

## **LAPORAN TAHUNAN HIBAH BERSAING**



**JUDUL:**

**SINTESIS SENYAWA SINAMALASETON MELALUI REAKSI  
KONDENSASI ALDOL SILANG DENGAN KATALIS  
HIDROTALSIT Mg-Al UNTUK APLIKASI TABIR SURYA**

**Tahun ke-1 dari rencana 2 tahun**

**Dr. Sri Handayani (0013077006)**

**Dr. Cahyorini Kusumawardani ((0023077704)**

**Kun Sri Budiasih M.Si (002027213)**

Dibiayai Oleh :

Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat

Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi

Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan

Sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Penugasan Penelitian

Nomor : 24/HB-Multitahun/UN 34.21/2013, tanggal 18 Juni 2013

**UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA  
2013**

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**PENELITIAN HIBAH BERSAING**

**Judul Kegiatan** : Sintesis Senyawa Sinamalaseton melalui Reaksi Kondensasi Aldol Silang dengan Katalis Hidrotalsit Mg/Al untuk Aplikasi Tabir Surya

**Kode/Nama Rumpun Ilmu** : 112 / Kimia

**Ketua Peneliti**

A. Nama Lengkap	:	SRI HANDAYANI M.Si.
B. NIDN	:	0013077006
C. Jabatan Fungsional	:	Lektor Kepala
D. Program Studi	:	Kimia
E. Nomor HP	:	085868853211
F. Surel (e-mail)	:	handayani137uny@yahoo.com

**Anggota Peneliti (1)**

A. Nama Lengkap	:	CAHYORINI KUSUMAWARDANI M.Si.
B. NIDN	:	0023077704
C. Perguruan Tinggi	:	UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

**Anggota Peneliti (2)**

A. Nama Lengkap	:	KUN SRI BUDIASIH M.Si.
B. NIDN	:	0002027213
C. Perguruan Tinggi	:	UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

**Lama Penelitian Keseluruhan** : 2 Tahun

**Penelitian Tahun ke** : 1

**Biaya Penelitian Keseluruhan** : Rp 100.000.000,00

**Biaya Tahun Berjalan** : - diusulkan ke DIKTI      Rp 50.000.000,00  
                          - dana internal PT      Rp 0,00  
                          - dana institusi lain    Rp 0,00  
                          - inkind sebutkan



Yogyakarta, 27 - 11 - 2013,  
Ketua Peneliti,

(SRI HANDAYANI M.Si.)  
NIP/NIK



# **SINTESIS SENYAWA SINAMALASETON MELALUI REAKSI KONDENSASI ALDOL SILANG DENGAN KATALIS HIDROTALSIT Mg-Al UNTUK APLIKASI TABIR SURYA**

## **RINGKASAN**

Katalis terbagi menjadi dua yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis yang sekarang sedang dikembangkan adalah katalis heterogen karena mudah dipisahkan dan dapat digunakan kembali. Tujuan penelitian tahun ke-1 adalah sintesis dan karakterisasi Hidrotalsit Mg/Al sebagai salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan dalam reaksi kondensasi aldol. Tujuan tahun ke-2 adalah aplikasi hidrotalsit Mg/Al hasil sintesis tahun ke-1 sebagai katalis heterogen pada reaksi sintesis sinamalaseton.

Cara yang digunakan untuk sintesis Hidrotalsit adalah metode kopresipitasi hidrotermal. Sintesis dilakukan dengan optimasi rasio mol Mg//Al, variasi suhu hidrotermal 80, 100, 120 dan 140<sup>0</sup>C selama 15 jam dan variasi suhu kalsinasi pada 100, 200, 300, 400 dan 500<sup>0</sup>C. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR untuk analisis gugus fungsional serta XRD untuk melihat strukturnya.

Hasil penelitian tahun ke-1 menunjukkan bahwa kondisi optimum sintesis Hidrotalsit diperoleh pada perbandingan mol Mg/Al sebesar 3:1, suhu hidrotermal 100<sup>0</sup>C dan suhu kalsinasi 400<sup>0</sup>C.

## **PRAKATA**

Syukur *Alhamdulillaah*, kami panjatkan kehadiran *Allah S.W.T*, atas segala Rahmat dan Hidayah-Nya sehingga penelitian berjudul “Sintesis Senyawa Sinamalaseton Melalui Reaksi Kondensasi Aldol Silang Dengan Katalis Hidrotalsit Mg-Al Untuk Aplikasi Tabir Surya” ini dapat dilaksanakan dan pada akhirnya dapat diselesaikan dengan baik.

Kegiatan ini merupakan wujud dari Tri Dharma Pendidikan dalam bidang penelitian 2013. Terlaksananya kegiatan ini juga tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini kami mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dekan FMIPA UNY
2. Ketua Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY
3. Ketua LPPM UNY
4. Para mahasiswa yang telah membantu pekerjaan di laboratorium
5. Berbagai pihak yang tidak dapat kami sebutkan satu per satu

Kami menyadari masih terdapat kekurangan-kekurangan baik dalam pelaksanaan kegiatan maupun penulisan laporan ini, untuk itu kami mengharapkan saran dan kritik dari berbagai pihak. Harapan kami semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi kami khususnya dan bagi masyarakat pada umumnya.

*Yogyakarta, November 2013*

## **DAFTAR ISI**

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
RINGKASAN	iii
PRAKATA	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	iix
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Hidrotalsit	4
B. Karakter Struktur Hidrotalsit	6
C. Sintesis Hidrotalsit	7
BAB III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	
A. Tujuan Penelitian	8
B. Manfaat Penelitian	8
BAB IV. METODE PENELITIAN	
A. Bahan dan Alat	9
B. Cara Penelitian	9
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Sintesis hidrotalsit Mg/Al	11
B. Preparasi Hidrotalsit sebagai katalis	18
BAB VI. RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA	20
BAB VII. KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan	21
B. Saran	21

DAFTAR PUSTAKA	22
----------------	----

LAMPIRAN-LAMPIRAN

A. Personalia peneliti	26
B. Draft publikasi	27

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 1. Rangkuman pita karakteristik HT dan HT terkalsinasi

16

## **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 1. Skema struktur hidrotalsit	4
Gambar 2. Pola difraksi sinar X Hidrotalsit hasil penelitian	11
Gambar 3. Pola difraksi sinar X dari hidrotalsit pembanding, $\text{CO}_3^{=}$ (a) dan $\text{NO}_3^{-}$ (b) (Klopproge, 2002)	12
Gambar 4. Difraktogram Mg/Al HT dengan variasi rasio Mg/Al (a) hasil percobaan (b) pembanding (Parida, 2000)	13
Gambar 5. Difraktogram sampel dengan variasi suhu hidrotermal ( rasio 3:1)	14
Gambar 6. Difraktogram sampel dengan variasi suhu kalsinasi	15
Gambar 7. Spektra inframerah hidrotalsit dan hidrotalsit terkalsinasi (ratio Mg/A; 2:1)	16

## DAFTAR LAMPIRAN

Personalia Peneliti	26
Draft Publikasi	27

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

Indonesia adalah daerah tropis yang mendapatkan sinar matahari hampir sepanjang tahun. Sinar matahari selain diperlukan untuk makhluk hidup juga memiliki sisi negatif yaitu efek sinar ultra violet diantaranya kanker kulit, radang atau *sunburn*. Kulit dapat terhindar dari efek negatif sinar matahari jika dilindungi dengan senyawa yang dapat menyerap sinar ultra violet (*UV filter*) atau tabir surya. Senyawa yang biasa digunakan untuk hal tersebut biasanya adalah turunan alkil sinamat (Titik, 2005; Iqmal *et al.*, 2002). Selain turunan alkil sinamat, dibenzalaseton dan turunannya juga telah teruji sebagai penyerap sinar UV (Handayani, 2010).

