



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ALKILASI BENZENA DENGAN
DIKLOROMETANA MENGGUNAKAN KATALIS
CAIRAN IONIK**

SKRIPSI

YULIGA SETYAWATI

0706263574

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ALKILASI BENZENA DENGAN
DIKLOROMETANA MENGGUNAKAN KATALIS
CAIRAN IONIK**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

YULIGA SETYAWATI

0706263574

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Yuliga setyawati

NPM : 0706263574

Tanda Tangan : 

Tanggal : Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Yuliga Setyawati
NPM : 0706263574
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul Skripsi : Studi Reaksi Alkilasi Benzena dengan
Diklorometana menggunakan Katalis Cairan Ionik

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

DEWAN PENGUJI

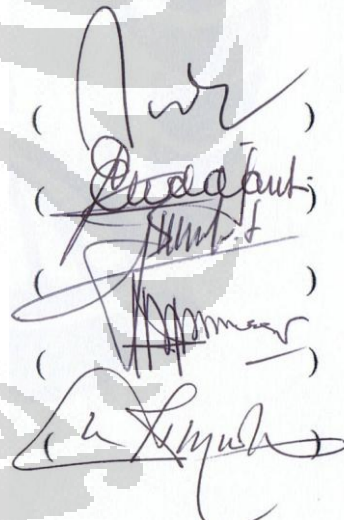
Pembimbing 1 : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si

Pembimbing 2 : Dr. rer. nat. Widayanti Wibowo

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

Penguji : Dr. Ismunaryo. M, M.Phil



(*[Signature]*)
(*[Signature]*)
(*[Signature]*)
(*[Signature]*)
(*[Signature]*)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah swt, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tugas skripsi dengan judul **Studi Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis Cairan Ionik**. Skripsi ini ditulis dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Science Jurusan Kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan berbagai pihak dari awal perkuliahan hingga penyusunan skripsi ini, tidaklah mudah bagi penulis untuk menyelesaikannya. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar besarnya kepada:

1. Ir. Widyastuti Samadi, M. Si dan Dr. rer. nat Widajanti Wibowo selaku Pembimbing yang telah memberikan waktu, tenaga dan pikiran dalam membimbing dan dengan sabar mengarahkan penulis selama penelitian
2. Ir. Antonius Herry Cahyana selaku Pembimbing Akademis yang telah memberikan nasihat nasihat pada masa perkuliahan serta saran selama penelitian
3. Dr. Ridla Bakri, M. Phil selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI, Ibu Dra. Tresye Utari, M. Si selaku Koordinator Penelitian serta seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah banyak memberikan ilmu yang bermanfaat
4. Ir. Hedi Surahman, M Si selaku Koordinator Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA UI, para staf dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI (Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema, Mba Tri, Mba Elfa, Pak Kiri, Pak Min, Babe, Pak Mul, Pak Saleh, Pak Marji, dan yang tak bisa disebutkan satu persatu) yang telah membantu dalam kebutuhan Penulis dalam penelitian

5. Kak Alfin, Kak Rasyid, Kak Puji, Ka Agus, Daniel, Dio dan staf afiliasi yang telah membantu penulis dalam pengukuran dengan instrumentasi
6. Pak Jaswanto dan Ibu Eva dari Puslabfor Mabes Polri yang telah membantu dalam pengukuran GC-MS dan memberikan saran dalam penelitian
7. Ibu Ines dan Mba Riris dari PUSARPEDAL PUSPIPTEK yang telah membantu dalam pengukuran GC-MS
8. Ibu, bapak dan adik yang telah memberikan perhatian dan dukungan kepada penulis yang senantiasa mendoakan penulis dengan tulus hingga bisa menyelesaikan tugas akhir ini
9. Teman seperjuangan sepenelitian, Rani Afrianti yang telah memberikan saran, nasihat selama penelitian dan senda gurau yang melengkapi penelitian ini
10. Teman teman penelitian lantai 3 dan 4(Sisil, Rosa, Santy, Ikor, Sapi, Rohman, Widya, Sabil, Putri , Wahyu, kimia 2008, dll), lab kering(Ardila, Adi, dll), Hesty, Riri, Awe, Ikan makasi atas saran sarannya dan Ari, Intan, Dante makasi atas jurnal jurnalnya, temen pulang naek kereta Yomi makasi ya atas ceritanya, teman teman kimia 2007 makasi atas dukungannya

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini tentunya banyak kekurangan. Kritik dan saran yang membangun akan senantiasa dibutuhkan penulis. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk penelitian selanjutnya.

Penulis

2012

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS
AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, penulis yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Yuliga Setyawati
NPM : 0706263574
Program Studi : S1 Reguler
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 penulis yang berjudul :

Studi Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis Cairan Ionik

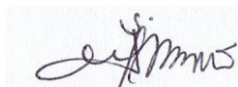
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir penulis selama tetap mencantumkan nama penulis sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini penulis buat dengan sebenar-benarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Januari 2012

Yang menyatakan



(Yuliga Setyawati)

Abstrak

Nama : Yuliga Setyawati
Program Studi : S1 Kimia
Judul : Studi Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis Cairan Ionik

Dalam penelitian ini, reaksi alkilasi benzena dengan asam lewis AlCl_3 menggunakan diklorometana sebagai *electrophilic agent* dan cairan ionik sebagai katalis. Asam lewis AlCl_3 didikombinasikan dengan cairan ionik membentuk katalis cairan ionik asam. Katalis cairan ionik asam dibuat dengan perbandingan mol $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ 1:1,8. Katalis ini dikarakterisasi dengan FTIR. Hasil karakterisasi menunjukkan serapan =CN pada $1340,53 \text{ cm}^{-1}$ dan serapan C-Cl pada $752,24 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu, katalis AlCl_3 dan $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ diimpregnasi ke dalam silika gel untuk membentuk AlCl_3 -silika gel dan $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel. Hasil karakterisasi katalis ini dengan FTIR menunjukkan serapan Si-O-Si pada $1083,99 \text{ cm}^{-1}$ dan serapan Si-O-Al pada $418,12 \text{ cm}^{-1}$. Reaksi Alkilasi dilakukan dengan variasi waktu dan suhu. Produk reaksi dianalisis dengan GC dan menunjukkan persen konversi benzena dengan waktu reaksi 3 jam masing-masing sebesar 27,04% pada suhu 30°C menggunakan katalis AlCl_3 dan 24,64 % pada suhu 10°C menggunakan katalis cairan ionik asam. Konversi dengan AlCl_3 -silika gel menunjukkan konversi benzena sebesar 21,42% dan 0% menggunakan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel. Identifikasi produk dilakukan dengan GC-MS dan menunjukkan terbentuknya benzil klorida sebagai produk intermediet.

Kata kunci : Alkilasi, benzena, cairan ionik asam, diklorometana
xiii + 61 halaman; 21 gambar ; 9 lampiran
Daftar Pustaka : 26 (1995-2011)

Abstract

Name : Yuliga Setyawati
Program Study : Chemistry
Title : Study on the Alkylation Reaction of Benzene with
Dichloromethane Using Ionic Liquid Catalysts

In this study, the alkylation reaction of benzene with Lewis acid AlCl_3 was conducted using Dichloromethane as the electrophilic agent and ionic liquid $[\text{bmim}]\text{Cl}$ as catalyst. The Lewis acid AlCl_3 was combined with $[\text{bmim}]\text{Cl}$ to produce acidic ionic liquid, which was prepared by a fixed molar ratio of $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ 1:1,8. This acid catalyst was characterized by FTIR. The FTIR spectrum showed the absorption band of $=\text{CN}$ at $1340,53 \text{ cm}^{-1}$ and $\text{C}-\text{Cl}$ absorption band at $752,24 \text{ cm}^{-1}$. In addition, AlCl_3 and $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ catalysts were impregnated into silica gel to produce AlCl_3 -silica gel and $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silica gel. The FTIR spectra showed the absorption of $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ at $1083,99 \text{ cm}^{-1}$ and $\text{Si}-\text{O}-\text{Al}$ absorption at $418,12 \text{ cm}^{-1}$. The alkylation reactions were carried out by varying the reaction time and the reactions temperature. The reaction products were analyzed by GC and showed the percentage conversion of benzene in 3 hours were respectively 27,04% at 30°C using AlCl_3 catalyst and 24,64% at 10°C using $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ catalyst. Meanwhile the conversion with AlCl_3 -silica gel catalyst showed the benzene conversion of 21,42% and 0% using $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silica gel catalyst. The products identification were conducted by GC-MS and showed benzyl chloride compound as the intermediate product.

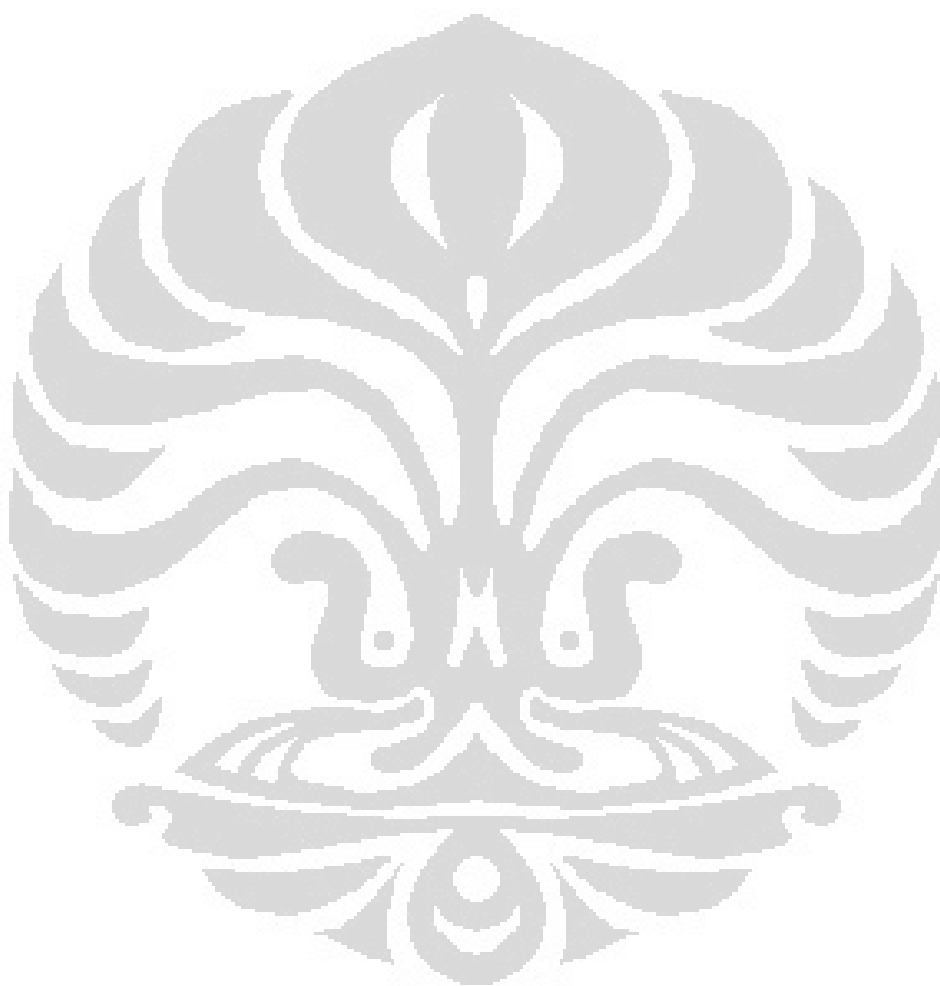
Key words : *Alkylation, benzene, acidic ionic liquid, dichloromethane*
xiii + 61 pages; 21 picture ; 10 attachments
Bibliography : 26 (1995-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	2
1.3 Ruang Lingkup Penelitian.....	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Hipotesis.....	3
1.6 Manfaat Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Cairan Ionik	4
2.1.1 Jenis jenis cairan ionik	6
2.1.1.1 Cairan ionik asam lewis	7
2.2 [bmim]Cl	7
2.3 Katalis	8
2.3.1 Jenis jenis Katalis	9
2.4 Metode sol gel.....	10
2.5 TEOS	10
2.6 Silika gel	11
2.7 Immobilisasi cairan ionik asam kedalam silika gel.....	11
2.8 Reaksi Alkilasi Friedel Crafts	12
2.9 Karakterisasi	13
2.9.1 FTIR	13
2.9.2 BET	14
2.9.3 GasChromatography (GC)	14
2.9.4 Gas Chromatography-Mass Spektrometry(GC-MS)	15
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	16
3.1 Lokasi Penelitian.....	16
3.2 Alat dan Bahan	16
3.2.1 Alat yang digunakan	16
3.2.2 Bahan yang digunakan	16

3.3 Metode Kerja	16
3.3.1 Pembuatan Silika Gel	17
3.3.2 Pembuatan Katalis	17
3.3.2.1 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	17
3.3.2.2 Pembuatan Katalis AlCl ₃ -SiO ₂	18
3.3.2.3 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -SiO ₂	19
3.3.3 Karakterisasi Katalis	19
3.3.3.1 Karakterisasi dengan FTIR.....	19
3.3.4 Uji Katalisis pada reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana	20
3.3.4.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl ₃	20
3.3.4.2 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	20
3.3.4.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis AlCl ₃ -SiO ₂	20
3.3.4.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -SiO ₂	20
3.3.5 Karakterisasi Hasil Reaksi	21
3.3.5.1 Karakterisasi dengan FTIR	21
3.3.5.2 Karakterisasi dengan GC	21
3.3.5.3 Karakterisasi dengan GC-MS	22
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pembuatan Silika gel	23
4.2 Pembuatan Katalis	26
4.2.1 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	26
4.2.2 Pembuatan Katalis AlCl ₃ -SiO ₂	28
4.2.3 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -SiO ₂	30
4.3 Uji Katalisis pada Reaksi alkilasi Benzena dengan Diklorometana ...	31
4.3.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl ₃	32
4.3.2 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	34
4.3.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl ₃ -SiO ₂	36
4.3.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -SiO ₂	37
4.3.5 Perbandingan konversi benzena terhadap pengaruh katalis, suhu dan waktu reaksi	39
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	42
5.1 Kesimpulan	42
5.2 Saran.....	42

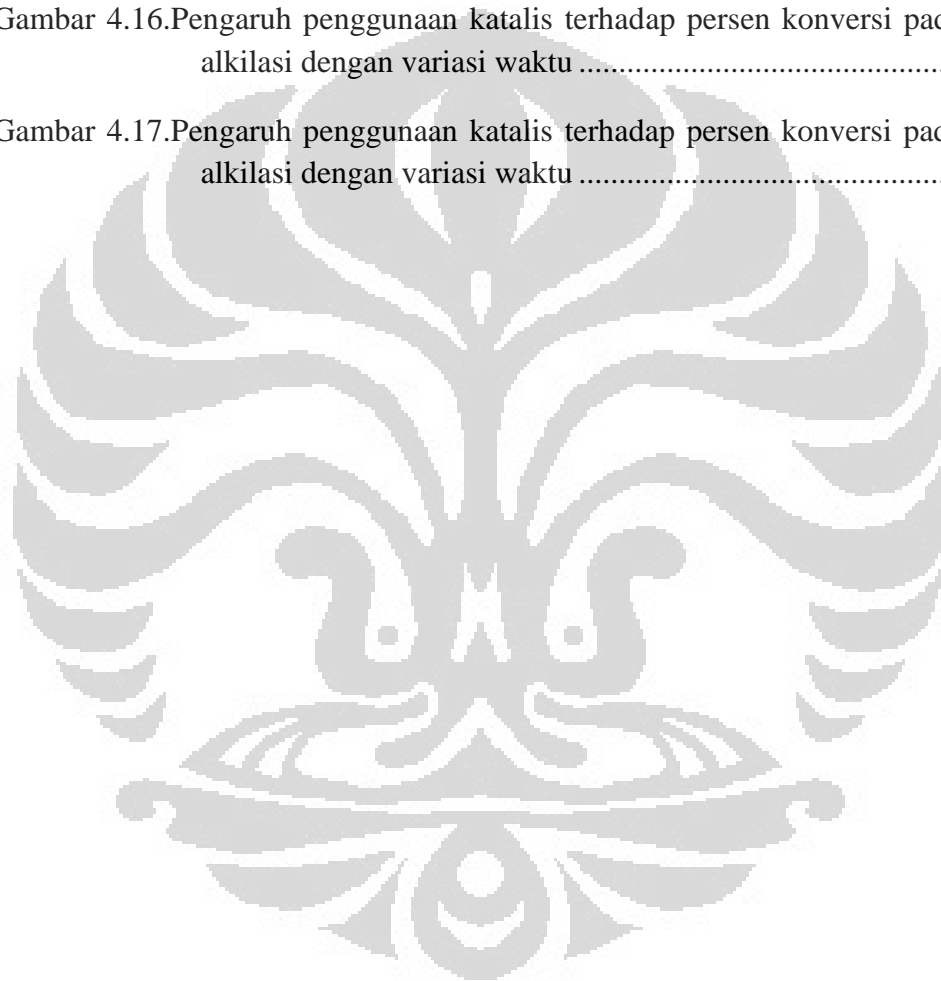
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN.....	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur kation pada cairan ionik	4
Gambar 2.2. Contoh cairan ionik	5
Gambar 2.3. Variasi kombinasi katalis/cairan ionik/ <i>support</i>	6
Gambar 2.4. Reaksi pembentukan cairan ionik asam	7
Gambar 2.5. Struktur molekul [bmim]Cl.....	8
Gambar 2.6. Kurva Energi Aktivasi pada Katalis.....	9
Gambar 2.7. Struktur molekul tetra etyl orto silikat	11
Gambar 2.8. Struktur silika gel	11
Gambar 2.9. Reaksi alkilasi Friedel Craft.....	13
Gambar 2.10. Reaksi penataan ulang.....	14
Gambar 4.1. Mekanisme Hidrolisis dan Kondensasi pada pembentukan silika gel.....	24
Gambar 4.2. Silika gel.....	26
Gambar 4.3. Spektrum FTIR TEOS dan Silika gel.....	26
Gambar 4.4. Reaksi Pembentukan Katalis Cairan Ionik Asam	26
Gambar 4.5. Spektrum FTIR [bmim]Cl dan [bmim]Cl/AlCl ₃	
Gambar 4.6. Spektrum FTIR Silika gel dan AlCl ₃ -silika gel.....	28
Gambar 4.7. Reaksi antar gugus silanol dengan AlCl ₃	29
Gambar 4.8. Spektrum FTIR [bmim]Cl, [bmim]Cl/AlCl ₃ dan [bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel.....	
Gambar 4.9. Reaksi pembentukan katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel.....	
Gambar 4.10. Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan AlCl ₃	31
Gambar 4.11. Fragmentasi produk alkilasi menggunakan katalis AlCl ₃	32

Gambar 4.12. Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	34
Gambar 4.13. Fragmentasi produk alkilasi menggunakan katalis [bmim]Cl/AlCl ₃	35
Gambar 4.14. Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel.....	36
Gambar 4.15. Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel	38
Gambar 4.16. Pengaruh penggunaan katalis terhadap persen konversi pada reaksi alkilasi dengan variasi waktu	39
Gambar 4.17. Pengaruh penggunaan katalis terhadap persen konversi pada reaksi alkilasi dengan variasi waktu	40

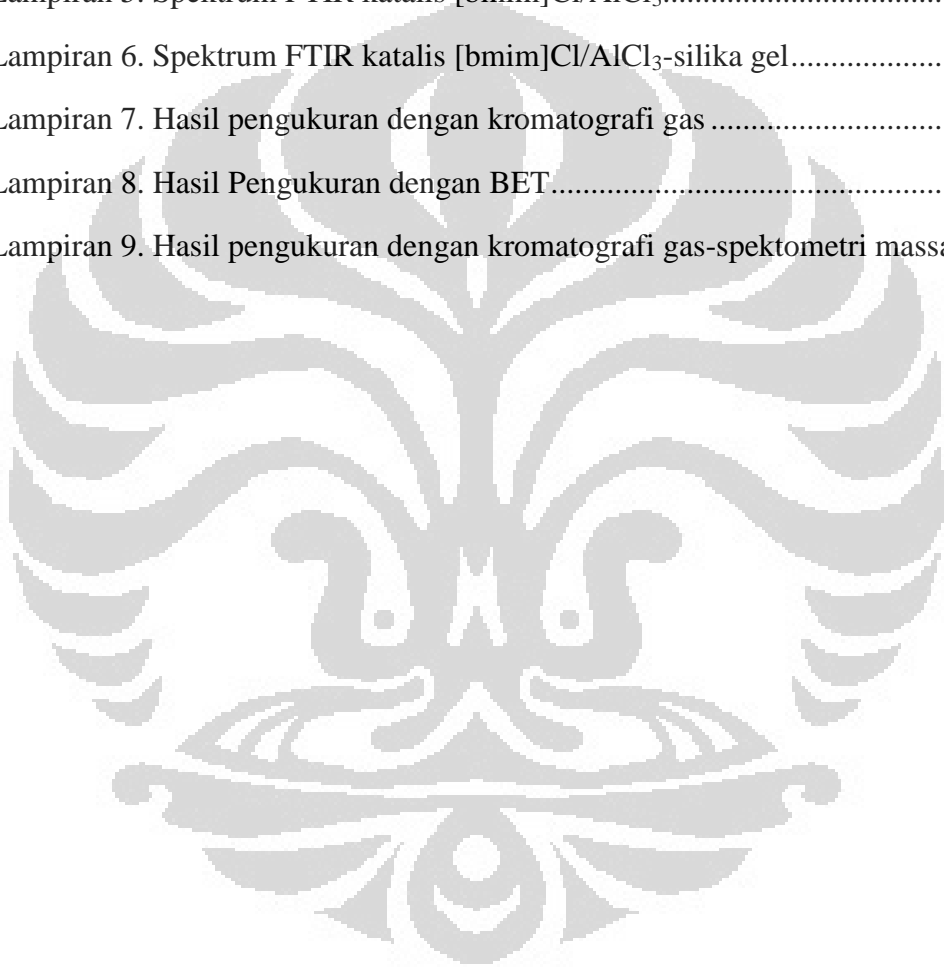


DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Tabel perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi pada silika gel secara teoritis dan pengukuran.....	25
Tabel 4.2. Tabel perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi pada katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ secara teoritis dan pengukuran.....	27
Tabel 4.3. Tabel perbandingan spectrum inframerah beberapa gugus fungsi pada katalis AlCl ₃ -silika gel secara teoritis dan pengukuran.....	29
Tabel 4.4. Tabel perbandingan spectrum inframerah beberapa gugus fungsi pada katalis [bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel secara teoritis dan pengukuran.....	31
Tabel 4.5. Data perhitungan Konversi Benzena menggunakan katalis AlCl ₃ pada suhu 10 °C dan 30 °C	32
Tabel 4.6 Data perhitungan Konversi Benzena menggunakan katalis [bmim]Cl /AlCl ₃ pada suhu 10 °C dan 30 °C.....	34
Tabel 4.7. Tabel perbandingan konversi benzena terhadap pengaruh katalis, suhu dan waktu	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan kerja reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana	46
Lampiran 2. Standar benzena dengan kromatografi gas	47
Lampiran 3. Spektrum FTIR TEOS dan silika gel.....	48
Lampiran 4. Spektrum FTIR katalis AlCl_3 -silika gel.....	49
Lampiran 5. Spektrum FTIR katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$	50
Lampiran 6. Spektrum FTIR katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel.....	51
Lampiran 7. Hasil pengukuran dengan kromatografi gas	52
Lampiran 8. Hasil Pengukuran dengan BET.....	58
Lampiran 9. Hasil pengukuran dengan kromatografi gas-spektometri massa	60



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa difenilmetana merupakan senyawa yang digunakan sebagai intermediet aditif pada bahan kimia pertanian, polyester, zat warna dan disintesis melalui reaksi alkilasi Friedel Craft (Dong-Sun Kim et al., 2002). Reaksi alkilasi Friedel Crafts pada senyawa aromatik merupakan salah satu proses penting dalam industri (Sergey P. Verevkin et al, 2008). Reaksi Alkilasi Friedel Craft merupakan reaksi yang melibatkan cincin aromatik dan alkil halida menggunakan katalis homogen asam seperti $AlCl_3$, $FeCl_3$, atau H_2SO_4 (Xijin Cai et. al, 2007).

