi sintesis tetramer siklik kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida menggunakan gelombang mikro (*microwave*)

dilakukan pada variasi daya *microwave*, waktu reaksi dan perbandingan mol pereaksi.

2. Karakterisasi senyawa CVK4R, CSK4R dan CAK4R dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infra red* (FTIR), *Mass Spectroscopy* (MS) dan *Proton-Nuclear Magnetic Resonance* ($^1\text{H-NMR}$).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi tetramer siklik kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida dengan menggunakan gelombang mikro (*microwave*).
2. Mendapatkan kondisi optimum sintesis tetramer siklik kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida dengan menggunakan gelombang mikro (*microwave*).

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi dunia sains dan memperkaya hasil-hasil penelitian sebelumnya. Selain itu juga dapat menjadi metode alternatif yang lebih efisien dan mudah terkait sintesis kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida sehingga dapat diterapkan dalam dunia pendidikan maupun industri.

