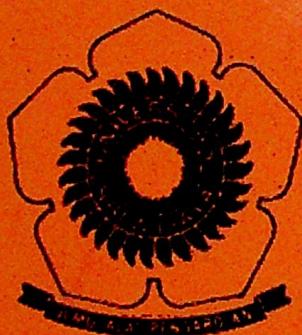


**STUDI KATALITIK SENYAWA POLIOKSOMETALAT  
MELALUI REAKSI KONVERSI CAMPURAN  
SIKLOHEKSANOL DAN SIKLOHEKSANON MENJADI  
ASAM ADIPAT**

KIMIA

**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains bidang studi Kimia pada Fakultas FMIPA**



**OLEH:  
SUMIATI  
08091003001**

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

**2013**

R 21983

22447

5  
660.207

Sum

S

0/1/1 → 131609

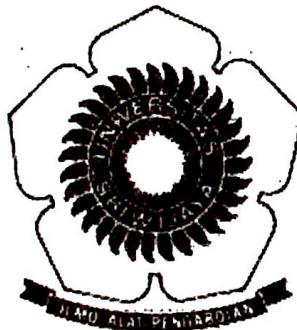
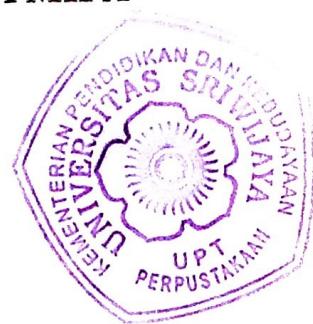
2013

C/1

**STUDI KATALITIK SENYAWA POLIOKSOMETALAT  
MELALUI REAKSI KONVERSI CAMPURAN  
SIKLOHEKSANOL DAN SIKLOHEKSANON MENJADI  
ASAM ADIPAT**

**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains bidang studi Kimia pada Fakultas FMIPA**



**OLEH:**  
**SUMIATI**  
**08091003001**

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

**2013**

## LEMBAR PENGESAHAN

### STUDI KATALITIK SENYAWA POLIOKSOMETALAT MELALUI REAKSI KONVERSI CAMPURAN SIKLOHEKSANOL DAN SIKLOHEKSANON MENJADI ASAM ADIPAT

#### DRAFT SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains bidang studi Kimia pada Fakultas FMIPA

Oleh :  
**SUMIATI**  
**08091003001**

Pembimbing Pembantu



Aldes Lesbani, Ph.D  
NIP.197408121998021001

Inderalaya, Juli 2013  
Pembimbing Utama



Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi  
NIP.197711272005011003



## HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI

Judul Proposal Tugas Akhir : Studi Katalitik Senyawa Polioksometalat Melalui Reaksi Konversi Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat

Nama Mahasiswa : Sumiati

NIM : 08091003001

Jurusan : Kimia

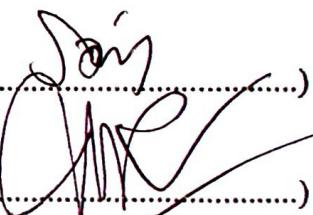
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 5 Juli 2013. Dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan masukan Panitia Sidang Ujian Skripsi.

Inderalaya, Juli 2013

Pembimbing :

1. Dr.rer.nat.Risfidian Mohadi

(.....)



2. Aldes Lesbani, Ph.D.

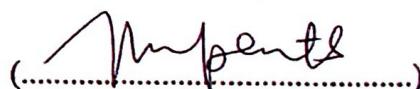
(.....)



Pembahas :

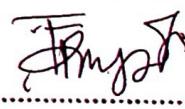
1. Nurlisa Hidayati, M.Si

(.....)



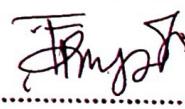
2. Dr. Heni Yohandini, M.Si

(.....)