Pada penelitian ini $AlCl_3$ digunakan sebagai katalis asam lewis namun penggunaan katalis homogen ini menimbulkan masalah lingkungan, bersifat korosif, pembentukan HCl dalam jumlah besar serta penanganan limbah aluminat yang dihasilkan (Xijin Cai et. al, 2007).

Beberapa dampak lingkungan yang diakibatkan penggunaan katalis homogen ini menjadi alasan untuk menggunakan katalis yang ramah lingkungan. Salah satu katalis ramah lingkungan adalah cairan ionik. Umumnya cairan ionik tidak hanya digunakan sebagai katalis pada suatu reaksi dan media ekstraksi namun juga digunakan sebagai pelarut ramah lingkungan dan alternatif untuk *Volatile Organic Compounds (VOCs)* dalam suatu reaksi organik (CaiboYue et, al, 2011).

Cairan ionik dikenal dengan nama *room temperature ionic liquid*, *nonaqueous ionic liquids*, *molten salt*, *liquid organic salt*, *fused salt* (Jason P. Hallet, 2011) dan telah banyak digunakan pada berbagai aplikasi. Para peneliti menemukan bahwa selektivitas dan kecepatan reaksinya menjadi lebih baik dengan digunakannya cairan ionik sebagai pelarut dibandingkan dengan pelarut konvensional.

Selain itu, cairan ionik memiliki beberapa keunggulan sebagai katalis antara lain dapat melarutkan reaktan organik maupun anorganik, viskositasnya rendah,

memiliki tekanan uap yang rendah sehingga tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, terdiri dari bagian hidrofilik dan hidrofobik sehingga memiliki fleksibilitas sintesis, memiliki konduktivitas termal yang baik, bersifat *nonvolatile* yang menjadikan katalis ini ramah lingkungan. (Green Chemistry)

Beberapa keunggulan dari cairan ionik ini diaplikasikan dalam reaksi Alkilasi Friedel Crafts. Katalis AlCl_3 pada reaksi alkilasi diimpregnasikan dalam cairan ionik 1-butyl-3-methyl imidazolium klorida ($[\text{bmim}]\text{Cl}$) membentuk cairan ionik asam. Proses impregnasi ini diharapkan dapat memperoleh aktivitas katalitik yang lebih baik.

Penggunaan katalis cairan ionik asam pada reaksi alkilasi ini, bersifat sebagai katalis heterogen. Untuk memperluas sisi aktif dari katalis, katalis cairan ionik asam ini diimobilisasikan dengan silika gel. Silika gel yang bersifat adsorben dapat meningkatkan efisiensi cairan ionik asam sebagai katalis heterogen sehingga lebih mudah dalam proses pemisahan dengan produk dan mengurangi jumlah cairan ionik asam yang hilang (CaiboYue et al, 2011).

Luas permukaan bidang sentuh cairan ionik asam sebagai katalis heterogen yang diimobilisasi ke dalam silika gel menjadi lebih besar mengikuti luas permukaan silika gel yang berbentuk serbuk. Hal ini menyebabkan interaksi antara cairan ionik asam dengan reaktan menjadi lebih besar.

1.2 Identifikasi Masalah

Pada umumnya proses reaksi alkilasi benzena dengan katalis AlCl_3 mempunyai dampak yang merugikan lingkungan, seperti terbentuknya limbah aluminat yang memiliki sifat korosif, proses pemurnian yang tidak sederhana, regenerasi katalis yang tidak mudah serta membutuhkan waktu reaksi yang lama. Pada penelitian ini, katalis asam lewis atau AlCl_3 diimpregnasi dengan cairan ionik $[\text{bmim}]\text{Cl}$ membentuk katalis cairan ionik asam $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ dengan tujuan mengurangi dampak yang dihasilkan serta dapat meningkatkan aktivitas katalis. Untuk meningkatkan dan memperluas sisi aktif katalis, katalis ini diimpregnasi dalam suatu *support* seperti silika gel.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari proses reaksi alkilasi antara benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/AlCl₃.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis katalis [bmim]Cl/AlCl₃, menguji aktivitas katalis [bmim]Cl/AlCl₃ melalui reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dan membandingkannya dengan katalis AlCl₃ serta menguji aktivitas katalis AlCl₃ dan [bmim]Cl/AlCl₃ yang diimpregnasi ke dalam *support*.

1.5 Hipotesis

1. Katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/AlCl₃ dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana
2. Katalis [bmim]Cl/AlCl₃ memiliki aktivitas yang baik dibandingkan dengan katalis AlCl₃
3. Katalis AlCl₃ yang diimpregnasi ke dalam *support* memiliki aktivitas lebih baik dibandingkan dengan tanpa *support*
4. Katalis [bmim]Cl/AlCl₃ yang diimpregnasi dengan *support* memiliki aktivitas lebih baik dibandingkan tanpa *support*

1.6 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat:

1. Mempelajari karakteristik cairan ionik pada reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana
2. Mempelajari mekanisme kerja cairan ionik sebagai katalis pada reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana

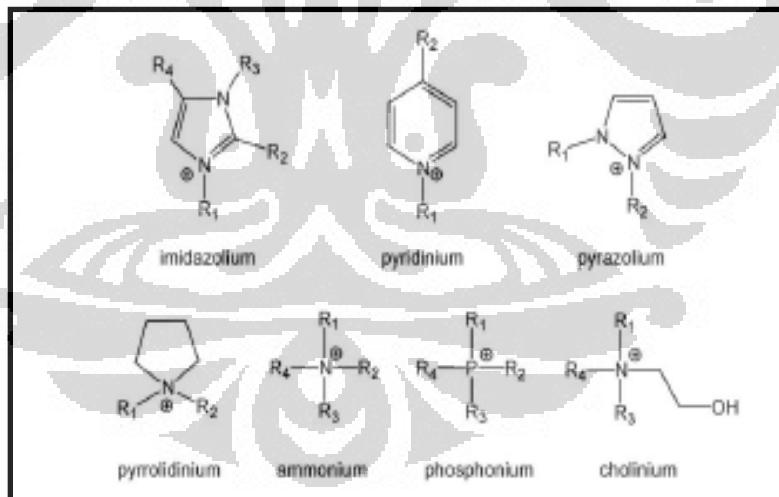
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cairan ionik

Cairan ionik adalah cairan yang mengandung lebih dominan spesi ionik dan berbentuk cairan pada temperatur ruang. Cairan ionik terdiri dari kation dan anion senyawa garam dengan kompleksitas tinggi dan struktur kristal yang lemah sehingga berbentuk cairan (CaiboYue et al, 2011).

Jenis kation yang digunakan pada cairan ionik misalnya imidazolium, pyridinium, pyrrolidinium, ammonium, fosfonium dan sulfonium. Sedangkan jenis anion pada cairan ionik seperti alkilsulfat, tosylat, alkilsulfonat, bis(trifluorometilsulfonil)imide, hexafluorophosphat, tetrafluoroborat, tetrachloroaluminate, nitrat, triflate dan halida (Johanna Karkkaenin, 2007). Struktur kation pada cairan ionik ditunjukkan pada Gambar 2.1



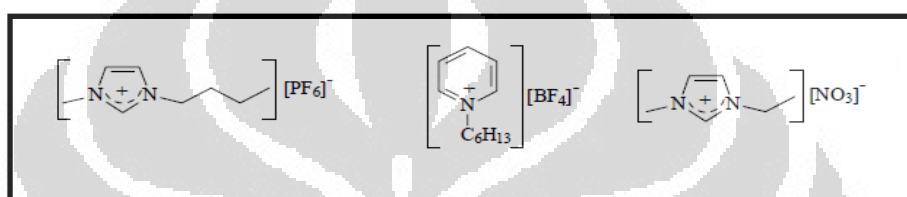
[sumber : H. Oliver-Bourbigou, et al, 2010]

Gambar 2.1 Struktur kation pada cairan ionik

Cairan ionik memiliki sifat kimia dan sifat fisika yang ditentukan berdasarkan kombinasi jenis kation dan anion. Adanya anion dan kation yang beragam

membuat cairan ionik bersifat unik dan dapat digunakan pada berbagai aplikasi. Karena sifatnya yang dapat disesuaikan menurut kebutuhan maka cairan ionik dikenal dengan *designer solvent*.

Cairan ionik dapat digunakan sebagai pelarut sekaligus katalis ramah lingkungan pada reaksi katalitis. Cairan ionik dapat melarutkan senyawa organik maupun anorganik. Biasanya kation yang digunakan adalah alkilimidazolium seperti 1-etil-3-metilimidazolium (emim), 1-butil-3-metilimidazolium (bmim) dan 1-heksil-3-metilimidazolium (hmim) (Doorslaer, Charlie Van, 2010). Beberapa contoh cairan ionik ditunjukkan oleh Gambar 2.2.



[sumber : Martyn J. Earle and Kenneth R. Seddon, 2000]

Gambar 2.2 Contoh cairan ionik

Cairan ionik dapat dikategorikan ke dalam dua kategori, yakni garam sederhana (terdiri atas kation dan anion) dan cairan ionik biner. Contoh cairan ionik dalam bentuk garam sederhana yakni berupa cairan ionik yang pertama diketahui berada dalam bentuk cair pada suhu ruang dikenal sebagai $[\text{EtNH}_3]^+[\text{NO}_3]^-$ ditemukan pada tahun 1914. Kategori kedua adalah 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 biner tergantung kepada fraksi mol ion penyusunnya.

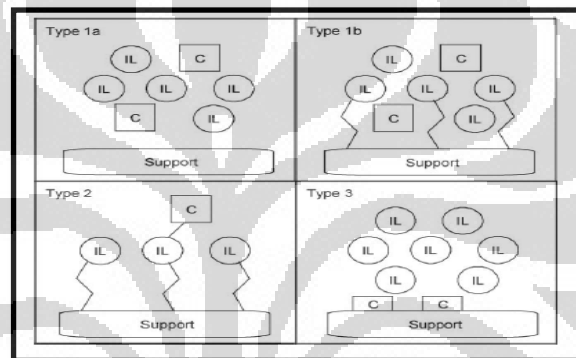
Sifat fisika dan kimia cairan ionik dapat diatur dengan memvariasikan kation, anion, dan gugus alkil yang merupakan bagian dari kation, antara lain dengan cara:

- Pengaturan panjang rantai gugus alkil untuk mengatur kelarutan dalam air. Semakin panjang gugus alkil maka semakin meningkat hidrofobisitas kation sehingga akan menurunkan kelarutan,

- b. Pengaturan anion, halida, nitrat, asetat, trifluoroasetat, tetrafluoroborat, triflat, heksafluorofosfat dan bis (trifluorometilsulfonyl) imida untuk mengatur sifat kimia dan fisika (Kuskaryawantini, 2010)

Dalam proses impregnasi cairan ionik dengan katalis dan *support*, terdapat tiga tipe ikatan yang terbentuk diantaranya,

1. Tipe 1a (katalis/cairan ionik/*support*)
Tipe 1b (katalis/cairan ionik/cairan ionik-*support*)
2. Tipe 2 (katalis-cairan ionik-*support* + cairan ionik-*support*)
3. Tipe 3 (cairan ionik/katalis-*support*). (Doorslaer, Charlie Van et al., 2010)



[sumber : Doorslaer, Charlie Van et al, 2010]

Gambar 2.3 Variasi kombinasi katalis/cairan ionik/*support*

2.1.1 Jenis jenis cairan ionik

Cairan ionik memiliki beberapa jenis diantaranya *acidic ionic liquid*, *basic ionic liquid*, *metal-containing ionic liquids*, *chiral ionic liquids*, *guanidium ionic liquids* dan *ionic liquid containing OH groups* (Yue Caibo et al., 2011).

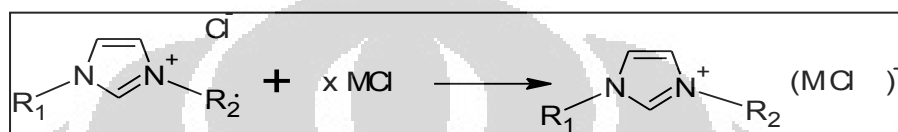
Acidic ionic liquid atau cairan ionik asam merupakan salah satu tipe cairan ionik yang bersifat asam karena sisi aktif asam pada *framework* cairan ionik. Berdasarkan sifat keasamannya, cairan ionik asam terbagi menjadi tiga kategori diantaranya *lewis acidic ionic liquid*, *bronsted acidic ionic liquid* dan *bronsted lewis combined acidic ionic liquid* (Yue Caibo et al., 2011).

Basic ionic liquid atau cairan ionik basa merupakan tipe cairan ionik yang bersifat basa karena sisi aktif basa pada *framework* cairan ionik. Katalis cairan

ionik basa dapat digunakan sebagai katalis ramah lingkungan. Cairan ionik basa terbagi menjadi dua kategori yakni *lewis basic ionic liquid* dan *bronsted basic ionic liquid* (Yue Caibo et al., 2011).

2.1.1.1 Cairan ionik asam lewis

Cairan ionik asam lewis terbagi menjadi dua yakni *normal lewis acidic ionic liquid* dan *supported lewis acidic ionic liquid*. Reaksi pembentukan cairan ionik asam ditunjukkan pada Gambar 2.4



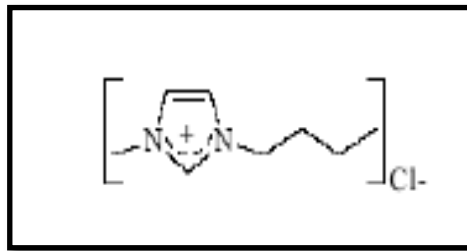
Gambar 2.4 Reaksi pembentukan cairan ionik asam

Normal lewis acidic ionic liquid telah banyak digunakan sebagai pelarut dan katalis pada reaksi esterifikasi, alkilasi dan asilasi Friedel Crafts, kondensasi, penataan ulang, karbonilasi dan sintesis beberapa senyawa organik. Katalis ini memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan katalis asam seperti memiliki tekanan uap rendah dan stabilitas cukup kuat, serta mudah dipisahkan karena perbedaan kepolaran antara produk dengan katalis ini (Yue Caibo et al., 2011).

Supported lewis acidic ionic liquid digunakan dengan tujuan untuk memudahkan proses pemisahan produk dengan katalis dan mengurangi jumlah katalis yang hilang. *Supported lewis acidic ionic liquid* diperoleh dari *normal lewis acidic ionic liquid* yang diimmobilisasikan dalam suatu padatan anorganik seperti silika gel sehingga membentuk katalis heterogen (Yue Caibo et al., 2011).

2.2 [bmim]Cl

[bmim]Cl atau 1-butyl-3-methylimidazolium chlorida adalah suatu cairan ionik yang terdiri dari kation 1-butyl-3-methylimidazolium dan anion Cl yang bersifat hidrofilik. Cairan ionik ini memiliki titik leleh 65°C dan memiliki rumus molekul C₈H₁₅N₂·Cl dengan struktur molekul yang ditunjukkan oleh Gambar 2.5



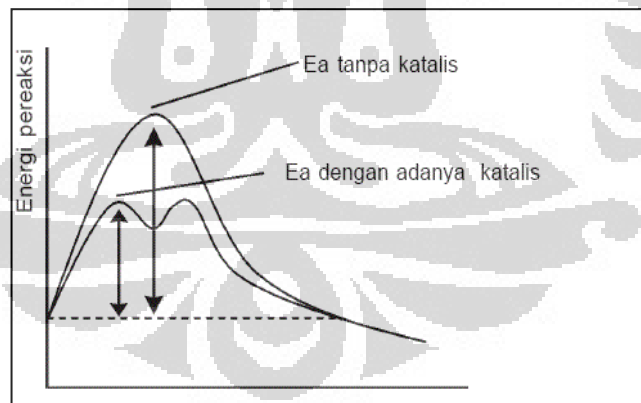
[sumber : Tingting Zhao, et al, 2007]

Gambar 2.5. Struktur Molekul [bmim]Cl

2.3 Katalis

Katalis merupakan zat lain selain reaktan dan produk yang ditambahkan pada suatu sistem untuk mengubah atau meningkatkan laju reaksi kimia untuk mencapai keadaan kesetimbangan kimianya. (Widajanti Wibowo, 2010)

Katalis bekerja dengan menurunkan energi aktivasi yang dibutuhkan dalam reaksi. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk. Dengan menurunnya energi aktivasi ini, pembentukan kompleks teraktifkan lebih mudah terbentuk. Hubungan antara energi aktivasi dengan katalis ditunjukkan pada Gambar 2.6



[sumber : www.datachem.blogspot 29 september 2011 pukul 12.00]

Gambar 2.6 Kurva Energi Aktivasi pada Katalis

Katalis tersusun atas komponen-komponen yang menunjang sifat dan fungsi katalis yang diharapkan. Komponen-komponen tersebut meliputi:

1. Sisi aktif/pusat aktif merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat mengarahkan reaksi, dimana reaktan terikat dan mengkonversi reaktan secara selektif menjadi produk.
2. Pendukung merupakan komponen ini ditambahkan dalam preparasi katalis yang merupakan tempat terdistribusinya sisi aktif katalis. Fungsi dari pendukung ini adalah menaikkan luas permukaan katalis, menghasilkan kekuatan mekanik suatu bahan katalis yang mudah rapuh dan menstabilkan struktur aktif katalis.
3. Promotor berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas dan katalis. (Widayanti Wibowo, 2004)

Sifat katalis ideal dalam suatu reaksi adalah aktif, selektif, stabil dan ekonomis. Katalis bersifat aktif berarti katalis dapat mempercepat pembentukan intermediet yang terbentuk akibat interaksi antar reaktan. Selektif dapat diartikan mampu memperbanyak produk yang diinginkan dan memperkecil hasil samping dari suatu reaksi katalisis. Stabil berarti katalis tidak berubah sifat fisika dan kimianya setelah reaksi katalisis berakhir. Ekonomis mengandung makna bahwa katalis digunakan dalam jumlah yang sedikit untuk mengurangi biaya reaksi katalisis tetapi hasil produk lebih baik daripada tanpa katalis.

