

Penggunaan KBr dalam Pembuatan Asam α -Naftalenasetat

Riswiyanto, Nur Franisal, Titik Tri Novita

Departemen Kimia, FMIPA – Universitas Indonesia, Depok

Abstrak

Didalam dunia tumbuhan, zat pengatur tumbuh mempunyai peranan dalam pertumbuhan dan perkembangan untuk kelangsungan hidupnya. Zat pengatur tumbuh pada tanaman adalah senyawa organik yang bukan hara, yang dalam jumlah sedikit dapat mendukung, menghambat dan dapat merubah proses fisiologi tumbuhan. Salah satu pengatur tumbuh yang dikenal adalah asam 1-Naftalenasetat (NAA). Asam 1-Naftalenasetat berguna dalam mempercepat pembentukan akar dan meningkatkan jumlah akar. Selain itu berfungsi dalam mengaktifkan enzim-enzim yang berperan dalam pembuatan komponen sel, sehingga memulai terjadinya pembelahan sel-sel dengan cepat. Tujuan dari penelitian ini adalah mencoba membuat dan mengkarakterisasi asam 1-Naftalenasetat. NAA dibuat dengan mereaksikan naftalen dan asam kloroasetat dengan adanya KBr. Pada reaksi ini dilakukan variasi jumlah mol dari pencampuran. Campuran naftalen dan asam kloroasetat dipanaskan dengan refluks selama 8 jam. Hasil yang dapat dipisahkan dan dimurnikan, kemudian dianalisis dengan pengukuran titik leleh, spektrofotometer Infra-Merah dan pengukuran spektrum massa. Dari spektrum yang diperoleh, NAA telah berhasil disintesa dengan hasil 3,87 %.

Kata kunci: Nafialenat, spektrum massa, spektrum Infra merah

1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara agraris yang sebagian penduduknya bekerja sebagai petani. Selama ini para petani berusaha mencari bibit yang terbaik untuk ditanam pada lahannya. Sebagian besar petani berpendapat bahwa bibit tanaman yang adalah bibit tanaman yang tahan terhadap penyakit dan hama tanaman. Padahal dengan semakin meningkatnya jumlah penduduk Indonesia, tingkat kebutuhan masyarakat akan bahan makanan juga semakin tinggi. Sehingga bibit yang baik hendaknya dapat pula tumbuh dengan cepat dan dapat dipanen dalam waktu yang singkat.

Pada saat ini teknik pemilihan tanaman akan diperbaharui oleh berbagai perkembangan dan inovasi dalam bidang rekayasa genetika pada umumnya dan kultur jaringan khususnya. Untuk keperluan teknologi ini dibutuhkan adanya zat pengatur tumbuh tanaman yang membantu dalam perkembangan dan pertumbuhan tanaman. Dalam dunia tumbuhan, zat pengatur tumbuh mempunyai peranan dalam perkembangan dan pertumbuhan (growth and development) untuk kelangsungan hidupnya. Seorang ahli fisiologi Jerman telah diketemukan bahwa "Ohne Wuchstoff, kein wachstum" artinya; Tanpa zat pengatur tumbuh berarti tidak ada pertumbuhan.

Secara terminologi, para ahli fisiologi tumbuhan telah diberi batasan-batasan tentang zat pengatur

tumbuh (growth regulator), hormon dan hara, yang dalam jumlah sedikit dapat mendukung, menghambat dan dapat merubah proses fisiologi tumbuhan. Tujuan penelitian ini adalah :

- (1). Mensintesa asam 1-Naftalenasetat yang berguna sebagai zat pengatur tumbuh tanaman dengan mereaksikan antara naftalen dan asam kloroasetat dengan katalis KBr.
- (2). Mempelajari pengaruh jumlah mol yang dapat digunakan pada reaksi ini.
- (3). Mengkaractersasi produk yang dihasilkan dalam reaksi ini.

