



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI ALKILASI BENZENA DENGAN DIKLOROMETANA
MENGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK [BMIM]Cl/AI₃
YANG DI IMPREGNASIKAN PADA PADATAN SILIKA GEL**

SKRIPSI

JAYANTI WIWAHANING PUTRI

0806365236

FAKULTAS MATEMATIKA DAN PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 KIMIA

DEPOK

JULI 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI ALKILASI BENZENA DENGAN DIKLOROMETANA
MENGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK [BMIM]Cl/AI₃
YANG DI IMPREGNASIKAN PADA PADATAN SILIKA GEL**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

JAYANTI WIWAHANING PUTRI

0806365236

FAKULTAS MATEMATIKA DAN PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 KIMIA

DEPOK

JULI 2011

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 : Jayanti Wiwahaning Putri

NPM : 0806365236

Tanda Tangan :



Tanggal : 14 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Jayanti Wiwahaning Putri

NPM : 0806365236

Program Studi : S1 Kimia

Judul Skripsi : Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]Cl/AlCl₃ yang diimpregnasikan pada Padatan Silika Gel

Telah berhasil dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1 Reguler Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si

Pembimbing : Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si

Penguji : Drs. Sunardi, M.Si

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 14 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sience Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis yakin bahwa Tuhan telah menyiapkan yang terbaik untuk Penulis, tinggal bagaimana Penulis melakukan yang terbaik dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul "Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]Cl/AlCl₃ yang diimpregnasikan pada Padatan 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. Dra. Siswati Setiasih Apt., M.S selaku dosen pembimbing akademik yang telah memacu Penulis untuk terus meningkatkan IP dan IPK.
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. Ayah dan Ibu tercinta yang telah memberikan perhatian penuh kepada Penulis, yang senantiasa mendoakan Penulis dengan tulus hingga akhirnya bisa segera menyelesaikan skripsi ini.
6. Rekan seperjuangan di Ekstensi 2008 FMIPA UI (Temmy, Uwie, nyot2(Retno), Yenny, Asri, Atin, Bona(budi), Mbak Sofi) yang telah memberikan banyak kenangan-kenangan indah yang tak terlupakan
7. Rekan seperjuangan di Lab. Penelitian kimia fisik (zetri, sherly, nani, bu nana, bu indri, ina, mbak destya, dante, fitri, wiwit, omi, novi,evi) yang telah memberikan banyak kenangan-kenangan indah yang tak terlupakan.
8. Pihak luar kampus yang selalu memberikan bantuan kepada penulis. Kak cisko terimakasih atas tumpangnya untuk mengolah data dirumah sampai malam. Mbak rima, mbak yayuk, dan mpo yang sudah memberikan semangat dan dukungan serta doanya.
9. 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 : Jayanti Wiwahaning Putri
NPM : 0806365236
Program Studi : S1 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 Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]Cl/AlCl₃ yang diimpregnasikan pada Padatan 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 : 14 Juli 2011

Yang menyatakan



(Jayanti Wiwahaning Putri)

ABSTRAK

Nama : Jayanti Wiwahaning Putri
Program Studi : S1 Kimia
Judul : Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]Cl/AlCl₃ yang diimpreknasikan pada Padatan Silika Gel

Reaksi alkilasi 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]Cl 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]Cl-silika gel dilakukan menggunakan FTIR. Spektrum FTIR pada [BMIM]Cl-silika gel menunjukkan adanya puncak serapan pada 802.39 cm⁻¹ yang merupakan puncak serapan Cl. Dalam penelitian ini, dilakukan uji katalisis [BMIM]Cl-silika gel pada reaksi alkilasi antara benzena dan diklorometana. Pada reaksi alkilasi ini, dipilih aseton sebagai pelarut polar aprotik. Penelitian ini dilakukan untuk menentukan waktu dan berat katalis optimum pada suhu 30 °C. Hasil dikarakterisasi dengan GC-MS dan GC, diketahui produk yang terbentuk benzil klorida, didapatkan 28.93% sebagai % konversi dan 34.39% sebagai % yield terbesar pada penggunaan katalis [BMIM]Cl-silika gel.

Kata kunci : *Benzena, [BMIM]Cl, cairan ionik, diklorometana, reaksi alkilasi*

ABSTRAK

Name : Jayanti Wiwahaning Putri
Study Programme : S1 Kimia
Tittle : Reaction of Alkylation Benzene with Dichloromethane Using Ionic Liquids Catalyst [BMIM]Cl/AlCl₃ Imprecnation in Silica Gel

Alkylation is the one of chemical 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]Cl was immobilized into silica gel and was used as catalyst. This ionic liquid catalyst [BMIM]Cl-silica gel is a heterogeneous catalyst that easily separated from the reactants. Characterization of silica gel and [BMIM]Cl-silica gel were performed using FTIR. The FTIR spectrum of [BMIM]Cl-silica gel showed peak absorptions at 802.39 cm⁻¹ which is the peak absorption of Cl⁻. In this research, catalyst [BMIM]Cl-silika gel was used for the reaction of alkylation between benzene and dichlorometane. In this 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 showed product from reaction is benzil chloride, 28.93% as %conversion and 34.39% as %yield using catalyst [BMIM]Cl-silica gel.

Key Words : *Alkylation, Benzene, [BMIM]Cl, Ionic Liquids, Dichloromethane.*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Identifikasi Masalah.....	2
1.3. Ruang Lingkup penelitian	2
1.4. Tujuan Penelitian	2
1.5. Hipotesis.....	2
1.6. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Benzena	4
2.2. Alkilasi	6
2.3. Cairan Ionik	8
2.4. Katalis	10
2.4.1. Parameter Katalis.....	10
2.4.2. Jenis Katalis.....	10
2.4.4. Jenis-Jenis Katalis.....	11
2.5. TEOS.....	12
2.6. Silika Gel.....	12
2.7. Imobilisasi Cairan Ionik kedalam Silika Gel	13
2.8. Metode Analisis	13
2.8.1. FTIR.....	13

2.8.2. Kromatografi Gas.....	15
2.8.3. Kromatografi Gas – Spektrometer Massa	17

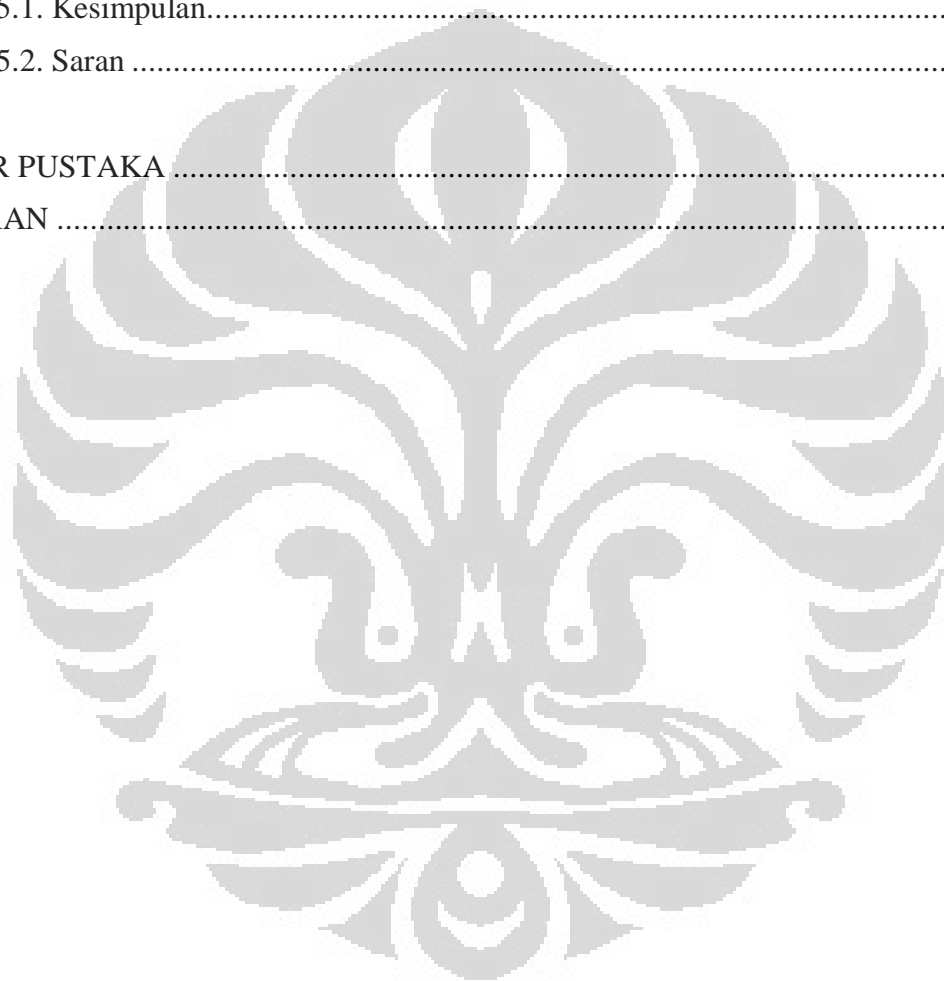
BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Peralatan dan Bahan.....	19
3.1.1. Peralatan	19
3.1.2. Bahan	19
3.2. Prosedur Kerja	20
3.2.1. Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel	20
3.2.1.1 Pembuatan Silika Gel.....	20
3.2.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl Kedalam Silika Gel.....	20
3.2.2. Uji Katalis pada Reaksi Alkilasi Benzena dg diklorometana	20
3.2.2.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl ₃ -Silika Gel	20
3.2.2.2 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel	20
3.2.2.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl ₃	21
3.2.2.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [BMIM]Cl/ AlCl ₃	21

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.....	22
4.1.1 Pembuatan Silika Gel.....	22
4.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl Dalam Silika Gel.....	25
4.2. Uji Katalitik pada Reaksi Alkilasi antara Benzena dg diklorometana ...	27
4.2.1 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl ₃ -Silika Gel.....	27
4.2.2 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel	32
4.2.3 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl ₃	34
4.2.4 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl ₃	36
4.2.5 Mekanisme Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana	37

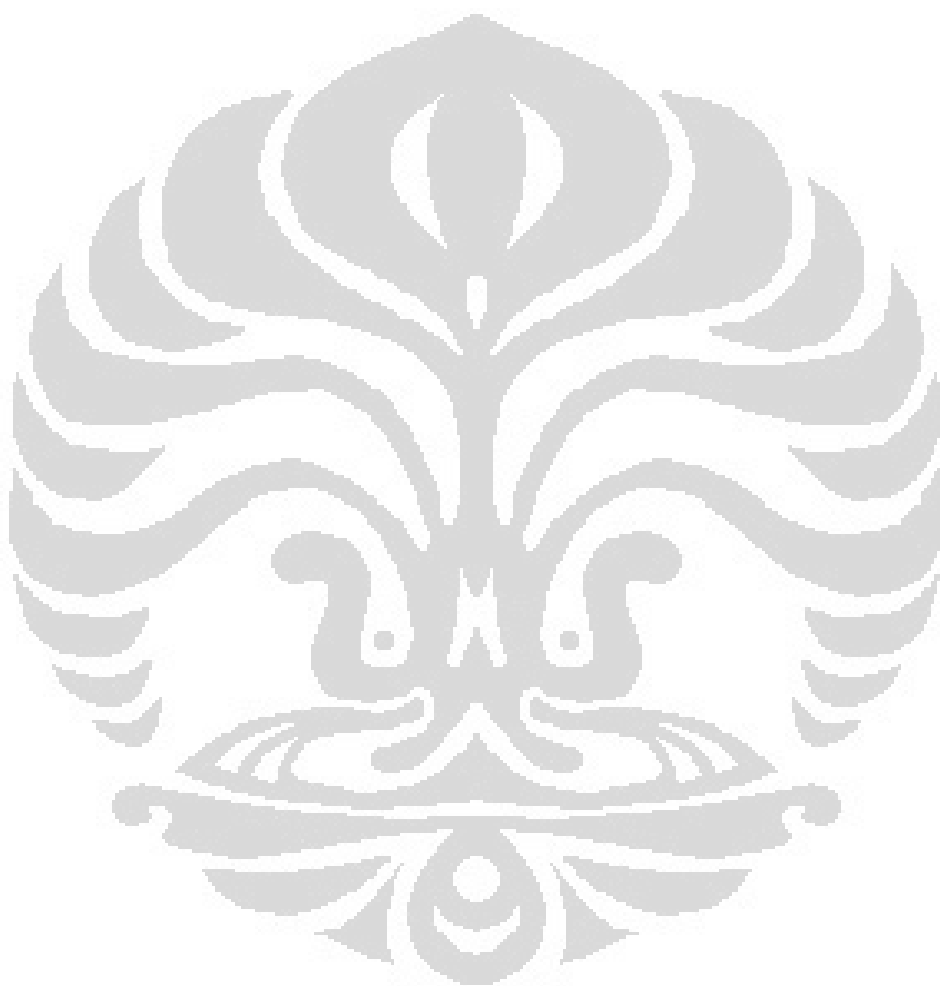
4.3 Mekanisme Reaksi.....	37
4.3.1 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl_3	37
4.3.2 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$	39
4.3.3 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{Cl}$	40
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan.....	42
5.2. Saran	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	45



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Molekul Benzena.....	4
Gambar 2.2. Jenis-jenis Senyawa Aromatik.....	4
Gambar 2.3. Contoh Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena	6
Gambar 2.4. Contoh Reaksi dengan Penambahan Senyawa Aromatik Berlebih	6
Gambar 2.5. Contoh Reaksi yang Mengalami Penataan Ulang.....	7
Gambar 2.6. Mekanisme Reaksi Penataan Ulang.....	7
Gambar 2.7. Mekanisme Reaksi Alkilasi dengan adanya Alkena	8
Gambar 2.8. Contoh cairan ionik.....	9
Gambar 2.9. Perbedaan Fase Homogen dan Heterogen.....	11
Gambar 2.10. Proses reaksi katalis tranfer fasa	11
Gambar 2.11. Tetra Ethyl Ortho Silicate.....	13
Gambar 2.12. Struktur Silika Gel	13
Gambar 2.13. Skema FTIR.....	15
Gambar 2.14. Universal Cell Holder.....	16
Gambar 2.15. Skema Spektrometer GC.....	18
Gambar 2.16. Skema Kerja GC-MS	18
Gambar 2.17. Diagram GC-MS	19
Gambar 4.1. Bentuk dari polimer dalam Silika Gel.....	
Gambar 4.2. Silika Hidrogel yang Terbentuk.....	23
Gambar 4.3. Spektrum FTIR Silika Gel.....	24
Gambar 4.4. Spektrum FTIR TEOS.....	25
Gambar 4.5. Spektrum FTIR Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.....	26
Gambar 4.6. Ion Kromatogram GC-MS.....	28
Gambar 4.7. Mass Spektrogram GC-MS Benzil Klorida.....	28
Gambar 4.8. Kurva Standar Benzil Klorida	29
Gambar 4.9. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 2% [BMIM]Cl/ AlCl_3 -Silika Gel.....	31
Gambar 4.10. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 5% [BMIM]Cl/ AlCl_3 -Silika Gel.....	31
Gambar 4.11. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 2% [BMIM]Cl-Silika Gel	33
Gambar 4.12. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 5% [BMIM]Cl-Silika Gel	34

Gambar 4.13. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis AlCl_3	35
Gambar 4.14. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/ AlCl_3	37
Gambar 4.15. Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana membentuk Benzil Klorida	38
Gambar 4.16. Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana membentuk Difenilmetana.....	38
Gambar 4.17. Mekanisme Pembentukan Anion Kompleks	39
Gambar 4.18. Mekanisme Reaksi dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/ AlCl_3 .	40
Gambar 4.19. Mekanisme Reaksi dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl	41



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Standar Larutan Benzil Klorida.....	29
Tabel 4.2. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl ₃ -Silika Gel.....	30
Tabel 4.3. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.....	33
Tabel 4.4. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis AlCl ₃	35
Tabel 4.5. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis [BMIM]Cl.....	36



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Alur Penelitian.....	42
Lampiran 2. Pembuatan Silika Gel	43
Lampiran 3. Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel	44
Lampiran 4. Spektrum FTIR Silika Gel	45
Lampiran 5. Spektrum FTIR katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.....	46
Lampiran 6. Spektrum FTIR TEOS	47
Lampiran 7. Ion Kromatogram GC-MS	48
Lampiran 8. Mass Spektrogram GC-MS Benzil Klorida.....	59
Lampiran 9. Perhitungan Persen Konversi Benzena.....	50
Lampiran 10. Perhitungan Persen Yield	51
Lampiran 11. MSDS TEOS.....	52
Lampiran 12. MSDS Aseton	54
Lampiran 13. MSDS Benzena	56
Lampiran 14. MSDS Benzil Klorida.....	57
Lampiran 15. Standar Benzena.....	62
Lampiran 16. Standar Benzena untuk Penggunaan Katalis [BMIM]Cl/ $AlCl_3$	63
Lampiran 17. Standar Benzil Klorida 1%	64
Lampiran 18. Standar Benzil Klorida 3%	65
Lampiran 19. Standar Benzil Klorida 5%	66
Lampiran 20. Standar Benzil Klorida 7%	67
Lampiran 21. Standar Benzil Klorida 10%	68
Lampiran 22. Standar Benzil Klorida 20%	69

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Alkilasi benzena merupakan suatu reaksi substitusi sebuah gugus alkil untuk sebuah hidrogen pada cincin benzena (Fessenden, 1992). Alkilasi benzena merupakan salah satu proses yang penting dalam industri kimia dan produksinya lebih dari 15 milyar ton/tahun. Reaksi alkilasi aromatik dapat diproduksi dengan menggunakan cairan asam sebagai pengkatalisnya. Sebagai contoh, rantai lurus dari alkilbenzena dapat dibuat dari reaksi alkilasi benzena dengan menggunakan alkana $C_9 - C_{14}$ dengan adanya larutan HF atau $AlCl_3$. (P.R. Pujado, 1986)

Reaksi alkilasi dapat dilakukan menggunakan katalis transfer fasa. Fungsi dari katalis transfer fasa dalam reaksi ini adalah sebagai jembatan antara fase polar dari reaktan anorganik dan fase non polar dari reaktan organiknya. Pada umumnya katalis yang digunakan sangat tidak ramah lingkungan. Cairan ionik sebagai katalis transfer fasa memiliki sifat keunggulan dapat melarutkan reaktan organik maupun anorganik, mempunyai viskositas rendah, memiliki tekanan uap yang rendah sehingga tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, mempunyai dua sisi (hidrofobik dan hidrofobik) sehingga memiliki fleksibilitas sintesis, 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.

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. Luas permukaan bidang sentuh cairan ionik yang diimobilisasi ke dalam silika gel menjadi lebih besar karena mengikuti luas permukaan dari silika gel yang berbentuk serbuk.

1.2 Identifikasi Masalah

Pada umumnya selama proses reaksi alkilasi benzena mempunyai dampak yang merugikan lingkungan, seperti terbentuknya limbah aluminat, proses pemurnian yang tidak sederhana, regenerasi katalis yang tidak mudah dan membutuhkan waktu reaksi yang lama. Reaksi menggunakan AlCl_3 yang berfungsi sebagai katalis, pada penelitian ini katalis yang digunakan tetap asam lewis atau AlCl_3 dengan penambahan $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ membentuk $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ yang diimobilisasi pada silika gel sehingga terbentuk $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari serta membandingkan proses reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ -silika gel dan katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel sebagai katalis yang ramah lingkungan.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan studi reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel yang ramah lingkungan serta mencari kondisi optimum pada temperatur 30°C . Digunakan katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ -silika gel, AlCl_3 , dan $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$, sebagai pembandingan selektifitas katalis cairan ionik.

1.5 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini antara lain:

1. Cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ -silika gel, cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel AlCl_3 , dan $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ dapat berfungsi sebagai katalis pada reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana.

2. Katalis cairan ionik [BMIM]Cl/AlCl₃-silika gel lebih efektif dan pemisahannya lebih mudah dilakukan.

1.6 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat:

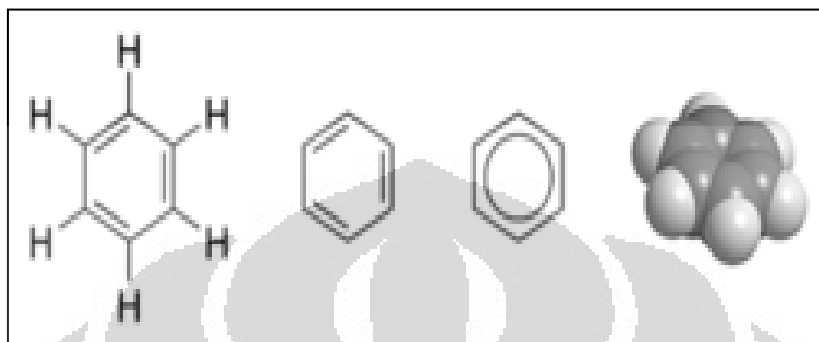
1. Mempelajari reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik.
2. Mempelajari cara kerja katalis cairan ionik.
3. Mempelajari kondisi optimum dari reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]Cl-silika gel, [BMIM]Cl/AlCl₃-silika gel, AlCl₃, dan [BMIM]Cl/AlCl₃.



BAB II

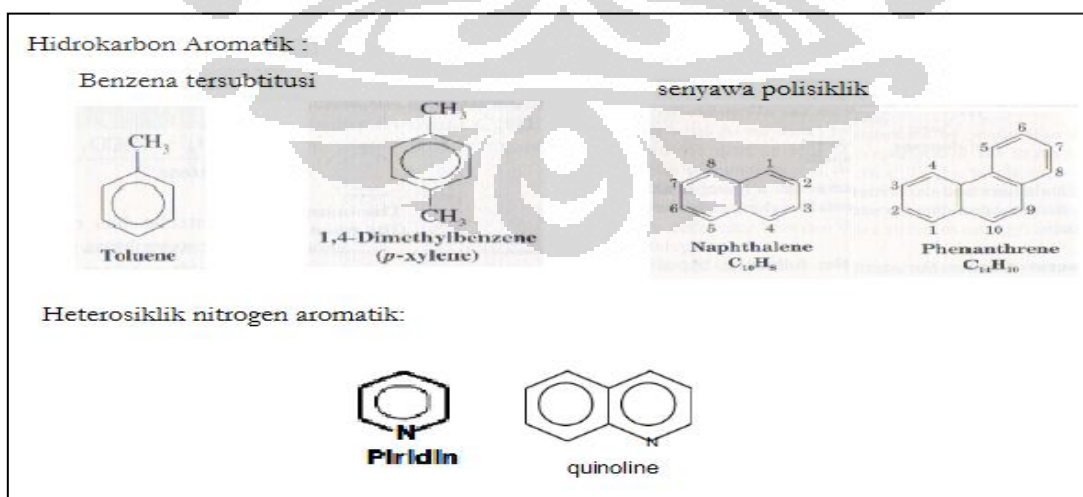
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Benzena



Gambar 2.1. Struktur Molekul Benzene (www.wikipedia.org/wiki/benzene)

Benzena merupakan senyawa aromatik tersederhana dan merupakan senyawa yang sering ditemukan. Pada tahun 1825, isolasi terhadap benzena ditemukan pertama kalinya oleh Micheal Faraday dari residu berminyak yang tertimbun dalam pipa induk gas di London. Belakangan ini sumber utama benzena, yaitu benzena tersubstitusi dan senyawa aromatik lain adalah petroleum. Sampai dengan tahun 1940, batubara menjadi sumber utamanya. Jenis senyawa aromatik yang diperoleh sumber-sumber ini ialah hidrokarbon, fenol, dan senyawa heterosiklik aromatik.



Gambar 2.2. Jenis-jenis Senyawa Aromatik

Menurut Friedrich August Kekule, Jerman (1865), struktur Benzena dituliskan sebagai cincin dengan enam atom karbon yang mengandung tiga buah ikatan tunggal dan tiga buah ikatan rangkap yang berselang seling. Kerangka atom karbon dalam benzena membentuk segienam beraturan dengan sudut ikatan sebesar 120° .