2.3.1 Jenis jenis Katalis

Secara luas, katalis dibedakan menjadi dua yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen adalah katalis dengan sisi aktif katalitiknya berada dalam fase yang sama dan memungkinkan interaksi lebih mudah antara komponen sehingga dapat menghasilkan aktivitas yang lebih baik. Katalis ini memiliki beberapa keuntungan diantaranya selektivitas tinggi, *high turn over number* (TON), stabilitas termal yang kurang baik serta optimasi aktivitas katalitik lebih mudah. Namun katalis ini memiliki kekurangan diantaranya kesulitan dalam mengisolasi dan memisahkan produk akhir sehingga penggunaan katalis ini kurang praktis. (Vivek Polshettiwar, et al, 2011)

Sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang diperoleh melalui proses *entrapment* dan *grafting* pada permukaan aktif molekul atau pori pada support seperti silica dan alumina sehingga memiliki fase yang berbeda dengan

reaktannya. Katalis ini memiliki kelebihan diantaranya dapat digunakan kembali, stabilitas termal yang baik dan mudah dalam pemisahannya. Namun aktivitas katalitik dan selektivitas dari katalis ini menjadi berkurang. (Vivek Polshettiwar, et al, 2011)

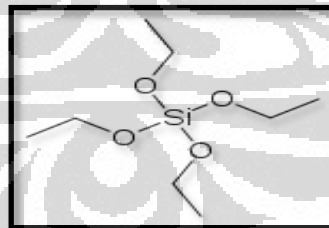
2.4 Metode sol gel

Metode sol gel merupakan suatu metode yang digunakan untuk menghasilkan bahan-bahan keramik anorganik melalui reaksi kimia didalam suatu larutan pada temperature ruang. Proses ini dapat menghasilkan suatu bahan berupa keramik, fiber, komposit yang mempunyai kristal halus, tingkat kemurnian tinggi serta homogen. (Yulian Lis, 2010)

Proses pembentukan silika gel melalui proses sol gel sangat dipengaruhi oleh komposisi logam alkoksida, air, pH dan suhu. Keberhasilan proses ini sangat tergantung pada proses hidrolisis dan kondensasi.

2.5 TEOS

TEOS merupakan singkatan dari Tetra Etil Orto Silikat yang memiliki rumus molekul $(C_2H_5O)_4Si$. TEOS berbentuk cairan yang mudah terbakar dan mengiritasi. Dalam penelitian ini, TEOS digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan silika gel. Struktur molekul TEOS ditunjukkan pada Gambar 2.7

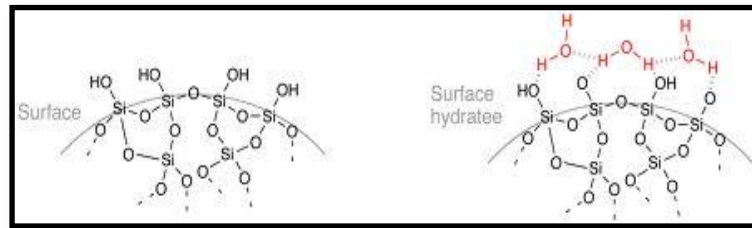


[sumber : wikipedia.org 9 Juli 2011 pukul 15.00]

Gambar 2.7 Struktur Molekul Tetra Ethyl Ortho Silikat

2.6 Silika gel

Silika gel adalah suatu bentuk dari silika yang bersifat tidak elastis, seperti kaca. Biasanya digunakan sebagai pengering karena sifat adsorbennya. Struktur silika gel ditunjukkan pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Struktur silika gel

Bentuk silika gel berupa padatan amorf dan berpori, mempunyai sifat inert, netral, luas permukaannya besar ($300\text{-}500\text{ m}^2\text{g}^{-1}$), dan memiliki daya adsorpsi besar. Oleh karena itu silika gel banyak digunakan sebagai adsorben anorganik, penyerap air, dan sebagai fasa diam pada kromatografi lapisan tipis dan kromatografi gas. (Charlie Van Doorslaer, et al, 2010)

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

2.7 Immobilisasi Cairan Ionik Asam kedalam Silika Gel

Sifat silika gel yang berpori kecil banyak dijadikan substrat untuk memperbesar luas permukaan sentuh suatu cairan yang diimmobilisasi kedalam silika gel. Prinsip immobilisasi cairan ionik ada 2 yaitu metode sol gel dan impregnasi. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan metode impregnasi dimana cairan ionik dimasukkan ke dalam silika gel setelah silika gel terbentuk.

Pada prinsipnya, immobilisasi bertujuan agar cairan yang *disupport* ke dalam silika gel tetap tertahan dalam silika gel dengan memodifikasi permukaan silika gel. Modifikasi ini biasanya dilakukan menggunakan senyawa organik yang mengandung atom seperti S, N, O dan P, yang sering disebut sebagai ligan. Dalam penelitian ini digunakan ligan N yang terdapat pada cairan ionik. (Linda Puspitasari, 2010)

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

- a. adsorpsi kimia, pembentukan ikatan kimia antara atom donor dari ligan dengan silika gel
- b. adsorpsi fisika, proses adsorpsi secara fisik dari ligan ke permukaan silika gel. (Linda Puspitasari, 2010)

2.8 Reaksi Alkilasi Friedel Crafts

Alkilasi senyawa aromatik disebut juga reaksi Friedel Crafts berdasarkan nama Charles Friedel (kebangsaan Prancis) dan James Mason Crafts (kebangsaan Amerika) yang pertama kali menemukan reaksi ini pada tahun 1887. Elektrofilnya ialah karbokation yang dapat terbentuk baik dengan mengambil ion halida dari alkil halida dengan katalis asam lewis seperti AlCl_3 , FeCl_3 , BF_3 , CuCl_2 , ZnCl_2 maupun dengan menambahkan proton pada alkena dengan katalis asam bronsted seperti HF , H_2SO_4 , H_3PO_4 . Tingkat keasaman dari asam lewis ini pun berbeda. (Hart Craine Hart, 2003)

Reaksi alkilasi Friedel Crafts memiliki beberapa keterbatasan. Reaksi ini tidak dapat diterapkan pada cincin aromatik yang telah memiliki gugus nitro atau asam sulfonat sebab gugus tersebut membentuk kompleks dengan dan mendeaktifkan katalis aluminium klorida (Hart Craine Hart, 2003). Gambar 2.10 menunjukkan reaksi alkilasi antara benzena dengan alkil halida membentuk alkil benzena.

Absorpsi radiasi inframerah sesuai dengan tingkat energi vibrasi dan rotasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipole dalam suatu molekul. Pengukuran menggunakan FTIR memiliki 3 fungsi utama yaitu untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, menentukan kualitas sampel, dan menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran.

2.9.2 BET (*Brunauer-Emmet-Teller*)

Metode BET merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori, ukuran pori-pori dan volume pori. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas N₂ pada permukaan padatan berpori.

Sampel yang akan dianalisis dengan berat yang diketahui diletakkan dalam tabung yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan dibawah vakum untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tabung didinginkan dalam nitrogen cair dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan kedalam tabung. Setelah mencapai kesetimbangan tekanan dalam jumlah tabung diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan jumlah tertentu gas N₂. Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N₂ yang teradsorpsi. (Wibowo, Widajanti, 2004)

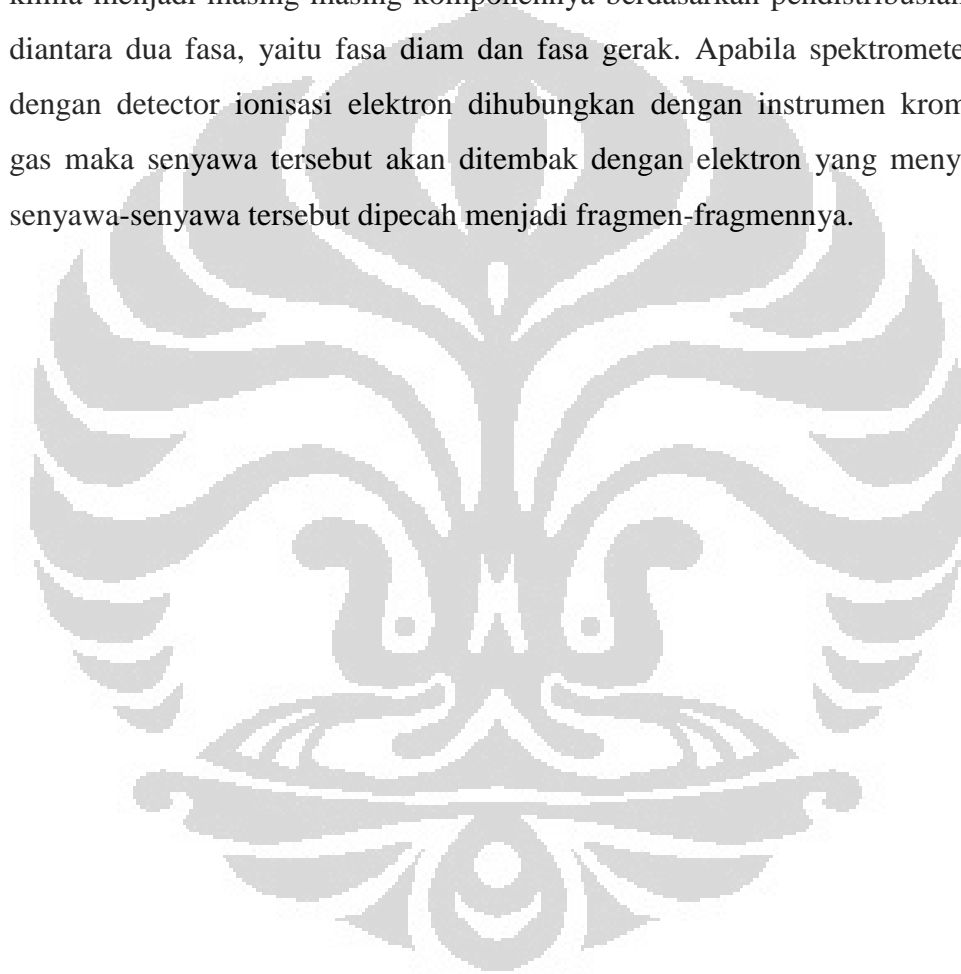
2.9.3 GC (*Gas Chromatography*)

Gas Chromatography merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pemisahan fisik zat organik atau anorganik yang stabil pada pemanasan. Kromatografi gas memiliki beberapa keunggulan diantaranya aliran fase mobil sangat terkontrol dan kecepatannya tetap, mudah terjadi pencampuran uap sampel ke dalam fasa aliran fase mobil serta pemisahan fisik terjadi didalam kolom yang jenisnya banyak, panjang dan temperturnya dapat diatur. Kromatografi gas memiliki beberapa komponen seperti depo gas pembawa, injektor, kolom kromatografi, kontrol temperature dan detektor.

2.9.4 GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*)

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

Kromatografi gas secara umum digunakan untuk memisahkan campuran kimia menjadi masing-masing komponennya berdasarkan pendistribusian sampel diantara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Apabila spektrometer massa dengan detector ionisasi elektron dihubungkan dengan instrumen kromatografi gas maka senyawa tersebut akan ditembak dengan elektron yang menyebabkan senyawa-senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen-fragmennya.



BAB 3

METODE PENELITIAN

Tahapan penelitian ini terdiri dari

1. Pembuatan silika gel dari TEOS
2. Pembuatan katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/ AlCl_3
3. Pembuatan katalis [bmim]Cl/ AlCl_3 -silika gel
4. Proses reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia, Kampus UI Depok.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini diantaranya neraca analitis, mortar, peralatan gelas, oven, hotplate stirer, termometer, spatula, cawan porselin, FTIR (IR Prestige 21 Simadzu), GC-MS (Agilent Technology and Simadzu), GC (Simadzu).

3.2.2 Bahan

Bahan yang dipergunakan diantaranya AlCl_3 , benzena, diklorometana, HCl, [bmim]Cl, eter, aseton, TEOS dan aquabides.

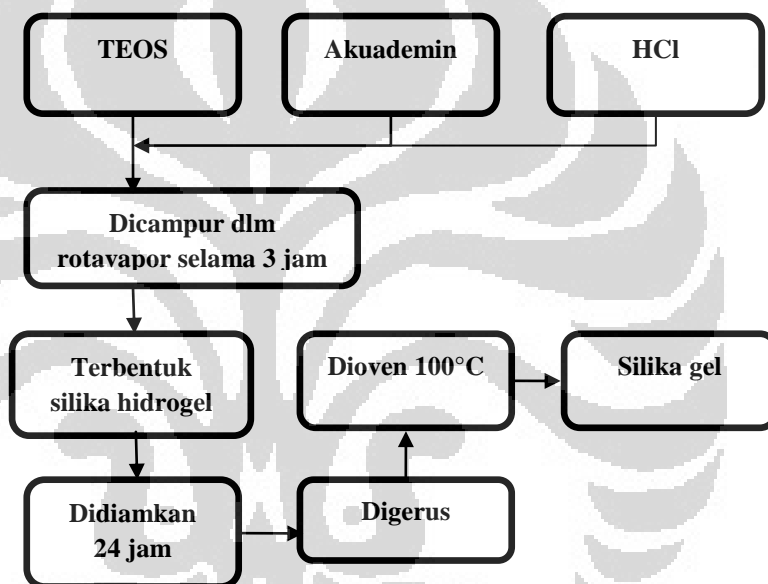
3.3 Metode Kerja

Penelitian ini dimulai dengan membuat silika gel dari TEOS dan pembuatan katalis cairan ionik asam dari [bmim]Cl dan asam lewis AlCl_3 . Katalis cairan ionik asam ini diimobilisasi dengan suatu support untuk membentuk katalis [bmim]Cl/ AlCl_3 - SiO_2 yang siap digunakan.

Dalam proses reaksi alkilasi ini, dilakukan variasi katalis, waktu dan temperatur yang dipergunakan untuk mengetahui kondisi optimum reaksi alkilasi tersebut.

3.3.1 Pembuatan Silika Gel

TEOS, HCl, aquademin dicampur dalam rotavapor selama 4 jam hingga terbentuk silika hidrogel. Kemudian didiamkan selama 24 jam dan digerus untuk dipanaskan pada suhu 110°C selama 4 jam. Silka gel yang terbentuk dihaluskan dengan mortar. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.

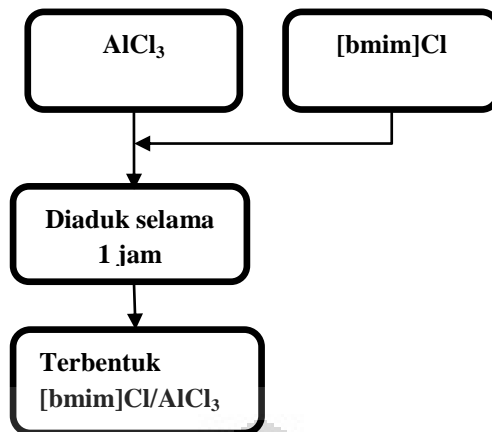


Bagan 3.1 Proses Pembuatan Silika Gel

3.3.2 Pembuatan Katalis

3.3.2.1 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl₃

Pembuatan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ dibuat dengan perbandingan mol 1:1,8 kemudian diaduk dengan magnetic stirrer selama 60 menit. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.

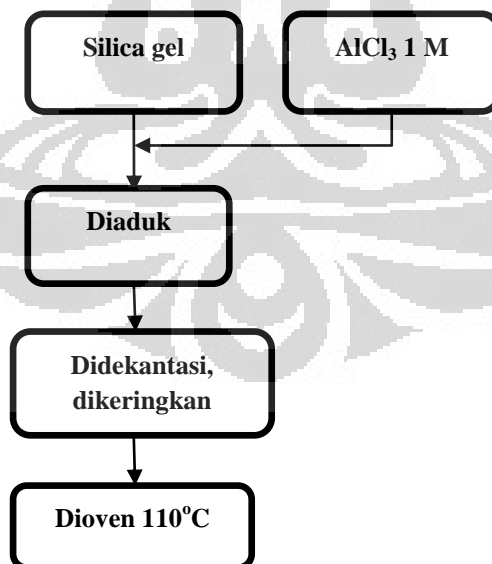


Bagan 3.2 Proses Immobilisasi [bmim]Cl pada AlCl_3

3.3.2.2 Pembuatan Katalis AlCl_3 - SiO_2

Immobilisasi AlCl_3 pada SiO_2

Prosedur pembuatan katalis SiO_2 - AlCl_3 mengikuti prosedur pembuatan katalis SiO_2 /Ni seperti yang dilakukan Indra Puspita Sari (2008). Sebanyak 3 gram silica gel dimasukkan ke dalam 30 mL larutan AlCl_3 1 M dan diaduk selama 2 jam, kemudian dibiarkan selama 24 jam. Campuran disaring, dan endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C .

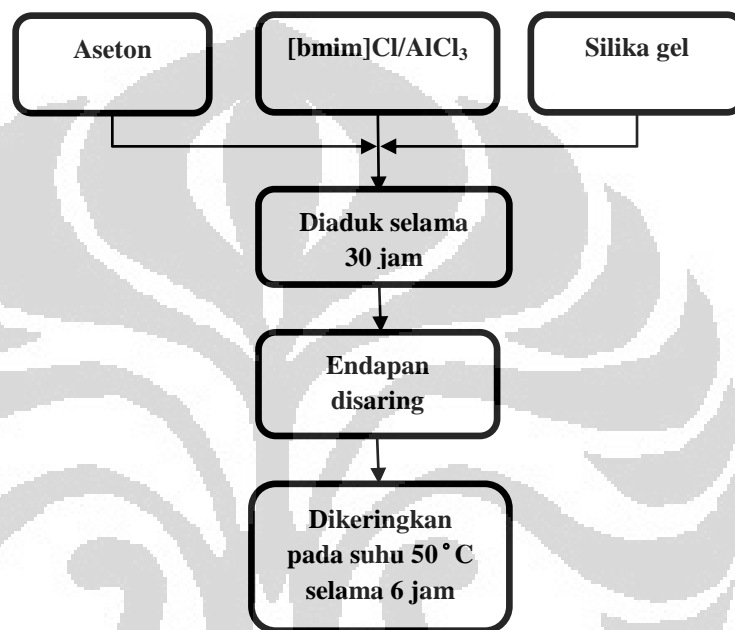


Bagan 3.3 Proses Immobilisasi AlCl_3 pada SiO_2

3.3.2.3 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl₃-SiO₂

Immobilisasi [bmim]/AlCl₃ pada silika gel

Katalis [bmim]Cl/AlCl₃ yang telah siap, diimpregnasi dengan silika gel menggunakan aseton kemudian diaduk dengan magnetic stirrer selama 30 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dan dikeringkan pada suhu 50 °C selama 6 jam. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.



Bagan 3.4 Proses Immobilisasi [bmim]Cl/AlCl₃-Silika gel

3.3.3 Karakterisasi Katalis

Katalis AlCl₃, AlCl₃-SiO₂, [bmim]Cl/AlCl₃ dan [bmim]cl/AlCl₃-SiO₂ yang telah disintesis dikarakterisasi dengan FTIR.

3.3.3.1 Karakterisasi dengan FTIR

Pengujian FTIR dilakukan dengan instrument Shimadzu. Sampel padat yang akan diuji dicampur terlebih dahulu dengan serbuk KBr dengan perbandingan sekitar 1 : 10. Campuran kemudian dimasukkan ke dalam tempat sampel untuk FTIR dan tempat tersebut dimasukkan ke dalam slot, tepat dibawah sinar infra merah. Selanjutnya baik sampel padat maupun cair dilakukan penembakan dengan jumlah scanning 45 kali dan resolusi 4 (1/cm).

3.3.4 Uji Katalisis Pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana

3.3.4.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl_3

Diklorometana dan benzena dengan perbandingan mol 1:15 dicampurkan dengan katalis ke dalam labu bulat. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 10 dan 30°C selama 60, 180 dan 480 menit. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.

3.3.4.2 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis $[\text{bmim}]/\text{AlCl}_3$

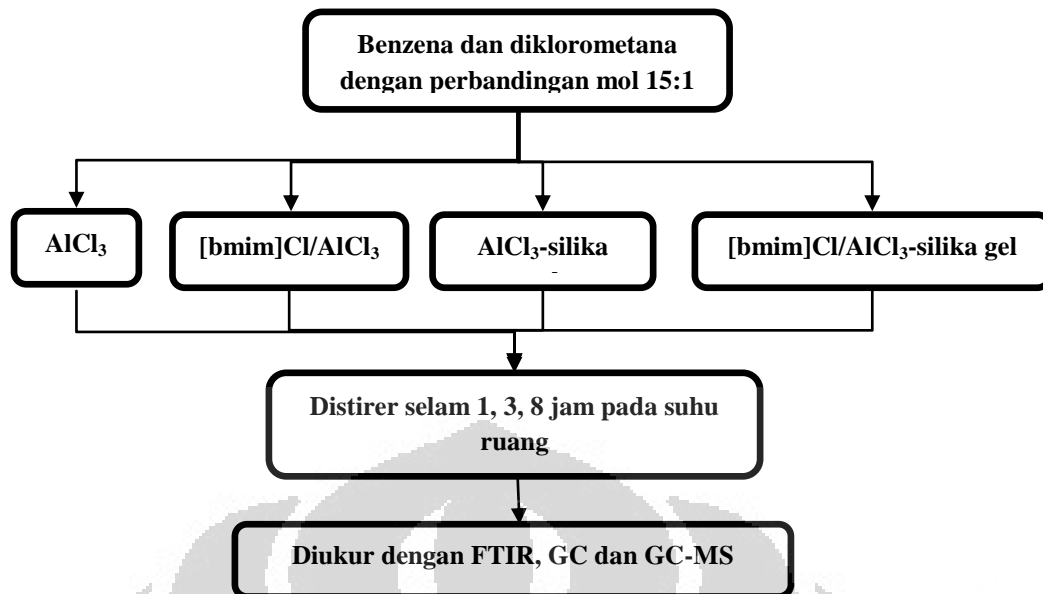
Diklorometana dan benzena dengan perbandingan mol 1:15 dicampurkan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ ke dalam labu bulat. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 10 dan 30 °C selama 60, 180 dan 480 menit. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.