Kemampuan yang ditunjukkan oleh senyawa hasil kondensasi aldol silang antara turunan benzaldehida dan aseton sebagai tabir surya tersebut mendasari fakta bahwa reaksi kondensasi aldol silang memiliki potensi untuk dapat dikembangkan lebih lanjut. Beberapa peneliti telah mengembangkan reaksi kondensasi aldol silang dengan berbagai metode. Reaksi kondensasi aldol silang dapat dilakukan dengan katalis homogen baik basa (Handayani and Arty, 2008) atau asam (Sardjiman, 2000; Pudjono *et.al.*, 2008). Selain beberapa katalis homogen tersebut, dewasa ini telah dikembangkan pula penggunaan katalis heterogen. Katalis heterogen yang dapat digunakan pada reaksi kondensasi aldol adalah hidrotalsit (Guida *et al.*, 1997; Perez *et al.*, 2004)

Hidrotalsit telah banyak diaplikasikan sebagai katalis dalam proses katalitik heterogen karena memiliki beberapa kelebihan antara lain memiliki luas permukaan tinggi, mudah dipreparasi dan murah, mudah dipisahkan dari produk hasil reaksi, meminimalkan limbah hasil reaksi dan memungkinkan untuk diregenerasi (Cavani *et al.*, 2001). Karakter tersebut membuat material hidrotalsit cukup menjanjikan untuk aplikasi komersial. Beberapa modifikasi hidrotalsit terbukti menunjukkan aktivitas katalis pada reaksi kondensasi aldol beberapa aldehid dan keton (Koteswara *et al.*, 1998; Roelofs *et al.* 2000; Suzuki dan Ono, 2004), isomerisasi olefin, pertukaran halida nukleofilik (Suzuki *et al.*, 2003), alkilasi diketon (*Cativiela et al.*, 2004), epoksidasi olefin dengan hidrogen peroksida dan kondensasi Claisen-Schmidt (Climent *et al.*, 2005).

Hidrotalsit merupakan lempung anionik yang strukturnya diturunkan dari struktur *brucite*, dimana ion pusatnya akan mengikat enam anion hidroksida dalam bentuk oktahedral. Hidrotalsit sebagai lempung anionik mempunyai formula umum  $[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(OH)_2]^{b-}[A^{n-}]_{b/n}.mH_2O$ .  $M^{2+}$  dan  $M^{3+}$  adalah kation divalen dan trivalen dengan kisaran x normal antara 0,17 sampai 0,33.  $A^{n-}$  adalah anion organik atau anorganik pada antar lapis dengan muatan negatif yang dapat dipertukarkan. Spesies anion penukar dapat berupa anion organik atau anorganik, sederhana atau kompleks. Parameter b merupakan muatan lapisan dan m merupakan jumlah molekul  $H_2O$ . Bagian antar lapis pada hidrotalsit berisi anion dan air yang bersifat bebas berpindah dengan memutus ikatannya dan membentuk ikatan baru. Air tersebut dapat dieliminasi tanpa merusak struktur inti hidrotalsit (Frost *et al.*, 2006).

Material hidrotalsit yang biasa digunakan sebagai katalis pada reaksi kondensasi aldol yaitu Mg/Al hidrotalsit (rasio mol Mg/Al pada kisaran 2,1 – 3,6) dengan anion karbonat dan nitrat pada ruang antar lapisan. Biasanya, reaksi kondensasi aldol dapat menghasilkan beberapa senyawa, seperti kondensasi aldol terhadap sinamaldehida. Sinamaldehida memiliki gugus kabonil tak jenuh  $\alpha\beta$ , sehingga dapat terjadi reaksi bersaing yaitu adisi 1,2 atau adisi 1,4. Reaksi kondensasi aldol dapat terjadi jika adisi 1,2 lebih dominan. Oleh karena itu diperlukan selektivitas katalis yang tinggi untuk menghasilkan senyawa yang diinginkan. Selain itu diperlukan waktu pakai yang lama dan kestabilan yang tinggi karena deaktivasi katalis hidrotalsit sering terjadi ketika diterapkan pada reaksi yang menghasilkan senyawa yang besar.

Sebagian besar katalis hidrotalsit dipreparasi dengan metode ko-presipitasi, dengan berbagai modifikasi metode ko-presipitasi yang dilakukan antara lain melibatkan proses titrasi (Negron *et.al.*, 2003), presipitasi pada larutan jenuh (*high supersaturation*) (Kustrowski *et.al.*, 2005) ataupun encer (*low supersaturation*) dan metode presipitasi melalui peningkatan pH. Metode titrasi merupakan metode yang paling mudah dan sederhana, tetapi pertukaran kation pada hidrotalsit hasil preparasi sulit dilakukan karena anion yang sangat penuh pada ruang antar lapis. Metode presipitasi pada larutan encer dapat menghasilkan material dengan kristalinitas yang lebih tinggi daripada pada larutan jenuh karena laju pertumbuhan kristal lebih tinggi dibandingkan laju nukleasi sehingga

partikel dengan ukuran kecil dapat segera terbentuk. Luas permukaan katalis yang tinggi diperoleh dari partikel berukuran kecil, sehingga metode ini lebih dipilih sebagai metode preparasi katalis meskipun belum banyak dilakukan.

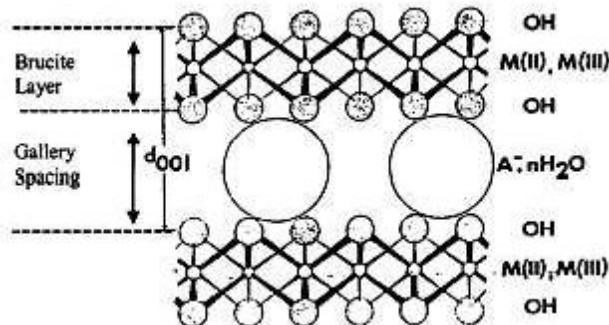
Penggunaan katalis Mg/Al hidrotalsit pada reaksi kondensasi aldol silang antara aseton dan sinamaldehida diharapkan dapat meningkatkan hasil reaksi (Perez *et al.*, 2004). Selain aktivitas dan selektivitas katalitik yang tinggi pada reaksi tersebut, regenerasi material katalis setelah digunakan dan reproduksibilitas katalis juga merupakan faktor penting untuk dapat diaplikasikan lebih luas dan komersial. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian tentang metode preparasi dan karakterisasi material hidrotalsit untuk aplikasi katalis reaksi kondensasi aldol tersebut.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### a. HIDROTALSIT

Lempung (*clay*) bersifat karakteristik karena struktur lapisnya. Lempung diklasifikasikan menjadi dua yaitu lempung kationik dan anionik. Lempung kationik tersebar secara luas di alam. Lapisannya mempunyai muatan negatif dengan kation pada antarlapis. Struktur lempung anionik adalah pencerminan dari lempung kationik dan mempunyai muatan positif pada lapisan dan anion antarlapis. Material hidrotalsit, biasa dikenal juga sebagai hidroksida lapis ganda (*double layer hydroxide/LDH*), merupakan lempung anionik yang secara struktur dapat dijelaskan sebagai tumpukan lapisan muatan positif dengan anion pada ruang antar lapisan (Cavani et al., 1991). Struktur hidrotalsit diturunkan dari struktur *brucite* dimana ion pusat akan mengikat enam anion hidroksida dalam bentuk oktahedral seperti pada Gambar 1. Formula umum hidrotalsit yaitu  $[M(II)_{1-x}M(III)_x(OH)_2]^{b^-}[A^{n^-}]_{b/n}.mH_2O$ . M(II) dan M(III) adalah kation divalen dan trivalent dengan kisaran x normal antara 0,17 sampai 0,33.  $A^{n^-}$  adalah anion organik atau anorganik pada antarlapis dengan muatan negatif yang dapat dipertukarkan. Spesies anion penukar dapat berupa anion organik atau anorganik, sederhana atau kompleks. Parameter b merupakan muatan lapisan dan m merupakan jumlah molekul  $H_2O$ .



