

UNIVERSITAS INDONESIA

REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK ANTARA BENZIL KLORIDA DAN KALIUM SIANIDA MENGGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK $[BMIM]PF_6\text{-}SILIKA \ GEL$

SKRIPSI

LINDA PUSPITA SARI

0606069123

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA

DEPOK

JANUARI 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK ANTARA BENZIL KLORIDA DAN KALIUM SIANIDA MENGGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK [BMIM]PF₆-SILIKA GEL

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

LINDA PUSPITA SARI

0606069123

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA

DEPOK

JANUARI 2011

Ya! Aku Sarjana! Lalu apa? Lalu kenapa? Lalu bagaimana? Cukupkah gelar sarjana kusandang tanpa memberi kontribusi nyata tuk membangun negeri Indonesia tercinta yang kaya raya? Semoga aku kelak menjadi orang berguna bagi agama, nusa dan bangsa seperti kebanyakan harapan orangtua kepada anaknya Bukan menjadi beban! apalagi sampah masyarakat dunia!

> Man Jadda Wa Jada Siapa yang bersungguh-sungguh akan berhasil

"Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain), dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap" (Q.S Al Insyirah:7-8)

Melangkah ke tahap selanjutnya dengan penuh senyuman: merealisasikan mimpi di dunia menuju syurga-NYA yang kekal dan abadi

HALAMAN PERSETUJUAN

Judul : Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan

Kalium Sianida Menggunakan Katalis Cairan Ionik

[BMIM]PF₆-Silika Gel

Nama : Linda Puspita Sari

NPM : 0606069123

Laporan skripsi ini telah diperiksa dan disetujui.

Desember 2010

Ir. Widyastuti Samadi, M.Si

Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo

Pembimbing Skripsi I

Pembimbing Skripsi II

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun yang dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Linda Puspita Sari

NPM : 0606069123

Tanda Tangan :

Tanggal :

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh	:		
Nama	: Linda Puspita Sari		
NPM	: 0606069123		
Program Studi	: S1 Reguler Kimia		
Judul Skripsi	: Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan Kalium Sianida Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF ₆ -Silika Gel		
Telah berhasil dipertahanka bagian persyaratan yang dip Program Studi S1 Reguler I Alam Universitas Indonesia	oerlukan untuk mempe Kimia Fakultas Matem	roleh gelar Sarjana S	ains pada
	DEWAN PEN	GUJI	
Pembimbing : Ir. Widyast	uti Samadi, M.Si)
Pembmbing : Dr. rer.nat.	Widayanti Wibowo		
Penguji : Prof. Dr. So	oleh Kosela, M.Sc	()
Penguji : Dr. Yoki Y	ulizar)
Penguji : Drs. Sunaro	di, M.Si)
Ditetapkan di :	101		

KATA PENGANTAR

Tak ada kata yang layak diucap pertama kali selain ucapan syukur. Alhamdulillahirobbil'alamin, puji syukur Penulis panjatkan kehadapan Allah *Subhanallahu wata'ala*, atas segala karunia dan kekuatan dari-NYA, Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya. Shalawat dan Salam tak lupa Penulis haturkan kepada baginda besar Muhammad *Shalallahu 'Alaihi Wassalam* yang telah berjuang mengantarkan cahaya islam hingga akhirnya cahaya-NYA tersebar ke seluruh pelosok dunia dan sampai kepada Penulis.

Penulis yakin bahwa Allah telah menyiapkan yang terbaik untuk Penulis, tinggal bagaimana Penulis melakukan yang terbaik dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul "Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan Kalium Sianida Menggunakan Cairan Ionik [BMIM]PF₆-Silika Gel" ini, sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains. Pembuatan skripsi ini bukanlah sesuatu yang langsung jadi namun membutuhkan proses tahap demi tahap. Tentunya dari rangkaian proses itu, Penulis banyak mendapatkan dukungan dari berbagai pihak. Untuk itu, ijinkan Penulis untuk mengungkapkan rasa terima kasih dari lubuk hati Penulis yang terdalam kepada:

- 1. Ir. Widyastuti Samadi, M.Si dan Dr.rer.nat. Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing penelitian yang penuh perhatian dalam membimbing dan memberikan banyak masukan untuk penelitian Penulis.
- 2. Dr. Riwandi Sihombing Ph.D. selaku dosen pembimbing akademik yang telah memacu Penulis untuk terus meningkatkan IP dan IPK dengan ancaman 'jewer'.
- 3. Para dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah mengajar Penulis dari awal masuk perkuliahan hingga akhir.
- 4. Para karyawan dan staf Departemen Kimia FMIPA UI (Mba Ina, Mba Cucu, Mba Emma, Mba Tri, Pak Hedy, Pak Kiri, Pak Amin, Pak Marji, Pak Hadi, dll yang tak bisa disebutkan satu per satu) yang telah menunjang berbagai keperluan Penulis dalam perkuliahan dan penelitian.

- 5. Mami dan Papi tercinta yang telah memberikan perhatian penuh kepada Penulis, yang senantiasa mendoakan Penulis dengan tulus hingga akhirnya bisa segera menyelesaikan skripsi ini. Bang Ferry & Kak Wulan, Bang Deddy & Kak Ela, Bang Jemmy yang sudah mendukung untuk pemakaian komputer plus internet di rumah, Kak Deasy yang mensupport dari Jerman via YM dan FB, keponakan-keponakanku tersayang (Dzacky, Zulaeyka, Nadya, Nabil) yang menemani dan menghibur Aunty dengan 'kenakalan yang penuh ceria' di sela-sela kesibukan skripsi. Dan segenap keluarga besar eyang dan nenek yang tak bisa disebutkan satu per satu.
- 6. Sahabat-sahabatku seperjuangan di lab lantai 3 (Nadya, Wiwit, Helen, Dante, Zetry, Intan, Yuli, Nita, Rustikawati, Kak Omi, Kak SiMas), mahasiswa S2 di lab lantai 3 (Bu Eni, Bu Tini, Bu Nas, Bu Pur., Pak Antony, Kak Destya, Kak Zorra), sahabat-sahabat seperjuangan di lab lantai 4 (Nena, Nining, Diana, Sophie, Yudha, Arief), sahabat-sahabat seperjuangan di lab lantai 1 (Kanty, Noval, Didit, Tirta, Kak Irwan), sahabat-sahabat seperjuangan yang penelitian di luar Kimia (Desi w, Feri, Putu), terima kasih atas spirit, masukan, kritik, saran dan pinjaman ala-alat yang telah diberikan.
- 7. Sahabat sailorchem & tuxedo bermasker yang sama-sama berjuang di Kimia, PELANGI yang selalu mewarnai kehidupanku di kampus FMIPA UI tercinta, Super-N yang luar biasa memberikan inspirasi super dalam menjalankan amanah 'SUPER', inimilik2006 yang telah mensupport lewat do'a dan kenangan yang begitu indah selama Penulis menjalani masa kuliah di kampus UI dan penyelesaian skripsi.
- 8. Sahabat specialku: Nany yang telah menjadi partner SP dan kuliah, yang banyak memberikan support selama skripsi ini walaupun jarang bersama, Desi B yang telah banyak memberikan kritikan yang membangun dan mengasah jiwa detektifku, Desi W yang telah mengajarkanku banyak hal akan pentingnya waktu dalam hidup, Rustikawati yang telah banyak memberi pelajaran tentang kedudulan yang dilakukan, Nita yang telah menjadi partner sehidup semati di proyek riset ini. Jazakumullah khairan katsir atas kebersamaan ini dan semoga pasca kampus nanti kita bisa *keep contact*. Insya Allah aku akan tetap setia menjadi sahabat berbagi kalian jika kalian mau.

- 9. Adik-adikku di SMAN 68 (Lisda, Dina, Sefti, Pipit, Dian, Manda, Tiwi, Anet, Novri, Atifah, Arina, Lidya) yang membuatku belajar untuk lebih dewasa, adik-adikku SuperMAN (Ai, DiMi, Emyl, Ling Ling, Masyie, RamBud, Vina, Yuli, Endah, Nahla) yang memberikan semangat luar biasa, adik-adik Kimia 2009 (Alen, Arfi, Balgis, Dyan, Intan, Manda, Vidi, Vinda) yang sering terabaikan selama penelitian ini serta menemani perjuanganku di Kimia, adik-adik 2007 dan 2008 yang telah memberikan semangat dan do'a.
- 10. Murobbiyahku dan sahabat-sahabat satu lingkaran, terima kasih atas spirit dan do'a nya, semoga kelak kita bisa bersama berjuang dalam *the circle of the true love*.
- 11. Pak Jaswanto yang telah memberikan pelayanan terbaik ketika mengukur GC-MS di PusLabFor MaBes POLRI.
- 12. Kak Rasyid, Kak Alvin, Kak Febri dan kakak-kakak yang bertugas di Lab. Afiliasi, yang telah mengorbankan waktunya untuk mengajarkan Penulis cara menggunakan FTIR dan GC serta rela pulang malam demi menunggu mahasiswa melakukan pengukuran sampai jam setengah 10 malam.
- 13. Sahabat MP'ers yang telah memberikan perhatian dan do'a lewat curhatan QN-ku. Mohon maaf untuk yang sudah menunggu tulisanku, insya Allah ke depannya akan produktif kembali dalam dunia tulis menulis di dunia maya. Semoga kita bisa bertemu di dunia nyata dalam suatu momen. ^_^
- 14. Berbagai pihak yang tak bisa disebutkan satu persatu yang telah mendukung dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini tentunya banyak kekurangan. Namun dari segala kekurangan yang ada, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penelitian ke depan di bidang industri kimia yang ramah lingkungan.

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Linda Puspita Sari

NPM : 0606069123

Program Studi : S1 Reguler Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-Exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan Kalium Sianida Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF₆-Silika Gel, beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak bebas Royalti Non Eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (data base), merawat dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta sebagai pemilik hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal:

Yang menyatakan

(Linda Puspita Sari)

viii

ABSTRAK

Nama : Linda Puspita Sari

Program Studi : S1 Reguler Kimia

Judul : Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan

Kalium Sianida Menggunakan Katalis Cairan Ionik

[BMIM]PF₆-Silika Gel

Reaksi penggantian nukleofilik merupakan salah satu reaksi yang memerlukan katalis untuk mempercepat reaksi, biasanya digunakan katalis transfer fasa. Katalis transfer fasa yang digunakan seperti eter mahkota tidak ramah lingkungan sehingga diganti dengan cairan ionik. Cairan ionik bisa digunakan sebagai pelarut sekaligus katalis pada reaksi katalitik. Cairan ionik memiliki banyak keuntungan sebagai katalis, misalnya mudah diregenerasi. Pada penelitian ini, digunakan cairan ionik [BMIM]PF₆ yang diimobilisasi ke dalam silika gel sebagai katalis. Katalis cairan ionik ini merupakan katalis heterogen yang mudah dipisahkan dari reaktan. Karakterisasi silika gel dan [BMIM]PF₆-silika gel dilakukan menggunakan FTIR. Spektrum FTIR pada [BMIM]PF6-silika gel menunjukkan adanya puncak serapan pada 846.75 cm⁻¹ yang merupakan puncak serapan PF₆. Dalam penelitian ini, dilakukan uji katalisis [BMIM]PF₆-silika gel pada reaksi penggantian nukleofilik SN-2 antara benzil klorida dan kalium sianida. Pada reaksi SN-2 ini, dipilih aseton sebagai pelarut polar aprotik. Penelitian ini dilakukan untuk menentukan waktu dan berat katalis optimum pada suhu 30°C. Karakterisasi hasil reaksi dilakukan menggunakan GC dan GC-MS. Dari hasil GC, diketahui bahwa kondisi optimum reaksi tercapai pada waktu 15 jam dengan % berat katalis/substrat sebesar 7%. Untuk perbandingan, katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ digunakan pada reaksi penggantian nukleofilik SN-2 antara benzil klorida dengan kalium sianida dan diperoleh bahwa katalis [BMIM]PF₆ yang diimmobilisasi dalam silika gel lebih efektif.

Kata kunci : benzil klorida, [BMIM]PF₆, cairan ionik, kalium sianida,

reaksi penggantian nukleofilik

xiv + 61 halaman : 24 gambar, 2 tabel

Daftar Pustaka : 23 (1970-2010)

ABSTRACT

Name : Linda Puspita Sari

Study Programme : S1 Reguler of Chemistry

Title : The Reaction of Nucleophilic Substitution between

Benzyl Chloride and Potassium Cyanide Using Ionic

Liquids Catalyst [BMIM]PF₆-Silica Gel

Nucleophilic substitution is the one reaction that requires a catalyst to accelerate the reaction, usually phase transfer catalyst was used. Phase transfer catalyst such as crown ethers are not environmental friendly so are replaced by ionic liquids. Ionic liquids can be used as a solvent as well as catalyst in the catalytic reaction. Ionic liquids have many advantages as catalyst, such as easily regenerated. In this study, ionic liquids [BMIM] PF₆ was immobilized into silica gel and was used as catalyst. This ionic liquid catalyst [BMIM]PF₆-silica gel is a heterogeneous catalyst that easily separated from the reactants. Characterization of silica gel and [BMIM] PF₆-silica gel were performed using FTIR. The FTIR spectrum of [BMIM] PF₆-silica gel showed peak absorptions at 846.75 cm⁻¹ which is the peak absorption of PF₆. In this research, catalyst [BMIM] PF₆-silika gel was used for the nucleophilic substitution SN-2 between benzyl chloride and potassium cyanide. In this SN-2 reaction, acetone was chosen as aprotic polar solvents. This research was conducted to determine the optimum condition for reaction time and the weight of catalyst at the temperature of 30°C. The reaction products were characterized using GC and GC-MS which showed that the optimum reaction was achieved in 15 hours and weight ratio of catalyst/substrate 7 %. For comparison, ionic liquids catalyst [BMIM] PF₆ was used for the nucleophilic substitution SN-2 between benzyl chloride and potassium cyanide and it was found that the immobilized ionic liquid catalyst [BMIM] PF₆-silica gel was more effective.