3.3.4.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis $\text{AlCl}_3\text{-SiO}_2$

Diklorometana dan benzena dengan perbandingan mol 1:15 dicampurkan katalis $\text{AlCl}_3\text{-SiO}_2$ ke dalam labu bulat. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 10 dan 30°C selama 60, 180 dan 480 menit. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.

3.3.4.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3\text{-SiO}_2$

Diklorometana dan benzena dengan perbandingan mol 1:15 dicampurkan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3\text{-SiO}_2$ ke dalam labu bulat. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 10 dan 30°C selama 60, 180 dan 480 menit. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.



Bagan 3.5 Proses Reaksi Alkilasi Benzena dan Diklorometana

3.3.5 Karakterisasi Hasil Reaksi

Setelah reaksi berlangsung sesuai dengan kondisi yang ditentukan, campuran reaksi dikarakterisasi dengan FTIR, GC dan GC-MS.

3.3.5.1 Karakterisasi dengan FTIR

Pengujian FTIR dilakukan dengan instrument Shimadzu. Untuk sampel cair yang akan diuji, dipipet sebanyak 0,5 μL diatas KRS dan dipasang tepat ditengah plat besi. Selanjutnya dilakukan penembakan dengan jumlah scanning 45 kali dan resolusi 2 (1/cm).

3.3.5.2 Karakterisasi dengan GC

Pengujian GC dilakukan dengan instrument Shimadzu. Sebelum pengukuran sampel, terlebih dahulu diinjeksikan z murni dan larutan standar. Selanjutnya masing masing sampel diinjeksikan. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui banyaknya konversi reaktan selama reaksi berlangsung.

3.3.5.3 Karakterisasi dengan GC-MS

Karakterisasi GC-MS dilakukan untuk mengetahui fragmentasi produk yang terbentuk. Karakterisasi GC-MS ini dilakukan di Puslabfor, Mabas Polri Jakarta Selatan dan Pusarpedal Puspiptek Serpong.



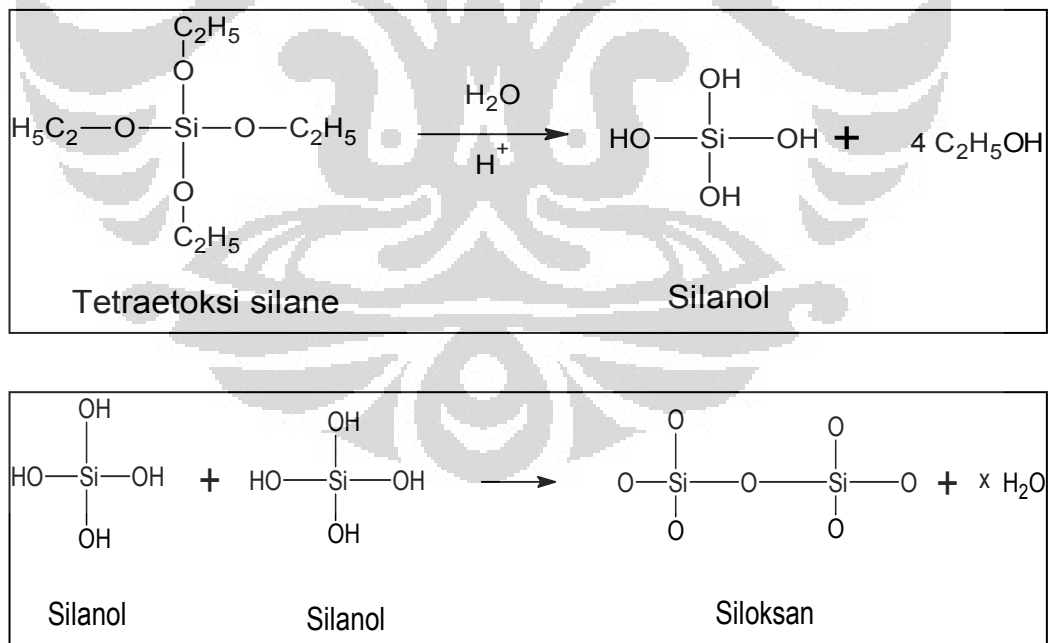
BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Silika gel

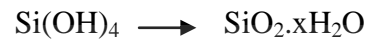
Silika gel diperoleh dengan mereaksikan sebanyak 10 ml TEOS, 1,9 ml HCl 4 M dan 6 ml aquabides. Campuran ini direaksikan dalam rotavapor selama 4 jam pada temperatur ruang. Tujuan penggunaan rotavapor ini agar semua bahan dapat tercampur sempurna. Selain itu penggunaan rotavapor ini dilengkapi dengan sistem vakum yang bertujuan untuk mengoptimalkan proses hidrolisis.

Proses pembuatan silika gel ini menggunakan metode sol gel yang melibatkan proses hidrolisis dan kondensasi. Proses hidrolisis ini merupakan proses pembentukan gugus silanol sedangkan pada proses kondensasi terjadi pelepasan H₂O di antara asam silikat yang bersebelahan sehingga terjadi polimerisasi membentuk ikatan Si-O-Si.



Gambar 4.1 Reaksi Hidrolisis dan Kondensasi pada pembentukan silika gel

Setelah reaksi berlangsung selama 4 jam, campuran ini didiamkan selama 24 jam pada temperatur ruang. Hidrogel yang terbentuk digerus dan dioven selama 4 jam pada suhu 110°C untuk menghilangkan kandungan air yang menempel pada gugus silanol. Pemanasan ini, juga bertujuan untuk menghilangkan produk samping berupa etanol yang terdapat pada hidrogel. Reaksi pemanasan yang terjadi yaitu



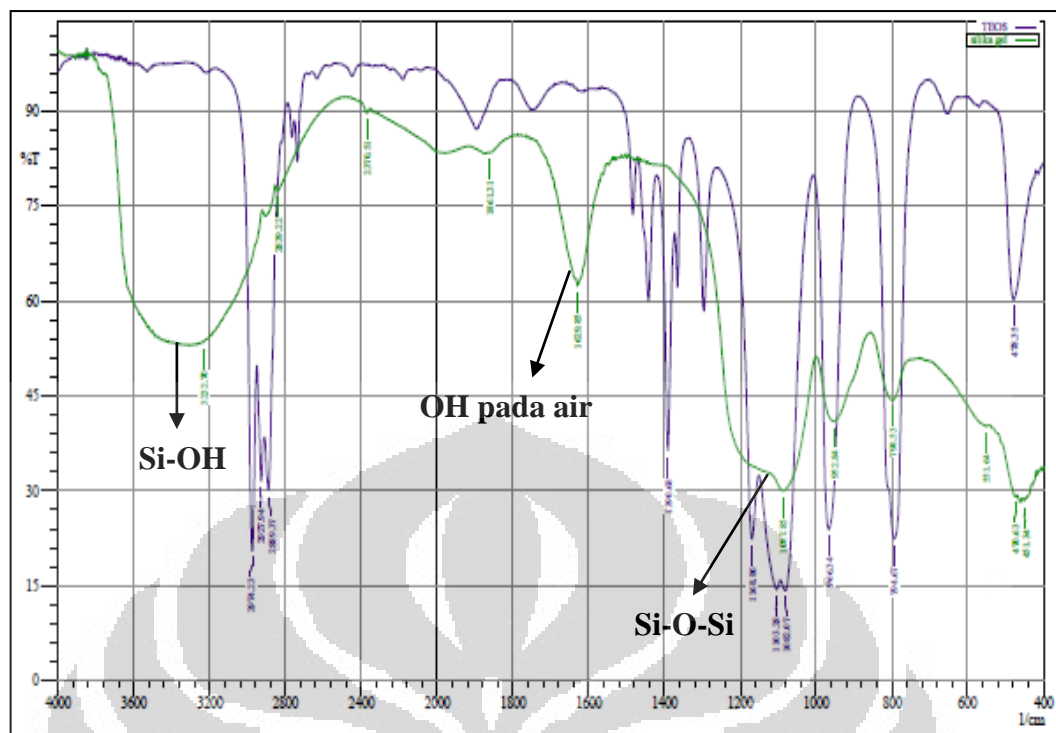
$$T=110^{\circ}\text{C}$$

Hidrogel yang telah dioven akan mengalami penyusutan berat akibat kandungan air dalam hidrogel berkurang. Hidrogel ini dihaluskan dengan menggunakan mortar untuk memperoleh struktur silika gel berupa padatan halus berwarna putih.



Gambar 4.2 Silika gel

Silika gel yang telah dihaluskan dikarakterisasi dengan FTIR. Hasil karakterisasi dengan FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Spektrum FTIR TEOS dan Silika gel

Tabel 4.1 Tabel perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi pada silika gel secara teoritis dan pengukuran

Jenis Ikatan	Bilangan gelombang (cm^{-1}) teoritis	Bilangan gelombang (cm^{-1}) pengukuran
Si-O-Si	1095-1075	1087,85
Si-O	1122-1137 (simetrik)	1087,85
	850-828 (asimetrik)	-
-OH	3570-3200	3252,70

Hasil pengukuran menunjukkan bahwa terdapat serapan gugus siloksan dan silanol yang merupakan gugus aktif pada silika gel. Pada spektrum silika gel tidak terjadi serapan pada rentang $1110\text{-}1080\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan gugus Si-O-C. Hal ini menunjukkan bahwa gugus Si-O-C pada TEOS sebagai bahan baku silika gel telah terhidrolisis menjadi Si-OH dan terkondensasi menjadi Si-O-Si. Selain itu terdapat serapan OH pada bilangan gelombang $1629,85\text{ cm}^{-1}$ yang

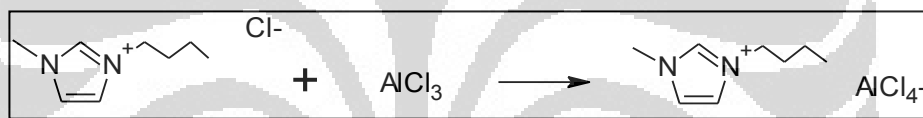
mengindikasikan -OH pada H_2O . Hal ini memperlihatkan bahwa silika gel yang terbentuk masih mengandung air.

Selain itu, dilakukan karakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan silika gel. Hasil karakterisasi silika gel yang disintesis memiliki luas permukaan sebesar $449,64 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Luas permukaan silika gel ini berada pada rentang $300\text{-}500 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ sehingga silika gel ini baik digunakan sebagai *support* pada katalis.

4.2 Pembuatan Katalis

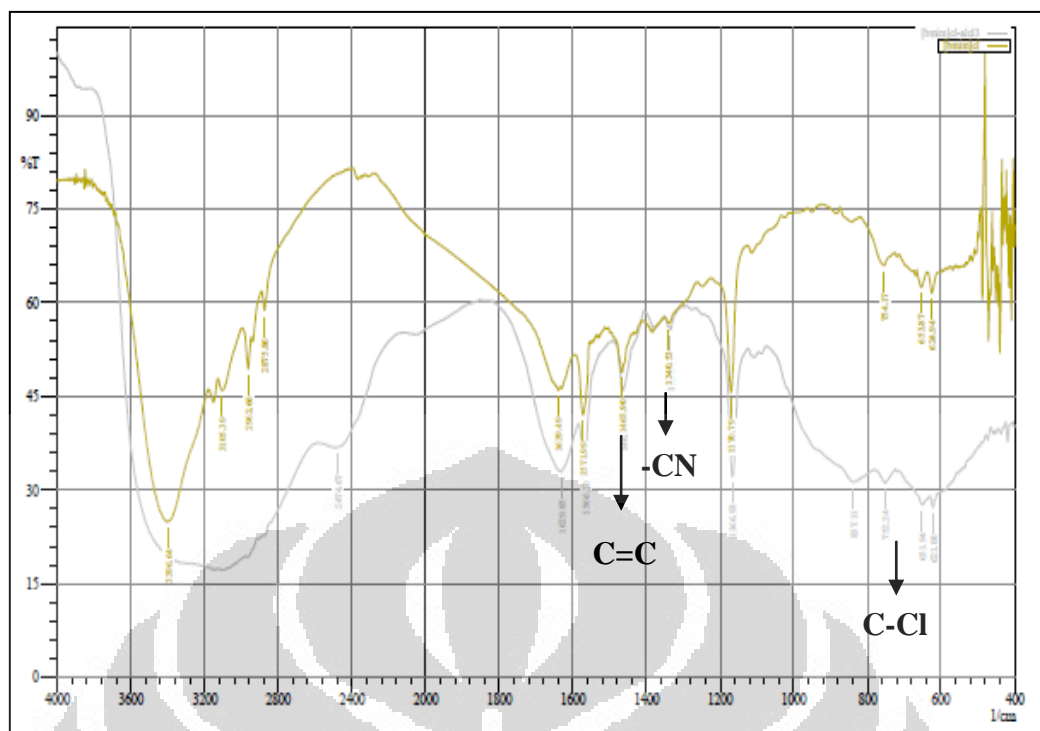
4.2.1 Pembuatan Katalis [bmim]Cl dalam AlCl_3

Sebanyak $0,1337$ gram cairan ionik dan $0,1669$ gram AlCl_3 dicampurkan untuk distirer selama ± 1 jam. Katalis ini dibuat dengan perbandingan mol [bmim]Cl/ AlCl_3 1:1,8 dengan tujuan memperoleh kondisi katalis yang bersifat asam. Reaksi pembentukan katalis cairan ionik asam ditunjukkan oleh Gambar 4.4



Gambar 4.4 Reaksi pembentukan katalis cairan ionik asam

Analisa spektroskopi FTIR dilakukan untuk mengkarakterisasi katalis [bmim]Cl/ AlCl_3 . Katalis digerus dengan KBr lalu dibentuk pelet untuk dianalisa dengan FTIR. Hasil spektrum FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Spektrum FTIR [bmim]Cl dan [bmim]Cl/AlCl₃

Tabel 4.2 Perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi pada katalis [bmim]Cl/AlCl₃ secara teoritis dan pengukuran

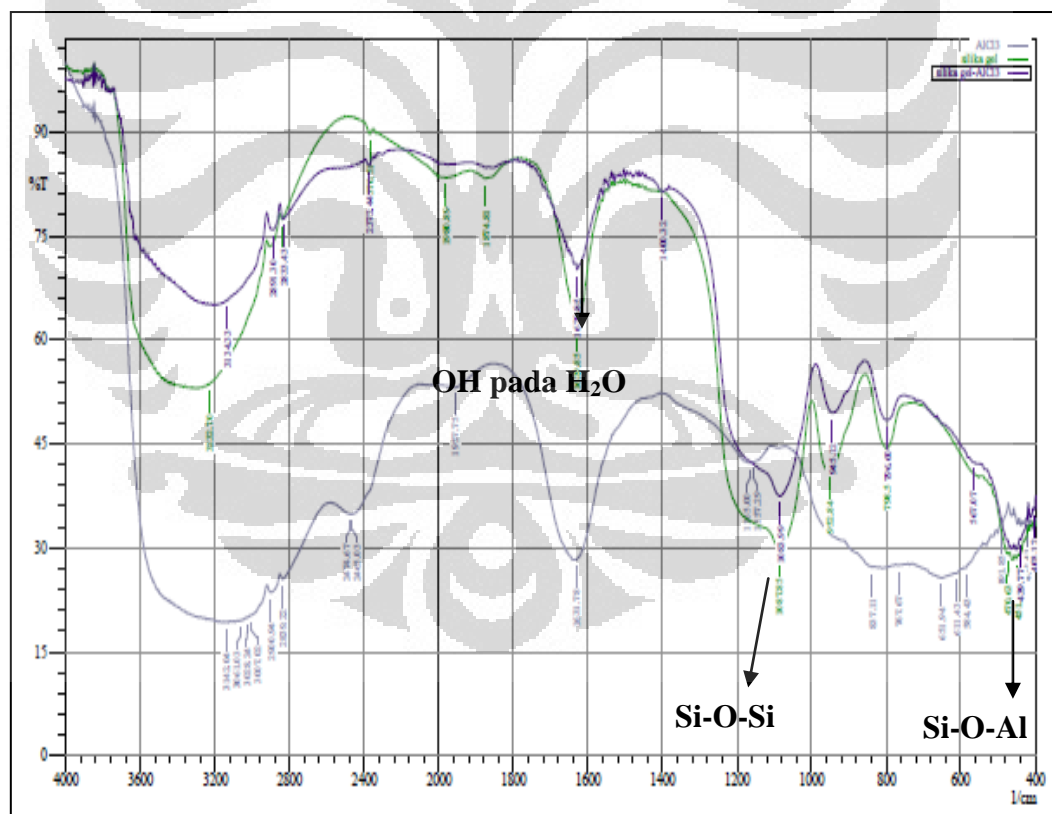
Jenis Ikatan	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) teoritis	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) pengukuran
C-H stretch	3000-2800	2908,65
C=C	1600-1580	1566,20
C-N stretch	1360-1310	1340,53
C-Cl	700-800	752,24

Spektrum yang diperoleh menunjukkan bahwa katalis yang digunakan sudah terbentuk namun adanya *peak* yang cukup lebar di daerah 3200 cm⁻¹ yang menunjukkan serapan dari gugus -OH. Hal ini terjadi karena sifat AlCl₃ yang hidroskopis.

4.2.2 Pembuatan Katalis AlCl_3 dalam Silika Gel

Impregnasi AlCl_3 ke dalam suatu penyangga atau *support* dilakukan dengan mencampurkan sebanyak 0,25 gram silika gel dan larutan AlCl_3 1 M 1,25 ml. Campuran ini diaduk selama 2 jam dan didiamkan 24 jam. Setelah itu, dilakukan penyaringan dan pengeringan pada suhu 110°C selama 2 jam. Perlakuan ini dilakukan dengan tujuan agar AlCl_3 dapat menempel pada silika gel. Proses impregnasi ini bertujuan untuk menunjukkan aktivitas katalis yang semakin meningkat akibat sisi aktif katalis mengikuti luas permukaan dari silika gel.

Karakterisasi katalis AlCl_3 -silika gel dilakukan dengan FTIR. Katalis digerus dengan KBr dengan tujuan untuk mengencerkan sampel, setelah itu dibentuk pelet dan dianalisis dengan FTIR. Hasil pengukuran dengan FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.6



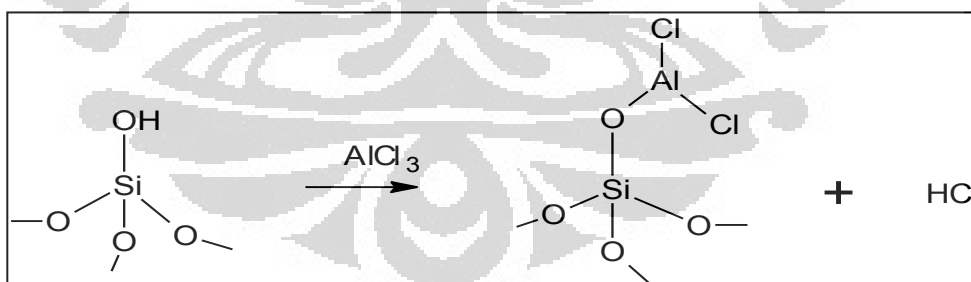
Gambar 4.6 Spektrum FTIR AlCl_3 , silika gel dan AlCl_3 -silika gel

Table 4.3 Tabel perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi AlCl_3 -silika gel secara teoritis dan pengukuran

Jenis Ikatan	Bilangan gelombang (cm^{-1}) teoritis	Bilangan gelombang (cm^{-1}) pengukuran
Si-O-Si	1095-1075	1083,99
Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O	500-420	418,12
Vibrasi ulur simetri Si-O dan Al-O	820-650	750,31 dan 650,1
Vibrasi ulur asimetri Si-O dan Al-O	1250-950	1166,90

Dari Tabel 4.3 terlihat bahwa impregnasi AlCl_3 pada silika gel telah berhasil terbentuk. Selain itu, serapan gugus $-\text{OH}$ pada spektrum katalis semakin berkurang dikarenakan sudah terbentuknya ikatan Si-O-Al.

