

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan pasar bidang farmasi di Indonesia semakin berkembang, terutama dalam sepuluh tahun terakhir. Kenaikan pasar farmasi bertambah sebesar 8-10%, berdasarkan dari Penelitian Raharni *et al.* (2018). Perkembangan farmasi di Indonesia membuat pemerintah berharap untuk mengatasi ketergantungan impor bahan baku obat-obatan. Namun sayangnya bahan baku obat yang diproduksi secara nasional masih banyak diimpor karena bahan baku obat dalam negeri masih kurang dari sisi kuantitas dan kualitasnya, sehingga kenaikan pasar farmasi di Indonesia masih dirasa minim (Raharni *et al.*, 2018). Untuk mencapai kemandirian Indonesia dalam bidang farmasi, maka diperlukan beberapa tahapan, seperti pembuatan bahan baku obat dalam negeri. Salah satu bahan baku utama pembuatan obat prioritas adalah parasetamol yang dapat disintesis dari hidroksiasetofenon (Nuraningsih & Murwani, 2007). Selain parasetamol, HAP menjadi prekursor penting dalam pembuatan aspirin, serta dapat dijadikan prekursor antikoagulan. Pembuatan HAP serta fenil asetat dapat dilakukan dengan reaksi asilasi fenol (Nuraningsih dan Murwani, 2007).

Saat sisi aktif fenol direaksikan dengan suatu agen pengasilasi, maka terjadilah reaksi berupa asilasi fenol. Reaksi asilasi fenol mengikuti reaksi Friedel-Crafts. Pada reaksi tersebut terjadi asilasi langsung atau penataan ulang Fries pada fenol, masing-masing berupa asilasi C dan asilasi O. Pembentukan asilasi C dan O pada fenol saling kompetitif (Sartori & Maggi, 2006). Agar proses asilasi O menjadi produk HAP, maka diperlukan katalis dengan keasaman Lewis yang sedang hingga tinggi agar intermediet fenil asetat terkonversi (Padró dan Apesteguía 2005). Umumnya, katalis untuk reaksi asilasi fenol memakai katalis homogen, seperti ZnCl_2 , FeCl_3 , dan AlCl_3 . Kekurangan dari katalis tersebut adalah sifatnya yang beracun dan korosif, sehingga dapat mencemari lingkungan (Roswanda *et al.*, 2018). Tidak hanya itu, katalis homogen juga sulit dipisahkan, stabilitasnya rendah, saat direaksikan pada asilasi fenol, serta kemampuan selektivitasnya rendah

dibandingkan katalis heterogen (Marchetti, 2021). Oleh karena itu, peneliti beralih ke modifikasi katalis reaksi asilasi fenol ke katalis heterogen yang bersifat asam Lewis.

Syarat utama dari katalis untuk reaksi asilasi fenol adalah sifat keasaman Lewis. Oksida besi yang memiliki sifat keasaman Lewis dari rentang kekuatan sedang hingga sangat tinggi karena keadaan oksidanya yang bervariasi (Fürstner, 2016). Namun kekurangan dari Fe_2O_3 adalah luas permukaannya yang kecil dan sulit dipisahkan apabila dibuat menjadi katalis homogen. Untuk membuat katalis heterogen yang mudah dipisahkan, maka diperlukan modifikasi Fe_2O_3 dengan pendukung katalis yang luas permukaannya besar agar kinerja katalis menjadi lebih efektif.

Silika menjadi kandidat yang baik sebagai pendukung katalis karena memiliki kestabilan yang bagus dan luas permukaan yang besar. Penelitian lain yang menggunakan silika sebagai pendukung katalis, seperti pada $\text{FeCl}_3/\text{SiO}_2$ telah dilakukan oleh Yang *et al.* (2015) dengan konversi sekitar 91,2% dan selektivitas 82% melalui asilasi Friedel-Crafts *arene* (hidrokarbon aromatik) pada pembentukan *para*-metilbenzofenon. Silika merupakan senyawa yang banyak ditemukan di alam dengan bentuk bebatuan atau pasir silikat (Yang *et al.*, 2015). Salah satu sumber silika terbanyak berasal dari Lumpur Lapindo. Hasil komposisi Lumpur Lapindo yang dikarakterisasi melalui XRF dari Penelitian Rahmayanti *et al.* (2020), Lumpur Lapindo memiliki komposisi silika sebesar 50%. Lumpur Lapindo adalah bencana yang sudah terjadi sejak tahun 2006 dan menimbulkan kerugian bagi berbagai pihak (McMichael, 2009). Lumpur Lapindo diharapkan dapat dimanfaatkan ekstrak silikanya menjadi salah satu bahan untuk pendukung katalis.