Kekule mempunyai kelemahan terhadap teorinya antara lain :

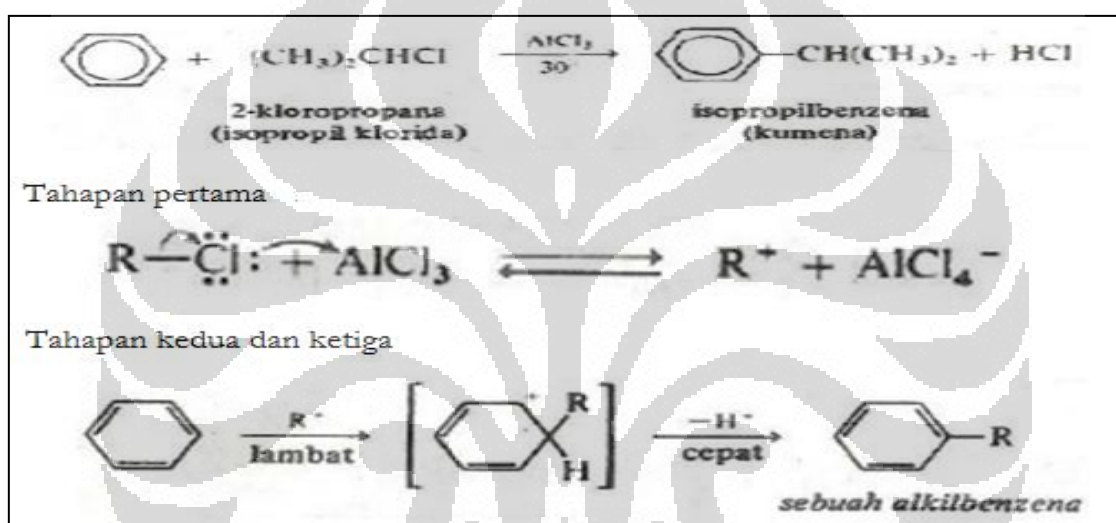
- Ikatan rangkap pada benzena seharusnya mempunyai kecenderungan bereaksi secara adisi. Kenyataannya, banyak benzena terlibat pada reaksi substitusi.
- Jika benzena memiliki struktur Kekule, maka benzena akan mempunyai 2 panjang ikatan yang berbeda, yaitu ikatan tunggal dan ikatan rangkap. Namun kenyataannya menurut eksperimen, benzena hanya memiliki satu panjang ikatan sebesar $0,139 \text{ nm}$. Hal ini menunjukkan semua ikatan dalam benzena sama.
- Perhitungan termokimia menurut Kekule kalor pembentukan gas benzena dari unsure-unsurnya adalah sebesar $+252 \text{ kJ/mol}$. Namun nilai sebenarnya berdasarkan eksperimen hanya $+82 \text{ kJ/mol}$.

Pada tahun 1931, Linus Pauling membuat suatu teori yang dikenal dengan teori hibrida resonansi / teori resonansi. Teori ini merumuskan struktur benzena sebagai suatu struktur yang berada di antara dua struktur Kekule yang memungkinkan, sehingga ikatan rangkap pada benzena tidak nyata, berbeda dengan teori Kekule yang menyatakan bahwa tiga ikatan rangkap pada benzena berpindah secara cepat. Rumus Kekule juga dapat menjelaskan tiga jenis isomer turunannya yaitu disubstitusi benzena, $\text{C}_6\text{H}_4\text{X}_2$. Ketiga isomer itu ditandai dengan orto (o), meta (m), dan para (p). (Fessenden, 1992)

2.2. Alkilasi

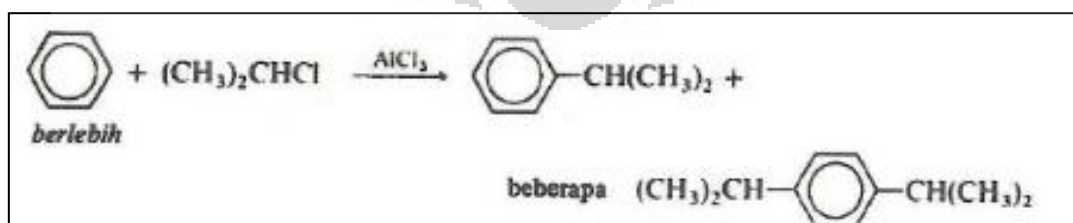
Alkilasi benzena merupakan substitusi sebuah gugus alkil untuk sebuah hidrogen pada cincin. Alkilasi dengan alkil halida dan AlCl_3 sebagai katalis, sering disebut sebagai **alkilasi Friedel-Crafts**.

Pada reaksi ini, reaksi 2-kloropropana dengan benzena menggunakan katalis AlCl_3 merupakan reaksi dari Friedel-Crafts yang khas. Tahapan pertama pada alkilasi adalah pembentukan elektrofilik pada suatu karbokation. Tahapan kedua elektrofilik menyerang pada benzena, sedangkan tahapan ketiganya eliminasi sebuah ion hidrogen, sehingga dihasilkan alkilbenzena.



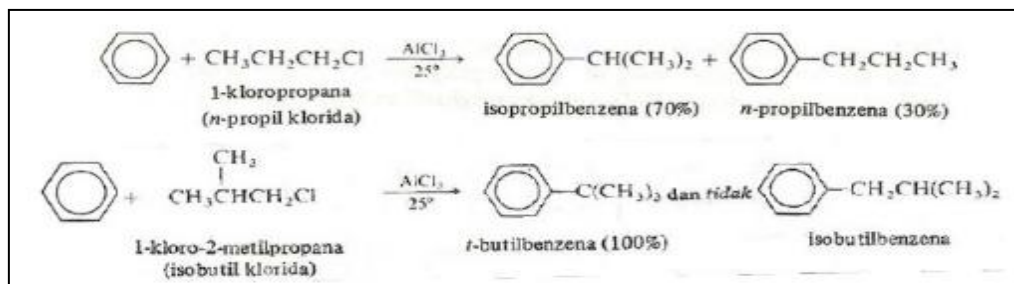
Gambar 2.3. Contoh Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena

Pada reaksi Friedel-Crafts terjadi substitusi suatu gugus alkil pada cincin benzena yang akan mengaktifkan cincin, sehingga substitusi kedua juga dapat terjadi. Untuk menekan reaksi kedua ini, biasanya digunakan senyawa aromatik berlebih.



Gambar 2.4. Contoh Reaksi dengan Penambahan Senyawa Aromatik Berlebih

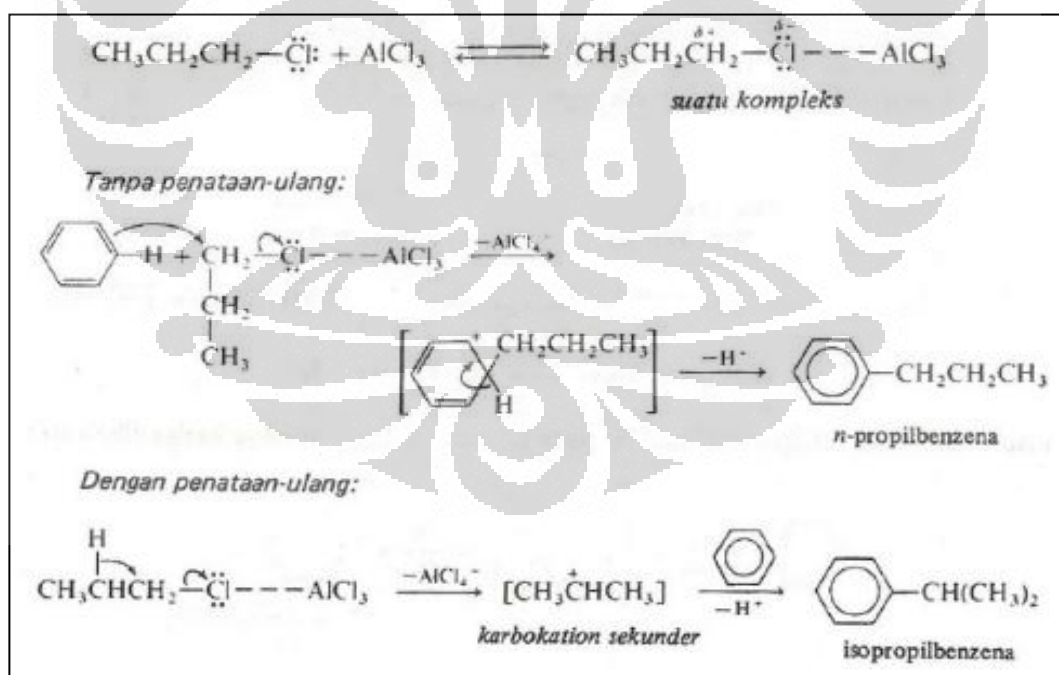
Selain itu dalam reaksi alkilasi Friedel-Crafts, gugus elektrofilik yang menyerang dapat mengalami penataan-ulang oleh adanya geseran 1,2 (dari) H atau R.



Gambar 2.5. Contoh Reaksi yang Mengalami Penataan Ulang

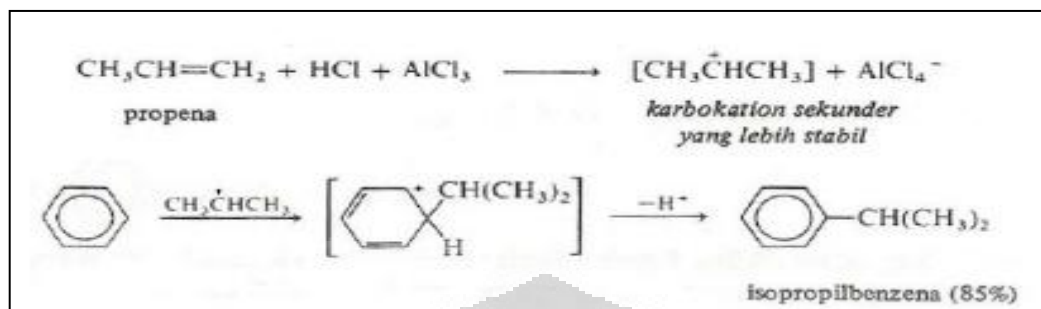
Penataan ulang yang ditunjukkan adalah alkil halida primer, yang tidak mudah membentuk karbokation. Dalam kasus-kasus ini, agaknya reaksi berlangsung lewat kompleks $\text{RX} - \text{AlCl}_3$. Kompleks $\text{RX} - \text{AlCl}_3$ ini dapat mengalami:

1. Reaksi dengan benzena menghasilkan produk tak tertata-ulang.
2. Penataan-ulang menjadi karbokation sekunder atau tersier, yang menghasilkan produk tertata-ulang.



Gambar 2.6. Mekanisme Reaksi Penataan Ulang

Alkilasi juga dapat terbentuk dengan adanya alkena dengan hadirnya HCl dan AlCl_3 . Mekanisme serupa dengan alkilasi dengan suatu alkil halida dan berlangsung lewat karbokation yang lebih stabil.



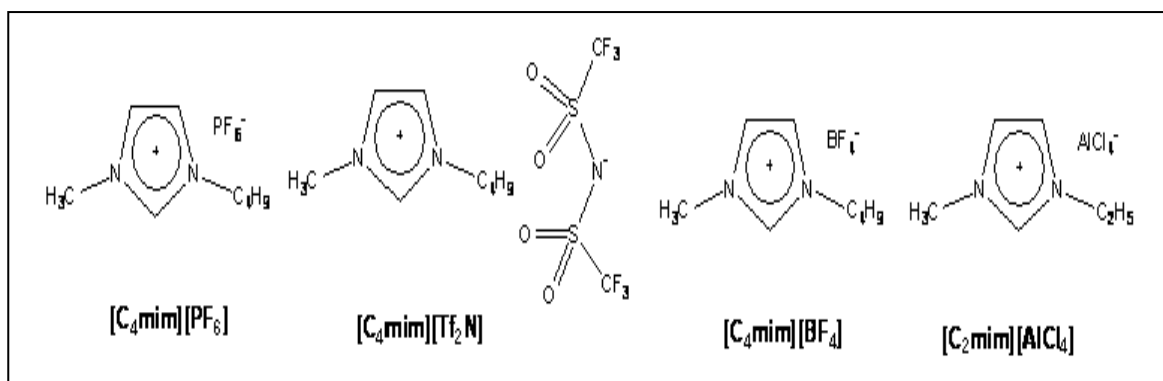
Gambar 2.7. Mekanisme Reaksi Alkilasi dengan adanya Alkena

2.3. 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 2.8. 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.

Sifat fisik dan kimia cairan ionik dapat diatur dengan memvariasikan kation, anion, dan gugus alkil yang merupakan bagian dari kation, antara lain:

1. kelarutan dalam air bisa diatur dengan gugus R-nya. Memperpanjang gugus alkil (R) akan menurunkan kelarutan dalam air dengan meningkatkan hidrofobisitas dari kationnya.
2. Titik leleh dari garam yang memiliki anion halida cenderung lebih tinggi bila anion yang digunakan lebih banyak, dan titik leleh umumnya meningkat seiring meningkatnya panjang rantai substituen.
3. Cairan ionik lebih kental dari pelarut organik biasa. Contohnya, viskositas dari kebanyakan imidazolium berada pada rentang 35 sampai 500 cP dalam suhu ruang. Garam dengan anion bis(trifluorometilsulfonil)imida [(CF₃SO₂)₂N⁻] memiliki viskositas terendah dalam rentang tadi, sama juga seperti garam dengan kation pirolidinium.
4. Salah satu keuntungan dari cairan ionik ini adalah tidak mudah menguap karena memiliki tekanan uap yang mendekati nol. Selain itu, cairan ini juga stabil pada suhu tinggi sampai 400°C sehingga bisa diaplikasikan pada reaksi pada kondisi ekstrim. Pada suhu kamar, cairan ini sangat murni sehingga bisa melarutkan dengan lebih baik

2.4. Katalis

Katalis adalah senyawa 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)

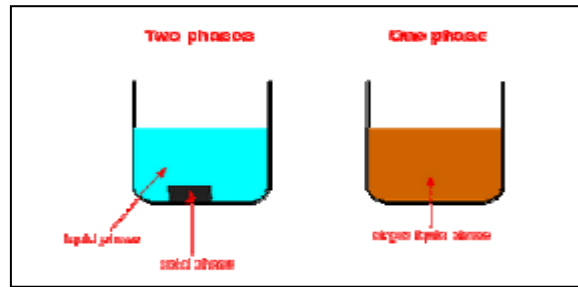
2.4.1 Parameter Katalis

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.
3. 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 dikonsumsi (biasanya dinyatakan dalam % berat produk)
5. dapat diregenerasi, proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula. (Lusi Trywulan Dewi, 2009)

2.4.2 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 2.9. Perbedaan fase homogen dan heterogen

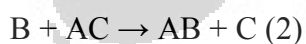
2.4.3 Jenis-jenis Katalis

Katalis dapat dibedakan menjadi dua golongan utama, yaitu:

a. Katalis homogen

Katalis homogen adalah katalis yang berada dalam fasa yang sama dengan reaktannya. Katalis homogen umumnya bereaksi dengan satu atau lebih pereaksi untuk membentuk suatu perantara kimia yang selanjutnya bereaksi membentuk produk akhir reaksi, dalam suatu proses yang memulihkan katalisnya.

Berikut ini merupakan skema umum reaksi katalitik, di mana C melambangkan katalisnya:



Meskipun katalis (C) termakan oleh reaksi 1, namun selanjutnya dihasilkan kembali oleh reaksi 2, sehingga untuk reaksi keseluruhannya menjadi,



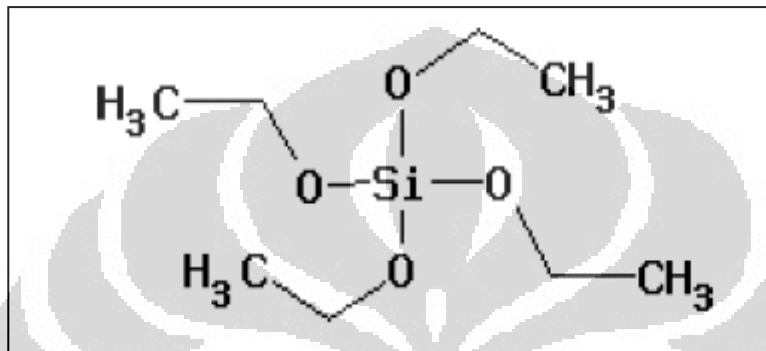
b. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berada dengan fasa yang berbeda dengan reaktannya. Satu contoh sederhana untuk katalisis heterogen yaitu bahwa katalis menyediakan suatu permukaan di mana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi lemah sedemikian sehingga memadai terbentuknya produk baru. katan antara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas.

Terdapat pula katalis enzim yang biasa disebut juga sebagai biokatalis. Katalis enzim ini merupakan molekul protein dengan ukuran koloid yang memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.

2.5 TEOS

TEOS merupakan singkatan dari Tetra Etil Ortho Silikat yang memiliki rumus molekul $(C_2H_5O)_4Si$ dengan rumus struktur sebagai berikut:

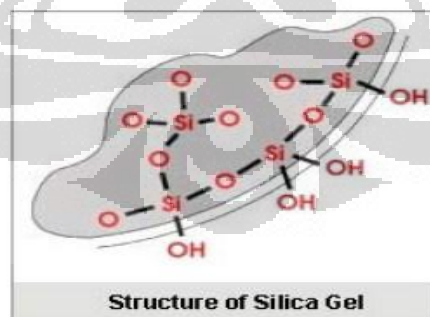


Gambar 2.11. Tetra Ethyl Ortho Silicate

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

2.6 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 2.12. 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 adsorpsi 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.

2.7 Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel

Sifat silika gel yang berpori kecil dan banyak dijadikan substrat untuk memperbesar luas permukaan sentuh suatu cairan yang diimmobilisasi kedalam silika gel. 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.

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:

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

2.8. Metode Analisis

2.8.1. 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)

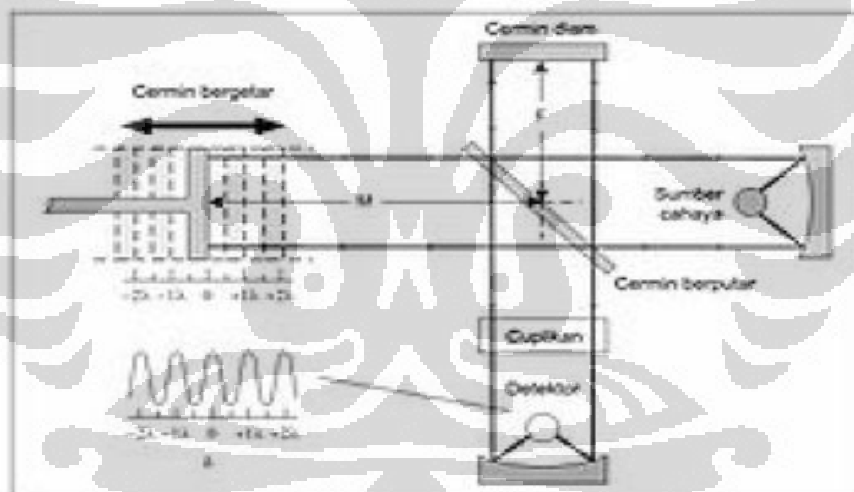
Dalam spektroskopi sinar infra merah, radiasi sinar infra merah ditembakkan ke arah sebuah molekul dimana sebagian radiasi ada yang diserap (adsorpsi) oleh molekul dan

sebagian lagi diteruskan (transmisi) melalui molekul tersebut yang menghasilkan sebuah spektrum. Hasil spektrum tersebut mewakili nilai adsorpsi 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 2.13. 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 2.14. *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.

2.8.2. Kromatografi Gas

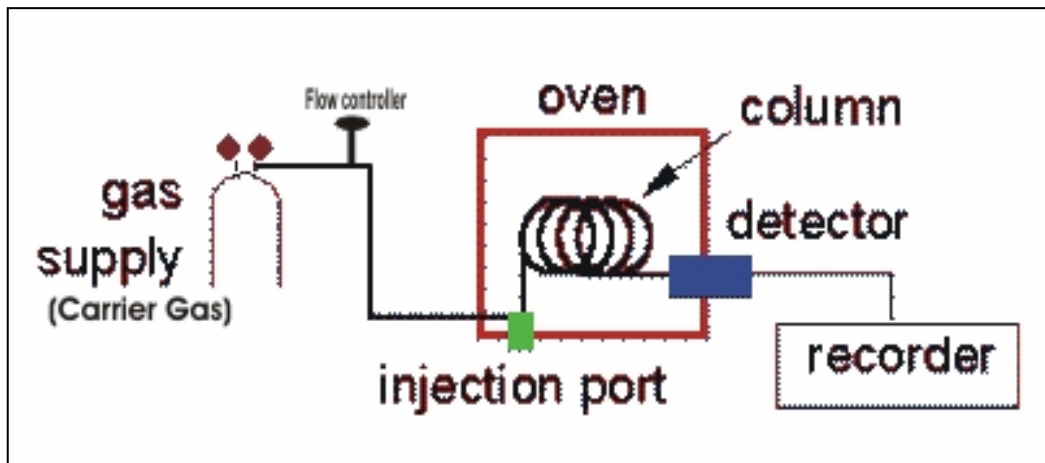
Kromatografi merupakan salah satu metode pemisahan komponen-komponen campuran di mana cuplikan berkesetimbangan di antara dua fasa, yaitu fasa gerak yang membawa cuplikan dan fasa diam yang menahan cuplikan secara selektif. Bila fasa diam yang dipakai bersifat polar maka zat-zat yang bersifat nonpolar akan terpisah terlebih dahulu karena zat bersifat polar terikat kuat pada fasa diamnya. Jika fasa diam bersifat polar maka

fasa gerak yang digunakan bersifat nonpolar, demikian pula sebaliknya. Pemisahan dengan kromatografi didasarkan pada perbedaan kesetimbangan komponen-komponen campuran di antara fasa gerak dan fasa diam.

