



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK MENGGUNAKAN
KATALIS [BMIM]PF₆-SILIKA GEL SERTA STUDI AWAL
HIDROLISIS PRODUK REAKSI**

SKRIPSI

RANI AFRIANTI

0706263353

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK MENGGUNAKAN
KATALIS [BMIM]PF₆-SILIKA GEL SERTA STUDI AWAL
HIDROLISIS PRODUK REAKSI**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**RANI AFRIANTI
0706263353**

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

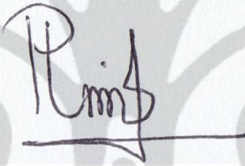
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Rani Afrianti

NPM : 0706263353

Tanda Tangan :

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Rani Afrianti', is written over a light blue rectangular stamp. The signature is cursive and includes a horizontal line at the end.

Tanggal : 5 Januari 2012

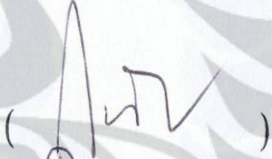
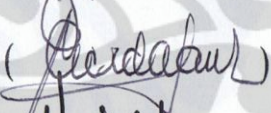
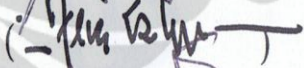


HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh:

Nama : Rani Afrianti
NPM : 0706263353
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul Skripsi : Reaksi Substitusi Nukleofilik menggunakan Katalis
[bmim]PF₆-Silika Gel serta Studi Awal Hidrolisis Produk
Reaksi

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si ()
Pembimbing II: Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo ()
Penguji : Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana ()
Penguji : Dr. Yuni Krisyuningsih K ()
Penguji : Dr. Tresye Utari, M.Si ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 5 Januari 2012

KATA PENGANTAR

“Ilmu umpama air yang mengalir dari lembah ke muara, tadahlah ia dengan hati yang merendah pada Allah SWT”

Alhamdulillah rabbil‘alamin, puji serta syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang senantiasa memberikan nikmat-Nya dan selalu mengajarkan arti kesabaran dan keikhlasan melalui hikmah-hikmah dalam perjalanan hidup yang kita lalui di alam fana ini. Shalawat teriring salam, penulis sanjungkan kepada Muhammad SAW, yang mencontohkan sikap sabar dan ikhlas, sehingga kita mampu berusaha menjadi orang-orang yang senantiasa ridha terhadap nikmat serta ujian yang Allah berikan kepada kita.

Skripsi ini berjudul **“Reaksi Substitusi Nukleofilik menggunakan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel serta Studi Awal Hidrolisis Produk Reaksi”** disusun sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar sarjana sains. Begitu banyak pihak yang banyak mendukung dan membantu dalam penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada :

1. Ir. Widayastuti Samadi, M.Si dan Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah memberikan perhatian dan bimbingan untuk penelitian penulis
2. Prof. Sumi Hudiyono, PWS selaku dosen pembimbing akademik yang telah member dukungan kepada penulis
3. Dr. Ridla Bakri selaku kepala Departemen Kimia UI dan para dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat dari tahun pertama masuk hingga akhir perkuliahan
4. Para karyawan dan staf Departemen Kimia FMIPA UI (Mba Ina, Mba Cucu, Mba Emma, Mba Tri, Pak Hedy, “Babeh”, Pak kiri, Pak Amin, Pak Marji, Pak Hadi dll yang tak bisa disebutkan satu per satu) yang telah menunjang berbagai keperluan penulis dalam perkuliahan dan penelitian
5. Orang tua tercinta (ummi dan bapa) yang selalu senantiasa mendoakan serta memberikan perhatian penuh sehingga penulis dapat menyelesaikan perkuliahan hingga akhir serta keluarga tercinta kakak dan adik yang telah memberikan dukungan, semangat, saran dan kritik kepada penulis

6. Sahabat perjuangan Yuliga Setyawati yang telah menjadi partner serta memberikan banyak bantuan dan semangat yang luar biasa
7. Sahabat-sahabat seperjuangan kimia 2007 (Fitri, Widya, Sabil, Rosa, Riri, Putri, Ikor, Sav3, Silvi, Santi, Hesti, Nenci, Mita, Ardilla, Widi, Wahyu, Rohman, Rafi, Reka dll) dilantai 3 dan 4 serta yang telah menyelesaikan studinya terlebih dahulu (Sherly, Riski, Gisha dll) dan teman-teman kimia 2006, 2008, 2009, 2010 dan mahasiswa S2 yang saling memberikan semangat
8. Sahabat-sahabat Izzati Qonita yang luar biasa, selalu memberikan banyak inspirasi dan keceriaan di setiap pekan. Semoga ukhuwah kita selalu terjaga hingga berkumpul di Jannah-Nya
9. Sahabat-sahabat pejuang 4,5 tahun, MPF m1p4Xmadani, Bintang Kecil (Mely, Misda, dll) dan Fathan Mubina yang mewarnai kehidupanku di kampus UI, selalu rindu berkumpul dengan kalian, *“sungguh indah merajut ukhuwah dengan kalian”*
10. Sahabat-sahabat Al-Quran di istana Quran UI yang selalu memberikan doa, semangat dan keceriaan disetiap hari, semoga kita selalu istiqomah & semangat mengejar mimpi *“Hafidzoh shalihah”*.amiin...
11. Pak Jaswanto dan bu Eva selaku koordinator GC-MS di PUSLABFOR MaBes POLRI serta bu Ines dan mba Riris di PUSARPEDAL yang telah memberikan pelayanan dan membantu penulis dalam riset ini
12. Kak Alvin, Dyo, ka Rasyid, ka Puji dan kakak-kakak yang bertugas di Lab. Afiliasi yang telah membantu penulis untuk menggunakan instrument FTIR dan GC
13. Berbagai pihak yang telah tidak bisa penulis sebutkan satu persatu yang telah mendukung penulis dalam penyelesaian skripsi ini

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan. Namun dari segala kekurangan yang ada, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan penelitian kedepan.

Penulis

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

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

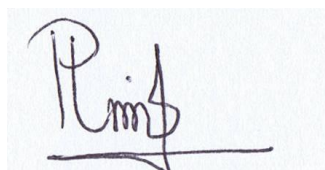
Nama : Rani Afrianti
NPM : 0706263353
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul **Reaksi Substitusi Nukleofilik menggunakan Katalis [bmim]PF₆ - Silika Gel serta Studi Awal Hidrolisis Produk Reaksi** beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (data base), merawat dan mempublikasikan 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 : 5 Januari 2012

Yang menyatakan


(Rani Afrianti)

ABSTRAK

Nama : Rani Afrianti
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul Skripsi : Reaksi Substitusi Nukleofilik menggunakan Katalis
[bmim]PF₆-Silika Gel serta Studi Awal Hidrolisis Produk
Reaksi

Pada penelitian ini, dilakukan studi reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida membentuk benzil sianida. Reaksi ini memerlukan katalis untuk mempercepat reaksi, biasanya digunakan katalis transfer fasa yang tidak ramah lingkungan. Cairan ionik dapat digunakan sebagai katalis transfer fasa yang memiliki banyak keunggulan, yaitu ramah lingkungan, viskositas rendah, bertekanan rendah dan dapat berperan sebagai pelarut. Cairan ionik yang digunakan pada penelitian ini adalah [bmim]PF₆ yang diimpregnasi ke dalam silika gel membentuk katalis heterogen. Silika gel dan katalis [bmim]PF₆-silika gel dikarakterisasi dengan FTIR dan dilakukan uji katalisis pada reaksi substitusi nukleofilik dengan variasi berat katalis, waktu *stirrer* dan suhu reaksi. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS dan diperoleh produk benzil sianida dengan kondisi optimum pada waktu 10 jam dan berat katalis 3%. Benzil sianida hasil sintesis dipisahkan dari katalisnya dan direaksikan lebih lanjut dengan reaksi hidrolisis asam untuk menghasilkan asam fenil asetat. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS serta dihasilkan banyak produk reaksi yang ditandai dengan penurunan %konversi benzil sianida, tetapi hal ini tidak menunjukkan produk yang diharapkan yaitu asam fenil asetat.

Kata kunci : reaksi hidrolisis, reaksi substitusi nukleofilik, benzil klorida, kalium sianida, [bmim]PF₆, silika gel
xiv + 80 halaman : 58 gambar, 11 tabel
Daftar Pustaka : 28 (1989-2011)

ABSTRACT

Name : Rani Afrianti
Study Programme : S1 Reguler of Chemistry
Tittle : The Reaction of Nucleophilic Substitution Using Catalyst [bmim]PF₆-Silica Gel and preliminary study Hydrolysis reaction products

In this study, conducted studies nucleophilic substitution reaction between benzyl chloride with potassium cyanide to form benzyl cyanide. This reaction requires a catalyst to accelerate the reaction, phase transfer catalysts usually used are not environmentally friendly. Ionic liquids can be used as a phase transfer catalyst which has many advantages, example is environmentally friendly, low viscosity, low pressure and can act as a solvent. Ionic liquids used in this study is [bmim] PF₆ are impregnated into the silica gel to form heterogeneous catalysts. Silica gel and catalyst [bmim] PF₆-silica gels were characterized by FTIR and catalysis tests performed on the nucleophilic substitution reaction with the variation of weight of catalyst, reaction time and temperature Stirrer. Reaction products were characterized by GC and GC-MS and benzyl cyanide with the product obtained under optimum conditions at reaction time of 10 hours and 3% by weight of the catalyst. Benzyl cyanide is separated from the catalyst synthesized and further reacted with the acid hydrolysis reaction to produce phenyl acetic acid. Reaction products were characterized by GC and GC-MS and generated much of reaction products are characterized by decreased % conversion benzyl cyanide. However, this does not show the expected product of phenyl acetic acid.