Reaksi antara asam lewis dengan silika gel ditunjukkan pada Gambar 4.7



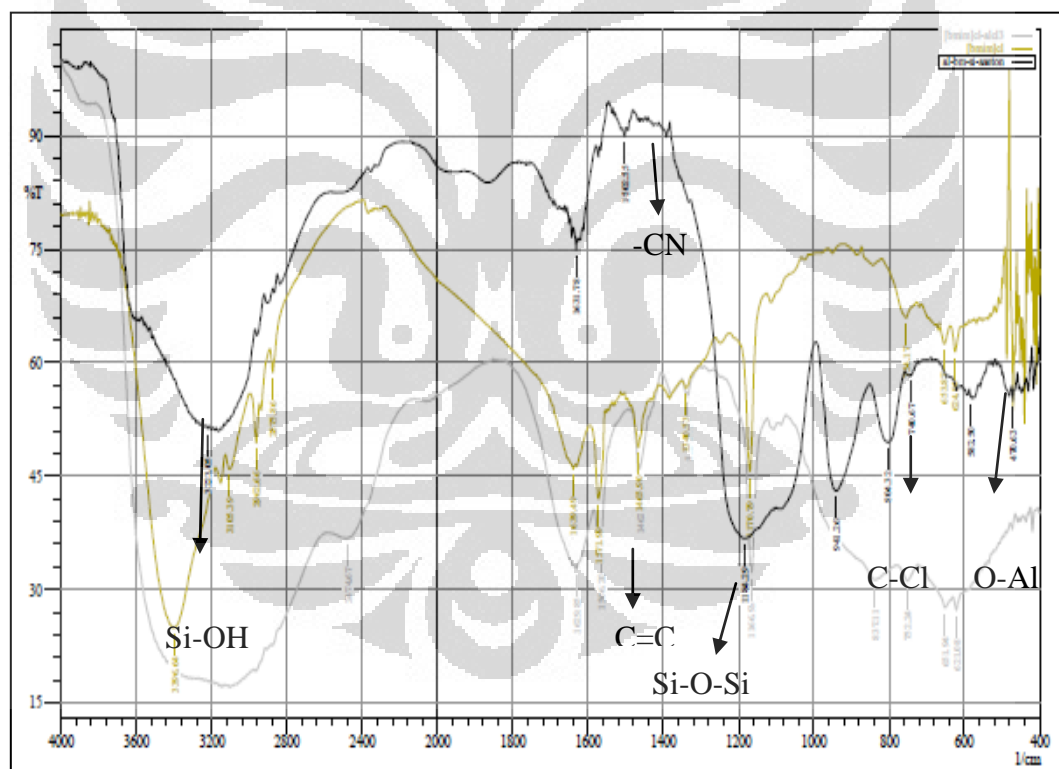
Gambar 4.7 Reaksi antara gugus silanol dengan AlCl_3

Proses impregnasi AlCl_3 pada silika gel menyebabkan terbentuknya ikatan kovalen antara Si-O-Al dimana atom O dari silika gel mendonorkan elektronnya pada atom Al.

4.2.3 Pembuatan Katalis [bmim]Cl/AlCl₃ dalam Silika Gel

Impregnasi cairan ionik asam pada silika gel dilakukan dengan mengaduk 0,0395 gram [bmim]Cl, 0,25 gram silika gel dan 6,25 ml aseton selama 30 jam. Setelah itu, didiamkan selama 1 malam. Proses pengadukan dan perendaman ini diharapkan agar katalis dapat menempel pada permukaan silika gel. Setelah itu, endapan yang terbentuk dipisahkan lalu dikeringkan pada suhu 50 °C selama 6 jam. Proses pengeringan ini dilakukan dengan tujuan untuk menguapkan sisa aseton pada katalis. Proses impregnasi cairan ionik asam ke dalam silika gel bertujuan untuk memperluas sisi aktif katalis mengikuti permukaan silika gel.

Analisis katalis dilakukan dengan FTIR untuk mengetahui serapan dari katalis. Katalis digerus dengan KBr, lalu dibentuk pellet dan dianalisis dengan FTIR. Hasil pengukuran katalis dapat dilihat pada Gambar 4.8

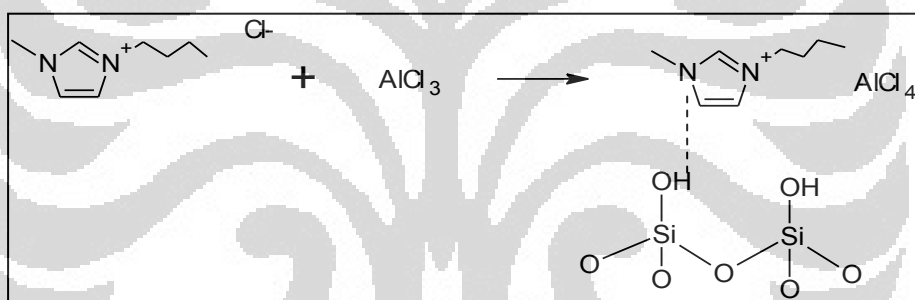


Gambar 4.8 Spektrum FTIR [bmim]Cl, [bmim]Cl/AlCl₃ dan [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel

Tabel 4.4 Tabel perbandingan spektrum inframerah beberapa gugus fungsi pada katalis [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel secara teoritis dan pengukuran

Jenis ikatan	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) teoritis	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) pengukuran
C-H stretch	3000-2800	2961,66
C=C	1600-1580	1571,99
C-N	1360-1310	1340,52
C-Cl	800-700	754,17
Si-O-Si	1095-1075	1083,99

Reaksi pembentukan katalis [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel ditunjukkan pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Reaksi pembentukan katalis [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel

Dari reaksi di atas dapat terlihat bahwa proses impregnasi cairan ionik asam terhadap silika gel menyebabkan terbentuknya ikatan kovalen antara N pada N-CH₃ dengan atom H pada gugus silanol.

4.3 Uji Katalisis pada Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana

Uji katalisis reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui aktivitas setiap katalis yang digunakan seperti AlCl₃, [bmim]Cl/AlCl₃, AlCl₃-silika gel serta [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel dengan variasi waktu dan suhu.

Setelah reaksi alkilasi berlangsung, dilakukan karakterisasi dengan kromatografi gas untuk mengetahui konsentrasi benzena dalam campuran. Dilakukan uji standar terlebih dahulu pada larutan benzena dengan konsentrasi 10%, 20%, 30%, 40% dan 100% .(Lampiran 2)

4.3.1 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis AlCl_3

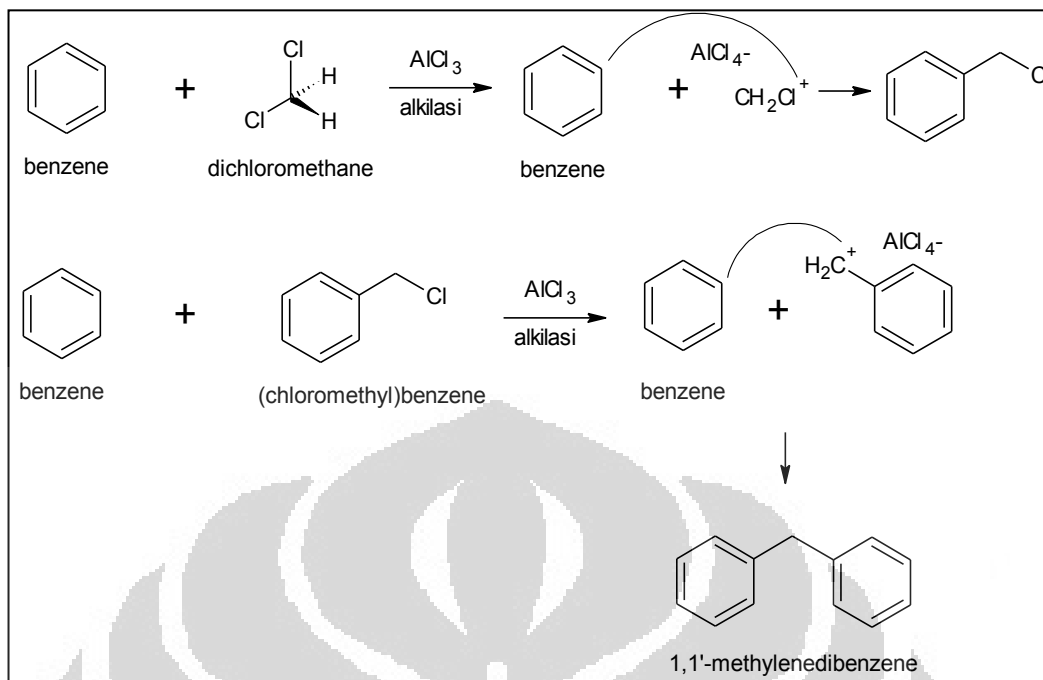
Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dilakukan dengan menambahkan AlCl_3 sebanyak $1,25 \times 10^{-3}$ mol kedalam campuran benzena $3,75 \times 10^{-2}$ mol dan diklorometana $2,5 \times 10^{-3}$ mol. Campuran diaduk dengan menggunakan strirer selama 1, 3 dan 8 jam pada temperatur 10 dan 30 °C.

Hasil reaksi alkilasi diuji dengan kromatografi gas dengan kolom Rtx-1(0,25 mm x 1.30 m x 0,25 um) untuk mengetahui banyaknya benzena yang terkonversi. Banyaknya benzena yang terkonversi ditunjukkan pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Data perhitungan konversi benzena menggunakan katalis AlCl_3 pada suhu 10 °C dan 30 °C

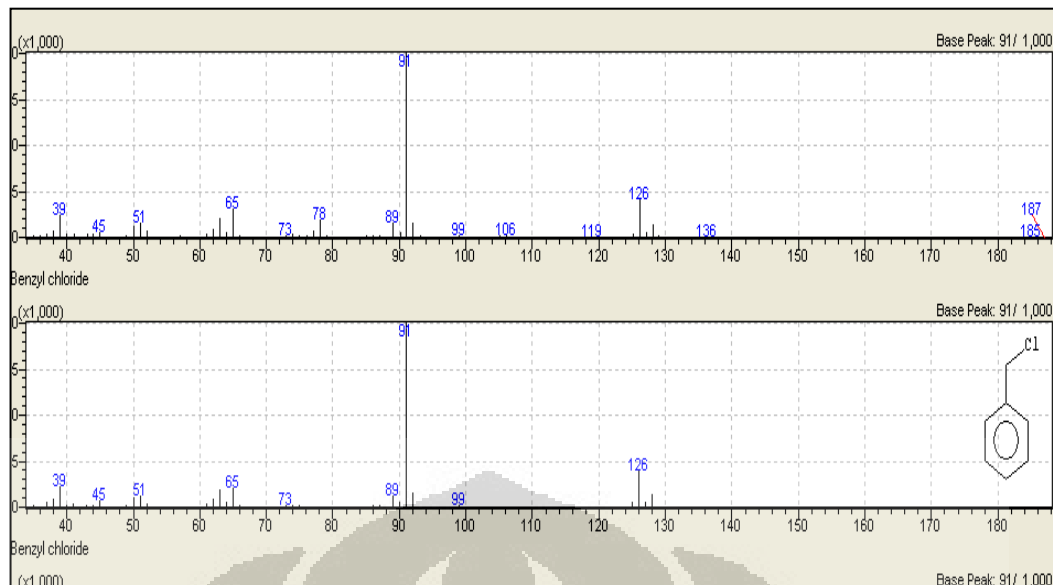
No	Waktu reaksi (jam)	Persen konversi benzena pada suhu 10 °C (%)	Persen konversi benzena pada suhu 30 °C(%)
1	1	9,66	1,89
2	3	15,68	27,04
3	8	13,54	22,33

Dari Tabel diatas disimpulkan bahwa konversi benzena terbesar terjadi pada suhu ruang dan waktu reaksi 3 jam dengan konversi sebesar 27,04%. Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis AlCl_3 dapat dilihat pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Mekanisme reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis AlCl_3

Produk reaksi alkilasi dikarakterisasi dengan GC-MS untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dan fragmentasi dari produk yang dihasilkan. Karakterisasi dengan GC-MS dilakukan dengan menggunakan jenis kolom DB-5 MS (60 m, 0.25 mm, 0.25 μm) dan waktu analisis 16 menit. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah benzil klorida. Hal ini didukung dengan fragmentasi dari benzil klorida yang menunjukkan fragmen stabil pada *base peak* 91. Benzil klorida merupakan senyawa intermediet dari reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi alkilasi tidak berlangsung sempurna. Fragmentasi dari benzil klorida dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Fragmentasi Produk Alkilasi menggunakan Katalis AlCl_3

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

Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dilakukan dengan menambahkan katalis cairan ionik asam $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ dengan perbandingan mol 1:1,8 ke dalam campuran benzena $3,75 \times 10^{-2}$ mol dan diklorometana $2,5 \times 10^{-3}$ mol. Campuran diaduk dengan menggunakan strirer selama 1, 3 dan 8 jam pada temperatur 10 dan 30 °C. Produk alkilasi dikarakterisasi dengan kromatografi gas dan persen konversi benzena ditunjukkan pada Tabel 4.6

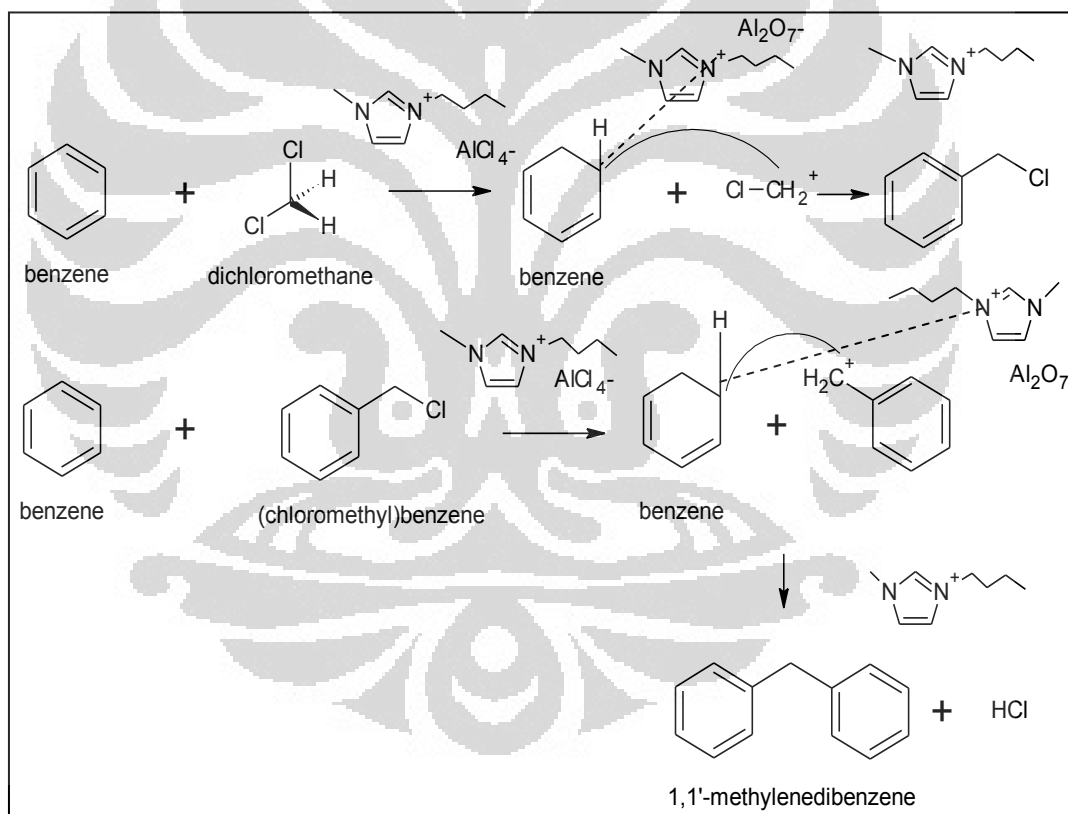
Tabel 4.6 Data perhitungan konversi benzena menggunakan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ pada 10 °C dan 30 °C

No	Waktu Reaksi (jam)	Persen konversi Benzena pada suhu 10 °C (%)	Persen konversi Benzena pada suhu 30 °C (%)
1	1	0	0
2	3	24,64	8,22
3	8	15,55	9,34

Hasil pengukuran dengan kromatografi gas menunjukkan bahwa konversi benzena terbesar terjadi pada suhu 10 °C dan waktu reaksi 3 jam. Namun, pada

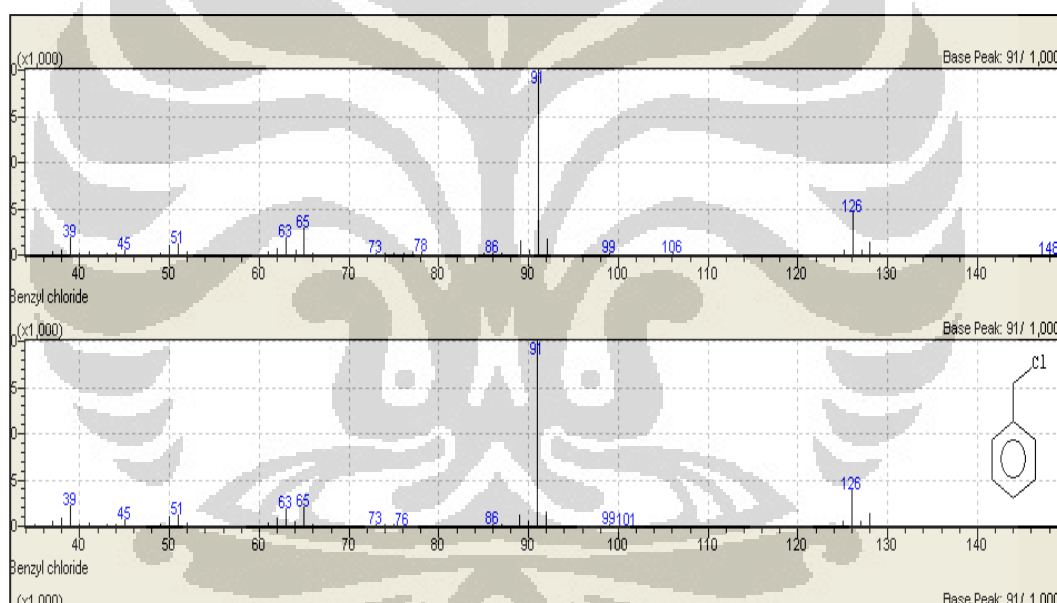
kondisi suhu ruang tidak dihasilkan konversi benzena yang signifikan karena pada waktu 3 jam tidak dihasilkan konversi benzena yang lebih tinggi. Sedangkan pada waktu 1 jam, belum terjadi konversi benzena.

Mekanisme alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/ AlCl_3 diawali dengan pembentukan elektrofil pada diklorometana oleh cairan ionik asam. Sedangkan atom N^+ pada kation imidazolium akan berikatan sementara dengan benzena sehingga elektrofil yang terbentuk akan masuk ke dalam cincin benzena. Tahap pertama ini akan menghasilkan senyawa benzil klorida. Begitu pun reaksi berikutnya, sehingga produk alkilasi terbentuk yakni difenilmetana. Mekanisme reaksi alkilasi benzena menggunakan katalis cairan ionik asam ditunjukkan pada Gambar 4.12



Gambar 4.12 Mekanisme alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$

Hasil reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/ AlCl_3 dikarakterisasi dengan GC-MS. Karakterisasi GC-MS dilakukan dengan menggunakan kolom DB-5 MS(60 mm x 1,30m x 0,25 um) dan waktu reaksi sekitar 16 menit. Dari hasil pengukuran menunjukkan terbentuknya benzil klorida dengan berat molekul 126. Hasil fragmentasi menunjukkan terdapat *base peak* 91 yang merupakan fragmen stabil dari benzil klorida. Senyawa ini merupakan intermediet dari pembentukan senyawa difenilmetana sehingga reaksi alkilasi dengan katalis cairan ionik asam belum menunjukkan hasil yang maksimal. Senyawa lain yang terbentuk antara lain naftalen, fenol, heksadekan, oktadekan dan eicosane. Munculnya senyawa naftalen pada reaksi ini disebabkan reaktifitas dari cairan ionik sehingga cairan ionik ini menyerang cincin benzena membentuk senyawa naftalen.



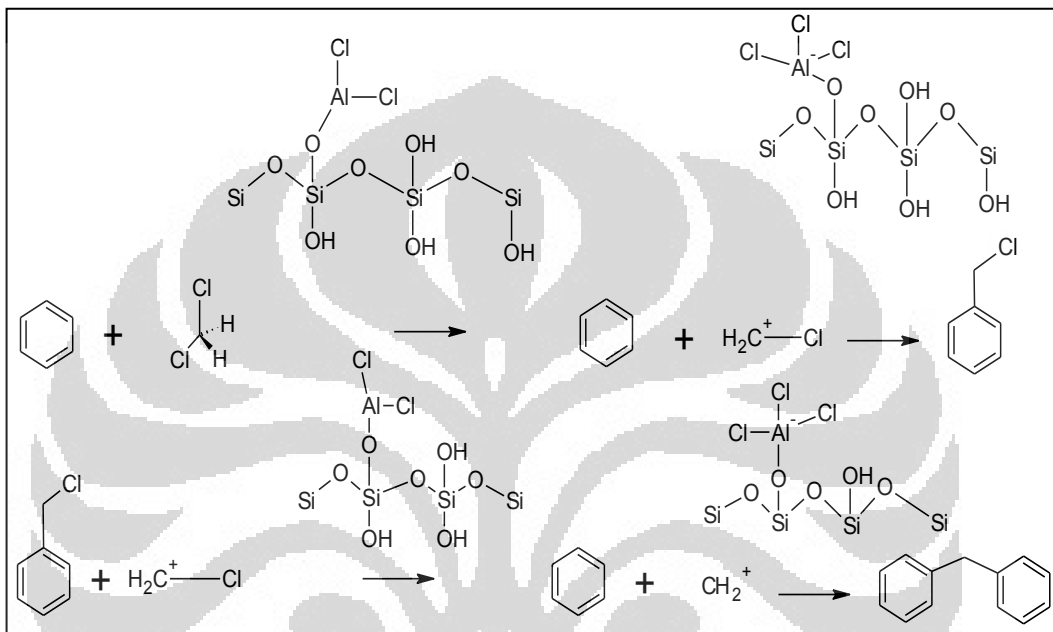
Gambar 4.13 Fragmentasi Produk alkilasi dengan Katalis [bmim]Cl/ AlCl_3

4.3.3 Reaksi Alkilasi Benzena dengan diklorometana menggunakan Katalis AlCl_3 -silika gel

Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dilakukan dengan menambahkan AlCl_3 -silika gel sebanyak 0,0834 gr kedalam campuran benzena $3,75 \times 10^{-2}$ mol dan diklorometana $2,5 \times 10^{-3}$ mol. Campuran diaduk dengan menggunakan strirer selama 3 jam pada suhu 30°C . Penggunaan katalis ini

diharapkan mampu menghasilkan konversi yang lebih banyak dibandingkan dengan tanpa silika gel.