Cara kerja kromatografi gas adalah larutan yang akan dianalisis dimasukkan ke dalam mulut kolom. Komponen-komponen berdistribusi di antara dua fasa. Penambahan fasa gerak (eluen) mendesak pelarut yang mengandung bagian cuplikan turun ke bagian bawah kolom. Oleh karena perpindahan komponen hanya dapat terjadi dalam fasa gerak, kecepatan rata-rata perpindahan suatu komponen tergantung pada waktu yang diperlukan dalam fasa itu, ada komponen yang suka berada dalam fasa diam dan ada komponen yang suka berada dalam fasa gerak. Perbedaan sifat ini menyebabkan komponen-komponen campuran memisah. Bila suatu detektor yang peka terhadap komponen-komponen tersebut ditempatkan di ujung kolom dan sinyalnya diplot sebagai fungsi waktu (atau volume fasa gerak yang ditambahkan) maka akan diperoleh sejumlah puncak. Plot ini disebut kromatogram yang berguna untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Posisi puncak pada sumbu waktu berfungsi untuk mengidentifikasi komponen cuplikan sedang luas puncak merupakan ukuran kuantitatif tiap komponen

Keuntungan penggunaan kromatografi gas ini selain kecepatan dan variasi penggunaannya yang luas, juga karena dengan cara ini hanya dibutuhkan jumlah sampel yang relatif sangat kecil. Meskipun dengan sampel yang sangat kecil, komponen yang jumlahnya banyak dalam sampel tersebut dengan mudah dapat dipisahkan dalam bentuk kromatogram yang dapat memberikan informasi tidak hanya kuantitasnya, tetapi juga identitasnya

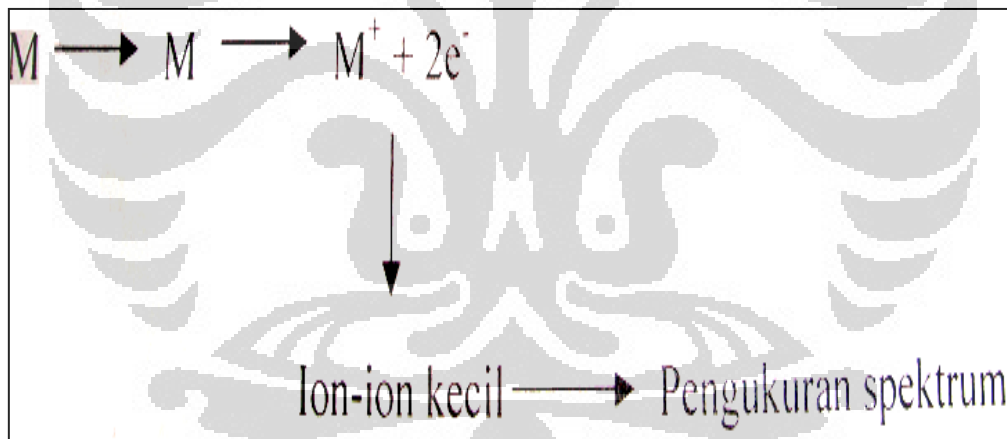
Senyawa yang dapat dianalisis dengan kromatografi gas adalah senyawa yang mudah menguap. Namun, senyawa yang tidak stabil secara termal ataupun tidak mudah menguap, dapat juga dianalisis dengan kromatografi gas yaitu dengan cara mengubahnya menjadi turunan-turunannya yang lebih mudah menguap dan stabil. Misalnya, asam lemak dapat diubah menjadi ester metilik atau metil ester melalui esterifikasi dengan BF₃ dalam pelarut metanol. Alkohol, sterol, dan senyawa hidroksi dapat diasetilasi, misalkan dengan asam asetat anhidrida dan piridin



Gambar 2.15. Skema Spektrometer GC (<http://elchem.kaist.ac.kr/vt/chem-ed/sep/gc/gc.htm>)

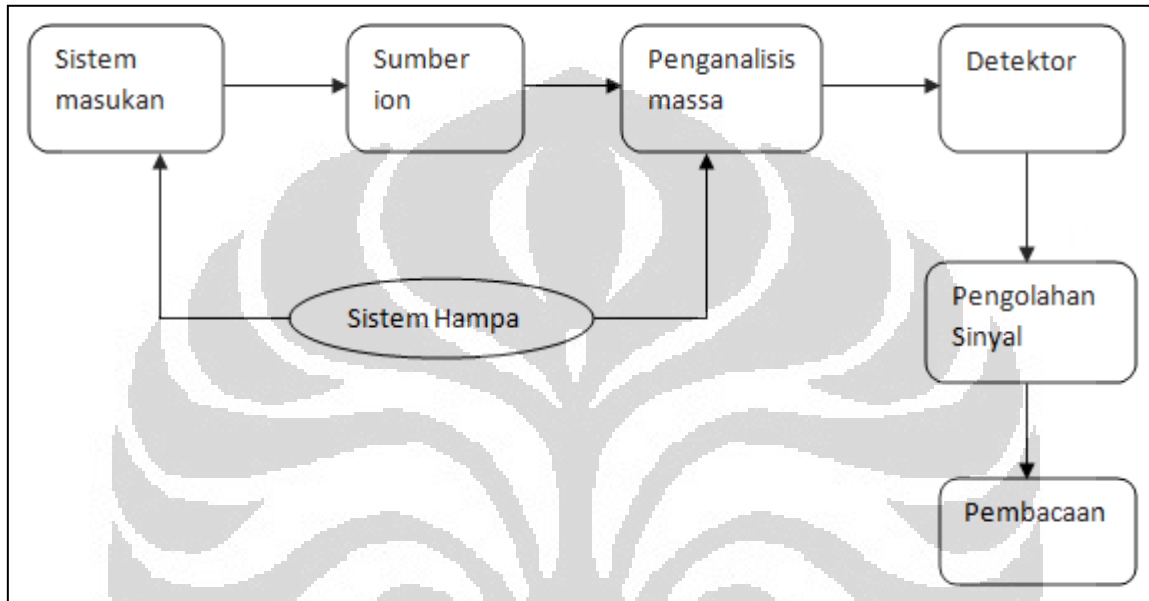
2.8.3. Kromatografi Gas – Spektrometer Massa

Metode spektroskopi massa didasarkan pada perubahan komponen cuplikan menjadi ion-ion gas dan memisahkannya berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan (m/e). Salah satu cara perubahan suatu molekul menjadi ion molekul dapat digambarkan pada gambar 2.16.



Gambar 2.16. Skema Kerja GC-MS (Hendayana, 1994)

Spektroskopi massa dapat memberi informasi kualitatif dan kuantitatif tentang susunan atom dan molekul zat-zat organik dan anorganik. Spektroskopi massa dapat digunakan untuk menentukan bangun molekul senyawa organik dan untuk penentuan berat molekul senyawa. Spektrometer massa terdiri dari beberapa komponen: sistem masukan cuplikan, sumber ion, penganalisis massa, detektor sinyal, dan pembacaan. Gambar 2.17. menunjukkan diagram spektrometer massa.



Gambar 2.17. Diagram GC-MS (Hendayana, 1994)

BAB III

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

- $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- NH_4OH
- Benzena
- Diklorometana
- HCl 4 M
- Aseton
- 1-butil-3-metil imidazolium chloride
- Tetraetil orto silikat
- aquademin

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel

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]Cl Kedalam Silika Gel

Pada silika gel yang telah halus ditambahkan cairan ionik [BMIM]Cl 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 Alkilasi Benzena dengan Diklorometana

3.2.2.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [BMIM]Cl/ AlCl_3 -Silika Gel

Diklorometana, katalis [BMIM]Cl-Silika Gel, aseton, AlCl_3 , Benzena 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% dan 5%. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC-MS dan GC.

3.2.2.2 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel

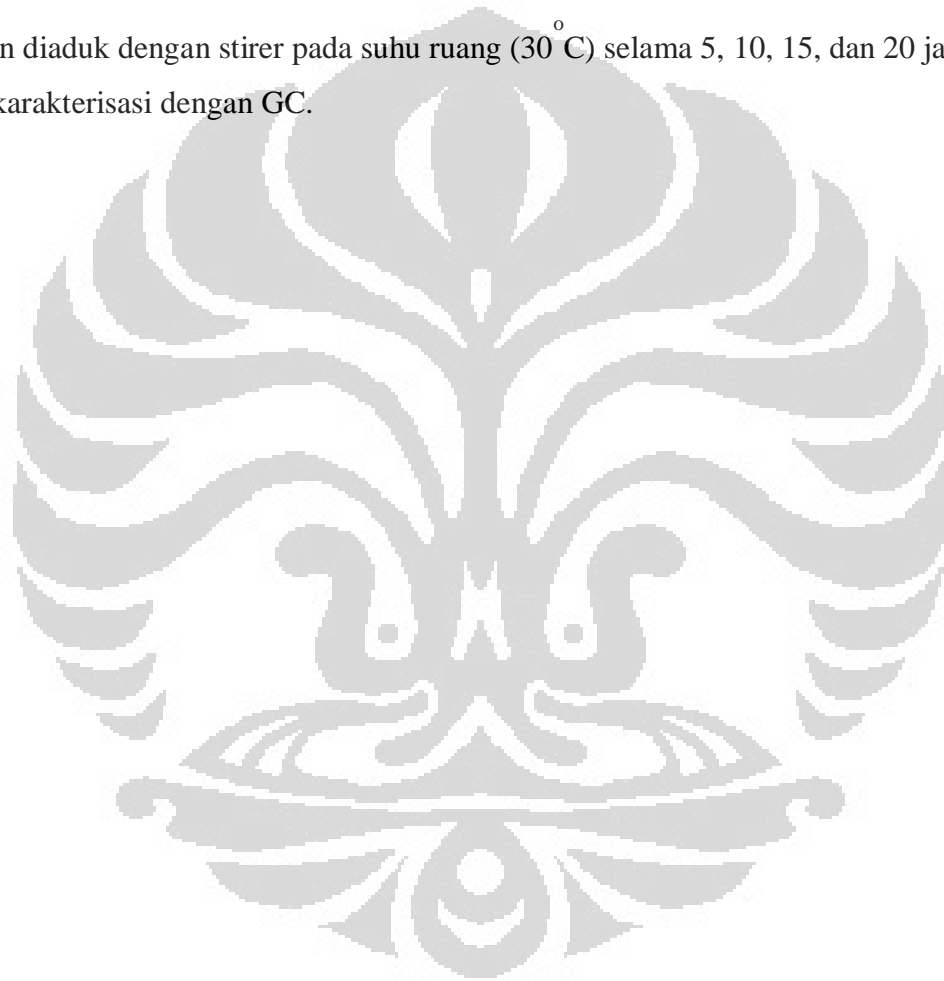
Diklorometana, katalis [BMIM]Cl-Silika Gel, aseton, Benzena dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu ruang (30°C) selama 5, 10, 15, dan 20 jam. Kemudian dilakukan variasi berat katalis 2% dan 5%. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC-MS dan GC.

3.2.2.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl_3

Diklorometana, katalis AlCl_3 , aseton, benzena dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu ruang (30°C) selama 5, 10, 15, dan 20 jam. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC-MS dan GC.

3.2.2.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$

Diklorometana, katalis $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$, benzena dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu ruang (30°C) selama 5, 10, 15, dan 20 jam. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel

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

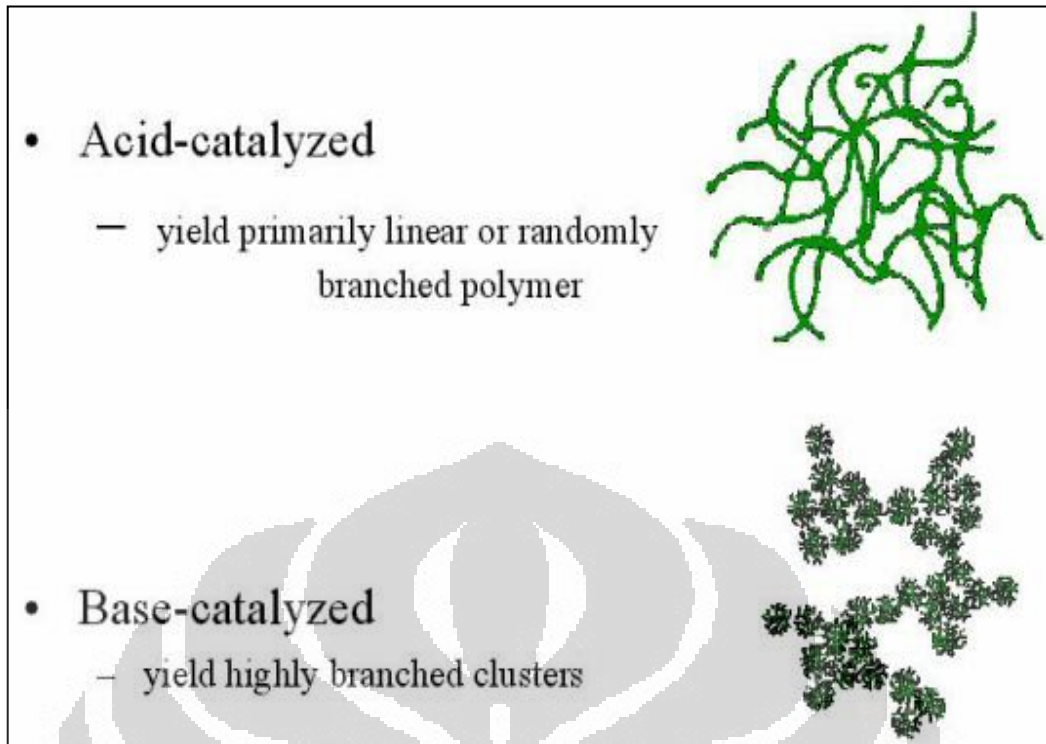
4.1.1 Pembuatan Silika Gel

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:



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. Selain itu HCl juga berfungsi sebagai pemberi suasana asam pada proses pembentukan silika gel. Silika gel dengan menggunakan pH yang terlalu asam atau terlalu basa memiliki fracture permukaan yang tidak rata. Hal ini disebabkan pertumbuhan monomer yang terjadi lebih cepat dibandingkan pembentukan agregasinya.

Bentuk dari silika gel juga dipengaruhi oleh pH dari katalis yang digunakan dalam reaksi pembentukan silika gel. Secara umum gugus fungsi silika-gel berasal dari oksida, apabila silika gel menggunakan katalis asam maka akan menghasilkan polimer-polimer yang berbentuk linier atau polimer bercabang secara acak dengan penambahan cabang polimer terjadi pada proses pembentukan gel. Sedangkan apabila menggunakan katalis basa maka akan menghasilkan polimer-polimer dalam bentuk cluster-cluster dengan keunikan tersendiri.



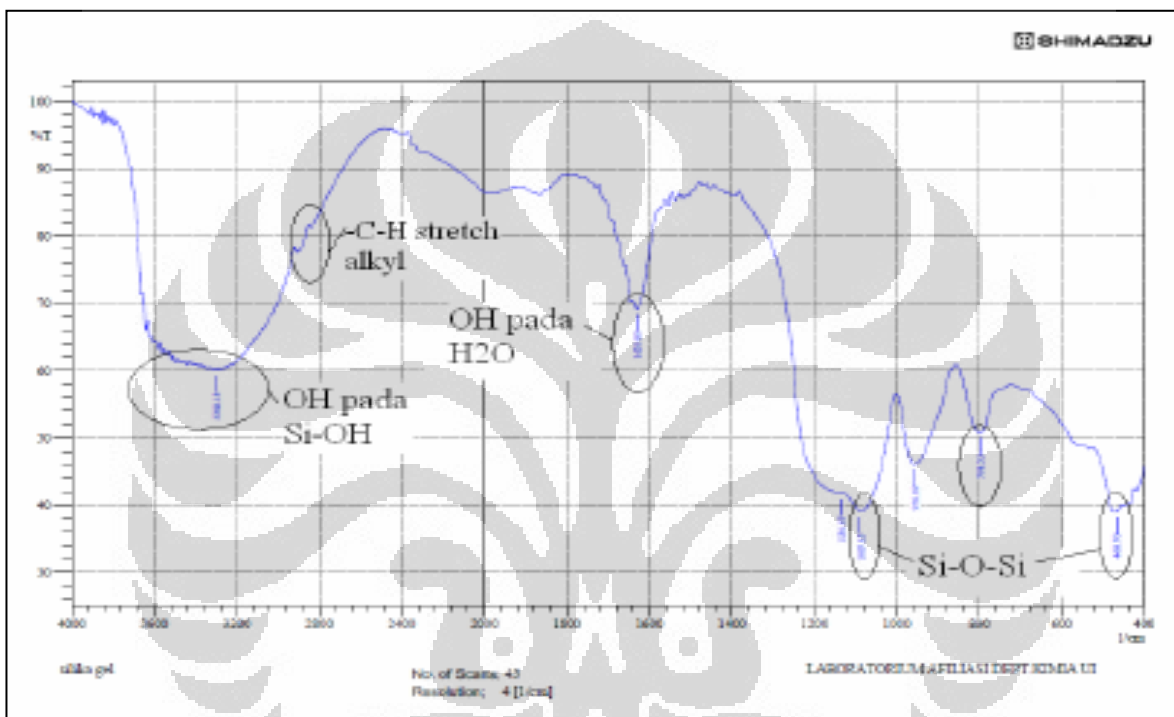
Gambar 4.1. Bentuk dari polimer dalam Silika Gel



Gambar 4.2. 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 110°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 (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]Cl. Selain itu, berkurangnya molekul air dari permukaan silika gel menyebabkan luas permukaan silika gel dan volume pori menjadi lebih besar sehingga proses adsorpsi fisik maupun adsorpsi kimia menjadi lebih efektif dan efisien.

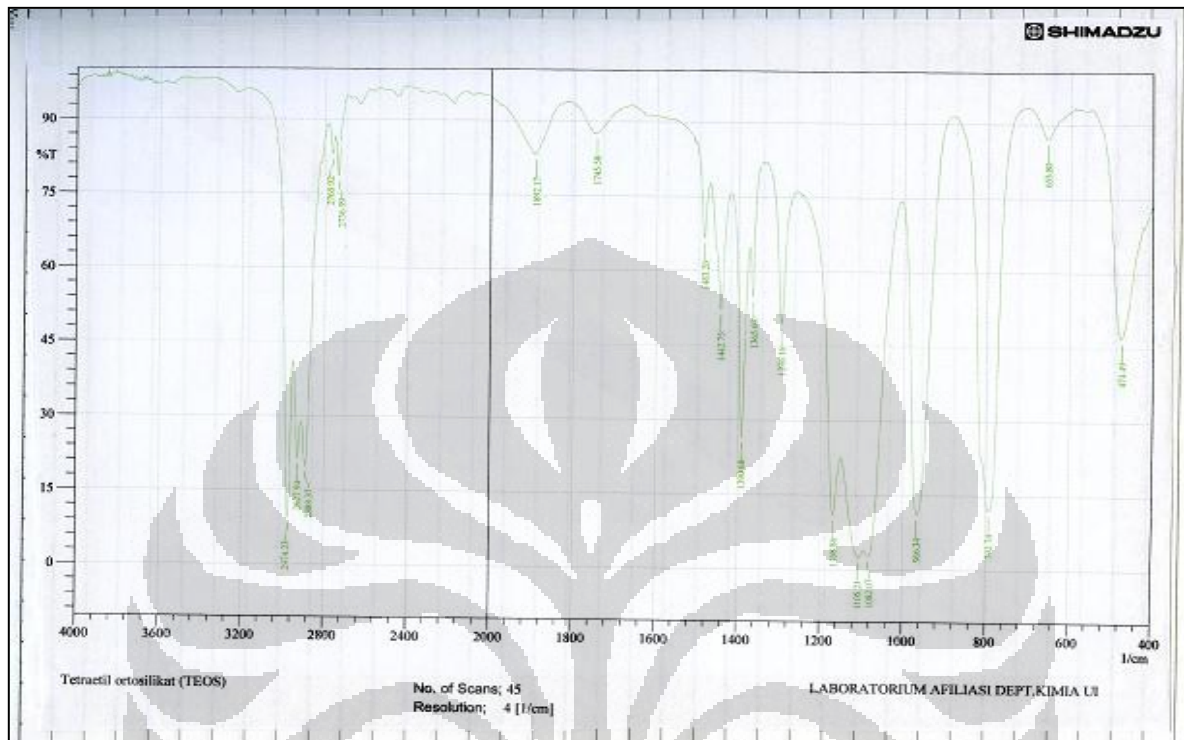


Gambar 4.3. Spektrum FTIR silika gel

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 H_2O . Ini memperlihatkan bahwa dalam silika gel masih mengandung molekul air, sebagaimana rumus molekulnya $SiO_2 \cdot xH_2O$.

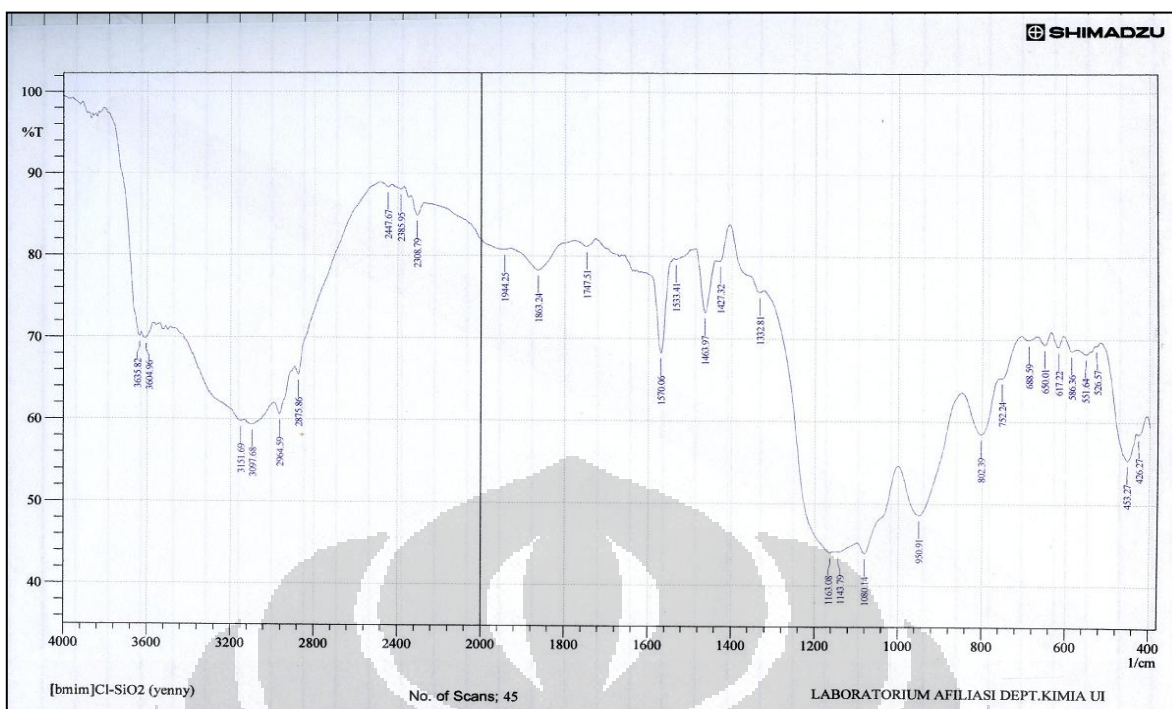


Gambar 4.4. Spektrum FTIR TEOS

Untuk meyakinkan bahwa silika gel sudah terbentuk, dilakukan karakterisasi TEOS menggunakan FTIR. Dengan begitu bisa dibedakan antara spektrum FTIR pada TEOS dan silika gel. Dalam spektrum FTIR diatas dapat terlihat serapan C-H yang berasal dari gugus etil pada TEOS di daerah bilangan gelombang 2900 cm^{-1} masih terdapat pada spektrum FTIR silika gel yang seharusnya tidak terdapat serapan gugus etil.

4.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl Dalam Silika Gel

Sebanyak 1,25 gram silika gel, 0,25 gram cairan ionik [BMIM]Cl 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]Cl 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]Cl-Silika gel yang berwarna putih bersih. Karakterisasi [BMIM]Cl-silika gel dilakukan menggunakan FTIR.



Gambar 4.5. Spektrum FTIR katalis [BMIM]Cl-Silika gel

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 3151.69 cm^{-1} terdapat pita serapan -OH dari silanol dan pada bilangan gelombang 1570.06 cm^{-1} terdapat pita serapan -OH dari H_2O . Pita serapan pada daerah bilangan gelombang 453.27 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk dari siloksan (Si-O-Si), sedangkan bilangan gelombang 1080.14 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Selain itu, juga terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 802.39 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus Cl . Pada daerah 1463.97 cm^{-1} terdapat puncak serapan yang menunjukkan adanya ikatan C-C stretching pada gugus aromatik. Pada daerah bilangan gelombang 3097.68 cm^{-1} menunjukkan adanya pita serapan =C-H stretching pada gugus aromatik. Ketiga gugus ini terdapat pada [BMIM]Cl yang tidak terdapat pada spektrum FTIR silika gel. Hal ini membuktikan bahwa silika gel telah terimpregnasi dengan [BMIM]Cl.

4.2 Uji Katalitik Pada Reaksi Alkilasi antara Benzena dengan diklorometana

Untuk mengetahui keefektifan [BMIM]Cl-Silika gel sebagai katalis dilakukan uji katalitik pada reaksi alkilasi antara benzena dan diklorometana. Pertama kali yang dilakukan

adalah menentukan waktu optimum reaksi kemudian menentukan berat katalis optimum yang digunakan dalam reaksi.

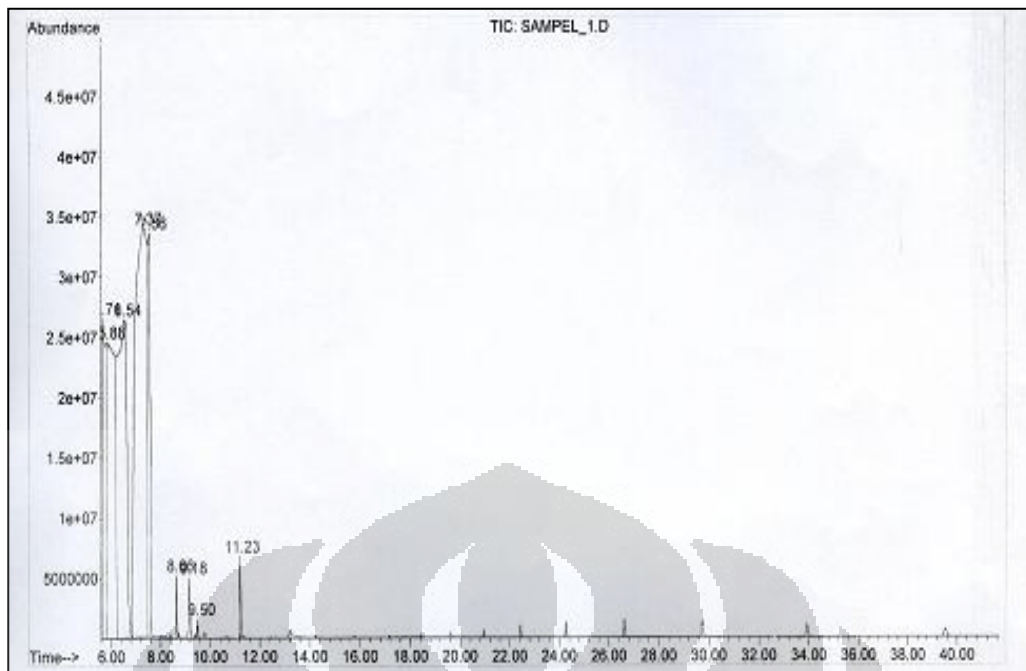
Sebagai perbandingan, juga dilakukan reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana menggunakan cairan ionik [BMIM]Cl yang tidak diimmobilisasi ke dalam silika gel.