Key words : benzyl chloride, [BMIM]PF6, ionic liquids, nucleophilic

substitution, potassium cyanide

xiv + 61 pages : 24 pictures, 2 tables

Bibliography : 23 (1970-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PERNYATAAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	V
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	viii
ABSTRAK	ix
Daftar Isi	xi
Daftar Gambar	xiii
Daftar Tabel	xiv
Daftar Lampiran	xiv
1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Identifikasi Masalah	2
1.3. Ruang Lingkup Penelitian	2
1.4. Tujuan Penelitian	2 2 2 2 3
1.5. Hipotesis	2
1.6. Manfaat Penelitian	3
1.0. Wantaat I Chefitian	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Cairan Ionik	
2.2. [BMIM]PF ₆	4 5
2.3. Katalis	5
2.3.1.Parameter Katalis	5
2.3.2.Jenis Katalis	6
2.3.3.Katalis Transfer Fasa	6
2.4. TEOS	7
2.5. Silika Gel	7
2.6. Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel	8
2.7. Benzil Klorida	8
2.8. Kalium Sianida	9
2.9. Aseton	9
2.10. Reaksi Substitusi Nukleofilik	9
2.10.1. Mekanisme SN-2	10
2.10.2. Pelarut Reaksi SN-2	11
2.11. Karakterisasi	11
2.11.1 FTIR	11
2.11.2. GC-MS	13
2.11.2. 00 110	13
3. METODE PENELITIAN	14
3.1. Alat dan Bahan yang Digunakan	14
3.1.1. Alat yang digunakan	14
3.1.2. Bahan yang digunakan	14

3.2. Prosedur Kerja	15
3.2.1.Pembuatan Katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂	15
3.2.1.1.Pembuatan Silika Gel	15
3.2.1.2.Impregnasi [BMIM]PF ₆ Ke Dalam Silika Gel	15
3.2.2.Uji Katalisis Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Benzil Klorida dengan Kalium Sianida	15
3.2.2.1.Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan	
Katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂	15
3.2.2.2.Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan	
Katalis [BMIM]PF ₆	15
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1. Pembuatan Katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂	16
4.1.1.Pembuatan Silika Gel	16
4.1.2.Impregnasi [BMIM]PF ₆ Dalam Silika Gel	18
4.2. Uji Katalitik Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Benzil Klorida dengan Kalium Sianida	20
4.2.1.Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan	
Katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂	20
4.2.2.Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan	
Katalis [BMIM]PF ₆	26
4.2.3.Perbandingan Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Benzil Klorida dengan Kalium Sianida	
menggunakan Katalis [BMIM]PF ₆ dan	
Katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂ pada suhu 30°C	28
4.3. Mekanisme Reaksi	29
4.3.1.Katalis Cairan Ionik sebagai Katalis Transfer Fasa	29
4.3.2.Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan KCN	29
5. KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
	22
Daftar Pustaka	32
LAMPIRAN	34

Daftar Gambar

Gambar 2.1. Contoh cairan ionik	4
Gambar 2.2. Struktur molekul [BMIM]PF ₆	5
Gambar 2.3. Perbedaan fase homogen dan heterogen	6
Gambar 2.4. Proses reaksi katalisis transfer fasa	6
Gambar 2.5. Tetra Ethyl Ortho Silicat	7
Gambar 2.6. Struktur silika gel	7
Gambar 2.7. Struktur benzil klorida	8
Gambar 2.8. Reaksi substitusi nukleofilik benzil klorida	
dengan kalium sianida	9
Gambar 2.9. Reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (SN-2)	10
Gambar 2.10. Skema FTIR	12
Gambar 2.11. <i>Universal cell holder</i>	12
Gambar 2.12. Skema GC-MS	13
Gambar 4.1. Silika hidrogel yang terbentuk	16
Gambar 4.2. Spektrum FTIR silika gel	17
Gambar 4.3. Spektrum FTIR katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂	19
Gambar 4.4. Hasil GC benzil klorida murni	21
Gambar 4.5. Kurva standar benzil klorida	21
Gambar 4.6. Kurva % konversi benzil klorida terhadap variasi waktu	22
Gambar 4.7. Perbandingan hasil GC MS (a) dan GC (b)	23
Gambar 4.8. Kurva % yield benzil sianida terhadap variasi waktu	24
Gambar 4.9. Hasil GC-MS pada kondisi optimum (15 jam, 7% katalis)	26
Gambar 4.10. Hasil GC-MS reaksi dengan katalis [BMIM]PF ₆	
pada suhu 60°C	27
Gambar 4.11. Bagan mekanisme reaksi katalis transfer fasa	
dari [BMIM]PF ₆	29
Gambar 4.12. Mekanisme reaksi SN-2 antara benzil klorida dan KCN	30

Daftar Tabel

Tabel 4.1. Konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran Tabel 4.2. Hubungan antara <i>peak area</i> benzil klorida dengan	
variasi % katalis	25
Daftar Lampiran	
Lampiran 1: Bagan alur penelitian	34
Lampiran 2: Pembuatan silika gel	34
Lampiran 3: Pembuatan katalis [BMIM]PF6-silika gel	35
Lampiran 4: Uji katalitik katalis [BMIM]PF6-silika gel	35
Lampiran 5: Contoh cara perhitungan	36
Lampiran 6: MSDS TEOS	39
Lampiran 7: MSDS Benzil Klorida	41
Lampiran 8: MSDS Kalium Sianida	43
Lampiran 9: MSDS Aseton	45
Lampiran 10: Hasil GC reaksi pada variasi waktu	47
Lampiran 11: Hasil GC reaksi pada variasi % berat katalis	51
Lampiran 12: Reaksi menggunakan katalis [BMIM]PF ₆ -SiO ₂ dan kata	lis
[BMIM]PF ₆ pada 30°C	54
Lampiran 13: Data GC-MS produk reaksi pada 15 jam dan	
7% katalis silica gel [BMIM]PF ₆	58
Lampiran 14: Data GC-MS produk reaksi pada 40 menit dan	

60°C dengan 0.1 gram [BMIM]PF₆

60

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Reaksi substitusi nukleofilik antara reaktan organik dan anorganik seringkali menggunakan katalis transfer fasa. Fungsi katalis transfer fasa dalam reaksi ini adalah sebagai jembatan antara fase polar dari reaktan anorganik dan fasa non polar dari reaktan organiknya. Katalis yang biasa digunakan tidak ramah lingkungan dan sulit dalam proses pemisahannya. Katalis cairan ionik merupakan katalis ramah lingkungan. Cairan ionik yang bersifat polar dan hidrofobik dapat digunakan sebagai katalis transfer fasa untuk reaksi substitusi nukleofilik antara reaktan organik yang non polar dan reaktan anorganik yang polar.

Keunggulan cairan ionik sebagai katalis antara lain adalah dapat melarutkan reaktan organik maupun anorganik, viskositasnya rendah, memiliki tekanan uap yang rendah sehingga tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, terdiri dari dua bagian (polar dan hidrofobik) sehingga memiliki fleksibilitas sintetis, bersifat *nonflammable* yang menjadikan katalis ini ramah lingkungan. Kecepatan reaksi dan selektivitas menjadi lebih baik dengan digunakannya cairan ionik sebagai pelarut dibandingkan jika digunakan pelarut organik konvensional.

Katalis cairan ionik biasanya sangat reaktif maka perlu dikurangi kereaktifannya agar reaksi berlangsung sempurna. Cairan ionik yang diimobilisasi dalam silika gel dapat mengurangi kereaktifan dari cairan ionik. Selain itu silika gel yang bersifat adsorben dapat meningkatkan efisiensi cairan ionik sebagai katalis heterogen. Dengan sedikit cairan ionik, dapat dihasilkan efisiensi yang cukup besar. Luas permukaan bidang sentuh cairan ionik yang diimobilisasi ke dalam silika gel menjadi lebih besar mengikuti luas permukaan silika gel yang berbentuk serbuk. Hal ini menyebabkan interaksi antara cairan ionik dengan reaktan menjadi lebih besar.

1.2 Identifikasi Masalah

Pada penelitian sebelumnya (Kuskaryawantini, 2010) telah dibandingkan reaksi transesterifikasi menggunakan cairan ionik sebagai katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis cairan ionik heterogen menghasilkan persen hasil produk sebesar 29.62%. Dengan keunggulan cairan ionik sebagai katalis inilah, ingin dilakukan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik homogen dan heterogen.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian adalah mempelajari serta membandingkan proses reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ dan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆-silika gel sebagai katalis yang ramah lingkungan.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan studi reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆-silika gel yang ramah lingkungan serta mencari kondisi optimum dari waktu dan berat katalis pada suhu reaksi 30°C. Selain itu, digunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ sebagai perbandingan efektivitas katalis cairan ionik.

1.5 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini antara lain:

- 1. Cairan ionik [BMIM]PF₆ dan cairan ionik [BMIM]PF₆-silika gel dapat dijadikan sebagai katalis pada reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida.
 - 2. Katalis cairan ionik merupakan katalis transfer fasa.
- 3. Katalis cairan ionik [BMIM]PF₆-silika gel lebih efektif dan pemisahannya lebih mudah dilakukan karena bersifat sebagai katalis heterogen.

1.6 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat:

- membandingkan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan katalis homogen dan katalis heterogen
- 2. mempelajari cara kerja katalis cairan ionik $[BMIM]PF_6$ sebagai katalis transfer fasa
- mempelajari kondisi optimum dari reaksi susbstitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆
- 4. menghasilkan asam fenil asetat yang merupakan prekursor dari narkoba dengan cara hidrolisis benzil sianida sebagai produk reaksi



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cairan Ionik

Cairan ionik adalah senyawa garam-garam dengan titik leleh dibawah 100°C, disebut cairan ionik karena spesi ionik lebih dominan dibandingkan dengan spesi molekulernya. Cairan ionik terdiri dari anion dan kation senyawa garam dengan kompleksitas yang tinggi dan struktur kristal yang lemah sehingga berbentuk cairan. Cairan ionik memiliki sifat kimia dan sifat fisika yang ditentukan berdasarkan kombinasi jenis kation dan anion. Adanya anion-anion dan kation-kation yang beragam membuat cairan ionik bersifat unik dan dapat digunakan pada berbagai aplikasi.

Pemilihan kation dilakukan untuk mempengaruhi titik lebur, viskositas dan stabilitas reduksi elektrokimia. Pemilihan anion dilakukan untuk mempengaruhi kelarutan dalam air atau pelarut lain, viskositas, stabilitas termal dan stabilitas oksidasi elektrokimia.

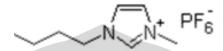
Cairan ionik dapat digunakan sebagai pelarut sekaligus katalis pada reaksi katalitik. Cairan ionik dapat melarutkan senyawa organik maupun anorganik Biasanya kation yang digunakan adalah alkilimidazolium karena mudah disintesis dan sifat fisiknya menarik. Dalam penelitian ini digunakan jenis kation cairan ionik butilmetilimidazolium.

Gambar 2.1. Contoh cairan ionik

Banyak keunggulan dari cairan ionik dalam penggunaannya sebagai pelarut dan katalis, antara lain: tidak mudah menguap, tidak mudah menyala/meledak, dan memiliki kapasitas solvasi yang sangat tinggi.

2.2 [BMIM]PF₆

[BMIM]PF₆ atau 1-buthyl-3-methylimidazolium hexafluorophospate adalah suatu cairan ionik yang terdiri dari kation 1-buthyl-3-methylimmidazolium dan anion PF_6^- yang bersifat hidrofobik. [BMIM]PF₆ memiliki rumus molekul $C_8H_{15}N_2\cdot PF_6$ dengan struktur molekul sebagai berikut:



Gambar 2.2. Struktur Molekul [BMIM]PF₆

2.3 Katalis

Katalis adalah zat lain selain reaktan dan produk yang ditambahkan ke dalam suatu sistem reaksi untuk meningkatkan laju reaksi, dengan cara menurunkan energi aktivasi suatu reaksi sehingga keseimbangan cepat tercapai dan pembentukan produk pun semakin cepat. (Lusi Trywulan Dewi, 2009)

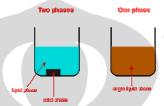
2.3.1 Parameter Katalis

Parameter-parameter yang harus diperhatikan untuk memilih katalis yaitu:

- 1. aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk.
- 2. selektivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mempercepat suatu reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
- kestabilan, yaitu ketahanan katalis terhadap kondisi reaksi katalisis seperti keadaan semula. Kestabilan katalis antara lain katalis harus tahan terhadap suhu tinggi.
- 4. rendemen/yield, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan jumlah reaktan yang terkonsumsi (biasanya dinyatakan dalam % berat produk)
- 5. dapat diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula. (Lusi Trywulan Dewi, 2009)

2.3.2 Jenis Katalis

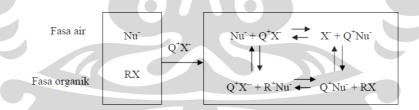
Katalis dapat dibagi menjadi dua, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fase yang sama dengan reaktan. Interaksi yang terjadi berada pada fase yang sama (cair/gas) antara reaktan dengan katalis, biasanya sulit untuk dipisahkan. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan fase reaktan. Katalis heterogen memiliki fase padat dan mudah dipisahkan dari reaktan.



Gambar 2.3. Perbedaan fase homogen dan heterogen

2.3.3 Katalis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa berfungsi menjembatani antara fase polar dari reaktan anorganik dengan fase non polar dari reaktan organik sehingga reaksi bifase dapat berlangsung. Dalam keadaan normal, reaksi bifase akan terhambat karena substrat yang ada pada fasa organik.



Gambar 2.4. Proses Reaksi Katalisis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa Q⁺X⁻ akan mengikat Nukleofil (Nu⁻) sehingga membentuk Q⁺Nu⁻ yang kemudian membawanya ke fasa organik. Dalam fasa organik, Q⁺Nu⁻ akan bereaksi dengan reaktan organik RX membentuk katalis Q⁺X⁻ dan R⁺Nu⁻. Katalis Q⁺X⁻ berpindah ke fasa air dan kemudian berikatan kembali dengan Nu⁻ hingga semua Nu⁻ habis bereaksi. Katalis transfer fasa yang sering digunakan adalah halida ammonium kwartener (R₄N⁺X⁻). Dalam penelitian ini, digunakan katalis 1-buthyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate. (Marvita Irvani, 2006)

2.4 TEOS

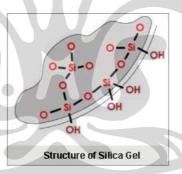
TEOS merupakan singkatan dari Tetra Etil Orto Silikat yang memiliki rumus molekul (C₂H₅O)₄Si dengan rumus struktur sebagai berikut:

Gambar 2.5. Tetra Ethyl Ortho Silicat

TEOS berbentuk cairan yang mudah terbakar dan mengiritasi. Dalam penelitian ini, TEOS digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan silika gel.

2.5 Silika Gel

Silika gel adalah suatu bentuk dari silika yang bersifat tidak elastis, seperti kaca. Biasanya digunakan sebagai pengering karena sifat adsorbennya. Struktur silika gel adalah sebagai berikut:



Gambar 2.6. Struktur silika gel

Bentuk silika gel berupa padatan amorf dan berpori, mempunyai sifat inert, netral, luas permukaannya besar, dan memiliki daya adsorpsi besar. Oleh karena itu silika gel banyak digunakan sebagai adsorben anorganik, penyerap air, dan sebagai fasa diam pada kromatografi lapisan tipis dan kromatografi gas.

Dalam penelitian ini, silika gel dipilih sebagai substrat untuk immobilisasi cairan ionik karena sifatnya yang memiliki banyak pori sehingga memudahkan adsorbsi cairan ionik secara fisika maupun kimia sekaligus memperbesar luas permukaan sentuh cairan ionik. Selain itu, bentuk silika yang berupa padatan juga memudahkan katalis cairan ionik untuk diregenerasi.

2.6 Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel

Sifat silika gel yang berpori kecil dan banyak dapat dijadikan substrat untuk memperbesar luas permukaan sentuh suatu cairan yang diimobilisasi kedalam silika gel. Dengan begitu cairan yang digunakan lebih sedikit sehingga lebih efisien. Prinsip immobilisasi cairan ionik ada 2 yaitu metode sol gel dan impregnasi. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan metode impregnasi dimana cairan ionik dimasukkan ke dalam silika gel setelah silika gel terbentuk bukan dimasukkan langsung saat pembuatan silika gel, seperti pada metode sol gel.