Hasil reaksi alkilasi diukur dengan kromatografi gas dan menunjukkan persen konversi sebesar 21,42%. Hasil ini menunjukkan bahwa proses impregnasi katalis dengan silika gel belum menghasilkan konversi benzena yang lebih banyak.



Gambar 4.14 Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis AlCl₃-silika gel

4.3.4 Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana menggunakan Katalis [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel

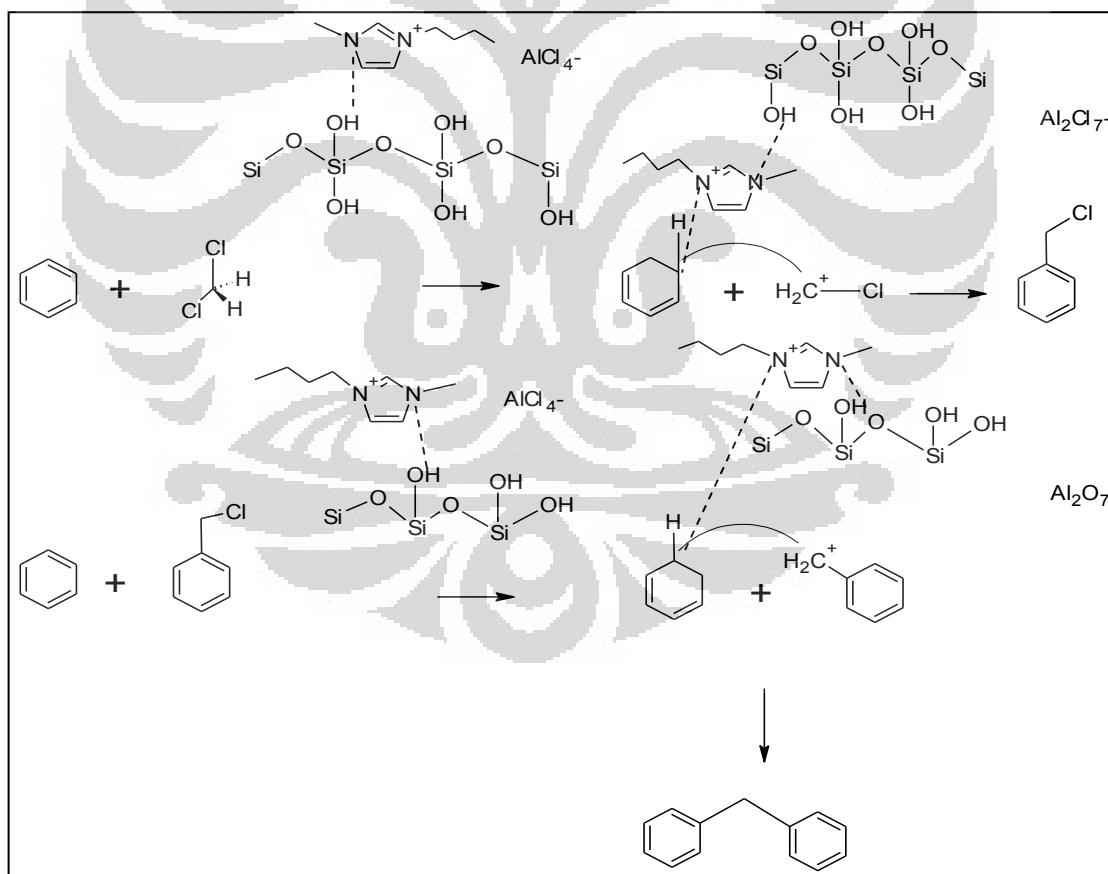
Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dilakukan dengan menambahkan [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel sebanyak 0,0784 gr kedalam campuran benzena $3,75 \times 10^{-2}$ mol dan diklorometana $2,5 \times 10^{-3}$ mol. Campuran diaduk dengan menggunakan strirer selama 3 jam pada 10 °C.

Produk reaksi alkilasi dikarakterisasi dengan kromatografi gas dan belum menghasilkan konversi dari benzena dikarenakan jumlah katalis yang ditambahkan tidak mencukupi.

Tahapan reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [bmim]Cl/ AlCl_3 -silika gel yakni,

1. Terjadi pengambilan atom Cl pada alkil halida dengan asam lewis pada katalis [bmim] AlCl_3 . Hal ini menyebabkan atom Al bermuatan negative dan gugus metilen pada alkil halida bermuatan positif (membentuk elektrofil).
2. Atom $^+\text{N-C}_4\text{H}_9$ pada kation cairan ionik akan berinteraksi sementara dengan benzena
3. Elektron yang terdapat pada benzena akan menyerang elektrofil dari alkil halida yang terbentuk dan terjadi pelepasan katalis
4. Terjadi pembentukan rangkap kembali pada cincin benzena yang tersubstitusi oleh elektrofil dan pelepasan katalis

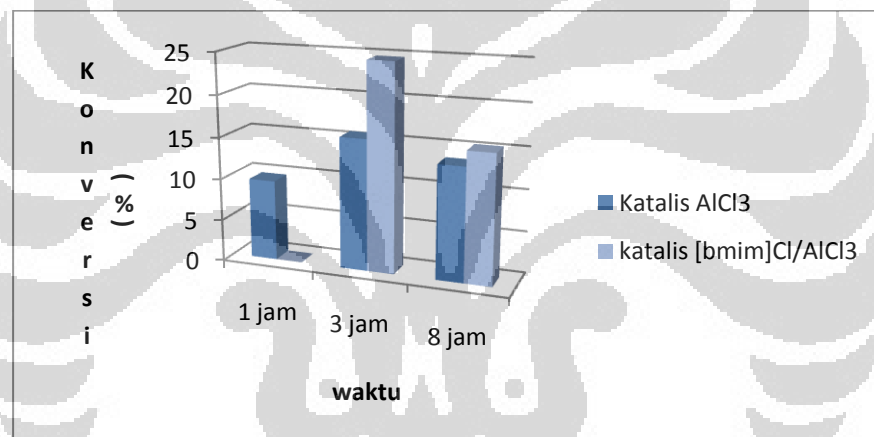
Mekanisme reaksi alkilasi dengan katalis ini ditunjukkan pada Gambar 4.15



Gambar 4.15 Reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana menggunakan katalis [bmim]/ AlCl_3 -silika gel

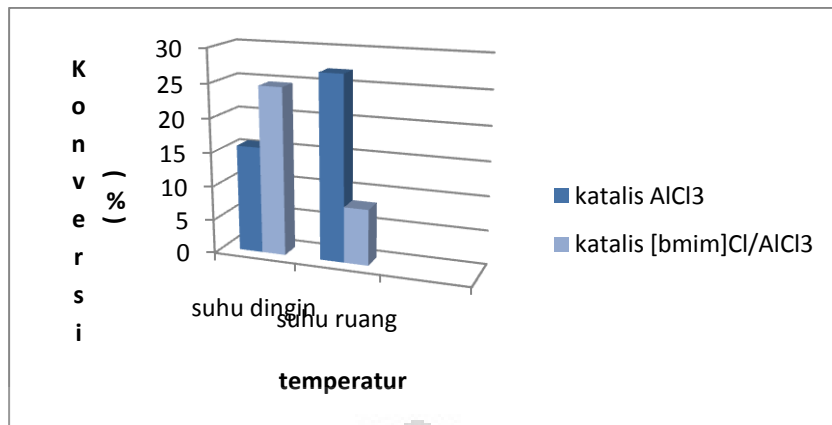
4.3.5 Perbandingan konversi benzena terhadap pengaruh katalis, suhu dan waktu reaksi

Dari hasil penelitian yang dilakukan, perbedaan katalis, suhu dan waktu reaksi mempengaruhi hasil yang diperoleh. Pengaruh penambahan cairan ionik pada AlCl_3 menunjukkan bahwa aktivitas katalitik dari katalis ini menunjukkan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan katalis AlCl_3 . Berdasarkan teori, katalis cairan ionik asam ini mampu mengkatalisis reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dalam suasana asam. Penambahan cairan ionik ini dapat dilihat pada suhu dingin yang menunjukkan konversi benzena yang lebih banyak. Perbandingan antara katalis AlCl_3 dengan $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ ditunjukkan pada Gambar 4.16



Gambar 4.16 Pengaruh penggunaan katalis terhadap persen konversi pada reaksi alkilasi dengan variasi waktu

Pengaruh suhu pada reaksi alkilasi ini juga mempengaruhi konversi dari benzena. Hal ini menunjukkan bahwa aktivitas katalis pada suatu reaksi dipengaruhi oleh suhu. Penggunaan suhu pada reaksi katalitik akan mempengaruhi interaksi antar molekul. Pada reaksi alkilasi ini, penggunaan katalis AlCl_3 memiliki reaksi optimum pada suhu 30°C . Sedangkan penggunaan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ memiliki reaksi optimum pada suhu 10°C . Perbandingan antara katalis AlCl_3 dan $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ dengan konversi benzena pada suhu 10 dan 30°C dapat dilihat pada Gambar 4.17



Gambar 4.17 Pengaruh penggunaan katalis terhadap persen konversi pada reaksi alkilasi dengan variasi suhu

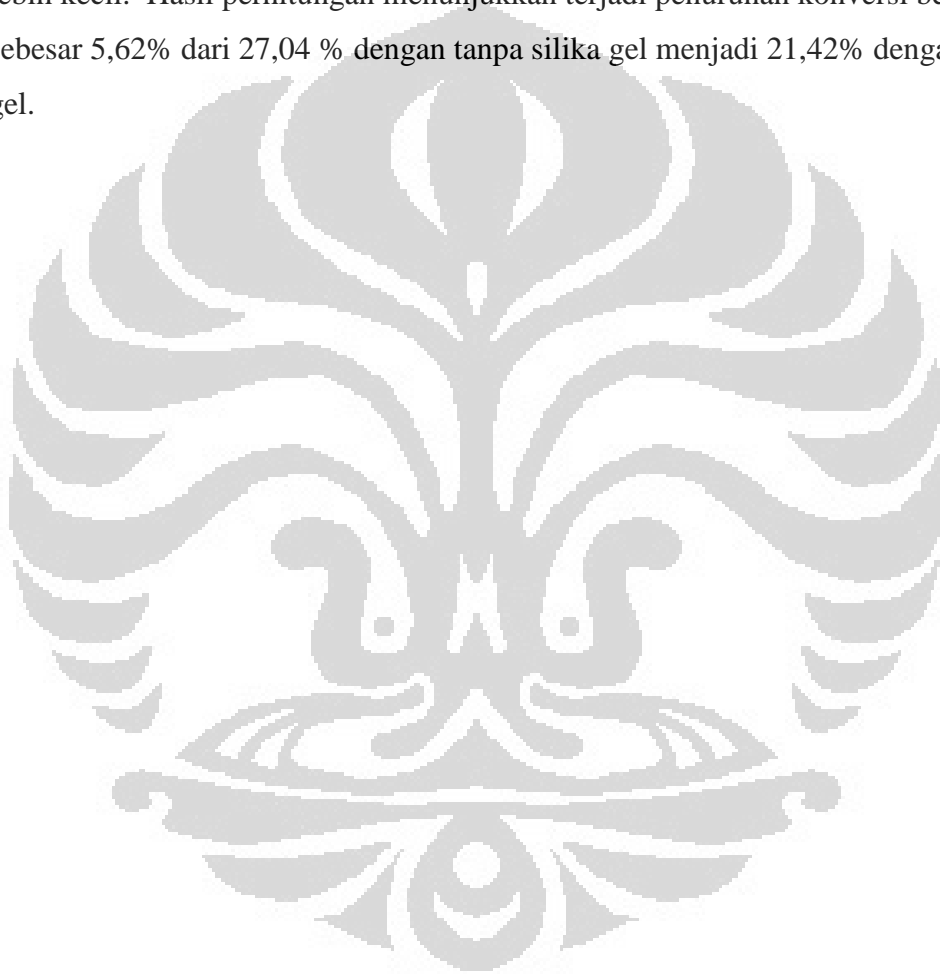
Faktor lain yang mempengaruhi aktivitas katalis adalah waktu reaksi dimana katalis dapat bekerja optimum untuk menghasilkan produk. Dari rentang waktu reaksi yang dilakukan yakni 1, 3 dan 8 jam, katalis dapat bekerja optimum pada waktu reaksi 3 jam.

Hubungan antara katalis yang digunakan pada penelitian ini dengan waktu dan suhu secara keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 4.7

Tabel 4.7 Tabel perbandingan konversi benzena terhadap pengaruh katalis, suhu dan waktu

Variabel		Jenis Katalis			
Suhu (°C)	Waktu (jam)	AlCl ₃ (%)	AlCl ₃ -silika gel(%)	[bmim]Cl/AlCl ₃ (%)	[bmim]Cl/AlCl ₃ -silika gel(%)
10	1	9,66		0	
	3	15,68		24,64	0
	8	13,54		15,55	
30	1	1,89		0	
	3	27,04	21,42	8,22	
	8	22,33		9,34	

Dari Tabel di atas dapat terlihat bahwa penambahan cairan ionik ke dalam AlCl_3 dan silika gel sebagai *support* pada katalis tidak menunjukkan hasil yang begitu baik. Tujuan penambahan cairan ionik pada katalis AlCl_3 adalah untuk meningkatkan aktivitas dari katalis AlCl_3 namun hal ini tidak terjadi. Sedangkan, penambahan silika gel sebagai *support* pada katalis bertujuan untuk memperbanyak sisi aktif katalis mengikuti luas permukaan silika gel yang besar. Dari penelitian ini, penambahan silika gel pada katalis menunjukkan hasil yang lebih kecil. Hasil perhitungan menunjukkan terjadi penurunan konversi benzena sebesar 5,62% dari 27,04 % dengan tanpa silika gel menjadi 21,42% dengan silika gel.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini yaitu:

1. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan FTIR, katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/AlCl₃ berhasil terbentuk
2. Aktivitas katalis [bmim]Cl/AlCl₃ menunjukkan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan katalis AlCl₃ pada kondisi suhu 10 °C dan waktu reaksi 3 jam
3. Aktivitas katalis dengan menggunakan *support* (AlCl₃-silika gel dan [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel) menunjukkan hasil yang lebih kecil dibandingkan dengan tanpa *support* (AlCl₃ dan [bmim]Cl/AlCl₃)

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu:

1. Perlu dilakukan pembuatan katalis cairan ionik asam [bmim]Cl/AlCl₃ dengan perbandingan mol lain sehingga membentuk alis yang lebih asam
2. Perlu dilakukan reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana dengan variasi konsentrasi reaktan dan jumlah katalis
3. Menyediakan standar produk reaksi dengan tujuan mengetahui secara pasti produk yang terbentuk

DAFTAR PUSTAKA

- A.M, Buckley. Greenblatt M. 1994. Sol Gel Preparation of Silica Gel
- Bourbigou, H Oliver, L. Magna and D. Morvan. 2010. Ionic Liquids and Catalysis: Recent Progress from Knowledge to Applications. France
- Cai, Xijin, Shuhan Cui, Liping Qu, Dandan Yuan, Bin Lu, Qinghai Cai. 2007. Alkylation of Benzene and Dichloromethane to Diphenylmethane with Acidic Ionic Liquids. China
- Coatos, John. 2000. Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach.
- Corma, Avelino; Hermenegildo Garcia. 2003. Lewis Acids: From conventional Homogenous to Green Homogeneous and Heterogenous Catalysis
- Doorslaer, Charlie Van, Joos Wahlen, Pascal Mertens, Koen Binnemans, Dirk De Vos. 2010. Immobilization of Molecular Catalysts in Supported Ionic Liquid
- Earle, Martyn J, Kenneth R. Seddon. 2000. Ionic Liquids: Green solvents for the Future. Pure Appl. Chem., vol 72, 1391-1398
- Hai-Yan Zhu dkk. 2007. Effect of Chloroaluminate Ionic Liquid on Alkylation of Benzene with Mixture of Alkenes and Alkanes. China
- Hallett, Jason P dan Tom Welton. 2011. Room-Temperature Ionic Liquid: Solvent for Synthesis and Catalysis. London

- Hart, Craine Hart. 2003. Kimia Organik Suatu Kuliah Singkat Edisi kesebelas. Jakarta: Erlangga
- Karkkainen, Johanna. 2007. Preparation and Characterizations of Some Ionic Liquids and Their Use in the Dimerization Reaction of 2-Methylpropene
- Kim, Dong-shun dan Wha Seung Ahn. 2002. Diphenylmethane Synthesis using Ionic Liquids as Lewis Acid Catalyst. Korea
- Kumar, Rakesh dkk. Synthesis of Supported aluminium Chloride and ChloroAluminate Ionic Liquid Catalyst for Alkylation of Benzene. India: Indian Institute Of Technology
- Kun Qiao, Youquan Deng. 2001. Alkylation of Benzene in Room Temperature Ionic Liquids Modified with HCl. China
- Kuskaryawantini. 2010. Studi Reaksi Esterifikasi asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol menggunakan Katalis Silika Gel/1-Butil-3Metil Imidazolium Klorida
- Mulja, H Muhammad dan Suharman. 1995. Analisis instrumental. Surabaya: Airlangga University Press
- Polshettiwar, Vivek dkk. 2011. Magnetically Recoverable Nanocatalyst
- Poulsen, Thomas B dan Karl Anker Jorgesen. 2008. Catalytic Asymmetric Friedel-Crafts Alkylation Reactions Copper Showed The Way. Denmark
- Puspitasari, Linda. 2011. Reaksi Substitusi Nukleofilik antara Benzil Klorida dan kalium Sianida menggunakan Katalis Cairan Ionik [bmim]PF₆-silika gel. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI

Universitas Indonesia

Sheldon, Roger. 2001. *Catalytic Reactions in Ionic Liquid*. Cambridge, UK

Wibowo, Widayanti. 2004. *Hand out Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*.
Depok: Departemen kimia FMIPA UI

Yina Donghong, Changzhi Lia, Liang Taoa, Ningya Yua, Shan Hua, dan
Dulin Yina. 2005. *Synthesis of Diphenylmethane Derivatives in Lewis
Acidic Ionic Liquids*. China

Yue Caibo, Dong Fang, Lin Liu and Ting-Feng Yi. 2011. *Synthesis and
Application of Task-Specific Ionic Liquid Used as Catalysts and/or
Solvents in Organic Unit Reactions*. *Journal of Molecular Liquid*

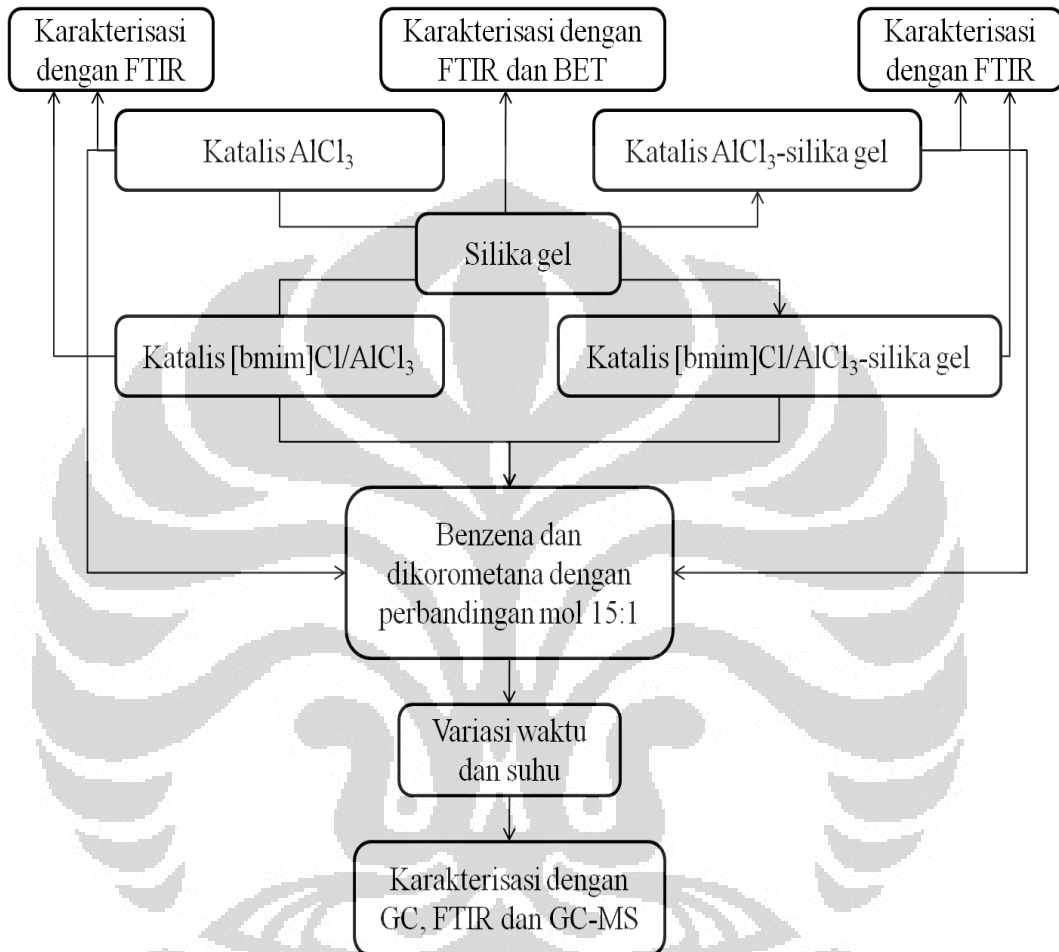
www.library.tedankara.k12.tr/carey/ch12-6.html 19 September pukul 19.00

www.datachem.blogspot 29 September 2011 pukul 12.00

www.wikipedia.org 9 Juli 2011 pukul 15.00

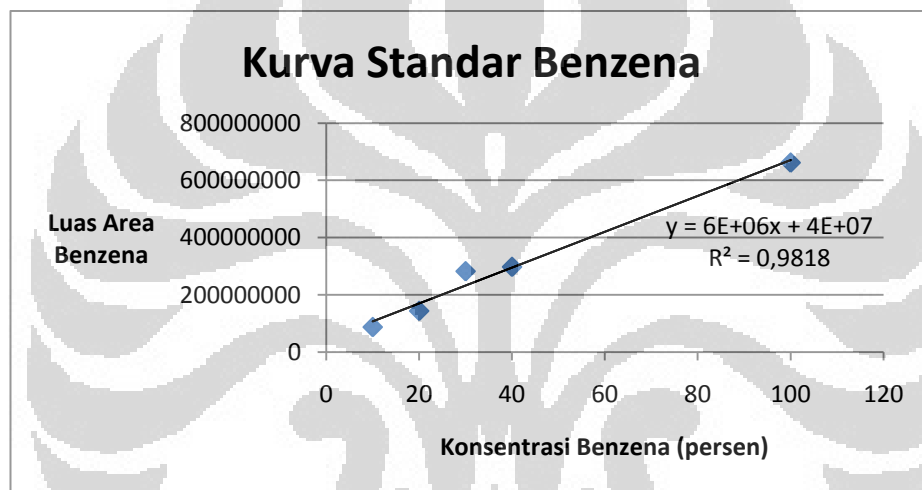
LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan kerja reaksi alkilasi benzena dengan diklorometana