4.2.1 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl₃ -Silika Gel.

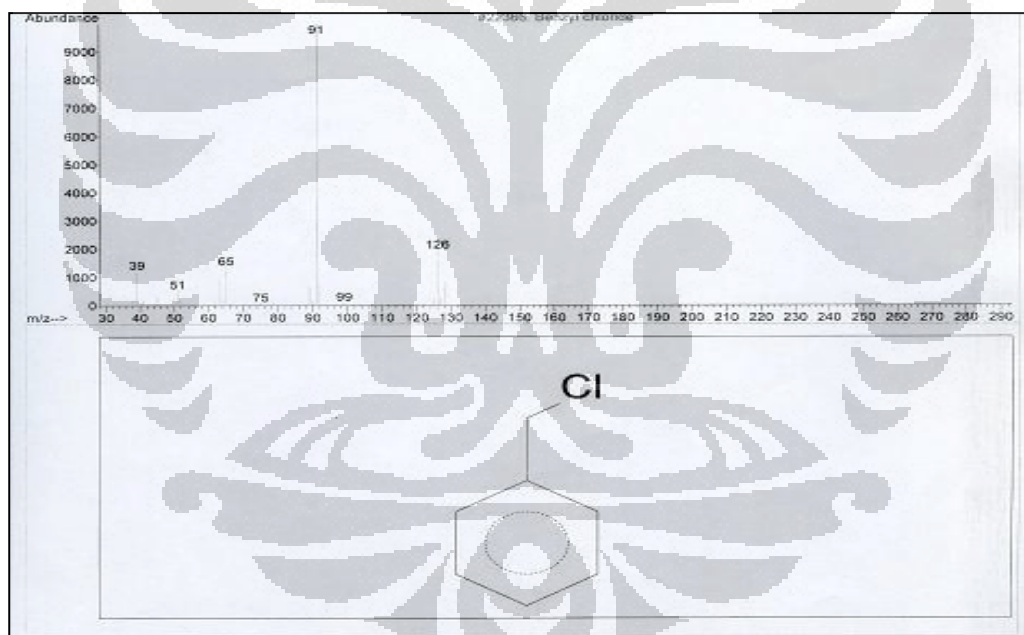
Sebanyak 1 gram AlCl₃, 0,5 gram benzena, 1 gram diklorometana, 0,05 gram katalis [BMIM]Cl-Silika Gel (2% dari berat total reaktan), 6 mL aseton dicampurkan ke dalam labu ukur 25 mL. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 5, 10, 15, dan 20 jam pada suhu 30 °C.

Reaksi yang terjadi adalah reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana dimana benzena akan menggantikan atom Cl pada ikatan C-Cl. Pada percobaan diinginkan produk yang terbentuk adalah difenilmetana. Hasil reaksi yang telah dilakukan dengan variasi waktu (5,10,15 dan 20 jam) dikarakterisasi menggunakan GC-MS terlebih dahulu untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dari reaksi yang dilakukan.

Pada hasil GC-MS terdapat beberapa buah *peak* utama. *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* diklorometana tidak terdeteksi dalam larutan, yang terdeteksi dalam larutan adalah 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 klorida terletak pada waktu retensi 11.23 menit. Berikut kromatogram hasil GC-MS diperlihatkan pada gambar dibawah ini:



Gambar 4.6. Ion Kromatogram GC-MS



Gambar 4.7. Mass Spektrogram GC-MS yang menunjukkan bahwa hasil yang terbentuk adalah benzil klorida

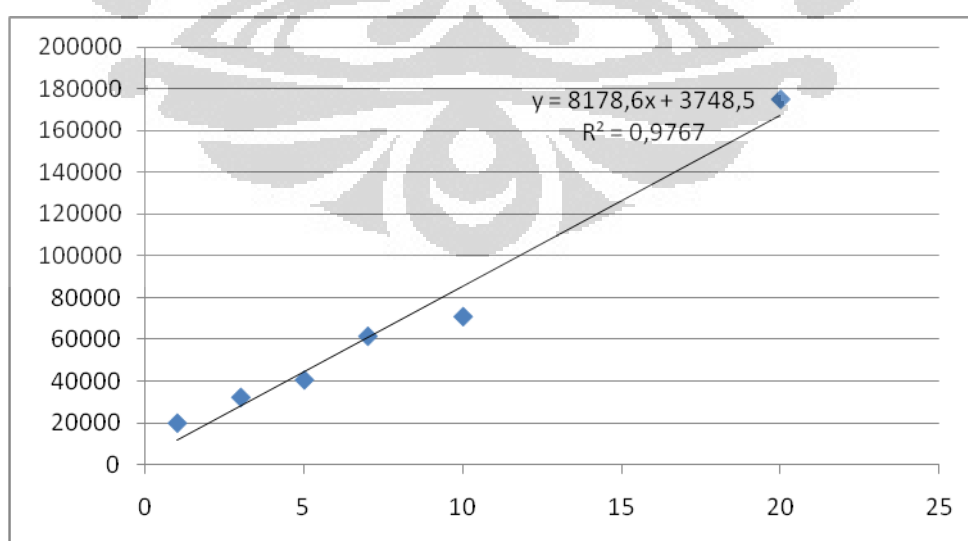
Berdasarkan hasil pengukuran GC-MS senyawa difenilmetana tidak ditemukan dalam larutan, hal ini menunjukkan bahwa difenilmetana yang diinginkan tidak terbentuk. Tetapi berdasarkan hasil pengukuran dengan menggunakan GC-MS yang terbentuk adalah benzil klorida.

Pada awalnya benzena akan berikatan dengan satu atom Cl terlebih dahulu. Dengan adanya penambahan larutan benzena secara berlebih maka atom Cl yang masih terikat dalam reaksi baru akan tersubstitusi oleh benzena berlebih tersebut. Selain itu, pada hasil pengukuran dengan menggunakan GC-MS terdapat hasil senyawa-senyawa lain. Hal ini menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki selektivitas yang kurang baik.

Berdasarkan pengukuran GC-MS maka dilakukan pengukuran ulang dengan menggunakan GC untuk mendapatkan data yang lebih akurat terhadap produk benzil klorida. Untuk menentukan besarnya konsentrasi benzil klorida yang terbentuk dalam campuran, harus dibuat kurva standar benzil klorida terlebih dahulu. Larutan benzil klorida 1%, 3%, 5%, 7%, 8% dan 20% dibuat sebagai larutan standar untuk menentukan kurva standar benzil klorida dan diperoleh sebagai berikut:

Tabel 4.1. Standar Benzil Klorida

Konsentrasi	Peak Area
1	19661
3	31975
5	40330
7	61277
10	70671
20	174792



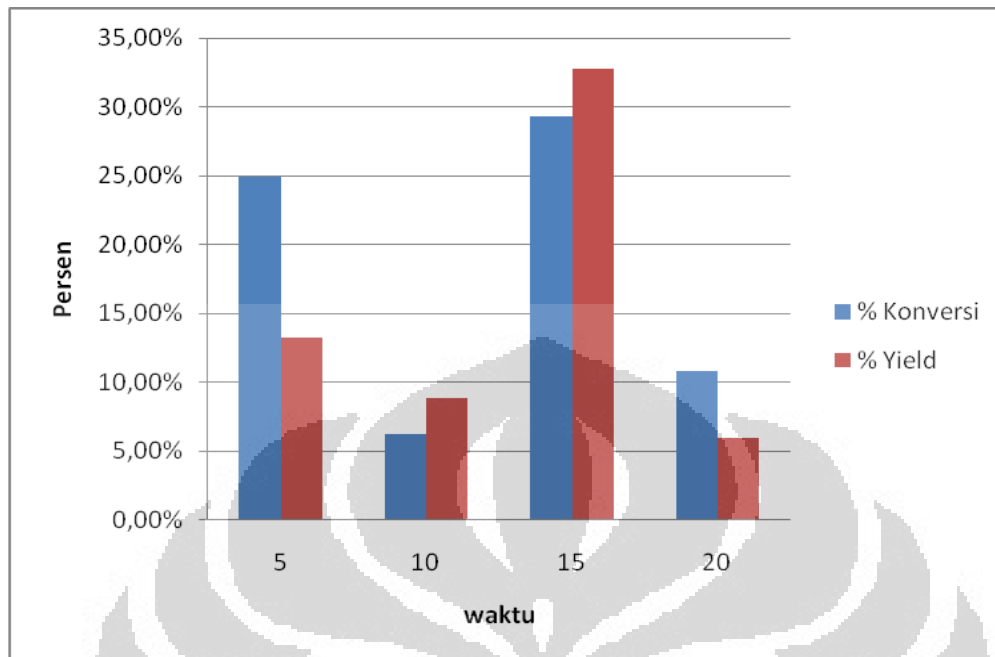
Gambar 4.8. Kurva Standar Benzil Klorida

Konsentrasi benzena pada masing-masing waktu reaksi dapat dihitung dengan memasukkan luas daerah puncak (*peak area*) benzena ke dalam persamaan kurva standar (sebagai *variable y*). Perhitungan % konversi dan % yield dapat menggunakan konsentrasi benzena yang dimasukkan mula-mula yaitu sebesar 8.16% sehingga didapatkan data sebagai berikut:

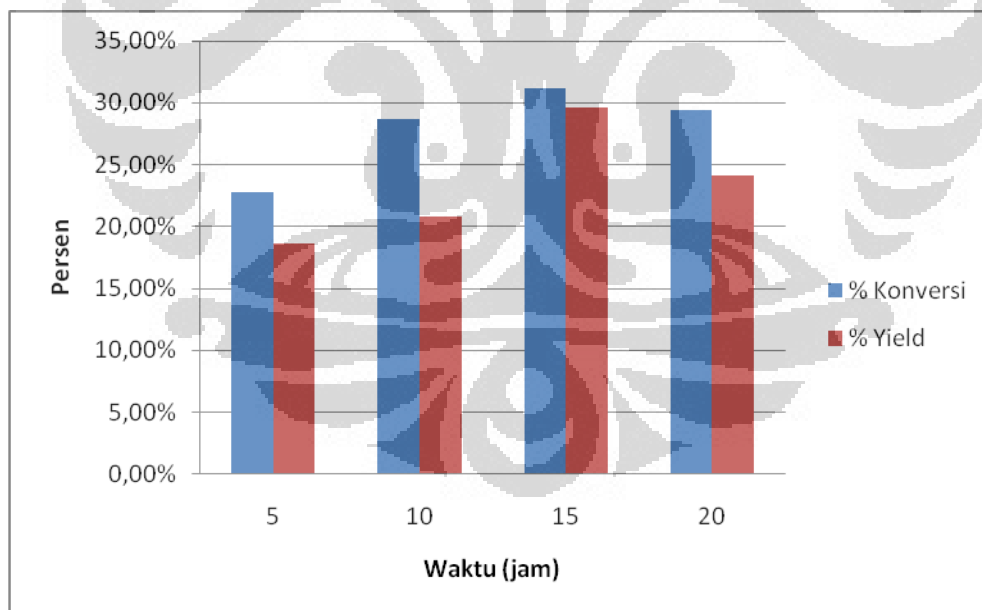
Tabel 4.2. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katali [BMIM]Cl/AlCl₃-Silika Gel

[BMIM]Cl/AlCl ₃ -silika gel 2%					
No	waktu (jam)	Peak Area sisa Benzena	%konversi	Peak Area Benzil Klorida	%yield
1	5	1262936129	24,91	12555	13,19
2	10	1576480315	6,26	9672	8,87
3	15	1189436074	29,28	25640	32,8
4	20	1500914760	10,76	7742	5,98
[BMIM]Cl/AlCl ₃ -silika gel 5%					
No	waktu (jam)	Peak Area Benzena	%konversi	Peak Area Benzil Klorida	%yield
1	5	1299289162	22,75	16205	18,67
2	10	1199470235	28,68	17631	20,80
3	15	1157390354	31,18	23512	29,62
4	20	1186608502	29,44	19847	24,12

Berdasarkan data pada tabel diatas maka dapat dibentuk kurva antara % yield terhadap waktu retensi dan juga % konversi terhadap waktu retensi.



Gambar 4.9. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 2% [BMIM]Cl/AlCl₃-Silika Gel



Gambar 4.10. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 5% [BMIM]Cl/AlCl₃-Silika Gel

Berdasarkan kurva diatas dapat diketahui bahwa nilai % yield dan % konversi yang paling tinggi terdapat pada waktu 15 jam dengan nilai masing-masing pada penggunaan katalis [BMIM]Cl/AlCl₃-Silika Gel sebanyak 2% dari bobot reaktan adalah 32,8% dan

29,28%. Sedangkan nilai masing-masing % yield dan % konversi pada penggunaan katalis [BMIM]Cl/AlCl₃-Silika Gel sebanyak 5% dari bobot reaktan adalah 29,62% dan 31,18%. Berdasarkan dari hasil perhitungan dapat dilihat banyak bobot % katalis yang ditambahkan dapat mempengaruhi banyak produk yang terbentuk.

Peak area sebanding dengan konsentrasi, semakin besar *peak area* semakin besar konsentrasi suatu senyawa. Dari tabel terlihat bahwa *peak area* benzena terkecil berada pada % berat katalis sebesar 5% pada waktu 15 jam. *Peak area* yang kecil ini menunjukkan bahwa konsentrasi benzena yang masih tersisa juga kecil. Dengan kata lain, lebih banyak benzena yang digunakan untuk bereaksi. Namun hal ini tidak dapat menunjukkan bahwa semakin sedikit konsentrasi benzena dalam campuran, semakin banyak benzil klorida yang terbentuk karena tidak semua produk yang dihasilkan adalah benzil klorida. Hal ini dapat dilihat berdasarkan hasil pengukuran dengan menggunakan GC-MS yang terdapat beberapa senyawa lainnya yang terbentuk.

Untuk mengetahui senyawa-senyawa lain yang terbentuk pada reaksi dapat dilihat pada gambar 4.7. kromatogram hasil pengukuran GC-MS. Pada waktu retensi 5.88 terdapat methanamine, waktu retensi 8.66 terdapat metil isobutenil keton, waktu retensi 9.18 terdapat 2-pentanon, waktu retensi 9.50 terdapat p-xylene, dan pada waktu retensi 11.23 terdapat benzil klorida.

4.2.2 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.

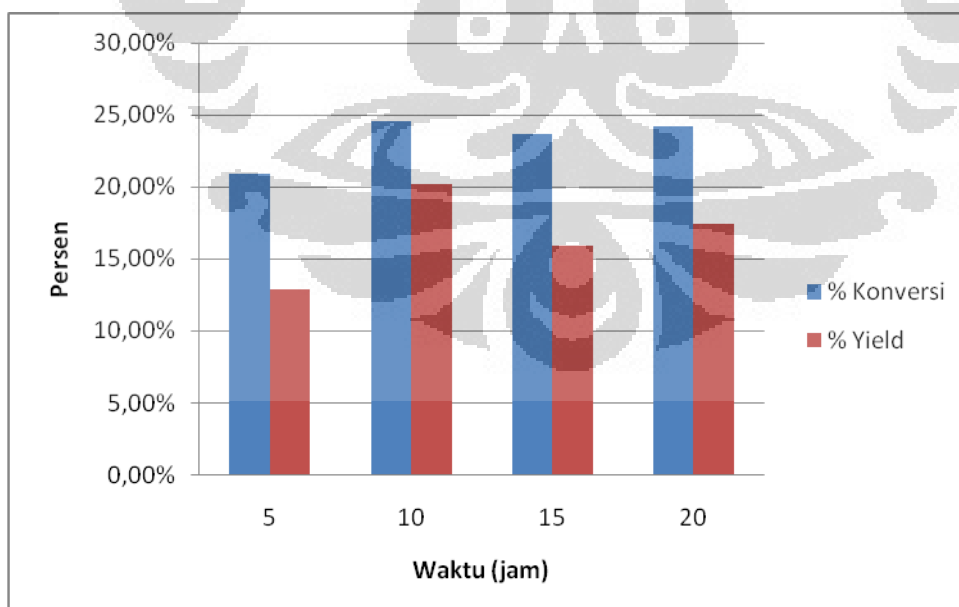
Sebanyak 0,5 gram benzena, 1 gram diklorometana, 0,05 gram katalis [BMIM]Cl-Silika Gel (2% dan 5% dari berat total reaktan), 6 mL aseton dicampurkan ke dalam labu ukur 25 mL. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 5, 10, 15, dan 20 jam pada suhu 30 °C.

Reaksi ini dilakukan untuk membandingkan katalis yang menggunakan AlCl₃ pada reaksi katalisis dapat mempengaruhi laju reaksi. Berikut data dari hasil pengukuran dari reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [BMIM]Cl-Silika Gel.

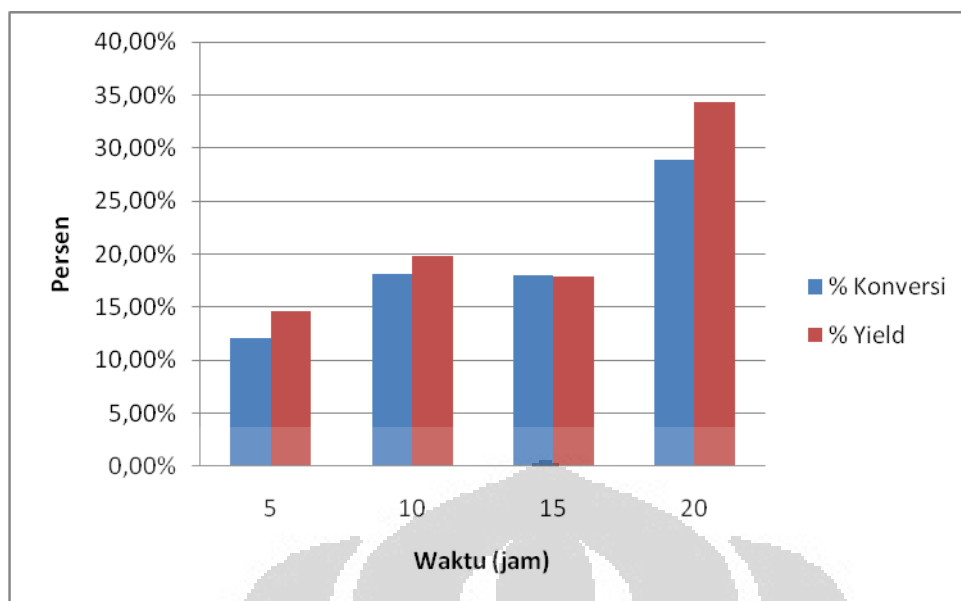
Tabel 4.3. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel

[BMIM]Cl-silika gel 2%					
No	waktu (jam)	Peak Area Benzena	%konversi	Peak Area Benzil Klorida	%yield
1	5	1330278609	20,90	12340	12,87
2	10	1268138256	24,59	17233	20,21
3	15	1283755169	23,67	14365	15,89
4	20	1274090065	24,24	15365	17,41
[BMIM]Cl-silika gel 5%					
No	waktu (jam)	Peak Area Benzena	%konversi	Peak Area Benzil Klorida	%yield
1	5	1479730677	12,02	13480	14,58
2	10	1377906040	18,07	16940	19,77
3	15	1379188338	17,99	15640	17,89
4	20	1195313697	28,93	26700	34,39

Berdasarkan data pada tabel diatas maka dapat dibentuk kurva antara % yield terhadap waktu retensi dan juga % konversi terhadap waktu retensi.



Gambar 4.11. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 2% [BMIM]Cl-Silika Gel



Gambar 4.12. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis 5% [BMIM]Cl-Silika Gel

Berdasarkan data yang didapatkan % yield dan % konversi yang tertinggi terdapat pada waktu yang berbeda terhadap penggunaan % bobot katalis yang berbeda. Pada penggunaan katalis [BMIM]Cl-Silika Gel sebesar 2% dari bobot reaktan didapatkan nilai % yield dan % konversi tertinggi adalah 20,21% dan 24,59% pada waktu 10 jam. Sedangkan pada penggunaan katalis [BMIM]Cl-Silika Gel sebesar 5% dari bobot reaktan didapatkan nilai % yield dan % konversi tertinggi adalah 34,39% dan 28,93% pada waktu 15 jam.

4.2.3 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl_3 .

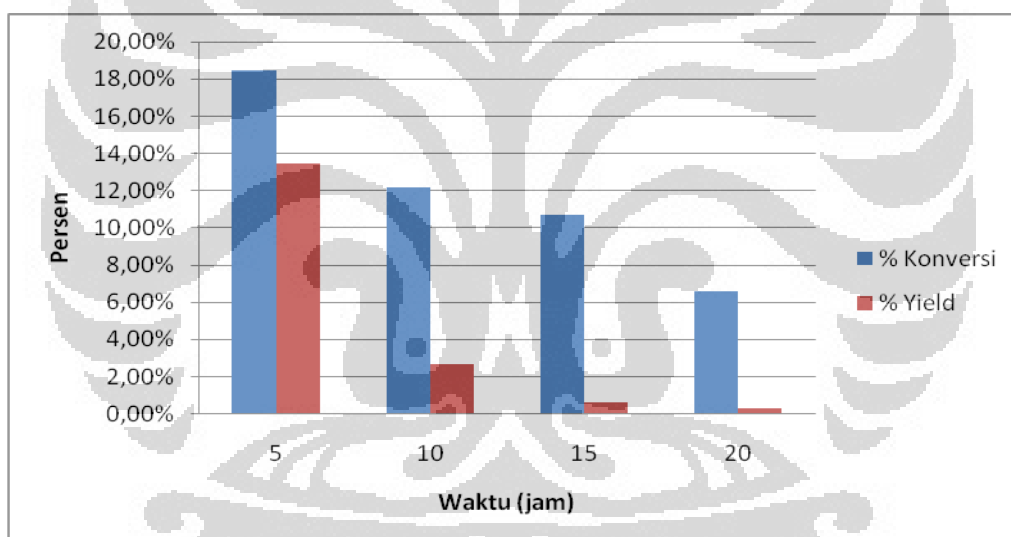
Sebanyak 1 gram AlCl_3 , 0,5 gram benzena, 1 gram diklorometana, 6 mL aseton dicampurkan ke dalam labu ukur 25 mL. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 5; 10; 15 dan 20 jam pada suhu 30°C .

Reaksi ini dilakukan untuk mengetahui terbentuk atau tidak produk yang diinginkan apabila tanpa menggunakan cairan ionik atau [BMIM]Cl-Silika Gel. Dari hasil pengukuran maka didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.4. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Menggunakan Katalis AlCl_3 .

AlCl ₃					
No	waktu (jam)	Peak Area Benzena	%konversi	Peak Area Benzil Klorida	%yield
1	5	1371460039	18,45	12749	13,49
2	10	1477057889	12,17	5550	2,70
3	15	1501460968	10,72	4143	0,59
4	20	1570894187	6,59	3970	0,33

Berdasarkan data hasil pengukuran dari reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana menggunakan katalis AlCl_3 maka akan dapat dibentuk kurva antara % yield terhadap waktu reaksi dan juga % konversi terhadap waktu reaksi.