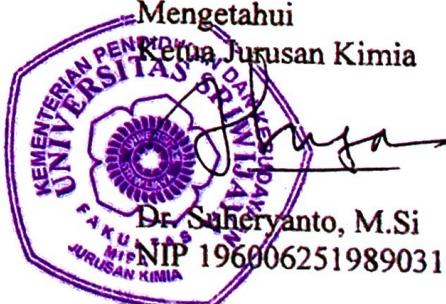


3. Fahma Riyanti, M.Si.

(.....)



Mengetahui  
Ketua Jurusan Kimia



## **PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH**

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Sumiati

Nim : 08091003001

Fakultas/Jurusan : MIPA/KIMIA

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata satu (S1) dati Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lainnya.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Inderalaya,  
Penulis



Sumiati  
NIM. 08091003001

## HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama	:	Sumiati
Nim	:	08091003001
Fakultas/Jurusan	:	MIPA/KIMIA
Jenis Karya	:	Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalty non-ekslusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul “Studi Katalitik Senyawa Polioksometalat Melalui Reaksi Konversi Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat” beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan hak bebas royalty non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalihmedia/ memformatkan, mengolah dalam bentuk pangkalan data (*data base*), merawat dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/ pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikianlah pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Inderalaya, Juli 2013

Yang menyatakan,



Sumiati

NIM. 08091003001

# بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamaualaikum Wr. Wb.

العلم من في البداية ، و حلو كالعسل في النهاية

*Ilmu itu terasa pahit pada awalnya,  
dan manis seperti madu pada akhirnya*

*I have no special talent. I am only passionately curious  
Saya tidak memiliki talenta yang special. Saya hanya bernafsu ingin tahu.  
(Albert Einstein)*

*Setetes keringat orang tua,  
Seribu langkah aku harus maju*

*Skripsi ini saya persembahkan kepada:*

- ❖ Allah SWT pencipta semesta alam
- ❖ Nabi Muhammad SAW
- ❖ Ummi dan Baba tercinta
- ❖ Che Sri, kak Unyil dan kak Ato tersayang
- ❖ Sahabat-sahabatku
- ❖ Almamaterku

## KATA PENGANTAR

Puji syukur disampaikan kepada Allah SWT karena berkat rahmat dan hidayah serta pertolongan-Nya juga saya dapat menyelesaikan skripsi saya yang berjudul “Studi Katalitik Senyawa Polioksometalat Melalui Reaksi Konversi Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat”.

Dalam kesempatan ini, saya sampaikan rasa terimakasih yang begitu mendalam kepada semua pihak yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan penelitian dan tugas akhir ini, terutama kepada pembimbing saya Bapak Dr.rer.nat.Risfidian Mohadi dan Bapak Aldes Lesbani, Ph.D, terimakasih atas bimbingan, masukan, dukungan dan ilmunya yang begitu banyak. Saya juga ingin menyampaikan rasa terimakasih kepada :

1. Bapak Drs. M. Irfan, MT, sebagai Dekan FMIPA Universitas Sriwijaya
2. Bapak Dr. Suheryanto, M.Si, sebagai ketua Jurusan Kimia FMIPA UNSRI
3. Ibu Fatma, M.S, sebagai pembimbing akademik
4. Staf Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNSRI
5. Staf Analis Laboratorium Analisa Jurusan Kimia FMIPA UNSRI
6. Terkhusus dengan segala hormat, rasa sayang, cinta dan ucapan terimakasih yang terhingga kepada kedua orang tua saya yaitu Baba Ujang Efendi (Alm) dan Ummi Hj. Sumardiana atas doá dan dukungannya.
7. Hj. Sulastri, Lc., M.Pd.I. (Che Sri), Dr. G. Sulaiman, M.Pd., CHt-QHI (Kak Unyil), Susanto, S.Pd. I. (Aak Ato) dan H. M. Edwin, Lc terimakasih atas dukungan dan doánya.

8. Buat sahabat terbaiku Angga Kurniawan yang telah bersedia menemani dan membantu dalam menyelesaikan skripsi dan tugas akhir saya.
9. Untuk teman-teman satu angkatan 2009 yang sudah berjuang bersama.
10. Untuk kakak-kakak tingkat serta adik-adik tingkatku yang tersayang.