Penelitian diawali dengan memanaskan asam kloroasetat dan KBr hingga asam kloroasetat meleleh. Setelah waktu tertentu, selanjutnya dimasukkan naftalen. Pencampuran dilakukan dengan memvariasikan jumlah mol reaktan sampai terbentuk produk. Selanjutnya dilakukan pemisahan dan pemurnian. Produk yang terbentuk diidentifikasi dengan spektrofotometer-infra red dan spektrum massa. Berdasarkan data spektroskopi, menunjukkan adanya produk yang diinginkan dengan persen hasil 3,87 %.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Pembuatan asam 1-Naftalenasetat.

Percobaan diawali dengan memanaskan asam kloroasetat dan kalium bromida sampai asam

kloroasetat meleleh dalam labu bulat leher dua 100 ml, kemudian mempertahankan temperatur campuran reaksi diatas titik leleh asam kloroasetat (60°C) selama 0,5 jam. Setelah itu menambahkan naftalen ke dalam campuran di atas. Jumlah naftalen, asam kloroasetat dan kalium bromida divariasikan seperti terlihat pada Tabel 1.

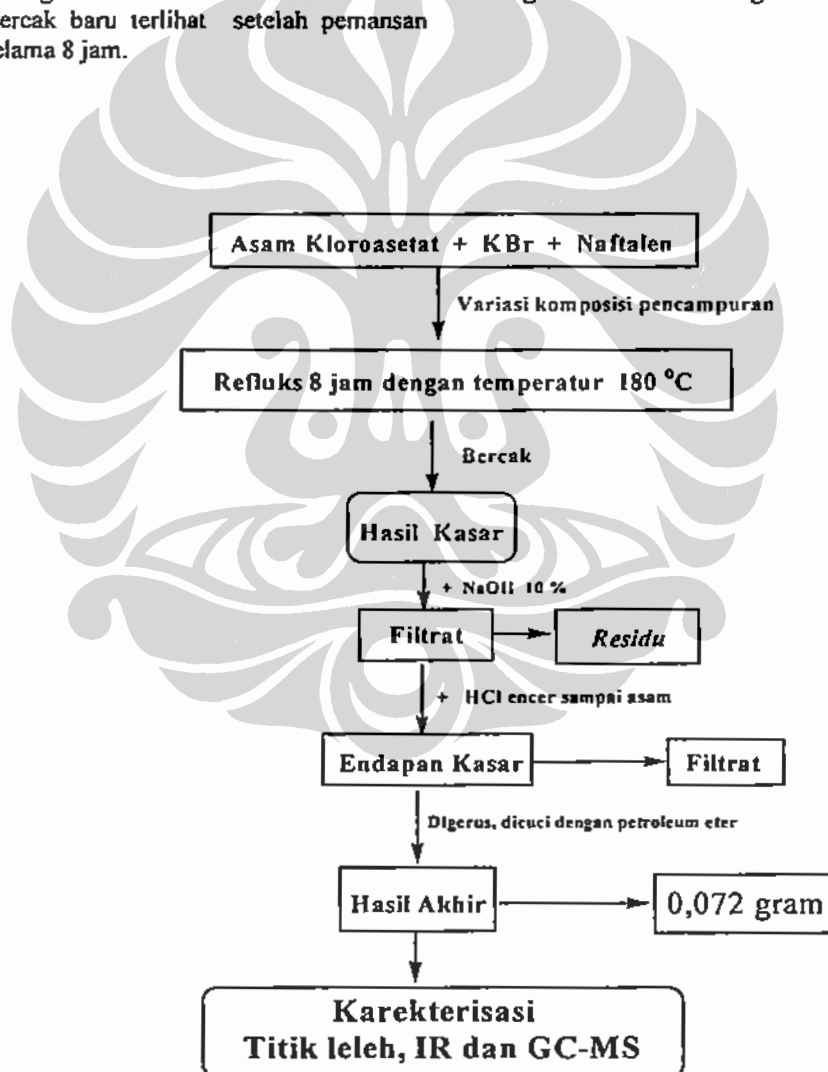
Tahap berikutnya adalah memanaskan campuran naftalen dan asam kloroasetat dengan peralatan reflux pada temperatur didih campuran yaitu 180°C selama 8 jam. Pemeriksaan sampel dilakukan pada saat pemanasan telah berlangsung selama 4 jam dan berikutnya setiap 1 jam selama reaksi berlangsung. Sampel dikembangkan pada lempeng TLC dengan larutan pengembang kloroform. Bercak yang didapat dibandingkan dengan bercak dari naftalen dan asam kloroasetat. Bercak baru terlihat setelah pemanasan berlangsung selama 8 jam.

