

UNIVERSITAS INDONESIA

REAKSI KATALITIK SUBSTITUSI NUKLEOFILIK BENZIL KLORIDA DENGAN KALIUM SIANIDA MENGGUNAKAN KATALIS [BMIM]CI-SILIKA GEL

SKRIPSI

YENNY FRANCISCA

0806365305

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 EKSTENSI KIMIA

DEPOK

JUNI 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

REAKSI KATALITIK SUBSTITUSI NUKLEOFILIK BENZIL KLORIDA DENGAN KALIUM SIANIDA MENGGUNAKAN KATALIS [BMIM]CI-SILIKA GEL

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

YENNY FRANCISCA

0806365305

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 EKSTENSI KIMIA

DEPOK

JUNI 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

: Yenny Francisca

NPM

: 0806365305

Tanda Tangan

A CHARLES

Tanggal

13 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama

: Yenny Francisca

NPM

: 0806365305

Program Studi

: S1 Ekstensi Kimia

Judul Skripsi

: Reaksi Katalitik Substitusi Nukleofilik antara

Benzil Klorida dengan Kalium Sianida Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-silika gel

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si

Pembmbing : Dr. rer.nat Widayanti Wibowo

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

Penguji : Dr. Jarnuzi Guanlazuardi

Penguji : Drs. Riswiyanto S., M.Si

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 13 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Tak ada kata yang layak diucap pertama kali selain ucapan syukur. Puji dan Syukur Penulis panjatkan kehadapan Tuhan Yang Maha Esa, atas segala karunia dan kekuatan dari-NYA Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya.

Penulis yakin bahwa Allah telah menyiapkan yang terbaik untuk Penulis, tinggal bagaimana Penulis melakukan yang terbaik dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul "Reaksi Katalitik Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida Menggunakan [BMIM]Cl-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. Ibu Ir. Widyastuti Samadi, M.Si dan Ibu Dr.rer.nat Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing penelitian yang penuh perhatian dalam membimbing dan memberikan banyak masukan untuk penelitian Penulis.
- 2. Bapak Dr. Asep Saefumillah, M.Sc 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 yang tak bisa disebutkan satu per satu yang telah menunjang berbagai keperluan Penulis dalam perkuliahan dan penelitian.
- 5. Mama dan Papa dan keluarga (Cici Lalan, Okky dan Miki) yang telah memberikan perhatian penuh kepada Penulis, yang senantiasa mendoakan Penulis dengan tulus hingga akhirnya bisa segera menyelesaikan skripsi ini.
- 6. Sahabat-sahabatku seperjuangan Ekstensi Kimia UI tahun 2008 (Uwie, Nyotnyot, Punce, Mba Sofi, Asri, Atin, Bona, dan Temi), terima kasih atas spirit, masukan, kritik, saran dan pinjaman ala-alat yang telah diberikan.

- 7. QC Manager, Supervisor dan sahabat-sahabatku di Lab QC PT Abbott Indonesia, yang telah mendukung Penulis untuk menyelesaikan tugas akhir ini, walaupun dalam suasana tahun penuh audit.
- 8. 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.



HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Yenny Francisca

NPM : 0806365305

Program Studi : S1 Ekstensi 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 Katalitik Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dengan Kalium Sianida Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-silika gel

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak bebas Royalti Non Eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, 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: 13 Juli 2011

Yang menyatakan

(Yenny Francisca)

ABSTRAK

Nama : Yenny Francisca

Program Studi : S1 Ekstensi Kimia

Judul : Reaksi Katalitik Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dengan

Kalium Sianida Menggunakan Katalis [BMIM]Cl- Silika Gel

Penelitian ini mempelajari reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida. Reaksi substitusi nukleofilik antara reaktan organik dan anorganik membutuhkan katalis transfer fasa agar reaktan non polar dan polar dapat berinteraksi. Pada peneliltian ini, cairan ionik 1-butil-3metil immidazolium klorida digunakan untuk menggantikan katalis transfer fasa yang umumnya tidak ramah lingkungan. Cairan ionik [BMIM]Cl diimobilisasi ke dalam silika gel yang memiliki luas permukaan yang besar dan memiliki fungsi sebagai adsorben untuk

mendapatkan katalis [BMIM]Cl-silika gel. Katalis [BMIM]Cl-silika gel dikarakterisasi dengan FT-IR untuk menentukan dimana cairan ionik teradsorbsi oleh silika gel. Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida dilakukan dengan menvariasikan waktu reaksi dari 3 jam sampai 10 jam dan persen berat katalis 2%, 5% dan 7% pada suhu ruang. Produk reaksi dianalisis dengan FT-IR, GC dan GC-MS dan ditemukan bahwa reaksi optimum dicapai pada waktu 5 jam dan 2% berat katalis dimana sebanyak 43.02% benzil klorida terkonversi menjadi benzil sianida. Pembentukan benzil sianida dikonfirmasi dengan metode GC-MS. Studi perbandingan dilakukan dengan mereaksikan menggunakan katalis [BMIM]Cl yang tidak diimobilisasi dan ini membuktikan bahwa katalis [BMIM]Cl yang tidak diimobilisasi ke dalam silika gel tidak selektif untuk benzil sianida.

Kata kunci: cairan ionik, [BMIM]Cl, reaksi substitusi nukleofilik, benzil klorida, kalium sianida.

Daftar Pustaka: 22 (1970 – 2009)

ABSTRACT

Name : Yenny Francisca

Study Program : S1 Extention of Chemistry

Title :Catalytic nucleophilic substitution reaction between benzyl

chloride with potassium cyanide using catalysts [BMIM]Cl-silica

gel

The research studied the nucleophilic substitution reaction between benzyl chloride and potassium cyanide. Nucleophilic substitution reaction between organic reactant and inorganic reactan requires phase transfer catalyst to enable the non polar reactant to interact with the polar reactant. In this research, ionic liquid material 1-butyl-3-methyl immidazolium chloride [BMIM]Cl was used to replace the phase transfer catalyst, which is normally environmental unfriendly. Ionic liquid [BMIM]Cl was immobilized into silica gel, which has high surface area and has the function as an adsorbent, to obtain the catalyst, [BMIM]Cl-silica gel. Catalyst [BMIM]Cl-silica gel was characterized by FT-IR to determine where the ionic liquid was adsorbed by the silica gel. The catalyst nucleophilic reactions between benzyl chloride and potassium cyanide was carried out by varying the reaction periods form 3 hours to 10 hours and weight percentage of catalyst 2%, 5% and & 7% at room temperature. The reaction products were analyzed by FT-IR, GC and GC-MS and it was found that the optimum reaction was achived in 5 hours using 2% weight of catalyst in which 43.02% benzyl chloride was converted onto benzyl cyanide. The formation of benzyl cyanide was confirmed by GC-MS method. A comparison study was conducted with unmobilized ionic liquid and it was found that the unmobilized [BMIM]Cl into silica gel was none selective toward the product benzyl cyanide.

Keyword: ionic liquid, [BMIM]Cl, benzyl chloride, nucleophilic substitution, potassium cyanide.

Bibliography: 22 (1970 - 2009)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
Daftar Isi	ix
Daftar Gambar	хi
Daftar Tabel	хi
Daftar Lampiran	xii
1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Identifikasi Masalah	3
1.3. Ruang Lingkup Penelitian	3 3 3
1.4. Tujuan Penelitian	
1.5. Hipotesis	4
1.6. Manfaat Penelitian	4
O TOTALLA LIA NI DILICIDA LZA	_
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Cairan Ionik	5 6
2.1.1 Sifat-sifat Cairan Ionik	
2.2. Katalis	7
2.2.1.Parameter Katalis 2.2.2.Jenis Katalis	8
2.2.3.Katalis Transfer Fasa	10
2.3. Karaktaristik Bahan	10
2.3.1 [BMIM]Cl	10
2.3.2 TEOS	11
2.3.3 Silika Gel	11
2.3.4 Benzil Klorida	12
2.3.5 Kalium Sianida	12
2.3.6 Aseton	13
2.4 Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel	13
2.5 Reaksi Substitusi Nukleofilik	13
2.5.1 Mekanisme SN-2	14
2.5.2 Pelarut Reaksi SN-2	15
2.6 Karakterisasi	15
2.6.1 FTIR	15
2.6.2 GC-MS	18
3. METODE PENELITIAN	20
3.1 Alat dan Bahan yang Digunakan	20

3.1.1 Alat yang digunakan	20
3.1.2 Bahan yang digunakan	20
3.2 Prosedur Kerja	21
3.2.1 Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-silika gel	21
3.2.1.1 Pembuatan Silika Gel	21
3.2.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl Ke Dalam Silika Gel	21
3.2.2 Uji Katalisis Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Benzil Klorida dengan Kalium Sianida	21
3.2.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis	
[BMIM]Cl-silika gel	21
3.2.2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan	
Katalis [BMIM]Cl	21
3.2.2.3 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida deng	an
Kalium Sianida tanpa katalis	22
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pembuatan Katalis [BMIM]CL-SILIKA GEL	23
4.1.1 Pembuatan Silika Gel	23
4.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl Dalam Silika Gel	26
4.2 Uji Katalitik Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Benzil Klorida dengan Kalium Sianida	28
4.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis	
[BMIM]Cl-silika gel	28
4.2.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis	
[BMIM]Cl	36
4.2.3 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan	
Kalium Sianida tanpa katalis	37
4.3 Mekanisme Reaksi	37
4.3.1 Katalis Cairan Ionik sebagai Katalis Transfer Fasa	37
4.3.2 Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan KCN	38
5. KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
6. Daftar Pustaka	40
7. LAMPIRAN	42

Daftar Gambar

Gambar 2.1: Perbedaan fase homogen dan heterogen	9
Gambar 2.2: Proses Reaksi Katalisis Transfer Fasa	10
Gambar 2.3: [BMIM]Cl	11
Gambar 2.4: TEOS	11
Gambar 2. 5: Struktur silika gel	12
Gambar 2.6: Struktur benzil klorida	12
Gambar 2.7: Struktur Kalium Sianida	13
Gambar 2.8: Struktur Aseton	13
Gambar 2.9: Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida	
dengan Kalium Sianida	14
Gambar 2.10: Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN-2)	14
Gambar 2.11: Skema FTIR	16
Gambar 2.12: Panjang Gelombang FT-IR	17
Gambar 2.13: <i>Universal cell holder</i>	17
Gambar 2.14: Skema Kromatografi Gas	18
Gambar 2.15: Skema GC-MS	19
Gambar 4.1: Hidrogel yang terbentuk	24
Gambar 4.2: Spektrum FTIR Silika Gel	24
Gambar 4.3: Spektrum FTIR TEOS	25
Gambar 4.4: Spektrum FTIR katalis [BMIM]Cl-silika gel	27
Gambar 4.5: Kurva standar benzil klorida	29
Gambar 4.6: Grafik Persen Konversi Benzil Klorida	31
Gambar 4.7: Grafik Persen Yield Benzil Sianida	32
Gambar 4.8: Data Pengukuran Hasil Reaksi dengan GC-MS	33
Gambar 4.9: Spektrum FT-IR Reaktan Benzil Klorida	34
Gambar 4.10: Spektrum FT-IR Reaktan KCN	35
Gambar 4.11: Spektrum FT-IR Hasil Reaksi Substitusi Nukleofilik	35
Daftar Tabel	
Tabel 4.1: Konsentrasi benzil klorida dengan Area Peak Benzil klorida	29
Tabel 4.2: Hasil Reaksi Persen Konversi dengan 2% variasi Berat Katalis	30
Tabel 4.3: Hasil Reaksi Persen Konversi dengan 5% variasi Berat Katalis	30
Tabel 4.4: Hasil Reaksi Persen Konversi dengan 7% variasi Berat Katalis	31
Tabel 4.5: Hasil Reaksi Persen Yield dengan 2% variasi Berat Katalis	31
Tabel 4.6: Hasil Reaksi Persen Yield dengan 5% variasi Berat Katalis	32
Tabel 4.7: Hasil Reaksi Persen Yield dengan 7% variasi Berat Katalis	32

Daftar Lampiran

Lampiran 1: MSDS Aeton	42
Lampiran 2: MSDS Benzil Klorida	46
Lampiran 3: Kalium Sianida	49
Lampiran 4: MSDS TEOS	52
Lampiran 5: MSDS HCl	54
Lampiran 6: Data Hasil Pengukuran dengan GC-MS	57
Lampiran 7: Kromatogram GC untuk Blanko	59
Lampiran 8: Kromatogram GC untuk Standard Benzil klorida	60
Lampiran 9: Kromatogram GC untuk Reaksi Substitusi Nukleofilik	
Variasi Waktu dan Berat Katalis	66
Lampiran 10: Kromatogram GC untuk Reaksi Substitusi Nukleofilik	
tanpa katalis	75
Lampiran 11: Kromatogram GC untuk Reaksi Substitusi Nukleofilik	
dengan katalis [BMIM]Cl	76

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Reaksi substitusi merupakan reaksi dimana satu atom, ion atau gugus disubstitusi untuk menggantikan atom, ion atau gugus lain. Reaksi substitusi antara alil halida dengan suatu gugus nukleofilik disebut dengan reaksi substitusi nukleofilik (R.J Fessenden & J.S. Fessenden, 1992). Reaksi nukleofilik antara reaktan organik dan anorganik umumnya menggunakan katalis transfer fasa yang berfungsi sebagai jembatan antara fasa polar dari reaktan anorganik dengan fasa non polar dari reaktan organik. Katalis transfer fasa umumnya tidak ramah lingkungan dan sulit dalam proses pemisahannya. Saat ini cairan ionik dapat dijadikan sebagai katalis reaksi substitusi ini. Cairan ionik ini dapat berfungsi sebagai katalis transfer fasa yang dapat menjadi jembatan antara reaktan anorganik dan organik (Christy Wheeler, 2001).

Pada reaksi substitusi nukleofilik antara alil halida dengan nukleofilik, halida disebut sebagai gugus pergi (*leaving group*) yang berarti gugus yang dapat digeser dari ikatannya dengan suatu atom karbon ((R.J Fessenden & J.S. Fessenden, 1992). Ion halida merupakan gugus pergi yang baik, karena ion ini merupakan basa yang sangat lemah.

Katalis memungkinkan reaksi dapat berlangsung lebih cepat dan memungkinkan reaksi dapat berlangsung pada suhu yang lebih rendah akibat adanya perubahan yang ditimbulkan dari pereaksinya. Katalis dapat dibedakan ke dalam dua golongan utama: katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen adalah katalis yang ada dalam fase berbeda dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisisnya, sedangkan katalis homogen berada dalam fase yang sama.

Katalis yang sering digunakan untuk reaksi substitusi nukleofilik adalah garam tetraalkilammonium yang merupakan katalis transfer fasa juga. Teknik ini dapat menimbulkan masalah bukan hanya dari kontak reaktannya saja, tetapi juga mendukung aktivasi dari anion nukleofilik yang dapat membentuk ikatan yang lebih kuat dengan kation tetraalkilammonium daripada dengan reaktannya. Selain itu, katalis ini tidak ramah lingkungan, dan sulit dalam proses pemisahan dengan hasil reaksinya (Christy Wheeler, 2001).

Cairan ionik merupakan cairan yang hanya mengandung ion-ion. Dahulu cairan ionik merupakan hasil dari lelehan suatu garam, contohnya Natrium klorida yang meleleh pada suhu diatas 800°C tetapi sekarang cairan ionik memiliki titik leleh dibawah 100°C (Paul Dyson. J & Tilmann J. Geldbach, 2007). Cairan seperti ini yang berbentuk cair pada suhu ruang maka disebut sebagai cairan ionik suhu ruang. Hal tersebut dapat terjadi karena cairan ionik tersebut memiliki susunan asimetrik yang tinggi. Selain itu, kerena tersusun dari ion-ion dan pasangan ion, maka cairan ionik memiliki rentang sifat pelarut yang lebar, yakni dapat berperan sebagai pelarut untuk senyawa organik maupun untuk pelarut senyawa anorganik. Selain dikenal sebagai pelarut, cairan ionik juga dikenal sebagai katalis yang ramah lingkungan dalam penggunaannya untuk berbagai senyawa, karena cairan ionik memiliki tekanan uap yang rendah tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, dan menunjukkan peningkatan nyata pada laju reaksi, hasil, reaktifitas dari suatu reaksi, viskositasnya yang rendah dan bersifat nonflamable yang menjadikan katalis ini ramah lingkungan (Christy Wheeler, 2001).