Akhir kata, saya menyadari bahwa masih banyak terdapat kekurangan dan kelemahan dalam skripsi ini. Untuk itu saya menghargai segala kritik dan saran yang membangun. Semoga kripsi ini bermanfaat bagi semua.

Inderalaya, Juli 2013

**Penulis**

## **Catalytic Study of Polyoxometalates by Conversion Reaction of Cyclohexanol and Cyclohexanon Mixture to Adipic Acid**

**SUMIATI  
08091003001**

### **ABSTRACT**

Catalytic study of  $H_5BW_{12}O_{40}$  and  $H_4SiW_{12}O_{40}$  by conversion of cyclohexanol and cyclohexanon mixture to adipic acid has been done. The characterization of product was done by measuring melting point, identification using FT-IR, analysis by GC-MS and  $^1H$ NMR and  $^{13}C$ NMR spectrometer. The influence of reaction time and temperature were studied at 7, 8, 9 and 10 hours and temperature at 80°C, 9 °C and 100°C. The results show that the product of adipic acid by using catalyst  $H_5BW_{12}O_{40}$  have yield 46-67% with melting point 150-152°C and  $H_4SiW_{12}O_{40}$  have yield 3,7% with melting point 152°C. The time and temperature effect using catalyst  $H_5BW_{12}O_{40}$  gave highest product in 9 hours and 90°C with 67% yield. At the same condition the highest product using catalyst  $H_4SiW_{12}O_{40}$  is 3,7%. The identification using FT-IR spectrophotometer showed that FT-IR spectra of adipic acid product is similiar to FT-IR spectra of adipic acid standard. Analysis using GC-MS showed that adipic acid product by conversion cyclohexanol and cyclohexanon mixture is pure product with formation of several by products. The analysis using  $^1H$ NMR and  $^{13}C$ NMR spectrometer showed that structure of conversion product is agree with literatery of adipic acid.

**Keywords:** polyoxometalates, adipic acid, cyclohexanol, cyclohexanon.

**Studi Katalitik Senyawa Polioksometalat Melalui Reaksi Konversi  
Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat**

**SUMIATI  
08091003001**

**ABSTRAK**

Telah dilakukan studi katalitik senyawa  $H_5BW_{12}O_{40}$  dan  $H_4SiW_{12}O_{40}$  melalui konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menjadi asam adipat. Karakterisasi dilakukan melalui penentuan titik leleh, spektrofotometer FT-IR, analisis GC-MS dan spektrometer  $^1H$ NMR dan  $^{13}C$ NMR. Pengaruh waktu reaksi dan temperatur reaksi dipelajari melalui variasi waktu 7, 8, 9 dan 10 jam dan temperatur 80 °C, 90 °C dan 100°C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk asam adipat yang diperoleh dengan menggunakan katalis  $H_5BW_{12}O_{40}$  memiliki yield sebesar 46-67% dengan titik leleh 150-152°C, sedangkan  $H_4SiW_{12}O_{40}$  menghasilkan produk asam adipat sebesar 3,7% dengan titik leleh 152°C. Pengaruh waktu dan temperatur pada penggunaan katalis  $H_5BW_{12}O_{40}$  menghasilkan produk terbesar pada waktu reaksi 9 jam dan 90°C yakni sebesar 67%, pada kondisi yang sama dengan katalis  $H_4SiW_{12}O_{40}$  memiliki yield terbesar yaitu 3,7%. Identifikasi dengan spektrofotometer FT-IR menunjukkan kemiripan spektra FT-IR produk asam adipat dengan spektra FT-IR asam adipat standar. Analisis dengan menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa produk asam adipat hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon memiliki tingkat kemurnian yang tinggi dengan pembentukan beberapa produk samping. Pengukuran dengan spektrometer  $^1H$ NMR dan  $^{13}C$ NMR menunjukkan struktur asam adipat hasil konversi sesuai dengan literatur.