Gambar 4.13. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis AlCl_3

Berdasarkan data yang didapatkan nilai % yield yang didapatkan sangat kecil 5 jam (13,49%) ; 10 jam (2,70%) ; 15 jam (0,59%) ; 20 jam (0,33%). Sedangkan % konversi yang didapatkan jauh lebih besar dibandingkan dengan persen yieldnya. Hal ini membuktikan bahwa penggunaan katalis AlCl_3 tanpa adanya $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ memberikan hasil yang jauh kurang bagus apabila dibandingkan dengan menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$. Hal ini ditunjukkan persen konversi yang didapatkan cukup besar tetapi persen yield yang didapatkan sangat kecil. Persen konversi yang cukup besar membuktikan bahwa benzena dalam campuran banyak digunakan untuk bereaksi, tetapi kecilnya nilai persen yield yang

terbentuk menunjukkan bahwa banyaknya benzena yang bereaksi tidak semuanya menghasilkan benzil klorida tetapi menghasilkan produk samping yang lebih banyak dibandingkan produk utamanya. Produk yang seharusnya terbentuk dalam penelitian ini adalah difenilmetana tetapi saat pengukuran yang terbentuk adalah benzil klorida, hal ini dapat disebabkan pemilihan pelarut yang kurang tepat. Pelarut yang digunakan adalah aseton yang bersifat polar, sedangkan difenilmetana bersifat lebih nonpolar. Maka ada kemungkinan difenilmetana yang sebenarnya terbentuk tidak dapat larut dengan baik dalam aseton, dan sebaliknya benzil klorida yang memiliki sifat yang lebih polar dapat larut dalam aseton. Sehingga saat dilakukan pengukuran dengan GC-MS yang terbaca adalah benzil klorida, sedangkan difenilmetana kemungkinan besar masih terdapat di lapisan atas pada sisa katalis.

4.2.4 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis

[BMIM]Cl/AlCl₃

Sebanyak 0.5 gram AlCl₃ dan 1 gram [BMIM]Cl dicampur dalam piala gelas 25 mL dan distirer pada suhu 100°C yang berfungsi untuk menghilangkan air pada reaksi. Kemudian larutan didiamkan hingga suhu ruang, sebanyak 5 mL benzena dimasukkan kedalam reaksi dan 0.26 mL diklorometana dicampurkan setetes demi setetes. Campuran diaduk menggunakan *stirer* selama 5 jam; 10 jam; 15 jam dan 20 jam pada suhu 30°C.

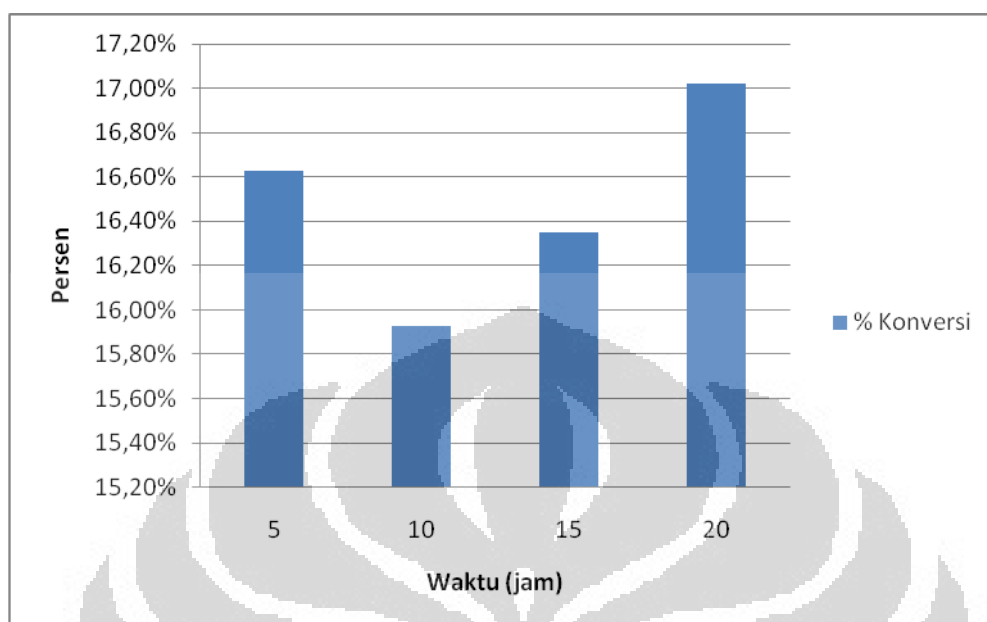
Reaksi ini dilakukan untuk melihat apakah difenilmetana dapat terbentuk, cara yang digunakan merupakan cara yang mengacu pada jurnal dasar dan [BMIM]Cl yang digunakannya tidak diimpregnasikan kedalam silika gel. Selain itu reaksi ini juga dilakukan untuk mengetahui perbedaan selektivitas dari katalis [BMIM]Cl yang sudah diimpregnasi dengan [BMIM]Cl yang tidak diimpregnasi dalam silika gel. Dari hasil pengukuran maka didapatkan hasil sebagai berikut:

Tabel 4.5. Data Perhitungan Pada Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis

[BMIM]Cl/AlCl₃

[BMIM]Cl/AlCl ₃			
No	waktu (jam)	Peak Area Benzena	%konversi
1	5	4005318008	16,63
2	10	1038986833	15,93
3	15	4018335647	16,35
4	20	3986520037	17,02

Berdasarkan data pada tabel diatas maka dapat dibentuk kurva antara % yield terhadap waktu retensi dan juga % konversi terhadap waktu retensi.



Gambar 4.14. Kurva Reaksi Alkilasi Benzena Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/AlCl₃

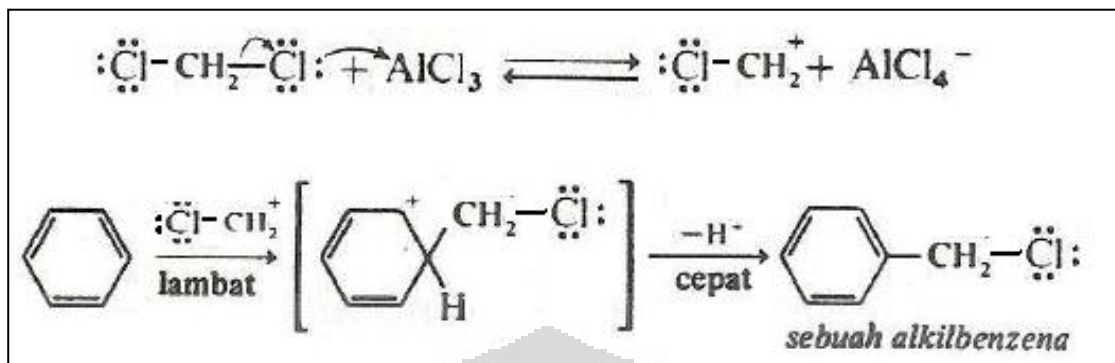
Berdasarkan data yang didapatkan, % konversi yang didapatkan cukup tinggi. Hanya saja produk tidak dapat dilakukan perhitungan % yield karena tidak terdapatnya peak dari difenilmetana. Tidak terdapatnya peak difenilmetana ini dapat disebabkan ketidaksesuaian penggunaan suhu pada saat pengukuran menggunakan GC, suhu yang digunakan sebagai metodenya adalah 250 °C sebagai suhu kolom, 260 °C sebagai suhu injeksi, dan 260 °C sebagai suhu detektor pada GC. Sedangkan titik didih dari difenilmetana adalah berkisar antara 275 °C. Maka difenilmetana yang diperkirakan dalam reaksi tidak dapat terukur dan tidak dapat terlihat peaknya pada hasil pengukuran.

4.3 Mekanisme Reaksi

4.3.1 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl₃

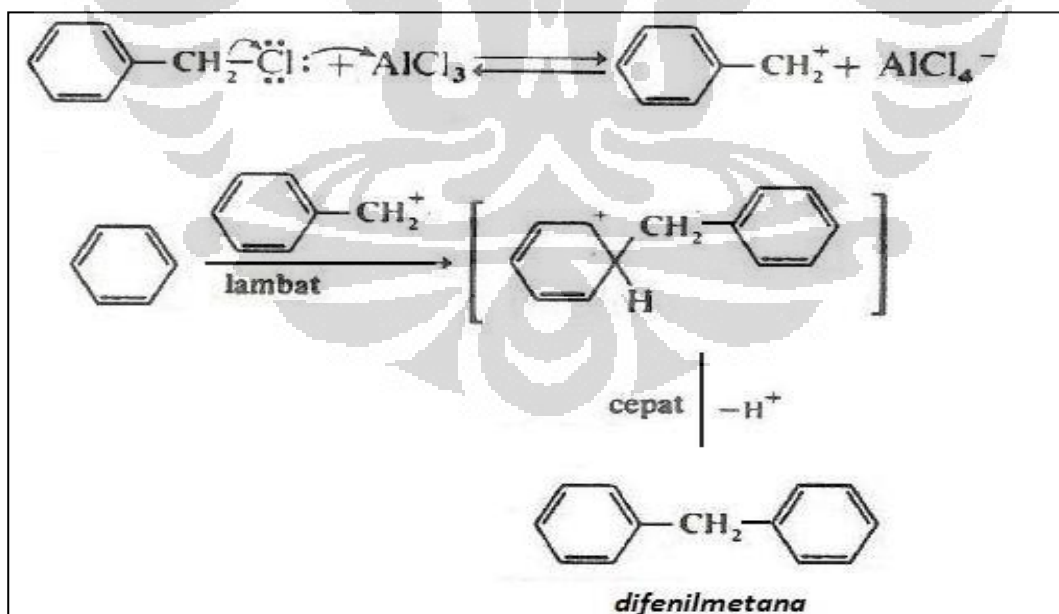
Reaksi alkilasi merupakan suatu substitusi sebuah gugus alkil terhadap sebuah hidrogen pada cincin benzena. Tahap pertama pada suatu reaksi alkilasi adalah pembentukan elektrofil dari suatu karbokation. Pada percobaan yang berfungsi sebagai elektrofil dari suatu karbokation adalah CH₂Cl⁺. CH₂Cl⁺ yang berfungsi sebagai elektrofil akan menyerang hidrogen dari benzena, sehingga benzena akan melepas hidrogen dan CH₂Cl⁺ akan beikatan

atau tersubstitusi pada benzena sehingga akan membentuk suatu alkil benzena atau pada percobaan alkil benzenanya adalah benzil klorida.



Gambar 4.15. Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana membentuk Benzil Klorida

Sedangkan pada awal percobaan zat yang diinginkan adalah difenilmetana. Untuk mendapatkan difenilmetana diperlukan penambahan benzena yang berlebih. Dimana setelah pembentukan benzil klorida, benzil klorida akan membentuk karbokation ($\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2^+$). $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2^+$ yang bersifat elektrofil akan hidrogen pada benzena, sehingga benzena akan melepaskan hidrogen dan $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2^+$ akan berikatan atau tersubstitusikan sehingga akan membentuk difenilmetana.

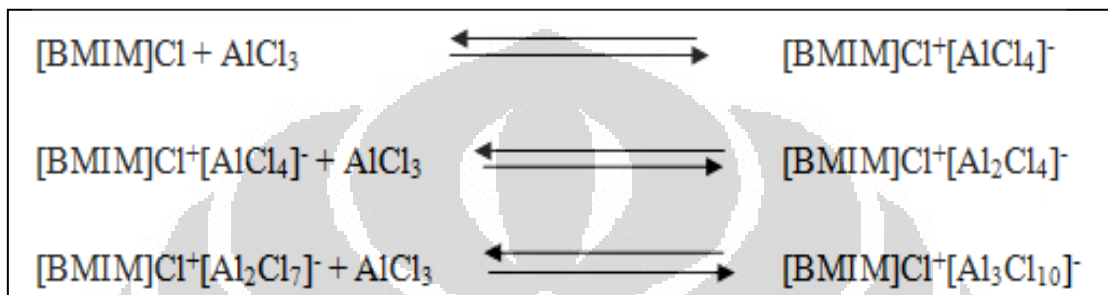


Gambar 4.16. Mekanisme Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana membentuk Benzil Klorida

4.3.2 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis

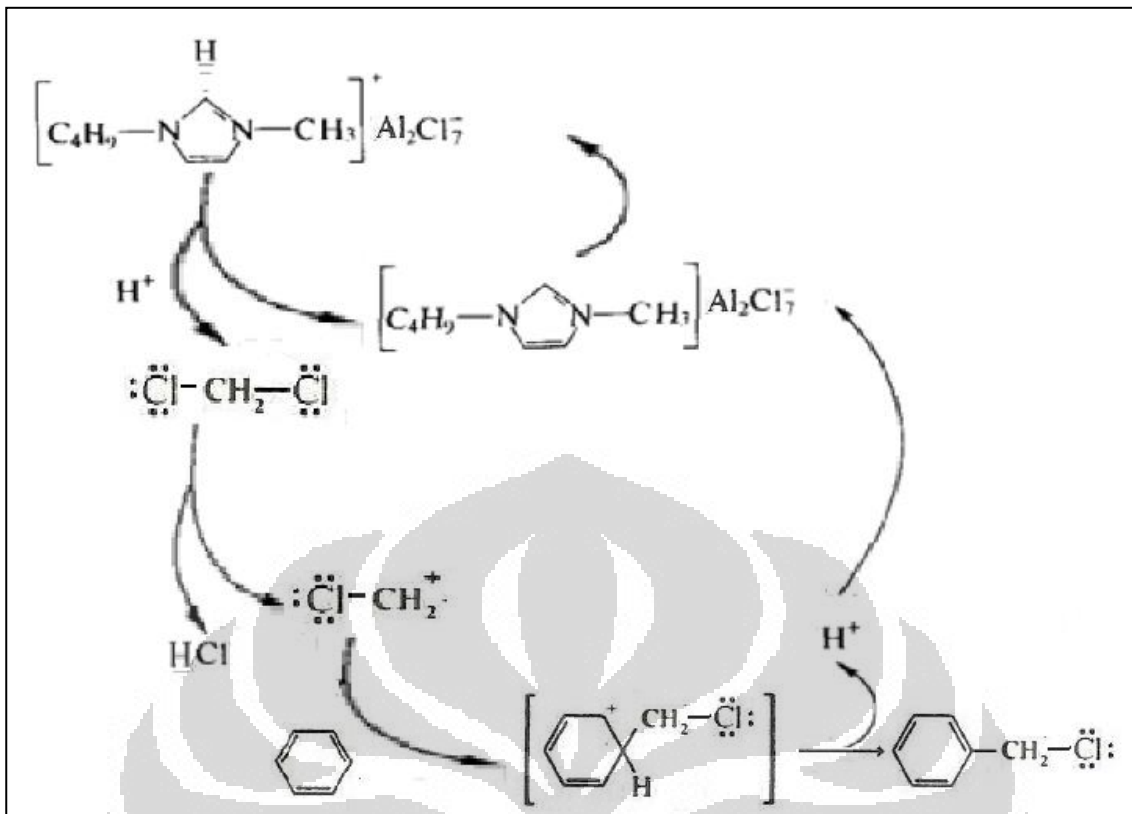
[BMIM]Cl/AlCl₃

Dengan adanya penambahan cairan ionik pada penelitian, maka [BMIM]Cl akan bereaksi terlebih dahulu dengan AlCl₃ membentuk anion kompleks yang stabil. Katalis AlCl₃ pada reaksi sangat bagus digunakan pada reaksi substitusi elektrofilik aromatik. Anion kompleks [Al₂Cl₇]⁻ memiliki tingkatan asam lewis yang paling besar dan stabil atau lebih mudah dikontrol pembentukannya.



Gambar 4.17. Mekanisme Pembentukan Anion Kompleks

Setelah terbentuk anion kompleks, barulah reaksi alkilasi benzena terjadi. Tahap pertama pada suatu reaksi alkilasi adalah pembentukan elektrofil dari suatu karbokation. Atom H dari katalis akan berikatan dengan Cl dari CH₂Cl₂, sehingga akan membentuk karbokation CH₂Cl⁺. CH₂Cl⁺ yang berfungsi sebagai elektrofil akan menyerang hidrogen dari benzena, sehingga benzena akan melepas hidrogen dan CH₂Cl⁺ akan berikatan atau tersubstitusi pada benzena sehingga akan membentuk suatu alkil benzena atau pada percobaan alkil benzenanya adalah benzil klorida. Atom H dari benzena inilah yang akan berikatan kembali dengan katalis yang sebelumnya atom H pada katalis digunakan sebagai pengikat Cl dari pereaksi, sehingga katalis dapat terbentuk kembali.

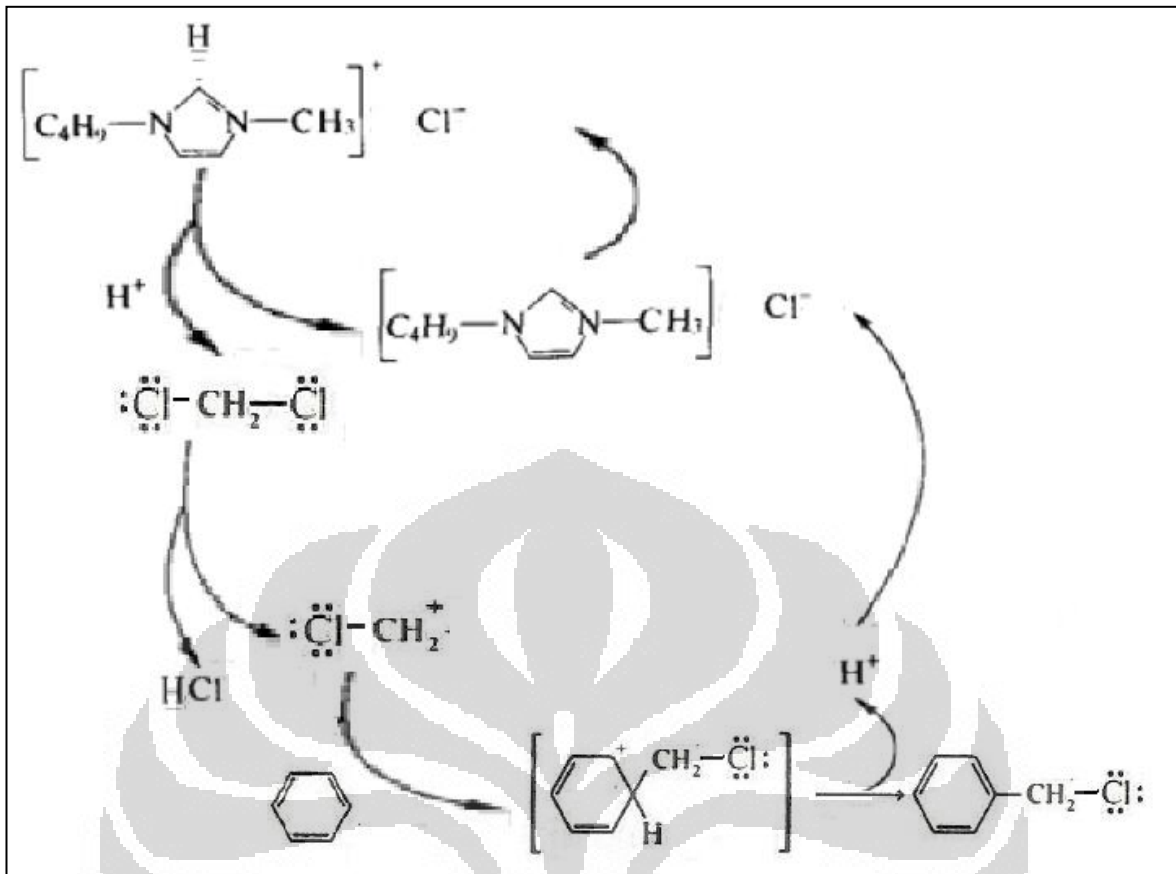


Gambar 4.18. Mekanisme Reaksi dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl/ $AlCl_3$

4.3.3 Reaksi Alkilasi Antara Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [BMIM]Cl

Pada penggunaan katalis [BMIM]Cl memiliki mekanisme yang tidak terlalu jauh berbeda dengan menggunakan katalis [BMIM]Cl/ $AlCl_3$. Yang berbeda hanya pada penggunaan katalis [BMIM]Cl tidak mengalami pembentukan anion kompleks seperti pada reaksi menggunakan katalis [BMIM]Cl/ $AlCl_3$.

Tahap pertama pada suatu reaksi alkilasi adalah pembentukan elektrofil dari suatu karbokation. Atom H dari katalis akan berikatan dengan Cl dari CH_2Cl_2 , sehingga akan membentuk karbokation CH_2Cl^+ . CH_2Cl^+ yang berfungsi sebagai elektrofil akan menyerang hidrogen dari benzena, sehingga benzena akan melepas hidrogen dan CH_2Cl^+ akan berikatan atau tersubstitusi pada benzena sehingga akan membentuk suatu alkil benzena atau pada percobaan alkil benzenanya adalah benzil klorida. Atom H dari benzena inilah yang akan berikatan kembali dengan katalis yang sebelumnya atom H pada katalis digunakan sebagai pengikat Cl dari pereaksi, sehingga katalis dapat terbentuk kembali.



Gambar 4.19. Mekanisme Reaksi dengan Menggunakan Katalis [BMIM]Cl

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini antara lain:

1. Reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana bisa dilakukan dengan [BMIM]Cl-Silika gel yang ditunjukkan dari hasil GC-MS bahwa terdapat senyawa benzil klorida sebagai produk reaksi.
2. Pada percobaan reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana didapatkan nilai % konversi dan % yield paling besar pada penggunaan katalis 5% [BMIM]Cl-Silika Gel yang sebesar 28.93% dan 34.39% dengan waktu retensi pada kisaran 3.60 menit.
3. Pada penggunaan Katalis [BMIM]Cl/ AlCl_3 -silika gel % yield dan % konversi yang paling besar pada penggunaan bobot katalis 2% dengan nilai masing-masing sebesar 32.80% dan 29.28%.
4. Pada penggunaan katalis AlCl_3 % yield dan % konversi yang paling besar pada waktu 5 jam dengan nilai masing-masing sebesar 13.49% dan 18.45%.
5. Pada penggunaan katalis [BMIM]Cl/ AlCl_3 didapatkan % konversi sebesar 17.02 pada waktu reaksi 20 jam.

5.2 Saran

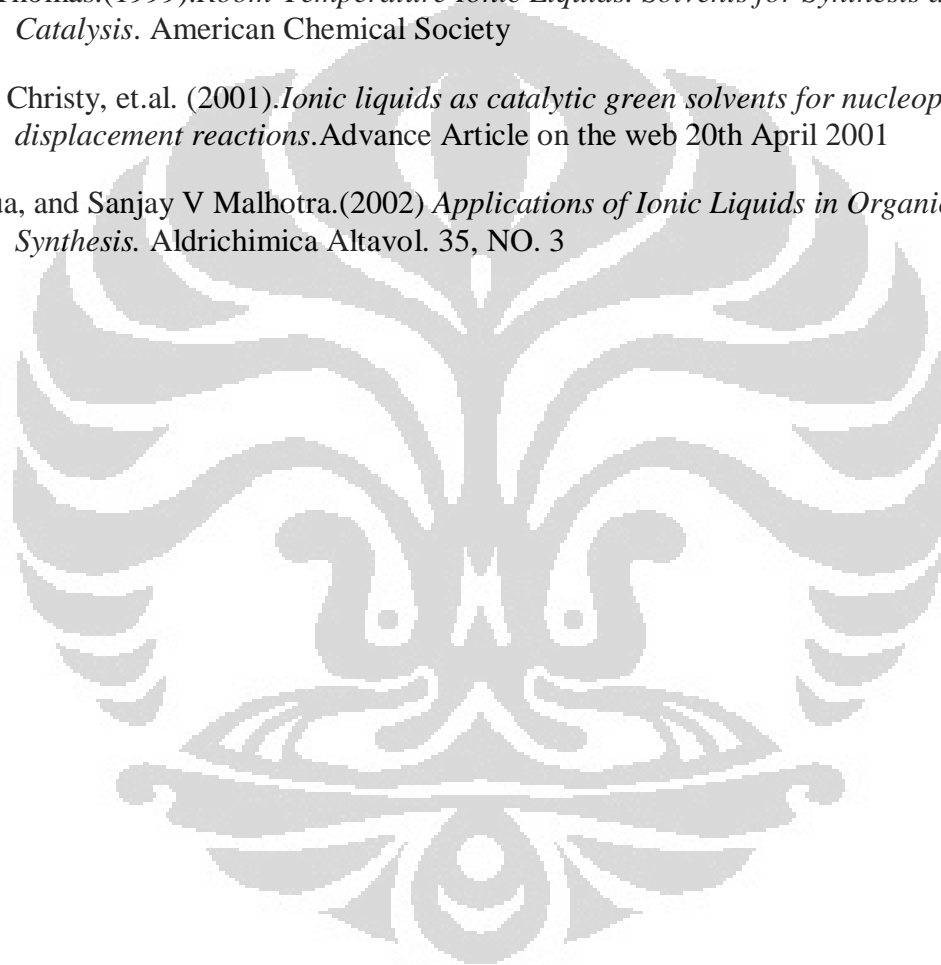
Saran untuk penelitian ke depan:

1. Pada penelitian selanjutnya dilakukan variasi bobot katalis yang lebih besar sehingga didapatkan katalis optimum pada reaksi.
2. Pada penelitian selanjutnya dilakukan impregnasi AlCl_3 pada silika gel sebelum impregnasi [BMIM]Cl pada silika gel.
3. Pada penelitian selanjutnya digunakan pelarut yang lebih nonpolar lagi dibandingkan aseton.