Katalis cairan ionik biasanya sangat reaktif maka perlu dikurangi kereaktifannya agar reaksi dapat berlangsung sempurna dan memiliki sifat selektif yang tinggi. Cairan ionik yang diimobilisasi dalam silika gel dapat mengurangi kereaktifan dari cairan ionik. Selain itu silika gel memiliki luas permukaan yang tinggi sehingga cairan ionik dipakai dalam jumlah yang sedikit. Dengan sedikit cairan ionik, dapat dihasilkan efisiensi yang cukup besar. Luas permukaan bidang sentuh cairan ionik yang diimobilisasi ke dalam silika gel menjadi lebih besar

mengikuti luas permukaan silika gel yang berbentuk serbuk. Cairan ionik membentuk suatu lapisan film pada permukaan silika gel.

1.2 Identifikasi Masalah

Pada dasarnya reaksi substitusi nukleofilik antara reaktan anorganik dan reaktan organik memerlukan katalis transfer fasa yang biasanya berupa garam tetraalkilammonium yang tidak ramah lingkungan dan sulit dalam pemisahannya, sehingga pada penelitian ini, digunakan katalis cairan ionik garam [BMIM]Cl.

Pada penelitian sebelumnya (Linda Puspita sari, 2011) telah membandingkan reaksi substitusi nukleofilik dengan menggunakan katalis cairan ionic [BMIM]PF₆. Pada penelitian ini, akan digunakan katalis heterogen dari cairan ionik [BMIM]Cl untuk reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida pada suhu ruang.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari serta membandingkan proses reaksi substitusi nukleofilik dengan menggunkan katalis cairan ionik [BMIM]Cl dan katalis cairan ionik [BMIM]Cl-silika gel sebagai katalis heterogen.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis silika gel dari TEOS, impregnasi [BMIM]Cl pada silika gel dan mengkarakterisasinya Penelitian ini juga untuk mempelajari aktivitas dari katalis heterogen [BMIM]Cl-silika gel dan katalis homogen [BMIM]Cl untuk reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida serta

1.5 Hipotesis

Hipotesis penelitian ini adalah:

- Katalis heterogen [BMIM]Cl-silika gel dan katalis homogen [BMIM]Cl
 dapat berfungsi sebagai katalis transfer fasa, sehingga keduanya dapat
 digunakan sebagai katalis untuk reaksi substitusi nukleofilik antara benzil
 klorida dengan kalium sianida, dimana reaksi dilakukan pada suhu ruang
 dengan pelarut aseton.
- 2. Katalis [BMIM]Cl-silika gel lebih efisien , selektif dan mudah dalam pemisahannya karena merupakan sistem heterogen.

1.6 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat:

- Membandingkan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida dengan menggunakan katalis heterogen dan katalis hommogen
- 2. Mempelajari cara kerja katalis cairan ionik [BMIM]Cl sebagai katalis transfer fasa
- 3. Mempelajari kondisi optimum dari reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida

Aplikasi dari penelitian ini adalah untuk membentuk hasil reaksi berupa benzil sianida yang merupakan bahan intermediate untuk reaksi selanjutnya, contohnya sebagai bahan intermediate untuk pembentukan asam fenil asetat.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cairan Ionik

Cairan ionik adalah sebuah cairan yang hanya mengandung ion-ion. Dahulu cairan ionik merupakan hasil pelelehan senyawa garam seperti pelelehan natrium klorida (NaCl), dimana NaCl meleleh pada suhu diatas 800°C. Tetapi sekarang, cairan ionik yang digunakan relatif memiliki titik leleh dibawah 100°C. Cairan ionik yang meleleh pada suhu kamar disebut sebagai cairan ionik suhu kamar. Cairan ionik ini tersusun dari kation asimetrik organik seperti 1-alkil-3-metil imidazolium, 1-alkil pyridinium, 1-metil-1-alkil pyrolidinium atau ion ammonium (Roger Sheldon, 2001).

Cairan ionik adalah garam yang berwujud cair di bawah suhu 100°C karena didalamnya spesi ioniknya sangat dominan dibandingkan spesi molekulernya. Cairan ini merupakan garam organik yang memiliki derajat asimetri yang berbeda, itulah yang mencegahnya menjadi kristal. Pilihan kation dan anion yang berbeda akan menghasilkan cairan ionik yang bervariasi dan yang paling populer adalah garam alkilimidazolium karena mudah disintesis dan sifat fisiknya yang menarik. Garam amonium kuarterner didapatkan secara komersil dan digunakan sebagai pelarut dan katalis (Martyn Earle J. & Kenneth R. Seddon, 2001).

Ada tiga komponen penting dari cairan ionic yaitu yang bermuatan positif (+) disebut kation, yang bermuatan negatif (-) adalah anion dan terakhir yang diberi simbol R adalah subtituen alkil yang juga merupakan bagian dari kation. Ketiga komponen itu bisa divariasikan untuk mendapatkan sifat fisika dan kimia yang berbeda pula.

Penggunaan anion pada cairan ionik cukup bervariasi dari halida sederhana sampai anion anorganik seperti tetrafluoroborate dan hexafluorophosphate dan anion organik besar seperti bis (trifluorosulfonyl) amide. Cairan ionik banyak digunakan diberbagai bidang termasuk kimia organik, elektrokimia, kimia fisik dan teknik kimia. Sebagai tambahan, salah satu sifat cairan ionik yang tidak

mudah menguap menyebabkan cairan ionik memiliki pengaruh yang kecil terhadap lingkungan dan kesehatan manusia.

Cairan ionik dapat dikelompokkan ke dalam dua kategori, yaitu garam sederhana (anion dan kation) dan cairan ionik biner (*binary ionic liquids*). Contoh cairan ionik kelompok yang pertama, yakni berupa cairan ionik yang pertama diketahui berada dalam bentuk cair pada suhu ruang, dikenal sebagai [EtNH₃]⁺[NO₃]⁻ (titik leleh 12°C). Sedangkan cairan ionik biner yang terbuat dari campuran aluminium (III) klorida dan N-alkilpiridinium atau 1,3-dialkilimidazolium klorida yang mengandung beberapa spesi ion yang berbeda. Karakteristik dan titik leleh dari cairan ionik tergantung kepada fraksi mol ion-ion penyusunnya (Keith E Johnson, 2007).

2.1.1. Sifat-sifat cairan Ionik

Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, berikut ini merupakan sifat-sifat dari cairan ionik, seperti (Roger Sheldon, 2001)

- 1. tekanan uap cairan ionik yang dapat diabaikan (tidak mudah menguap)
- 2. cairan ionik memiliki rentang suhu yang luas.
- 3. memiliki kestabilan terhadap suhu, kimia dan elektrokimia yang tinggi.
- 4. pelarut yang baik untuk senyawa organik, anorganik dan biomassa.
- 5. tidak mudah menyala dan memiliki sifat disolusi yang baik.

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

- kelarutan dalam air bisa diatur dengan gugus R-nya. Memperpanjang gugus alkil (R) akan menurunkan kelarutan dalam air dengan meningkatkan hidrofobisitas dari kationnya.
- 2. sifat kimia dan fisikanya bisa diubah dengan mengatur anionnya, seperti halida, nitrat, asetat, trifluoroasetat, tetrafluoroborat, triflat, heksafluorofosfat dan bis(trifluorometilsulfonil)imida. Contohnya, garam imidazolium dengan anion halida, nitrat dan trifluorofosfat bercampur sempurna dengan air, tapi dengan anion [PF₆-] dan [(CF₃SO₂)₂N-] tidak

- bercampur dengan air, dan [BF₄] dan [CF₃SO₃] bisa bercampur atau tidak tergantung pada subtituen kationnya.
- 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 subtituen.
- 4. 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.
- 5. 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 (Sebesta, R. Et al, 2000).

2.2 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa kimia yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia untuk memcapai kesetimbangan reaksinya. Namun katalis tersebut tidak mengalami perubahan kimiawi diakhir reaksi, dan juga tidak mengubah kedudukan kesetimbangan dari reaksi. Pada dasarnya katalis bekerja dengan cara menurunkan energi aktivasi yang menyertai reaksi tersebut. Energi aktivasi merupakan energi minimum yang dibutuhkan suatu reaksi untuk mencapai kesetimbangan dan pada akhirnya untuk menghasilkan produk. Bila energi aktivasi suatu reaksi kecil, maka akan semakin banyak molekul-molekul yang dapat mencapai energi aktivasi tersebut, sehingga reaksi dapat berlangsung dengan cepat (waktu yang dibutuhkan untuk mencapai kesetimbangan semakin kecil).

2.2.1 Parameter Katalis

Parameter-parameter yang harus diperhatikan untuk memilih katalis yaitu:

- 1. aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk.
- 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 terkonsumsi (biasanya dinyatakan dalam % berat produk)
- 5. dapat diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula (Lusi Trywulan Dewi, 2009).

2.2.2 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:

$$A + C \rightarrow AC(1)$$

$$B + AC \rightarrow AB + C$$
 (2)

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

$$A + B + C \rightarrow AB + C$$

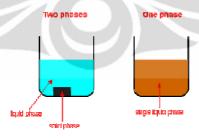
b. katalis heterogen

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 atara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas.

Pada proses katalis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) sebagai berikut (Widayanti Wibowo, 2004):

- 1. transport reaktan ke permukaan katalis.
- 2. interaksi antara reaktan dengan katalis (proses adsorpsi pada permukaan katalis)
- 3. reaksi antara spesies- spesies teradsorpsi menghasilkan produk.
- 4. desorpsi produk dari permukaan katalis.
- 5. transport produk menjauhi katalis.

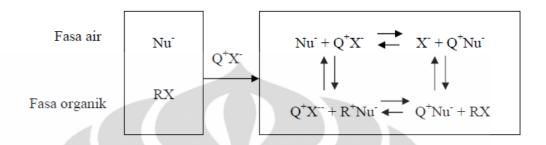
Terdapat pula katalis enzim yang biasa disebut juga sebagai biokatalis. Katalis enzim ini merupakan molekul protein dengan ukuran koloid yang memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.



Gambar 2.1: Perbedaan Fasa Heterogen dan Homogen

2.2.3 Katalis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa berfungsi menjembatani antara fase polar dari reaktan anorganik dengan fase non polar dari reaktan organik sehingga reaksi bifase dapat berlangsung(Takuya Hashimoto and Keiji Maruoka, 2008).. Dalam keadaan normal, reaksi bifase akan terhambat karena substrat yang ada pada fasa organik. Berikut adalah reaksi katalis transfer fase dalam reaksi bifase:



Gambar 2.2: Proses Reaksi Katalisis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa Q⁺X⁻ akan mengikat Nukleofil (Nu⁻) sehingga membentuk Q⁺Nu⁻ yang kemudian membawanya ke fasa organik. Dalam fasa organik, Q⁺Nu⁻ akan bereaksi dengan reaktan organik RX membentuk katalis Q⁺X⁻ dan R⁺Nu⁻. Katalis Q⁺X⁻ berpindah ke fasa air dan kemudian berikatan kembali dengan Nu⁻ hingga semua Nu⁻ habis bereaksi. Katalis transfer fasa yang sering digunakan adalah halida ammonium kwartener (R₄N⁺X⁻). Dalam penelitian ini, digunakan katalis 1-butil-3-metilimidazolium chloride (Widayanti Wibowo, 2004).

2.3. Karakteristik Bahan

2.3.1 [BMIM]Cl

[BMIM]Cl atau 1-butil-3-metilimidazolium klorida adalah suatu cairan ionik yang terdiri dari kation 1-butil-3-metilimmidazolium dan anion Cl⁻ yang bersifat hidrofobik (Hiroyuki Tokuda et al., 2004). [BMIM]Cl memiliki rumus molekul C₈H₁₅N₂·Cl dengan struktur molekul sebagai berikut:

R1 = Butyl; R2 = Methyl; Anion = Klorida

Gambar 2.3: Struktur [BMIM]Cl (Roger Sheldon, 2001)

2.3.2 TEOS (Tetra Etil Orto Silikat)

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

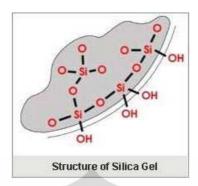
$$H_3C$$
 O
 CH_3
 O
 CH_3
 O
 CH_3
 O
 CH_3

Gambar 2.4: Tetra Ethyl Ortho Silicat

TEOS berbentuk cairan yang mudah terbakar dan mengiritasi. Dari struktur molekul diatas terlihat bahwa TEOS dapat dijadikan sebagai sumber silika SiO₂. Dalam penelitian ini, TEOS digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan silika gel.

2.3.3 Silika Gel

Silika gel berupa padatan amorf dan berpori yang terbentuk dari proses polimerisasi asam silikat dan mempunyai sifat inert, netral, luas permukaannya besar, dan memiliki daya adsorpsi besar (Ridla Bakri, Tresye Utari dan Indra Puspita Sari, 2008). Oleh karena itu silika gel banyak digunakan sebagai adsorben anorganik, penyerap air, dan sebagai fasa diam pada kromatografi lapisan tipis dan kromatografi gas. Struktrur silika gel sebagai berikut:



Gambar 2.5: Struktur Silika Gel

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

2.3.4 Benzil Klorida

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



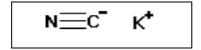
Gambar 2.6: Struktur benzil klorida

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

2.3.5 Kalium Sianida

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

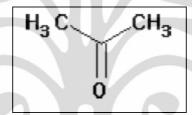
nukleofilik dengan mekanisme SN-2 mudah terjadi jika digunakan CN⁻ sebagai nukleofil.



Gambar 2.7: Struktur Kalium Sianida

2.3.6 Aseton

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



Gambar 2.8: Struktur Aseton

2.4 Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel

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

2.5 Reaksi Substitusi Nukleofilik

Reaksi substitusi nukleofilik adalah reaksi dimana terjadi penyerangan secara selektif oleh nukleofil yang kaya elektron ke muatan positif dari sebuah atom C pada rantai karbon yang mengikat gugus pergi (*leaving group*) sehingga nukleofil akan menggantikan posisi gugus pergi. Pada penelitian ini dilakukan

reaksi substitusi antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik untuk menghasilkan benzil sianida.

Gambar 2.9: Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida (Christy Wheeler, 2001)

Pada reaksi diatas, CN⁻ yang berasal dari KCN berperan sebagai nukleofil sedangkan Cl⁻ merupakan gugus pergi dari benzil klorida. Ion CN⁻ akan menyerang atom C yang mengikat Cl⁻ pada benzil klorida sehingga Cl⁻ akan tergantikan dengan CN⁻ membentuk benzil sianida (Christy Wheeler, 2001).

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

2.5.1 Mekanisme SN-2

Reaksi SN-2 adalah reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (orde 2) yang berlangsung satu tahap melalui tahap transisi (*transition state*) (R.J Fessenden & J.S. Fessenden, 1992). Berikut adalah skema reaksi SN-2:

[Sumber: bei.ung.ac.id/Kompetisi%20Bahan%20Ajar/Web/.../MODUL%20VI.doc]

Gambar 2.10: Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN-2)

Z: sebagai nukleofil akan menyerang atom karbon sp³ (C-X) dari arah belakang. Dengan demikian antara Z: dengan X (gugus pergi) terjadi asosiasi. Pada tahap transisi itulah, substitusi berlangsung. Adanya serangan dari nukleofil membuat X terlepas membawa pasangan elektronnya. Untuk menggantikan pasangan elektron itu, nukleofil memberikan pasangan elektronnya untuk dijadikan pasangan elektron dengan karbon (B. Tamami and S. Ghasemi, 2008)...