**Kata kunci :** polioksometalat, asam adipat, sikloheksanol, silkoheksanon.



## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
ABSTRACT .....	ix
ABSTRAK .....	x
DAFTAR ISI .....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	3
1.3. Tujuan Penelitian .....	3
1.4. Manfaat Penelitian .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1. Asam Adipat.....	5
2.2. Sikloheksanol dan Sikloheksanon.....	7
2.3. Katalis dan Katalitik.....	11
2.4. Senyawa Polioksometalat.....	14
2.4.1. Sifat Katalitik Senyawa Polioksometalat .....	16
2.4.2. Senyawa Polioksometalat $H_5BW_{12}O_{40}$ dan $H_4SiW_{12}O_{40}$ .....	18
2.5. Spektrometer NMR.....	19
2.6. Spektrofotometer FT-IR.....	21
2.7. Kromatografi Gas – Spektrometer Massa .....	23
BAB III METODE PENELITIAN.....	26
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	26

3.2. Alat dan Bahan .....	26
3.3. Prosedur Penelitian .....	27
3.3.1. Sintesis Asam Adipat dari Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ dan $H_4SiW_{12}O_{40}$ .....	27
3.3.2. Pengaruh Waktu Terhadap Konversi Campuran Siklo heksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ dan $H_4SiW_{12}O_{40}$ .....	27
3.3.3. Pengaruh Temperatur Terhadap Konversi Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon Menjadi Asam Adipat dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ .....	28
3.4. Analisis Data .....	28
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
4.1. Analisis Asam Adipat Hasil Konversi Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ .....	29
4.2. Analisis Struktur Asam Adipat Hasil Sintesis dari Campuran Sikloheksanol dan Sikloheksanon dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ .....	35
4.3. Pengaruh Waktu Terhadap Yield Asam Adipat dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ dan $H_4SiW_{12}O_{40}$ .....	39
4.4. Pengaruh Temperatur Terhadap Yield Asam Adipat dengan Katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ dan $H_4SiW_{12}O_{40}$ .....	43
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>47</b>
5.1. Kesimpulan .....	47
5.2. Saran .....	48
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>49</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>52</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Konversi asam adipat menjadi nilon 6,6 .....	6
Gambar 2.	Reaksi oksidasi sikloheksanol dan sikloheksanon menjadi asam adipat .....	10
Gambar 3.	Senyawa-senyawa polioksometalat .....	15
Gambar 4.	Posisi relatif absorpsi karbon dalam spektrum $^{13}\text{CNMR}$ .....	20
Gambar 5.	Posisi relatif absorpsi proton dalam spektrum $^1\text{HNMR}$ .....	21
Gambar 6.	Kromatografi gas-spektrometer massa .....	24
Gambar 7.	Spektra FT-IR produk asam adipat hasil sintesis dari campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menggunakan katalis $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$ .....	30
Gambar 8.	Spektra FT-IR standar asam adipat dan produk asam adipat hasil konversi pada waktu 8jam dan temperature $90^\circ\text{C}$ .....	32
Gambar 9.	Pola fragmentasi asam adipat hasil konversi dari campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	33
Gambar 10.	Produk utama dan produk samping yang terbentuk pada reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan katalis $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$ pada waktu reaksi 8 jam dan temperatur $90^\circ\text{C}$ .....	34
Gambar 11.	Dugaan mekanisme reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menjadi asam adipat .....	35
Gambar 12.	Struktur asam adipat berdasarkan letak atom karbon (C) .....	36
Gambar 13.	Spektrum $^{13}\text{CMNR}$ produk asam adipat .....	36
Gambar 14.	Struktur asam adipat berdasarkan letak atom hidrogen (H).....	37
Gambar 15.	Spektrum $^1\text{HNMR}$ produk asam adipat .....	38
Gambar 16.	Pengaruh waktu terhadap produk asam adipat menggunakan katalis $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$ .....	39
Gambar 17.	Spektra FT-IR asam adipat hasil sintesis dari campuran sikloheksanol dan sikloheksanon pada waktu reaksi 7 jam, 8 jam, 9 jam dan 10 jam dengan katalis $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$ .....	41