Key words : hydrolysis reaction, nucleophilic substitution reaction, benzyl chloride, potassium cyanide, [bmim]PF₆, silica gel
xiv + 80 pages : 58 picture, 11 tables
bibliography : 28 (1989-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	2
1.3 Ruang Lingkup Penelitian.....	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Hipotesis.....	3
1.6 Manfaat Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Cairan Ionik	4
2.2 Katalis	6
2.2.1 Parameter Katalis	8
2.2.2 Jenis Katalis	8
2.2.3 Katalis Transfer Fasa	10
2.3 Karakteristik Bahan.....	10
2.3.1 [bmim]PF ₆	10
2.3.2 TEOS	11
2.3.3 Silika Gel	11
2.4 Immobilisasi Caian Ionik Kedalam Silika Gel	12
2.5 Reaksi Substitusi Nukleofilik	13
2.5.1 Mekanisme SN-2	14
2.5.2 Pelarut SN-2.....	15
2.6 Reaksi Hidrolisis	15
2.6.1 Reaksi Hidrolisis Nitril.....	16
2.6.2 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Nitril.....	16
2.7 Metode Analisis	17
2.7.1 FTIR	17
2.7.2 BET	18
2.7.3 Gas Chromatography	18
2.7.4 Gas Chromatography-Mass Spektrometry(GC-MS)	19
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21

3.2.1	Alat yang digunakan	21
3.2.2	Bahan yang digunakan	21
3.3	Bagan Umum Metode Kerja	22
3.4	Metode Kerja	22
3.4.1	Sintesis Silika Gel	22
3.4.2	Sintesis Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel.....	23
3.4.3	Pembuatan Larutan Standar	24
3.4.4	Uji Katalisis Pada Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida.....	24
3.4.4.1	Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆	24
3.4.4.2	Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel.....	24
3.4.4.3	Reaksi SN-2 Variasi Suhu	24
3.4.5	Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida	25
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Sintesis Silika Gel	26
4.2	Sintesis Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel.....	30
4.3	Pembuatan Larutan Standar	32
4.4	Uji Katalisis Pada Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida.....	34
4.4.1	Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel	35
4.4.2	Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF ₆	39
4.4.3	Perbandingan Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel dan [bmim]PF ₆	41
4.4.4	Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan kalium Sianida Variasi Suhu.....	42
4.5	Mekanisme Reaksi Sintesis Benzil Sianida	44
4.5.1	Reaksi Substitusi Nukleofilik	44
4.5.2	Katalis Cairan Ionik Sebagai Katalis Transfer Fasa.....	44
4.6	Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida.....	45
4.6.1	Mekanisme Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida	52
 BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan.....	54
5.2	Saran.....	54
DAFTAR PUSTAKA		55

DAFTAR GAMBAR

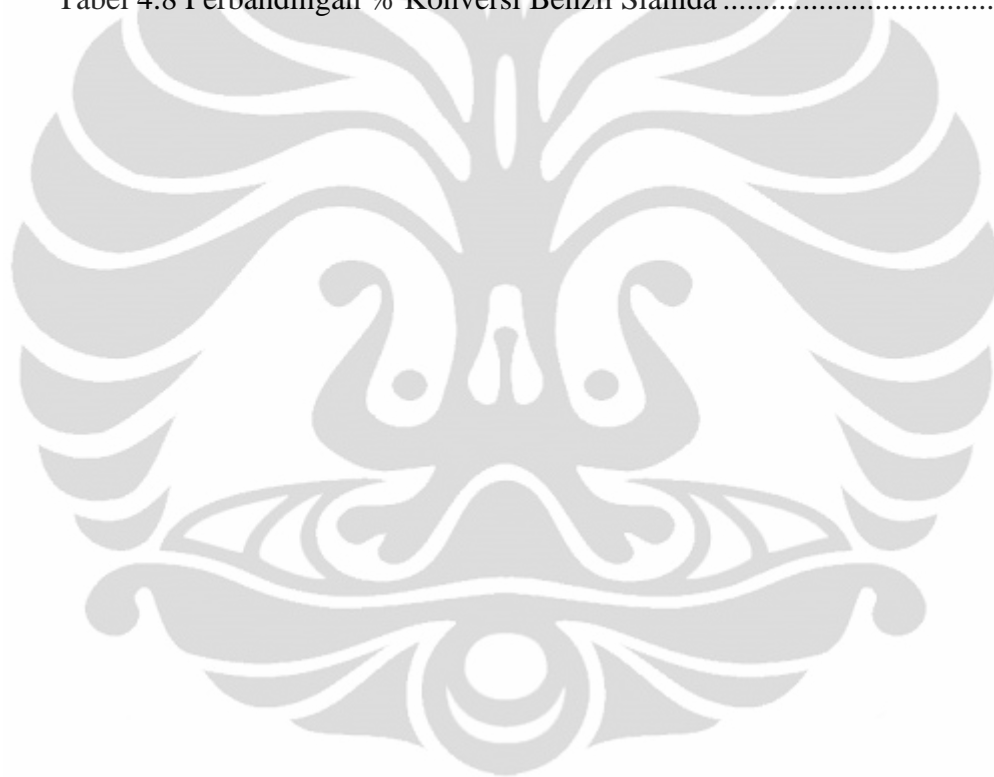
Gambar 2.1	Jenis Kation dan Anion Cairan Ionik	5
Gambar 2.2	Cairan Ionik	6
Gambar 2.3	Kurva Hubungan Katalis dengan Energi Aktivasi	7
Gambar 2.4	Perbedaan Fase Homogen dan Heterogen	9
Gambar 2.5	Proses Reaksi Katalisis Transfer Fasa	10
Gambar 2.6	Struktur Molekul [bmim]PF ₆	11
Gambar 2.7	Tetra Ethyl Ortho Silicat	11
Gambar 2.8	Struktur Silika Gel	12
Gambar 2.9	Reaksi Substitusi Nukleofilik	14
Gambar 2.10	Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN-2)	14
Gambar 2.11	Reaksi Hidrolisis Nitril	16
Gambar 2.12	Reaksi Hidrolisis Nitril Suasana Asam	17
Gambar 2.13	Skema FTIR	17
Gambar 2.14	Skema Gas kromatografi	19
Gambar 3.1	Bagan Umum Metode Kerja	22
Gambar 3.2	Bagan Sintesis Silika Gel	23
Gambar 3.3	Bagan Sintesis Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel	23
Gambar 3.4	Bagan Reaksi Substitusi Nukleofilik	25
Gambar 3.5	Bagan Reaksi Hidrolis	25
Gambar 4.1	Mekanisme Reaksi Hidrolisis Sintesis Silika Hidrogel	26
Gambar 4.2	Silika Hidrogel	27
Gambar 4.3	Mekanisme Reaksi Kondensasi Sintesis Silika Gel	27
Gambar 4.4	Struktur Silika Gel	27
Gambar 4.5	Silika gel	25
Gambar 4.6	Spektrum FTIR Silika Gel	26
Gambar 4.7	Spektrum FTIR TEOS dan Silika Gel	27
Gambar 4.8	Ikatan [bmim]PF ₆ – silika gel]	28
Gambar 4.9	Spektrum FTIR katalis [bmim]PF ₆ – silika gel	29
Gambar 4.10	Spektrum FTIR katalis [bmim]PF ₆ – silika gel dan silika gel	30
Gambar 4.11	Kurva GC Larutan standar Benzil Klorida	33
Gambar 4.12	Kurva standar benzil klorida	34
Gambar 4.13	Diagram %Konversi Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel	36
Gambar 4.14	Kurva GC Sampel Reaksi SN-2	37
Gambar 4.15	Kurva GC-MS Sampel Reaksi SN-2	37
Gambar 4.16	Fragmentasi Benzil Sianida	38
Gambar 4.17	Diagram % Yield Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆ -Silika Gel	39
Gambar 4.18	Diagram %Konversi & % Yield Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆	40
Gambar 4.19	Diagram Perbandingan %Konversi Benzil Klorida Reaksi SN-2	41
Gambar 4.20	Diagram Perbandingan % Yield Benzil Sianida Reaksi SN-2	42
Gambar 4.21	Diagram %Konversi dan % Yield Reaksi SN-2 Variasi Suhu	43
Gambar 4.22	Mekanisme Reaksi Substitusi Nukleofilik	44
Gambar 4.23	Bagan Mekanisme Reaksi Katalis Transfer Fasa	45
Gambar 4.24	Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 30°C	45
Gambar 4.25	Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 40°C	46
Gambar 4.26	Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 80°C	46

Gambar 4.27	Diagram %Konversi Benzil Sianida Hasil Reaksi Hidrolisis.....	47
Gambar 4.28	Diagram Perbandingan %Konversi Benzil Sianida Hidrolisis suhu 30°C dan Berat Katalis 3%	48
Gambar 4.29	Diagram Perbandingan %Konversi Benzil Sianida Hidrolisis suhu 40°C dan Berat Katalis 5%	49
Gambar 4.30	Diagram Perbandingan %Konversi Benzil Sianida Hidrolisis suhu 80°C dan Berat Katalis 7%	49
Gambar 4.31	Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 30°C	50
Gambar 4.32	Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 40°C	50
Gambar 4.33	Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 80°C	50
Gambar 4.34	Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 7.16.....	51
Gambar 4.35	Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 8.01	51
Gambar 4.36	Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 9.21	52
Gambar 4.37	Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 9.39.....	52
Gambar 4.38	Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida.....	53
Gambar 4.39	Mekanisme Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida	53



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik Cairan Ionik.....	6
Tabel 2.2 Perbedaan Katalis Homogen dan Heterogen	9
Tabel 2.3 Sifat Fisik Cairan Ionik [bmim]PF ₆	11
Tabel 4.1 Hasil pengukuran GC larutan standar benzil klorida.....	33
Tabel 4.2 % Konversi Hasil Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆ – Silika Gel.....	35
Tabel 4.3 % Yield Hasil Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆ – Silika Gel.....	38
Tabel 4.4 % Konversi dan % Yield Hasil Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF ₆	40
Tabel 4.5 Perbandingan % Yield Hasil Reaksi SN.....	41
Tabel 4.6 % Konversi dan % Yield Hasil Reaksi SN-2 Variasi Suhu	43
Tabel 4.7 % Konversi Benzil Sianida Hasil Reaksi Hidrolisis	47
Tabel 4.8 Perbandingan % Konversi Benzil Sianida	48



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Kurva GC Benzil Klorida Murni	58
Lampiran 2	Kurva GC Aseton Murni	59
Lampiran 3	Kurva GC Reaksi SN 3% [bmim]PF6-Silika Gel	60
Lampiran 4	Kurva GC Reaksi SN 5% [bmim]PF6-Silika Gel	63
Lampiran 5	Kurva GC Reaksi SN 7% [bmim]PF6-Silika Gel	66
Lampiran 6	Kurva GC Reaksi SN [bmim]PF6	69
Lampiran 7	Kurva GC Reaksi SN Variasi Suhu	72
Lampiran 8	GC-MS Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 80°C	75
Lampiran 9	Rancangan Alat Sintesis Silika Gel	77
Lampiran 10	Rumus Persen Konversi dan Persen Yield	77
Lampiran 11	Hasil Karakterisasi BET Silika Gel	79



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini, keunggulan dan keunikan sifat cairan ionik dapat diaplikasikan secara luas di berbagai bidang ilmu kimia, meliputi kimia organik, elektrokimia, kimia fisik, teknik kimia dan sebagainya. Salah satu sifat yang banyak dimanfaatkan dari cairan ionik ini adalah mampu berperan sebagai katalis homogen dan heterogen yang dapat mempercepat laju suatu reaksi kimia. Selain itu, cairan ionik ini pun memiliki banyak keunggulan antara lain viskositasnya rendah, memiliki tekanan uap yang sangat rendah pada temperatur ruang sehingga mengurangi emisi gas ke atmosfer, tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, dapat melarutkan berbagai material organik dan anorganik, stabilitas termal tinggi, berwujud cair pada rentang temperatur yang luas, dan pada umumnya *nonflammable* sehingga ramah lingkungan (*green solvent*) (Yogesh R. Jorapur dan Dae Yoon Chi, 2005).