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

2.5.2 Pelarut Reaksi SN-2

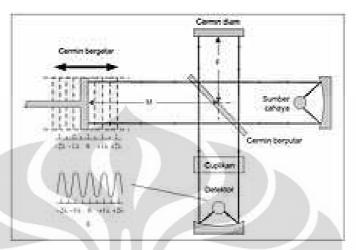
Pemilihan pelarut dalam suatu reaksi sangat berpengaruh, begitupun dalam reaksi SN-2. Pelarut polar aprotik sangat mendukung mekanisme reaksi SN-2 karena pelarut polar aprotik memiliki momen dipol yang besar dan dapat melarutkan spesi bermuatan positif dari kutub negatif yang dimilikinya. Contoh pelarut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

2.6 Karakterisasi

2.6.1 Spektrofotometer Infra Merah

Spektroskopi inframerah (IR) adalah spektroskopi yang berhubungan dengan daerah inframerah dari spektrum elektromagnetik , yang merupakan cahaya dengan panjang gelombang dan frekuensi yang lebih rendah dari cahaya tampak. Sebagian besar teknik spektroskopi IR didasarkan pada penyerapan dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan mempelajari bahan kimia . IR yang menggunakan teknik ini adalah transformasi Fourier inframerah (FTIR) spektrofotometer. 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.



Gambar 2.11: Skema FTIR

Bagian inframerah dari spektrum elektromagnetik biasanya dibagi menjadi tiga daerah, yaitu daerah IR dekat, pertengahan dan jauh. Energi tinggi di IR dekat adalah sekitar 14000-4000 cm⁻¹ dapat membangkitkan nada atau harmonik getaran. Dareah IR tengah adalah sekitar 4000-400 cm⁻¹ dapat digunakan untuk mempelajari getaran fundamental dan terkait rotasi-getaran struktur. Daerah IR jauh sekitar 4-100 cm⁻¹ berdekatan dengan daerah microwave, memiliki energi yang rendah dan dapat digunakan untuk spektroskopi rotasi (I. Fleming & D.H Williams,1980).

Bila suatu molekul menyerap radiasi infra merah, energi yang diserap akan menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom di dalamnya. Atom dalam molekul bervibrasi secara konstan baik berupa uluran (*stretching*) maupun tekukan (*bending*). Dengan demikian, molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi sehingga energi yang diserap ini akan dilepas kembali dalam bentuk emisi radiasi bila molekul itu kembali ke keadaan dasar. Banyaknya energi yang diserap oleh suatu ikatan bergantung pada perubahan dalam momen ikatan seperti vibrasi atom-atom yang saling berkaitan. Oleh sebab itu, tipe ikatan yang berbeda akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang yang berbeda pula, sehingga spektroskopi infra merah dapat digunakan untuk tujuan kualitatif yaitu

untuk identifikasi berbagai gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa yang diujikan.

Transformasi Fourier inframerah (FTIR) spektroskopi adalah teknik pengukuran yang memungkinkan seseorang untuk merekam spektrum inframerah. Cahaya inframerah dipandu melalui interferometer dan kemudian melalui sampel (atau sebaliknya). Sebuah cermin bergerak di dalam aparat mengubah distribusi sinar inframerah yang melewati interferometer. Sinyal langsung dicatat yang disebut "interferogram", merupakan keluaran cahaya sebagai fungsi dari posisi cermin. Teknik pengolahan data yang disebut transformasi Fourier adalah pengolahan data mentah menjadi hasil yang diinginkan (contohnya, spektrum). Cahaya output adalah fungsi dari panjang gelombang inframerah (atau setara bilangan gelombang). Spektrum sampel yang dihasilkan dibandingkan dengan referensi.

Gambar 2.12: Panjang Gelombang FT-IR

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



Gambar 2.13: *Universal cell holder*

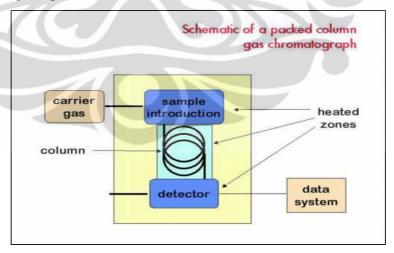
Sampel padat harus disiapkan terlebih dahulu untuk pembuatan pelet menggunakan KBr.

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

- dapat digunakan pada semua frekuensi 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 sistim detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (<u>Richard A. Nyquist_, Curtis L. Putzig, M. Anne Leugers</u>, 1997).

2.6.2 GC-MS

Kromatografi adalah proses pemisahan karena adanya interaksi antara suatu zat (sampel) terhadap dua fasa yang disebut sebagai fasa gerak dengan fasa diam. Fasa gerak berupa gas dan fasa diam berupa padatan atau cairan dan fasa gerak membawa campuran untuk dipisahkan komponennya (Sunardi, 2006). Skema kromatografi gas:



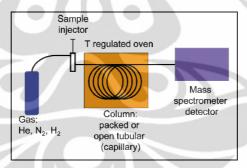
Gambar 2.14: Skema Kromatografi Gas (Sunardi, 2006).

Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) adalah dua metode analisis yang dihubungkan untuk dikombinasikan menjadi dua metode analisis campuran senyawa kimia. Dengan menggabungkan dua metode ini, maka dapat

diketahui senyawa apa saja yang terkandung dalam suatu campuran, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

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

Spektrometer massa merupakan detektor yang umum untuk kromatografi gas dimana sampel yang dilewatkan melalui kromatografi gas diubah menjadi bentuk ionnya pada spektrometer mass. Kromatografi gas merupakan teknik pemisahan yang ideal sedangkan spektrometer massa merupakan teknik identifikasi sampel yang baik (Kosasih Patmawinata,1991). Berikut ini adalah skema GC-MS:



Gambar 2.15: Skema GC-MS (Kosasih Patmawinata, 1991)

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan yang Digunakan

3.1.1 Alat –alat yang Digunakan:

- 1. Neraca Analitik
- 2. Peralatan Gelas
- 3. Evaporator
- 4. Mortar
- 5. Oven
- 6. Stirer + Magnetic Stirer
- 7. Cawan Porselen
- 8. Spatula
- 9. Labu lemak
- 10. Penangas Air
- 11. Spektrofotomer FT-IR (Merek: Shimadzu 8201PC)
- 12. Kromatografi Gas (Merek: Shimadzu 2014)
- 13. Kolom GC-RTX-1
- 14. GC-MS (Agilent Technologies)

3.1.2 Bahan-bahan yang Digunakan

- 1. TEOS (Tetra etil orto silikat),
- 2. HCl 4M
- 3. Eter
- 4. Cairan Ionik ([BMIM]Cl)
- 5. Benzil klorida
- 6. Kalium sianida
- 7. Aseton
- 8. 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 hidrogel. Hasil rotavapor digerus. Kemudian didiamkan selama 24 jam dan 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 Ke Dalam Silika Gel

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

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

3.2.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika gel

KCN, katalis [BMIM]Cl-silika gel, aseton, dan benzil klorida dicampur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu ruang (30°C) selama 3, 5 dan 10 jam. Kemudian dilakukan variasi berat katalis 2%, 5%, dan 7%,. Hasil reaksi diukur dengan GC-MS dan GC.

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

Benzil klorida, KCN, katalis [BMIM]Cl, dan aseton dicampur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 30°C selama 5 jam. Hasil reaksi diukur dengan GC.

3.2.2.3 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalim Sianida tanpa katalis

KCN, aseton, dan benzil klorida dicampur. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 30°C selama 5 jam. Hasil reaksi diukur dengan GC.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis [BMIM]Cl-silika gel

Pada penelitian ini, katalis [BMIM]Cl-silika gel dibuat dengan cara impregnasi cairan ionik [BMIM]Cl ke dalam silika gel yang telah dibuat sebelumnya. Dimana pada metode impregnasi ini terdiri dari dua tahap yaitu pembuatan silika gel dahulu, lalu tahap berikutnya adalah impregnasi cairan ionik [BMIM]Cl ke dalam silika gel.

4.1.1 Pembuatan Silika Gel.

Sumber silika adalah TEOS. Sebanyak 10 mL TEOS, 6 mL aquademin dan 1,9 mL HCl 4M, dimasukkan ke dalam labu bulat. Campuran tersebut diaduk dengan alat rotavapor selama 3 jam pada suhu ruang, proses ini terus dilakukan untuk mendapatkan hidrogel dari silika. Hidrogel silika merupakan silika gel yang masih mengandung molekul air yang berikatan dengan gugus silanol dengan ikatan hidrogen.

Pembuatan silika gel ini dilakukan dengan bantuan rotavapor yang bertujuan agar campuran teraduk sempurna dengan kondisi pengadukan adalah *vaccum* (tanpa udara) dan pada suhu ruang. Reaksi yang terjadi pada proses pembuatan hidrogel silika adalah sebagai berikut:

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

Agar pada reaksi terbentuk hidrogel dari silika maka diperlukan kondisi yang *vaccum*, bila reaksi tidak *vaccum* maka campuran tersebut tidak akan kering.

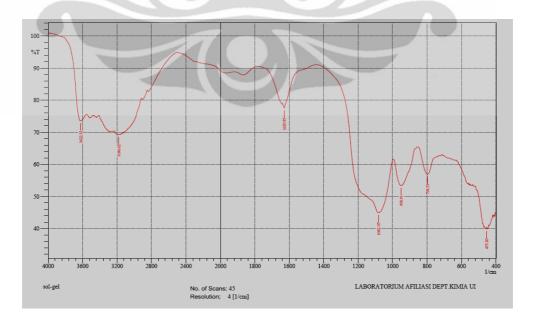
Pada pembuatan silica gel, ditambahkan HCl 4 M yang berfungsi sebagai katalis asam untuk mempercepat reaksi karena reaksi ini berjalan sangat lambat, dan diperlukan reaksi berhari-hari. Produk samping dari reaksi ini berupa etanol.

24



Gambar 4.1: Hidrogel silika

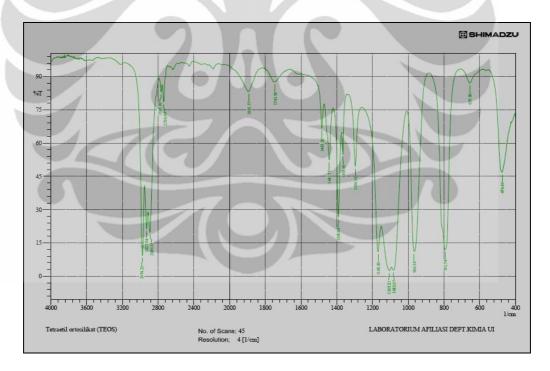
Hidrogel silika yang terbentuk pada dinding labu bulat diambil dan dipindahkan ke dalam *beaker* gelas. Hidrogel silika tersebut didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang lalu dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110°C. Pemanasan pada suhu 110°C ini bertujuan untuk meghilangkan molekul air yang berikatan dengan gugus silanol membentuk ikatan hidrogen. Pemanasan ini juga bertujuan untuk menguapkan etanol yang merupakan produk samping pada saat pembuatan hidrogel silika. Setelah dilakukan pemanasan maka akan didapat silika gel yang kering. Silika gel yang terbentuk ini digerus dengan mortar dan didapatkan silika gel yang berbentuk serbuk putih. Silika gel ini siap untuk dikarakterisasi dengan FT-IR.



Gambar 4.2: Spektrum Silika Gel

Pada spektrum FT-IR (gambar 4.2), terdapat pita serapan pada daerah bilangan gelombang 455,20 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari siloksan (Si-O-Si), sedangkan bilangan gelombang 798,53 cm⁻¹ dan 1082,07 cm⁻¹ menunjukkan adannya vibrasi ulur simetrik dan asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Gugus –OH terdeteksi pada spektrum FT-IR pada bilangan gelombang 3180, 62 cm⁻¹ yang merupakan gugus –OH dari silanol (A.V. Karyakin, G.A.Muradova, and G.V.Maisuradze, 1970).. Kedua gugus silanol dan siloksan inilah yang merupakan gugus aktif dari silika gel sehingga silika gel ini dapat dimodifikasi. Pita serapan pada bilangan gelombang 1629,85 cm⁻¹ merupakan vibrasi –OH dari H₂O. Ini menunjukkan bahwa silika gel yang terbentuk masih mengandung air, jadi rumus molekulnya SiO₂.xH₂O.

Sebagai pembanding bahwa telah terbentuk silica gel dari TEOS, maka bahan baku TEOS tersebut juga dikarakterisasi dengan FT-IR (gambar 4.3).



Gambar 4.3: Spektrum FT-IR TEOS

Spektrum FT-IR dari TEOS ini, menunjukkan puncak serapan pada bilangan gelombang sekitar 2900 cm⁻¹ yang merupakan gugus C-H dari etil dari TEOS. Juga terdapat puncak serapan pada 474,49 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari siloksan dan serapan pada bilangan gelombang 792,74 cm⁻¹ dan

1082,07 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi ulur simetrik dan asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Bila kedua spektrum dibandingkan terlihat adanya perbedaan yang menunjukkan bahwa silika gel benar dapat dibuat dari TEOS. Contohnya adalah puncak serapan gugus etil dari TEOS yang tidak ada pada spektrum FT-IR silika gel. Ini dikarenakan gugus etil dari TEOS menjadi etanol pada reaksi pembentukan silika gel yang merupakan produk samping dan etanol telah diuapkan pada proses pemanasan pada suhu 110°C.

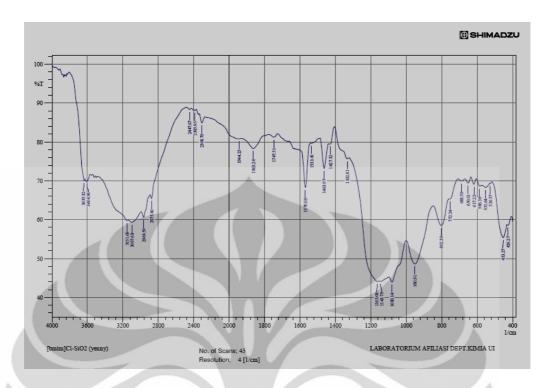
Pada pemanasan, gugus silanol pada silika gel siap untuk berikatan kovalen dengan suatu gugus fungsi organik dalam suatu senyawa. Gugus N⁺ yang terkandung dalam cairan ionik [BMIM]Cl inilah yang akan berikatan dengan silika gel. Berkurangnya molekul air dari silika gel menyebabkan luas permukaan silika gel menjadi lebih besar sehingga proses adsorbsi fisik maupun adsorbsi kimia mejadi lebih efektif dan efisien.

Bila dibandingkan dengan spektrum TEOS, terdapat kesamaan, yaitu pada puncak serapan 1082 cm⁻¹ yang juga merupakan puncak serapan dari siloksan (Si-O-Si).

4.1.2 Impregnasi [BMIM]Cl ke dalam Silika Gel

Campuran 1,25 gram silica gel, 0,25 gram cairan ionic [BMIM]Cl dan 2,5 mL ether, diaduk dengan menggunakan stirer pada suhu ruang selama 30 menit. Kemudian campuran tersebut dipanaskan di atas penangas air (*water bath*) untuk menghilangkan ether atau dikeringkan pada suhu 60°C selama 1 jam. Pemansan bertujuan untuk menghilangkan ether. Katalis [BMIM]Cl-silika gel yang terbentuk berupa serbuk putih. Katalis inilah yang akan digunakan untuk reaksi substitusi nukleofilik untuk mengetahui sifat katalitiknya.

Tujuan dari impregnasi cairan ionik adalah untuk mengefisienkan penggunaan cairan ionik [BMIM]Cl. Silika gel berfungsi sebagai kerangka (framework) dimana cairan ionik dapat masuk didalamnya. Dengan mengimpregnasi cairan ionik [BMIM]Cl ke dalam silika gel, maka akan memperbesar permukaan sentuh katalis tersebut dengan senyawa lain. Katalis hasil impregnasi dikarakterisasi dengan menggunakan FT-IR (gambar 4.4).