Pada prinsipnya, immobilisasi bertujuan agar cairan yang disupport ke dalam silika gel tetap tertahan dalam silika gel dengan memodifikasi permukaan silika gel. Modifikasi ini biasanya dilakukan menggunakan senyawa organik yang mengandung atom seperti S, N,O dan P, yang sering disebut sebagai ligan. Dalam penelitian ini digunakan ligan N yang terdapat pada cairan ionik.

Proses pengikatan ligan immobilisasi dengan permukaan silika gel dapat dilakukan melalui 2 proses, yaitu:

- adsorbsi kimia: pembentukan ikatan kimia antara atom donor dari ligan dengan silika gel
- 2. adsorbsi fisik: proses adsorbsi secara fisik dari ligan ke permukaan silika gel

2.7 Benzil Klorida

Benzil klorida merupakan substrat yang digunakan dalam reaksi substitusi nukleofilik. Benzil klorida memiliki rumus molekul C₇H₇Cl dengan rumus struktur sebagai berikut.

Gambar 2.7. Struktur benzil klorida

Benzil klorida yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari Merck, berupa cairan tak berwarna bersifat toksik, karsinogenik dan mengiritasi. Kelarutan benzil klorida dalam air sangat kecil yaitu sebesar 460 mg/l (30 °C).

2.8 Kalium Sianida

Kalium sianida merupakan senyawa garam bersifat polar yang larut dalam air (dengan kelarutan sebesar 716 g/l ,25 °C). Kalium sianida bersifat sangat toksik bila terkena kulit dan bila dilarutkan dalam asam akan menghasilkan gas sianida yang mematikan jika terhirup. Kalium sianida biasa digunakan dalam reaksi pemanjangan rantai karbon dengan mekanisme reaksi substitusi nukleofilik. Ion CN⁻ merupakan nukleofil yang sangat kuat sehingga reaksi substitusi nukleofilik dengan mekanisme SN-2 mudah terjadi jika digunakan CN⁻ sebagai nukleofil.

2.9 Aseton

Aseton atau disebut juga propanon berbentuk cairan yang mudah menguap dan mudah terbakar. Biasanya digunakan sebagai pelarut untuk senyawa non polar atau kurang polar. Aseton dikenal pula sebagai polar aprotik yang biasanya digunakan sebagai pelarut pada reaksi SN-2

2.10 Reaksi Substitusi Nukleofilik

Reaksi substitusi nukleofilik adalah reaksi dimana terjadi penyerangan secara selektif oleh nukleofil yang kaya elektron ke muatan positif dari sebuah atom C pada rantai karbon yang mengikat gugus pergi (*leaving group*) sehingga nukleofil akan menggantikan posisi gugus pergi. Pada penelitian ini dilakukan reaksi substitusi antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik untuk menghasilkan benzil sianida.

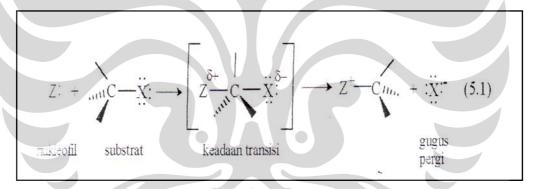
Gambar 2.8. Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida

Pada reaksi diatas, CN⁻ yang berasal dari KCN berperan sebagai nukleofil sedangkan Cl⁻ merupakan gugus pergi dari benzil klorida. Ion CN⁻ akan menyerang atom C yang mengikat Cl pada benzil klorida sehingga Cl akan tergantikan dengan CN membentuk benzil sianida.

Pada dasarnya, reaksi substitusi nukleofilik dibedakan menjadi 2 yaitu reaksi substitusi unimolekuler (SN-1) atau disebut reaksi orde satu dan reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (SN-2) atau disebut reaksi orde 2. Hal yang membedakan kedua reaksi tersebut adalah pengaruh substrat dan nukleofil terhadap laju reaksi. Pada reaksi SN-1 yang mempengaruhi laju reaksi hanyalah substrat sedangkan laju reaksi pada reaksi SN-2 dipengaruhi oleh substrat dan nukleofil. Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida mengikuti mekanisme reaksi SN-2 sehingga konsentrasi benzil klorida dan kalium sianida sangat diperhitungkan untuk menentukan laju reaksi.

2.10.1 Mekanisme SN-2

Reaksi SN-2 adalah reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (orde 2) yang berlangsung satu tahap melalui tahap transisi (*transition state*). Berikut adalah skema reaksi SN-2:



Gambar 2.9. Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN-2)

Z: sebagai nukleofil akan menyerang atom karbon sp³ (C-X) dari arah belakang. Dengan begitu antara Z: dengan X (gugus pergi) terjadi asosiasi. Pada tahap transisi itulah, substitusi berlangsung. Adanya serangan dari nukleofil membuat X terlepas membawa pasangan elektronnya. Untuk menggantikan pasangan elektron itu, nukleofil memberikan pasangan elektronnya untuk dijadikan pasangan elektron dengan karbon.

Suatu reaksi substitusi dapat terjadi secara mekanisme SN-2 jika nukleofil yang menyerang merupakan nukleofil kuat dan pelarut yang digunakan adalah pelarut polar aprotik.

2.10.2 Pelarut Reaksi SN-2

Pemilihan pelarut dalam suatu reaksi sangat berpengaruh. Begitupun dalam reaksi SN-2. Pelarut polar aprotik sangat mendukung mekanisme reaksi SN-2. Pelarut polar aprotik memiliki momen dipol yang besar dan dapat melarutkan spesi bermuatan positif dari kutub negatif yang dimilikinya. Contoh pelarut polar aprotik antara lain: aseton, etil asetat, diklorometan, asetonitril, DMSO, DMF dan THF. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan aseton sebagai pelarut.

2.11 Karakterisasi

2.11.1 FTIR

Spektroskopi FTIR adalah metode analisis material menggunakan spektroskopi sinar infra merah yang berada pada rentang panjang gelombang dari 2.5 µm sampai 25 µm dan memiliki rentang frekwensi dari 400 cm⁻¹ sampai 4000 cm⁻¹. Spektroskopi infra merah digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat dalam suatu sampel. Serapan infra merah suatu molekul diukur sebagai fungsi dari frekwensi (bilangan gelombang). (Ibadurrahman, 2008)

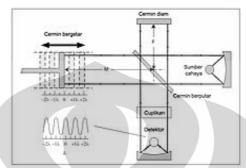
Dalam spektroskopi sinar infra merah, radiasi sinar infra merah ditembakkan ke arah sebuah molekul dimana sebagian radiasi ada yang diserap (adsorbsi) oleh molekul dan sebagian lagi diteruskan (transmisi) melalui molekul tersebut yang menghasilkan sebuah spektrum. Hasil spektrum tersebut mewakili nilai adsorbsi dan transmisi dari molekul.

Pada prinsipnya, sinar infra merah diserap oleh molekul yang mengalami vibrasi. Penyerapan sinar infra merah ini menyebabkan berubahnya frekwensi vibrasi. Sinar infra merah yang diserap oleh molekul karakteristik untuk setiap ikatan.

Ada 3 jenis spektroskopi infra merah, yaitu spektro-IR dispersif, spektro-IR nondispersif, dan spektro-FTIR. Dalam penelitian ini digunakan spektro-FTIR. Kelebihan spektroskopi FTIR dibandingkan dengan spektroskopi IR yang lain adalah dapat digunakan untuk analisis secara kualitatif maupun secara kuantitatif. Secara kualitatif, dapat ditentukan gugus ikatan yang terdapat dalam sampel

sedangkan secara kuantitatif dapat ditentukan konsentrasi sampel, semakin besar serapan semakin besar konsentrasi sampel.

Pengukuran menggunakan FTIR memiliki 3 fungsi utama yaitu untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, menentukan kualitas sampel, dan menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran.



Gambar 2.10. Skema FTIR

Karakterisasi FTIR bisa digunakan untuk mengukur sampel padat maupun cair. Sampel cair bisa langsung diukur dengan menempatkannya pada *universal cell holder* seperti gambar di bawah ini:



Gambar 2.11. Universal cell holder

Sedangkan sampel padat harus disiapkan terlebih dahulu untuk pembuatan pelet menggunakan KBr. Dalam penelitian ini sampel yang diukur merupakan padatan maka dilakukan pengukuran dengan metode pelet KBr.

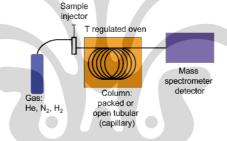
Secara keseluruhan, analisis menggunakan spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama dibandingkan metoda konvensional lainnya, yaitu

- Dapat digunakan pada semua frekwensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau pemindaian.
- ➤ Sensitifitas dari metoda Spektrofotometri Fourier Transform Infra Red lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah.

2.11.2 GC-MS

Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) adalah dua metode analisis yang dihubungkan untuk dikombinasikan menjadi dua metode analisa campuran senyawa kimia. Dengan menggabungkan dua metode ini, maka dapat diketahui senyawa apa saja yang terkandung dalam suatu campuran, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Kromatografi gas secara umum digunakan untuk memisahkan campuran kimia menjadi masing-masing komponennya. Dasar pemisahannya adalah pendistribusian sampel diantara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Kromatografi gas menggunakan fasa gerak berupa gas dan fasa diamnya dapat berupa padatan atau cairan. Fasa gerak inilah yang membawa campuran untuk dipisahkan masing-masing komponennya. Senyawa-senyawa yang ada dalam campuran dapat dipisahkan karena adanya interaksi selektif antara fasa diam dengan senyawa-senyawa tersebut.



Gambar 2.12. Skema GC-MS

Apabila spektrometer massa ini dihubungkan dengan instrumen kromatografi gas, maka setelah masing-masing senyawa dalam campuran telah terpisah dalam kolom GC, selanjutnya akan memasuki detektor ionisasi elektron. Disini senyawa akan ditumbuk dengan elektron yang menyebabkan senyawa-senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen-fragmennya. Massa dari fragmen-fragmen dibagi muatan disebut M/Z. Karena kebanyakan fragmen mempunyai muatan +1, maka nilai M/Z menggambarkan massa relatif dari fragmen molekul.

Spektrometer massa merupakan detektor yang umum untuk kromatografi gas, dimana sampel yang dilewatkan melalui kromatografi gas diubah menjadi bentuk ionnya pada spektrometer massa. Kromatografi gas merupakan teknik pemisahan yang ideal sedangkan spektrometer massa merupakan teknik identifikasi sampel yang baik. (Lusi Trywulan Dewi, 2009)

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan yang Digunakan

3.1.1 Alat yang digunakan

- Peralatan gelas
- Neraca analitis
- Mortar
- Oven
- Hot plate + stirer
- Termometer
- Spatula
- Cawan porselen
- Labu leher dua dengan kondensor
- FT-IR (IR Prestige 21 Shimadzu)
- GC
- GC-MS (Agilent Technologies)

3.1.2 Bahan yang digunakan

- Tetra Ethyl Ortho Silikat (TEOS)
- HCl 4 M
- Aquademin
- Eter
- 1-butil-3-metil imidazolium hexafluorophospate [BMIM]PF6
- Benzyl chloride
- KCN
- Aseton

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Katalis [BMIM]PF₆-SiO₂

3.2.1.1 Pembuatan Silika Gel

TEOS, HCl, aquademin dicampur dalam rotavapor selama 3 jam hingga terbentuk silika hidrogel. Kemudian digerus dan didiamkan selama 24 jam serta dipanaskan pada suhu 100°C selama 4 jam. Silka gel yang terbentuk dihaluskan dengan mortar. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.

3.2.1.2 Impregnasi [BMIM]PF₆ Kedalam Silika Gel

Silika gel yang telah halus ditambahkan cairan ionik [BMIM]PF₆ dan eter, kemudian diaduk dengan *magnetic stirer* selama 30 menit. Hasil yang terbentuk dipanaskan pada 60°C selama 1 jam. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.

3.2.2 Uji Katalisis Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida

3.2.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]PF₆-SiO₂

KCN, katalis [BMIM]PF₆-SiO₂, aseton, dan benzil klorida dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu ruang (30°C) selama 5,10, 15, dan 20 jam. Kemudian dilakukan variasi berat katalis 2%, 4 %, 5%, 7%, 8 % dan 10 %. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC-MS dan GC.

3.2.2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]PF₆

KCN, katalis [BMIM]PF₆, aseton, dan benzil klorida dicampurkan ke dalam labu refluks. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 30°C dan 60°C selama 40 menit. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel

Pembuatan katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel dilakukan dengan cara immobilisasi cairan ionik [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel dengan metode impregnasi. Ada 2 tahap dalam pembuatannya yaitu pembuatan silika gel dan impregnasi cairan ionik [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel.

4.1.1 Pembuatan Silika Gel

Sebanyak 10 mL TEOS, 6 mL aquademin, dan 1,9 mL HCL 4M dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Campuran dicampur dalam rotavapor pada suhu ruang selama 3 jam hingga terbentuk silika hidrogel. Tujuan pencampuran dilakukan dalam rotavapor agar dihasilkan pencampuran yang sempurna sesuai persamaan reaksi:

$$Si(OCH_2CH_3)_{4(l)} + 2H_2O_{(l)} \rightarrow SiO_2.xH_2O_{(s)} + 4CH_3CH_2OH_{(l)}$$

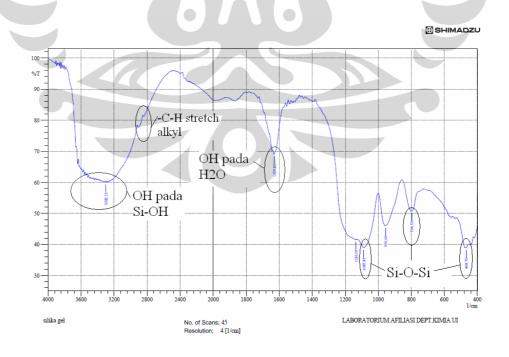
Kinetika reaksi diatas sangat lambat pada suhu ruang bahkan diperlukan waktu berhari-hari. Oleh karena itu, digunakan HCl sebagai katalis asam untuk mempercepat reaksi terbentuknya silika hidrogel.



Gambar 4.1. Silika hidrogel yang terbentuk

Silika hidrogel yang terbentuk akan melapisi dinding labu seperti lapisan kaca Lapisan kaca pada dinding labu digerus dan dimasukkan ke dalam *beaker glass*. Silika hidrogel didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang dan dipanaskan selama 4 jam pada suhu 100°C. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan dan menghilangkan molekul air yang berikatan dengan gugus silanol melalui ikatan hidrogen. Selain itu juga untuk menghilangkan etanol yang merupakan hasil samping dari pembentukan silika gel.

Silika gel yang hanya dipanaskan pada suhu antara 0-100°C baru akan membentuk silika gel basah dimana kandungan air masih besar. Untuk itu seharusnya dilakukan pemanasan lebih lanjut yaitu sekitar 100-110°C untuk mendapatkan silika gel kering normal (Enymia,1998). Pemanasan dilakukan hingga tercapai berat silika gel yang konstan. Dengan pemanasan ini, maka gugus silanol pada silika gel siap untuk berikatan kovalen dengan suatu gugus fungsi organik dalam suatu senyawa. Pada penelitian ini gugus fungsi organik yang dimaksud adalah N⁺ yang terkandung dalam cairan ionik [BMIM]PF₆. Selain itu, berkurangnya molekul air dari permukaan silika gel menyebabkan luas permukaan silika gel dan volume pori menjadi lebih besar sehingga proses adsorbsi fisik maupun adsorbsi kimia menjadi lebih efektif dan efisien.