Tahap berikutnya adalah melakukan pemisahan produk yang diinginkan dengan memanaskan campuran reaksi dengan NaOH 10% sebanyak 25 ml kemudian menyaringnya. Filtrat yang didapat diasamkan dengan HCl encer sampai terbentuk endapan. Endapan yang didapat disaring lalu dikeringkan. Setelah endapan kering, lalu endapan dihaluskan sampai berbentuk bubuk, kemudian dicuci dengan petroleum eter, lalu dikeringkan.

Endapan yang didapat berwarna abu-abu gelap, yang selanjutnya diukur titik lelehnya, kemudian dikarakterisasi dengan IR dan GC-MS.

2.2 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang telah dilakukan dapat digambarkan secara diagram alir seperti di bawah ini.



3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tiga tahap utama yang dilakukan dalam penelitian ini adalah: (1) mempelajari prosedur reaksi pembuatan asam 1-naftalenaetat dan asam kloroasetat dengan katalis KBr, (2) mempelajari pengaruh jumlah mol yang dapat digunakan pada reaksi ini; (3) mengkarakterisasi produk yang dihasilkan dalam reaksi ini.

3.1 Penentuan jumlah mol reaktan yang digunakan

Dalam menentukan prosedur yang baik bagi sintesis kimia organik, hal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah mengerjakan tahapan kerja yang sama seperti dalam literatur. Percobaan diawali dengan memanaskan asam kloroasetat dan KBr hingga asam kloroasetat meleleh dan membiarkan campuran pada titik leleh asam kloroasetat (60°C) selama setengah jam. Selanjutnya menambahkan naftalen dan memanaskannya pada suhu 180°C yaitu pada titik didih campuran dengan peralatan refluks.

Pada Tabel 2 terlihat bahwa tidak pada semua komposisi reaktan dapat terjadi reaksi. Hal ini terbukti dengan tidak adanya bercak baru setelah pemanasan selama 8 jam. Adanya bercak baru menandakan terjadinya reaksi antara naftalen dan asam kloroasetat.

Jumlah mmol asam kloroasetat yang digunakan lebih besar dari jumlah mmol naftalen. Hal ini disebutkan dalam literatur bahwa antara naftalen dan asam kloroasetat dapat terjadi reaksi bila jumlah dari asam kloroasetat dibuat berlebih. Sehingga reaksi yang berlangsung adalah reaksi SE_1 .

Pada percobaan kelima, dengan komposisi 30 mmol asam kloroasetat dan 10 mmol naftalen menunjukkan adanya bercak baru. Dari penampakan bercak pada lempeng TLC didapat 3 bercak. Bercak pertama adalah bercak dari naftalen dengan $R_f = 0,85$, sedangkan 0,42 adalah R_f dari asam kloroasetat.

Sedangkan bercak baru yang terlihat mempunyai $R_f = 0,64$ yang diduga merupakan hasil reaksi yaitu asam 1-naftalen asetat.

Untuk mendapatkan asam naftalenasetat, campuran reaksi hasil pemanasan 8 jam ditambahkan dengan larutan NaOH 10% lalu dipanaskan sampai larut. NaOH digunakan selain untuk menetralkan HCl yang terbentuk juga untuk membentuk garam dari asam naftalen asetat yang larut dalam air. Campuran larutan itu kemudian disaring dan filtrat hasil saringan diasamkan dengan larutan HCl encer hingga terbentuk endapan (diperkirakan asam naftalenasetat). Endapan yang didapat berwarna abu-abu gelap dan selanjutnya endapan ini dimurnikan dengan pelarut petroleum eter. Penampakan bercak produk akhir pada lempeng TLC mempunyai satu bercak dengan $R_f = 0,64$ dan produk akhir ini diuji titik lelehnya, yang ternyata adalah sebesar 126 – 130°C. Titik leleh ini mendekati trayek titik leleh asam naftalenasetat dalam literatur yaitu 126 – 129°C.