Gambar 4.4: Spektrum [BMIM]Cl-silika gel

Pada spektrum FT-IR terdapat banyak puncak serapan pada daerah 1500 – 1400 cm⁻¹ dan pada daerah 800 – 600 cm⁻¹. Pita serapan pada daerah 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 (A.J. Mc Farlan,, and B.A Morrow, 1991).

Pada daerah bilangan gelombang 3097,68 cm⁻¹ menunjukkan adanya pita serapan =C-H *stretching* pada gugus aromatik. Puncak serapan pada daerah 1500 – 1400 cm⁻¹ terdapat dua puncak serapan yang menunjukkan adanya ikatan C - H *stretching* pada gugus aromatik. Pada daerah 800 – 600 cm⁻¹ merupakan daerah serapan dari Cl⁻, yang tepatnya pita serapan Cl⁻ tersebut berada di 752,24 cm⁻¹. Ketiga puncak serapan ini tidak terdapat pada spektrum silika gel yang membuktikan bahwa [BMIM]Cl telah terimpregnasi ke dalam silika gel. Dengan begitu katalis [BMIM]Cl-silika gel yang terbentuk dapat digunakan untuk uji katalitik.

4.2 Uji Katalitik Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida

Uji katalitik yang dilakukan adalah dengan menggunakan katalis [BMIM]Cl-silika gel untuk reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida. Reaksi dilakukan dengan perbandingan mol antara benzil klorida dengan kalium sianida adalah 1 : 2. Reaksi substitusi nukleofilik dilakukan dengan memvariasikan berat katalis yang digunakan dan waktu reaksinya. Ini bertujuan untuk mengetahui pada waktu dan berat katalis berapa reaksi substitusi nukleofilik tersebut dapat berlangsung secara optimum.

Sebagai pernbandingan, dilakukan juga reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]Cl yang tidak diimpregnasi ke dalam silika gel dan reaksi substitusi dengan tidak menggunakan katalis. Kedua reaksi pembanding ini dilakukan pada suhu ruang selama 5 jam.

Untuk mengetahui apakah reaksi substitusi nukleofilik tersebut benar menghasilkan benzil sianida maka dilakukan pengukuran hasil reaksi substitusi nukleofilik dengan menggunakan FT-IR, juga dilakukan pengukuran FT-IR terhadap KCN dan benzil klorida sebagai reaktannya.

4.2.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [BMIM]Cl-silika gel

Sebelum melakukan reaksi substitusi nukleofilik, perlu dilakukan pengujian deret standar benzil klorida dengan menggunakan GC. Deret standard digunakan untuk mengetahui berapa banyak benzil klorida yang digunakan untuk reaksi dan benzil klorida yang tersisa. Deret standard yang digunakan adalah 1%, 3%, 5%, 7%, 10% dan 14.3% larutan benzil klorida. Untuk mendapatkan larutan standard benzil klorida tersebut dibuat dengan cara melarutkan sejumlah benzil klorida dengan aseton. Kemudian larutan benzil klorida ini diukur dengan GC. Kurva linier dibuat antara konsentrasi dengan area peak yang dihasilkan setelah pengukuran dengan GC.

Conc Benzil klorida	Volume Benzil klorida (mL)	Berat benzyl klorida (mg)	Area benzil klorida
1	0,061	66,7	3454847,2635
3	0,185	204,1	10250770,6987
5	0,316	347,4	16768458,0439
7	0,452	496,8	23409407,3568
10	0,667	733,3	32482051,2220

Tabel 4.1: Konsentrasi Benzil klorida dengan Area Peak Benzil Klorida

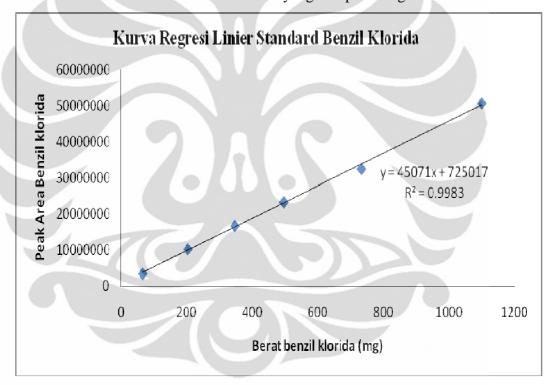
Kurva deret standard benzil klorida yang didapat sebagai berikut:

1,00

1100

50867241

14.3



Gambar 4.5: Kurva Deret Standar Benzil Klorida

Dari kurva regresi linier standard benzil klorida diatas didapat persamaan garis liniernya, yaitu: y = 45071x + 725017. persamaan garis inilah yang nantinya akan digunakan untuk perhitungan sisa benzil klorida yang sisa dan yang terpakai pada reaksi katalitik substitusi nukleofilik.

Reaksi substitusi nukleofilik dilakukan dengan mencampur 1,1331 gram KCN, 1,0 mL benzil klorida, 6,0 mL aseton dan 2 % (0,0447 gram), 5% (0,1117 gram) dan 7% (0,1563 gram) katalis [BMIM]Cl-silika gel. Masing-masing campuran tersebut diaduk menggunakan stirer selama 3 jam, 5 jam, dan 10 jam.

Reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN dimana CN⁻ berperan sebagai nukleofil yang akan menyerang atom C-Cl dengan Cl sebagai *leaving groups* yang baik. Pada hasil reaksi akan terbentuk benzil sianida. Hasil reaksi yang telah dilakukan dengan variasi waktu (3, 5 dan 10 jam) dikarakterisasi menggunakan GC untuk mengetahui konsentrasi benzil klorida yang masih terkandung dalam masing-masing reaksi. Dari hasil tersebut dapat ditentukan waktu optimum reaksi yang dilihat pula pada % konversi benzil klorida.

Untuk mengetahui benzil klorida yang masih terdapat pada campuran reaksi tersebut, dapat diketahui dengan memasukkan area peak benzil klorida yang didapat dari hasil pengukuran dengan GC ke dalam persamaan linier deret standard (sebagai variable y), sehingga diperoleh berat dalam mg benzil klorida yang masih terdapat dalam campuran.

Luas area dan konsentrasi benzil klorida yang didapat adalah sebagai berikut:

Tabel 4.2: Hasil Reaksi % konversi dengan 2% variasi berat katalis

Berat	Waktu Reaksi	Area Benzil Klorida	Berat benzil klorida	% konversi
Katalis	3 jam	46891662	1024,3	6,88%
2%	5 jam	28976089	626,8	43,02%
	10 jam	46170422	1008,3	8,34%

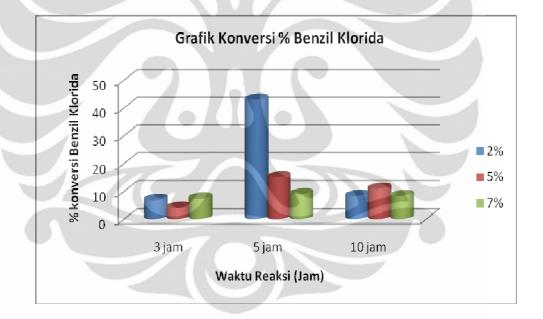
Tabel 4.3: Hasil Reaksi % konversi dengan 5% variasi berat katalis

Berat	Waktu Reaksi	Area Benzil Klorida	Berat benzil klorida	% konversi
Katalis	3 jam	48270576	1054,9	4,1%
5%	5 jam	42819382	934	15,09%
	10 jam	44857758	979,2	10,98%

Tabel 4.4: Hasil Reaksi % konversi dengan 7% variasi berat katalis

Donot	Waktu Reaksi	Area Benzil Klorida	Berat benzil klorida	% konversi
Berat Katalis	3 jam	46625199	1018,4	7,42%
7%	5 jam	45860988	1001,4	8,96%
	10 jam	46183827	1008,6	8,31%

Dari ketiga tabel di atas dapat diketahui untuk kondisi optimum reaksi substitusi nukleofilik ini adalah pada variasi berat katalis 2% dengan waktu reaksi 5 jam. Persen konversi benzil klorida yang didapat pada kondisi tersebut adalah 43,02%. Berikut adalah kurva persen konversi terhadapa waktu dan variasi berat katalis:



Gambar 4.6: Grafik Persen Konversi Benzil klorida

Data persen yield dihitung berdasarkan peak area dari benzil sianida yang didapat dari hasil pengukuran dengan GC.

Tabel 4.5: Hasil Reaksi % Yield dengan 2% variasi berat katalis

	Waktu Reaksi	Area Benzil Sianida	% Yield
Berat	3 jam	755260	1,48%
Katalis 2%	5 jam	1495452	2,94%
270	10 jam	3433107	6,75%

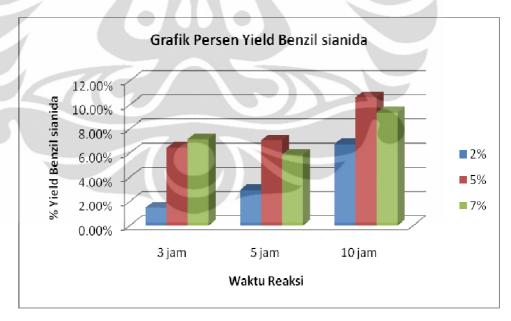
Tabel 4.6: Hasil Reaksi % Yield dengan 5% variasi berat katalis

	Waktu Reaksi	Area Benzil Sianida	% Yield
Berat	3 jam	3278611	6,45%
Katalis 5%	5 jam	3592079	7,06%
3 /0	10 jam	5396829	10,61%

Tabel 4.7: Hasil Reaksi % Yield dengan 7% variasi berat katalis

Danet	Waktu Reaksi	Area Benzil Sianida	% Yield
Berat Katalis	3 jam	3643216	7,16%
7%	5 jam	2982763	5,86%
7 70	10 jam	4759010	9,36%

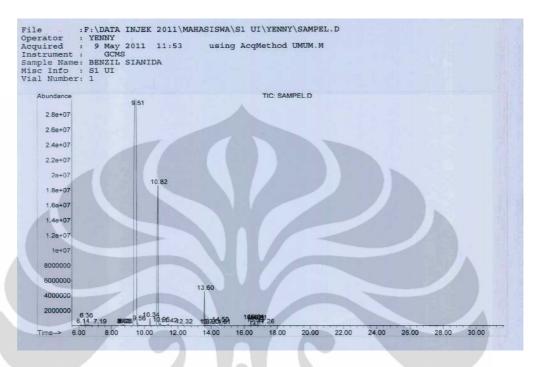
Pada ketiga tabel persen yield diatas, didapat persen yield terbesar berada pada kondisi berat katalis 5% dan waktu reaksi 10 jam. Pada kondisi tersebut persen yield yang didapat sebesar 10,61%.



Gambar 4.7: Grafik Persen Yield Benzil Sianida

Untuk memastikan bahwa reaksi substitusi nukleofilik menghasilkan produk berupa benzil sianida, maka dilakukan pengukuran hasil reaksi dengan menggunakan GC-MS. Pada hasil pengukuran dengan GC-MS didapatkan waktu

retensi untuk benzil sianida adalah 10,82. sedangkan waktu retensi untuk benzil klorida adalah 9,51.



Gambar 4.8: Data Pengukuran Hasil Reaksi dengan GC-MS

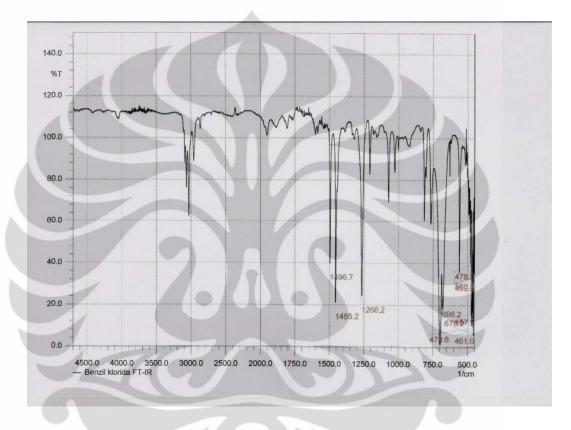
Pada hasil pengukuran dengan GC-MS, didapatkan hasil waktu retensi untuk benzil klorida adalah 9,51 sedangkan waktu retensi untuk benzil sianida adalah 10,82. *Peak* benzil sianida keluar setelah *peak* benzil klorida. Inilah yang dijadikan dasar pada penentuan *peak* benzil sianida pada pengukuran dengan GC.

Luas area sebanding dengan konsentrasi, semakin besar luas area *peak*, maka semakin besar pula reaktan. Dari tabel 4.2 terlihat bahwa pada waktu reaksi 5 jam dan variasi berat katalis 2% yang menghasilkan luas area *peak* yang paling kecil. Ini dapat dikatakan bahwa pada kondisi inilah sisa benzil klorida yang paling kecil, sehingga banyak benzil klorida yang digunakan untuk reaksi.

Dari tabel 4.2, 4.3 dan tabel 4.4 juga terlihat bahwa variasi berat katalis pada 5% dengan waktu reaksi 5 jam menghasilkan luas area benzil klorida yang besar. Padahal seharusnya semakin banyak katalis, reaksi semakin cepat berlangsung ke arah produk. Hal ini bisa terjadi karena katalis yang berlebihan dalam reaksi menghambat laju reaksi pembentukan produk karena terjadi adsorbsi reaktan oleh adanya katalis yang berlebihan sehingga konsentrasi benzil klorida semakin besar.

Hal ini menunjukkan bahwa katalis juga dapat bersifat sebagai inhibitor pada kondisi tertentu dalam jumlah yang berlebih.

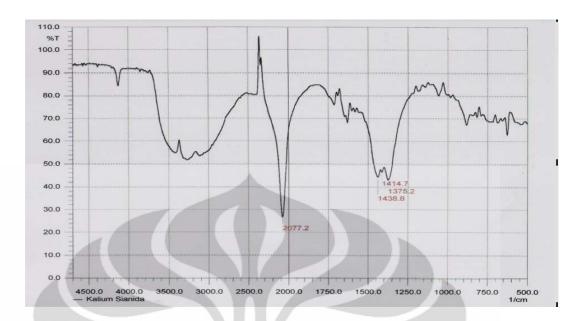
Untuk memastikan bahwa reaksi substitusi nukleofilik ini benar terjadi maka dilakukan pengukuran dengan FT-IR terhadap hasil reaksi dan reaktannya yaitu benzil klorida dan KCN. Berikut adalah FT-IR untuk benzil klorida:



Gambar 4.9: Spektrum FT-IR Reaktan Benzil Klorida

Pada spektrum FT-IR benzil klorida terdapat puncak serapan pada sekitar 3000 cm⁻¹ yang merupakan puncak serapan untuk aromatik. Sedangkan puncak serapan pada 698,2 cm⁻¹ merupakan puncak serapan untuk ikatan C-Cl.

Setelah dilakukan pengukuran FT-IR benzil klorida maka perlu dilakukan pengukuran untuk KCN, untuk mengetahui puncak serapan gugus C≡N.



Gambar 4.10: Spektrum FT-IR Reaktan Kalium Sianida

Pada spektrum FT-IR KCN, terdapat puncak serapan pada 2077,2 cm⁻¹ yang menandakan adanya C≡N. Bila reaksi substitusi nukleofilik benar membentuk benzil sianida maka pada spektrum FT-IR benzil sianida harus terbentuk puncak serapan C≡N tersebut dengan daerah serapan disekitar 2000 cm⁻¹. Berikut adalah spektrum FT-IR hasil reaksi substitusi nukleofilik (benzil sianida)



Gambar 4.11: Spektrum FT-IR Hasil Reaksi Substitusi Nukleofilik

Pada spektrum FT-IR diatas, terbukti bahwa benzil sianida terbentuk, terdapat puncak serapan aromatik pada daerah 3004,9 cm⁻¹, sedangkan pada daerah 2200 cm⁻¹ terdapat puncak serapan untuk C≡N, ini membuktikan bahwa benar terbentuk benzil sianida. Puncak serapan sianida tidak sebesar seperti puncak serapan sianida pada spektra KCN, ini dikarenakan KCN sisa dari reaksi tidak ikut terukur karena mengendap bersamaan dengan katalis. Sedangkan yang diukur adalah hanya cairan atasnya saja. Tetapi pada spektrum diatas masih terdapat puncak serapan C-Cl yaitu pada 702,0 cm⁻¹, ini berarti masih terdapat benzil klorida sisa. Terdapat pula puncak serapan yang besar pada sekitar 1708,8 cm⁻¹, yang merupakan puncak serapan dari ikatan C≕O. Ikatan C=O berasal dari pelarut aseton. Aseton merupakan pelarut pada reaksi substitusi nukelofilik ini.