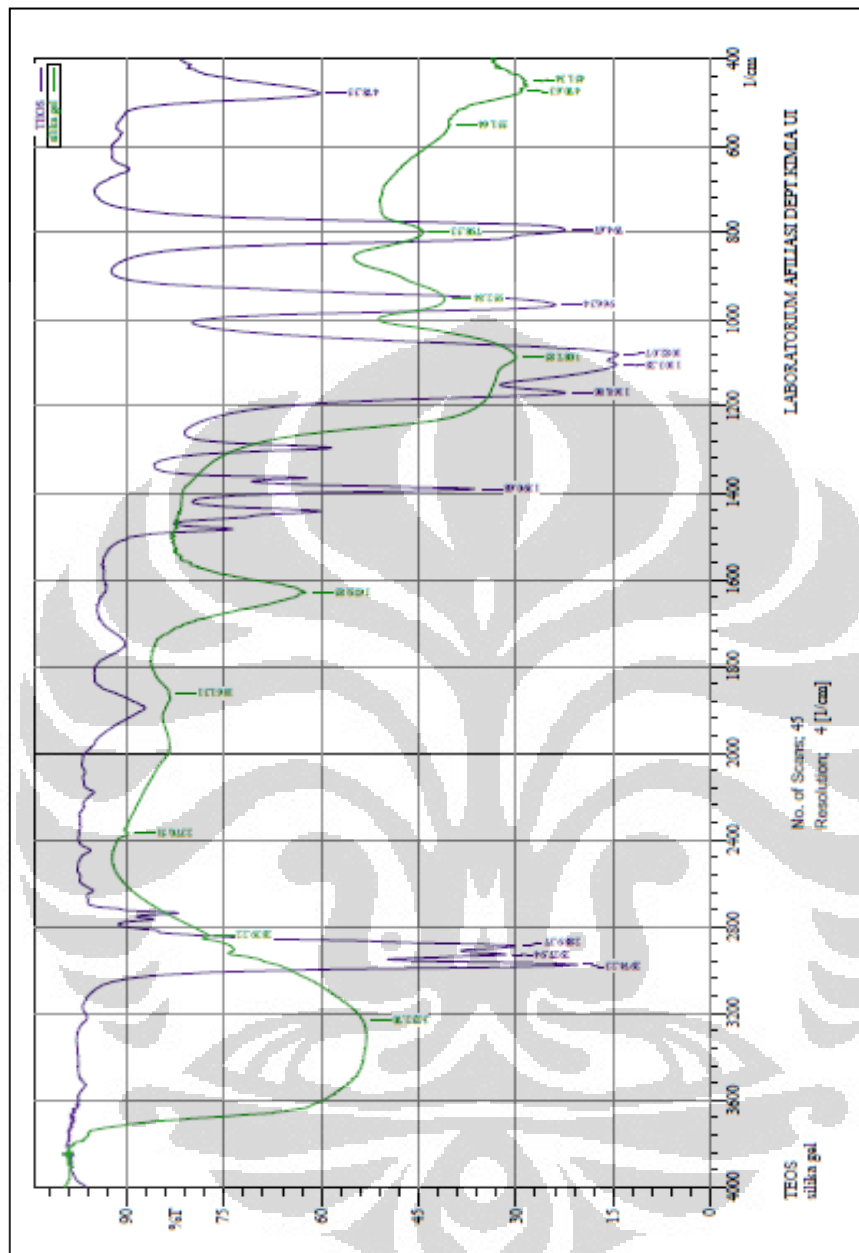


Lampiran 2. Standar Benzena dengan kromatografi gas

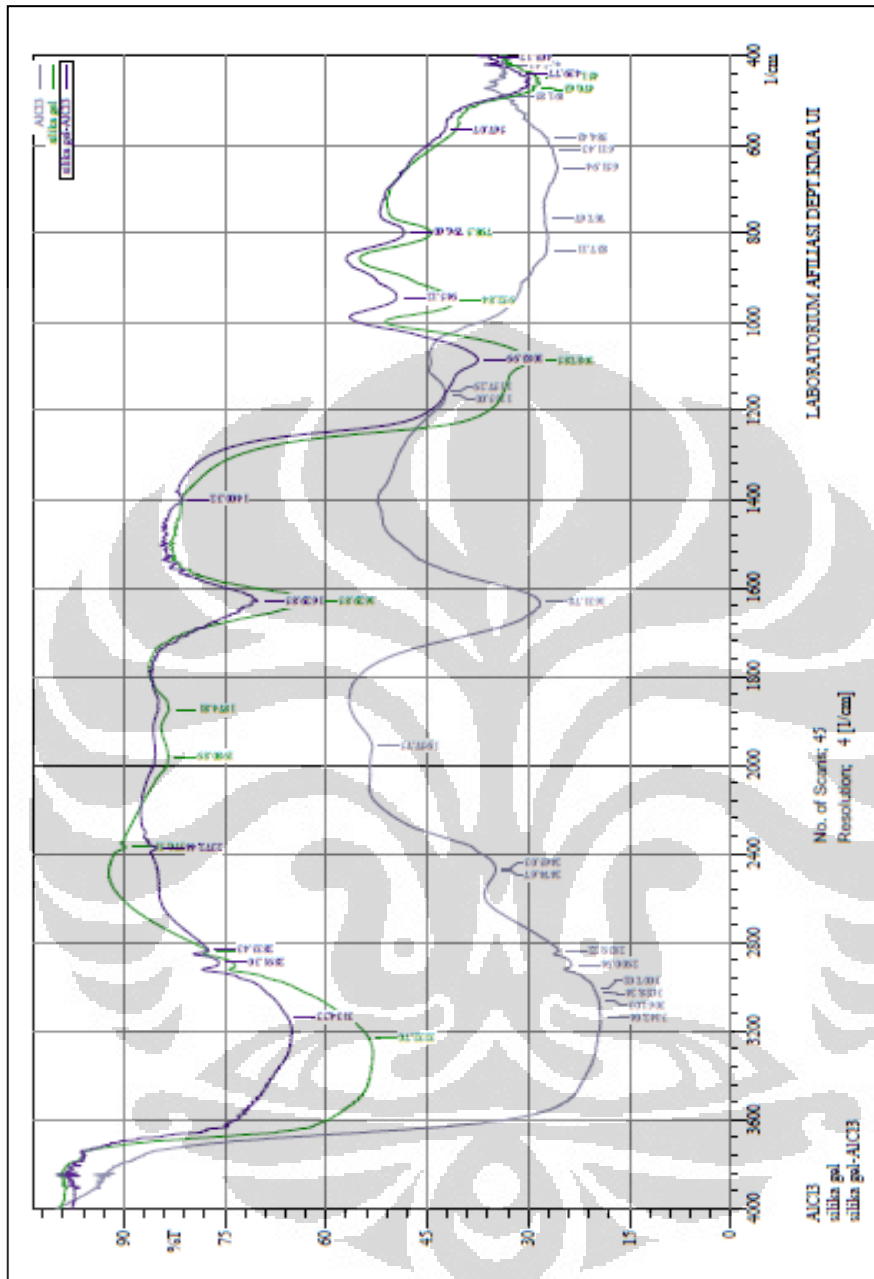
No	Konsentrasi (%)	Peak Area Benzena
1	10	87996706
2	20	144342047
3	30	282793247
4	40	298191486
5	100	602020370

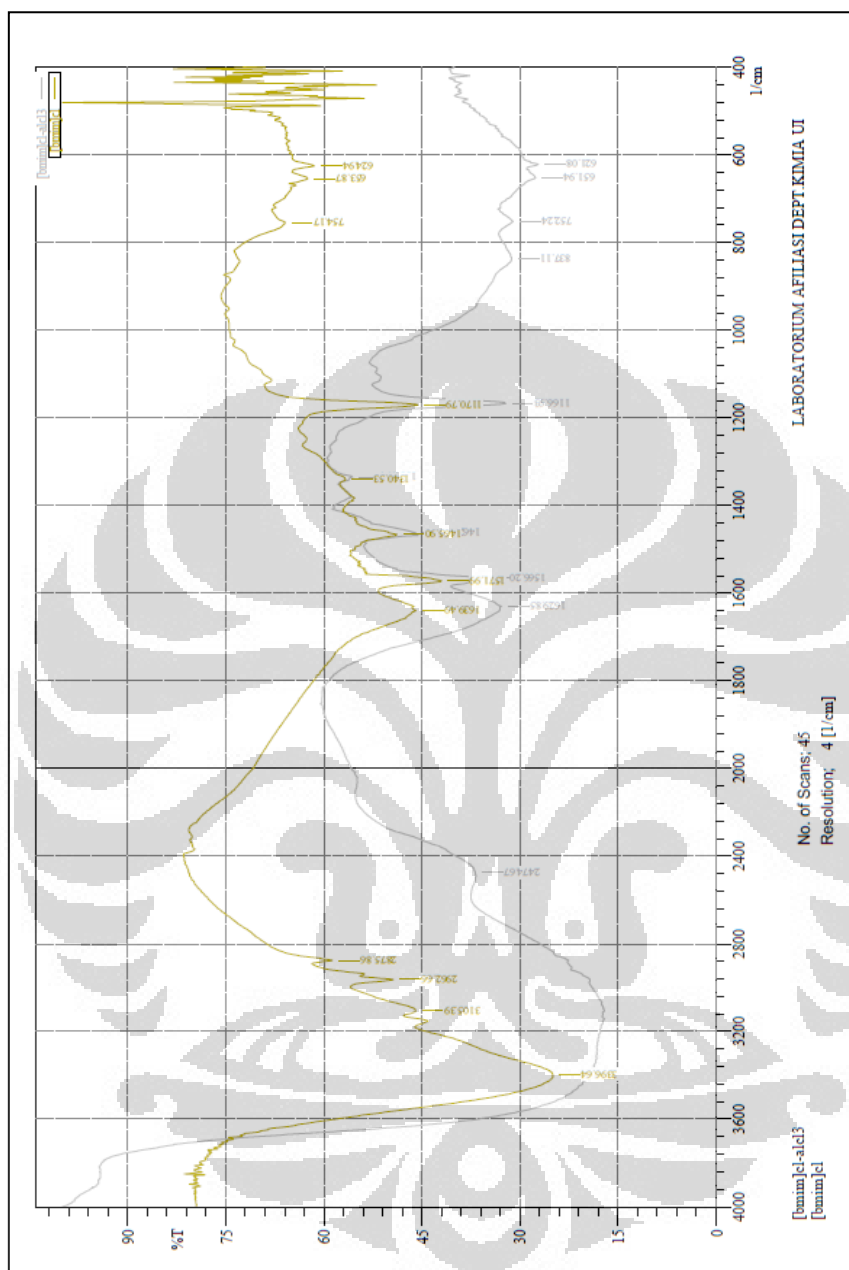


Lampiran 3. Spektrum FTIR TEOS dan silika gel

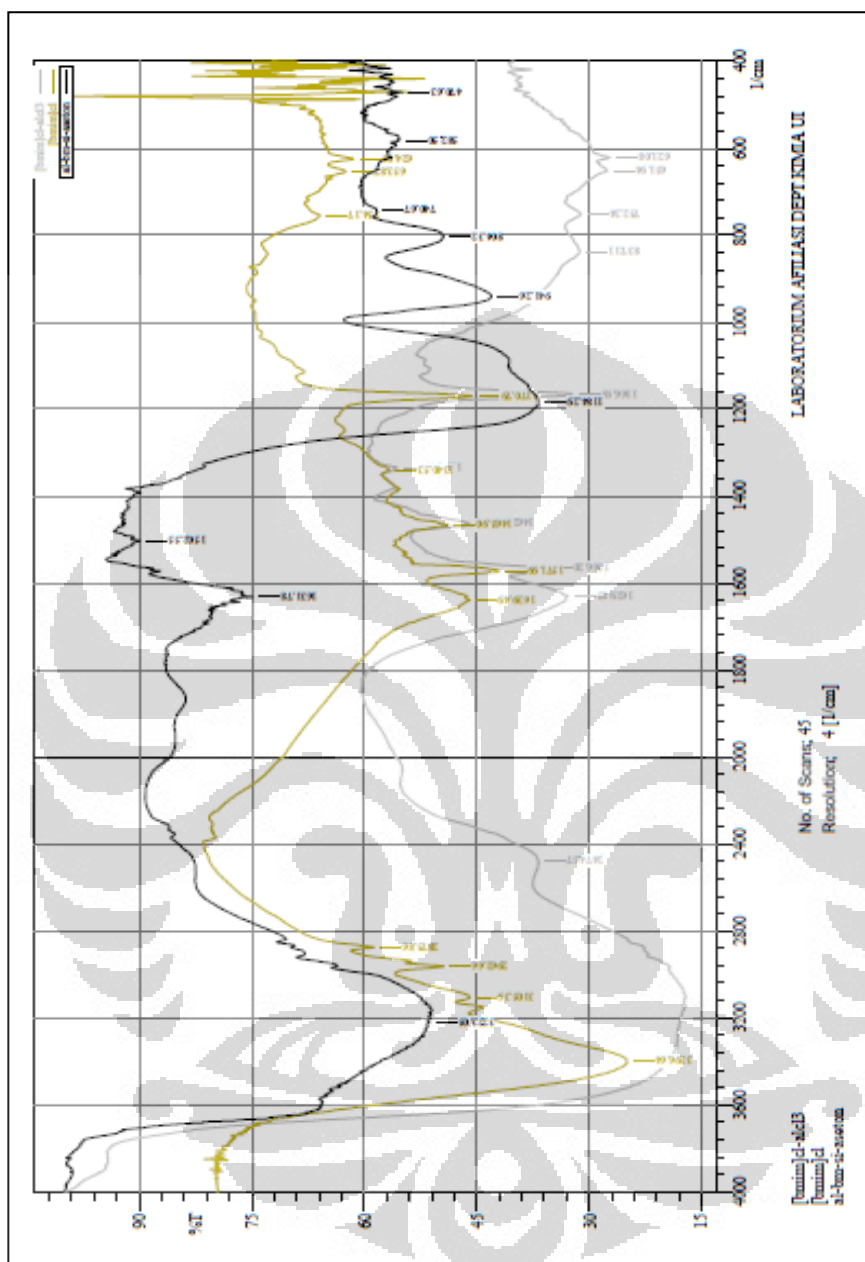


Lampiran 4. Spektrum Katalis AlCl_3 -silika gel



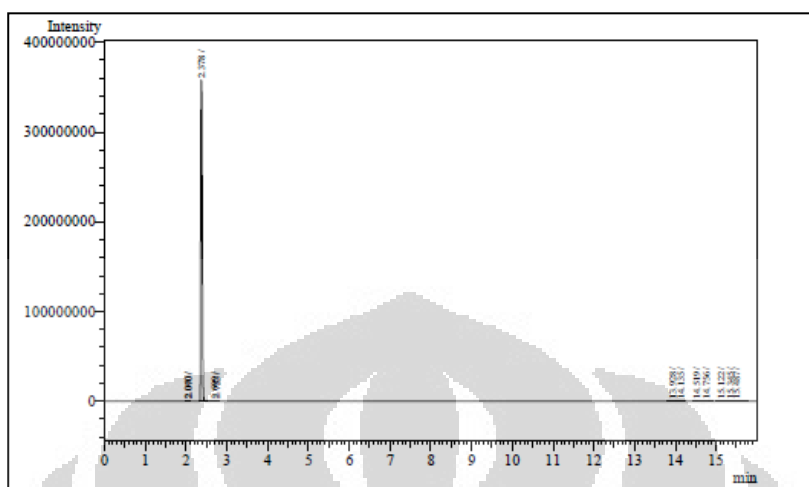
Lampiran 5. Spekrtum FTIR [bmim][Cl]/AlCl₃

Lampiran 6. Spektrum FTIR Katalis [bmim]Cl/AlCl₃-silika gel

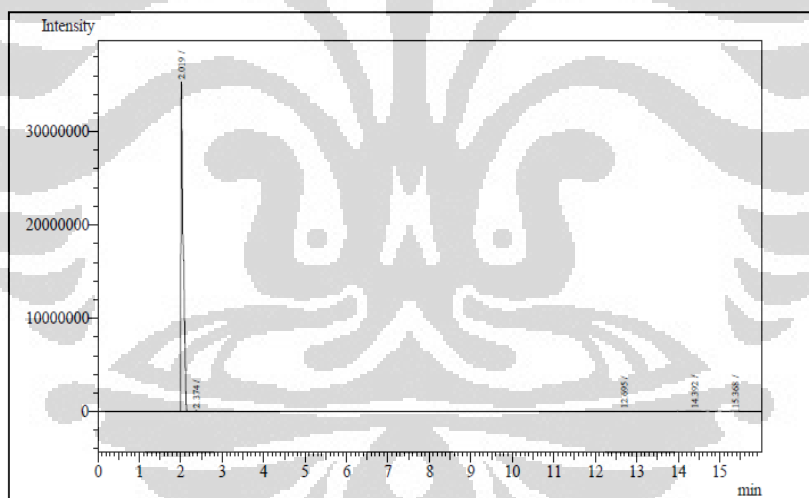


Lampiran 7. Hasil pengukuran dengan kromatografi gas

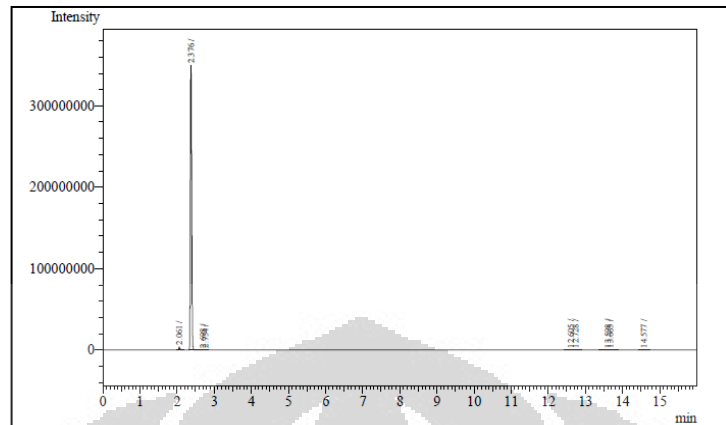
- Spektrum Benzena



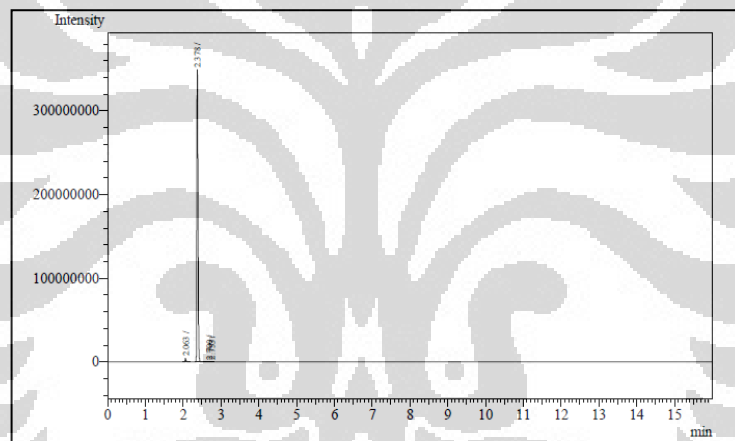
- Spectrum Diklorometana



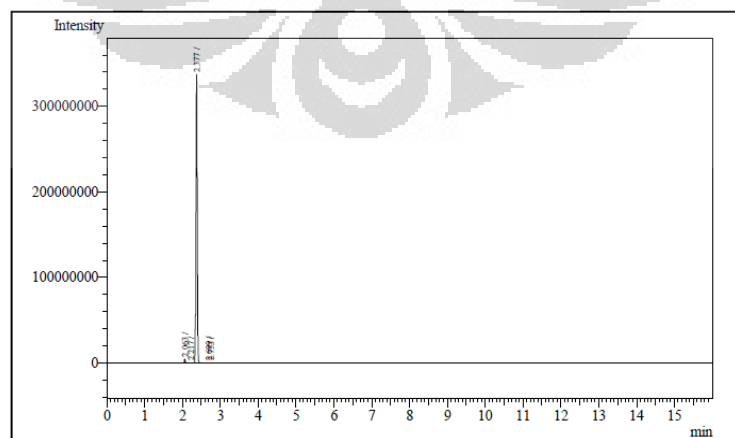
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu dingin selama 1 jam