Produk akhir yang didapat mempunyai berat 0,072 gram yaitu sekitar 3,87% dari berat yang seharusnya yaitu 1,8613 gram. Hal ini mungkin disebabkan:

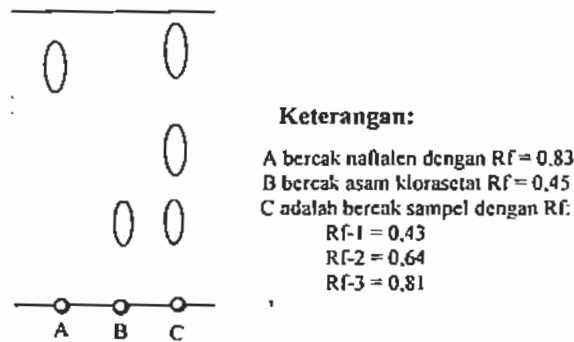
1. Adanya sebagian dari naftalen yang tersublimasi dimulut labu bulat, sehingga reaksi terjadi tidak stokiometri.
2. Prosedur yang digunakan adalah prosedur paten yang tidak diketahui persen hasil yang diperoleh.

3.2 Pembuatan asam 1-naftalenasetat dari naftalen

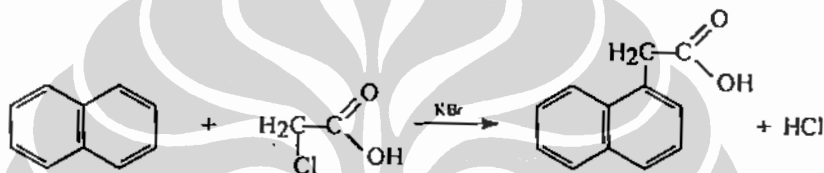
Asam 1-naftalenasetat dibuat dengan mereaksikan antara naftalen dengan asam kloroasetat. Reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi elektrofilik pada posisi 1 dari naftalen oleh kloroasetat. Asam kloroasetat sebagai elektrofil akan melepaskan gugus klor yang merupakan gugus yang mudah dilepas (good leaving group).

Tabel 1. Variasi jumlah mol pencampuran

Asam kloroasetat (mmol)	Naftalen (mmol)	KBr (mmol)	Hasil
4,40	4,00	0,80	-
6,00	4,00	1,00	-
7,50	4,90	1,25	-
15,00	10,00	2,50	-
30,00	10,00	5,00	bercak
30,00	20,00	5,00	-



Gambar 1. Penampakan bercak pada plat TLC

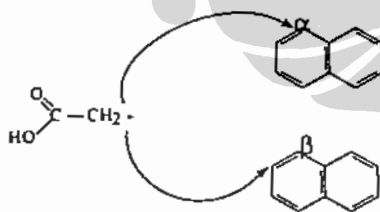
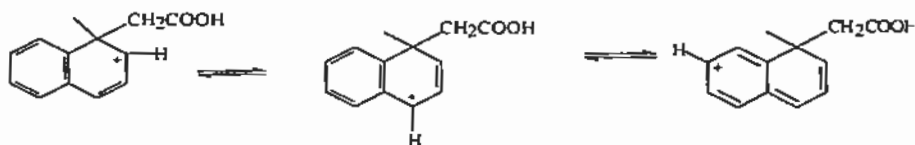
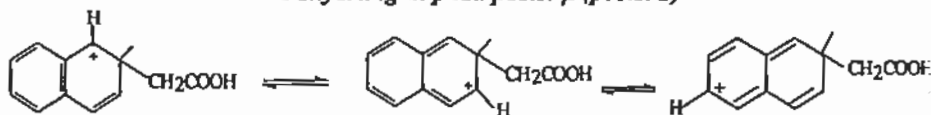


Gambar 2. Reaksi pembuatan Asam Naftalen Asetat

Orientasi penyerangan elektrofilik pada naftalen.