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

Sebanyak 1,1331 gram KCN, 1,0 mL benzil klorida, 6,0 mL aseton dan 0,04 gram cairan ionik [BMIM]Cl dicampur kemudian diaduk dengan menggunakan stirer selama 5 jam. Reaksi dilakukan selama 5 jam dengan berat cairan ionik 2% dikarenakan pada kondisi inilah reaksi belangsung optimum.

Hasil reaksi diukur dengan GC, dan didapat jumlah *peak* (Lampiran 11) yang lebih banyak bila dibandingkan dengan reaksi yang menggunakan katalis [BMIM]Cl-silika gel. Ini dapat dikatakan bahwa reaksi yang dilakukan dengan katalis [BMIM]Cl menghasilkan banyak produk lain selain benzil sianida. Perlu dilakukan pengukuran dengan GC-MS untuk mengetahui produk apa saja yang terbentuk.

Hal ini menandakan bahwa reaksi dengan katalis [BMIM]Cl-silika gel lebih selektif daripada reaksi dengan katalis [BMIM]Cl. Sifatnya [BMIM]Cl yang sangat reaktif dapat menghasilkan produk samping yang lebih banyak. Dengan begitu, silika gel sebagai bahan pendukung katalis dapat meningkatkan keselektifan reaksi, sehingga tidak banyak produk samping yang terbentuk tetapi hanya benzil sianida saja yang terbentuk.

4.2.3 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida tanpa menggunakan Katalis [BMIM]Cl

Untuk mengetahui bahwa reaksi substitusi nukleofilik ini memerlukan katalis, maka diperlukan kontrol reaksi. Untuk penelitian ini, sebagai kontrol reaksi dilakukan reaksi substitusi nukleofilik tanpa menggunakan katalis.

Sebanyak 1,1331 gram KCN, 1,0mL benzil klorida, dan 6,0 mL aseton, dicampur dan diaduk dengan menggunakan stirer selama 5 jam. Hasil reaksi diukur dengan GC.

Dari hasil pengukuran dengan GC (Lampiran 10), didapatkan 2 *peak*, yaitu *peak* aseton dan *peak* benzil klorida. Dapat dikatakan bahwa reaksi ini tidak menghasilkan produk benzil sianida. Reaksi substitusi nukleofoilik ini merupakan reaksi antara 2 fasa, yaitu fasa anorganik dari KCN dan fasa organik dari benzil klorida. Reaksi 2 fasa ini memerlukan katalis yang dapat menjembatani perbedaan fasa ini, maka diperlukan katalis transfer fasa, dalam hal ini adalah katalis cairan ionik [BMIM]Cl.

4.3 Mekanisme Reaksi

4.3.1 Katalis Cairan Ionik sebagai Katalis Transfer Fasa

Cairan ionik [BMIM]Cl dalam reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan KCN berperan sebagai katalis transfer fasa. Cairan ionik [BMIM]Cl menjembatani antara fasa anorganik dari KCN dan fasa organik dari benzil klorida. 1-butil-3-metil immidazolium merupakan kation dari cairan ionik yang dapat bersifat hidrofobik dengan bertambahnya panjang gugus alkil (R).

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

4.3.2 Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan KCN

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

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

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

- Reaksi pembentukan benzil klorida merupakan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida dengan menggunakan katalis cairan ionik yang sudah diimpregnasi ke dalam silika gel.
- Reaksi substitusi nukleofillik ini merupakan reaksi dua fasa, yaitu fasa anorganik dan fasa organik. Agar reaksi ini dapat berlangsung dengan baik maka diperlukan katalis transfer fasa dimana cairan ionik dapat berperan juga sebagai katalis transfer fasa.
- 3. Kondisi optimum untuk reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis [BMIM]Cl-silika gel tercapai pada waktu 5 jam dengan variasi berat katalis 2 % dari berat total reaktan.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian yang akan datang:

- 1. Diharapkan adanya standar benzil klorida agar hasil pengukuran dengan menggunakan GC dapat dipastikan terbentuknya benzil sianida.
- 2. Perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut untuk silika gel dan katalis [BMIM]Cl-silika gel untuk memastikan bahwa [BMIM]Cl telah terimpregnasi ke dalam silika gel.

DAFTAR PUSTAKA

- 1. Bakri, Ridla, Tresye Utari dan Indra Puspita Sari. *Kaolin Sebagai Sumber SiO*₂ *untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO*₂: *Karakterisasi dan Uji Katalis Pada Hidrogenasi Benzena Menjadi Sikloheksana*. Makara, Sains, Volume 12, nomor 1, April 2008: 37-43.
- 2. Dyson, Paul. J & Tilmann J. Geldbach. 2007. *Applications of Ionic Liquid in Synthesis and Catalysis*. The Electrochemical Society Interface. Spring, 2007
- 3. Earle, Martyn J. & Kenneth R. Seddon. 2001. *Ionic Liquids. Greean Solvents for the Future*. Pure and Applied Chemistry 72. 1391-1398.
- 4. Fessenden, R.J & J.S. Fessenden. 1992. *Kimia Organik Jilid* 2. Terj. Dari *Organic Chemistry*, oleh Pudjaatmaka, A.H. Erlangga, Jakarta.
- 5. Fleming, I & Williams, D.H. 1980. Spectroscopic Methods in Organic Chemistry. McGraw-Hill: London.
- 6. FT-IR. www.wikipedia.org/wiki/ft-ir
- 7. Johnson, Keith E. 2007. *What's an Ionic Liquid*. The Electrochemical Society Interface.
- 8. 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.
- 9. Katalis. www.wikipedia.org/wiki/katalis
- 10. Mc Farlan, A.J., and B.A Morrow. (1991). Infrared evidence for two isolated silanol species on activated silicas. *J. Phys. Chem.*, 1991, 95 (14), pp 5388–5390. http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/j100167a009
- 11. Nyquist <u>Richard A.</u> 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.

- 12. Patmawinata, Kosasih. 1991. *Pengantar Kromatografi*. Terj. Dari *Introductions To Chromatography*. Oleh Giffer, Roy, J, Bobbitt, James, M, Schwarting, Arthur, E. Penerbit ITB Bandung.
- 13. Sebesta, R. Et al. *Catalyst With Ionic Tag and Their Use in Ionic Liquids*. Green Chem., 2008, 10, 484-496.
- 14. Sheldon, Roger. 2001. *Catalytic Reaction in Ionic Liquid*. Laboratory of Organic Chemistry and Catalysis, Delft University of Technology, Julianalaan 136, Delft BL-2628, The Netherlands. The Royal Society of Chemistry. *Chem. Commun.*, 2001, 2399–2407.
- 15. Sunardi. 2006. *Diktat Kuliah Cara-cara Pemisahan*. Departemen Kimia FMIPA UI: Depok.
- 16. Takuya Hashimoto and Keiji Maruoka.(2008). The basic principle of phase transfer catalystand some mechanistic aspect. Weinheim: WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA
- 17. 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
- 18. Tokuda, Hiroyuki et al. 2004. *Physicochemical Properties and Structures of Room Temperature Ionic Liquuids*. 1. Variation of Anionic Species. J. Phys. Chem. 108, 16593-16600
- 19. 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
- 20. Varma, Rajender S & Vasudevan V. Namboodiri. *Solvent-free Preparation of Ionic Liquid Using a Household Microwave Oven*. Pure and Applied Chemistry 73, 1309-1313.
- 21. Wheeler, Christy. 2001. *Ionic liquids as catalytic green solvents for nucleophilic displacement reactions*. School of Chemical Engineering, Georgia Institute of Technology, Atlanta. The Royal Society of Chemistry. Chem. Commun., 2001, 887–888.
- 22. Wibowo, Widayanti. 2004, *Hand Out Kuliah Selekta Kimia Fisik IV*: Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis. Departemen Kimia FMIPA UI: Depok.

Lampiran 1: MSDS Aseton



100014 Aseton

untuk analisis EMSURE® ACS,ISO,Reag. Ph Eur

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

17 January 2011

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga	
1000141000	Botol kaca	11	Rp 735,000	
1000141011	Botol plastik	11	Rp 702,000	
1000142500	Botol kaca	2.5	Rp 375,000	
1000142511	Botol plastik	2.5	Rp 1,462,000	
1000144004	Botol kaca	4 x 4 l	permintaan harga	
1000145000	Botol plastik	51	Rp 2,702,000	
1000146010	Drum baja tahan karat	10 I	Rp 6,823,000	
1000146025	Drum baja tahan karat	25 I	Rp 8,967,000	
1000146190	Drum baja tahan karat	190 I	Rp 35,676,000	
1000149025	Barel baja	25 I	Rp 5,647,000	
1000149180	Barel PE/met	180	Rp 30,759,000	

Harga dapat berubah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

Aksesoris-aksesoris

902698	Pressure safety device 0.5 bar (peralatan perlindungan tekanan 0.5 bar) dengan 2 tabung penghubung (6x8 mm)
964204	Display and alarm device for bottle level sensor
902591	Dip tube untuk drum stainless steel 1901 untuk sistem penarik dengan ulir adapter 2"
964205	$Katup\ pengurang,\ 0,25\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ tabung\ 6\ x\ 8\ mm\ dan\ peranti keamanan\ tekanan\ berlebih\ terintegrasi\ 0.5\ bar\ dengan\ 2\ koneksi\ 4\ konek$
	A. Troublebra access

▶ Tunjukkan semua

Informasi produk

Grade	ACS,ISO,Reag. Ph Eur
Synonyms	Dimethyl ketone, Propanone
Rumus kimia	C ₃ H ₆ O
Formulasi kimia	CH3COCH3
Kode HS	2914 11 00
Nomor EC	200-662-2

 Massa molar
 58.07 g/mol

 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) -95.4 °C Titik leleh 58.07 g/mol Densitas 0.79 g/cm3 (20 °C) 5 - 6 (395 g/l, H₂O, 20 °C) Angka pH 56.2 °C (1013 hPa) Titik didih Tekanan uap 233 hPa (20 °C) Batasan ledakan 2.6 - 12.8 %(V) Titik nyala -18 °C Indeks Refraktif 1.35868 (20 °C) 1000 g/kg Penyerapan air

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)



Č

RTECS AL3150000

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

Disposal

Pelarut organik bebas halogen: wadah A

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 11-36-66-67

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

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

Frase S S 9-16-26

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

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

Jenis-jenis bahaya mudah terbakar, mengiritasi

Hazard Symbol



	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	
Assay (GC)	≥ 99.8 %
Identity (IR)	conforms
Identity B (Ph Eur)	conforms
Identity C (Ph Eur)	conforms
Appearance of solution	conforms
Solubility in water	conforms
Water-insoluble substances	conforms
Colour	≤ 10 Hazen
Density (d 20 °C/20 °C)	0.790 - 0.793
Acidity or alkalinity	conforms
Titrable acid	≤ 0.0002 meq/g
Titrable base	≤ 0.0002 meq/g
Related substances (GC) - Methanol (Impurity A)	≤ 0.05 %
- 2-Propanol (Impurity B)	≤ 0.05 %
- Benzene (Impurity C)	≤ 2 ppm
- other impurity	≤ 0,05 %
Cyclohexane (residual solvent) (GC)	≤ 0.01 %
Diacetone (GC)	≤ 0.02 %
Ethanol (GC)	≤ 0.01 %
Aldehydes (as formaldehyde)	≤ 0.001 %
Substances reducing potassium permanganate (as O)	≤ 0.00025 %
Reducing substances	conforms
Chloride (CI)	≤ 100 ppb
Nitrate (NO ₃)	≤ 100 ppb
Phosphate (PO ₄)	≤ 100 ppb

Sulphoto (SO)	< 100 neb
Sulphate (SO ₄)	≤ 100 ppb
Ag (Silver)	≤ 0.000002 %
Al (Aluminium)	≤ 0.00005 %
As (Arsenic)	≤ 0.000002 %
Au (Gold)	≤ 0.000002 %
B (Boron)	≤ 0.000002 %
Ba (Barium)	≤ 0.00001 %
Be (Beryllium)	≤ 0.000002 %
Bi (Bismuth)	≤ 0.000002 %
Ca (Calcium)	≤ 0.00005 %
Cd (Cadmium)	≤ 0.000005 %
Co (Cobalt)	≤ 0.000002 %
Cr (Chromium)	≤ 0.000002 %
Cu (Copper)	≤ 0.000002 %
Fe (Iron)	≤ 0.00001 %
Ga (Gallium)	≤ 0.000002 %
Ge (Germanium)	≤ 0.000002 %
In (Indium)	≤ 0.000002 %
Li (Lithium)	≤ 0.000005 %
Mg (Magnesium)	≤ 0.00001 %
Mn (Manganese)	≤ 0.000002 %
Mo (Molybdenum)	≤ 0.000002 %
Ni (Nickel)	≤ 0.000002 %
Pb (Lead)	≤ 0.00001 %
Sb (Antimony)	≤ 0.000002 %
Sn (Tin)	≤ 0.00001 %
Ti (Titanium)	≤ 0.000002 %
TI (Thallium)	≤ 0.000002 %
V (Vanadium)	≤ 0.000002 %
Zn (Zinc)	≤ 0.00001 %
Zr (Zirconium)	≤ 0.000002 %
Evaporation residue	≤ 0.0005 %
Water	≤ 0.05 %

© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011

Lampiran 2: MSDS Benzil klorida



845024 Benzil Klorida

untuk sintesis farma, non-GMP

Untuk pertanyaan umum, silakan hubungi Layanan Pelanggan kami:

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

> > 17 January 2011

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga
8450240100	Botol kaca	100 ml	permintaan harga
8450242500	Botol kaca	2.5	permintaan harga
	/ /	Harga danat horu	hah sowaktu waktu tanna nomboritahuan

Informasi produk

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

Data kimia dan fisika

remperatur penyalaan	585 °C
Kelarutan di dalam air	460 mg/l (30 °C)
Titik leleh	-41.2 °C
Massa molar	126.58 g/mol
Densitas	1.10 g/cm ³ (20 °C)
Angka pH	(H ₂ O)
Titik didih	179.3 °C (1013 hPa)
Tekanan uap	1.2 hPa (20 °C)
Batasan ledakan	1.1 - 14 %(V)
Titik nyala	74 °C
Indeks Refraktif	1.5415

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s) H350: Dapat menyebabkan kanker.

H331: Beracun bila terhirup.

H302: Berbahaya jika tertelan.

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

berulang-ulang.

H335: Dapat menyebabkan gangguan alat pernapasan.

H315: Menyebabkan gangguan pada kulit. H318: Menyebabkan kerusakan mata berat.

P201: Peroleh terlebih dahulu instruksi khusus sebelum menggunakan. Precautionary Statement(s)

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

Signal Word Bahaya

Hazard Pictogram(s)





RTFCS XS8925000

Kelas penyimpanan 6.1A Zat-zat mudah terbakar, beracun WGK WGK 3 sangat berbahaya untuk air 9

Disposal

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

Informasi keselamatan kerja

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

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

serius terhadap kesehatan jika terdedah lama dengan menelan.

Frase S

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

jika mungkin).