Salah satu aplikasi dari sifat katalis yang dimiliki oleh cairan ionik adalah dapat digunakan dalam reaksi substitusi nukleofilik. Reaksi substitusi nukleofilik adalah suatu kelompok dasar reaksi substitusi, dimana sebuah nukleofilik yang kaya elektron, secara selektif berikatan dengan atau menyerang muatan positif dari sebuah gugus kimia atau atom yang disebut gugus lepas (*leaving group*) (Fessenden, 1992). Reaksi substitusi antara reaktan organik dengan reaktan anorganik umumnya menggunakan katalis transfer fasa yang berfungsi sebagai jembatan antara fasa polar dari reaktan anorganik dan fasa non polar dari reaktan organiknya. Katalis ini dapat menyebabkan korosif terhadap lingkungan dan sulit dalam proses pemisahannya, sehingga perlu digunakan katalis cairan ionik yang dapat berfungsi sebagai jembatan antara dua fasa dan bersifat lebih ramah lingkungan (Christy Wheeler et, al, 2001).

Cairan ionik yang bersifat polar dan hidrofobik dapat berperan sebagai katalis transfer fasa untuk reaksi substitusi nukleofilik antara reaktan organik yang non polar dan reaktan anorganik yang polar (Christy Wheeler et, al, 2001).

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).

Katalis cairan ionik bersifat sangat reaktif dan perlu diimobilisasi dalam silika gel dengan tujuan untuk mengurangi kereaktifannya sehingga reaksi dapat berlangsung secara sempurna dan memiliki selektivitas yang tinggi. Silika gel yang bersifat inert, netral, dan memiliki daya adsorpsi serta luas permukaan yang besar dapat meningkatkan efisiensi cairan ionik dan memperbesar luas permukaan bidang sentuh cairan ionik yang diimobilisasi sehingga interaksi antara cairan ionik dengan reaktan menjadi lebih besar (Linda Puspita Sari, 2011).

1.2 Identifikasi Masalah

Pada umumnya, reaksi substitusi nukleofilik menggunakan katalis transfer fasa yang tidak ramah lingkungan dan sulit dalam proses pemisahannya, sehingga pada penelitian ini digunakan katalis heterogen [bmim]PF₆-silika gel yang dapat berperan sebagai katalis transfer fasa, bersifat lebih ramah lingkungan, mudah dalam proses pemisahannya dan dapat diregenerasi.

Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menghasilkan produk benzil sianida. Benzil sianida merupakan senyawa intermediet dan turunan asam karboksilat yang bersifat toksik, sehingga perlu direaksikan lebih lanjut untuk menghasilkan asam fenil asetat melalui reaksi hidrolisis. Asam fenil asetat memiliki manfaat yang cukup banyak dalam bidang industri dan farmasi.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari proses reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis cairan ionik [bmim]PF₆ dan katalis heterogen [bmim]PF₆-silika gel dengan variasi waktu, suhu reaksi dan berat katalis serta mempelajari proses reaksi hidrolisis dari produk reaksi substitusi nukleofilik.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. sintesis silika gel dan impregnasi [bmim]PF₆ ke dalam silika gel
2. menguji aktivitas katalis cairan ionik [bmim]PF₆ dan katalis heterogen [bmim]PF₆-silika gel pada reaksi substitusi nukleofilik benzil klorida dengan kalium sianida
3. mempelajari proses reaksi hidrolisis dari produk reaksi substitusi nukleofilik
4. mengetahui kondisi optimum dari waktu, berat katalis dan suhu reaksi substitusi nukleofilik

1.5 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini antara lain:

1. [bmim]PF₆-silika gel dan [bmim]PF₆ dapat berperan sebagai katalis pada reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida
2. reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida dapat menghasilkan benzil sianida
3. reaksi hidrolisis dari produk reaksi substitusi nukleofilik dapat menghasilkan asam fenil asetat
4. katalis [bmim]PF₆-silika gel bersifat lebih selektif dibandingkan dengan katalis [bmim]PF₆

1.6 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat:

1. membandingkan reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis homogen dan katalis heterogen
2. memperlihatkan kondisi optimum reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis [bmim]PF₆-silika gel
3. menghasilkan asam fenil asetat melalui reaksi hidrolisis dari produk reaksi substitusi nukleofilik

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cairan Ionik

Cairan ionik adalah senyawa garam dengan titik leleh di bawah 100°C yang terdiri dari kation organik dan anion organik atau anorganik dengan kompleksitas yang tinggi dan struktur kristal yang lemah sehingga berbentuk cairan (Christy Wheeler et, al, 2001). Spesi ionik didalam cairan ionik lebih dominan dibandingkan spesi molekulernya sehingga sifat kimia dan sifat fisika cairan ionik ditentukan berdasarkan kombinasi jenis kation dan anion. Adanya anion dan kation yang beragam membuat cairan ionik bersifat unik dan dapat digunakan pada berbagai aplikasi (Martyn J.Earle, 2000).

Cairan ionik dapat dikelompokkan menjadi dua kategori, yaitu garam sederhana dan cairan ionik biner (*binary ionic liquids*). Cairan ionik garam sederhana terdiri dari anion dan kation yang pertama diketahui berada dalam bentuk cair pada suhu ruang dikenal sebagai $[\text{EtNH}_3]^+[\text{NO}_3]^-$ dengan titik leleh 12°C) sedangkan cairan ionik biner 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. John, 2007).

Cairan ionik memiliki keunggulan antara lain dapat digunakan sebagai katalis pada reaksi katalitik, melarutkan reaktan organik maupun anorganik sehingga kecepatan dan selektivitas reaksi menjadi lebih baik dibandingkan pelarut organik konvensional, viskositasnya rendah, memiliki tekanan uap yang rendah sehingga tidak mudah menguap walaupun dipanaskan pada suhu tinggi, terdiri dari dua bagian (polar dan hidrofobik) sehingga memiliki fleksibilitas sintesis, dikenal sebagai *designer solvent* karena kation dan anionnya dapat diubah satu sama lain sehingga menyebabkan terjadinya interaksi *solvent-solute*, serta bersifat *nonflammable* yang menjadikan katalis ini ramah lingkungan (*green solvent*) (F.

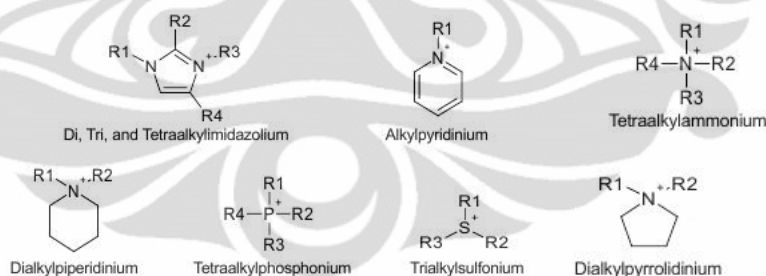
brenneke, 2001 dan Keith E. John, 2007). Selain itu, cairan ionik mampu menstabilkan dan mengisolasi asam nukleat dari mikroorganisme, membantu proses sintesis polinukleotida, sebagai pelumas untuk preparasi dan stabilisasi nanopartikel (Bernd Weyershausen, 2004).

Pada reaksi katalisis, cairan ionik memiliki kemampuan untuk melarutkan komponen reaksi serta memiliki interaksi yang spesifik. Cairan ionik sangat potensial sebagai pelarut karena:

1. umumnya warna cairan tidak mencolok dan viskositasnya relatif rendah
2. tekanan sangat rendah sehingga tidak mudah menguap dan aman bagi lingkungan
3. cairan ionik dapat berperan sebagai pelarut yang baik dengan rentang spektrum yang luas untuk senyawa anorganik, organik, dan material polimer serta tidak bercampur dengan banyak pelarut organik
4. tersusun dari dua komponen, yaitu kation dan anion (Tom Welton, 2004)

Pada umumnya, kation yang banyak digunakan adalah alkil imidazolium karena memiliki sifat fisik yang menarik dan mudah disintesis, sedangkan anion yang digunakan dapat bervariasi jenisnya.

