

Pengembangan, Karakterisasi dan Pemanfaatan Katalis Hidrogel, Fungsional Aminopropil dan Magnetik Baru dari Kitosan dalam Sintesis Senyawa Kalkon

Hernawan

17/420347/SPA/00616

INTISARI

Telah dilakukan pembuatan dan pemanfaatan katalis dari kitosan dalam sintesis senyawa kalkon. Kalkon secara umum disintesis menggunakan reaksi Claisen-Schmidt, menggunakan katalis homogen basa kuat. Penggunaan katalis heterogen basa dari biomassa memungkinkan peluang baru untuk pengembangan organokatalis heterogen untuk kondensasi Claisen-Schmidt. Penelitian ini bertujuan mengembangkan katalis heterogen basa dari kitosan untuk sintesis senyawa kalkon.

Katalis kitosan dibuat dengan memodifikasi kitosan menjadi kitosan hidrogel, kitosan berpori yang terfungsionalisasi gugus aminopropil dan katalis magnetik kitosan berpori terfungsionalisasi gugus aminopropil. Katalis basa padat kitosan berpori yang terfungsionalisasi gugus aminopropil dibuat dari kitosan berpori yang dicangkok dengan variasi jumlah aminopropiltrimetoksisilane (APTMS). Katalis magnetik kitosan berpori yang terfungsionalisasi gugus aminopropil dibuat dengan menyisipkan nanopartikel Fe_3O_4 (NPS) ke dalam kitosan berpori yang terfungsionalisasi gugus aminopropil. Bahan katalis kitosan yang telah disiapkan dikarakterisasi dengan N_2 -sorpsi, FTIR, SEM, dan tingkat kebasaaan. Pengujian aktivitas katalis dilakukan untuk reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan variasi waktu reaksi, massa katalis, suhu reaksi dan uji penggunaan ulang (*reusability*).

Hasil penelitian menunjukkan katalis kitosan hidrogel dapat digunakan sebagai katalis dalam sintesis senyawa kalkon pada kondisi reaksi refluks suhu 60 °C, selama 24 jam, berat katalis 100 mg dalam pelarut etanol dengan rendemen terbaik 45,5%. Perbandingan kitosan: APTMS berpengaruh signifikan terhadap sifat fisikokimia katalis kitosan berpori terfungsionalisasi aminopropil. Katalis kitosan berpori terfungsionalisasi aminopropil terbaik AF3PC-20 yang diperoleh dari pencangkokan kitosan berpori APTMS dengan rasio 1:1. Katalis basa padat ini digunakan untuk sintesis senyawa kalkon pada kondisi suhu 120 °C, selama 3 jam berat katalis 100 mg tanpa pelarut dengan rendemen terbaik 88,0%. Katalis ini dapat digunakan empat kali pengulangan tanpa mengalami penurunan aktifitas yang berarti. Penyisipan Fe_3O_4 NPS pada kitosan berpori terfungsionalisasi gugus aminopropil menghasilkan katalis magnetik kitosan berpori yang terfungsionalisasi gugus aminopropil yang bersifat magnetik dan dapat ditarik dengan medan magnet luar. Aktifitas katalitik katalis magnetik ini hanya menghasilkan rendemen 45,0% pada kondisi suhu 120 °C selama 3 jam dengan berat katalis 100 mg.

Kata kunci: kitosan hidrogel, kitosan berpori, aminopropil, magnetik, kalkon

Development, Characterization, and Utilization of Hydrogel, Aminopropyl Functionalized, and New Catalysts Derived from Chitosan in the Synthesis of Chalcone Compounds

Hernawan

17/420347/SPA/00616

ABSTRACT

Preparation and utilization of catalysts derived from chitosan in the synthesis of chalcone have been carried out. Chalcone generally was synthesized using the Claisen-Schmidt reaction, using a strong homogeneous base catalyst. The use of heterogeneous catalysts from biomass allows new opportunities for the development of heterogeneous organocatalysts for Claisen-Schmidt condensation. This research aims to develop a heterogeneous catalyst from chitosan for the synthesis of chalcone compounds.

Chitosan catalysts were prepared by modified chitosan through hydrogel synthesis, aminopropyl-functionalized porous chitosan, and magnetic aminopropyl-functionalized porous chitosan. The aminopropyl functionalized porous chitosan solid base catalyst was prepared from porous chitosan grafted with varying amounts of aminopropyltrimethoxysilane (APTMS). The magnetic aminopropyl-functionalized porous chitosan catalyst was prepared by inserting Fe₃O₄ nanoparticles (NPS) into the aminopropyl-functionalized porous chitosan. The prepared chitosan catalyst materials were characterized by N₂-adsorption, FTIR, SEM, and basicity. The catalyst activity test was carried out in the Claisen-Schmidt condensation reaction with variations in reaction time, catalyst mass, reaction temperature, and reusability of the catalyst.

The results showed that the chitosan hydrogels catalyst can be used as a catalyst in the synthesis of chalcone compounds under reflux reaction conditions of 60 °C, 24 hours, and 100 mg of the catalyst in ethanol solvent produced the best yield of 45.5%. The porous chitosan and APTMS ratio has a significant effect on the physicochemical properties of aminopropyl functionalized porous chitosan catalysts. The best aminopropyl-functionalized porous chitosan catalyst was AF3PC-20, obtained from porous chitosan: APTMS grafting ratio of 1:1. This solid base catalyst was used for the synthesis of chalcone compounds at a temperature of 120 °C, 3 hours, and 100 mg of the catalyst without solvent and produced the best yield of 88.0%. This catalyst can be used four times without significant loss in activity. The insertion of Fe₃O₄ NPS on aminopropyl functionalized porous chitosan produces magnetic aminopropyl functionalized porous chitosan catalysts which are magnetic and can be attracted by an external magnetic field. The catalytic activity of this magnetic catalyst only produced a 45.0% yield at 120 °C, 3 hours, and 100 mg of the catalyst.

Keywords: aminopropyl-functionalized, porous chitosan, chalcones, chitosan hydrogel, magnetic