Gambar 18. Spektrum FT-IR asam adipat hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan katalis $H_4SiW_{12}O_{40}$ pada waktu 9 jam .....	42
Gambar 19. Pengaruh temperatur terhadap produk asam adipat hasil konversi sikloheksanol dan sikloheksanon menggunakan katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ .....	44
Gambar 20. Spektra FT-IR asam adipat hasil konversi sikloheksanol dan sikloheksanon dengan katalis $H_5BW_{12}O_{40}$ pada temperatur 80°C, 90°C dan 100°C .....	45

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 1. Sifat-sifat fisik dan kimia asam adipat .....	5
Tabel 2. Sifat-sifat fisik dan kimia sikloheksanol dan sikloheksanon .....	8
Tabel 3. Efek perbandingan reaktan terhadap produk asam adipat .....	9
Tabel 4. Selektif oksidasi dari campuran sikloheksanol-sikloheksanon .....	9
Tabel 5. Penyerapan khas frekuensi inframerah .....	23
Tabel 6. Daerah serapan spektrum FT-IR asam adipat hasil konversi .....	31

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Perhitungan yield asam adipat hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	52
Lampiran 2.	Perhitungan yield asam adipat berdasarkan pengaruh waktu reaksi .....	54
Lampiran 3.	Perhitungan yield asam adipat berdasarkan pengaruh temperatur reaksi .....	55
Lampiran 4.	Kromatogram GC pengukuran asam adipat hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	56
Lampiran 5.	Spektrum massa asam adipat hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	57
Lampiran 6.	Kromatogram GC pengukuran filtrat asam adipat sebagai Produk samping hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	59
Lampiran 7.	Spektrum massa filtrat asam adipat sebagai produk samping hasil konversi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon .....	60
Lampiran 8.	Data Spektra FT-IR Standar Asam Adipat .....	63
Lampiran 9.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 7 jam Dan Temperatur 90°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	64
Lampiran 10.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 8 jam dan Temperatur 90°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	65
Lampiran 11.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 9 jam dan Temperatur 90°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	66
Lampiran 12.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 10 jam dan Temperatur 90°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	67
Lampiran 13.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 9 jam dan Temperatur 80°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	68
Lampiran 14.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 9 jam dan Temperatur 100°C dengan Katalis H <sub>5</sub> BW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	69
Lampiran 15.	Data Spektra FT-IR Asam Adipat Pada Waktu 9 jam dan Temperatur 90°C dengan Katalis H <sub>4</sub> SiW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> .....	70



## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang

Asam adipat merupakan bahan utama yang sangat penting dalam produksi nilon 6,6. Selain itu asam adipat juga berperan dalam pembuatan karpet fiber, plastik, pakaian, dan sebagai penguat rasa dalam beberapa produk makanan. Secara konvensional asam adipat dapat disintesis dari oksidasi sikloheksena, sikloheksanon, sikloheksanol, atau campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan oksidator  $HNO_3$ . Oksidasi menggunakan  $HNO_3$  memberikan hasil samping berupa spesies polutan  $NO_x$  ( $NO$ ,  $NO_2$  dan  $N_2O$ ) yang kurang ramah terhadap lingkungan (Dutta *et., al.*, 2012).

Saat ini mulai digunakan  $H_2O_2$  sebagai alternatif zat pengoksidasi yang lebih ramah lingkungan.  $H_2O_2$  merupakan oksidator ideal karena kaya akan oksigen dan hasil sampingnya air. Untuk oksidasi sikloheksena, sikloheksanon, sikloheksanol atau campuran sikloheksanol dan sikloheksanon digunakan  $H_2O_2$  dengan konsentrasi 30% (Sato, *et., al.*, 1998).