Jenis kation:



Jenis anion:

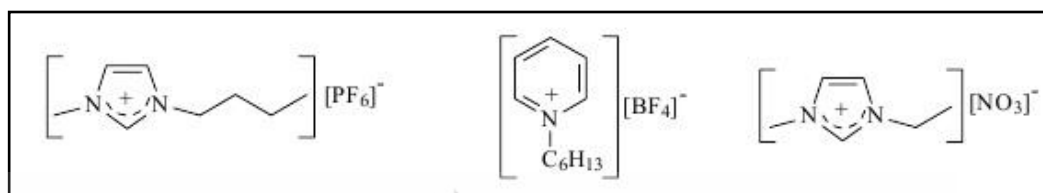
BF_4^- , $\text{B}(\text{CN})_4^-$, CH_3BF_3^- , $\text{CH}_2\text{CHBF}_3^-$, CF_3BF_3^- , $\text{C}_2\text{F}_5\text{BF}_3^-$, $n\text{-C}_3\text{F}_7\text{BF}_3^-$, $n\text{-C}_4\text{F}_9\text{BF}_3^-$, PF_6^- , CF_3CO_2^- , CF_3SO_3^- , $\text{N}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2^-$, $\text{N}(\text{COCF}_3)(\text{SO}_2\text{CF}_3)$, $\text{N}(\text{SO}_2\text{F})_2^-$, $\text{N}(\text{CN})_2^-$, $\text{C}(\text{CN})_3^-$, SCN^- , SeCN^- , CuCl_2^- , AlCl_4^- , $\text{F}(\text{HF})_{2.3}^-$ dan lain-lain

[Sumber: Tetsuya Tsuda and Charles L. Hussey, 2007]

Gambar 2.1 Jenis Kation dan Anion Cairan Ionik

Cairan ionik terdiri dari tiga komponen penting, yaitu kation, anion dan substituen alkil yang merupakan bagian dari kation. Pemilihan kation dan anion yang bervariasi, menjadikan sifat fisika dan kimia dari cairan ionik berbeda-beda

sehingga dapat digunakan untuk berbagai aplikasi. Contoh dan karakteristik cairan ionik ditunjukkan pada Gambar 2.2 dan Tabel 2.1 sebagai berikut:



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

Gambar 2.2 Cairan Ionik

Tabel 2.1 Karakteristik Cairan Ionik

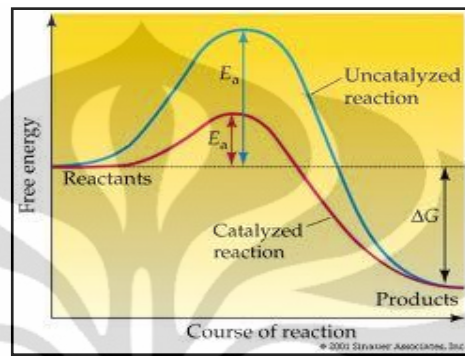
[Sumber: Lusi Trywulan Dewi, 2009]

Garam	Kation atau anion yang cukup bervariasi
Titik beku	Di bawah 100° C
<i>Liquid range</i>	➤ 200° C
Stabilitas termal	Umumnya tinggi
Viskositas	Normalnya > 100 cP
Polaritas	Sedang
Pelarut dan/atau katalis	Sangat baik untuk berbagai reaksi organik
Tekanan uap	Rendah, dapat diabaikan

2.2 Katalis

Katalis adalah suatu zat selain reaktan yang dapat meningkatkan kecepatan reaksi sehingga mencapai kesetimbangan tanpa terlibat di dalam reaksi secara permanen. Katalis mampu mempercepat laju reaksi dengan cara menyediakan suatu jalur reaksi alternatif yang memiliki energi aktivasi lebih rendah, sehingga intermediet teraktivasi lebih mudah terbentuk dan reaksi menjadi lebih cepat. Selain itu, katalis mampu memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan efektif antara molekul reaktan yang teradsorpsi pada permukaan aktif katalis sehingga tumbukan antar molekul reaktan semakin besar dan ikatan-ikatan dapat dilemahkan atau diputuskan dengan pembentukan intermediet reaktif pada permukaan yang selanjutnya saling berinteraksi menghasilkan produk reaksi (Mohammad Niyaz Khan, 2007).

Suatu katalis dapat dikatakan efektif dalam meningkatkan kecepatan suatu reaksi, karena katalis mampu membuat mekanisme alternatif, dimana tiap tahapan memiliki energi aktivasi lebih rendah dari pada reaksi tanpa ada katalis. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius, $k=Ae^{-E_a/RT}$. Hubungan antar katalis dengan energi aktivasi diperlihatkan pada gambar berikut:



[Sumber: Sinaver associates, 2001]

Gambar 2.3 Kurva Hubungan Katalis dengan Energi Aktivasi

Umumnya katalis memiliki ciri-ciri seperti berikut:

1. komposisi dan struktur kimianya tidak berubah
2. menyediakan jalan reaksi dengan energi aktivasi yang lebih rendah
3. bersifat aktif dan selektif
4. hanya dibutuhkan dalam jumlah yang sedikit (Anton A. Kiss, 2006)

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

1. sisi aktif merupakan bagian terpenting yang mempunyai fungsi utama, dimana reaktan terikat dan mengkonversi reaktan secara selektif menjadi produk yang diinginkan. Katalis bersifat reaktif dan selektif artinya katalis dapat mempromosikan pembentukan produk-produk reaksi yang diinginkan
2. penyangga: komponen ini ditambahkan dalam preparasi katalis yang merupakan tempat terdistribusinya sisi aktif katalis. Fungsi dari penyangga adalah menaikkan luas permukaan katalis, menghasilkan kekuatan mekanik

suatu bahan katalis yang mudah rapuh dan menstabilkan struktur aktif katalis

3. promotor atau pendukung: komponen ini ditambahkan dalam jumlah yang relatif sedikit pada saat preparasi katalis yang berfungsi meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas, selektivitas, dan efektivitas katalis (Widayanti Wibowo, 2004)

2.2.1 Parameter Katalis

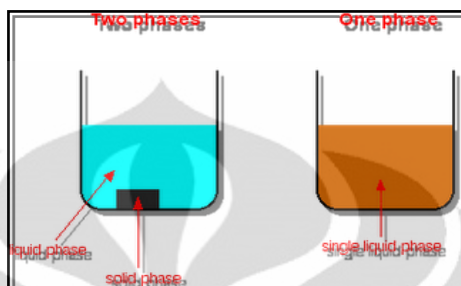
Parameter-parameter yang harus diperhatikan untuk memilih katalis yaitu:

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

2.2.2 Jenis Katalis

Berdasarkan fasanya, katalis terdiri dari dua jenis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fase yang sama dengan reaktan. Interaksi yang terjadi berada pada fase yang sama (cair/gas) antara reaktan dengan katalis, biasanya sulit untuk dipisahkan. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan fase reaktan. Interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Katalis heterogen memiliki fase padat, sedangkan reaktan memiliki fasa cair atau gas (Mohammad

Niyaz Khan, 2007). Kelebihan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen adalah proses pemisahannya dengan produk yang dihasilkan lebih mudah, diperlukan dalam jumlah yang sedikit, korosi pada reaktor minimal, dan pada umumnya dapat diregenerasi.



[Sumber: <http://www.chem-is try.org/> materi kimia/ kimia fisika1/ katalis1/ tipe tipe katalis/ diunduh 19 Oktober pukul 16.43]

Gambar 2.4 Perbedaan Fase Homogen dan Heterogen

Tabel 2.2 Perbedaan Umum Katalis Homogen dan Heterogen

[Sumber: Agustino Zulys, 2011]

	Homogen	Heterogen
Bentuk	Kompleks logam terlarut	Logam, oksida logam
Fasa	Cair atau gas	Gas/padat atau padat/cair
Temperatur	Rendah (< 250°C)	Tinggi (> 250°C)
Aktivitas	Tinggi	Moderat
Selektivitas	Rendah	Tinggi
Pemisahan produk	Sulit	Mudah
Daur Ulang	<i>Costly</i>	Murah
Mekanisme	Mudah dipahami	Sulit

Reaksi antara reaktan dengan katalis heterogen umumnya terjadi pada permukaan katalis dengan melibatkan lima tahapan proses berikut:

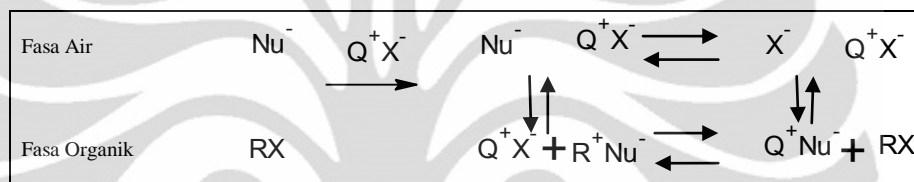
1. transport reaktan ke permukaan katalis
2. interaksi antara reaktan dengan katalis (adsorpsi)

Universitas Indonesia

3. reaksi antara spesies teradsorpsi untuk menghasilkan produk
4. desorpsi produk dari permukaan katalis
5. transport produk menjauh dari katalis (Widayanti Wibowo, 2004)

2.2.3 Katalis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa berfungsi menjembatani antara reaktan organik dalam fasa organik dan nukleofilik dalam fasa air sebagai garam anorganik (Christy Wheeler, 2001) sehingga reaksi bifase dapat berlangsung (Takuya Hashimoto dan Keiji Maruoka, 2008). Dalam keadaan normal, reaksi bifase akan terhambat karena substrat yang ada pada fasa organik.



[Sumber: Christy Wheeler, 2001]

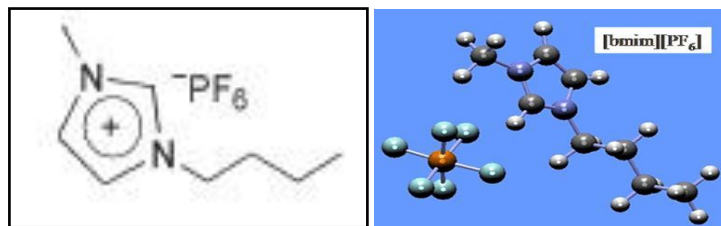
Gambar 2.5 Proses Reaksi Katalisis Transfer Fasa

Katalis transfer fasa Q^+X^- akan mengikat Nukleofil (Nu^-) sehingga membentuk Q^+Nu^- yang kemudian membawanya ke fasa organik. Pada 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 kuartener ($\text{R}_4\text{N}^+\text{X}^-$).