Gambar 1. Skema struktur hidrotalsit

Hidrotalsit masih jarang ditemukan di alam sehingga tidak begitu populer dibandingkan lempung kationik seperti smektit. Bagian antar lapis pada hidrotalsit berisi anion dan air yang bersifat bebas berpindah dengan memutus ikatannya dan membentuk ikatan baru. Air tersebut dapat dieliminasi tanpa merusak struktur inti hidrotalsit. Muatan negatif anion tersebut dapat mengalami pertukaran anion secara reversibel, penambahan kation dan molekul air terjadi dalam pertukaran muatan positif lapisan utama *brucite*.

Keberadaan anion antarlapis dapat menyebabkan interaksi dengan kation logam. Gugus hidroksi pada bidang lapis dapat berinteraksi dengan kation logam (Wijayadi, 2008). Sasaki *et al.* (2001) telah melakukan penukaran anion pada Co-Al-CO<sub>3</sub> hidrotalsit dengan anion penukar Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>, asetat, laktat, dodesil sulfat, dan oleat dengan metode garam asam. Selain sebagai penukar ion, hidrotalsit mempunyai beberapa aplikasi yaitu sebagai katalis, pengembangan katalis, bidang industri, obat dan adsorben (Cavani *et al.*, 1991).

Setiap anion mempunyai kapasitas pertukaran yang berbeda-beda. Kapasitas pertukaran anion dalam hidrotalsit bergantung pada perbandingan mol M<sup>3+</sup>/(M<sup>2+</sup>+M<sup>3+</sup>) (Ookubo *et al.*, 1993). Kapasitas pertukaran yang besar menunjukkan tingkat keefektifan yang tinggi. Kemudahan suatu anion untuk dipertukarkan dapat ditinjau dari kinetika pertukaran anion. Konstanta kesetimbangan pertukaran anion meningkat yang bergantung pada penurunan diameter anion. Isoterm penukaran anion pada sistem HT-NO<sub>3</sub>-OH<sup>-</sup>, HT-NO<sub>3</sub>-F<sup>-</sup>, HT-NO<sub>3</sub>-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, HT-NO<sub>3</sub>-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, HT-Cl-Naphthol Yellow S<sup>2-</sup> dan HT-SO<sub>4</sub>-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> mengikuti tipe Langmuir (Miyata dan Okada, 2001).

Hidrotalsit dapat digunakan dalam berbagai aplikasi setelah dikalsinasi, untuk memperoleh karakter :

- a. Luas permukaan tinggi
- b. Sifat basa
- c. Pembentukan campuran oksida yang homogen dengan ukuran kristal sangat kecil, stabil terhadap perlakuan termal.
- d. ‘Efek memori’, memungkinkan rekonstruksi (dalam kondisi *mild*) struktur hidrotalsit awal ketika mereaksikan material hasil kalsinasi dengan larutan air yang mengandung beberapa anion.

Karakter a, b dan c sangat penting untuk aplikasi katalisis heterogen antara lain hidrogenasi, polimerisasi, pembentukan uap (*steam reforming*) dan sebagai *support* katalis: reaksi Ziegler-Nata, CeO<sub>2</sub>. Karakter a, b dan d diperlukan untuk aplikasi dalam industri seperti *flame retardant*, penyaring molekul, penukar ion dan sebagai adsorben untuk *halogen scavenger*, stabilisasi PVC, pemurnian air.

Material hidrotalsit tidak hanya menarik untuk aplikasi industri tetapi juga preparasi katalis untuk keperluan sains. Semua tahap preparasi katalis hidrotalsit antara lain komposisi optimum, sumber dan jumlah kation, kondisi presipitasi, tipe reagen, *aging*, pencucian, pengeringan, kalsinasi dan aktivasi memerlukan pondasi kimia yang presisi untuk menghindari ketidakhomogenan dan/atau segregasi kimia yang akan menurunkan karakter material hasil.

### b. Karakter Struktur Hidrotalsit

Struktur hidrotalsit dapat dijelaskan dari struktur *brucite*, Mg(OH)<sub>2</sub> dengan oktahedra berbagai tepi membentuk lembar *infinite*. Lembar tersebut kemudian menumpuk pada masing-masing puncak dan terikat satu sama lain melalui ikatan hidrogen. Ketika Mg<sup>2+</sup> disubstitusi dengan ion trivalen yang memiliki jari-jari ion yang tidak terlalu berbeda (seperti Fe<sup>3+</sup> dan Al<sup>3+</sup>), muatan positif digenerasi oleh lembar hidroksil. Muatan positif total dikompensasi oleh anion (CO<sub>3</sub>)<sup>2-</sup> yang terletak pada daerah antar lapisan di antara lembar *brucite-like*. Kristalisasi air juga ditemukan pada daerah antar lapis.

Karakter utama struktur hidrotalsit ditentukan oleh sifat lembar *brucite-like*, posisi anion dan air pada daerah antar lapisan dan tipe tumpukan lembar *brucite-like*. Pada lembar *brucite-like* kation secara random menempati lubang oktahedral yang terbentuk oleh konfigurasi ion OH<sup>-</sup>. Anion dan air secara random terletak pada derah antar lapisan , bebas untuk memutus ikatannya dan membentuk ikatan baru (seperti dalam larutan air). Atom oksigen dari molekul air dan gugus (CO<sub>3</sub>)<sup>2-</sup> terdistribusi di sekitar sumbu simetri yang melewati gugus hidroksil (sejauh 0,56 Å) berhadapan dengan lembar *brucite-like*. Gugus hidroksil terikat pada gugus (CO<sub>3</sub>)<sup>2-</sup> secara langsung atau melalui H<sub>2</sub>O intermediet dengan jembatan hidrogen: OH--CO<sub>3</sub>--HO atau OH--H<sub>2</sub>O--CO<sub>3</sub>—HO. Gugus (CO<sub>3</sub>)<sup>2-</sup>

terletak datar pada daerah antar lapisan dan terikat pada H<sub>2</sub>O, yang dapat dieliminasi tanpa merusak struktur.

### c. Sintesis Hidrotalsit

Material hidrotalsit dapat dipreparasi dengan beberapa metode antara lain:

- a. presipitasi meliputi metode peningkatan pH, kopresipitasi pada *low* atau *high supersaturation*.
- b. sintesis hidrotermal, melibatkan proses *aging* dan perlakuan hidrotermal
- c. metode pertukaran

Syarat pertama yang dibutuhkan untuk mendapatkan hidrotalsit murni adalah pemilihan perbandingan yang tepat antara anion dan kation. Anion yang disertakan dalam material hidrotalsit merupakan spesies dengan konsentrasi yang lebih besar dalam larutan campuran dan memiliki afinitas yang lebih besar. Anion dari garam reaktan harus dijaga untuk tidak memasuki atau mengkontaminasi hidrotalsit.

## **BAB III**

### **TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN**

#### **A. Tujuan Penelitian**

1. Mengembangkan metode kopresipitasi hidrotermal untuk mempersiapkan katalis hidrotalsit Mg-Al  $\text{NO}_3\text{-CO}_3$  dengan variasi perbandingan  $\text{Mg}/\text{Al} = 2 - 4$
2. Variasi suhu hidrotermal pada sintesis hidrotalsit Mg/Al
3. Variasi suhu kalsinasi pada sintesis hidrotalsit Mg/Al

#### **B. Manfaat Penelitian**

Indonesia sebagai negara tropis dengan penerangan sinar matahari, terutama sinar UV yang berbahaya bagi kesehatan sepanjang tahun. Untuk mengurangi efek paparan sinar UV, dapat digunakan tabir surya untuk melindungi tubuh dari luar dan antioksidan untuk melindungi dari dalam. Penelitian ini mempunyai target yaitu 1) pada tahun pertama, menghasilkan dan mengkarakterisasi katalis hidrotalsit untuk meningkatkan hasil dan selektivitas reaksi kondensasi aldol silang antara aseton dan sinamaldehyda; 2) pada tahun kedua, menghasilkan senyawa sinamalaseton beserta data aktivitasnya sebagai tabir surya. Berdasarkan hasil tersebut ditargetkan sedikitnya menghasilkan satu artikel untuk publikasi internasional atau jurnal nasional terakreditasi setiap tahunnya sehingga selama dua tahun diperoleh minimal dua artikel publikasi internasional atau jurnal nasional terakreditasi. Selain itu, dari penelitian selama dua tahun, ditargetkan melibatkan 4 mahasiswa untuk menyelesaikan Tugas Akhir Skripsi dengan 2 mahasiswa di tahun pertama dan 2 mahasiswa pada tahun kedua.