Jenis-jenis bahaya karsinogenik, Toksik, mengiritasi

Hazard Symbol



Toxic

Informasi Transportasi

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

UN 1738 Benzylchlorid, 6.1 (8), II

Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG UN 1738 BENZYL CHLORIDE, 6.1 (8), II, Segregation Group: 1 (Acids), 10 (Liquid halogenated

hydrocarbons)

Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR UN 1738 BENZYL CHLORIDE, 6.1 (8), II

Data toksikologis LD 50 tertelan LD50 tikus 440 mg/kg Spesifikasi-spesifikasi Colour (visual) colourless Appearance of clear liquid substance (visual) Assay (GC, area%) ≥ 99.0 % Density (d 20 °C/ 4 °C) 1.099 - 1.100 Identity (IR) passes test © Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011

Lampiran 3: MSDS Kalium Sianida



104967 Potassium cyanide (kalium sianida)

GR untuk analisis EMSURE® ACS,Reag. Ph Eur

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

> > 17 January 2011

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga
1049670100	Botol plastik	100 g	permintaan harga
1049670250	Botol plastik	250 g	permintaan harga
1049671000	Botol plastik	1 kg	permintaan harga
		Harga dapat beru	bah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

Informasi produk

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

Data kimia dan fisika

Kelarutan di dalam air	716 g/l (25 °C)
Titik leleh	634 °C
Massa molar	65.12 g/mol
Densitas	1.55 g/cm ³ (20 °C)
Bulk density	750 kg/m ³
Angka pH	11 - 12 (20 g/l, H ₂ O, 20 °C)
Titik didih	1625 °C (1013 hPa)
Tekanan uap	(20 °C)

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

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

EUH032: Mengeluarkan gas sangat beracun jika kena asam.

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

P280: Kenakan sarung tangan pelindung/ pakaian pelindung.

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

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

yang nyaman untuk bernafas.

Signal Word Bahaya

Hazard Pictogram(s)



RTECS TS8750000

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

WGK 3 sangat berbahaya untuk air

Disposal

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

atau E.

Informasi keselamatan kerja

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

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

jangka-panjang dalam lingkungan air.

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

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

petunjuk khusus/lembar data keselamatan.

Jenis-jenis bahaya sangat toksik, berbahaya bagi lingkungan

Hazard Symbol



Verv toxio



Dangerous for the environment

Informasi Transportasi

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

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

(Cyanides)

Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR

UN 1680 POTASSIUM CYANIDE, SOLID, 6.1, I

Data toksikologis

	LD50 tikus 5 mg/kg
LD 50 melalui kulit	LD50 kelinci 14.3 - 33.3 mg/kg
Spesifikasi-spesifikasi	
Assay (argentometric)	≥ 97.0 %
Chloride (CI)	≤ 0.02 %
Phosphate (PO ₄)	≤ 0.005 %
Sulphate (SO ₄)	≤ 0.04 %
Sulphide (S)	≤ 0.0005 %
Thiocyanate (SCN)	≤ 0.01 %
Fe (Iron)	≤ 0.01 %
Na (Sodium)	≤ 0.5 %
Pb (Lead)	≤ 0.0002 %
	Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011
	© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011

Lampiran 4: 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

> > 17 January 2011

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga	
8006580250	Botol kaca	250 ml	Rp 308,000	
8006581000	Botol kaca	11	Rp 851,000	
		Harga dapat beru	oah sewaktu-waktu tanpa pemberitah	uan.

Informasi produk

Rumus kimia	C ₈ H ₂₀ O ₄ Si
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	37 °C

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s)

H226: Cairan dan uap yang mudah terbakar

H332: Membahayakan bila terhirup.

H319: Menyebabkan gangguan mata berat.

H335: Dapat menyebabkan gangguan alat pernapasan.

Precautionary Statement(s)

P210: Jauhkan dari panas/ percikan api/ lidah api/ permukaan-permukaan yang panas - Dilarang

merokok.

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

Signal Word

Peringatan

Hazard Pictogram(s)



RTECS

VV9450000

Kelas penyimpanan

3 Zat-zat cair yang dapat terbakar

WGK

WGK 1 agak berbahaya untuk air

Disposal

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

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 10-20-36/37

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

Jenis-jenis bahaya Hazard Symbol dapat terbakar, berbahaya, mengiritasi



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

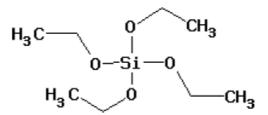
LD 50 tertelan LD50 tikus 6270 mg/kg
LD 50 melalui kulit LD50 kelinci 5860 mg/kg

Spesifikasi-spesifikasi

Assay (GC, area%) ≥ 99 %

Density (d 20 °C/ 4 °C) 0.932 - 0.934

Identity (IR) passes test



Lampiran 5: MSDS HCl



100319 Hydrochloric acid 32%

GR untuk analisis EMSURE®

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

> > 17 January 2011

Nomor produk	Kemasan	Ukuran	Harga
1003191000	Botol kaca	11	Rp 539,000
1003191011	Botol plastik	11	Rp 561,000
1003192500	Botol kaca	2.5	Rp 849,000
1003192511	Botol plastik	2.5	Rp 930,000
1003199025	Wadah plastik	25	Rp 5,033,000
		Harga dapat berul	pah sewaktu-waktu tanpa pemberitahuan.

Aksesoris-aksesoris

101595 Chemizorb® H ⁺ absorben dar	n penetral untuk ditetesi asam, dengan indikato
---	---

Informasi produk

Kode HS 2806 10 00

Data kimia dan fisika

Kelarutan di dalam air	(20 °C)
Titik leleh	-40 °C
Densitas	1.16 g/cm ³ (20 °C)
Angka pH	< - 1 (H ₂ O, 20 °C)
Titik didih	83 - 90 °C
Tekanan uap	21.3 hPa (20 °C)

Informasi keselamatan berdasarkan GHS

Hazard Statement(s)	H314: Menyebabkan luka bakar pada kulit dan kerusakan mata yang serius.
	H335: Dapat menyebabkan gangguan alat pernapasan.

H290: Dapat merusak logam-logam.

Precautionary Statement(s) P280: Kenakan sarung tangan/ pelindung mata/ pelindung wajah.

P301 + P330 + P331: JIKA TERTELAN: Berkumurlah. JANGAN memancing muntah.

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

Signal Word

Hazard Pictogram(s)

Bahaya





Kelas penyimpanan

WGK

Disposal

8 B Tidak mudah terbakar, zat korosif

WGK 1 agak berbahaya untuk air

12

Asam-asam anorganik dan anhidrida pertama-tama harus diencerkan atau dihidrolisa dengan diaduk hati-hati ke dalam air es, kemudian dinetralisir (sarung tangan pelindung, lemari uap!) dengan larutan natrium hidroksida (Kat. No. 105587). Sebelum dimasukkan ke dalam ke wadah D, periksa derajat keasaman (pH) dengan indikator pH universal (Kat. No. 109535). Asam sulfat yang mudah menguap harus diaduk dan diteteskan secara hati-hati ke dalam 40 % asam sulfat (Kat. No. 109286). Pastikan gunakan es secukupnya untuk pendinginan! Jika sudah cukup dingin, perlakukan asam sulfat pekat seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Seiring dengan prosedur ini, anhydrida yang lain dapat dikonversikan ke asam-asam turunannya. Gas-gas asam (hidrogen bromida, hidrogen klorida dan hidrogen iodida, klorin, fosgen, belerang dioksida) harus dibuihkan ke dalam larutan natrium hidroksida encer dan setelah dinetralisir, tampung ke dalam wadah D.

Informasi keselamatan kerja

Frase R R 34-37

Mengakibatkan luka bakar.Mengiritasi sistem pernapasan.

Frase S S 26-36/37/39-45

Jika kena mata, segera bilas dengan banyak air dan dapatkan bantuan medis.Pakai pakaian pelindung, sarung tangan, dan pelindung mata/wajah yang sesuai.Jika terjadi kecelakaan atau jika merasa tidak enak badan, segera dapatkan bantuan medis (tunjukkan label jika mungkin).

Jenis-jenis bahaya

Hazard Symbol



korosif

Corrosive

Informasi Transportasi

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

Pernyataan (transportasi melalui laut) Kode-IMDG

UN 1789 HYDROCHLORIC ACID, 8, II, Segregation Group: 1 (Acids)

UN 1789 Chlorwasserstoffsäure, 8, II

UN 1789 HYDROCHLORIC ACID, 8, II

Pernyataan (transportasi melalui udara) IATA-DGR

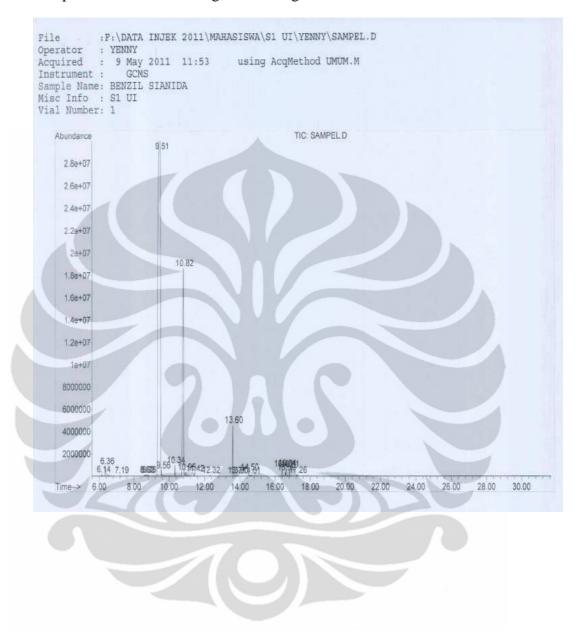
Spesifikasi-spesifikasi

 $Assay (alkalimetric) \qquad \geq 32.0 \ \%$ $Colour \qquad \leq 10 \ Hazen$ $Bromide (Br) \qquad \leq 50 \ ppm$ $Free \ chlorine (Cl) \qquad \leq 0.5 \ ppm$ $Phosphate (PO_4) \qquad \leq 0.5 \ ppm$ $Sulphate (SO_4) \qquad \leq 1 \ ppm$ $Sulfite (SO_9) \qquad \leq 1 \ ppm$