2.3 Karakteristik Bahan

2.3.1 [bmim]PF₆

[bmim]PF₆ atau 1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate adalah suatu cairan ionik yang terdiri dari kation 1-butyl-3-methylimidazolium dan anion PF₆⁻ yang bersifat hidrofobik yang tidak mampu bercampur dengan air. (Charlie Van Doorslaer et, al, 2010). [bmim]PF₆ memiliki rumus molekul C₈H₁₅N₂·PF₆ dengan struktur molekul sebagai berikut:



[Sumber: Christy Wheeler, 2001]

Gambar 2.6 Struktur Molekul [bmim]PF₆

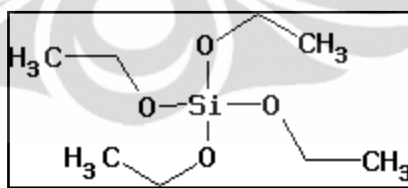
Tabel 2.3 Sifat Fisik Cairan Ionik [bmim]PF₆

[Sumber: A. Berthod, S. Carda-Broch, 2000]

Molecular weight	Density (gr/cm ⁻³)	Viscosity (cP)	Melting point (°C)	solubility (%W/W)		Log P _{oct}
				Solvent in water	Water in solvent	
284	1.362	300	-8	1.8	1.4	-0.69

2.3.2 TEOS

TEOS merupakan singkatan dari Tetra Etil Orto Silikat. TEOS digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan silika gel berbentuk cairan yang mudah terbakar dan mengiritasi. TEOS memiliki rumus molekul (C₂H₅O)₄Si dengan rumus struktur sebagai berikut:



[Sumber: MSDS Merck, 2011]

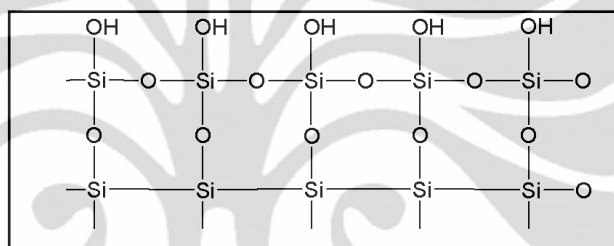
Gambar 2.7 Tetra Ethyl Ortho Silicat

2.3.3 Silika Gel

Silika gel adalah suatu asam polisilikat yang berwujud padatan, amorf, tidak elastis dan berpori yang terbentuk melalui proses dimana sol silika diagregasi membentuk struktur silika gel. Silika gel biasanya dipanaskan untuk menghilangkan air yang teradsorpsi secara fisik dan gugus silanol (air yang terikat

secara kimiawi). Pemanasan ini biasanya mengakibatkan terjadinya penurunan luas area dan volume pori (Iman Abdullah, 2010).

Sifat fisik silika gel bergantung pada kondisi preparasinya, namun umumnya memiliki diameter pori 2200-2600 pm, luas permukaan $300\text{-}500\text{ m}^2\text{ gr}^{-1}$ dan densitas $0.67\text{-}0.75\text{ gr cm}^{-3}$ (Greenwood & Earnshaw, 1989 dan Charlie Van Doorslaer et, al, 2010). Silika gel bersifat inert, netral, luas permukaannya besar, dan memiliki daya adsorpsi besar. Pada umumnya, silika gel digunakan sebagai pengering, adsorben anorganik, sebagai fasa diam pada kromatografi lapisan tipis dan kromatografi gas dan substrat katalis. Struktur silika gel adalah sebagai berikut:



[Sumber: <http://www.herbalanalysis.co.uk/Adsorption.html> di unduh 4 Oktober 2011 pukul 11.41]

Gambar 2.8 Struktur Silika Gel

Daya adsorpsi tinggi yang dimiliki silika gel juga dapat dimanfaatkan untuk meningkatkan sifat katalitik suatu katalis. Oleh karena itu, silika gel sering digunakan sebagai padatan pendukung katalis sehingga katalis cairan ionik mudah untuk diregenerasi. Silika gel yang digunakan diimmobilisasi kedalam cairan ionik, sehingga memudahkan adsorpsi cairan ionik secara fisika maupun kimia dan sekaligus memperbesar luas permukaan sentuh cairan ionik.

2.4 Immobilisasi Cairan Ionik Kedalam Silika Gel

Immobilisasi cairan ionik bertujuan untuk mengefisienkan penggunaan cairan ionik, memperbesar permukaan sentuh katalis dengan senyawa lain dan menjadikan katalis tidak larut dalam sistem reaksi (heterogenisasi). Immobilisasi ini dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu impregnasi, penggabungan ikatan kovalen kation atau anion, polimerisasi, metode sol gel dan sebagainya

(Jyrri-Pekka Mikkola, 2005). Metode yang paling sederhana dan mudah dilakukan adalah immobilisasi dengan cara impregnasi, dimana cairan ionik dimasukkan ke dalam silika gel setelah silika gel terbentuk.

Pada proses immobilisasi ini, cairan ionik yang di *support* ke dalam silika gel yang berupa padatan berpori memiliki luas permukaan yang besar, akan tetap tertahan dalam silika gel dengan memodifikasi permukaan silika gel. (Charlie Van Doorshlaer et, al, 2010). Modifikasi ini biasanya dilakukan menggunakan senyawa organik yang mengandung atom seperti S, N,O dan P. Proses pengikatan atom pada immobilisasi dengan permukaan silika gel, dapat dilakukan melalui dua proses yaitu:

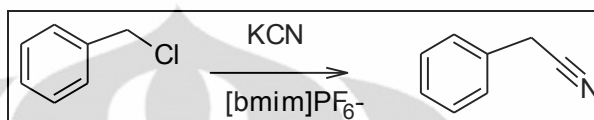
1. adsorpsi kimia: pembentukan ikatan kimia antara atom pada cairan ionik dengan silika gel
2. adsorpsi fisik: proses adsorpsi secara fisik dari atom pada cairan ionik ke permukaan silika gel (Linda Puspita Sari, 2010)

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 reaksi substitusi nukleofilik antara alil halida dengan nukleofilik, halida disebut sebagai gugus pergi yang berarti gugus yang dapat digeser dari ikatannya dengan suatu atom karbon (R.J Fessenden & J.S. Fessenden, 1992).

Reaksi substitusi nukleofilik terdiri dari dua jenis yaitu SN-1 dan SN-2. Hal umum yang membedakan kedua reaksi tersebut adalah pengaruh substrat dan nukleofil terhadap laju reaksi. Pada reaksi SN-1 hanya substrat yang mempengaruhi laju reaksi sehingga reaksi ini mengikuti orde satu dengan persamaan kecepatan reaksi= $k [RX]$ dan produk reaksi berupa campuran rasemat yang tidak optik aktif. Sedangkan pada reaksi SN-2 yang mempengaruhi laju reaksi adalah substrat dan reaktan sehingga reaksi substitusi berlangsung

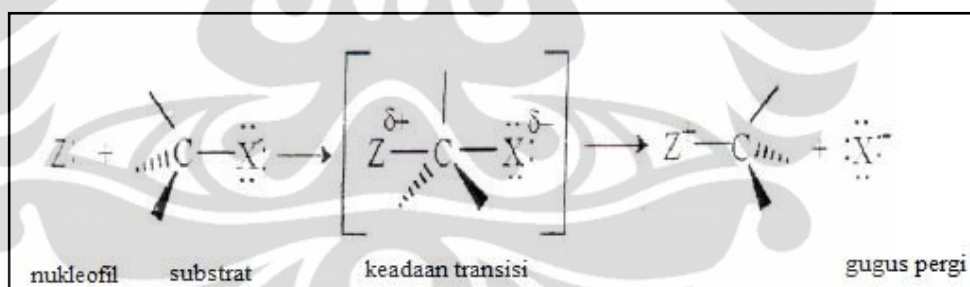
mengikuti orde dua dengan persamaan kecepatan reaksi = $k [RX] [Nu^-]$ dimana terjadi reaksi inversi pada atom karbon pusat alkil halida primer dan sekunder (John McMurry, 2008). Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida mengikuti mekanisme reaksi SN-2, sehingga konsentrasi benzil klorida dan kalium sianida sangat diperhitungkan untuk menentukan laju reaksi.



[Sumber: Yogesh R. Jorapur dan Dae Yoon Chi, 2005]
Gambar 2.9 Reaksi Substitusi Nukleofilik

2.5.1 Mekanisme SN-2

Reaksi SN-2 adalah reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (orde 2) menghasilkan konfigurasi inversi berlangsung satu tahap melalui tahap transisi (*transition state*) (Yogesh R. Jorapur dan Dae Yoon Chi, 2005). Berikut adalah skema reaksi SN-2:



[Sumber: bei.ung.ac.id/kompetisi%20Ajar/web/.../MODUL%20VI.doc]
Gambar 2.10 Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN-2)

Z: sebagai nukleofil akan menyerang atom karbon sp^3 (C-X) dari arah belakang sehingga antara Z: dengan X (gugus pergi) terjadi asosiasi. Pada tahap transisi inilah, reaksi substitusi nukleofilik 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.

2.5.2 Pelarut Reaksi SN-2

Sebagian besar kecepatan reaksi SN-2 dipengaruhi oleh jenis pelarut. Pelarut protik (berproton) biasanya mengandung gugus $-OH$ atau $-NH_2$. Pelarut ini merupakan jenis pelarut yang kurang disukai untuk reaksi SN-2. Hal ini karena pelarut berproton akan menurunkan kecepatan reaksi SN-2 dengan cara mengelilingi reaktan nukleofilik dan menurunkan energinya (solvasi). Molekul-molekul pelarut mengelilingi nukleofilik dan membentuk ikatan hidrogen dengan sehingga dapat menstabilkan nukleofiliknya dan memperlambat reaksi SN-2.

Reaksi SN-2 akan berlangsung dengan baik jika menggunakan pelarut polar aprotik (pelarut polar tetapi tidak mempunyai gugus $-OH$ atau $-NH_2$). Pelarut ini akan menaikkan kecepatan reaksi SN-2 dengan cara menaikkan energi nukleofiliknya. Pelarut polar aprotik memiliki momen dipol yang besar dan dapat melarutkan spesi bermuatan positif dari kutub negatif yang dimilikinya. Selain itu, pelarut aprotik memiliki polaritas yang sangat besar sehingga dapat mensolvasi garam-garam dan cenderung untuk mensolvasi kation dari pada anion logam nukleofiliknya yang mengakibatkan anion - anion menjadi tidak tersolvasi dan menaikkan energi nukleofiliknya sehingga reaksi SN2 menjadi lebih cepat. Contoh pelarut polar aprotik antara lain: aseton, etil asetat, diklorometan, asetonitril, DMSO, DMF dan THF (Riswiyanto, 2009).

2.6 Reaksi Hidrolisis

Hidrolisis adalah istilah umum yang dipergunakan untuk menyebut reaksi suatu zat dengan air. Hidrolisis atau dalam bahasa Inggris disebut sebagai "*Hydrolysis*" berasal dari kata "*hydro*" artinya air dan "*lysis*" artinya penguraian. Jadi, hidrolisis dapat diartikan sebagai penguraian oleh air. Hidrolisis dapat dilakukan dengan metode kimia dan enzimatis. Hidrolisis kimia biasanya menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) atau asam klorida (HCl) sedangkan hidrolisis enzimatis adalah hidrolisis dengan menggunakan enzim (Tanti Maryana F, 2010).