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Bahau dan Alat**

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dari Merck,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dari Merck,  $\text{NaOH}$  dari Merck,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dari Aldrich, garam kation  $\text{Fe}^{3+}$  dan anion  $\text{OH}^-$ . Seluruh bahan digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut.

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : peralatan gelas, pengaduk magnet, tabung gas Nitrogen dan oven furnace. Instrumen yang dibutuhkan untuk karakterisasi hasil antara lain : Difraksi Sinar X, AAS, Spektroskopi Infra red, Scanning Electron Microscopy dan Differential Thermogravimetric Analysis.

#### **B. Cara Penelitian**

Penelitian ini direncanakan untuk dilaksanakan selama dua tahun dan masing-masing dibagi menjadi dua tahap. Tahap ini adalah tahap pertama dan kedua pada tahun ke-1.

- a. Tahap I tahun pertama → Sintesis dan karakterisasi hidrotalsit Mg-Al dan optimasi proses sintesis
- b. Tahap II tahun pertama → Modifikasi hidrotalsit Mg-Al dengan pertukaran kation dan/atau anion, uji aktivitas awal hidrotalsit sebagai katalis reaksi kondensasi aldol antara aseton dan sinamaldehida.

Pelaksanaan penelitian secara detail dilakukan sebagai berikut :

#### **Sintesis hidrotalsit Mg-Al dengan metode kopresipitasi hidrotermal:**

Magnesium nitrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dan aluminium nitrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) dengan perbandingan mol 3:1 yaitu 8,626 g Magnesium nitrat dan 3,783 g aluminium nitrat masing-masing dilarutkan dalam akuades sampai volume 100 mL lalu dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit. Keduanya dicampur dalam labu leher tiga dengan tetap dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 30 menit. Natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 0,070 mol yaitu 0,280 g dilarutkan menggunakan akuades sampai volume 100 mL, dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit, ditambahkan ke dalam labu leher tiga. Selama reaksi

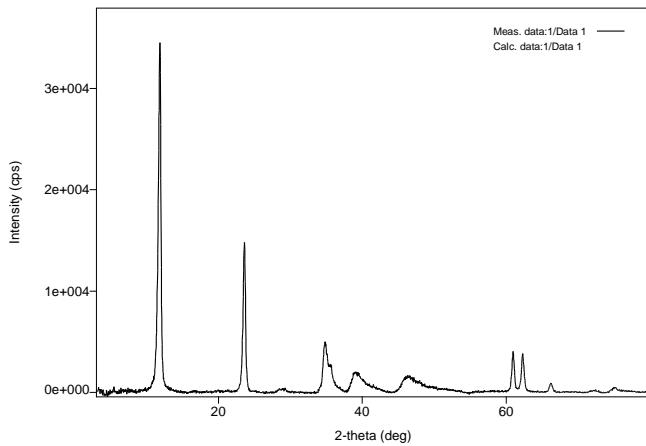
berlangsung tetap dilakukan pengadukan dan dialiri dengan gas N<sub>2</sub> selama 2 jam. Nilai pH larutan dicek menggunakan indikator pH universal. Campuran tersebut dimasukkan dalam botol teflon untuk selanjutnya dilakukan proses pemanasan pada temperatur 100°C selama 15 jam. Padatan yang diperoleh dari hasil hidrotermal dipisahkan menggunakan sentrifuge selama 15 menit dengan kecepatan 2500 rpm kemudian dicuci dengan akuades. Variasi rasio Mg/Al diperoleh dengan memvariasi jumlah mol precursor Mg terhadap Al sehingga diperoleh rasio Mg/Al = 2 – 4. Hasil yang diperoleh dipanaskan dalam oven pada temperatur 60 °C selama 12 jam. Struktur produk dikarakterisasi menggunakan *X-ray difraktometer* (XRD) dan spektroskopi inframerah (IR). Produk hidrotalsit Mg-Al kering dikarakterisasi secara fisik menggunakan XRD dengan kisaran sudut 2θ = 2-70° dan laju *scanning* 2θ 0,02°/detik. Hidrotalsit Mg-Al kering juga dianalisis menggunakan IR.

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### C. Sintesis hidrotalsit Mg/Al

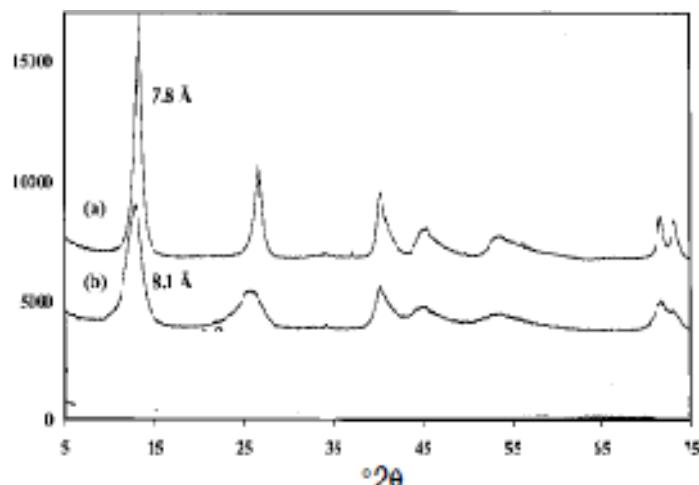
Sintesis hidrotalsit (HT) Mg/Al dilakukan dengan metode kopresipitasi hidrotermal pada suhu antara 80-120°C. Hasil sintesis berupa padatan (powder) berwarna putih. Jika dikehendaki hidrotalsit dengan anion nitrat, kemungkinan adanya anion lain seperti karbonat dihindarkan dengan *bubbling* gas nitrogen. Dalam jumlah yang cukup gas inert N<sub>2</sub> ini mampu mendorong dan menghilangkan ion karbonat dan dibebaskan sebagai CO<sub>2</sub>. Untuk membatasi interaksi dengan CO<sub>2</sub> dari udara bebas dari atmosfer, sintesis HT Mg/Al dilakukan dengan wadah tertutup dan mengalirkan gas nitrogen secara terus menerus.



Gambar 2. Pola difraksi sinar X Hidrotalsit hasil penelitian

Hidrotalsit (HT) hasil penelitian dikarakterisasi dengan difraktometer sinar X (X Ray diffraction, XRD). Pola difraksi sinar X senyawa HT hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 2 dan pola XRD dari Klopproge (2002) sebagai pembanding (Gambar 3). Hasil analisis menunjukkan tiga puncak dengan intensitas tertinggi yaitu pada harga  $2\theta$  sebesar 11,66° (bidang 003), 23,45° (bidang 006), dan 34,57° (bidang 110) yang merupakan

karakteristik dari senyawa hidrotalsit. Variasi suhu proses hidrotermal pada hidrotalsit menyebabkan penurunan intensitas puncak difraktogram. Hal ini karena terbentuknya oksida-oksida logamnya  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{MgO}$  yang memberikan puncak yang cukup tajam pada daerah antara  $30^\circ\text{-}45^\circ$ .