Gambar 4.2. Spektrum FTIR silika gel

Setelah dingin, silika gel yang terbentuk ditimbang dan diperoleh sebesar 3,55 gram. Silika gel yang telah ditimbang, dihaluskan dengan mortar dan diperoleh serbuk silika gel yang berwarna putih bersih. Silika gel siap dikarakterisasi menggunakan FTIR

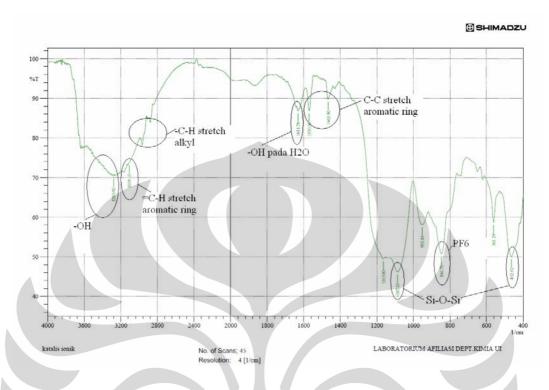
Dalam spektrum FTIR diatas, terdapat pita serapan gugus –OH pada 3302.13 cm⁻¹. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang 468.70 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk dari siloksan (Si-O-Si), sedangkan bilangan gelombang 798.53 dan 1087.85 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur simetrik dan asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Gugus silanol dan siloksan inilah yang merupakan gugus aktif dari silika gel sehingga silika gel dapat dimodifikasi. Pita serapan pada bilangan gelombang 1629.85 cm⁻¹ menunjukkan ikatan –OH dari H₂O. Ini memperlihatkan bahwa dalam silika gel masih mengandung molekul air, sebagaimana rumus molekulnya SiO₂.xH₂O.

Namun, spektrum FTIR dari silika gel ini masih kurang untuk meyakinkan pembuktian bahwa silika gel benar-benar terbentuk, maka seharusnya dilakukan pula karakterisasi TEOS menggunakan FTIR. Dengan begitu bisa dibedakan antara spektrum FTIR pada TEOS dan silika gel. Hal ini karena dikhawatirkan gugus siloksan yang terdeteksi adalah milik TEOS bukan milik silika gel. Selain itu, dalam spektrum FTIR diatas juga masih terlihat serapan C-H yang berasal dari gugus etil pada TEOS di daerah bilangan gelombang 2900 cm⁻¹, yang seharusnya dalam silika gel tidak terdapat serapan gugus etil.

4.1.2 Impregnasi [BMIM]PF₆ Dalam Silika Gel

Sebanyak 1,25 gram silika gel, 0,25 gram cairan ionik [BMIM]PF₆ dan 2,5 mL eter diaduk menggunakan *stirer* pada suhu ruang selama 30 menit hingga tercampur rata. Immobilisasi dengan metode impregnasi ini dilakukan pada suhu ruang karena menggunakan katalis [BMIM]PF₆ yang merupakan RTIL (*Room Temperatur Ionic Liquids*). Campuran dipanaskan selama 1 jam pada suhu 60°C untuk menguapkan eter yang tersisa dan dihasilkan katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ yang berwarna putih bersih. Katalis silika gel inilah yang akan diuji sifat katalitiknya.

Sebelum diuji, dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR untuk memastikan bahwa proses impregnasi berlangsung dengan baik.



Gambar 4.3. Spektrum FTIR katalis [BMIM]PF₆-SiO₂

Dalam spektrum FTIR diatas terdapat pita serapan yang sama dengan pita serapan pada silika gel yang menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan. Pada daerah bilangan gelombang 3280.92 cm⁻¹ terdapat pita serapan –OH dari silanol dan pada bilangan gelombang 1631.78 cm⁻¹ terdapat pita serapan –OH dari H₂O. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang 462.92 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk dari siloksan (Si-O-Si), sedangkan bilangan gelombang 1087.85 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Selain itu, juga terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 846.75 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus PF₆⁻. Pada daerah 1600-1400 cm⁻¹ terdapat dua puncak serapan yang menunjukkan adanya ikatan C-C *stretching* pada gugus aromatik. Pada daerah bilangan gelombang 3109.25 cm⁻¹ menunjukkan adanya pita serapan =C-H *stretching* pada gugus aromatik. Ketiga gugus ini terdapat pada [BMIM]PF₆ yang tidak terdapat pada spektrum FTIR silika gel. Hal ini membuktikan bahwa silika gel telah terimpregnasi dengan [BMIM]PF₆. Dengan begitu, [BMIM]PF₆-SiO₂ yang terbentuk telah siap digunakan untuk uji katalitik.

4.2 Uji Katalitik Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik Antara Benzil Klorida dan Kalium Sianida

Untuk mengetahui keefektifan [BMIM]PF₆-SiO₂ sebagai katalis dilakukan uji katalitik pada reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida dengan perbandingan mol 1:4. Pertama kali yang dilakukan adalah menentukan waktu optimum reaksi kemudian menentukan berat katalis optimum yang digunakan dalam reaksi.

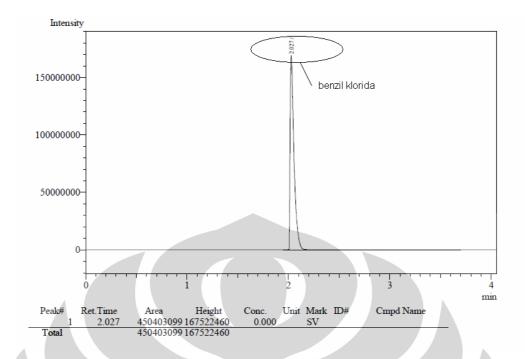
Sebagai perbandingan, juga dilakukan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida menggunakan cairan ionik [BMIM]PF₆ yang tidak diimmobilisasi ke dalam silika gel.

4.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]PF₆-SiO₂

Sebanyak 1 gram KCN, 0,5 gram benzil klorida, 0,03 gram katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ (2% dari berat total reaktan), 6 mL aseton dicampurkan ke dalam labu ukur 25 mL. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 5, 10, 15, dan 20 jam pada suhu 30°C.

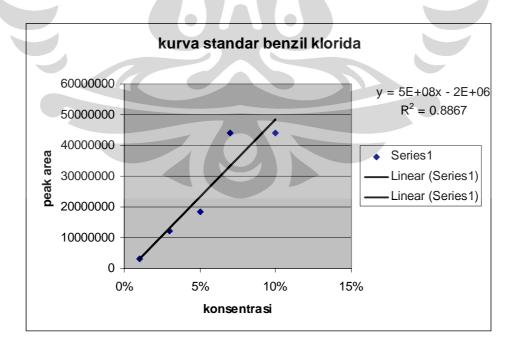
Reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN dimana CN⁻ berperan sebagai nukleofil yang akan menyerang atom C-Cl dengan Cl sebagai *leaving groups* yang baik. Pada hasil reaksi akan terbentuk benzil sianida. Hasil reaksi yang telah dilakukan dengan variasi waktu (5,10,15 dan 20 jam) dikarakterisasi menggunakan GC untuk mengetahui konsentrasi benzil klorida yang masih terkandung dalam masing-masing reaksi. Dari hasil tersebut dapat ditentukan waktu optimum reaksi yang dilihat pula pada % konversi benzil klorida dan % yield benzil sianida.

Untuk mengetahui benzil klorida yang masih terdapat dalam campuran, maka harus diketahui terlebih dahulu puncak benzil klorida murni yang muncul. Benzil klorida murni dikarakterisasi menggunakan GC dan dapat dilihat bahwa waktu retensi benzil klorida pada alat GC dengan kolom Rtx-1(0.25mm x 1,30m x 0.25mm) berada pada waktu ke 2.027 menit, dengan hasil sebagai berikut:



Gambar 4.4. Hasil GC benzil klorida murni

Untuk menentukan besarnya konsentrasi benzil klorida yang masih terdapat dalam campuran, harus dibuat kurva standar benzil klorida terlebih dahulu. Larutan benzil klorida 1%, 3%, 5%, 7% dan 10 % dibuat sebagai larutan standar untuk menentukan kurva standar benzil klorida dan diperoleh sebagai berikut:



Gambar 4.5. Kurva standar benzil klorida

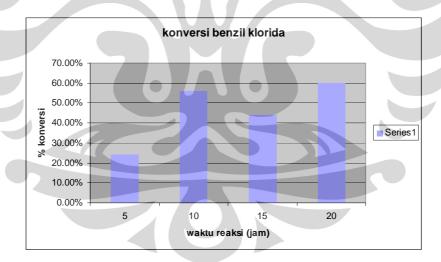
Universitas Indonesia

Konsentrasi benzil klorida pada masing-masing waktu reaksi dapat dihitung dengan memasukkan luas daerah puncak (*peak area*) benzil klorida ke dalam persamaan kurva standar (sebagai *variable y*). Masing-masing hasil GC berdasarkan waktu reaksi dapat dilihat pada lampiran 9 hal. 44. Dari perhitungan diperoleh konsentrasi benzil klorida yang masih terdapat dalam campuran, seperti yang tercantum sebagai berikut:

Tabel 4.1. Konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran

waktu (jam)	konsentrasi	peak area
5	0.0582	27125138
10	0.0339	14991923
15	0.0431	19572983
20	0.0307	13375007

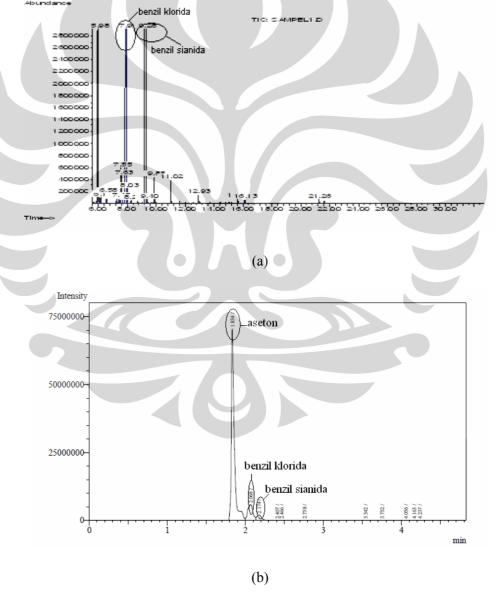
Dari konsentrasi benzil klorida yang dimasukkan mula-mula yaitu sebesar 7.69%, dapat dihitung % konversi benzil klorida yang bereaksi, seperti terlihat pada kurva berikut:



Gambar 4.6. Kurva % konversi benzil klorida terhadap variasi waktu

Untuk menentukan waktu reaksi optimum, juga perlu dihitung % yield dari produk yang diharapkan yaitu benzil sianida. Pada hasil GC tidak dapat diketahui *peak* dari benzil sianida karena tidak digunakan benzil sianida murni sebagai standar. Oleh karena itu, digunakan GC-MS untuk mendeteksi letak *peak* benzil sianida dalam campuran yang kemudian hasilnya bisa diperkirakan pada GC.

Pada hasil GC-MS maupun GC terdapat 3 buah *peak* utama. Tiga buah *peak* inilah yang dapat dideteksi dari GC-MS yang kemudian dapat disesuaikan dengan GC. Pada hasil GC-MS dengan kolom HP-5MS (0.25mm x 60m x 0.25um), diperoleh bahwa *peak* benzil sianida terdapat setelah benzil klorida. Dengan kolom Rtx-1 (0.25mm x 1,30m x 0.25um) pada GC yang merupakan kolom nonpolar sama seperti kolom HP-5MS (0.25mm x 60m x 0.25um) pada GC-MS, memperlihatkan bahwa benzil sianida terletak pada waktu retensi 2.1 menit tepat setelah benzil klorida. Perbandingan antara hasil GC-MS dan GC diperlihatkan pada gambar dibawah ini:

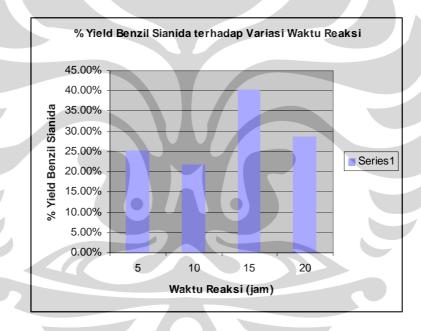


Gambar 4.7. Perbandingan hasil GC MS (a) dan GC (b)

Universitas Indonesia

Tentunya metode perbandingan antara GC-MS dan GC ini masih belum bisa dipastikan dengan yakin bahwa *peak* pada waktu retensi 2.1 menit adalah *peak* dari benzil sianida yang terbentuk. Satu-satunya cara untuk mengetahui secara pasti letak *peak* benzil sianida adalah menggunakan benzil sianida murni sebagai standar. Dengan tersedianya benzil klorida dan benzil sianida, pengukuran dengan GC pun sudah cukup untuk membuktikan kevalidan data yang diukur, tanpa perlu lagi mengukur dengan GC-MS.

Dengan merujuk pada hasil perkiraan letak *peak* benzil sianida yang terbentuk dari hasil GC dan dengan membandingkan daerah puncak benzil sianida yang terbentuk terhadap benzil klorida yang dimasukkan mula-mula, dapat dihitung % yield seperti yang tergambarkan dalam kurva berikut:



Gambar 4.8. Kurva % yield benzil sianida terhadap variasi waktu

Dari kedua kurva yaitu kurva % konversi dan % yield dapat diketahui bahwa benzil klorida yang bereaksi tidak semuanya membentuk benzil sianida. Ada produk samping yang terbentuk. Hal ini terlihat bahwa % konversi tidak sebanding dengan % yield. Dari % yield benzil sianida yang terbentuk diketahui bahwa pembentukan benzil sianida paling besar tercapai pada waktu reaksi 15 jam sehingga diambil kesimpulan bahwa waktu optimum reaksi yaitu 15 jam dengan perbandingan mol reaktan antara benzil klorida:KCN=1:4 pada suhu 30°C.

Universitas Indonesia

Setelah diketahui waktu optimum reaksi, maka langkah selanjutnya adalah melakukan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN (1:4, % mol) dengan variasi % berat katalis pada suhu 30°C.

Sebanyak 1 gram KCN, 0,5 gram benzil klorida, 6 mL aseton, dan 4% (0,06 gram), 5% (0,075 gram), 7% (0,105 gram), 8% (0,12 gram), 10% (0,15 gram) katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 15 jam pada suhu 30°C.