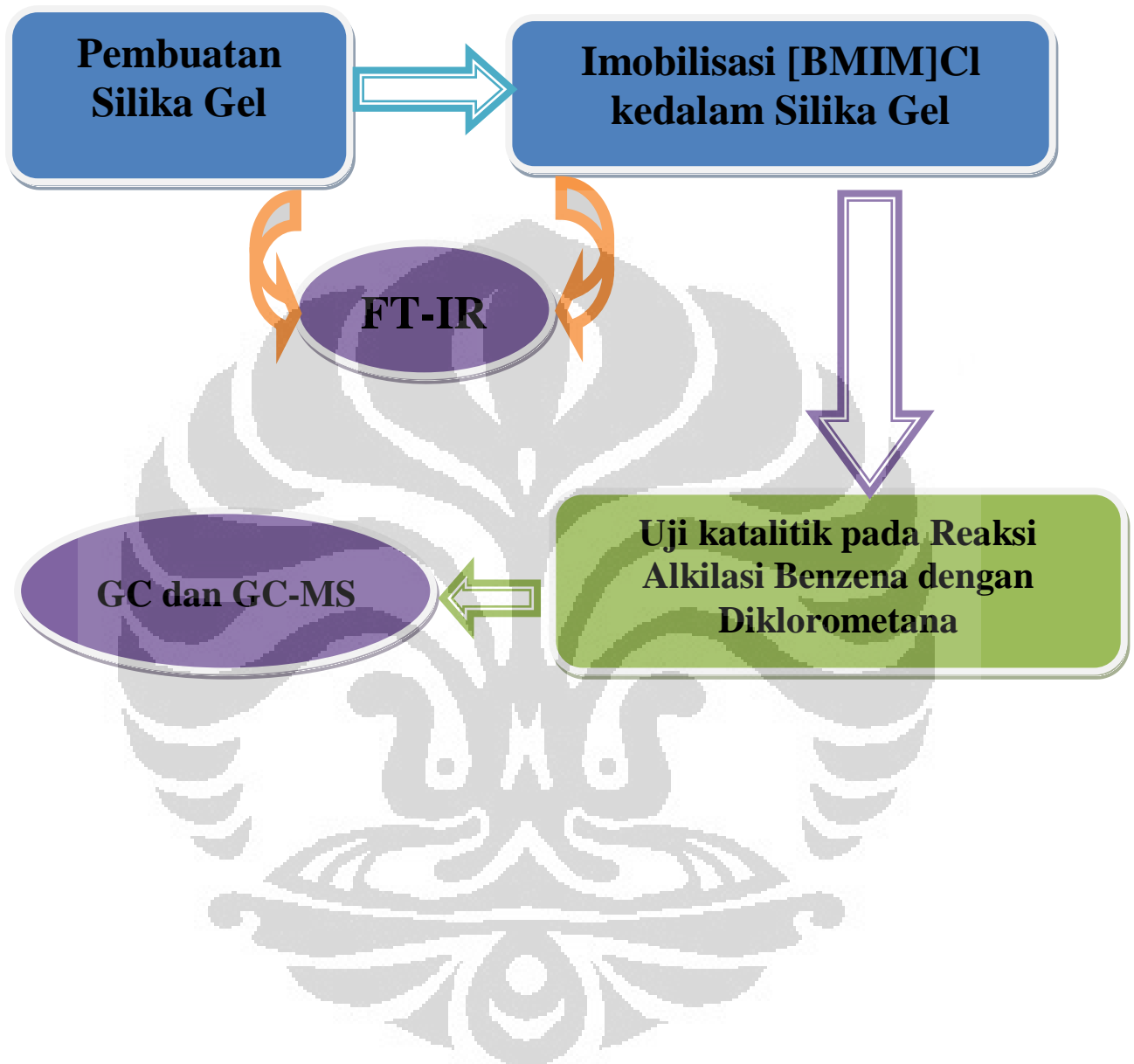
DAFTAR PUSTAKA

- Adnan, Mochammad.(1997). *Teknik Kromatografisi untuk Analisis Bahan Makanan*. Yogyakarta: Andi.
- 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/pharmaceutical-ingredients/cairan-ionik/c_bUmb.s1OwgQAAAEdwtcMDpV3
- Dyson, Paul J. & Tilman J. Gelbach.(2007). *Application of Ionic Liquid in Synthesis and Catalysis in the Electrochemical Society Interface*. Spring, 2007.
- 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
- Fessenden, R.J. & J. S. Fessenden.(1992). *Kimia Organik Jilid 2*. Terjemahan dari Organic Chemistry, oleh Pudjaatmaka, A.H. Erlangga, Jakarta.
- Hendayana, Sumar.(1994). *Kimia Analitik Instrumen*. Edisi 1. IKIP Semarang Press.
- 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 (H_2O_2)-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.
- 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
- Permanasari,Anna.*Spektrometri IR*. <http://www.scribd.com/doc/41237866/Spektrometri-IR>
- Sheldon, Roger.(2001).*Catalytic reactions in ionic liquids*.Chem.Commun.,2399– 2407

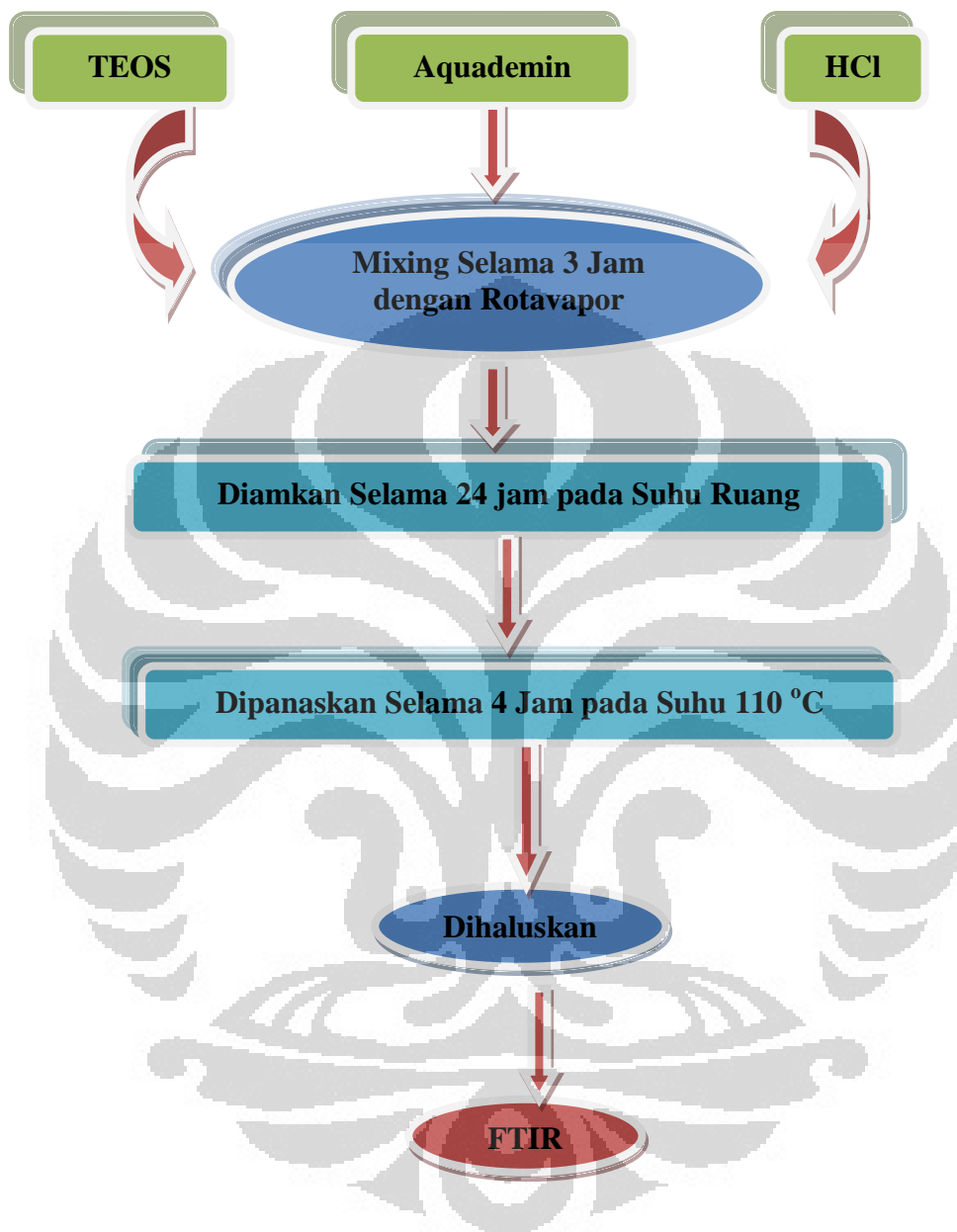
- Sutrisno, Hari, Retno Arianingrum dan Ariswan.(2005). *Silikat dan Titanium Silikat Mesopori-Mesotruktur Berbasis Struktur Heksagonal dan Kubik*.Jurnal Matematika dan Sains Vol.10 No. 2, Juni 2005, hal 69-74
- Tamami, B, and S. Ghasemi.(2008). *Nucleophilic substitution reactions using polyacrylamide-based 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
- Wheeler, Christy, et.al. (2001).*Ionic liquids as catalytic green solvents for nucleophilic displacement reactions*.Advance Article on the web 20th April 2001
- Zhao, Hua, and Sanjay V Malhotra.(2002) *Applications of Ionic Liquids in Organic Synthesis*. Aldrichimica Acta vol. 35, NO. 3



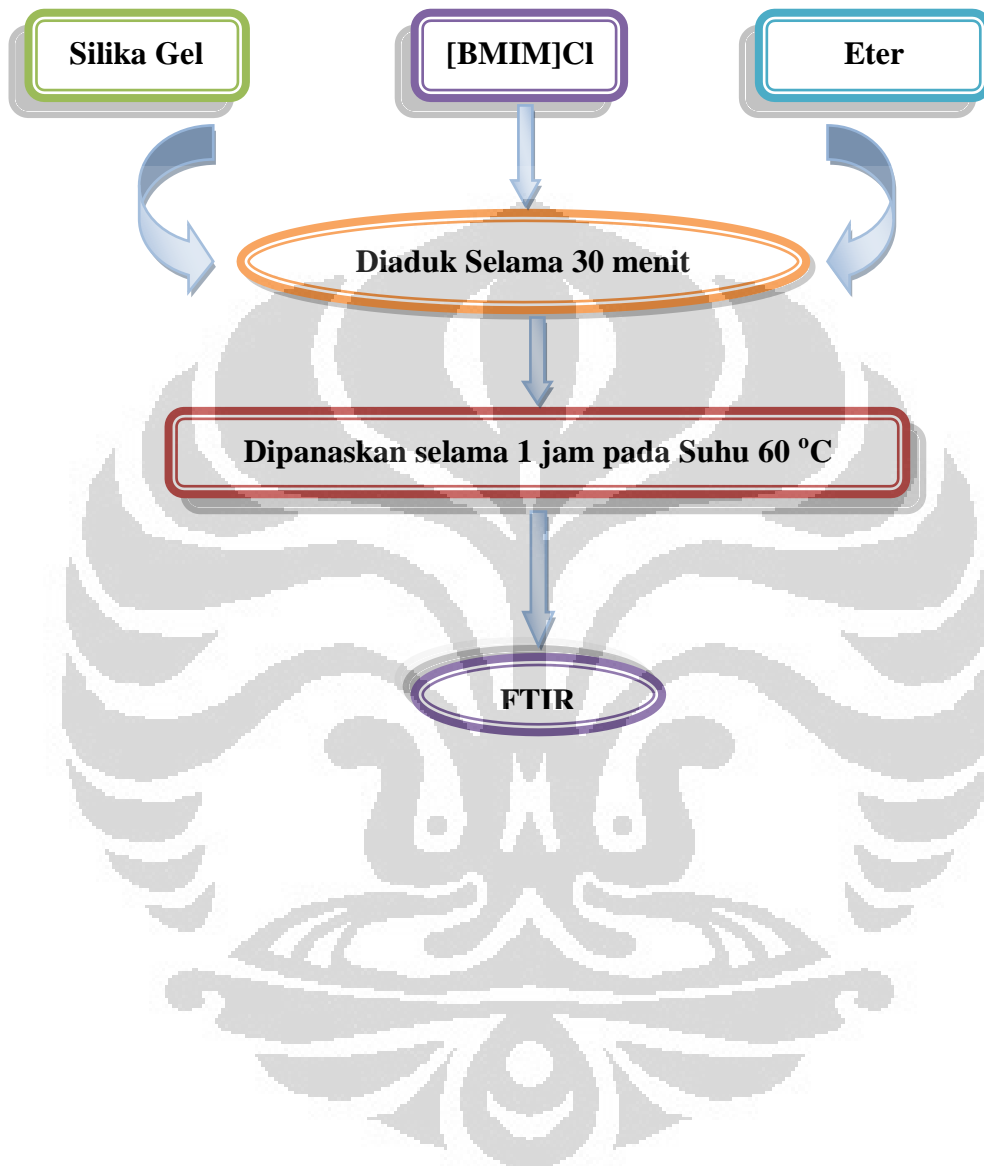
Lampiran 1. Bagan Alur Penelitian



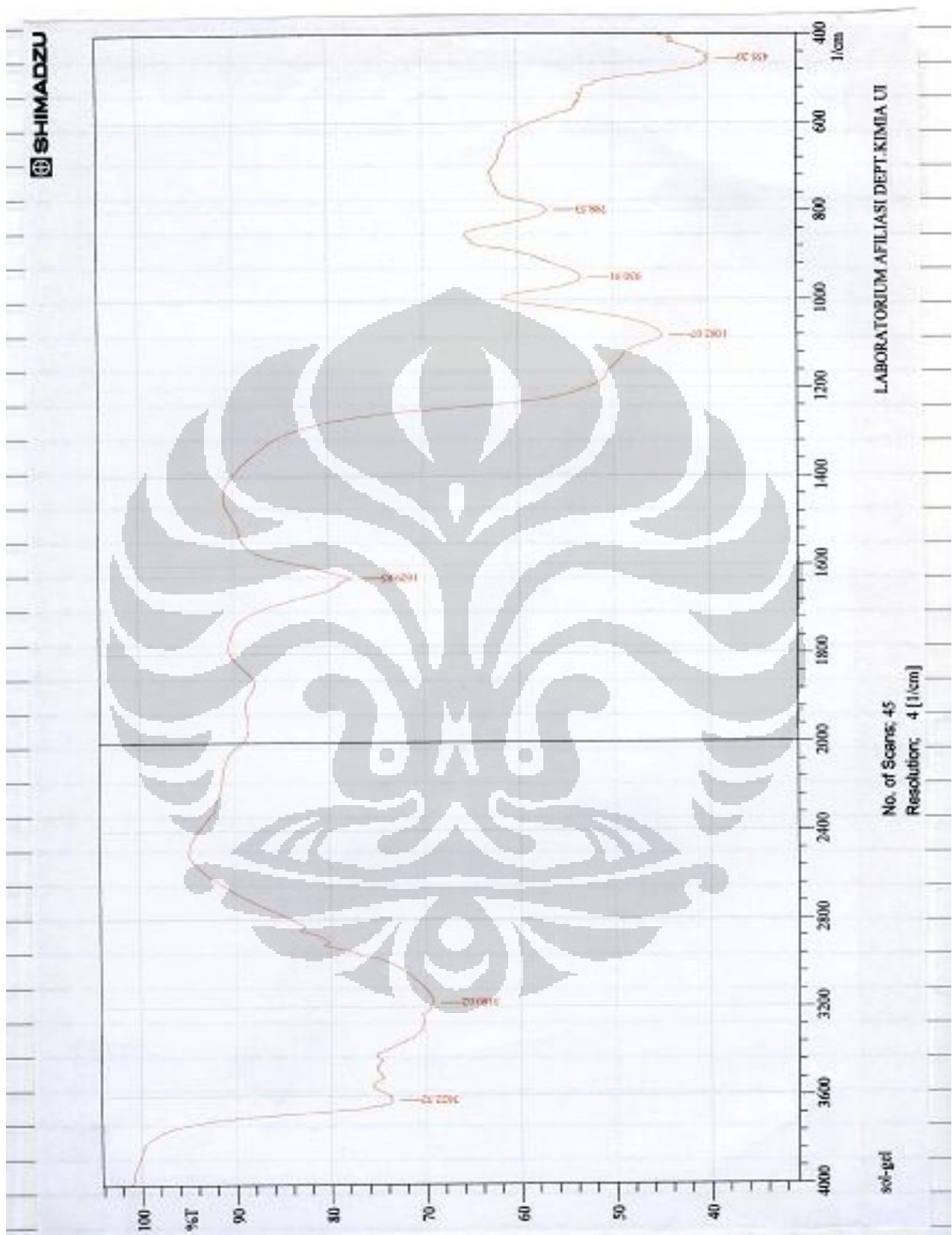
Lampiran 2. Pembuatan Silika Gel



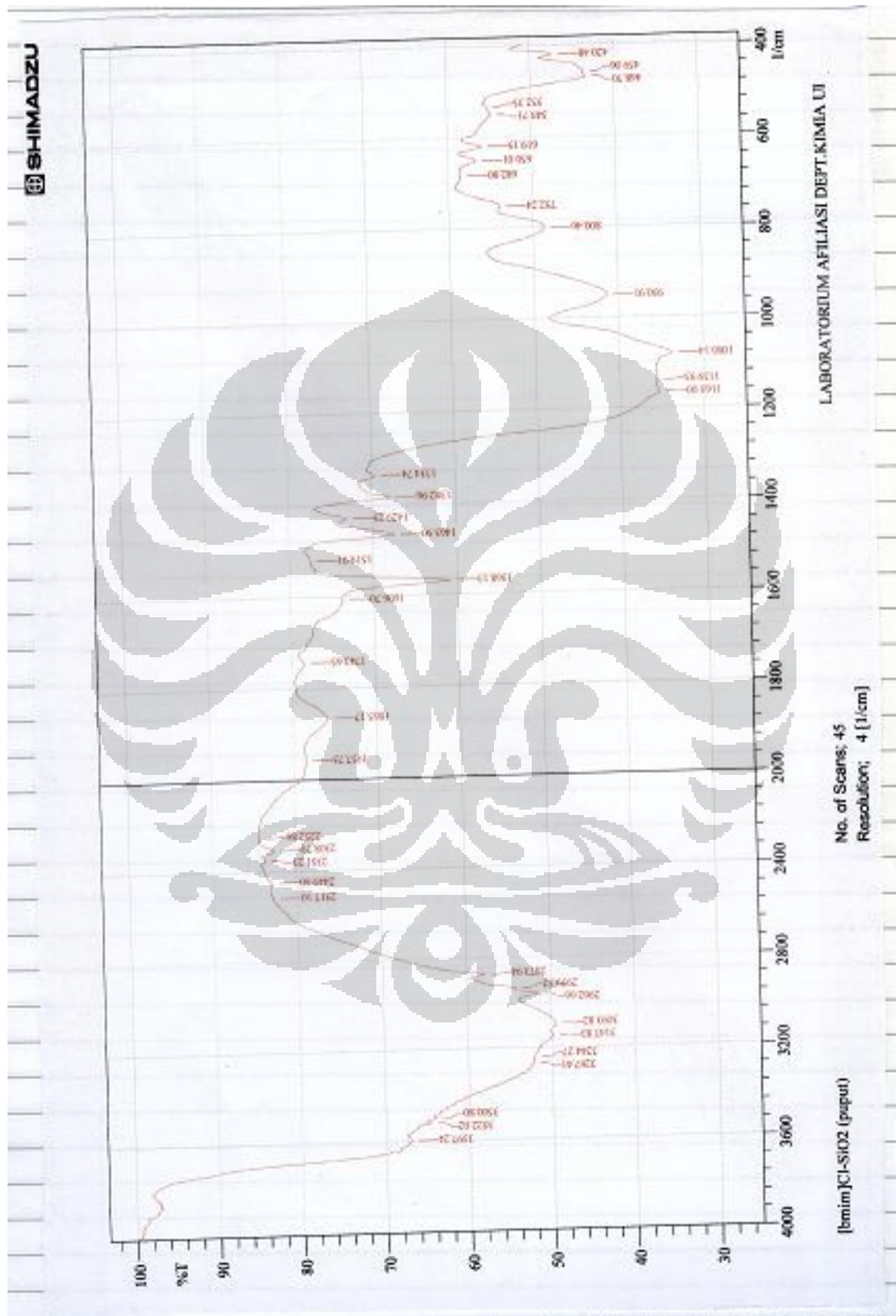
Lampiran 3. Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel



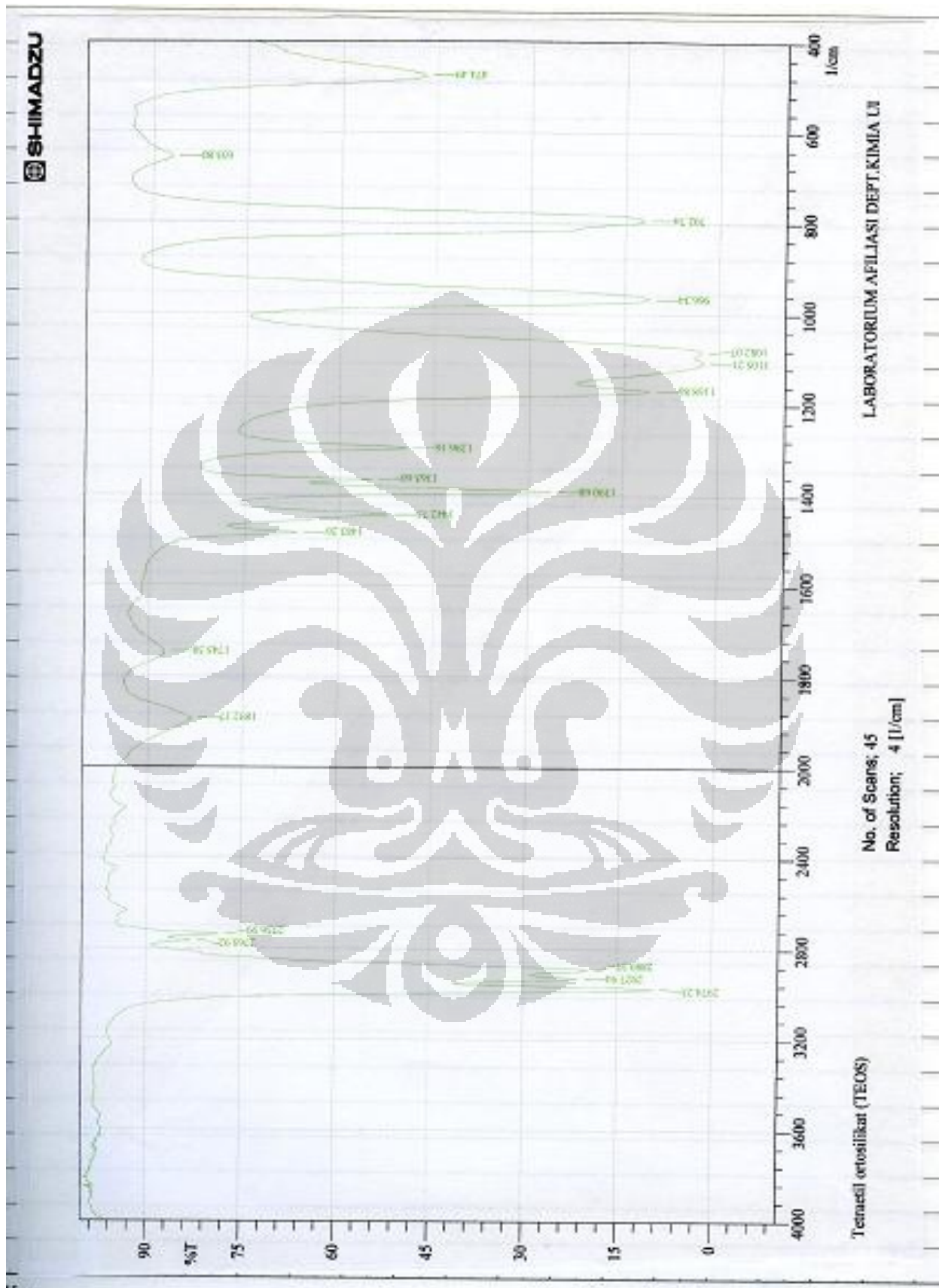
Lampiran 4. Spektrum FTIR Silika Gel



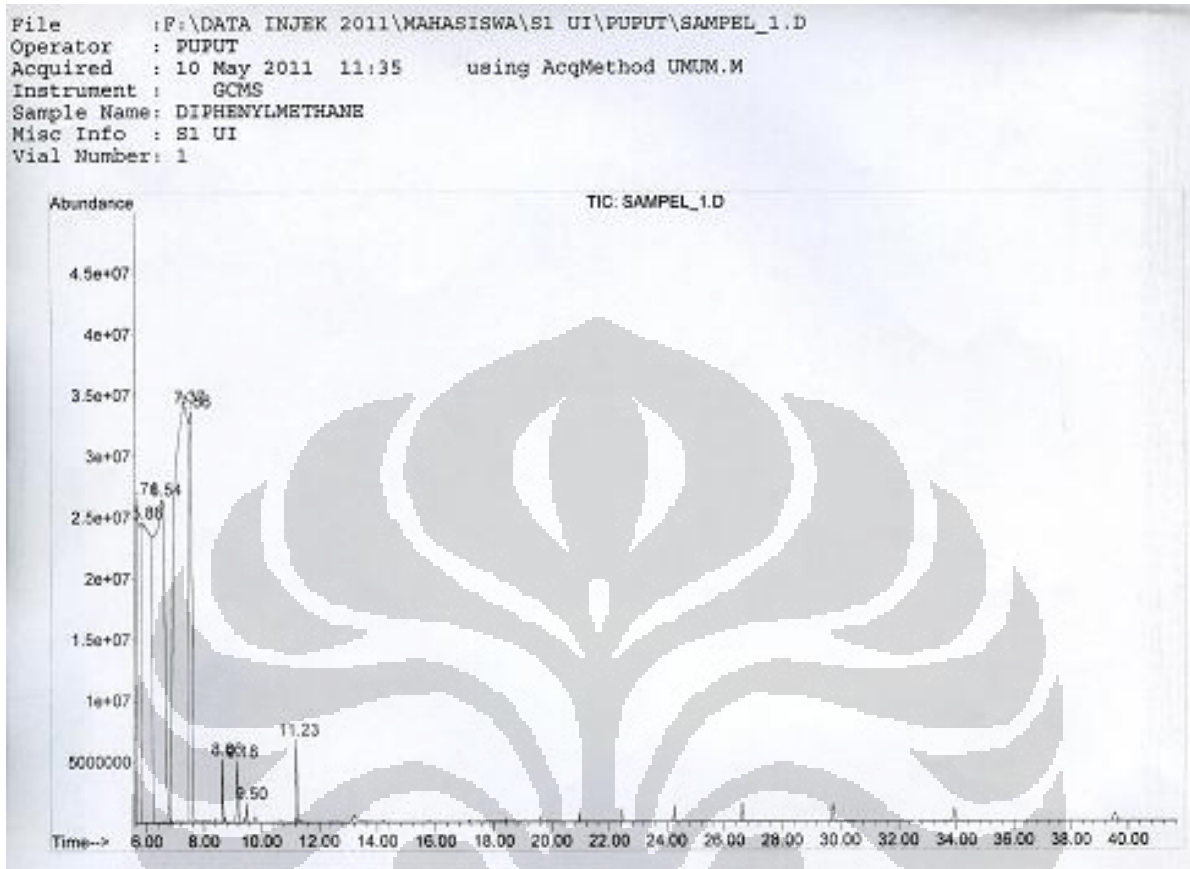
Lampiran 5. Spektrum FTIR katalis [BMIM]Cl-Silika Gel



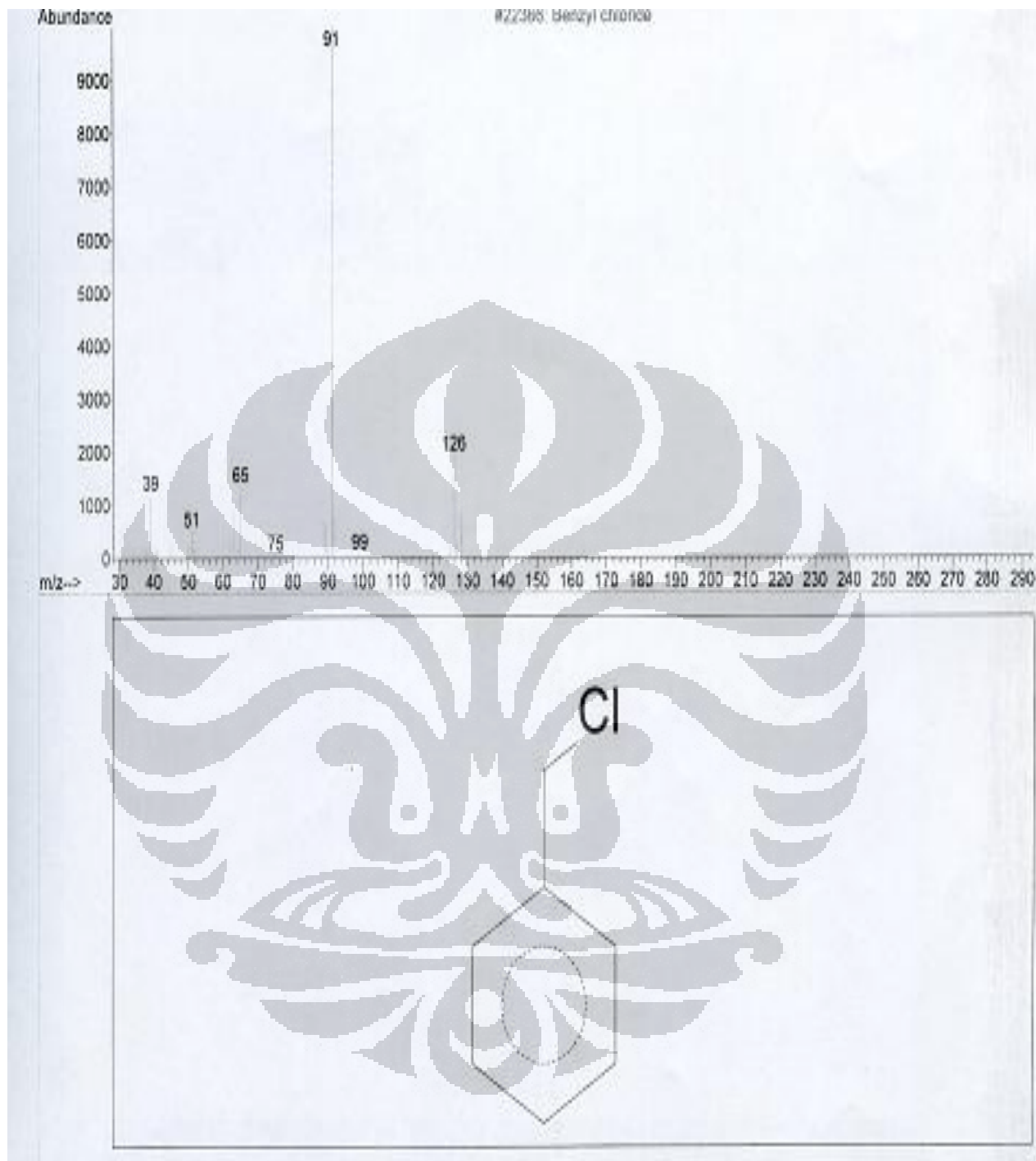
Lampiran 6. Spektrum FTIR TEOS



Lampiran 7. Ion Kromatogram GC-MS



Lampiran 8. Mass Spektrogram GC-MS Benzil Klorida



Lampiran 9. Perhitungan Persen Konversi Benzena

Persen konversi benzena dihitung dengan rumus sebagai berikut:

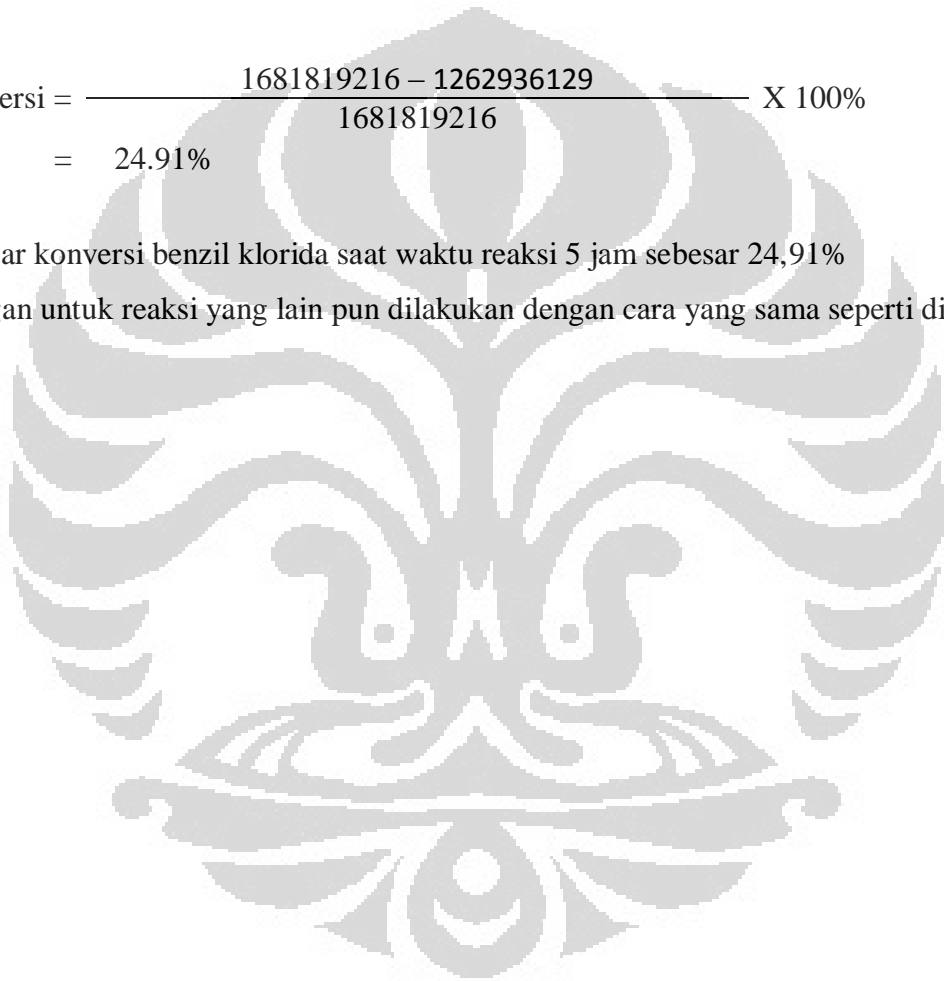
$$\% \text{konversi} = \frac{\text{Peak Area benzena} - \text{Peak area sisa Benzena}}{\text{Peak Area Benzena}} \times 100\%$$

Contoh: pada waktu reaksi 5 jam

$$\begin{aligned} \% \text{konversi} &= \frac{1681819216 - 1262936129}{1681819216} \times 100\% \\ &= 24.91\% \end{aligned}$$

Maka besar konversi benzil klorida saat waktu reaksi 5 jam sebesar 24,91%

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



Lampiran 10. Perhitungan Persen Yield

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

Konsentrasi benzena awal didapatkan dengan perhitungan:

Benzil klorida yang dimasukkan = 0,6 mL

Aseton yang dimasukkan = 6,0 mL

Diklorometana = 0.75 mL

Konsentrasi benzena awal

$$= \text{vol benzena} / (\text{vol benzena} + \text{aseton} + \text{diklorometana}) \cdot 100\%$$

$$= (0,6 \text{ mL} / 7.35 \text{ mL}) \cdot 100\%$$

$$= 8.16 \%$$

Contoh perhitungan pada 5 jam

Konsentrasi benzil klorida dihitung dari persamaan kurva standar benzil klorida. Dengan memasukkan *peak area* produk yang dihasilkan atau benzil klorida sebagai y ke dalam persamaan $y = 8178x + 3748$, maka didapatkan nilai x (konsentrasinya).

$$\begin{aligned} \% \text{konversi} &= \frac{1.0769\%}{8.16\%} \times 100\% \\ &= 13.19\% \end{aligned}$$

Maka besar persen yiel benzil klorida saat waktu reaksi 5 jam sebesar 13.19%

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

Lampiran 11. 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	1 l	Rp 773,000

Harga dapat berubah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

Informasi produk



Rumus kimia	$C_8H_{20}O_4Si$
Formulasi kimia	$(C_2H_5O)_4Si$
Kode HS	2920 90 85
Nomor EC	201-083-8
Massa molar	208.33 g/mol
Nomor Indeks EC	014-005-00-0
Nomor CAS	78-10-4

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/cm ³ (20 °C)
Angka pH	(H ₂ O, 20 °C)
Titik didih	168.0 °C (1013 hPa)
Tekanan uap	10 hPa (20 °C)
Batasan ledakan	1.3 - 23 %(V)
Titik nyala	45 °C

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s)	H228: 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	Peringatan
Hazard Pictogram(s)	 
RTECS	VV9450000
Kelas penyimpanan	3 Zat-zat cair yang dapat terbakar
WGK	WGK 1 agak berbahaya untuk air
Disposal	9 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
Hazard Symbol	 Harmful

Informasi Transportasi

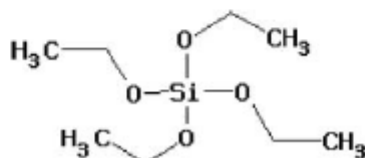
Pernyataan (jalur kereta api dan jalan raya) ADR, RRID	UN 1292 Tetraethylsilicat, 3, III
Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG	UN 1292 TETRAETHYL SILICATE, 3, III
Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR	UN 1292 TETRAETHYL SILICATE, 3, III

Data toksikologis

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

Spesifikasi-spesifikasi

Assay (GC, area%)	≥ 99 %
Density (d 20 °C/ 4 °C)	0.932 - 0.934
Identity (IR)	passes test



Lampiran 12. 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			
Aksesori-aksesoris			
964204	Display and alarm device for bottle level sensor		
963389	Adapter with S40 thread, with level sensor for emptying Merck solvents in bottles		
Informasi produk			
Grade	ACS		
Synonyms	Dimethyl ketone, Propanone		
Rumus kimia	C ₃ H ₆ O		
Formulasi kimia	CH ₃ COCH ₃		
Kode HS	2914 11 00		
Nomor EC	200-662-2		
Massa molar	58.07 g/mol		
Penyimpanan	Simpan dibawah +30°C.		
Nomor indeks EC	606-001-00-8		
Nomor CAS	67-64-1		
Data kimia dan fisika			
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/cm ³ (20 °C)		
Angka pH	5 - 6 (395 g/l, H ₂ O, 20 °C)		
Titik didih	56.2 °C (1013 hPa)		
Tekanan uap	233 hPa (20 °C)		
Batasan ledakan	2.6 - 12.8 %(V)		
Indeks Refraktif	1.35868 (20 °C)		
Penyerapan air	1000 g/kg		
Informasi keselamatan berdasarkan GHS			
Hazard Statement(s)	H225: Cairan dan uap yang sangat mudah terbakar 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)	 
RTECS	AL3150000
Kelas penyimpanan	3 Zat-zat cair yang dapat terbakar
WGK	WGK 1 agak berbahaya untuk air
Disposal	1 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 pusing.
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  Irritant
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	
LD 50 tertelan	LD50 tikus 5800 mg/kg
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
Titration acid	≤ 0.0003 meq/g
Titration base	≤ 0.0006 meq/g
Methanol (GC)	≤ 0.05 %
2-Propanol (GC)	≤ 0.05 %
Aldehydes (as formaldehyde)	≤ 0.002 %
Substances reducing potassium permanganate (as O)	≤ 0.0003 %
Evaporation residue	≤ 0.001 %
Water	≤ 0.5 %

Lampiran 13. MSDS Benzena

Material Safety Data Sheet Benzene MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification	
Product Name: Benzene Catalog Codes: SLB1564, SLB3055, SLB2881 CAS#: 71-43-2 RTECS: CY1400000 TSCA: TSCA 8(b) inventory: Benzene CI#: Not available. Synonym: Benzol; Benzine Chemical Name: Benzene Chemical Formula: C ₆ H ₆	Contact Information: Sciencelab.com, Inc. 14025 Smith Rd. Houston, Texas 77396 US Sales: 1-800-901-7247 International Sales: 1-281-441-4400 Order Online: ScienceLab.com CHEMTREC (24HR Emergency Telephone), call: 1-800-424-9300 International CHEMTREC, call: 1-703-527-3887 For non-emergency assistance, call: 1-281-441-4400

Section 2: Composition and Information on Ingredients		
Composition:		
Name	CAS #	% by Weight
Benzene	71-43-2	100
Toxicological Data on Ingredients: Benzene: ORAL (LD50): Acute: 930 mg/kg [Rat]. 4700 mg/kg [Mouse]. DERMAL (LD50): Acute: >9400 mg/kg [Rabbit]. VAPOR (LC50): Acute: 10000 ppm 7 hours [Rat].		

Section 9: Physical and Chemical Properties
Physical state and appearance: Liquid. Odor: Aromatic. Gasoline-like, rather pleasant. (Strong.) Taste: Not available. Molecular Weight: 78.11 g/mole

p. 3

pH (1% soln/water): Not available. Boiling Point: 80.1 (176.2°F) Melting Point: 5.5°C (41.9°F) Critical Temperature: 288.9°C (552°F) Specific Gravity: 0.8787 @ 15 C (Water = 1) Vapor Pressure: 10 kPa (@ 20°C) Vapor Density: 2.8 (Air = 1) Volatility: Not available. Odor Threshold: 4.68 ppm Water/Oil Dist. Coeff.: The product is more soluble in oil; log(oil/water) = 2.1 Ionicity (in Water): Not available. Dispersion Properties: See solubility in water, diethyl ether, acetone. Solubility: Miscible in alcohol, chloroform, carbon disulfide oils, carbon tetrachloride, glacial acetic acid, diethyl ether, acetone. Very slightly soluble in cold water.
--

Lampiran 14. MSDS Benzil Klorida

Material Safety Data Sheet

Benzyl chloride MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification	
Product Name: Benzyl chloride Catalog Codes: SLB2737 CAS#: 100-44-7 RTECS: XS8925000 TSCA: TSCA 8(b) inventory: Benzyl chloride CI#: Not applicable. Synonym: Alpha-chlorotoluene Chemical Name: 1-Chloromethylbenzene Chemical Formula: (-C(CH ₂ Cl)=CHCH=CHCH=CH-)	Contact Information: Sciencelab.com, Inc. 14025 Smith Rd. Houston, Texas 77396 US Sales: 1-800-901-7247 International Sales: 1-281-441-4400 Order Online: ScienceLab.com CHEMTREC (24HR Emergency Telephone), call: 1-800-424-9300 International CHEMTREC, call: 1-703-527-3887 For non-emergency assistance, call: 1-281-441-4400

Section 5: Fire and Explosion Data
Flammability of the Product: Combustible. Auto-Ignition Temperature: 525°C (977°F) Flash Points: CLOSED CUP: 67.2°C (153°F). OPEN CUP: 74°C (165.2°F) (Cleveland). Flammable Limits: LOWER: 1.1% UPPER: 14% Products of Combustion: These products are carbon oxides (CO, CO ₂), halogenated compounds. Fire Hazards in Presence of Various Substances: Flammable in presence of open flames and sparks, of heat. Explosion Hazards in Presence of Various Substances: Risks of explosion of the product in presence of mechanical impact: Not available. Risks of explosion of the product in presence of static discharge: Not available. Fire Fighting Media and Instructions: SMALL FIRE: Use DRY chemical powder. LARGE FIRE: Use water spray, fog or foam. Do not use water jet. Special Remarks on Fire Hazards: Combustible. When heated to decomposition it emits toxic fumes. Special Remarks on Explosion Hazards: Not available.

Section 9: Physical and Chemical Properties
Physical state and appearance: Liquid. (Liquid.) Odor: Pungent. Taste: Not available. Molecular Weight: 126.59 g/mole Color: Colorless. pH (1% soln/water): Not applicable. Boiling Point: 179°C (354.2°F) Melting Point: -43°C (-45.4°F) Critical Temperature: Not available. Specific Gravity: 1.1 (Water = 1)

Vapor Pressure: 0.1 kPa (@ 20°C)

Vapor Density: 4.36 (Air = 1)

Volatility: 100% (v/v).

Odor Threshold: 0.041 ppm

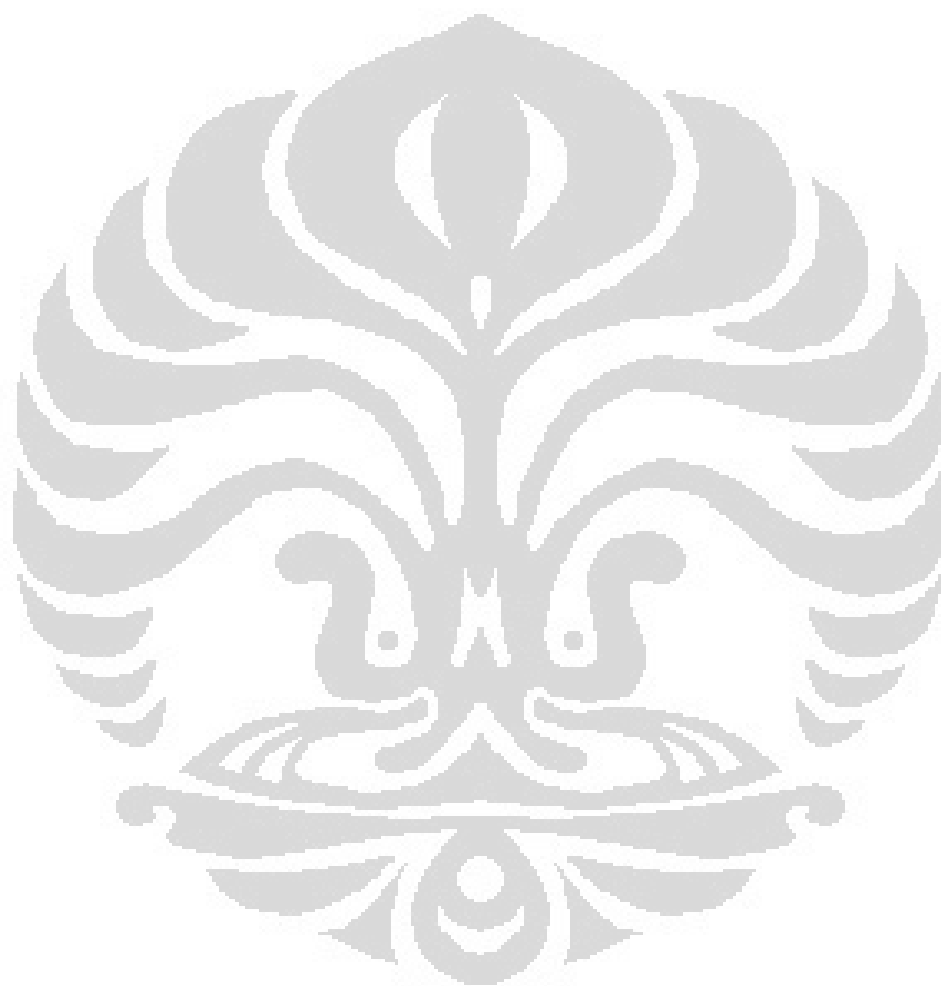
Water/Oil Dist. Coeff.: Not available.

Ionicity (in Water): Not available.

Dispersion Properties: See solubility in water, methanol, diethyl ether.

Solubility:

Partially soluble in methanol, diethyl ether. Insoluble in cold water, hot water.