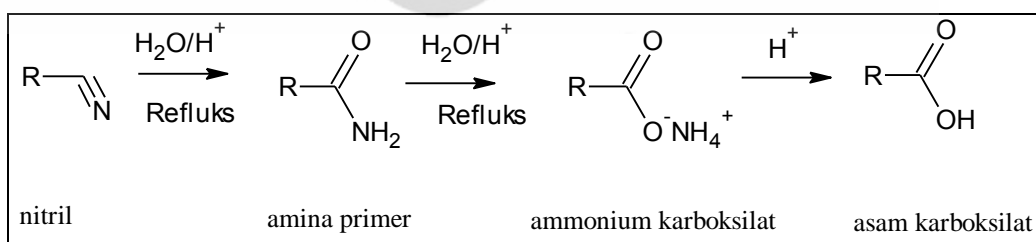
2.6.1 Reaksi Hidrolisis Nitril

Nitril merupakan senyawa yang mengandung gugus CN yang dikenal dengan senyawa siano atau sianida. Gugus siano mengandung ikatan rangkap tiga, satu ikatan sigma (σ) dan dua ikatan pi (Π). Meskipun nitrogen mempunyai sepasang elektron menyendiri, suatu nitril hanyalah basa sangat lemah dengan pKb nitril sekitar 24. Kurangnya kebasaan suatu gugus CN, disebabkan oleh beradanya elektron menyendiri dalam suatu orbital sp. Lebih banyaknya karakter s dalam suatu orbital sp dibandingkan sp² atau sp³ menyebabkan elektron-elektron sp lebih terikat erat sehingga kurang tersedia untuk mengikat proton (R.J. Fessenden & J.S. Fessaenden, 1992).

Nitril merupakan derivat asam karboksilat yang dapat dihidrolisis menghasilkan asam karboksilat (Yadu B. Tewari, 2004). Hidrolisis nitril ini dapat dilakukan dengan cara hidrolisis asam maupun hidrolisis basa. Pada penelitian ini nitril dihidrolisis dengan asam untuk menghasilkan asam fenil asetat.

2.6.2 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Nitril

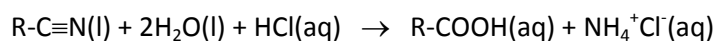
Pada hidrolisis nitril dengan asam, nitrogen basa lemah diprotonkan dan air menyerang atom karbon yang elektropositif. Reaksi berlangsung lewat amida yang terhidrolisis lebih lanjut menjadi asam karboksilat dan ion amonium. Reaksi umum pada reaksi hidrolisis nitril:



[Sumber: bei.ung.ac.id/kompetisi%20Ajar/web/.../MODUL%20VI.doc]

Gambar 2.11 Reaksi Hidrolisis Nitril

Pada penelitian ini hidrolisis nitril digunakan dalam suasana asam dengan menggunakan asam klorida (HCl) dengan mengikuti reaksi sebagai berikut:



[Sumber: bei.ung.ac.id/kompetisi%20Ajar/web/.../MODUL%20VI.doc]

Gambar 2.12 Reaksi Hidrolisis Nitril Suasana Asam

2.7 Metode Analisis

2.7.1 FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektroskopi IR merupakan teknik spektroskopi yang berguna untuk mengidentifikasi gugus fungsi. Spektroskopi IR meliputi panjang gelombang antara 2,5-1,6 mikrometer atau setara dengan bilangan gelombang 4000-650 /cm. Spektro-FTIR dapat digunakan untuk analisis secara kualitatif maupun secara kuantitatif. Secara kualitatif, dapat ditentukan gugus ikatan yang terdapat dalam sampel sedangkan secara kuantitatif dapat ditentukan konsentrasi sampel, semakin besar serapan semakin besar konsentrasi sampel.

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



[sumber: <http://www.nuance.northwestern.edu/KeckII/Instruments/FT-IR/index.html>
diunduh 15 Desember 2011 pukul 11.11]

Gambar 2.13 Skema FTIR

Bila suatu molekul menyerap radiasi infra merah, energi yang diserap akan menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom didalamnya. Atom dalam molekul bervibrasi secara konstan baik berupa uluran (stretching) maupun tekukan (bending). Dengan demikian molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi sehingga energi yang terserap ini akan dilepas kembali dalam bentuk emisi radiasi bila molekul tersebut kembali ke keadaan dasar. Banyaknya energi yang diserap oleh suatu ikatan akan bergantung pada perubahan dalam momen ikatan seperti vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Oleh karena 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 mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa yang sedang diujikan (Flemming Williams, 1980).

2.7.2 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 N_2 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 jumlah tertentu gas N_2 . Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N_2 yang teradsorpsi (Widajanti Wibowo, 2004).

2.7.3 GC (*Gas Chromatography*)

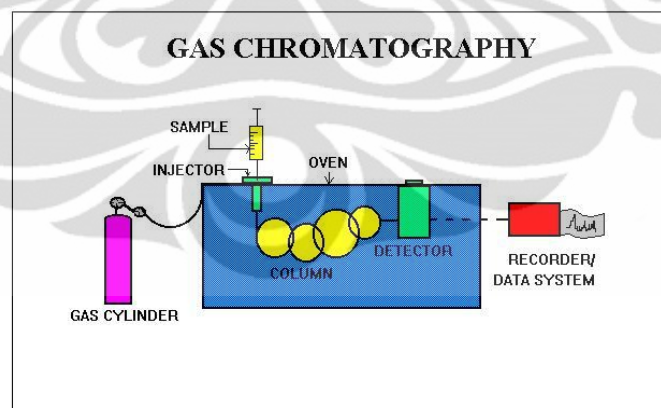
Proses pemisahan komponen-komponen sampel dalam kromatografi gas berlangsung di dalam kolom berdasarkan pada interaksi komponen sampel dan

fasa diam. Interaksi antara sampel dengan fasa diam (cair) sangat menentukan berapa lama komponen-komponen sampel akan tertahan. Komponen-komponen yang mempunyai afinitas lebih rendah tidak suka terhadap fasa diam akan keluar dari kolom lebih dahulu. Sedangkan komponen-komponen dengan afinitas lebih besar larut dengan baik terhadap fasa diam akan keluar dari kolom kemudian.

Pemisahan didasarkan pada perbedaan distribusi dari masing-masing komponen di dalam fasa diam dan fasa gerak. Kondisi ideal untuk mendapatkan pemisahan yang baik dapat dicapai jika:

1. Kesetimbangan dicapai sangat cepat pada setiap saat
2. Molekul-molekul sampel hanya bergerak oleh gaya dari gas pembawa sehingga tidak terjadi arus difusi.
3. Pengisian dari kolom harus sama/*uniform*

Gas Chromatography (GC) dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif dapat dilakukan dengan membandingkan waktu retensi (waktu komponen sampel ditahan oleh kolom) dengan waktu retensi zat standar sedangkan analisis kuantitatif berdasarkan metode perhitungan luas puncak atau dengan metode internal standar (Sunardi, 2008).



[Sumber: <http://www.scribd.com/doc/46314767/GC> di unduh 17 Oktober 2011 pukul 13.30]

Gambar 2.14 Skema Gas kromatografi

2.7.4 GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*)

Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) adalah metode yang mengkombinasikan kromatografi gas dan spektrometri massa untuk

mengidentifikasi senyawa yang berbeda dalam analisis sampel. GC-MS terdiri dari dua blok bangunan utama yaitu kromatografi gas dan spektrometer massa sehingga dengan penggabungan dua metode ini dapat mengetahui senyawa apa saja yang terkandung dalam suatu campuran, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Perbedaan sifat kimia antara molekul-molekul yang berbeda dalam suatu campuran dipisahkan dari molekul dengan melewati sampel sepanjang kolom. Molekul-molekul memerlukan jumlah waktu yang berbeda (disebut waktu retensi) untuk keluar dari kromatografi gas, dan ini memungkinkan spektrometer massa untuk menangkap, ionisasi, mempercepat, membelokkan, dan mendeteksi molekul terionisasi secara terpisah. Spektrometer massa melakukan hal ini dengan memecah masing-masing molekul menjadi terionisasi mendeteksi fragmen menggunakan massa untuk mengisi rasio (<http://id.shvoong.com/exact-sciences/chemistry/2152083-gc-ms-kromatografi-gas-spektrometer/> diunduh 21 November 2011 pukul 15.21).

Spektroskopi massa merupakan rangkaian puncak-puncak yang berbeda-beda tingginya puncak yang paling tinggi dan spektrum massa disebut base peak. Spektrum massa fragmen-fragmen yang kecil bersala dari tumbukan-tumbukan elektron dengan molekul induk. Jadi, spektrum massa dipakai untuk menentukan berat molekul atau rumus molekul atau juga mengidentifikasi senyawa dari pola fragmentasinya. Pola fragmentasi digunakan untuk mengidentifikasi senyawa, juga memungkinkan terhadap pengenalan gugus fungsi dengan puncak-puncak fragmen yang spesifik (<http://www.scribd.com/doc/49575733/18/Kromatografi-Gas-%E2%80%93-Spektroskopi-Massa-GC-%E2%80%93-MS> diunduh 22 November 2011 pukul 13.13).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium penelitian kimia fisik, Departemen Kimia FMIPA UI selama periode 4 bulan: Agustus-November 2011.