Dengan mengubah variasi % berat katalis pada reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida:KCN = 1:4 (% mol) dan direaksikan dengan waktu optimum (15 jam) pada suhu 30°C, maka diperoleh hasil sebagai berikut (hasil GC berdasarkan variasi % berat katalis dapat dilihat pada lampiran 10, hal. 48):

Tabel 4.2. Hubungan antara peak area benzil klorida dengan variasi % katalis

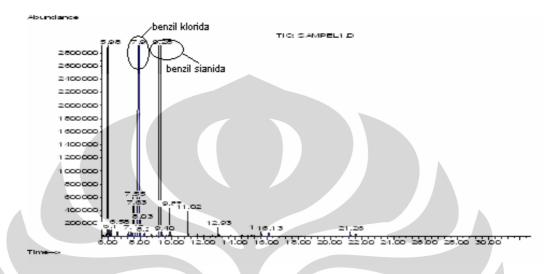
peak area	% katalis
47905637	4%
13793511	5%
6030409	7%
38797523	8%
38273942	10%

Peak area sebanding dengan konsentrasi, semakin besar peak area semakin besar konsentrasi suatu senyawa. Dari tabel terlihat bahwa peak area benzil klorida terkecil berada pada % berat katalis sebesar 7%. Peak area yang kecil ini menunjukkan bahwa konsentrasi benzil klorida yang masih tersisa juga kecil. Dengan kata lain, lebih banyak benzil klorida yang digunakan untuk bereaksi. Namun hal ini tidak dapat menunjukkan bahwa semakin sedikit konsentrasi benzil klorida dalam campuran, semakin banyak benzil sianida yang terbentuk karena tidak semua produk yang dihasilkan adalah benzil sianida.

Untuk menentukan % berat katalis optimum yang menghasilkan benzil sianida terbesar agak sulit dilakukan sehingga % berat katalis optimum ditentukan dari banyaknya benzil klorida yang bereaksi yaitu tercapai pada 7 % berat katalis. Kondisi optimum reaksi subtitusi nukleofilik antara benzil klorida:KCN dengan

perbandingan mol 1:4 pada suhu 30°C tercapai pada waktu 15 jam dengan 7% berat katalis [BMIM]PF₆-SiO₂.

Hasil reaksi dari kondisi optimum ini dikarakterisasi menggunakan GC-MS dan diperoleh hasil sebagai berikut:



Gambar 4.9. Hasil GC-MS pada kondisi optimum (15 jam, 7% katalis)

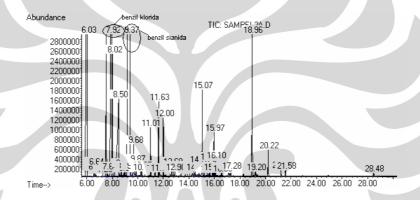
Dari hasil GC-MS diketahui bahwa ada 3 *peak* utama yang terlihat jelas paling tinggi puncaknya, yaitu pentanon, benzil klorida dan benzil sianida. Pentanon yang terbentuk berasal dari aseton karena pemakaian aseton dalam reaksi ini dianggap berlebihan sehngga ada produk samping dari aseton. Dari data GC-MS, luas area benzil sianida lebih besar dari luas area benzil klorida (Benzil sianida = 38.79%, benzil klorida = 17.91 %). Hal ini menunjukkan bahwa benzil sianida yang terbentuk lebih besar konsentrasinya dari benzil klorida yang tersisa.

4.2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]PF₆

Sebanyak 1 gram KCN, 0,5 gram benzil klorida, 6 mL aseton, dan 0,1 gram cairan ionik [BMIM]PF₆ dicampurkan ke dalam labu bulat. Campuran diaduk menggunakan *stirer* dan dipanaskan dalam refluks pada suhu 60°C selama 40 menit. Dilakukan pula reaksi dengan komposisi campuran yang sama pada suhu 30°C dan tanpa refluks karena dilakukan pada suhu ruang.

Kedua reaksi ini dilakukan untuk membandingkan pengaruh suhu pada reaksi katalisis menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ karena suhu merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi laju reaksi.

Kedua hasil reaksi dikarakterisasi menggunakan GC dan diperoleh % konversi pada suhu 30°C (92.60%) lebih besar dibandingkan dengan suhu 60°C (56.95%). Namun pada suhu 30°C tidak terbentuk benzil sianida sedangkan pada suhu 60°C terbentuk benzil sianida dengan % yield sebesar 19.78 %. Dalam waktu yang sama, laju reaksi pembentukan produk berbeda dengan adanya perbedaan suhu. Dapat disimpulkan bahwa pada reaksi dengan suhu 30°C, walaupun % konversi lebih besar bukan berarti pembentukan produk benzil sianida juga semakin banyak. Berikut adalah hasil GC-MS pada suhu 60°C:



Gambar 4.10. Hasil GC-MS reaksi dengan katalis [BMIM]PF₆ pada suhu 60°C

Dari gambar terlihat bahwa ada 4 puncak yang paling tinggi dengan beberapa puncak yang sedang. Hal ini menandakan bahwa banyak variasi produk yang dihasilkan dari reaksi ini, bukan hanya benzil sianida. Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan KCN menggunakan katalis [BMIM]PF₆ pada suhu 60°C lebih efektif untuk membentuk benzil sianida dibandingkan pada suhu 30°C. Hal ini disebabkan karena suhu yang lebih tinggi dapat memperbesar energi kinetik molekul sehingga tumbukan yang terjadi antar molekul semakin efektif dan laju pembentukan produk semakin cepat. Dalam waktu 40 menit dapat dihasilkan % yield benzil sianida sebesar 19.78 %. Dalam waktu yang sama namun dengan suhu yang lebih rendah (30°C), tidak terbentuk benzil sianida namun % konversi besar. Hal ini memperlihatkan bahwa benzil klorida yang bereaksi tidak membentuk benzil sianida namun membentuk produk lain.

Universitas Indonesia

4.2.3 Perbandingan Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]PF₆ dan Katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ pada suhu 30°C

Untuk membandingkan keefektifan antara katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ dan katalis silika gel [BMIM]PF₆-SiO₂, dilakukan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN pada suhu 30°C selama 40 menit.

Sebanyak 1 gram KCN, 0,5 gram benzil klorida, 6 mL aseton, 0,03 gram katalis silika gel [BMIM]PF₆-SiO₂ dicampur dengan stirer selama 40 menit pada suhu 30°C. Dan sebanyak 1 gram KCN, 0,5 gram benzil klorida, 6 mL aseton, 0,1 gram katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ dicampur dengan stirer selama 40 menit pada suhu 30°C.

Dari kedua reaksi, diperoleh % konversi katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ lebih besar (96.50%) dibandingkan dengan katalis [BMIM]PF₆ (92.60%). Namun keduanya tidak menghasilkan benzil sianida. Hal ini disebabkan karena dalam waktu 40 menit ada kemungkinan benzil sianida belum terbentuk sehingga dapat diketahui bahwa reaksi substitusi nukleofilik untuk membentuk benzil sianida berlangsung dalam waktu yang lama, belum bisa dicapai dalam waktu 40 menit walaupun menggunakan katalis. Perbedaan konversi antara kedua katalis dapat dilihat bahwa katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ lebih besar. Hal ini memperlihatkan bahwa katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ lebih efektif dibandingkan katalis [BMIM]PF₆.

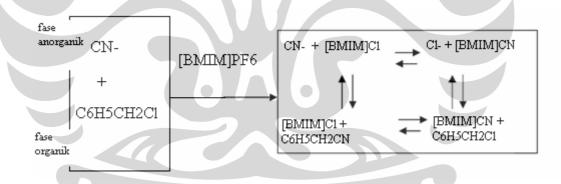
Dari perlakuan-perlakuan diatas dapat disimpulkan bahwa laju reaksi bergantung pada suhu dan katalis. Dengan kenaikan suhu, laju reaksi akan semakin besar karena energi kinetik molekul semakin besar yang menyebabkan tumbukan semakin efektif. Dengan adanya katalis yang berperan menurunkan energi aktivasi, laju reaksi juga semakin besar. Keefektifan katalis cairan ionik yang diimmobilisasi kedalam silika gel lebih besar dibandingkan menggunakan katalis cairan ionik yang tidak diimmobilisasi kedalam silika gel. Penggunaan katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ lebih efisien karena membutuhkan cairan ionik [BMIM]PF₆ yang lebih sedikit.

4.3 Mekanisme Reaksi

4.3.1 Katalis Cairan Ionik sebagai Katalis Transfer Fasa

Cairan ionik [BMIM]PF₆ dalam reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN berperan sebagai katalis transfer fasa. Cairan ionik [BMIM]PF₆ menjembatani antara fasa anorganik dari KCN dan fasa organik dari benzil klorida. 1-butil-3-metil immidazolium merupakan kation dari cairan ionik yang bersifat polar sedangkan PF₆ merupakan anion yang bersifat hidrofobik.

[BMIM] PF₆ bereaksi dengan nukleofil CN sehingga membentuk [BMIM] CN dan membawanya ke fasa organik yang akan berikatan dengan benzil klorida menjadi [BMIM] Cl dan. [Benzil] CN Dari sini terbentuklah benzil sianida. Kemudian katalis [BMIM] Cl kembali lagi ke fasa air untuk berikatan dengan nukleofil CN hingga nukleofil CN habis bereaksi. Reaksi ini berlangsung dengan hasil akhir membentuk benzil sianida dan katalis [BMIM] PF₆ yang diperoleh kembali.



Gambar 4.11. Bagan mekanisme reaksi katalis transfer fasa dari [BMIM]PF₆

4.3.2 Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan KCN

Substitusi nukleofilik antara KCN dan benzil klorida terjadi secara mekanisme SN-2 yang melalui tahap transisi (*transition state*). Ion CN⁻ berperan sebagai nukleofil sedangkan ion Cl⁻ pada benzil klorida berperan sebagai gugus pergi (*leaving groups*).

Ion CN- akan menyerang atom karbon pada benzil klorida yang mengikat langsung Cl (C-Cl) dari arah belakang karena faktor dari besarnya gugus aromatik

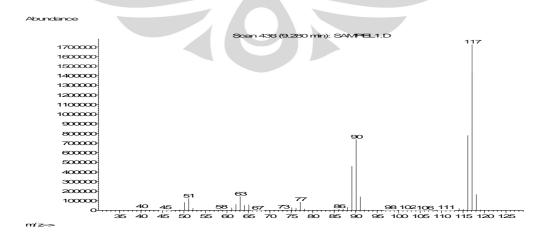
Universitas Indonesia

yang terikat pada atom C-Cl. Pada tahap transisi ini, antara ion CN⁻ dan ion Cl⁻ akan terjadi asosiasi pada atom karbon yang diserang. Ion Cl⁻ yang merupakan gugus pergi yang baik akan terlepas sambil membawa pasangan elektronnya sedangkan ion CN⁻ akan memberikan pasangan elektronnya kepada atom karbon untuk berikatan sebagai pengganti pasangan elektron yang dibawa oleh ion Cl⁻. Maka terbentuklah benzil sianida dari hasil penggantian antara ion Cl⁻ pada benzil klorida.dengan ion CN⁻ dari KCN.

Gambar 4.12. Mekanisme reaksi SN-2 antara benzil klorida dan KCN

4.4. Fragmentasi Benzil Sianida pada GC-MS

Pada penelitian ini yang diharapkan menjadi produk adalah benzil sianida. Benzil sianida yang terbentuk dibuktikan dengan menggunakan hasil fragmentasi spektoskopi massa yang memperlihatkan berat molekul dari benzil sianida yaitu 117 gram/mol. Hasil spektroskopi massa ini menunjukkan kemiripan dengan struktur benzil sianida berdasarkan database yang terdapat di PusLabFor Mabes POLRI, yang tergambarkan sebagai berikut:



Gambar 4.13. Fragmentasi benzil sianida

Universitas Indonesia

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini antara lain:

- reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan KCN bisa dilakukan dengan katalis silika gel [BMIM]PF₆-SiO₂ yang ditunjukkan dari hasil GC-MS bahwa terdapat senyawa benzil sianida sebagai produk reaksi.
- 2. kondisi optimum reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN menggunakan katalis silika gel [BMIM]PF₆-SiO₂ tercapai pada waktu 15 jam dengan % berat katalis sebesar 7% dari total berat reaktan.
- 3. pada reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN selama 40 menit, reaksi yang menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆ pada suhu 60°C terbentuk benzil sianida (ditunjukkan oleh hasil GC) dengan % yield sebesar 19,78 % sedangkan pada suhu 30°C tidak terbentuk. Suhu mempengaruhi laju reaksi, semakin besar suhu, semakin besar laju reaksi pembentukan produk.
- 4. [BMIM]PF₆-SiO₂ lebih efektif dibandingkan dengan [BMIM]PF₆. Hal ini ditunjukkan dari % konversi katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ yang lebih besar (96.50%) dibandingkan dengan katalis [BMIM]PF₆ (92.60%)

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ke depan:

- 1. diharapkan penelitian selanjutnya melakukan variasi suhu untuk mencari suhu optimum reaksi
- diharapkan menyediakan standar benzil sianida agar hasil karakterisasi GC lebih bisa dipastikan bahwa sudah terbentuk benzil sianida.

DAFTAR PUSTAKA

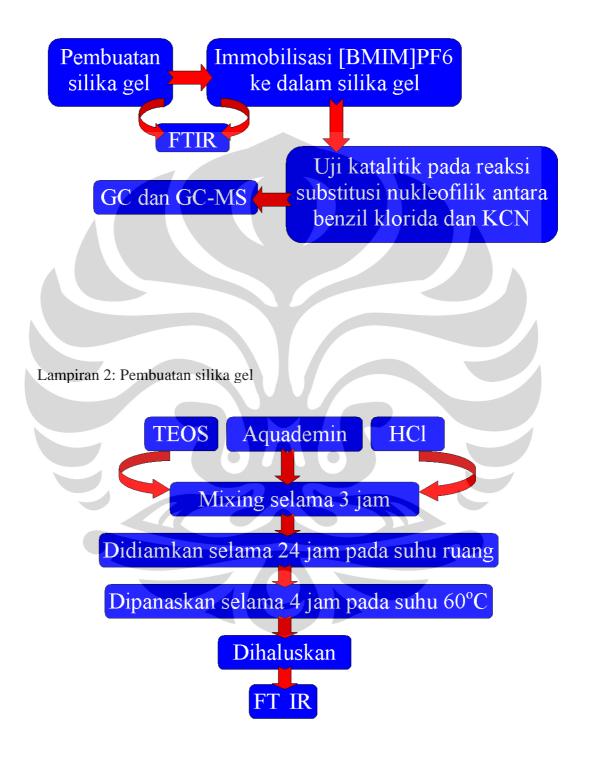
- Budiman, Harry, Fransiska Sri H.K, dan Achmad Hanafi S.(2007). *Modifikasi Silika dengan ligan 2-mercaptoimidazole untuk Adsorpsi Logam Berat Krom V.* Seminar Nasional XVI Kimia dalam Industri dan Lingkungan, Jaringan Kerjasama Kimia Indonesia (JASAKIAI), Yogyakarta, 6 Desember 2007
- Cairan ionik. http://www.merck-chemicals.co.id/pharmaceuticalingredients/cairan-ionik/c_bUmb.s1OwgQAAAEdwtcMDpV3
- Earle, Martyn J.(2000). *Ionic liquids. Green solvents for the future*. Pure Appl. Chem., Vol. 72, No. 7, pp. 1391–1398.
- Enymia, Suhanda, dan Naniek Sulistarihani.(1998).Pembuatan Silika Gel Kering Dari Sekam Padi Untuk Bahan Pengisi Karet Ban.Jurnal keramik dan gelas Indonesia vol.7 no 1&2 thn 1998
- IR Spectroscopy Tutorial: Aromatics.
 http://orgchem.colorado.edu/hndbksupport/irtutor/aromaticsir.html
- IR Table Absorption. http://www.chem.ucla.edu/~webspectra/irtable.html
- Irvani, Marvita.(2006). Reaksi α-pinena dengan hidrogen peroksida (H2O2)asetonitril dalam suasana asam. Tugas akhir mahasiswa jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang
- Karyakin, A.V, G.A.Muradova, and G.V.Maisuradze.(1970). *IR spectroscopic study of interaction of water with silanol groups*. Translated from Zhurnal Prikladnoi Spektroskopii, Vol. 12, No. 5, pp. 903-906, May, 1970. Original article submitted August 7, 1968; revision submitted April 10, 1969.
- Kuskaryawantini. (2010). Studi reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoate dengan gliserol menggunakan katalis silica gel/ 1-butil-3-metil imidazolium klorida. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Mc Farlan, A.J., and B.A Morrow. (1991). *Infrared evidence for two isolated* silanol species on activated silicas. J. Phys. Chem., 1991, 95 (14), pp 5388–5390. http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/j100167a009
- Nyquist ,Richard A. , Curtis L. Putzig, M. Anne Leugers.(1997). The Handbook of Infrared and Raman Spectra of Inorganic Compounds and Organic Salts: Infrared and Raman spectral atlas of inorganic compounds and organic salts. Text and explanations. Gulf Professional Publishing