Ag (Silver) ≤ 0.05 ppm Al (Aluminium) ≤ 0.05 ppm As (Arsenic) ≤ 0.01 ppm Au (Gold) ≤ 0.05 ppm Ba (Barium) ≤ 0.02 ppm Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Bi (Bismuth) ≤ 0.02 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Co (Cobalt) ≤ 0.01 ppm Cr (Chromium) ≤ 0.02 ppm Fe (Iron) ≤ 0.1 ppm Ga (Gallium) ≤ 0.05 ppm Ge (Germanium) ≤ 0.02 ppm Hg (Mercury) ≤ 0.01 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.01 ppm Li (Lithium) ≤ 0.05 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.05 ppm Mn (Manganese) ≤ 0.01 ppm Mo (Molybdenum) ≤ 0.05 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm NH ₄ (Ammonium) ≤ 1 ppm Na (Sodium) ≤ 0.02 ppm Pb (Lead) ≤ 0.01 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.01 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Ti (Zinc) ≤ 0.05 ppm Ar (Zirconium) ≤ 0.02 ppm Residue on ignition (as SO ₄) ≤ 5 ppm Date of expiry: see product label		
As (Arsenic) ≤ 0.01 ppm Au (Gold) ≤ 0.05 ppm Ba (Barium) ≤ 0.02 ppm Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Ca (Calcium) ≤ 0.2 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Co (Cobalt) ≤ 0.01 ppm Cr (Chromium) ≤ 0.02 ppm Cu (Copper) ≤ 0.02 ppm Fe (Iron) ≤ 0.1 ppm Ga (Gallium) ≤ 0.05 ppm Ge (Germanium) ≤ 0.05 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.01 ppm Li (Lithium) ≤ 0.05 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mg (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Nn (Sodium) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.01 ppm Ni (Nickel) ≤ 0.02 ppm Pb (Lead) ≤ 0.01 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Ti (Thallium) ≤ 0.02 ppm Ti (Thallium) ≤ 0.02 ppm Ti (Thallium) ≤ 0.02 ppm Zr (Zirconium) ≤ 0.05 ppm Residue on ignition (as SO₄) ≤ 5 ppm	Ag (Silver)	≤ 0.05 ppm
Au (Gold) ≤ 0.05 ppm Ba (Barium) ≤ 0.02 ppm Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Bi (Bismuth) ≤ 0.02 ppm Ca (Calcium) ≤ 0.2 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Co (Cobalt) ≤ 0.01 ppm Cr (Chromium) ≤ 0.02 ppm Cu (Copper) ≤ 0.02 ppm Fe (Iron) ≤ 0.1 ppm Ga (Gallium) ≤ 0.05 ppm Ge (Germanium) ≤ 0.05 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.1 ppm Li (Lithium) ≤ 0.05 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.01 ppm Ni (Nickel) ≤ 0.02 ppm Pt (Platinum) ≤ 0.02 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.01 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Zr (Zirconium) ≤ 0.05 ppm Zr (Zirconium) ≤ 0.05 ppm Residue on ignition (as SO ₄) ≤ 5 ppm	Al (Aluminium)	≤ 0.05 ppm
Ba (Barium) ≤ 0.02 ppm Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Bi (Bismuth) ≤ 0.02 ppm Ca (Calcium) ≤ 0.2 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Co (Cobalt) ≤ 0.01 ppm Cr (Chromium) ≤ 0.02 ppm Cu (Copper) ≤ 0.02 ppm Fe (Iron) ≤ 0.1 ppm Ga (Gallium) ≤ 0.05 ppm Ge (Germanium) ≤ 0.05 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.01 ppm Li (Lithium) ≤ 0.05 ppm Mn (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mn (Manganese) ≤ 0.01 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.02 ppm Ni (Nickel) ≤ 0.02 ppm Pb (Lead) ≤ 0.01 ppm Sr (Strontium) ≤ 0.02 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm	As (Arsenic)	≤ 0.01 ppm
Be (Beryllium) ≤ 0.02 ppm Bi (Bismuth) ≤ 0.02 ppm Ca (Calcium) ≤ 0.2 ppm Cd (Cadmium) ≤ 0.01 ppm Co (Cobalt) ≤ 0.01 ppm Cr (Chromium) ≤ 0.02 ppm Cu (Copper) ≤ 0.02 ppm Fe (Iron) ≤ 0.1 ppm Ga (Gallium) ≤ 0.05 ppm Ge (Germanium) ≤ 0.05 ppm In (Indium) ≤ 0.05 ppm K (Potassium) ≤ 0.01 ppm Li (Lithium) ≤ 0.01 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mg (Magnesium) ≤ 0.01 ppm Mn (Manganese) ≤ 0.01 ppm Mn (Molybdenum) ≤ 0.01 ppm Na (Sodium) ≤ 0.2 ppm Ni (Nickel) ≤ 0.2 ppm Ni (Nickel) ≤ 0.02 ppm Pt (Platinum) ≤ 0.01 ppm Sr (Strontium) ≤ 0.01 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Ti (Thallium) ≤ 0.02 ppm Ti (Thallium) ≤ 0.02 ppm Ti (Titanium) ≤ 0.02 ppm Zr (Zirco) ≤ 0.05 ppm Residue on ignition (as SO ₄) ≤ 5 ppm	Au (Gold)	≤ 0.05 ppm
$\begin{array}{lll} \text{Bi (Bismuth)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ca (Calcium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Cd (Cadmium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Cd (Cadmium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Co (Cobalt)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Cr (Chromium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Cu (Copper)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Fe (Iron)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Ga (Gallium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Ge (Germanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Hg (Mercury)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{In (Indium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{K (Potassium)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$	Ba (Barium)	≤ 0.02 ppm
$ \begin{array}{llllllllllllllllllllllllllllllllllll$	Be (Beryllium)	≤ 0.02 ppm
$ \begin{array}{llllllllllllllllllllllllllllllllllll$	Bi (Bismuth)	≤ 0.02 ppm
$ \begin{array}{llllllllllllllllllllllllllllllllllll$	Ca (Calcium)	≤ 0.2 ppm
$\begin{array}{lll} \text{Cr (Chromium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Cu (Copper)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Fe (Iron)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Ga (Gallium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Ge (Germanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Hg (Mercury)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{In (Indium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{K (Potassium)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$	Cd (Cadmium)	≤ 0.01 ppm
$\begin{array}{lll} \text{Cr (Chromium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Cu (Copper)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Fe (Iron)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Ga (Gallium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Ge (Germanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Hg (Mercury)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{In (Indium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{K (Potassium)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$	Co (Cobalt)	≤ 0.01 ppm
$ Fe (Iron) & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ Ga (Gallium) & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ Ge (Germanium) & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ Hg (Mercury) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ In (Indium) & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ K (Potassium) & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ Li (Lithium) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Mg (Magnesium) & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ Mn (Manganese) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Mo (Molybdenum) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Na (Sodium) & \leq 1 \text{ ppm} \\ Na (Sodium) & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ Ni (Nickel) & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ Pb (Lead) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Pt (Platinum) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Ti (Titanium) & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ Ti (Thallium) & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ V (Vanadium) & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ Zn (Zinc) & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ Zr (Zirconium) & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ Residue on ignition (as SO_4) & \leq 5 \text{ ppm} $	Cr (Chromium)	≤ 0.02 ppm
$ Fe (Iron) & \leq 0.1 ppm \\ Ga (Gallium) & \leq 0.05 ppm \\ Ge (Germanium) & \leq 0.02 ppm \\ Hg (Mercury) & \leq 0.01 ppm \\ In (Indium) & \leq 0.05 ppm \\ K (Potassium) & \leq 0.1 ppm \\ Li (Lithium) & \leq 0.01 ppm \\ Mg (Magnesium) & \leq 0.05 ppm \\ Mn (Manganese) & \leq 0.01 ppm \\ Mo (Molybdenum) & \leq 0.01 ppm \\ NH_4 (Ammonium) & \leq 1 ppm \\ Na (Sodium) & \leq 0.2 ppm \\ Ni (Nickel) & \leq 0.02 ppm \\ Pb (Lead) & \leq 0.01 ppm \\ Pt (Platinum) & \leq 0.01 ppm \\ Sr (Strontium) & \leq 0.02 ppm \\ Ti (Titanium) & \leq 0.02 ppm \\ Ti (Thallium) & \leq 0.02 ppm \\ V (Vanadium) & \leq 0.05 ppm \\ Zn (Zinc) & \leq 0.05 ppm \\ Zr (Zirconium) & \leq 0.02 ppm \\ Residue on ignition (as SO_4) & \leq 5 ppm$	Cu (Copper)	≤ 0.02 ppm
$\begin{array}{lll} \text{Ga (Gallium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Ge (Germanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Hg (Mercury)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{In (Indium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{K (Potassium)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mn (Manganese)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 1 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{lll} \text{Ge (Germanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Hg (Mercury)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{In (Indium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{K (Potassium)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mn (Manganese)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{No (Molybdenum)} & \leq 1 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
Hg (Mercury) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ In (Indium) $\leq 0.05 \text{ ppm}$ K (Potassium) $\leq 0.11 \text{ ppm}$ Li (Lithium) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Mg (Magnesium) $\leq 0.05 \text{ ppm}$ Mn (Manganese) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Mo (Molybdenum) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ NH4 (Ammonium) $\leq 1 \text{ ppm}$ Na (Sodium) $\leq 0.2 \text{ ppm}$ Ni (Nickel) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Pb (Lead) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Pt (Platinum) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Sr (Strontium) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Ti (Titanium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ V (Vanadium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Zn (Zinc) $\leq 0.05 \text{ ppm}$ Zr (Zirconium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Residue on ignition (as SO_4) $\leq 5 \text{ ppm}$		
$\begin{array}{llllllllllllllllllllllllllllllllllll$		
$ \begin{array}{llllllllllllllllllllllllllllllllllll$		
$\begin{array}{lll} \text{Li (Lithium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mn (Manganese)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{No (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{NH}_{4} (\text{Ammonium}) & \leq 1 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as $SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{lll} \text{Mg (Magnesium)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Mn (Manganese)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{NH}_{4} (\text{Ammonium}) & \leq 1 \text{ ppm} \\ \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as $SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{lll} & \text{Mn (Manganese)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ & \text{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ & \text{NH}_4 \text{ (Ammonium)} & \leq 1 \text{ ppm} \\ & \text{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \text{ ppm} \\ & \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ & \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ & \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ & \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ & \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ & \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ & \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ & \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ & \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ & \text{Residue on ignition (as $SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{lll} \mbox{Mo (Molybdenum)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{NH}_{4} \mbox{ (Ammonium)} & \leq 1 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Na (Sodium)} & \leq 0.2 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Zr (Zinc)} & \leq 0.05 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Residue on ignition (as $SO_4)} & \leq 5 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Sppm} &$		
$\begin{array}{lll} \operatorname{NH_4}\left(\operatorname{Ammonium}\right) & \leq 1 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Na}\left(\operatorname{Sodium}\right) & \leq 0.2 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Ni}\left(\operatorname{Nickel}\right) & \leq 0.02 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Pb}\left(\operatorname{Lead}\right) & \leq 0.01 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Pt}\left(\operatorname{Platinum}\right) & \leq 0.1 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Sr}\left(\operatorname{Strontium}\right) & \leq 0.01 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Ti}\left(\operatorname{Titanium}\right) & \leq 0.02 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Ti}\left(\operatorname{Thallium}\right) & \leq 0.02 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{V}\left(\operatorname{Vanadium}\right) & \leq 0.01 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Zn}\left(\operatorname{Zinc}\right) & \leq 0.05 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Zr}\left(\operatorname{Zirconium}\right) & \leq 0.02 \operatorname{ppm} \\ \operatorname{Residue on ignition}\left(\operatorname{as}\operatorname{SO_4}\right) & \leq 5 \operatorname{ppm} \\ \end{array}$		
Na (Sodium) $\leq 0.2 \text{ ppm}$ Ni (Nickel) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Pb (Lead) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Pt (Platinum) $\leq 0.1 \text{ ppm}$ Sr (Strontium) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Ti (Titanium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Ti (Thallium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ V (Vanadium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Zn (Zinc) $\leq 0.05 \text{ ppm}$ Zr (Zirconium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Residue on ignition (as SO_4) $\leq 5 \text{ ppm}$		
$\begin{array}{lll} \text{Ni (Nickel)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO_4)} & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$, ,	
$\begin{array}{lll} \mbox{Pb (Lead)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \mbox{ ppm} \\ \mbox{Residue on ignition (as $SO_4)} & \leq 5 \mbox{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{ll} \text{Pt (Platinum)} & \leq 0.1 \text{ ppm} \\ \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Ti (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO}_4) & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array}$		
$\begin{array}{lll} \text{Sr (Strontium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \hline \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \hline \text{TI (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \hline \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \hline \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \hline \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \hline \text{Residue on ignition (as SO}_4) & \leq 5 \text{ ppm} \\ \hline \end{array}$		
$ \begin{array}{ll} \text{Ti (Titanium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Tl (Thallium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{V (Vanadium)} & \leq 0.01 \text{ ppm} \\ \text{Zn (Zinc)} & \leq 0.05 \text{ ppm} \\ \text{Zr (Zirconium)} & \leq 0.02 \text{ ppm} \\ \text{Residue on ignition (as SO}_4) & \leq 5 \text{ ppm} \\ \end{array} $		
TI (Thallium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ V (Vanadium) $\leq 0.01 \text{ ppm}$ Zn (Zinc) $\leq 0.05 \text{ ppm}$ Zr (Zirconium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Residue on ignition (as SO ₄) $\leq 5 \text{ ppm}$		
V (Vanadium) ≤ 0.01 ppm Zn (Zinc) ≤ 0.05 ppm Zr (Zirconium) ≤ 0.02 ppm Residue on ignition (as SO_4) ≤ 5 ppm		
Zn (Zinc) ≤ 0.05 ppm Zr (Zirconium) ≤ 0.02 ppm Residue on ignition (as SO_4) ≤ 5 ppm	,	
Zr (Zirconium) $\leq 0.02 \text{ ppm}$ Residue on ignition (as SO_4) $\leq 5 \text{ ppm}$,	
Residue on ignition (as SO ₄) ≤ 5 ppm		
•		
Date of expiry: see product label	Residue on ignition (as SO ₄)	≤ 5 ppm
	Date of expiry: see product labe	j l

© Merck KGaA, Darmstadt, Germany, chemicals(at)merck.co.id, 2011

Lampiran 6: Data Hasil Pengukuran dengan GC-MS

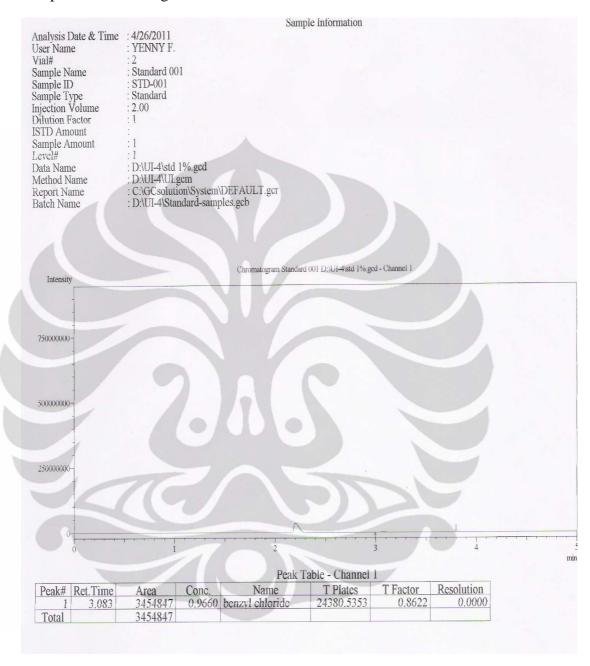


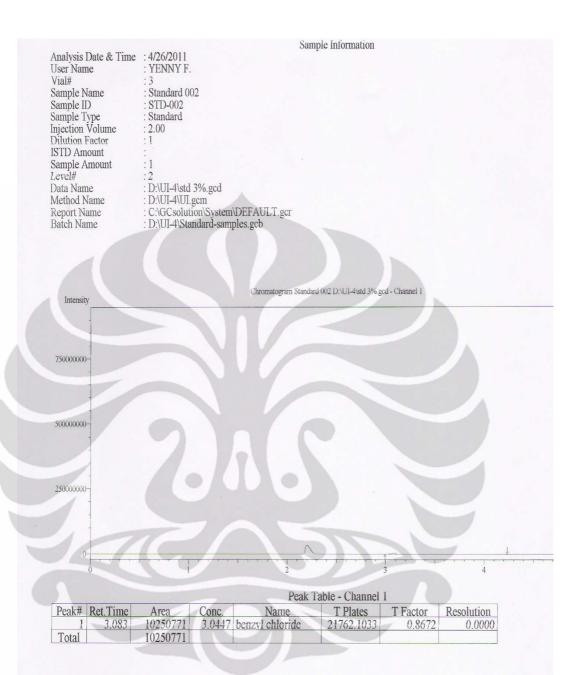


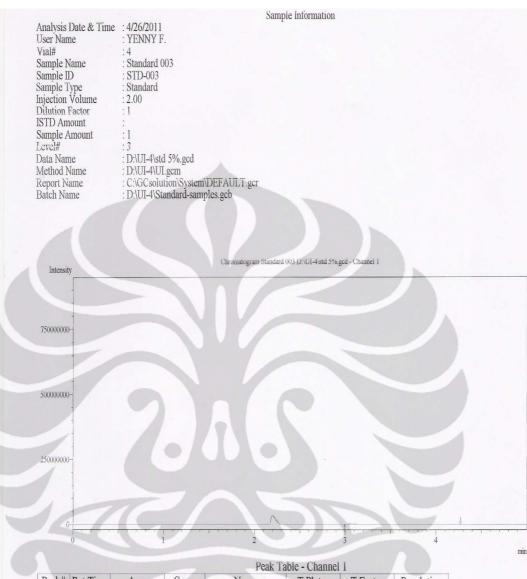
Lampiran 7: Kromatogram GC-Blanko



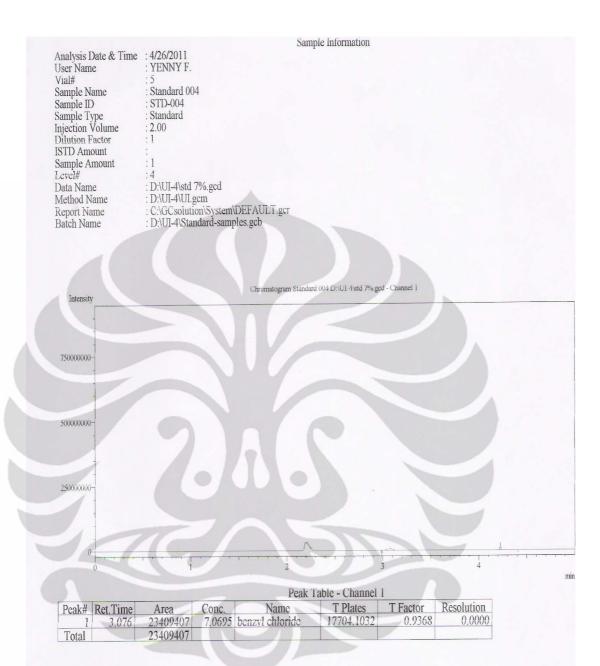
Lampiran 8: Kromatogram GC-Standard Benzil klorida

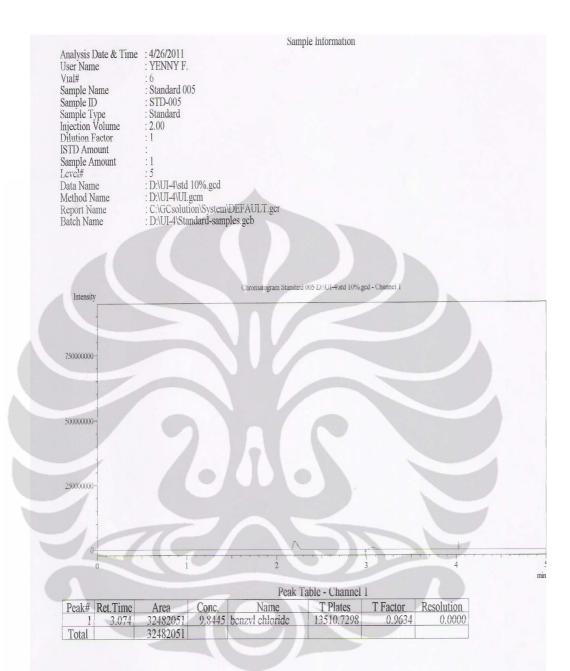


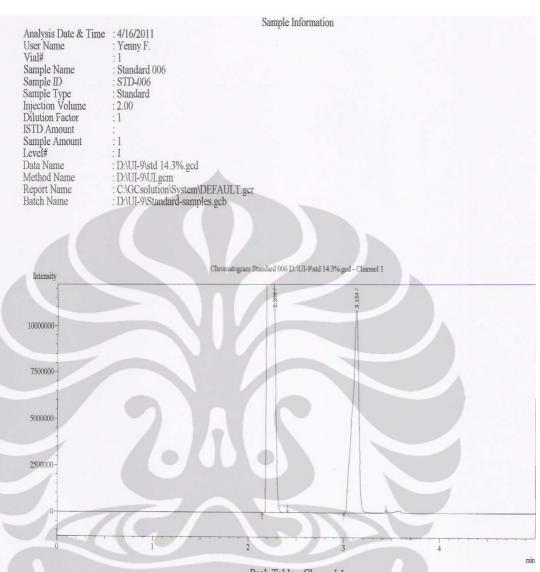




	Peak Table - Channel T							
Peak#	Ret.Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution	
1	3.076	16768458	5.0382	benzyl chloride	20151.0061	0.9721	0.0000	
Total		16768458						