Chavan, *et., al.* (2002) melaporkan bahwa penggunaan campuran sikloheksanol dan sikloheksanon memberikan hasil yield asam adipat yang lebih besar dibandingkan dengan konversi sikloheksanol atau sikloheksanon secara individual. Sintesis asam adipat menggunakan campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan  $H_2O_2$  memberikan konversi yield asam adipat sebesar 70-90% dan menghasilkan produk samping sebesar 10-30% (Chavan, *et., al.*, 2002).

Dalam mensintesis asam adipat dibutuhkan peranan penting suatu katalis. Katalis merupakan suatu zat atau substansi yang dapat mempercepat reaksi (mengarahkan atau mengendalikannya), tanpa mengalami perubahan, namun bukan tanpa ikut dalam reaksi. Dalam hal ini katalis sangat berperan penting dalam reaksi sintesis asam adipat selain itu juga penggunaan katalis dapat memberikan efisiensi atom (Rafiee and Shahbazi, 2005).

Katalis yang dapat digunakan dalam sintesis asam adipat melalui reaksi oksidasi dengan  $H_2O_2$  ialah katalis tungsten. Katalis ini banyak ditemukan pada senyawa polioksometalat. Senyawa polioksometalat merupakan suatu katalis yang bersifat asam Browsted yang kuat. Dalam dua dekade terakhir senyawa polioksometalat sebagai katalis pengoksidasi telah terbukti efisien dalam reaksi sintesis senyawa-senyawa organik. Contoh senyawa polioksometalat yang digunakan dalam beberapa variasi tipe sintesis senyawa organik dengan  $H_2O_2$  yaitu  $[C_{18}H_{37}N(CH_3)_3]_4[H_2Na-PW_{10}O_{36}]$  dan  $[(C_{18}H_{37})_2N(CH_3)_2]_3[PW_{12}O_{40}]$  (Zhu, *et. al.*, 2007).

Pada penelitian ini akan dikaji sistem katalitik dua senyawa polioksometalat yaitu asam dodeka borotungsten ( $H_5BW_{12}O_{40}$ ) dan asam silikatungsten ( $H_4SiW_{12}O_{40}$ ) sebagai katalis dalam sintesis asam adipat melalui reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan  $H_2O_2$ , serta karakterisasinya menggunakan penentuan titik leleh, spektrofotometer FT-IR, kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS), serta identifikasi dengan spektrometer  $^1H$ MNR dan  $^{13}C$ NMR. Selain itu juga akan dikaji pengaruh waktu dan temperatur reaksi oksidasi terhadap yield asam adipat yang dihasilkan.

## 1.2. Rumusan Masalah

Sintesis asam adipat dengan  $\text{HNO}_3$  sebagai zat pengoksidasi memberikan dampak yang cukup buruk bagi lingkungan, sehingga perlu menggunakan oksidator yang lebih ramah lingkungan. Asam adipat dapat disintesis melalui reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menggunakan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan bantuan katalis tungsten. Katalis yang digunakan dalam penelitian ini yaitu  $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$  dan  $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}$ . Diharapkan dengan penggunaan katalis  $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$  dan  $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}$  dapat meningkatkan yield asam adipat yang dihasilkan pada waktu dan temperatur tertentu.

## 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini ialah:

1. Sintesis asam adipat melalui reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$  menggunakan katalis  $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$  dan  $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}$  dan karakterisasi kristal asam adipat melalui penentuan titik leleh, spektrometer FT-IR, pengukuran menggunakan GC-MS dan spektrometer  $^1\text{H}$ MNR dan  $^{13}\text{C}$ NMR.
2. Mengetahui pengaruh waktu dan temperatur reaksi pada sintesis asam adipat melalui reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$ .
3. Mengetahui pengaruh perbedaan katalis  $\text{H}_5\text{BW}_{12}\text{O}_{40}$  dan  $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}$  pada reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menjadi asam adipat.