Preparasi Lumpur Lapindo dapat menggunakan metode dari penelitian Mustopa *et al.* (2013), sementara ekstraksi silika dari Lumpur Lapindo dapat dilakukan dengan metode sol-gel mengikuti penelitian dari Affandi *et al.* (2009) dan Rahmayanti *et al.* (2020). Keuntungan metode sol-gel dibanding metode hidrotermal adalah karena membutuhkan suhu yang tidak tinggi, sehingga lebih

hemat energi. Selain itu, metode sol-gel dapat dilakukan pada temperatur ruangan yang rendah, prosesnya sederhana, serta silika yang diperoleh memiliki kemurnian lebih tinggi dibanding metode lain, seperti hidrotermal (Budiharti *et al.*, 2015). Setelah menjadi silika, maka dilakukan sintesis katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ dengan metode impregnasi dengan variasi *loading* Fe terhadap SiO_2 sebesar 5; 10; 15% mengikuti penelitian A'yuni tahun 2012 (A'yuni & Murwani, 2012). Penggunaan metode impregnasi dipilih karena dilakukan pada suhu ruang dan biayanya yang ekonomis. Variasi *loading* dilakukan untuk mengetahui sintesis dengan sisi aktif yang optimum. *Loading* katalis sangat penting karena penambahan *loading* yang terlalu banyak dapat menutup sisi aktif permukaan dari katalis, sehingga mengurangi kinerja dari katalis terutama saat pemanasan (Augustine, 1996), contoh kasus penutupan sisi aktif dari katalis adalah pada penelitian Nuraningsih (2007) yang sisi aktif dari FeCl_3 menutupi Al_2O_3 . Variasi *loading* yang berlebihan dapat menyebabkan penurunan kemampuan katalis, seperti dalam penelitian Mu *et al.* (2016) yang memaparkan bahwa adanya penurunan konversi reaktan ke produk saat *loading* Fe_2O_3 ditambahkan menjadi 20 wt%. Oleh karena itu, penelitian ini akan dilakukan untuk menguji aktivitas dan selektivitas katalis saat direaksikan dengan asilasi fenol dengan variasi *loading* Fe terhadap SiO_2 agar diketahui *loading* optimum dengan kinerja yang paling baik.

Penelitian ini akan dilakukan untuk memproduksi katalis yang mampu mempercepat reaksi pembentukan produk berupa HAP melalui asilasi fenol. Selain itu, pendukung pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ menggunakan ekstrak silika dari Lumpur Lapindo yang merupakan salah satu limbah industri. Dari pemanfaatan limbah menjadi barang dengan nilai guna tersebut, penelitian yang akan dilakukan ini bersifat ramah lingkungan. Katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ diharapkan menjadi produk yang ramah lingkungan dengan proses sintesis yang mengarah ke *green chemistry*. Selain itu, katalis ini dapat menjadi produk yang berguna dalam bidang farmasi terutama dalam sintesis bahan baku obat berupa HAP, sehingga mampu menjadi langkah awal kemandirian industri farmasi di Indonesia.

Berdasarkan paparan di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis melalui metode impregnasi dan karakterisasi katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$. Adapun karakterisasi yang akan dilakukan adalah uji aktivitas, selektivitas dari katalis pada sintesis HAP melalui reaksi asilasi fenol. Karakterisasi yang akan digunakan untuk silika dan lumpur adalah XRF (*X-Ray Fluorescent*) untuk identifikasi kandungan, XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur dan kristalinitas, SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy– Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui morfologi atau struktur permukaan, EDX untuk sebaran unsur, serta Adsorpsi-Desorpsi Gas Nitrogen (N_2) untuk penentuan luas permukaan, volume pori, serta ukuran pori. Karakterisasi katalis menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui kristalinitas dan struktur, SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy– Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui morfologi atau struktur permukaan, EDX untuk sebaran unsur, Adsorpsi-Desorpsi Gas Nitrogen (N_2) untuk penentuan luas permukaan, volume pori, serta ukuran pori, FTIR-piridin untuk mengetahui sifat keasaman katalis, serta GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) untuk uji aktivitas dan selektivitas dari katalis pada sintesis HAP melalui reaksi asilasi fenol.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang yang dijabarkan pada poin di atas, perumusan masalah penelitian adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana sintesis katalis Fe_2O_3 berpendukung SiO_2 dari Lumpur Lapindo?
2. Bagaimana karakteristik katalis Fe_2O_3 yang terimpregnasi pada SiO_2 dari Lumpur Lapindo?
3. Bagaimana aktivitas dan selektivitas katalis hasil sintesis dalam reaksi asilasi fenol?

1.3 Tujuan Penelitian

Dari pemaparan rumusan masalah, maka tujuan penelitian sebagai berikut.

1. Untuk mengetahui sintesis katalis Fe_2O_3 berpendukung SiO_2 dari Lumpur Lapindo.
2. Untuk mempelajari karakteristik katalis Fe_2O_3 yang terimpregnasi pada SiO_2 dari Lumpur Lapindo.
3. Untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas katalis hasil sintesis dalam reaksi asilasi fenol.

1.4 Manfaat penelitian

Penelitian diharapkan mampu memberikan informasi mengenai sintesis sintesis katalis Fe_2O_3 berpendukung SiO_2 . serta karakteristik katalis Fe_2O_3 yang terimpregnasi pada SiO_2 dari Lumpur Lapindo. Selain itu, dapat menjadi referensi untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas katalis hasil sintesis dalam reaksi asilasi fenol.