3.2 Alat dan Bahan yang Digunakan

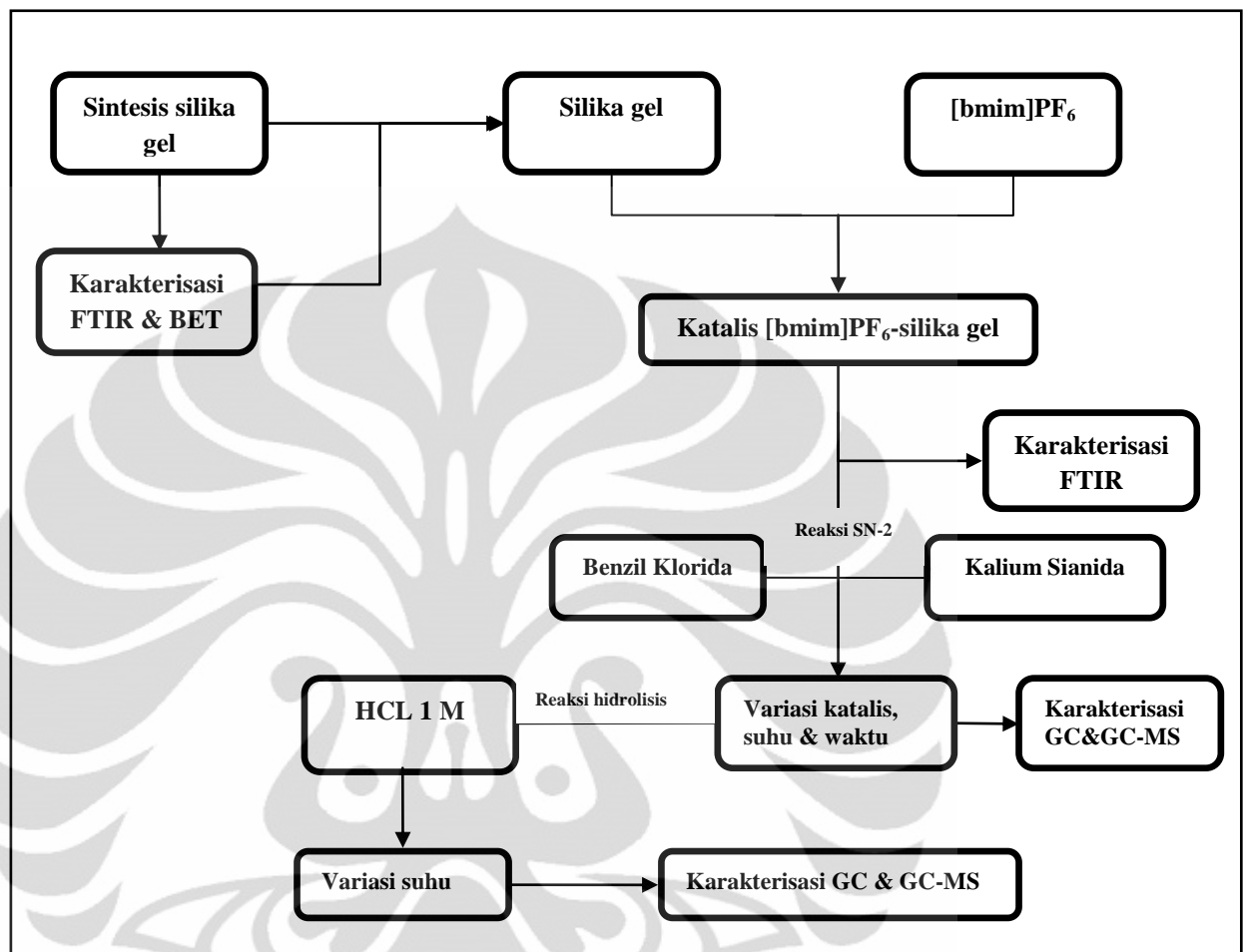
3.2.1 Alat yang digunakan

- Peralatan gelas
- Neraca analitis
- Mortar
- Oven
- Hot plate + stirer
- Termometer
- Spatula
- Cawan porselen
- Labu leher tiga dengan kondensor
- FT-IR (IR Prestige 21 Shimadzu)
- GC (Shimadzu 2010)
- GC-MS (Agilent Technologies)

3.2.2 Bahan yang digunakan

- Tetra Ethyl Ortho Silikat (TEOS)
- HCl 1M dan 4 M
- Aquademin
- Eter
- 1-butyl-3-methyl imidazolium klorida [bmim]PF₆
- Benzil Klorida
- KCN
- Aseton

3.3 Bagan Umum Metode Kerja

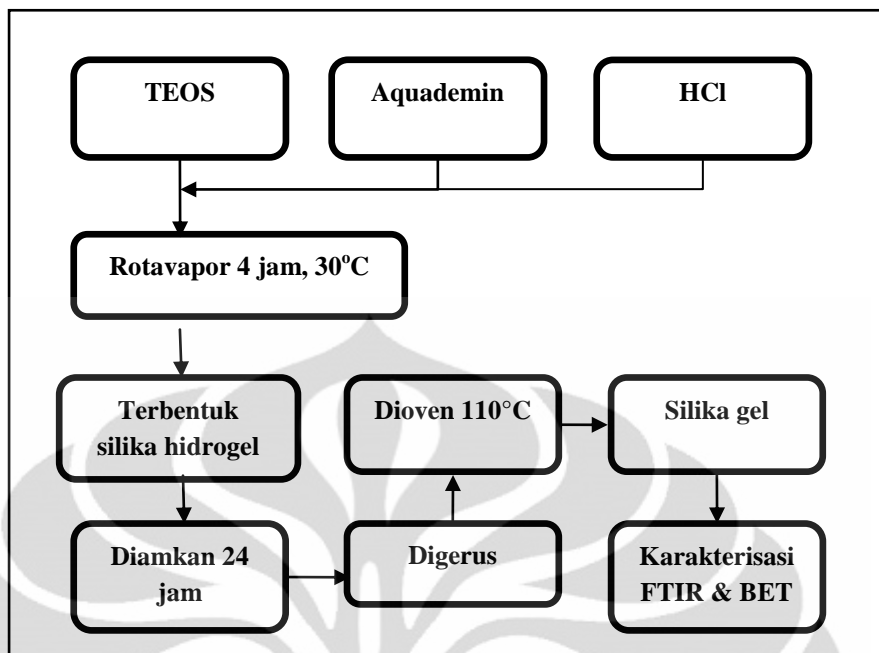


Gambar 3.1 Bagan Umum Metode Kerja

3.4 Metode Kerja

3.4.1 Sintesis Silika Gel

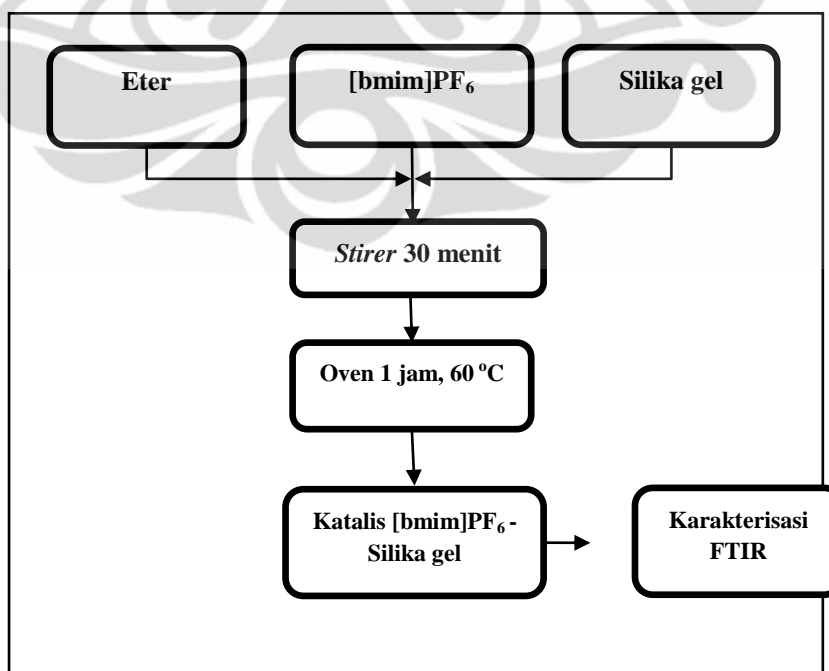
TEOS, HCl, aquademin dicampur dalam rotavapor selama 4 jam hingga terbentuk silika hidrogel. Silika hidrogel digerus dan didiamkan selama 24 jam serta dipanaskan pada suhu 110°C selama 4 jam. Silika gel yang terbentuk dihaluskan dengan mortar. Hasil yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR dan BET.



Gambar 3.2 Bagan Sintesis Silika Gel

3.4.2 Sintesis Katalis [bmim]PF₆ - Silika Gel

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

Gambar 3.3. Bagan Sintesis Katalis [bmim]PF₆ - Silika Gel

3.4.3 Pembuatan Larutan Standar Benzil Klorida

Benzil klorida dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian di encerkan dengan penambahan aseton hingga tanda batas labu ukur. Lakukan variasi konsentrasi benzil klorida 1%, 3%, 5%, 7%, 10%, 15%. Hasil pengenceran dikarakterisasi dengan GC, kemudian membuat kurva standar benzil klorida.

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

3.4.4.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel

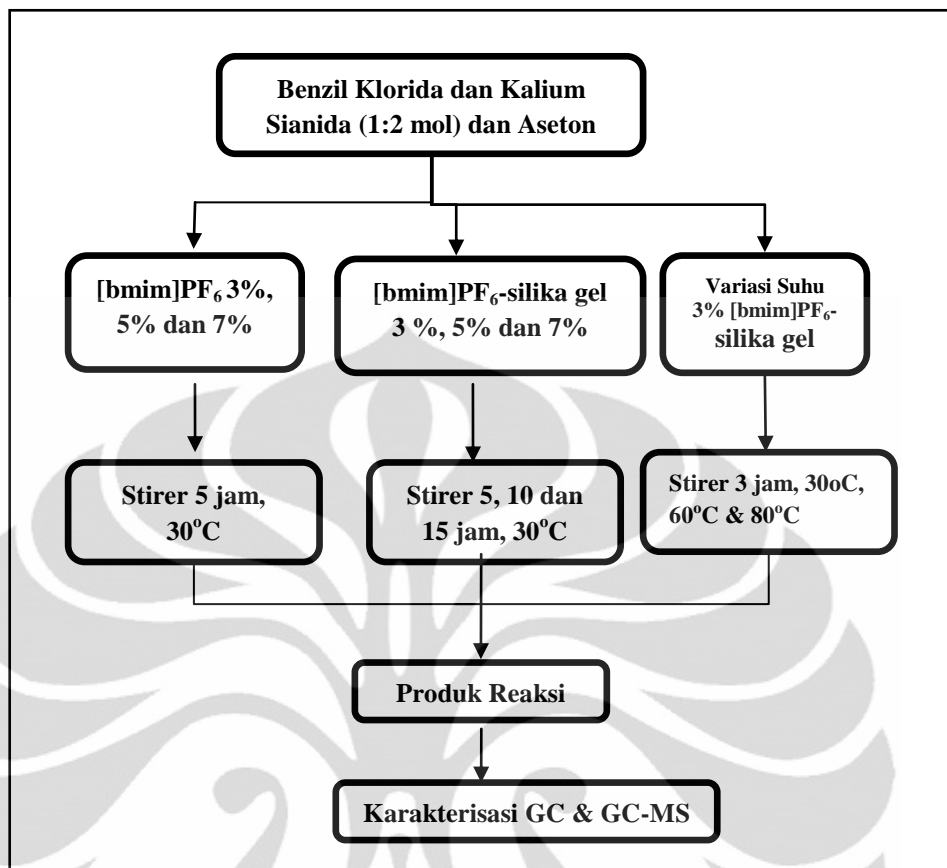
Kalium sianida, katalis [bmim]PF₆-silika gel, benzil klorida dan aseton dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan *stirer* pada suhu ruang dengan variasi waktu 5, 10 dan 15 jam dan variasi berat katalis 3%, 5 % dan 7 %. Hasil dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.