#### 1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan informasi sintesis asam adipat dengan katalis  $H_5BW_{12}O_{40}$  dan  $H_4SiW_{12}O_{40}$  melalui reaksi oksidasi campuran sikloheksanol dan sikloheksanon menggunakan  $H_2O_2$  dengan prinsip kimia hijau (*Green Chemistry*).

## DAFTAR PUSTAKA

- Alexandre, C. Dimian and Costin, Sorin Bildea. 2008. *Phenol Hydrogenation to Cyclohexanone*. Willey-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA: Weinheim.
- Alon, T. and Amirav, A. 2006. Isotope Abundance Analysis Method and Software for Improved Sample Identification with the Supersonic GC-MS. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 20: 2579–2588.
- Anastas, P.L. and Kirchhoff, M.M. 2002. Origins, Current Status and Future Challenges of Green Chemistry. *Chem. Res.* 2002, 35, 686-694.
- Bellow, A. 1970. *The Illustrated History of the Nylon*. Belwin-Mills: New York.
- Bjarnason, J. E., Chan, T. L. J., Lee, A. W. M., Celis, M. A., Brown, E. R. 2004. Millimeter-wave, Terahertz, and Mid-infrared Transmission Through Common Clothing. *Applied Physics Letters* 85(4):519.10.1063/1.1771814.
- Chavan, S. A., Srinivas, D., and Ratnasamy, P., 2002. Oxidation of Cyclohexane, Cyclohexanone, and Cyclohexanol to Adipic Acid by a Non-HNO<sub>3</sub> Route over Co/Mn Cluster Complexes. *Journal of Catalysis* 212, 39–45 (2002) doi:10.1006/jcat.2002.3756
- Chang, Raymon. 2010. *Chemistry, 10<sup>th</sup> Edition*. McGraw-Hill Co., Inc: New York.
- Clark, James H. 1998. *Green Chemistry: Challenges and Opportunities*. Departement of Chemistry, University of York: York.
- Cotton, Albert and Wilkinson, Geoffrey. 2013. Kimia Anorganik Dasar. UI-Press. Jakarta.
- Dutta, Arghya, Malaya Pramanik., Astam K Patra., Mahasweta Nandi., Hiroshi Uyama and Asim Bhaumik. 2012. Hybrid Porous Tin(IV) Phosphonate: an Efficient Catalyst for Adipic Acid Synthesis and Very Good Adsorbent for CO<sub>2</sub> Uptake. *The Royal Society of Chemistry*, 48, 6738-6740.
- Fessenden, Ralph and Fessenden, Joan. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga*. Erlangga: Jakarta.
- Gritter, R J., Bobbit, J M., Schwarting, A E. 1991. *Pengantar Kromatografi, Edisi ke-2*. ITB: Bandung.