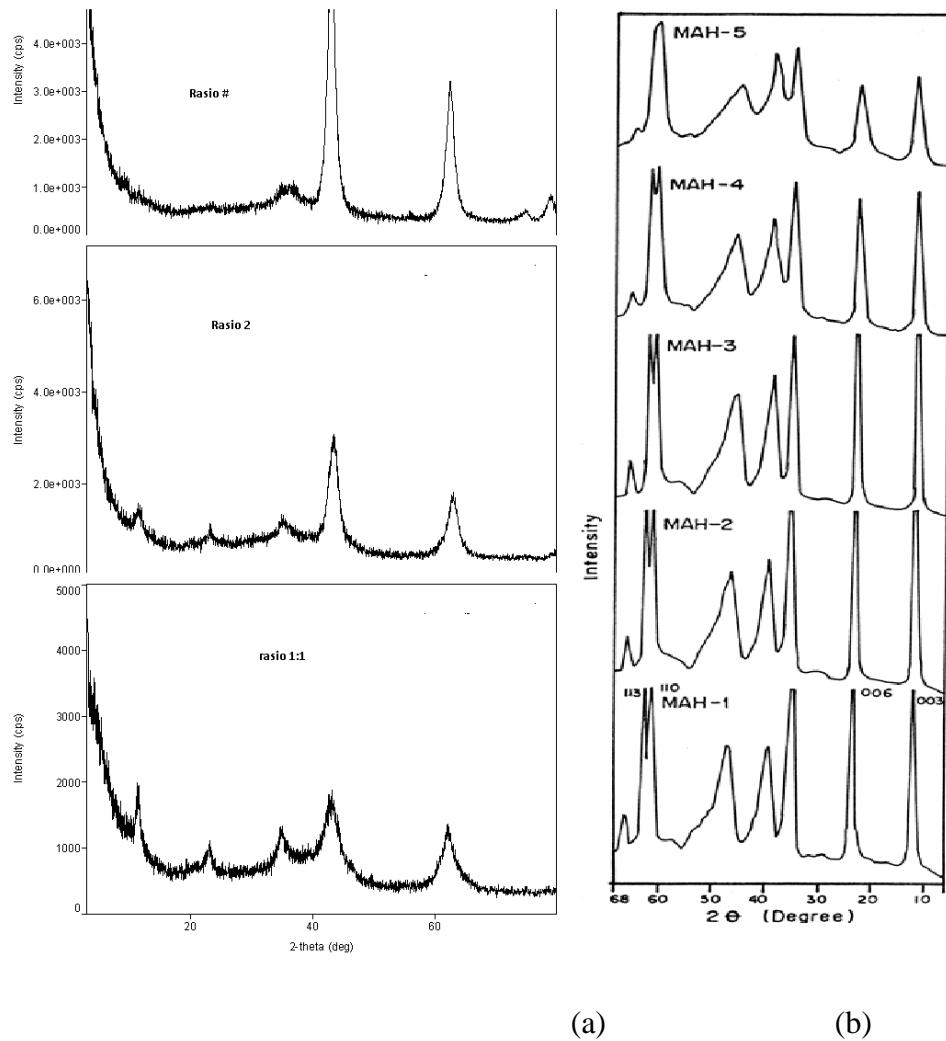


Gambar 3. Pola difraksi sinar X dari hidrotalsit pembanding,  $\text{CO}_3^{2-}$  (a) dan  $\text{NO}_3^-$  (b)  
(Klopproge, 2002)

Pola difraksi sinar X dari HT pembanding (Klopproge,2002) menunjukkan adanya 4 puncak karakteristik yang menunjukkan sampel bersifat kristalin/ terkristal dengan sempurna. Keempat puncak tersebut menunjukkan bidang (003) (006)(110) dan (113) yang menunjukkan sifat mineral clay hidrotalsit yang memiliki struktur berlapis.

a. *Variasi rasio Mg/Al*

Variasi rasio Mg/ Al memberikan perbedaan dalam. intensitas difraktogram. Hal ini terlihat pada Gambar 4.



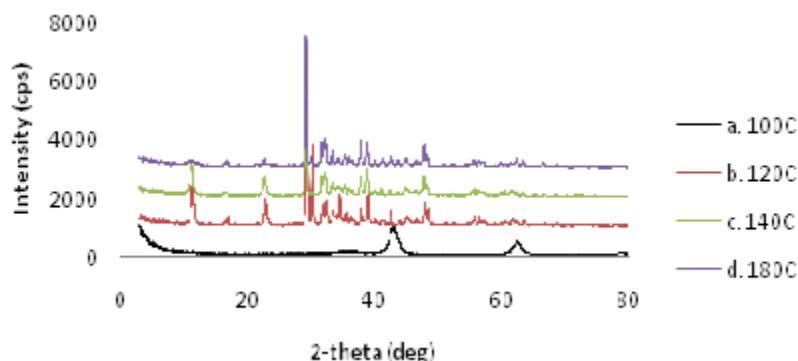
Gambar 4. Difraktogram Mg/Al HT dengan variasi rasio Mg/Al (a) hasil percobaan (b) pembanding (Parida, 2000)

Berdasarkan penelitian dari Analvis (2010), Mg-Al dengan rasio 2:1 pada difraktogram XRD memiliki tiga puncak dengan intensitas tertinggi yaitu pada harga 20 sebesar  $11,66^\circ$ ,  $23,45^\circ$ , dan  $34,57^\circ$  yang merupakan karakteristik dari senyawa hidrotalsit. Hasil percobaan menunjukkan fakta yang serupa yang diperoleh dari proses hidrotermal pada suhu  $80^\circ\text{C}$ . Semakin tinggi suhu hidrotermal, intensitas puncak difraktogram hidrotalsit semakin menurun.

#### *b. Variasi suhu hidrotermal*

Proses hidrotermal dilakukan untuk mendapatkan hasil sintesis dengan kristalinitas tertentu. Proses hidrotermal dilakukan antara suhu 80-140°C dalam wadah tertentu seperti autoklaf. Kondisi ini didesain untuk menjaga agar laju penguapan sama dengan laju kondensasi sehingga reaksi hidrotermal dapat berlangsung optimal. Hal ini sesuai dengan penelitian terdahulu tentang proses sintesis hidritalsit Mg/Al (Astuti, 2012).

Hasil analisis sampel dari variasi suhu hidrotermal disampaikan pada Gambar 5 berikut ini:

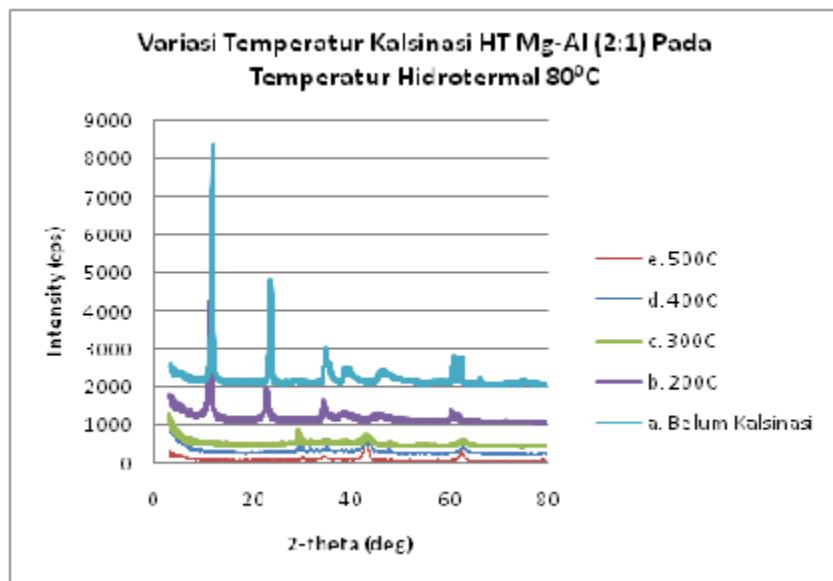


Gambar 5. Difraktogram sampel dengan variasi suhu hidrotermal ( rasio 3:1)