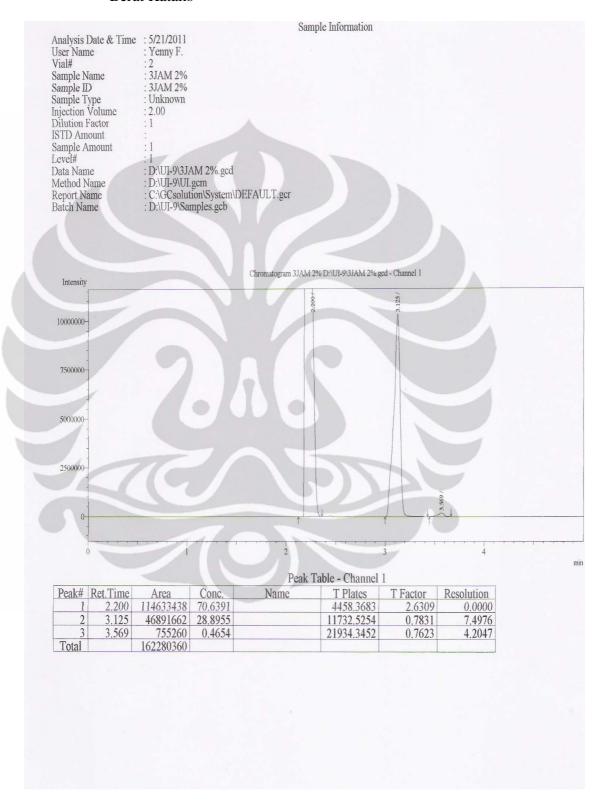


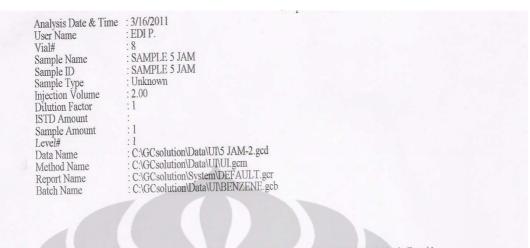


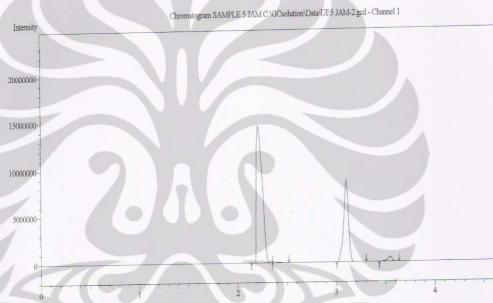


Peak#			Table - Channel	le - Channel I			
	Ret.Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution
1	2.200	112550111	0.0000		4702,4991	2.6358	0.0000
2	3.124	50867241	0.0000		10258.0121	0,7838	7.3602
Total		163417352				017000	7,2002

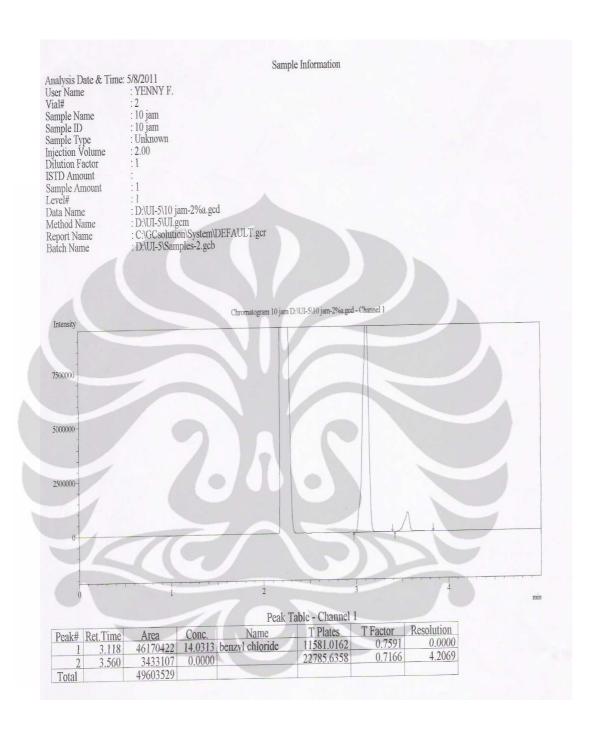
Lampiran 9: Kromatogram GC-Reaksi Substitusi Nukleofilik Variasi Waktu dan Berat Katalis

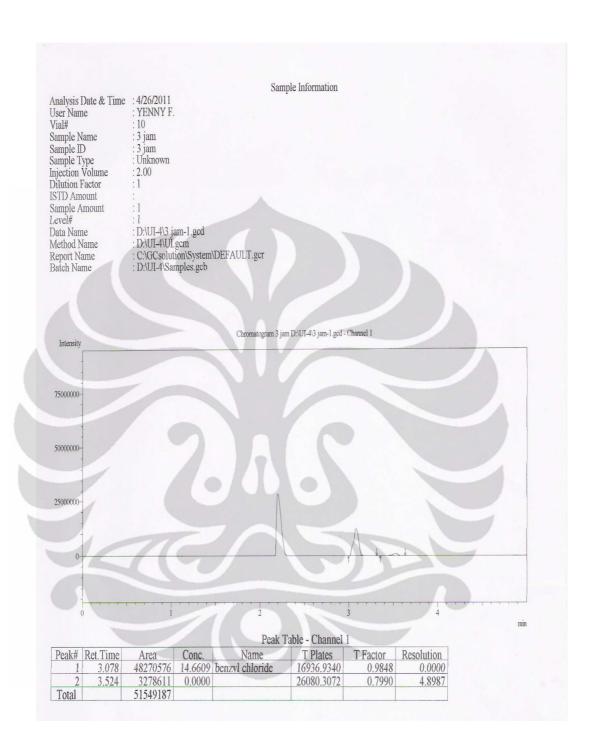


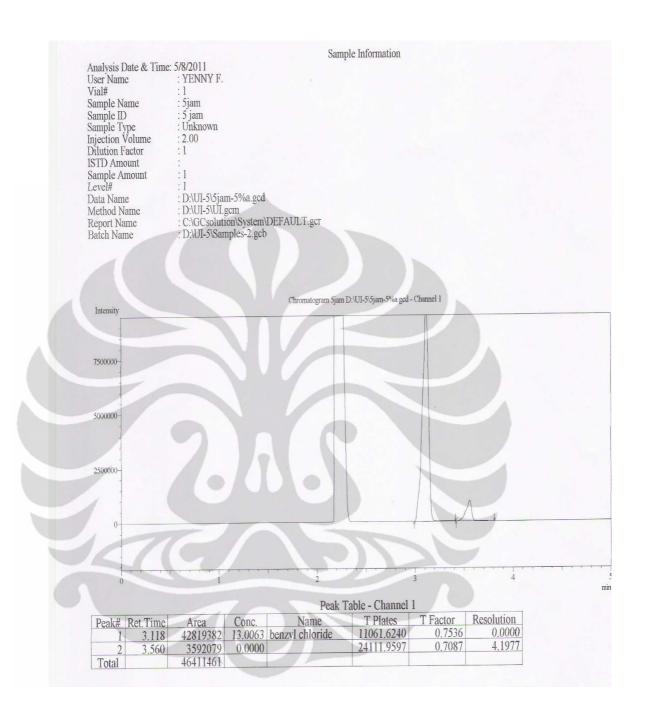


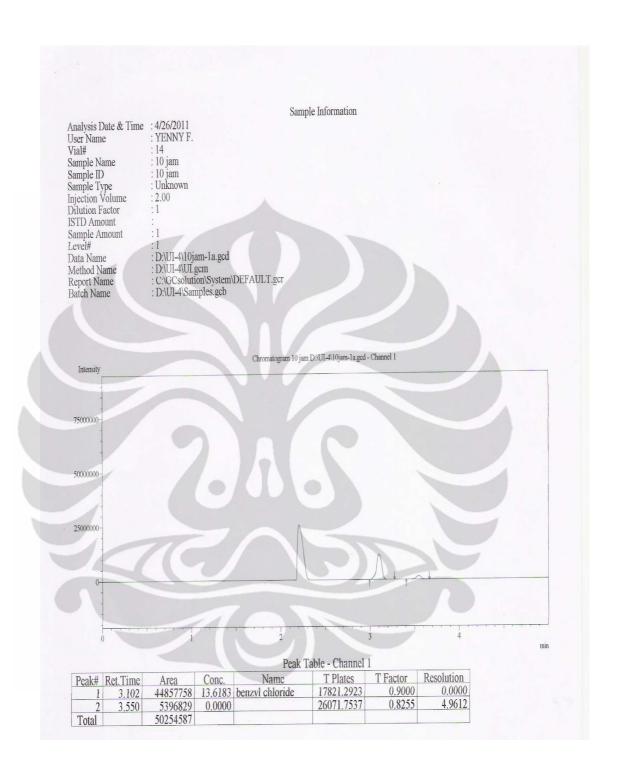


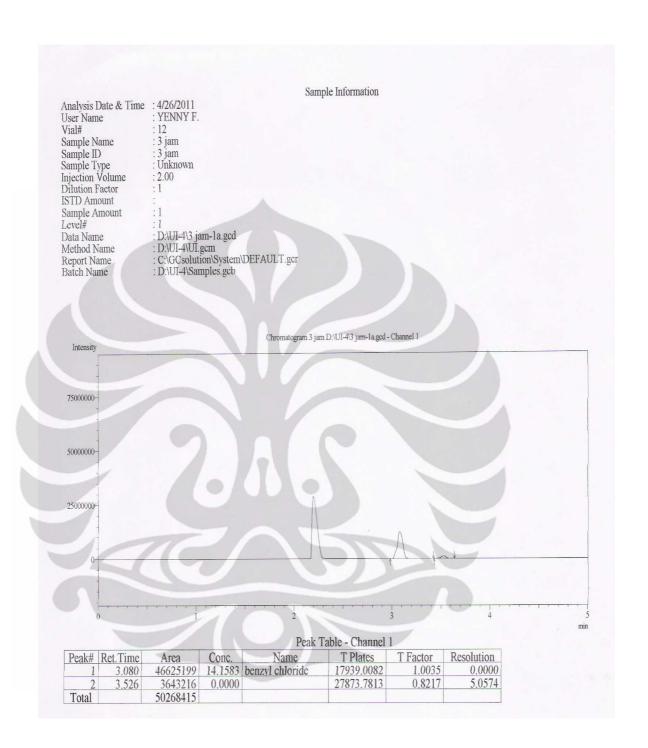
			Peak Table - Channel 1					
Peak#	Ret Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution	
1 Cak#	2.212	59877280		ACETONE	4733.8053	1.7272	0.0000	
2	2.421	148537	0.0000		14103.8101	0.0000	1.9915	
3	3.100	28976089		BENZIL CHLORID	18519.6823	0.8562	7.8854	
4	3.542	1495452	0.0000		33773.9753	0.7700	5.2716	
Total	5.512	90497358						

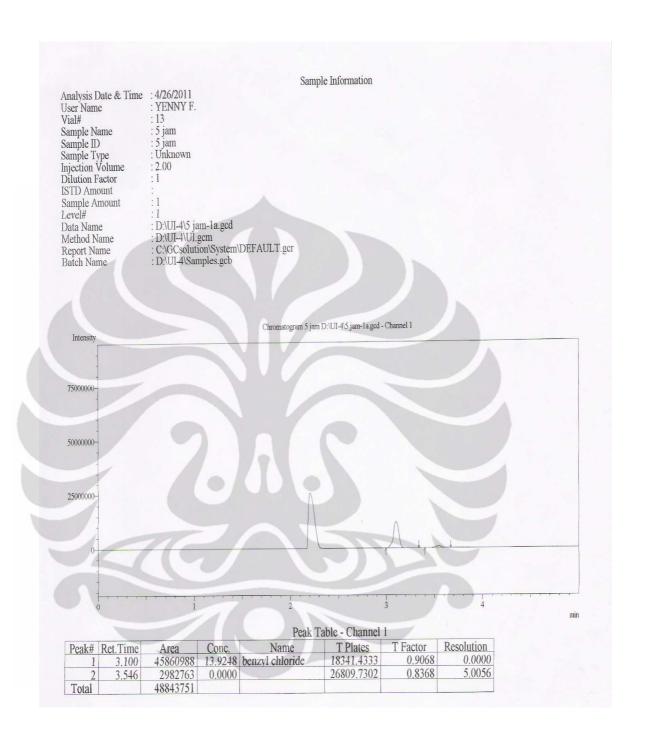


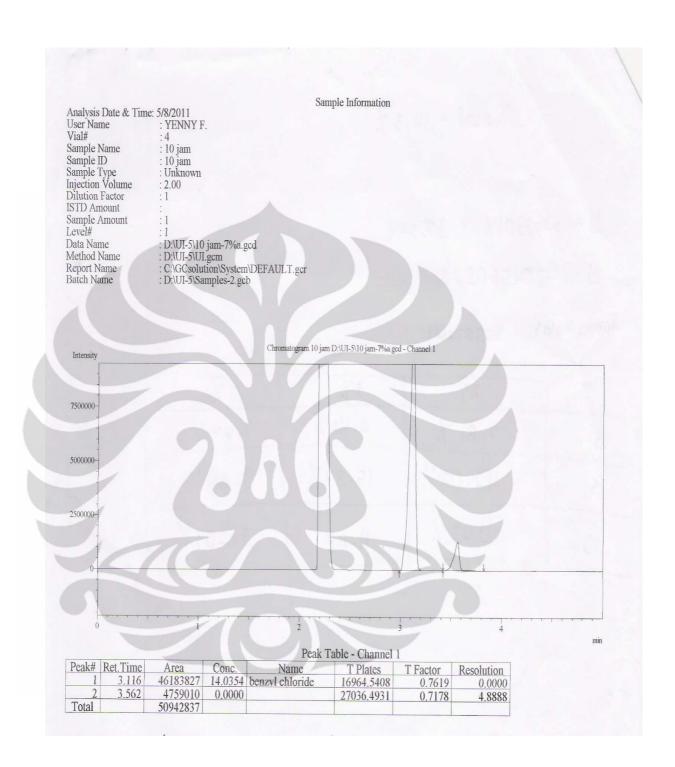




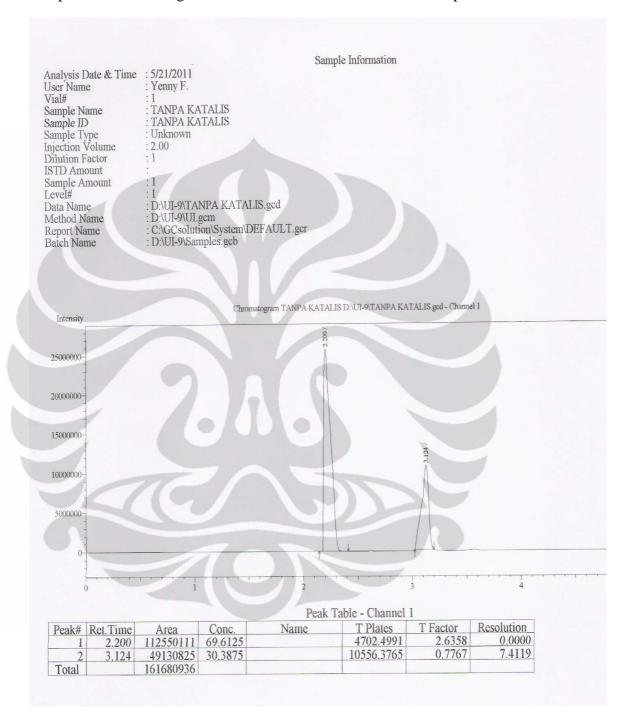








Lampiran 10: Kromatogram GC-Reaksi Substitusi Nukleofilik tanpa katalis



Lampiran 11: Kromatogram GC-Reaksi Substitusi Nukleofilik dengan Katalis [BMIM]Cl