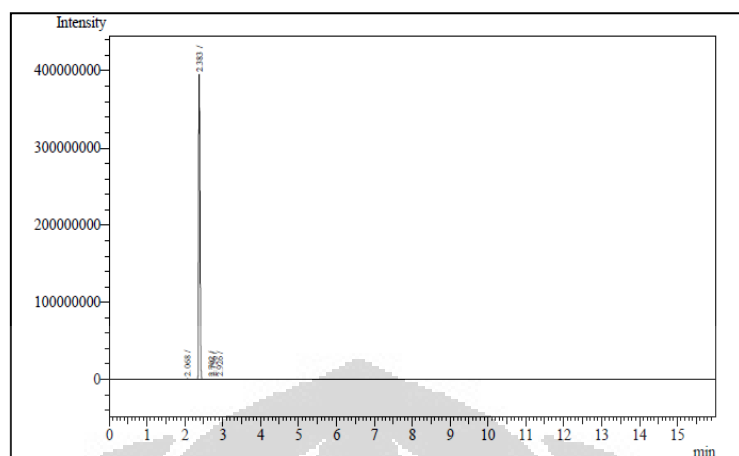
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu dingin selama 3 jam



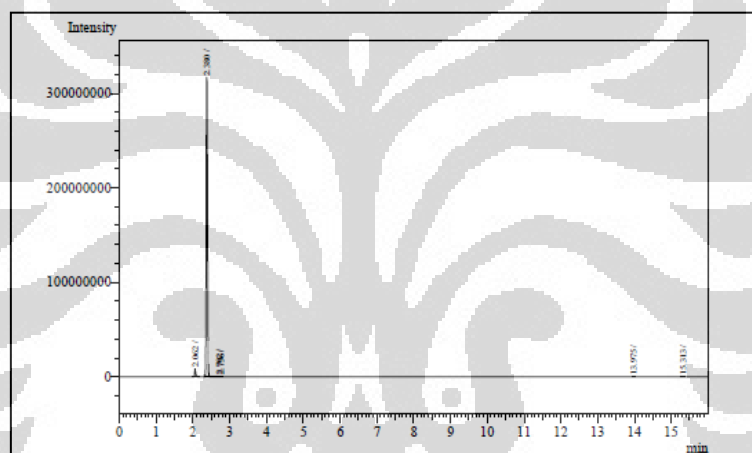
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu dingin selama 8 jam



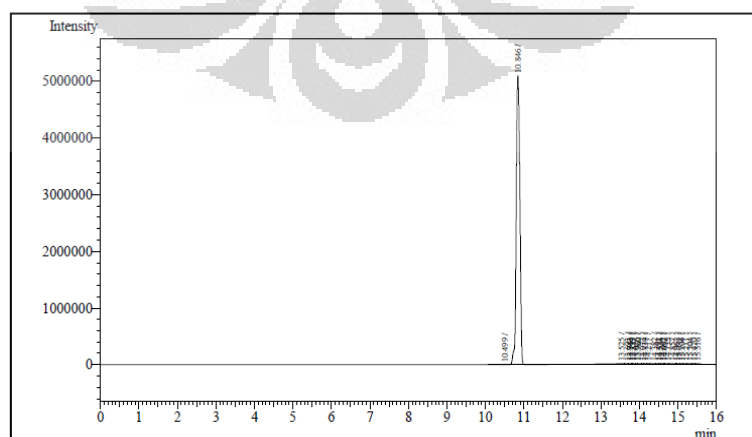
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu dingin selama 1 jam



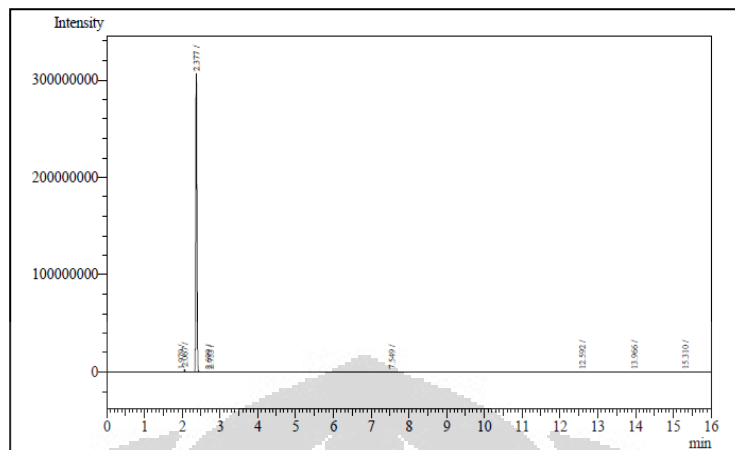
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu dingin selama 3 jam



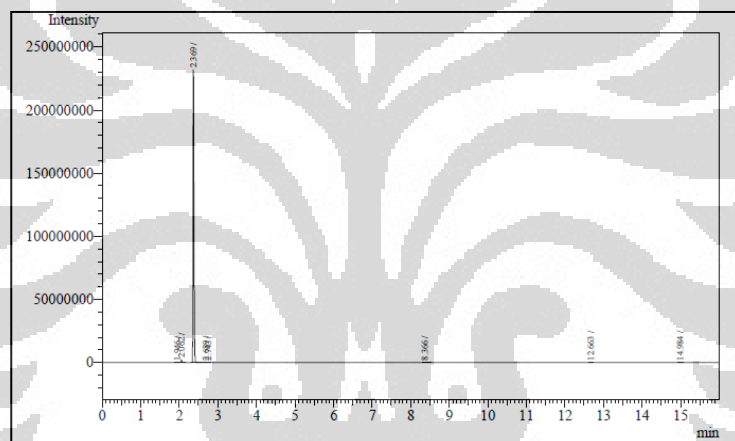
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu dingin selama 8 jam



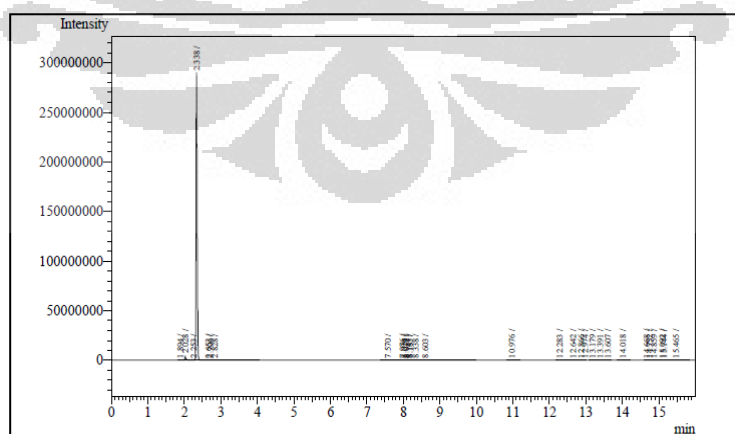
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu ruang selama 1 jam



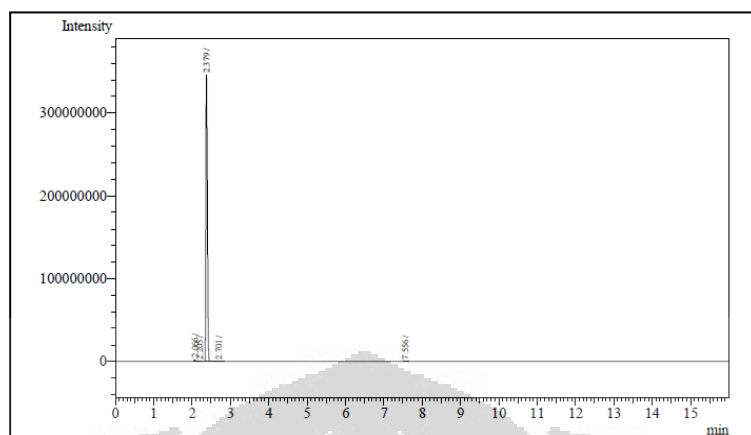
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu ruang selama 3 jam



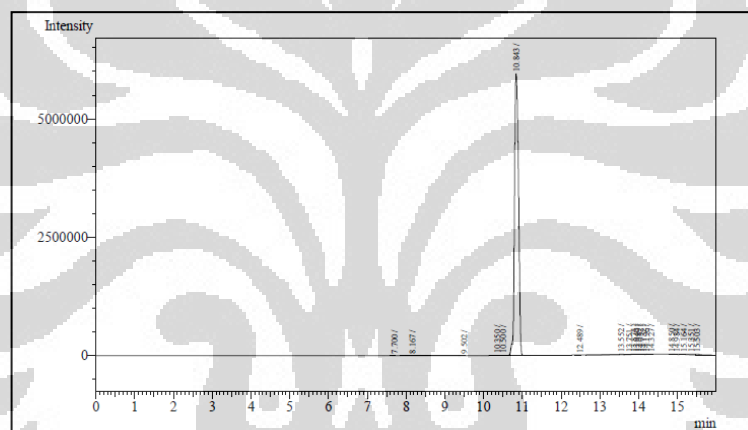
- Spektrum dengan katalis AlCl_3 pada suhu ruang selama 8 jam



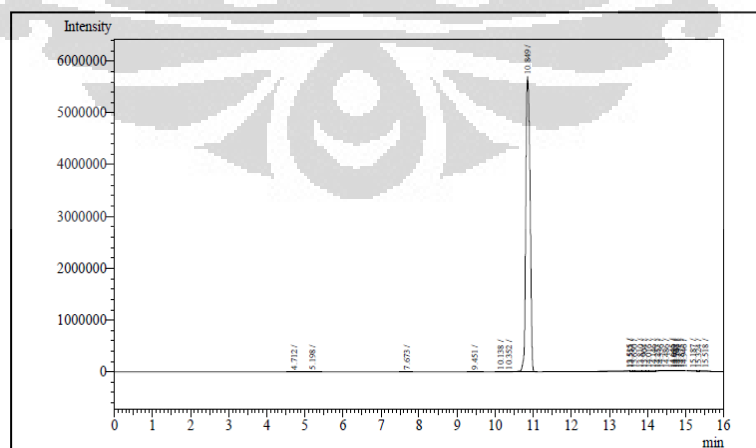
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu ruang selama 1 jam



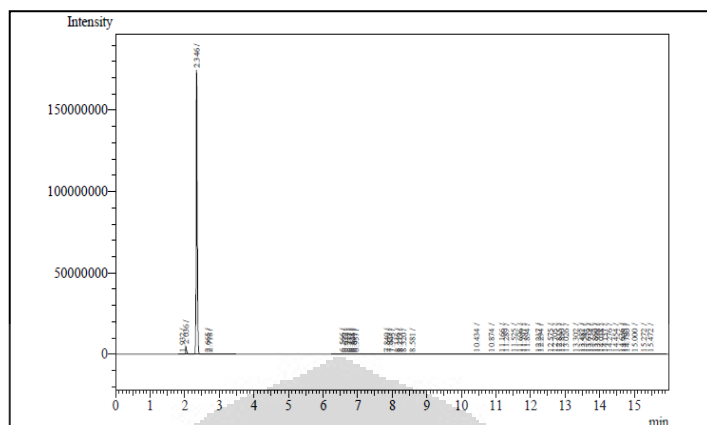
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu ruang selama 3 jam



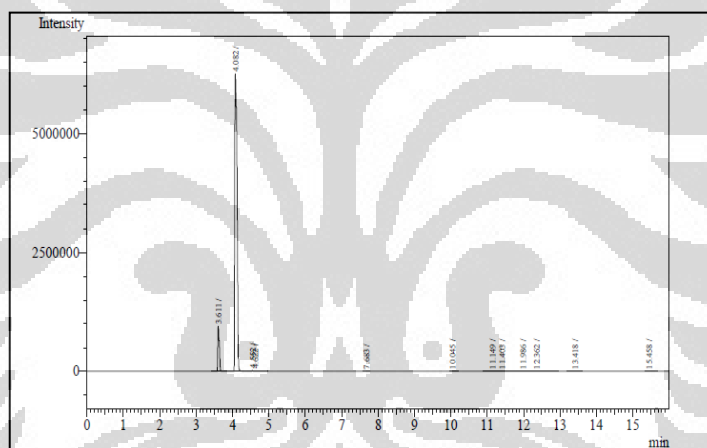
- Spektrum dengan katalis [bmim]Cl/AlCl₃ pada suhu ruang selama 8 jam



- Spektrum dengan katalis AlCl_3 -silika gel pada suhu ruang selama 3 jam



- Spektrum dengan katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}/\text{AlCl}_3$ -silika gel pada suhu dingin selama 3 jam



Lampiran 8. Hasil pengukuran BET

Date: 12/15/2011 Page 1

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® for AS-3 and AS-6 Version 1.23

Sample ID	Silika Gel Rani A				
Description	FMIPA				
Comments					
Sample Weight	0.2652 g	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	jajat
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	24.0 hrs	Analysis Time	66.6 min
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	P/Po Toler	3	End of Run	12/15/2011 11:37
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	2	File Name	AS977830.RAW
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40	PC SW Version	Pre-1.20
Station #	6				

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET.....	4.496E+02	m ² /g
Langmuir Surface Area.....	6.798E+02	m ² /g
t-Method External Surface Area.....	2.930E+02	m ² /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	1.567E+02	m ² /g
DR Method Micro Pore Area.....	6.564E+02	m ² /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	8.344E-02	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	2.333E-01	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	2.066E-01	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	2.095E-01	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro Pore Width	9.213E+01	Å
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.740E+01	Å
HK Method Pore Width (Mode).....	1.388E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode).....	2.593E+01	Å

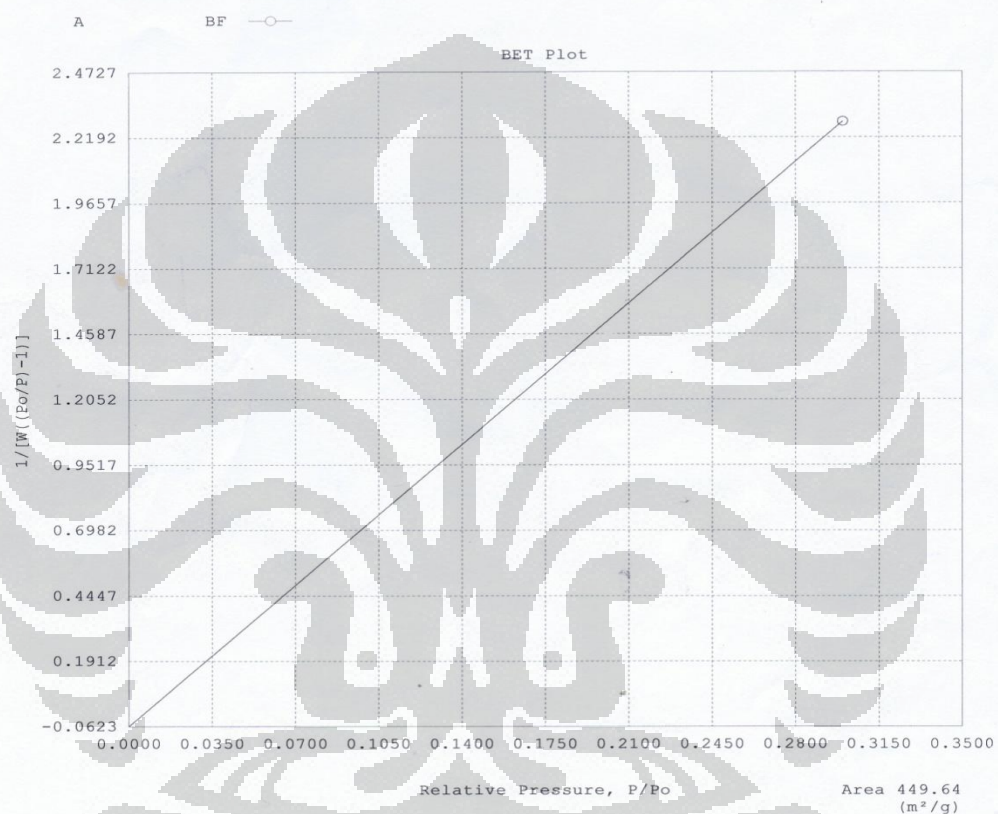
DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : OFF
Last Po Acquired 766.92 mm Hg
Additional Initialization Information Not Recorded.
BJH/DH Moving Average Size : 1
Interaction Constant (K) 2.9600 nm³ x kJ/mol

Date: 12/15/2011

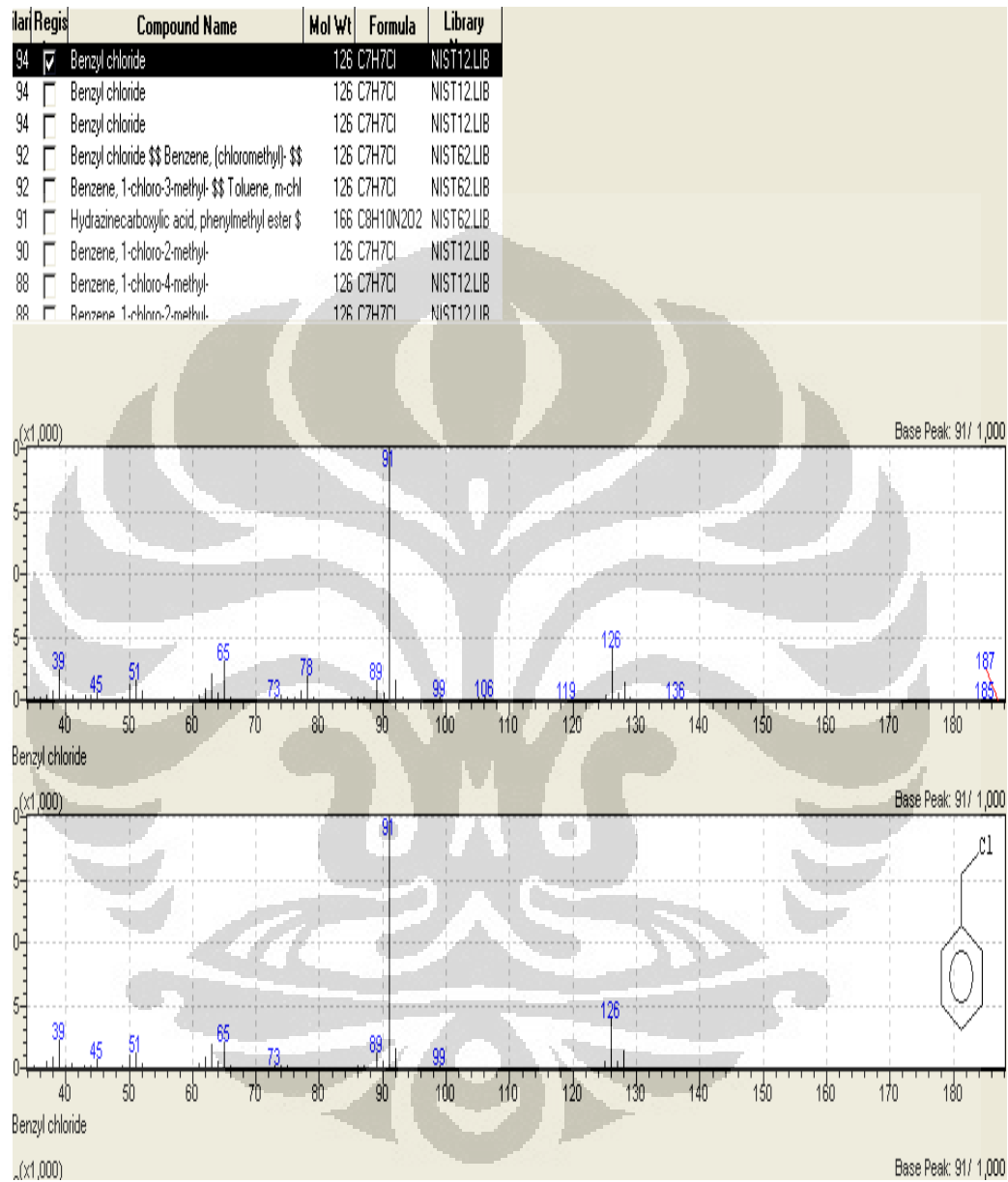
Quantachrome Corporation
 Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
 Autosorb for Windows® for AS-3 and AS-6 Version 1.23

Sample ID	Silika Gel Rani A			Operator	jajat
Description	FMIPA			Analysis Time	66.6 min
Comments				End of Run	12/15/2011 11:37
Sample Weight	0.2652 g	Outgas Temp	150.0 °C	File Name	AS977830.RAW
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	24.0 hrs	PC SW Version	Pre-1.20
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	P/Po Toler	3		
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	2		
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40		
Station #	6				



Lampiran 9. Hasil Pengukuran dengan Kromatografi gas-Spektroskopi Massa

- Sampel dengan Katalis AlCl_3



- Sampel dengan Katalis [bmim]Cl/AlCl₃