### c. Variasi Suhu kalsinasi

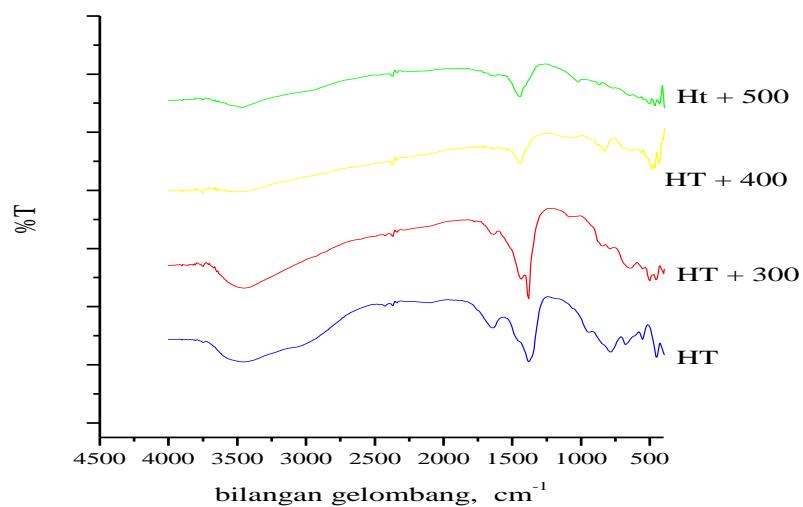
Setelah proses sintesis hidrotermal, pada sampel dilakukan proses kalsinasi. Dari difraktogram sinar X, proses kalsinasi menyebabkan puncak (003) relatif berkurang/menghilang menunjukkan struktur hidrotalsit telah rusak dengan kalsinasi pada suhu 450°C. Satu itu telah terjadi ketidakteraturan pada lapisan lapisannya. Pada sampel yang tidak dikalsinasi, intensitas puncak turun pada kenaikan rasio Mg/Al. (Parida,2000).

Hasil Analisis dengan XRD untuk variasi suhu kalsinasi disajikan dalam Gambar 6 berikut:



Gambar 6. Difraktogram sampel dengan variasi suhu kalsinasi

Selain analisis dengan difraksi sinar X, sampel juga dianalisis dengan spektrofotometer infra merah (FTIR). Spektra inframerah hidrotalsit hasil penelitian dicantumkan pada Gambar 7. Gambar ini sekaligus menyajikan hasil analisis spektrometer inframerah setelah hidrotalsit dikalsinasi dengan variasi suhu 300-500°C.



Gambar 7. Spektra inframerah hidrotalsit dan hidrotalsit terkalsinasi (rasio Mg/A; 2:1)

**Tabel 1. Rangkuman pita karakteristik HT dan HT terkalsinasi**

<b>HT (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>HT 300 (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>HT 400 (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>HT 500 (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Keterangan</b>
3456,44	3448,72	3425,58	3471,87	Ulur/stretching O-H permukaan Ht
1635,64	1635,64	1650	1635,64	Tekukan/ bending OH
1381,03	1381,03			uluran simetris nitrat
678,94	640,37		648,08	tekukan nitrat
555,50	501,49	Tidak terlihat	501,49	ulur Al-O
447,49	455,20	Tidak terlihat	450	ulurMg-O
		1442,75		

Dari spektra FTIR sebagai fungsi suhu kalsinasi dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka serapan dengan puncak melebar pada daerah 3400-3500 cm<sup>-1</sup> semakin berkurang intensitasnya. Pita ini adalah hasil vibrasi ulur (stretching) O-H dari gugus hidroksi di dalam lembaran-lembaran Mg-Al HT dengan molekul-molekul air dalam partikel atau dalam antar lapis. Di sisi lain, serapan pada daerah sekitar 1650 cm<sup>-1</sup> juga berkurang. Pita ini diduga merupakan vibrasi tekukan (*bending*) OH yang berasal dari molekul air pada adaerah antar lapis. Semakin tinggi suhu kalsinasi pita uluran simetris O=C-O pada daerah 1385 cm<sup>-1</sup> pun juga semakin berkurang. Gejala ini tampak dari hasil kalsinasi suhu 400°C hingga suhu 500°C. Hal sesuai dengan hasil penelitian terdahulu yang melaporkan dekomposisi pada 450°C (Parida 2000). Pada spektra hasil kalsinai juga tampak adanya puncak pada daerah 1442 cm<sup>-1</sup> yang belum diketahui vibrasinya.

Penelitian lain sebagai pembanding, menunjukkan adanya pita serapan pada 3000–3200 cm<sup>-1</sup> yang merupakan hasil vibrasi H<sub>2</sub>O-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Pita khas dari HT- CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> terlihat dari adanya pita yang pecah/ split di sekitar 1365 dan 1400 cm<sup>-1</sup> bersama dengan pita lemah v2 dan v4 sekitar 870 and 667cm<sup>-1</sup>. Vibrasi ulur simetri dari ion karbonat memberi puncak ‘mode’ di sekotar 1050–1060 cm<sup>-1</sup>. Pita dari CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> kuat di daerah 1360 cm<sup>-1</sup> dengan puncak lemah di 827 cm<sup>-1</sup>, dan pita pada 667 cm<sup>-1</sup> menunjukkan mode dari bidang-bidang HT. Simetri dari NO<sub>3</sub><sup>-</sup> tidak berubah saat berada dalam lapisan HT (Kloprogge, 2002)

Dilihat dari spektra inframerah pembanding, hidrotalsit tanpa kalsinasi memiliki puncak lebar antara  $4000\text{-}2700\text{ cm}^{-1}$  yang berkaitan dengan vibrasi deformasi superimposisi dari air yang diserap secara fisisorbsi., vibrasi dari gugus OH dalam struktur, vibrasi HO...OH dan atau  $\text{CO}_2\text{-OH}$  dalam hidrotalsit dan karakteristik vibrasi ulur dari ikatan Mg–OH dalam Mg/ Al hidroksikarbonat. Pita serapan di daerah  $1632\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi bending dari H-O-H. yang dari air yang terabsorb dalam antar lapis hidrotalsit (Parida, 2000).

Serapan intensif pada daerah  $1383\text{ cm}$  merupakan serapan  $\text{CO}_2$  dan impuritis dari  $\text{NO}_3^-$  yang merupakan hasil dari larutan dalam proses sintesis. Adanya doublet pada sekitar bilangan gelombang  $791$  dan  $663\text{ cm}^{-1}$  bertepatan dengan posisi dan rasio intensitas dari vibrasi karakteristik hidrotalsit. Selama kalsinasi terjadi penurunan intensitas yang signifikan dari puncak vibrasi air dan karbonat. Hal ini tentu sesuai dengan adanya kehilangan air dan  $\text{CO}_2$  selama pemanasan. (Parida, 2000).

Berkaitan dengan proses kalsinasi, ada berbagai aspek yang dapat diamati. Kalsinasi memberikan pengaruh terhadap kapasitas serapan Hidrotalsit sebagai adsorben. HT yang dikalsinasi pada sekitar  $500^\circ\text{C}$  dengan rasio Mg/Al 4 menunjukkan kapasitas absorpsi yang paling besar dibanding yang tidak dikalsinasi (Liang, 2007)

Suhu kalsinasi biasanya bervariasi antara  $573\text{-}773\text{ K}$ . Kalsinasi dapat secara efektif merusak struktur hidrotalsit. Hidrotalsit terkalsinasi, calcined hydrotalcite (C-HT) dapat dikembalikan ke struktur semula dengan penambahan air dan anion. Air dan anion dapat diserap ke dalam antar lapis. Anion yang diserap tidak selalu harus sama dengan anion asalnya, misalnya nitrat dapat diganti dengan karbonat atau hidroksida. Kondisi ini dapat menjadi sebuah ‘efek memori’ yang berguna untuk menghilangkan atau menyerap anion tertentu seperti polutan berbahaya, baik organik maupun anorganik. “Efek memori” juga dapat dimanfaatkan untuk aplikasi katalisis (Ericson, 2005).