Universitas Indonesia

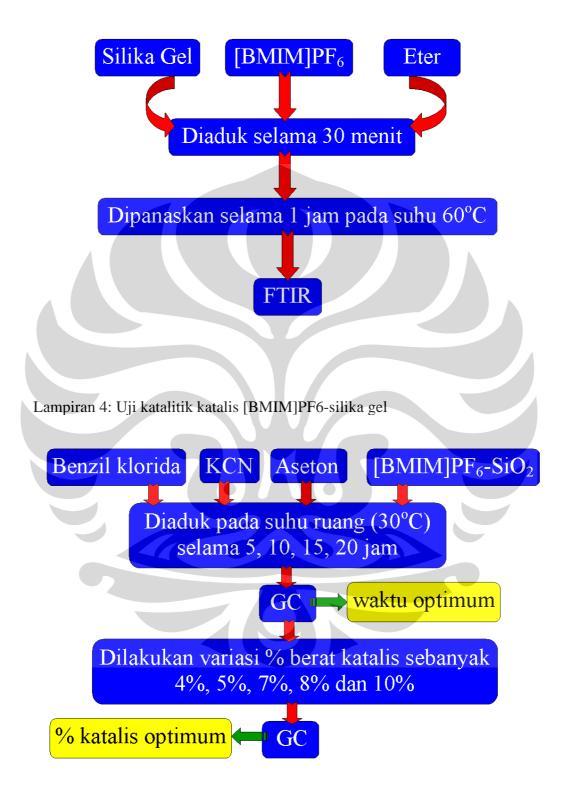
- Permanasari, Anna. *Spektrometi IR*. http://www.scribd.com/doc/41237866/Spektrometri-IR
- Sheldon, Roger.(2001). Catalytic reactions in ionic liquids. Chem. Commun., 2399–2407
- Stiadi, Yeni, Rahmayeni, dan Sartika Sari. *Pengaruh surfaktan terhadap*pembentukan komposit polistiren/silika. Tugas akhir aahasiswa jurusan

 Kimia FMIPA Universitas Andalas
- Sutrisno, Hari, Retno Arianingrum dan Ariswan.(2005). Silikat dan Titanium Silikat Mesopori-Mesotruktur Berbasis Struktur Heksagonal dan Kubik. Jurnal Matematika dan Sains Vol. 10 No. 2, Juni 2005, hal 69-74
- Takuya Hashimoto and Keiji Maruoka.(2008). The basic principle of phase transfer catalystand some mechanistic aspect. Weinheim: WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA
- Tamami, B, and S. Ghasemi. (2008). Nucleophilic substitution reactions using polyacrylamide-based phase transfer catalyst in organic and aqueous media. Journal of the Iranian chemical society, vol. 5, suppl., October 2008, pp. S26-S32
- Trywulan Dewi, Lusi. (2009). Studi pendahuluan sintesis metal ester dari minyak kelapa sawit komersial menggunakan katalis zeolit alam (asam) dan cairan ionic. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Welton, Thomas.(1999). Room-Temperature Ionic Liquids. Solvents for Synthesis and Catalysis. American Chemical Society
- Wheleer, Christy, et.al. (2001). *Ionic liquids as catalytic green solvents for nucleophilic displacement reactions*. Advance Article on the web 20th April 2001
- Yasuhiro Yamamoto and Kenichiro Sugawara. (2000). Novel insertion of ethynylbenzene derivatives bearing anelectron-withdrawing substituent at the 4-position into a P–C bond and their transannular insertion between a metal atom and an ipso-carbon atom of the phosphine ligand. J. Chem. Soc., Dalton Trans., 2000, 2896–2897
- Zhao, Hua, and Sanjay V Malhotra.(2002) *Applications of Ionic Liquids in Organic Synthesis*. Aldrichimica Altavol. 35, NO. 3
- Zhuoqun Wu. (2001). Nonlinear diffusion equations. E-books World Scientific

Lampiran 1: Bagan alur penelitian



Lampiran 3: Pembuatan katalis [BMIM]PF6-silika gel



Lampiran 5 : Contoh cara perhitungan

1. Konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran

Konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran dihitung dari persamaan kurva standar benzil klorida yang telah dibuat sebelumnya.

Persamaannya yaitu:

$$y = 5.10^8 \, x - 2.10^6$$

dengan y sebagai *peak area* benzil klorida dan x sebagai konsentrasi benzil klorida.

Dari hasil GC, didapatkan besar *peak area* (y). Dengan memasukkan y ke dalam persamaan di atas maka didapatkanlah x sebagai konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran.

Contoh: pada saat waktu reaksi 5 jam, *peak area* benzil klorida yang terbaca sebesar 27125138.

dengan y sebesar 27125138, maka didapatkan

$$x = (y + 2.10^6)/(5.10^8)$$

$$=(27125138+2.10^6)/(5.10^8)$$

= 0.0582 M

Maka konsentrasi benzil klorida yang masih tersisa dalam campuran saat waktu reaksi 5 jam sebesar 0,0582 M atau 5,82 %.

Perhitungan untuk reaksi yang lain pun dilakukan dengan cara yang sama seperti diatas.

2. Persen konversi benzil klorida

Persen konversi benzil klorida dihitung dengan rumus sebagai berikut:

%konversi=(benzil klorida awal - benzil klorida sisa)/(benzil klorida awal) . 100%

Konsentrasi benzil klorida awal didapatkan dengan perhitungan:

Benzil klorida yang dimasukkan = 0,5 mL

Aseton yang dimasukkan = 6.0 mL

Konsentrasi benzil klorida awal

- = vol benzil klorida/(vol benzil klorida+aseton) .100%
- = (0.5 mL / 6.5 mL) .100%
- = 7,69 %

Dengan menghitung konsentrasi benzil klorida awal dan konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam tiap reaksi, maka didapatkan % konversi benzil klorida dalam tiap reaksi.

Contoh: pada waktu reaksi 5 jam, konsentrasi benzil klorida sebesar 5,82 %, maka % konversi benzil klorida = (7,69% - 5,82%)/(7,69%) .100%

$$= 24.31\%$$

Maka besar konversi benzil klorida saat waktu reaksi 5 jam sebesar 24,31%

Perhitungan untuk reaksi yang lain pun dilakukan dengan cara yang sama seperti diatas.

3. Persen yield benzil sianida

Produk yang diharapkan dalam reaksi ini adalah benzil sianida. Untuk menentukan % yield benzil sianida terhadap benzil klorida yang dimasukkan di awal, dilakukan perhitungan sebagai berikut:

% yield = (peak area benzil sianida / peak area benzil klorida awal) . 100 %

Peak area benzil klorida awal dihitung dari persamaan kurva standar benzil klorida. Dengan memasukkan konsentrasi benzil klorida awal sebesar 0,0769 M sebagai x ke dalam persamaan $y = 5.10^8$ x $- 2.10^6$, maka didapatkan peak area sebesar 36450000.

Contoh: pada waktu reaksi 5 jam, *peak area* benzil sianida yang terbaca sebesar 9236836, maka

% yield benzil sianida = (9236836/36450000) .100%

Jadi, % yield benzil sianida pada waktu reaksi 5 jam sebesar 25,34%.

Perhitungan untuk reaksi yang lain pun dilakukan dengan cara yang sama seperti diatas.

Lampiran 6: MSDS TEOS



800658 Tetraethyl orthosilicate

untuk sintesis

Untuk pertanyaan umum, silakan hubungi Layanan Pelanggan kami: Merck KGaA Frankfurter Str. 250 64293 Darmstadt Germany Telefon: +49 6151 72-0 Faks: +49 6151 72 2000

03 December 2010

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga	
8006580250	Botol kaca	250 ml	Rp 280,000	
8006581000	Botol kaca	11	Rp 773,000	
		Harga danat bagu	hah sawaktu waktu tanna nambaritahuan	

Informasi produk

Data kimia dan fisika

Temperatur penyalaan 230 °C Kelarutan di dalam air (20 °C) Titik leleh -85.5 °C Massa molar 208.33 g/mol Densitas 0.93 g/cm3 (20 °C) (H₂O, 20 °C) Angka pH Titik didih 168.0 °C (1013 hPa) 10 hPa (20 °C) Tekanan uap Batasan ledakan 1.3 - 23 %(V) Titik nyala 45 °C

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s) H226: Cairan dan uap yang mudah terbakar

H332: Membahayakan bila terhirup. H319: Menyebabkan gangguan mata berat.

H335: Dapat menyebabkan gangguan alat pernapasan.

Precautionary Statement(s) P210: Jauhkan dari panas/ percikan api/ lidah api/ permukaan-permukaan yang panas - Dilarang

merokok.

P305 + P351 + P338: JIKA TERKENA MATA: Bilas secara hati-hati dengan air selama beberapa menit. Lepas lensa kontak, jika digunakan dan mudah melakukannya. Lanjutkan membilas.

Signal Word

Hazard Pictogram(s)



RTECS VV9450000

Kelas penyimpanan 3 Zat-zat cair yang dapat terbakar WGK WGK 1 agak berbahaya untuk air

Disposal

Senyawa karsinogenik dan senyawa yang dapat terbakar yang berlabel "Very Toxic" (Sangat beracun) atau "Toxic" (beracun): kategori F. Alkil sulfat bersifat karsinogenik. Berhati-hatilah untuk menghindari penghirupan dan kontak dengan kulit. Untuk menghilangkan keaktifan alkil sulfat, tambahkan tetes per tetes (dari dalam corong tetes) ke dalam larutan amonia pekat dingin-es (Kat. No. 105426), dengan terus diaduk kuat. Sebelum ditempatkan di dalam kategori D, periksa pH dengan indikator pH universal (Kat. No. 105426).

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 10-20-36/37

Mudah-menyala.Berbahaya jika terhirup.Mengiritasi mata dan sistem pernapasan.

Jenis-jenis bahaya dapat terbakar, berbahaya, mengiritasi

X

Harmful

Informasi Transportasi

Hazard Symbol

Pernyataan (jalur kereta api UN 1292 Tetraethylsilicat, 3, III dan jalan raya) ADR, RRID

Pernyataan (transportasi UN 1292 TETRAETHYL SILICATE, 3, III melalui laut) Kode-IMDG

Pernyataan (transportasi UN 1292 TETRAETHYL SILICATE, 3, III melalui udara) IATA-DGR

Data toksikologis

LD 50 tertelan LD50 tikus 6270 mg/kg
LD 50 melalui kulit LD50 kelinci 5860 mg/kg

Spesifikasi-spesifikasi

Assay (GC, area%) \geq 99 %

Density (d 20 °C/4 °C) 0.932 - 0.934

Identity (IR) passes test

Lampiran 7: MSDS Benzil Klorida



845024 Benzil Klorida

untuk sintesis farma, non-GMP

Untuk pertanyaan umum, silakan hubungi Layanan Pelanggan kami:

> Merck KGaA Frankfurter Str. 250 64293 Darmstadt Germany Telefon: +49 6151 72-0 Faks: +49 6151 72 2000

> > 01 December 2010

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga
8450240100	Botol kaca	100 ml	permintaan harga
8450242500	Botol kaca	2.51	permintaan harga
		Harga dapat berul	pah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

Informasi produk

Rumus kimia	C ₇ H ₇ CI
Formulasi kimia	C ₆ H ₅ CH ₂ CI
Kode HS	2903 69 90
Nomor EC	202-853-6
Massa molar	126.58 g/mol
Nomor indeks EC	602-037-00-3
Nomor CAS	100-44-7

Data kimia dan fisika

585 °C
460 mg/l (30 °C)
-41.2 °C
126.58 g/mol
1.10 g/cm ³ (20 °C)
(H ₂ O)
179.3 °C (1013 hPa)
1.2 hPa (20 °C)
1.1 - 14 %(V)
74 °C
1.5415

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s) H350: Dapat menyebabkan kanker.

H331: Beracun bila terhirup. H302: Berbahaya jika tertelan.

H373: Dapat menyebabkan kerusakan organ-organ melalui eksposur yang lama atau

berulang-ulang.

H335: Dapat menyebabkan gangguan alat pernapasan.

H315: Menyebabkan gangguan pada kulit.

H318: Menyebabkan kerusakan mata berat.

Precautionary Statement(s)

P201: Peroleh terlebih dahulu instruksi khusus sebelum menggunakan.

P305 + P351 + P338: JIKA TERKENA MATA: Bilas secara hati-hati dengan air selama beberapa menit. Lepas lensa kontak, jika digunakan dan mudah melakukannya. Lanjutkan membilas.

Signal Word

Hazard Pictogram(s)







RTECS

Kelas penyimpanan 6.1A Zat-zat mudah terbakar, beracun WGK WGK 3 sangat berbahaya untuk air Disposal

Senyawa karsinogenik dan senyawa yang dapat terbakar yang berlabel "Very Toxic" (Sangat beracun) atau "Toxic" (beracun) : kategori F. Alkil sulfat bersifat karsinogenik. Berhati-hatilah untuk menghindari penghirupan dan kontak dengan kulit. Untuk menghilangkan keaktifan alkil sulfat, tambahkan tetes per tetes (dari dalam corong tetes) ke dalam larutan amonia pekat dingin-es (Kat. No. 105426), dengan terus diaduk kuat. Sebelum ditempatkan di dalam kategori D, periksa pH dengan indikator pH universal (Kat. No. 105426).

Informasi keselamatan kerja

R 45-22-23-37/38-41-48/22 Frase R

Dapat menyebabkan kanker. Juga berbahaya jika tertelan. Juga beracun jika terhirup. Mengiritasi sistem pernapasan dan kulit.Risiko cedera serius pada mata.Juga berbahaya : bahaya gangguan

serius terhadap kesehatan jika terdedah lama dengan menelan.