Sebagai elektrofil, karbokation asam asetat akan menyerang cincin naftalen yang akan membentuk intermediet ion karbonium yang stabil. Naftalen mempunyai dua posisi yang dapat diserang oleh suatu elektrofil, yaitu pada posisi α dan β . Terlihat dari ilustrasi berikut ini

Penyerangan pada posisi α (posisi-1) lebih disukai daripada posisi β (posisi-2). Hal ini disebabkan oleh adanya struktur resonansi dari zat antara substitusi pada posisi-1 yang menunjukkan adanya sumbangan elektron ada yang berasal dari 2 cincin benzen yang masih utuh dibandingkan satu cincin benzen pada posisi-2, seperti terlihat pada struktur resonansi di bawah ini:

**Penyerangan pada posisi α (posisi 1)****Penyerangan pada posisi β (posisi 2)**

3. Analisis Spektroskopi Asam α Naftalen Asetat

Spektrum Infra Red

Pita serapan yang dihasilkan adalah sebagai berikut: $3172 - 2605 \text{ cm}^{-1}$, merupakan serapan dari gugus asam karboksilat. 1702 cm^{-1} , merupakan vibrasi regangan dari gugus karbonil. 1627 cm^{-1} , 1562 cm^{-1} , 1459 cm^{-1} dan 780 cm^{-1} , merupakan sidik jari untuk cincin aromatik naftalen.

Spektra GC - MS

Puncak molekul ion : $m/z = 186 (M^+)$

Puncak-puncak lain: $m/z = 142 (M^+ - COO)$

$m/z = 141 (M^+ - COOH)$

$m/z = 115 (M^+ - HCCHCOH)$

Dari data spektroskopi terlihat bahwa asam 1-naftalenasetat telah berhasil dibuat dan pada hasil pengukuran GC-MS yang menunjukkan kemungkinan berat molekul asam 1-naftalenasetat. Pada spektrum GC-MS juga memberikan fragmentasi dari asam 1-naftalenasetat. Spektrum MS ini memiliki kemiripan dengan spektrum asam 1-naftalenasetat dari literatur.

4. KESIMPULAN

Beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Asam 1-naftalenasetat dapat dibuat dengan mereaksikan naftalen dan asam kloroasetat dengan adanya katalis KBr dan perbandingan jumlah mmol yang digunakan yaitu 30 mmol asam kloroasetat dan 10 mmol naftalen walaupun persen hasil yang diperoleh masih kecil, yaitu sekitar 3,87%.
2. Variasi yang dilakukan hanya menentukan perbandingan jumlah mmol pencampuran, oleh karenanya kondisi optimum dalam pembuatan asam 1-naftalenasetat belum tercapai.

DAFTAR PUSTAKA

1. Moore, Thomas C., *Biochemistry and Physiology of Plant Hormones*, 2nd ed., Springer-Verlag, New York, USA 1989.
2. Watimena, G.a., *Efek Fisiologi dari Sitokinin, Zat Pengatur Tumbuh Tanaman*, Pusat Antar Universitas, IPB, Bogor, 1998.
3. Leopold, A.C. and Kriedemman, P.E., *Plant Regulator and Development*, 2nd ed., Tata Mc Graw-Hill. Co. Ltd., New Delhi, 1975.
4. Parker, Sybil P. (ed), *McGraw-Hill Dictionary of Chemistry*, McGraw-Hill, 1997.

5. Sittig Marshal., *Pesticides Process Encyclopedia, Chemical Technology Review No. 81*, Park Ridge, New Jersey, USA, 1997.
6. Unger, Thomas A., *Pesticides Synthesis Handbook*, Naves Publications., Park Ridge., New Jersey, USA, 1996
7. Lide., David R. and Milne ,G.W.A., *Handbook of Data on Organic Compound*, 3rd ed., CRC Press Inc., 1994.