Anion yang terdapat dalam antar lapis memberikan perbedaan karakteristik. Stabilitas termal dari HT dengan anion oksalat lebih tinggi daripada karbonat. Masing masing memiliki suhu dekomposisi  $523\text{ K}$  dan  $473\text{ K}$ . Sifat basisitas anion antar lapis

adalah faktor kunci dari proses dehidroksilasi. Jika basisitas rendah lebih stabil secara termal, atau lebih tahan terhadap pemanasan. (Roelofs, 2002.)

#### **D. Preparasi Hidrotalsit sebagai katalis**

Fungsi penting dari aplikasi hidrotalsit (HT) adalah sebagai katalis. Sebelum digunakan sebagai katalis, hidrotalsit hasil sintesis perlu dipreparasi dan dioptimasi untuk mendapatkan kualifikasi katalis yang dibutuhkan. Salah satu tahap aktivasi hidrotalsit sebagai katalis adalah proses kalsinasi. Setelah proses kalsinasi diperlukan rekonstruksi struktur Ht dengan rehidrasi. Beberapa proses preparasi katalis kondensasi aldol dipersiapkan untuk aplikasi reaksi.

Salah satu hal yang menarik dari efek kalsinasi pada hidrotalsit adalah, terdekomposisinya menjadi campuran oksida setelah dikalsinasi pada 725-775 K. Calcinated hidrotalcite (CHT) memiliki luas area permukaan yang besar dengan karakteristik basa Lewis. Kondisi ini menjadi peluang yang baik untuk digunakan sebagai katalis (Roelofs, 2002).

Berdasarkan penelitian Rao (1998) hidrotalsit yang tidak dikalsinasi tidak memiliki aktivitas katalisis. HT dengan kalsinasi 723 K yang diikuti rehidrasi dengan uap air pada suhu kamar memiliki sifat katalis yang baik. Hidrotalsit ini dipakai dalam katalisis reaksi kondensasi aldol dari benzaldehid dan aseton pada suhu kamar. Hasil aldol yang terbentuk lebih dari 85 % pada aktivasi optimum. Aktivitas yang lebih tinggi pada HT yang direhidrasi memberikan kesimpulan bahwa aldolisasi dalam fasa heterogen dikatalisis oleh ion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ).

Dua metode rehidrasi adalah fasa cair dan gas. kondensasi aldol. Campuran oksida Mg-Al yang direhidrasi dengan fasa gas (HT RG) memberikan hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan Ht yang direhidrasi dengan fasa cair (RGRL). Keduanya memiliki sifat tekstur yang jauh berbeda yang memberi efek pada sifat katalisisnya. Efek memori mempengaruhi derajat rekonstruksi dari struktur lamelar saat oksida direhidrasi dengan fase gas, lebih kukat dari rehidrasi fasa cair. Sifat katalis banyak ditentukan oleh karakter basa (Lewis) dari tepi/antar muka hidrotalsit (Abello, 2005).

## BAB VI

### RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA

Rencana penelitian tahun ke-2 adalah aplikasi HT Mg/Al hasil sintesis tahun ke-1 sebagai katalis heterogen pada reaksi kondensasi aldol silang. Sebelum digunakan sebagai katalis, HT Mg/Al terkalsinasi diuji luas pori dan komposisi kimianya terlebih dahulu. Uji luas pori dilakukan di ATK Yogyakarta dan uji komposisi kimia dilakukan menggunakan AAS di laboratorium Kimia Anorganik FMIPA UNY. Kedua uji ini belum sempat dilaksanakan pada tahun pertama karena waktu yang sangat sempit dan untuk untuk analisis pori harus antri menunggu.

Reaksi kondensasi aldol silang dilakukan antara sinamaldehida dengan aseton menggunakan katalis heterogen HT Mg/Al terkalsinasi. Sintesis menggunakan NaOH sebagai katalis homogen dilakukan secara bersamaan untuk digunakan sebagai pembanding.

Reaksi kondensasi aldol silang dilakukan dengan beberapa cara untuk optimasi, yaitu variasi suhu, variasi katalis, variasi rasio mol sinamaldehida:aseton dan variasi metode. Variasi suhu dilakukan pada suhu 10°C (menggunakan bak es) dan reaksi pada suhu kamar. Variasi katalis dilakukan menggunakan HT Mg/Al dan NaOH sebagai pembanding. Variasi rasio mol yang digunakan adalah sinamaldehida-aseton 2:1 dan 1:2. Variasi metode yang digunakan adalah metode pengadukan biasa menggunakan stirrer dan menggunakan microwave.

Karakterisasi hasil sintesis senyawa sinamalaseton dan disinamalaseton dilakukan menggunakan NMR satu dan dua dimensi serta FTIR. Uji potensi sebagai tabir surya dilakukan menggunakan spectrometer UV.

## **BAB VII.** **KESIMPULAN DAN SARAN**

### **A. KESIMPULAN**

Hidrotalsit Mg/Al telah berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi hidrotermal. Variasi mol Mg/Al pada sintesis HT yang telah dilakukan adalah 1:1, 2:1, 3:1 dan 4:1. Hasil terbaik adalah HT dengan perbandingan mol Mg/Al 3:1 dengan suhu hidrotermal 100<sup>0</sup>C. Preparasi HT sebagai katalis dilakukan dengan kalsinasi HT pada suhu 500<sup>0</sup>C. Hasil XRD dari HT sebelum dan sesudah kalsinasi menunjukkan bahwa preparasi HT sebagai katalis heterogen telah berhasil dilakukan.

### **B. SARAN**

1. Penelitian ini masih memerlukan beberapa data untuk karakterisasi HT Mg/Al.
2. Perlu dilakukan penukar kation dan anion lain untuk mendapatkan katalis HT yang sesuai untuk reaksi kondensasi aldol silang.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abello, S., Medina, F., Tichit, D., Ramirez, J., Groen, JC., Sueiras, JE. Salagre, P., and Cesteros Y., 2005, Aldol Condensations Over Reconstructed Mg-Al Hydrotalcites:Structure–Activity Relationships Related to the Rehydration Method, *Chem. Eur. J.*, 11, 728 – 739
- Astuti, 2012, Sintesis Mg-Al Diklorfenak Hidrotalsit melalui Reaksi penukaran Ion, tesis, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Bruice, P.Y., 2007, *Organic Chemistry*, Fifth edition, New York
- Cativiela, C.; Figueras, F.; Garcia, J. I.; Mayoral, J. A.; Zurbano, M. M., 2004, Hydrotalcite-like anionic clays in catalytic organic reactions, *Synth. Commun.* 25, 1745
- Cavani, F., Trifiro, F., Vaccari, A., 1991, Hydrotalcite-type Anionic Clays: Preparation, Properties and Applications, *Catalysis Today*, 11, 173-301
- Choudary BM, Kantam<sup>a</sup>, ML., Kavita, B., Reddy, CV., Rao, KK., Figueras' F., Aldol condensations catalysed by novel Mg-Al-O-t-Bu hydrotalcite, *Tetrahedron Letters*, Volume 39, Issue 21, 21 May 1998, Pages 3555–3558.
- Climent, M. J.; Corma, A.; Iborra, S.; Primo, J., 2005, Hydrotalcites as base catalysts. Kinetics of Claisen-Schmidt condensation, intramolecular condensation of acetylacetone and synthesis of chalcone, *J. Catal.* 151, 60
- Fernando Gazali, 2007, Tabir surya, <http://www.tanyadokteranda.com> (diakses 29 Januari 2012)
- Frost, R.L., Musumeci, A.W., Kloprogge, J.T., Weier, M.L., Adebajo, M.O. and Martens, W., 2006, Thermal decomposition of synthetic hydrotalcites reevesite and pyroaurite, *J. Thermal Anal. Calorimetry*, 86(1), 205-209
- Guida, A., Lhouty, M.H., Tichit,D., Figueras, F. and Geneste, p., 1997, Hydrotalcites as Base Catalysts. Kinetics of Claisen-Schmidt Condensation of acetylacetone and synthesis of Chalcone, *Applied Catalysis A General*, Vol 164, Issues 1-2, 251-264
- Handayani, S., and Arty I.S, 2009, Synthesis and Activity Test of Some Compounds 1,5-diphenyl-1,4-pentadiene-3-one as Potensial Sun Screen Material, Proceeding 1<sup>st</sup> International Seminar on science and Technology (ISSTEC), Yogyakarta, Indonesia