Frase S S 53-45

> Hindari pemajanan (pemaparan) - dapatkan petunjuk khusus sebelum menggunakan. Jika terjadi kecelakaan atau jika merasa tidak enak badan, segera dapatkan bantuan medis (tunjukkan label

Jenis-jenis bahaya karsinogenik, Toksik, mengiritasi

Hazard Symbol



Informasi Transportasi

Pernyataan (jalur kereta api dan jalan raya) ADR, RRID

UN 1738 Benzylchlorid, 6.1 (8), II

Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG Pernyataan (transportasi

UN 1738 BENZYL CHLORIDE, 6.1 (8), II, Segregation Group: 1 (Acids), 10 (Liquid halogenated

hydrocarbons)

UN 1738 BENZYL CHLORIDE, 6.1 (8), II

melalui udara) IATA-DGR Data toksikologis

LD 50 tertelan LD50 tikus 440 mg/kg

Spesifikasi-spesifikasi

Colour (visual) colourless Appearance of clear liquid

substance (visual)

Assay (GC, area%) ≥ 99.0 % Density (d 20 °C/4 °C) 1.099 - 1.100 Identity (IR) passes test

© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2010

Lampiran 8: MSDS Kalium Sianida



104965 Potassium cyanide

Untuk pertanyaan umum, silakan hubungi Layanan Pelanggan kami:

Merck KGaA Frankfurter Str. 250 64293 Darmstadt Germany Telefon: +49 6151 72-0 Faks: +49 6151 72 2000

01 December 2010

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga
1049651000	Botol plastik	1 kg	permintaan harga
1049659050	Drum plastik	50 kg	permintaan harga
		Harga dapat beru	ıbah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

	. '			
In	form	asi	pro	duk.

Synonyms	Cyanogen potassium
Rumus kimia	CKN
Formulasi kimia	KCN
Kode HS	2837 19 00
Nomor EC	205-792-3
Massa molar	65.12 g/mol
Nomor indeks EC	006-007-00-5
Nomor CAS	151-50-8

Data kimia dan fisika

Kelarutan di dalam air	/16 g/l (25 °C)
Titik leleh	634 °C
Massa molar	65.12 g/mol
Densitas	1.55 g/cm ³ (20 °C)
Bulk density	750 kg/m ³
Angka pH	11 - 12 (20 g/l, H ₂ O, 20 °C)
Titik didih	1625 °C (1013 hPa)
Tekanan uap	(20 °C)

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s) H300 + H310 + H330: Fatal apabila tertelan, terkena kulit atau terhirup.

H410: Sangat beracun bagi mahluk dalam air dengan dampak jangka panjang.

EUH032: Mengeluarkan gas sangat beracun jika kena asam.

Precautionary Statement(s) P273: Hindarkan pelepasan ke lingkungan.

P280: Kenakan sarung tangan pelindung/ pakaian pelindung.

P302 + P352: JIKA TERKENA KULIT: Cuci dengan banyak sabun dan air.

P304 + P340: JIKA TERHIRUP: Pindahkan korban ke udara segar dan baringkan dengan posisi

yang nyaman untuk bernafas.

Signal Word Bahaya

Hazard Pictogram(s)



RTECS TS8750000

Kelas penyimpanan 6.1B Zat-zat yang tidak mudah terbakar, beracun

WGK 3 sangat berbahaya untuk air

Disposal

Sulfida-sulfida dan sulfit-sulfit, termasuk bahan pereduksi lainnya, sianida anorganik dan isonitril: Aduk ke dalam larutan natrium hypokholrit (Kat. No. 105614) dan, jika perlu, tinggalkan beberapa hari untuk dapat bereaksi dengan baik. Hati-hati: beberapa zat/bahan mungkin memperlihatkan reaksi yang keras! Alirkan (keluar) setiap gas yang beracun dan mudah terbakar yang terbentuk. Oksidan yang berlebih harus dinetralkan dengan natrium thiosulfat (Kat. No. 106513). Wadah D

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 26/27/28-32-50/53

Sangat beracun jika terhirup, jika kena kulit, dan jika tertelan.Mengeluarkan gas sangat beracun jika kena asam.Sangat beracun untuk organisme air, dapat menyebabkan efek merugikan

jangka-panjang dalam lingkungan air.

Frase S S 7-28-29-45-60-61

Jaga agar wadah tertutup rapat.Setelah kena kulit, segera cuci dengan sabun dan banyak air.Jangan membuang ke saluran pembuangan.Jika terjadi kecelakaan atau jika merasa tidak enak badan, segera dapatkan bantuan medis (tunjukkan label jika mungkin).Bahan ini dan/atau wadah harus dibuang sebagai limbah berbahaya.Hindari pelepasan/tumpah ke lingkungan. Rujuklah petunjuk khusus/lembar data keselamatan.

Jenis-jenis bahaya sangat toksik, berbahaya bagi lingkungan

Hazard Symbol



Very toxic



Dangerous for the environment

Informasi Transportasi

Pernyataan (jalur kereta api dan jalan raya) ADR, RRID UN 1680 Kaliumcyanid, fest, 6.1, I

Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG UN 1680 POTASSIUM CYANIDE, SOLID, 6.1, I, Marine Pollutant: P, Segregation Group: 6

(Cyanides)

Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR UN 1680 POTASSIUM CYANIDE, SOLID, 6.1, I

Data toksikologis

LD 50 tertelan LD50 tikus 5 mg/kg
LD 50 melalui kulit LD50 kelinci 14.3 - 33.3 mg/kg





Lampiran 9: MSDS Aseton



107021 Aseton

untuk analisis EMPARTA® ACS

Untuk pertanyaan umum, silakan hubungi Layanan Pelanggan kami:

> Merck KGaA Frankfurter Str. 250 64293 Darmstadt Germany Telefon: +49 6151 72-0 Faks: +49 6151 72 2000

> > 03 December 2010

Nomor produk Kemasan Ukuran Harga

Tidak tersedia dalam Indonesia

Aksesoris-aksesoris

964204 Display and alarm device for bottle level sensor

963389 Adapter with S40 thread, with level sensor for emptying Merc k solvents in bottles

Informasi produk

Grade ACS
Synonyms Dimethyl ketone, Propanone
Rumus kimia C.-H.-O

Rumus kimia C3H6O Formulasi kimia CH₃COCH₃ 2914 11 00 Kode HS 200-662-2 Nomor EC 58.07 g/mol Massa molar Penyimpanan Simpan dibawah +30°C. Nomor indeks EC 606-001-00-8 Nomor CAS 67-64-1

Data kimia dan fisika

Penyerapan air

Temperatur penyalaan 465 °C Kelarutan di dalam air (20 °C) Titik leleh -95.4 °C Massa molar 58.07 g/mol Densitas 0.79 g/cm³ (20 °C) 5 - 6 (395 g/l, H₂O, 20 °C) Angka pH Titik didih 56.2 °C (1013 hPa) 233 hPa (20 °C) Tekanan uap Batasan ledakan 2.6 - 12.8 %(V) Indeks Refraktif 1.35868 (20 °C)

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s) H225: Cairan dan uap yang sangat mudah terbakar

1000 g/kg

H319: Menyebabkan gangguan mata berat.

H336: Dapat menyebabkan rasa mengantuk dan pusing.

EUH066: Pendedahan berulang-kali dapat menyebabkan kulit kering atau pecah-pecah.

Precautionary Statement(s) P210: Jauhkan dari panas/ percikan api/ lidah api/ permukaan-permukaan yang panas - Dilarang

merokok.

P233: Jaga agar wadah tertutup rapat.

P305 + P351 + P338: JIKA TERKENA MATA: Bilas secara hati-hati dengan air selama beberapa menit. Lepas lensa kontak, jika digunakan dan mudah melakukannya. Lanjutkan membilas.

Signal Word Bahaya

Hazard Pictogram(s)



RTFCS AL3150000

Kelas penyimpanan 3 Zat-zat cair yang dapat terbakar WGK WGK 1 agak berbahaya untuk air

Disposal

Pelarut organik bebas halogen: wadah A

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 11-36-66-67

Amat mudah-menyala.Mengiritasi mata.Pendedahan berulang-kali dapat menyebabkan kulit kering

atau pecah-pecah.Uap dapat menyebabkan mengantuk atau pening.

Frase S S 9-16-26

Simpan wadah di tempat yang peredaran udaranya baik. Jauhkan dari sumber api - Dilarang

merokok. Jika kena mata, segera bilas dengan banyak air dan dapatkan bantuan medis.

Jenis-jenis bahaya mudah terbakar, mengiritasi

Hazard Symbol



Flammable



Informasi Transportasi

Pernyataan (jalur kereta api dan jalan raya) ADR, RRID

UN 1090 Aceton, 3, II

Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG

UN 1090 ACETONE, 3, II

Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR UN 1090 ACETONE, 3, II

Data toksikologis

LD50 tikus 5800 mg/kg LD 50 tertelan LD 50 melalui kulit LD50 kelinci 20000 mg/kg

Spesifikasi-spesifikasi

Purity (GC) ≥ 99.5 % Identity (IR) conforms Solubility in water conforms Colour ≤ 10 Hazen Titrable acid ≤ 0.0003 meg/g Titrable base ≤ 0.0006 meq/g Methanol (GC) ≤ 0.05 % 2-Propanol (GC) ≤ 0.05 % Aldehydes (as formaldehyde) ≤ 0.002 % ≤ 0.0003 % Substances reducing potassium permanganate (as

Evaporation residue ≤ 0.001 % Water ≤ 0.5 %

Lampiran 10: Hasil GC reaksi pada variasi waktu

: 11/12/2010 16:04:38 Analysis Date & Time User Name : Admin Vial# Sample Name : sampel-PF6 5jam Sample ID sampel-PF6 5jam Sample Type : Unknown Injection Volume ISTD Amount : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\bu tuti\sampel-PF6 5jam.gcd Data Name Method Name : C:\GC Solution\method\praktikum gc.gcm Intensity 75000000-50000000 25000000 min Unit Mark ID# Ret.Time Height Conc. Cmpd Name Area 0.000 1.834 183518373 70062584 2.068 27125138 5868469 0.000 2.174 9236836 2037039 0.000 SV T TV 3300 9200 2.407 8604 0.000 2.466 33638 0.000 397765 2228 T TV 2.758 89633 0.000 3 542 221 0.000 22405 1484 3131 0.000 3.752 TV TV TV 4.056 288 341 10 1763 0.000 4.163 4601 220352835 0.000 TV 4.237 78074651 Tota1

Analysis Date & Time : 11/12/2010 16:17:54 User Name : Admin Vial# : sampel-PF6 10jam : sampel-PF6 10jam Sample Name Sample ID : Unknown Sample Type Injection Volume ISTD Amount Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\bu tuti\sampel-PF6 10jam.gcd : C:\GC Solution\method\praktikum gc.gcm Method Name Intensity 75000000-50000000-25000000 Peak# Area Height 140806487 67951883 18218278 6506869 Conc. 0.000 0.000 Unit Mark ID# Cmpd Name Ret.Time 1.832 1.931 2.050 14991923 4892873 0.000 7977330 21022 2452327 SV T 0.000 2.157 2.382 8522 0.000 TV T 2.449 40322 13468 0.000 2.632 13291 4394 0.000 2.729 103168 36555 0.000 TV 402 3626 TV T 2.957 1319 0.000 0.000 0.000 3.730 15830 1553 293 182190523 81871212 1553 3.851 TV

: 11/12/2010 16:24:59 Analysis Date & Time User Name : Admin Vial# : sampel-PF6 15jam : sampel-PF6 15jam Sample Name Sample ID Sample Type : Unknown Injection Volume ISTD Amount : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\bu tuti\sampel-PF6 15jam.gcd Data Name : C:\GC Solution\method\praktikum gc.gcm Method Name Intensity 75000000-50000000 25000000 Peak# Ret.Time Height Conc Unit Mark ID# Cmpd Name Area 0.000 0.231 2326 307 909 1.311 1813 0.000 1.415 2378 1539 0.000 142632375 13988848 0.000 61782574 1.837 1.933 4148537 5409354 V 19572983 2.055 0.000 6 7 3623605 14729583 0.000 sv 2.166 8 2.375 9319 3400 0.000 TV T 2.455 73059 18048 0.000 10 2.638 44873 10940 0.000 11 2.729 105983 32502 0.000 0.000 12 2.866 2181 543 7829 1514 191173550 75033772 2.959

Analysis Date & Time : 11/12/2010 16:30:53
User Name : Admin
Vial# : 1
Sample Name : sampel-PF6 20jam
Sample ID : sampel-PF6 20jam
Sample Type : Unknown
Injection Volume :
ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\bu tuti\sampel-PF6 20jam.gcd
Method Name : C:\GC Solution\method\praktikum gc.gcm

Intensity									
75000000-						1.822 /			
50000000 - 25000000								A	
0		0.438 /	1480	1.266 /		2,008/	2366/	2.612 /	2.850/ 2.874/ 3.040/
Peak# R	let.Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name		

Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name	
1	0.438	2484	276	0.000				
2	0.817	1588	269	0.000				
3	0.979	10974	982	0.000	V			
4	1.265	3505	3134	0.000	V			
5	1.388	4184	582	0.000	V			
6	1.822	138475475	68056488	0.000				
7	1.918	14017314	5638751	0.000	V			
8	2.038	13375007	5296406	0.000	V			
9	2.140	10465867	4335019	0.000	SV			
10	2.366	20124	9928	0.000	T			
11	2.431	48833	20500	0.000	TV			
12	2.612	29855	11812	0.000	T			
13	2.704	63239	27438	0.000	TV			
14	2.830	1104	449	0.000	TV			
15	2.874	1116	488	0.000	TV			
16	2.940	4916	1710	0.000	TV			
Tota1		176525585	83404232					

Lampiran 11: Hasil GC reaksi pada variasi % berat katalis

Analysis Date & Time : 11/29/2010 11:55:27 User Name : Admin Vial# : 1 Sample Name : sampel katalis 4%sampel katalis 4%-Sample ID Sample Type Injection Volume Unknown ISTD Amount Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\linda_kim06\sampel katalis 4%-.gcd Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm Intensity 70000000 60000000 50000000 40000000 30000000 20000000 10000000 min Unit Mark ID# Cmpd Name Peak# Ret Time Height Conc. Area 1174 1117 0.000 0.090 8772 0.000 0.483 5368 38933 0.000 0.612 4382 V 0.948 1778 0.000 181 1.368 6371 2920 0.000 1.507 1919 1431 0.000 1.797 103316783 55645701 0.000 1.888 13372625 4218401 0.000 9 2.003 47905637 13562805 0.000 42127215 901041 2.120 10302954 10 0.000 2.398 109781 11 0.000 2.577 2.858 21231 0.000 216171 0.000 13 246150 10079 14 3.656 547092 75389 0.000 SV 707 2539 15 4.697 3642 0.000 16 4.911 12854 0.000 Total 208712351 83960792