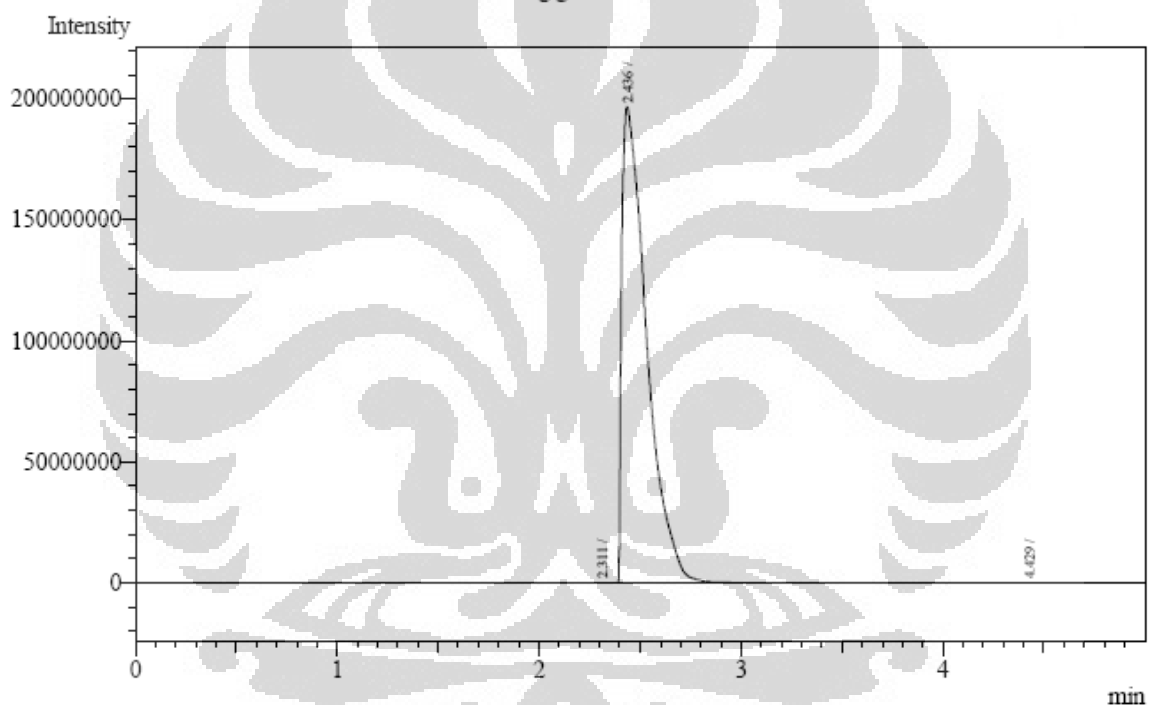


Lampiran 15. Standar Benzena

Larutan yang digunakan sebagai standar adalah 0.6 mL benzena, 6 mL aseton, 0.75 mL diklorometana kemudian diukur dengan GC.

Analysis Date & Time : 06/14/2011 11:11:10
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzena+diklorometana+aseton
 Sample ID : benzena+diklorometana+aseton
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab_AFILIASI\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\benzena+diklorometana+aseton-w.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm



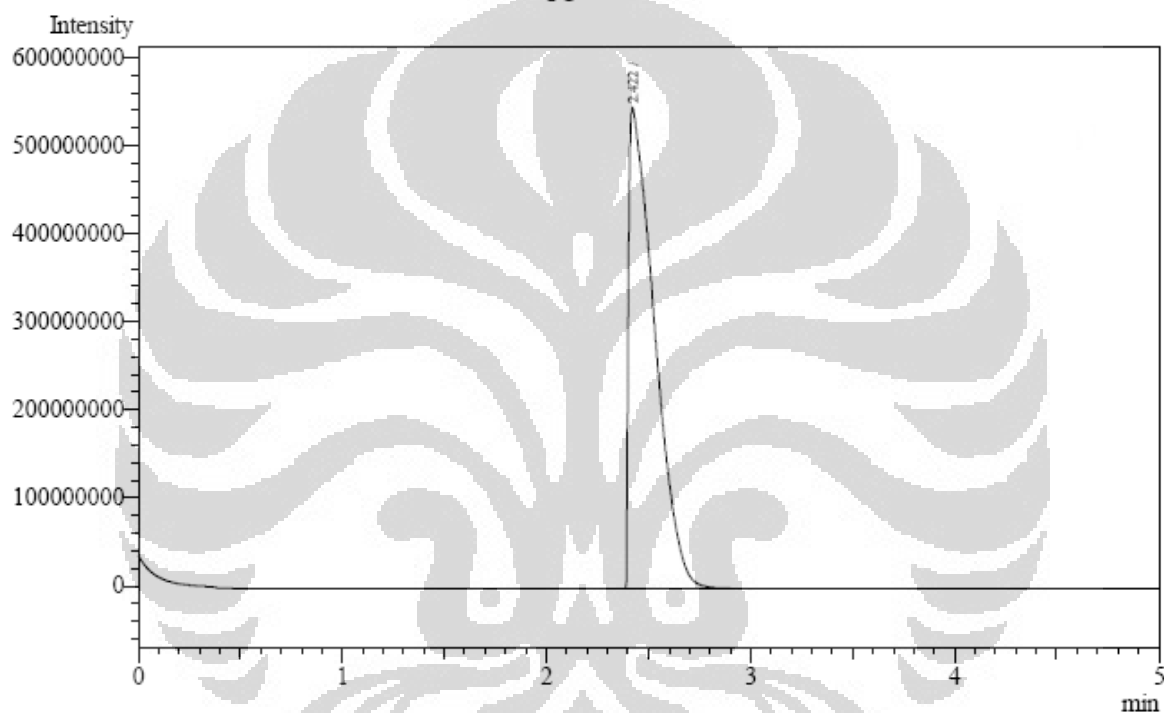
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.311	18049	2507	0.001				
2	2.436	1681819216	196452980	99.998		SV		
3	4.429	10598	367	0.001		TV		
Total		1681847863	196455854					

Lampiran 16. Standar Benzena untuk Penggunaan Katalis [BMIM]Cl/AlCl₃

Larutan yang digunakan adalah benzena murni.

Analysis Date & Time : 06/14/2011 11:04:55
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzena
 Sample ID : benzena
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\LAB~1.AFTMAHASI~1\PUPUTE~1\BENZIL~1\benzena.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

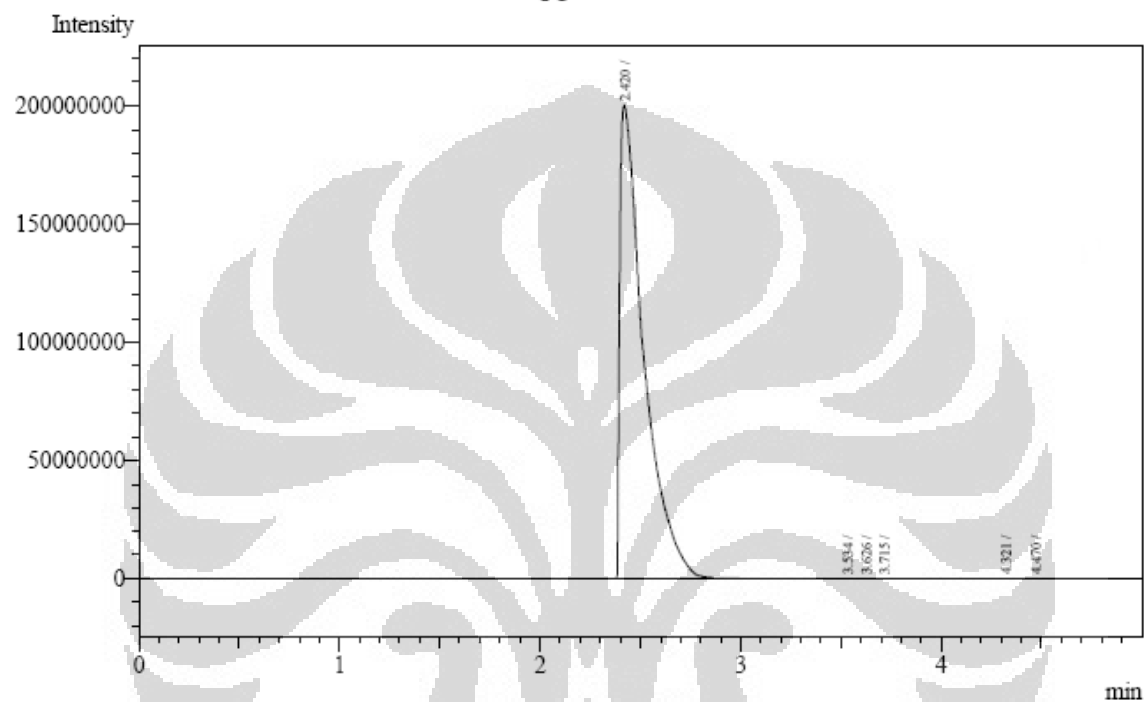


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.422	4804035529	545795660	100.000				
Total		4804035529	545795660					

Lampiran 17. Standar Benzil Klorida 1%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:06:41
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 1%
 Sample ID : std benzil 1%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 1%.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

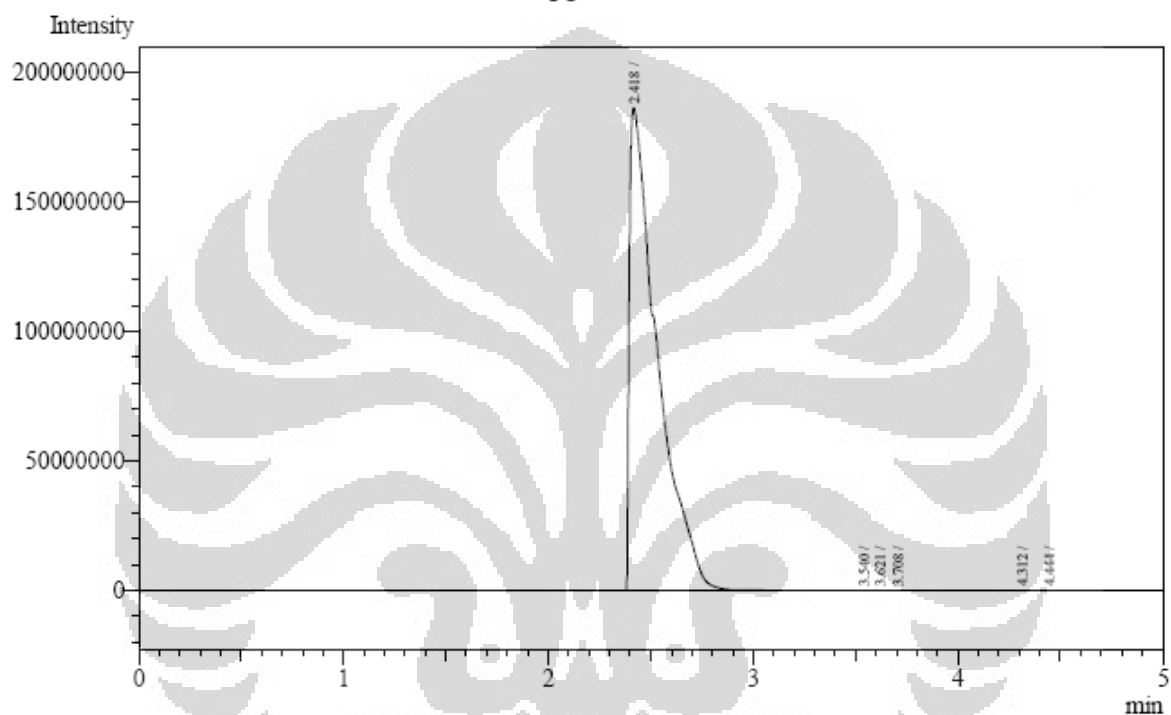


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.420	1663509707	200206354	99.993		S		
2	3.534	1509	900	0.000		T		
3	3.626	19661	1711	0.000		T		
4	3.715	87613	7209	0.005		TV		
5	4.321	2796	930	0.000		T		
6	4.470	2762	1119	0.001				
Total		1663624048	200218223					

Lampiran 18. Standar Benzil Klorida 3%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:12:36
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 3%
 Sample ID : std benzil 3%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIAS\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 3%.gc
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

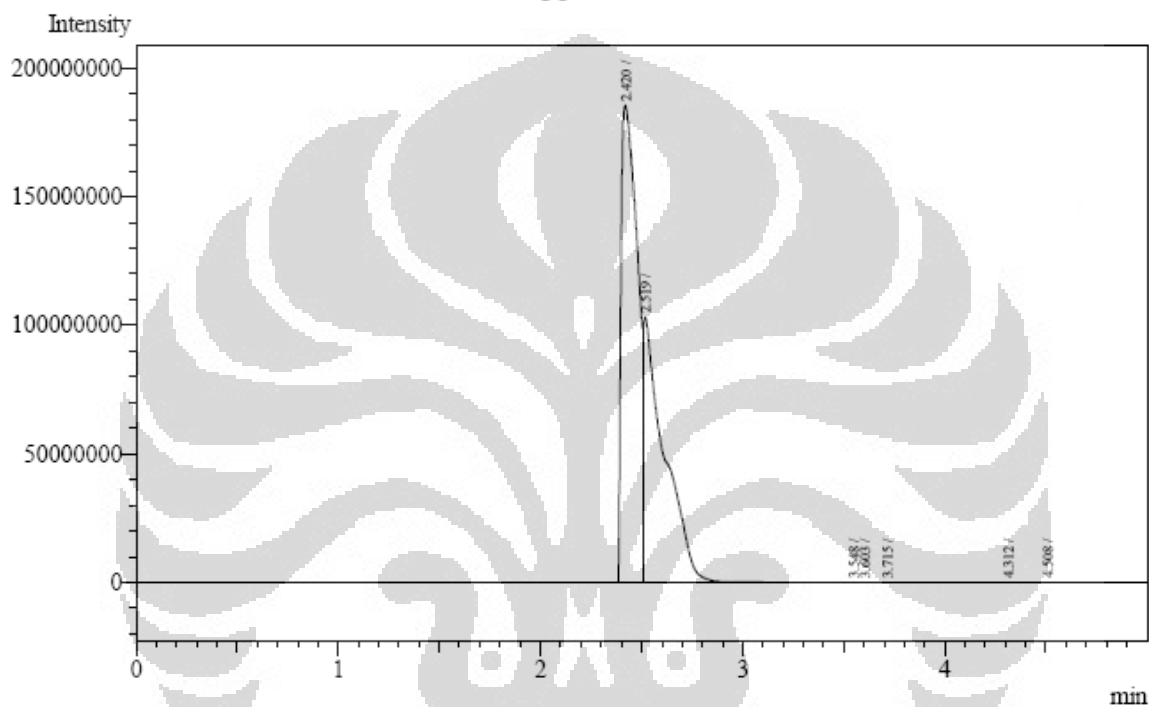


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.418	1761598818	186167201	99.985	S		
2	3.540	7516	3277	0.000	T		
3	3.621	31975	1780	0.002	TV		
4	3.708	202958	17665	0.012	TV		
5	4.312	7220	1033	0.000	T		
6	4.444	19941	5905	0.001	TV		
Total		1761868428	186196861				

Lampiran 19. Standar Benzil Klorida 5%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:18:31
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 5%
 Sample ID : std benzil 5%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIAS\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 5%.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

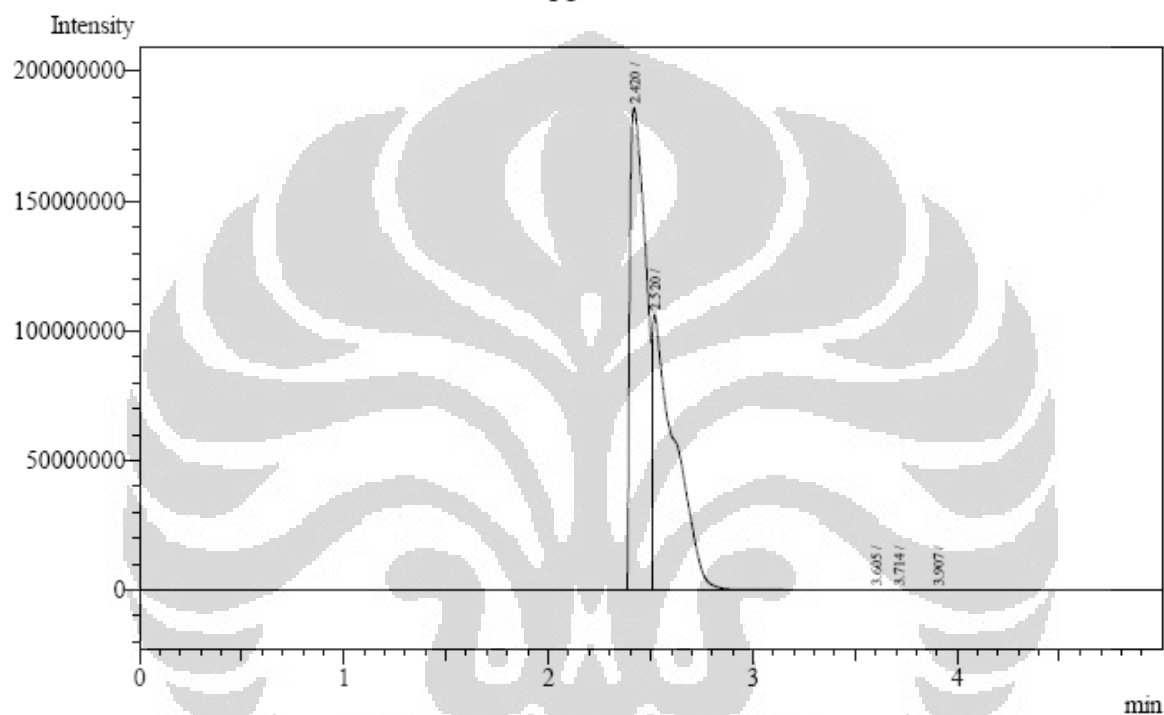


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.420	1028307249	185382082	57.514			
2	2.519	759284618	103094439	42.467	SV		
3	3.548	16741	7463	0.001	T		
4	3.603	40330	10911	0.003	TV		
5	3.715	229260	28211	0.013	TV		
6	4.312	51528	-68	0.002	TV		
7	4.508	8115	1328	0.000	T		
Total		1787937841	288524366				

Lampiran 20. Standar Benzil Klorida 7%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:25:02
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 7%
 Sample ID : std benzil 7%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 7%.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

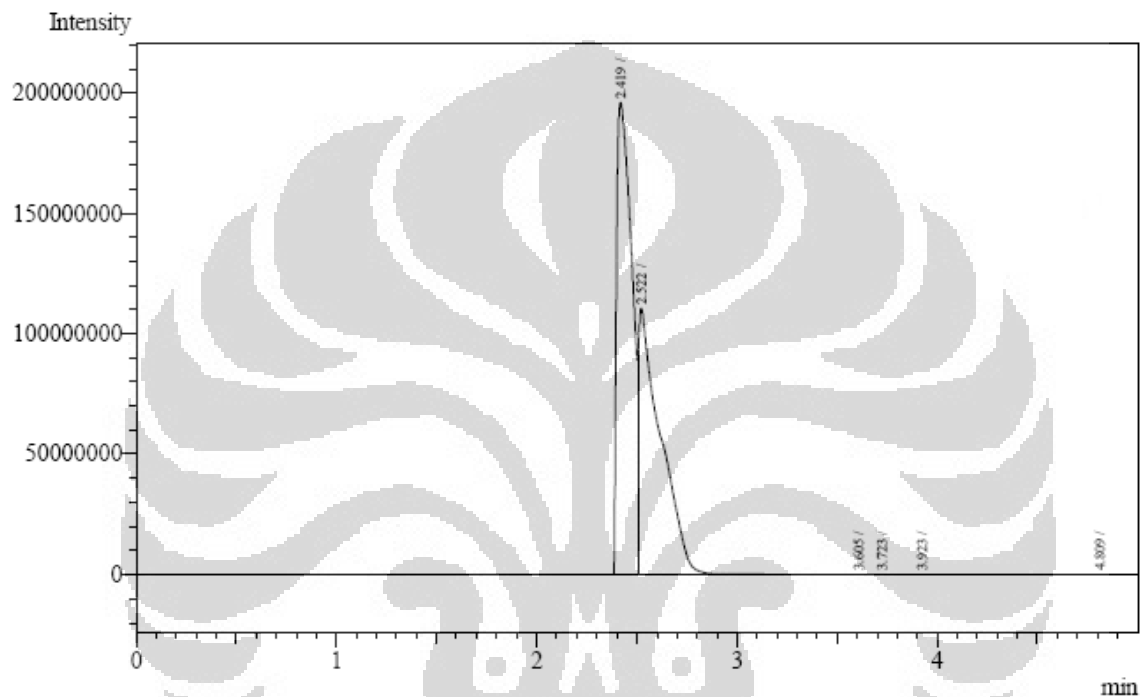


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.420	1014661808	185933060	55.187			
2	2.520	823450856	106177422	44.787	SV		
3	3.605	61277	8691	0.003	T		
4	3.714	287694	37229	0.016	TV		
5	3.907	118288	17507	0.006	TV		
Total		1838579923	292173909				

Lampiran 21. Standar Benzil Klorida 10%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:31:06
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 10%
 Sample ID : std benzil 10%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 10%.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm

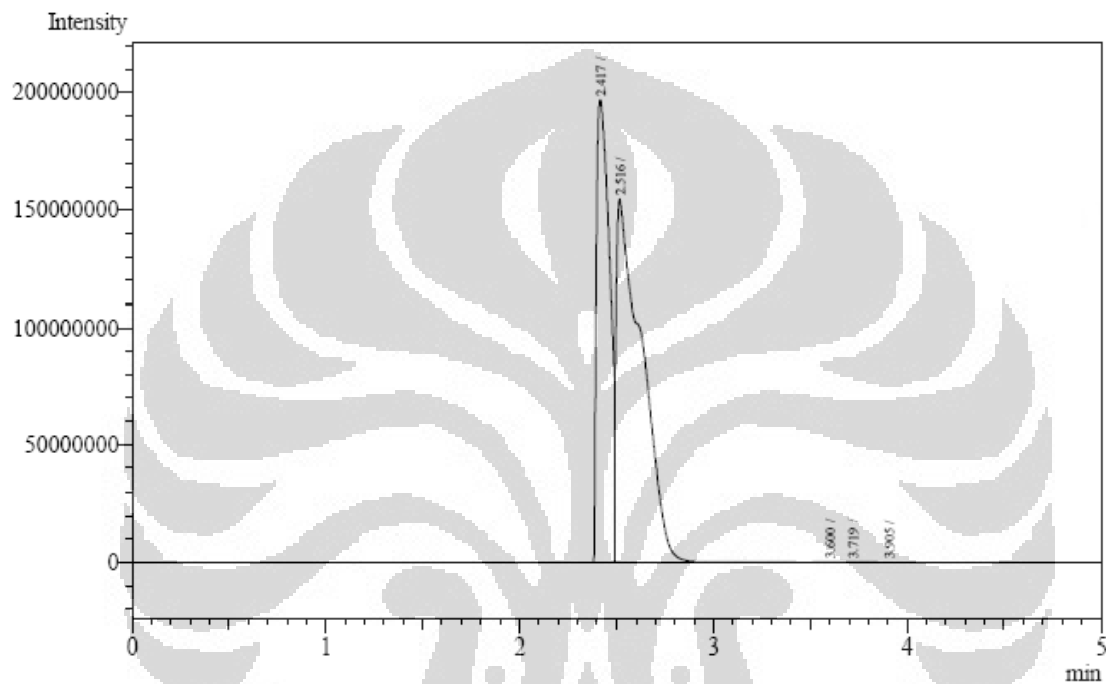


Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.419	1035701638	195711693	55.029				
2	2.522	845908136	110393435	44.945		SV		
3	3.605	70671	8498	0.004		T		
4	3.723	283970	41004	0.015		TV		
5	3.923	150853	22330	0.008		TV		
6	4.809	1210	447	0.000		T		
Total		1882116478	306177407					

Lampiran 22. Standar Benzil Klorida 20%

Analysis Date & Time : 06/06/2011 11:38:48
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : std benzil 20%
 Sample ID : std benzil 20%
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\puput ex 08\benzil klorida\std Benzil\modif benzil\std benzil 20%.gcd
 Method Name : C:\GC Solution\method\cooling.gcm



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	2.417	927149172	196568622	39.494				
2	2.516	1419333182	154197037	60.459				
3	3.600	174792	19405	0.007			SV	
4	3.719	580711	78733	0.025			TV	
5	3.905	348362	51220	0.015			TV	
Total		2347586219	350915017					