Handayani, S., Indyah Sulistyo Arty, Retno Arianingrum, 2008, The Study of Crossed Aldol Condensation at The Synthesis of Asymmetric Dibenzalacetone, Proceeding of PACCION, Phitsanulok, Thailand

Handayani, S., Sabirin Matsjeh, Chairil Anwar, Sri Atun, (2010), Synthesis and Activity Test as Antioxidant of Two Hydroxydibenzalacetones, Proceeding of PACCION 2010, Ubon Ratchatani University, Thailand

Handayani,S., Matsjeh,S., Anwar, S., Atun, S and Fatimah, I., 2012, Reaction Efficiency of Crossed-Aldol Condensation between Acetone and Benzaldehyde over  $ZrO_2$  and  $ZrO_2$ -montmorillonite Catalyst, *J. Appl. Sci. Res.*, Vol 8 No 5.

Ike Yuliastuti, Jumina. (2002). Pemodelan dan sintesis senyawa penyerap sinar UV 3,4-Dimetoksi heksil sinamat berdasarkan pendekatan kimia komputasi. Yogyakarta : FMIPA UGM

Iqmal Tahir, Kama Wijaya, Titik Subami, Tutik Dwi Wahyuningsih. (2004). Analisis In Silica Senyawa Tabir Surya Alkil Sinamat Berdasarkan Perhitungan Elektronik dengan Metode ZINDO/s. *Indonesian Jour.of Chem.* Vol.II. No.3. 230-240. Yogyakarta. UGM.

Kloprogge, JT., Wharton,D., Hickey, L., And Frost, RL.,Infrared and Raman study of interlayer anions  $CO_3^{2-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$  and  $ClO_4^-$  in Mg/Alhydrotalcite, *American Mineralogist*, Vol.87, p. 623–629, 2002

Koteswara Rao, K.; Gravelle, M.; Valente, J.; Figueras, F. 1998, The aldol condensation of acetaldehyde and heptanal on hydrotalcite-type catalysts, *J. Catal.*, 173, 115

Kustrowski, P., Sulkwska D., Chmielarz, L., Lasocha, A., Dudek, B., Dziembaj, R., 2005, Influence of Thermal Treatment Conditions on the Activity of Hydrotalcite-derived Mg-Al oxides in the Aldol Condensation of Acetones, *Micro. Meso. Mat.* 1, 11-22

Kusumawardani, C., Santosa, S.J., Siddiq, Z., 2006, Synthesis of Mg-Zn Hydrotalcite and Its Application on Humic Acid Isolation, International Conference of Young Chemist, Universiti Sains Malaya, Penang, Malaysia

Liang LV., Wang, Y., Wei, M., Cheng, JJ.,2008, Bromide ion removal from contaminated water by calcined and uncalcined MgAl-CO<sub>3</sub> layered double hydroxides, *Journal of Hazardous Materials* 152 (2008) 1130–1137

Miyata, S., dan Okada, A., 2001, Synthesis of Hydrotalcite-Like Compounds and Their Physico-Chemical Properties the system  $Mg^{2+}$ - $Al^{3+}$ - $SO_4^{2-}$  dan  $Mg^{2+}$ - $Al^{3+}$ - $CrO_4^{2-}$ , *Clay and Clays Mineral*, 25, 14-18

- Negron, G., Guerra, N., Lomas, L., Gavino, R., Cardenas, G., 2003, Calcined Mg-Al hydrotalcites catalyst in the regioselective synthesis of silylated vicinal azidohydrins, *Regional Issue "Organic Chemistry in Mexico*, 11, 179-184
- Ookubo, A., Ooi, K., and Hayashi, K., 1993, Chloride-hydrogenophosphate ion exchange into the zinc–aluminium–chloride layered double hydroxide *Langmuir*, 9, 1418-1422
- Perez, C.N., Perez, C.A., Henriques, C.A. and Monteiro, J.L.F., 2004, Hydrotalcites as Precursors for Mg,Al-mixed oxides Used as Catalysts on the Aldol Condensation of Citral with Acetone, *Applied Catalysis A: General*, 272, 229-240
- Rao, KK., Gravelle, M., JS., Figueras, F., Activation of Mg–Al Hydrotalcite Catalysts for Aldol Condensation Reactions, *J. of Catalysis*, 1998, Vol.173, Iss 1, p. 115–12
- Reichle, T.W., 1995, Synthesis of anionic clay minerals (mixed metal hydroxides, hydrotalcite), *Sol. State. Ionic*, 51, 135-141
- Roelofs, J. C. A. A.; van Dillen, A. J.; de Jong, K. P., 2000, Aldol condensations catalysed by novel Mg-Al-O-t-Bu hydrotalcite, *Catal. Today*, 60, 297-308
- Roelofs, JCAA., van Bokhoven, JA., van Dillen, AJ., Geus, JW., and de Jong, KP., The Thermal Decomposition of Mg±Al Hydrotalcites: Effects of Interlayer Anions and Characteristics of the Final Structure, *Chem. Eur. J.* 2002, V 8, No. 24
- Sasaki, T., Liu, Z., Ma, R., Osada, M., Iyi, N., Ebina, Y., and Takada, K., 2005, , *JACS articles*, 128, 4872-4880
- Scott, F., Fujiwara, M.; Tanaka, M.; Baba, A.; Ando, H.; Souma, Y. (2004) *Tetrahedron Letters*, 36, 4849
- Sunden, H., Ibrahim, I., Zhao, G.L., Eriksson, L., Cordova, A., 2007, Catalytic Enantioselective Domino Oxa-Michael/Aldol Condensations: Asymmetric Synthesis of Benzopyran Derivatives, *Chem. Eur. J.* 13, 574-581
- Suzuki, E. Dan Ono, Y., 2004, Aldol Condensation Reaction between Formaldehyde and Acetone over Heat-Treated Synthetic Hydrotalcite and Hydrotalcite-like Compounds, *Bull.Chem.Soc.Jpn*, 61, 1008-1010
- Suzuki, E.; Okamoto, M.; Ono, Y., 2003, Catalysis by synthetic hydrotalcite-like materials in halide exchange between alkyl halides, *J. Mol. Catal.*, 61, 283
- Wijayadi, E. N., 2008, Sintesis Zn/Al Hydrotalcite Terinterkalasi Fosfat dan Aplikasinya pada Adsorbsi Ion Cr<sup>3+</sup>, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta

# **LAMPIRAN**

**PERSONALIA PENELITI**

No	Peneliti	Kualifikasi	
1	Dr. Sri Handayani	Posisi : Ketua NIDN : 0013077006 Pangkat/Golongan : Pembina IV/a, Jabatan : Lektor Kepala	
2	Dr. Cahyorini Kusumawardani	Posisi : Anggota 1 NIDN : 0023077704 Pangkat/Golongan : Penata III/c Jabatan : Lektor	
3	Kun Sri Budiasih, M.Si	Posisi : Anggota 2 NIDN : 0002027213 Pangkat/Golongan : Penata III/c Jabatan : Lektor	