: 11/29/2010 12:01:10 Analysis Date & Time User Name : Admin Vial# Sample Name : sampel katalis 5%sampel katalis 5%-Sample ID Sample Type Injection Volume ISTD Amount Unknown : C:\LAB~1.AFI\GCSOLU~1\Data\LINDA_~1\sampel katalis 5%-.gcd Data Name Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm Intensity 1,793 75000000 50000000 25000000 A R Height 2443 Peak# Unit Mark ID# Cmpd Name Ret.Time Conc Area 0.000 0.090 19275 0.507 6250 736 0.000 39862 3293 1.035 0.000 3661 0.000 1.291 1478 V V 1 327 3112 1528 0.000 622 1.391 0.000 6 3601 1.793 153871030 82498594 0.000 S 1.890 4152687 1839318 0.000 2.007 13793511 4914414 0.000 10 2.110 6828055 2116934 0.000 TV 11 2.396 28927 8289 0.000 12 13 2.572 4802 0.000 1339 2.838 2476 0.000 TV 336 7536 982 0.000 3.647 14 3.960 4.690 5192 1222 15 335 0.000 248 613 16 0.000 17 4.906 3146 0.000

178774345 91391502

Tota1

Analysis Date & Time : 11/29/2010 11:34:39

User Name : Admin

Vial# • 1

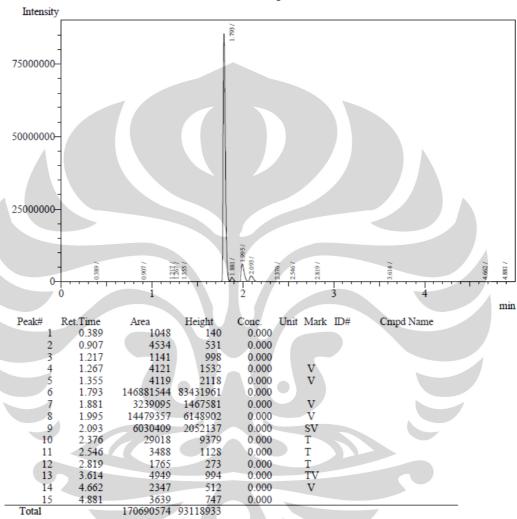
Sample Name : sampel katalis 7% Sample ID sampel katalis 7% Unknown

Sample Type Injection Volume

ISTD Amount

: C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\linda_kim06\sampel katalis 7%.gcd Data Name

Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm



Analysis Date & Time : 11/29/2010 11:43:33 User Name : Admin Vial# : 1 Sample Name : sampel katalis 8% Sample ID : sampel katalis 8% Sample Type Injection Volume : Unknown ISTD Amount Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\linda_kim06\sampel katalis 8%.gcd Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm Intensity 70000000 60000000 50000000-40000000-30000000 20000000 10000000-8877 321 min Height 5048 Conc. 0.000 Unit Mark ID# Cmpd Name Peak# Ret.Time Area 30892 1.321 8085 1.399 0.000 31216 V V V 1.797 111386467 56232048 0.000 1.887 12376832 3595549 0.000 2.003 38797523 10183712 0.000 2.119 55946953 11708321 0.000 154231 34571 1373319 2.394 0.000 2.568 v 153853 0.000 2.653 0.000 V V 238292 31834 2.876 10 473546 18180 0.000 3.659 690232 74069 0.000 SV 4.693 4.911 389 1925 0.000 1896 9442 Total 221510463 82047962

Analysis Date & Time : 11/29/2010 12:07:02

User Name Admin

Vial# : 1

Sample Name : sampel katalis 10%-Sample ID : sampel katalis 10%-

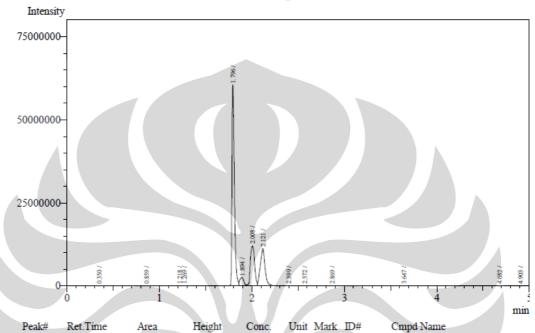
: Unknown

Sample Type Injection Volume ISTD Amount

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\linda_kim06\sampel katalis 10%-.gcd

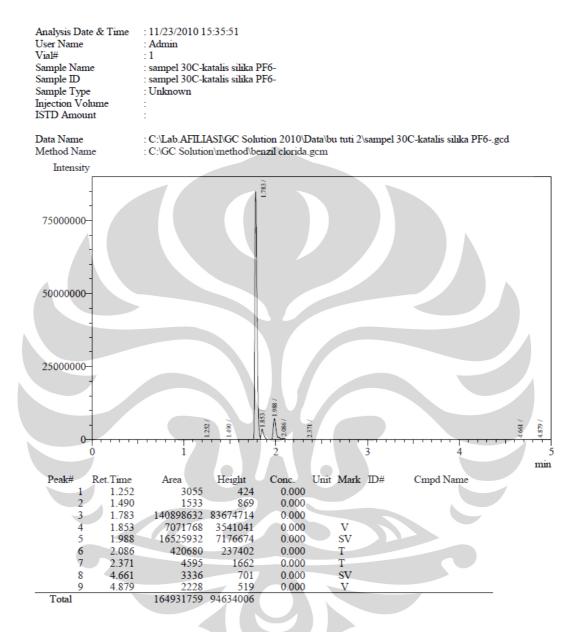
Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm

Area



	1	0.350	2461	222	0.000		
	2	0.859	4636	565	0.000		
	3	1.218	1262	272	0.000		
	4	1.269	3373	968	0.000	V	
	5	1.796	109548818	60168341	0.000		
	6	1.894	7677395	2580775	0.000	V	
	7	2.008	38273942	12026502	0.000	V	
	8	2.121	40171822	11208130	0.000	V	
	9	2.399	844098	120133	0.000	V	
	10	2.572	209393	19873	0.000	V	
	11	2.869	294196	11422	0.000	V	
	12	3.647	410216	45542	0.000	SV	
	13	4.682	4541	859	0.000	T	
	14	4.903	8097	1673	0.000		
To	tal		197454250	86185277			

Lampiran 12: Reaksi menggunakan katalis [BMIM]PF₆-SiO₂ dan katalis [BMIM]PF₆ pada 30°C



Analysis Date & Time : 11/23/2010 15:03:13

User Name : Admin Vial# : 1

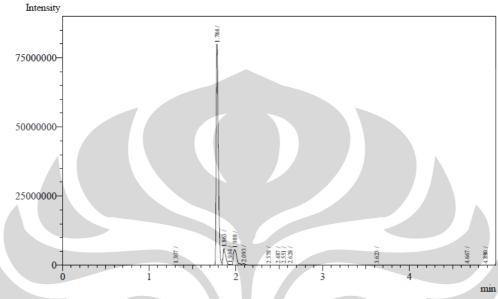
Sample Name : sampel 30C-[BMIM]PF6
Sample ID : sampel 30C-[BMIM]PF6

Sample Type : Unknown

Injection Volume ISTD Amount

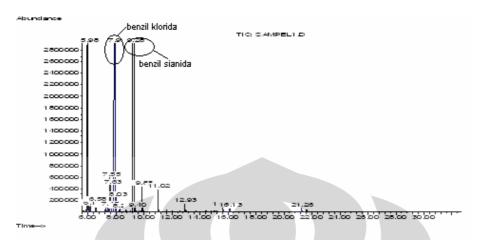
Data Name : C:\Lab.AFILIASI\GC Solution 2010\Data\bu tuti 2\sampel 30C-[BMIM]PF6.gcd

Method Name : C:\GC Solution\method\benzil clorida.gcm

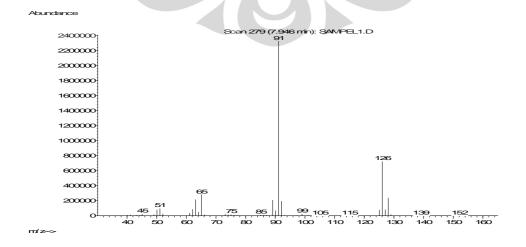


Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name	
1	1.307	1436	710	0.000		V			
2	1.784	137162694	78023377	0.000					
3	1.863	13471824	5883119	0.000		SV			
4	1.934	129704	138899	0.000		T			
5	1.988	15586360	5596575	0.000		V			
6	2.093	1923266	566778	0.000		SV			
7	2.378	7187	2321	0.000		T			
8	2.487	1855	650	0.000		T			
9	2.551	2784	785	0.000		TV			
10	2.628	1066	676	0.000		T			
11	3.623	2754	425	0.000					
12	4.667	3644	699	0.000					
13	4.880	4587	831	0.000		V			
Total		168299161	90215845						

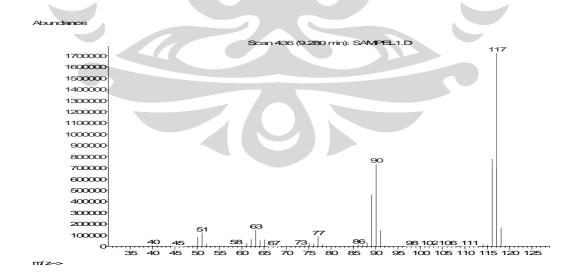
Lampiran 13: Data GC-MS produk reaksi pada 15 jam dan 7% katalis silica gel [BMIM]PF₆



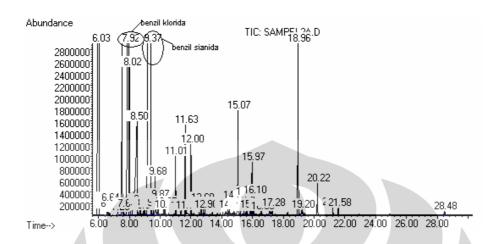
RT Library/ID Ref# Area% CAS# Qual 17.91 7.95 C:\Database\wiley7n.l Benzyl chloride \$\$ Benzene, (chlor 22362 000100-44-7 omethyl)- \$\$ Toluene, .alpha.-chlo ro-\$\$.alpha.-Chlorotoluene \$\$.o mega.-Chlorotoluene \$\$ (Chlorometh yl)benzene \$\$ Chlorophenylmethane \$\$ Tolyl chloride \$\$ C6H5CH2Cl \$\$ a-Chlorotoluene \$\$.alpha.-Chlorto luol \$\$ Benzile(c Benzyl chloride 22366 000100-44-7 22341 Benzene, 1-chloro-2-methyl- (CAS) 000095-49-8 \$\$ o-Chlorotoluene \$\$ O-CHLORO-TOL UENE \$\$ 2-Chlorotoluene \$\$ o-Tolyl chloride \$\$ Toluene, o-chloro- \$\$ 1-Methyl-2-chlorobenzene \$\$ 2-Chl oro-1-methylbenzene \$\$ 1-Chloro-2methylbenzene \$\$ 2-Methylchloroben zene \$\$ ortho-Chl



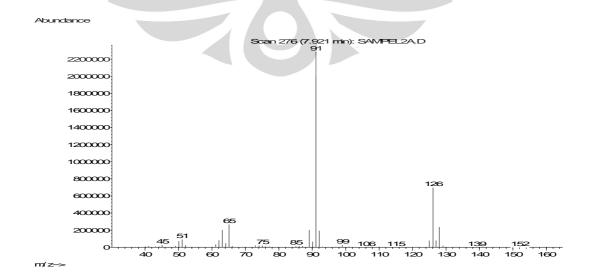
RT Area% Library/ID Ref# CAS# Qual 9.29 38.79 C:\Database\wiley7n.l Benzeneacetonitrile (CAS) \$\$ Benzy 17319 97 000140-29-4 1 cyanide \$\$ Phenylacetonitrile \$\$ Benzyl nitrile \$\$.alpha.-Tolunit rile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$.o mega.-Cyanotoluene \$\$.alpha.-Cyan otoluene \$\$ Acetonitrile, phenyl-\$\$ (Cyanomethyl)benzene \$\$ Phenace tonitrile \$\$ Benz Benzeneacetonitrile (CAS) \$\$ Benzy 17320 000140-29-4 95 1 cyanide \$\$ Phenylacetonitrile \$\$ Benzyl nitrile \$\$.alpha.-Tolunit rile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$.o mega.-Cyanotoluene \$\$.alpha.-Cyan otoluene \$\$ Acetonitrile, phenyl-\$\$ (Cyanomethyl)benzene \$\$ Phenace tonitrile \$\$ Benz Benzyl nitrile \$\$ Benzyl cyanide \$ 17318 000140-29-4 95 \$ Benzeneacetonitrile \$\$ Acetonitr ile, phenyl- \$\$.alpha.-Cyanotolue ne \$\$.alpha.-Tolunitrile \$\$.omeg a.-Cyanotoluene \$\$ Phenylacetonitr ile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$ Tol uene, .alpha.-cyano- \$\$ USAF KF-21 \$\$ (Cyanomethyl)



Lampiran 14: Data GC-MS produk reaksi pada 40 menit dan 60°C dengan 0.1 gram [BMIM]PF₆



RTArea% Library/ID Ref# CAS# Qual 7.92 17.66 C:\Database\wiley7n.l Benzyl chloride 22366 000100-44-7 91 Benzyl chloride \$\$Benzene,(chlor 22362 000100-44-7 91 omethyl) - \$\$ Toluene, .alpha.-chlo ro- \$\$.alpha.-Chlorotoluene \$\$.o mega.-Chlorotoluene \$\$ (Chlorometh yl)benzene \$\$ Chlorophenylmethane \$\$ Tolyl chloride \$\$ C6H5CH2Cl \$\$ a-Chlorotoluene \$\$.alpha.-Chlorto luol \$\$ Benzile(c Benzene, (chloromethyl)- (CAS) \$\$ 22363 000100-44-7 91 Benzyl chloride \$\$ Tolyl chloride \$\$ Chlorophenylmethane \$\$.omega.-Chlorotoluene \$\$.alpha.-Chlorotol uene \$\$ Toluene, .alpha.-chloro-\$ (Chloromethyl)benzene \$\$ Phenylm ethyl chloride \$\$ BENZYL CHLORIDE (ALPHA-CHLOROTOLU



RT Ref# CAS# Area% Library/ID Qual C:\Database\wiley7n.l 9.36 34.85 Benzeneacetonitrile (CAS)\$\$Benzy 17319 000140-29-4 97 l cyanide \$\$ Phenylacetonitrile \$\$ Benzyl nitrile \$\$.alpha.-Tolunit rile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$.o mega.-Cyanotoluene \$\$.alpha.-Cyan otoluene \$\$ Acetonitrile, phenyl-\$\$ (Cyanomethyl)benzene \$\$ Phenace tonitrile \$\$ Benz Benzeneacetonitrile (CAS)\$\$Benzy 17320 000140-29-4 95 l cyanide \$\$ Phenylacetonitrile \$\$ Benzyl nitrile \$\$.alpha.-Tolunit rile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$.o mega.-Cyanotoluene \$\$.alpha.-Cyan otoluene \$\$ Acetonitrile, phenyl-\$\$ (Cyanomethyl)benzene \$\$ Phenace tonitrile \$\$ Benz Benzyl nitrile \$\$ Benzyl cyanide\$ 17318 000140-29-4 95 \$ Benzeneacetonitrile \$\$ Acetonitr ile, phenyl- \$\$.alpha.-Cyanotolue ne \$\$.alpha.-Tolunitrile \$\$.omeg a.-Cyanotoluene \$\$ Phenylacetonitr ile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$ Tol uene, .alpha.-cyano- \$\$ USAF KF-21 \$\$ (Cyanomethyl)

134 154 206 120 130 140 150 160 170 180 190 200 210