- Hites, R.A. and K. Biemann, 1970. Spectrophotometer FT-IR. *Journal of Analytical Chemistry*, 42 (1970), 855–860.
- Kennesaw. 2000. Ultron\_Nylon 6,6. *Ultron White Peper Product*, 5.2107, 1-2.
- Kim, H J., Shul, Y G., Han, H. 2006. Syntesis of Heteropolyacid ( $H_3PW_{12}O_{40}$ )/ $\text{SiO}_2$  Nanoparticles and Their Catalytic Properties. *Applied Catal. A: General*, 299, 46-51.
- Kintz, P., A. Tracqui, and P. Mangin, Gas Chromatography- Mass Spectrometer. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, 339 (1991), 62–3.
- Knottnerus, 2004. Cyclohexanol Evaluation Of The Effects On Reproduction, Recommendation For Classification. *Health Council of the Netherlands Paper*.
- Kozhevnikov, I., Robert, M R., Derouane, E. 2002. *Catalyst for Chemical Synthesis, Vol. 2: Catalysis by Polyoxometalates*. John Wiley & Sons: Liverpool.
- Lesbani, Aldes. 2009. Sintesis Nanostruktur Kristal Ion  $[Fe_3O(OOCC_6H_5)_6(H_2O)_3]_4[\alpha\text{-SiW}_{14}O_{40}] \cdot 13H_2O$ . *Makalah Kenaikan Jabatan Ke Lektor Kepala, Vol.12*.
- Lesbani, Aldes. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat  $H_4[\alpha\text{-SiW}_{12}O_{40}]$ . *Jurnal Penelitian Sain; Volume 11. Nomor 1. Halaman 429-434*.
- Martin, Case and Sadlowski, C.. 2000. Synthesis of Adipic Acid. *Journal of Science* 256, 50-65
- Monariqsa, D. 2012. *Study Penggunaan Katalis Polioksometalat Dalam Konversi Selulosa Dari Kayu Gelam (Melaleuca leucadendron linn) Menjadi Asam Levulinat*. FMIPA Universitas Sriwijaya: Inderalaya.
- Nerwman, A., Brown D R., Siril, P., Lee, AF., Wilsom, K. 2006. Structural Studies of High Dispersion ( $H_3PW_{12}O_{40}$ )/ $\text{SiO}_2$  Solid Acid Catalyst Physical Chemistry. *Chemical Physics*, pp 8, 2893-2902.
- Pope, M.T. 2003. *Comprehensive coordination Chemistry II, Polyoxo Anions: Synthesis and Structure*, 4, 679-759. Elsevier: Washington DC.
- Rabi, I.I., J.R. Zacharias, S. Millman, P. Kusch. 1938. A New Method of Measuring Nuclear Magnetic Moment. *Physical Review* 53 (4): 318–327.

- Rafiee, E. and Shahbazi, F. 2006. One-Spot Synthesis of Dyhidropirimidones Using Silica-Supported Heteropolyacid as An Efficient and Reusable Catalyst: Improved Protocol Condition For The Biginelli Reactio, *Journal of Molecular Catalysis. A: General*, Vol 250, 57-61.
- Rothenberg, Gadi. 2008. *Catalysis ; Concepts and Green Applications*. Willey-VCN Verlag GmbH & Co. KGaA: Weinheim.
- Rudolph, J., K. L. Reddy, J. P. Chiang, K. B. Sharpless. 1997. For Nonacidic Epoxidation with Aqueous H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Chem. Commun.* 1997, 1565.
- Rufiati, Etna. 2011. Katalis. *Jurnal Penelitian Sains Hal 1-2 Publish : 31 Juli 2011 Jam 23:51:54*
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Liberty: Yogyakarta.
- Sato, K., Masao A., Ryoji N.. 1998. A "Green"Route to Adipic Acid Direct Oxidation of Cyclohexenes with 30 Percent Hydrogen Peroxide. *Journal of Science* 281, 1646-1647.
- Sheldon, R A. 2000. Atom Efficiency and Catalysis in Organic Synthesis. *Applied Chemistry*, Vol 72, 1233-1246.
- Tyszka, J.M., S.E Fraser, R.E Jacobs. 2005. Magnetic resonance microscopy: recent advances and applications. *Current Opinion in Biotechnology* 16 (1): 93-99.
- Usui, Yako and Sato Kazuhiko. 2003. A green method of adipic acid synthesis: organic solvent- and halide-free oxidation of cycloalkanones with 30% hydrogen peroxide. *National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Tsukuba Central 5, Tsukuba 305-8565, Japan*.
- Vogel. 2000. *Text Book of Quantitative Chemical Analysis*, Edisi Keenam. Pearson Education: London.
- Zhang, S., Jiang, H., Gong, H., Sun, Zhao-lin Sun. 2003. Green Catalytic Oxidation Of Cycloheksanone to Adipic Acid. *Petroleum Science and Technology Vol. 21, Nos. 1 & 2, pp. 275-282, 2003.*
- Zhu, W., Huaming L., Xiaoying H., Zhang, Huoming S., Yongsheng Y.. 2007. Synthesis of Adipic Acid Catalyzed by Surfactant-type Peroxotungstates and Peroxomolybdates. *Catalysis Comunications* 9 (2008) 551-555