3.4.4.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF₆

Kalium sianida, katalis [bmim]PF₆, benzil klorida dan aseton dicampurkan ke dalam labu labu ukur. Campuran diaduk dengan *stirer* selama 5 jam pada suhu ruang dengan berat katalis sebanyak 3%, 5% dan 7% . Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.

3.4.4.3 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida Variasi Suhu

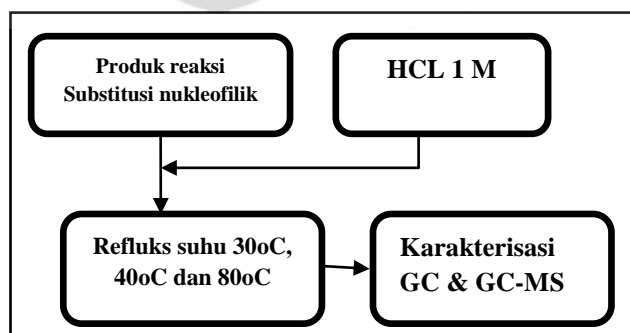
Kalium sianida, katalis [bmim]PF₆-silika gel, benzil klorida dan aseton dicampurkan ke dalam labu ukur. Campuran diaduk dengan *stirer* pada suhu ruang selama 3 jam dan berat katalis 3% dengan variasi suhu 30°C, 60°C dan 80°C. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC dan GC-MS.



Gambar 3.4 Bagan Reaksi Substitusi Nukleofilik

3.4.5 Reaksi Hidrolisis dari Hasil Reaksi Substitusi Nukleofilik

Larutan hasil reaksi substitusi nukleofilik disaring dan dipindahkan ke dalam labu bulat, tambahkan HCl dan refluks selama 4 jam dengan variasi suhu yaitu pada suhu 30°C, 40°C dan 80°C. Hasil reaksi dikarakterisasi menggunakan GC dan GC-MS.



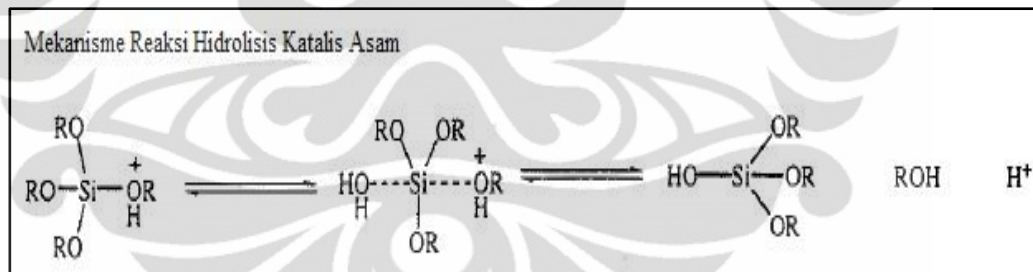
Gambar 3.5 Bagan Reaksi Hidrolisis

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Silika Gel

Silika gel disintesis dari tetra etil orto silikat (TEOS) yang merupakan sumber diperolehnya Si. Silika gel ini dibuat dari 10 mL TEOS, 6 mL aquademin dan 1,9 mL HCl 4M dicampurkan ke dalam labu bulat. Campuran tersebut diaduk dengan alat rotavapor selama 4 jam dengan kondisi vakum (tanpa udara) pada suhu ruang dengan tujuan agar campuran teraduk secara sempurna. Penambahan HCl 4 M pada pembuatan silika gel berfungsi sebagai katalis asam untuk mempercepat pembentukan produk karena reaksi ini berjalan sangat lambat dan diperlukan waktu yang lama.

Metode yang digunakan pada sintesis silika gel ini adalah metode sol gel yang melibatkan dua tahap reaksi, yaitu reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Berikut tahapan reaksi hidrolisis yang terjadi pada proses sintesis silika hidrogel adalah:



[Sumber: Buckley, A.M, Greenblatt, M.J. Chem Ed, 1994]

Gambar 4.1 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Sintesis Silika Hidrogel

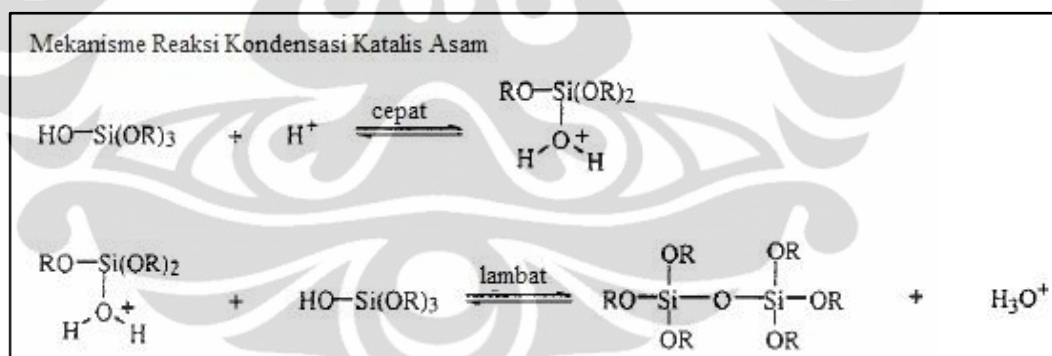
Pada tahap reaksi hidrolisis terbentuk silika hidrogel dan etanol sebagai produk samping reaksi. Silika hidrogel ini merupakan silika gel yang masih mengandung molekul air dan berikatan dengan gugus silanol (Si-OH). Silika hidrogel yang terbentuk, terlihat seperti lapisan kaca yang berwarna bening dan melapisi dinding labu bulat.



Gambar 4.2 Silika Hidrogel

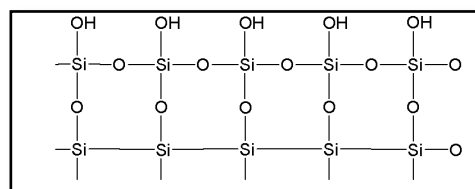
Lapisan kaca pada dinding labu, digerus dan dipindahkan ke dalam cawan porselen kemudian didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Silika hidrogel dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110°C untuk menghilangkan molekul air yang berikatan dengan gugus silanol dan menguapkan etanol yang merupakan produk samping dari hasil reaksi.

Pada proses pemanasan, terjadi tahap reaksi kondensasi yaitu proses pelepasan molekul air (H_2O) dan polimerisasi membentuk ikatan $-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$ membentuk struktur silika gel.



[Sumber: Buckley, A.M, Greenblatt, M.J. Chem Ed, 1994]

Gambar 4.3 Mekanisme Reaksi Kondensasi Sintesis Silika Gel



[Sumber: <http://www.herbalanalysis.co.uk/Adsorption.html> di unduh 4 Oktober 2011 pukul 11.41]

Gambar 4.4 Struktur Silika Gel

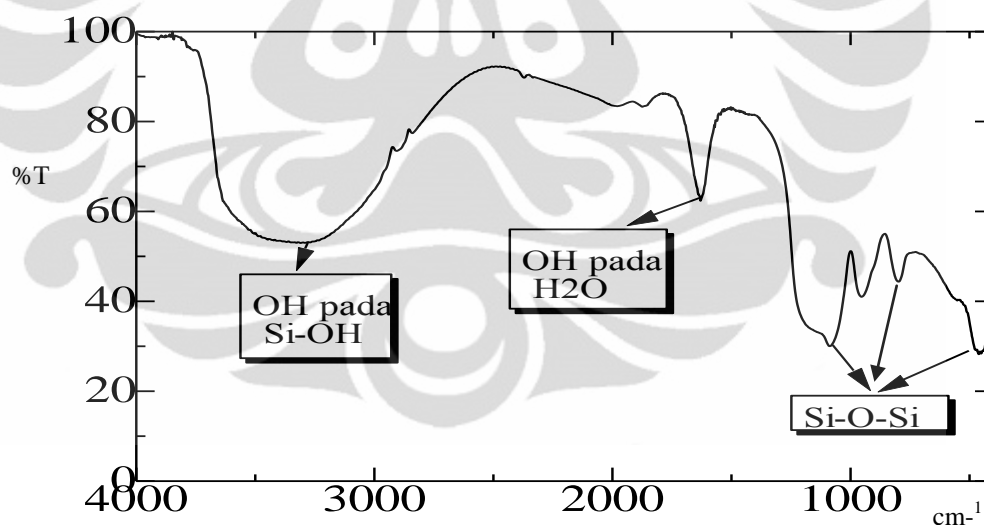
Silika hidrogel yang telah dioven akan mengalami penyusutan berat akibat kandungan air dalam hidrogel berkurang. Silika hidrogel digerus dengan mortar

hingga halus untuk memperoleh silika gel yang berupa padatan halus berwarna putih.



Gambar 4.5 Silika gel

Silika gel yang berupa serbuk halus berwarna putih ini kemudian dikarakterisasi menggunakan BET dan diperoleh luas permukaan yang cukup besar yaitu sebesar $449.64 \text{ m}^2/\text{g}$ (Lampiran 11 hal 79). Luas permukaan silika gel yang besar ini, dapat menjadikan proses adsorpsi fisik dan kimia menjadi lebih efektif dan efisien. Selain dikarakterisasi dengan BET, silika gel ini pun dikarakterisasi dengan FTIR dan diperoleh spektrum sebagai berikut:

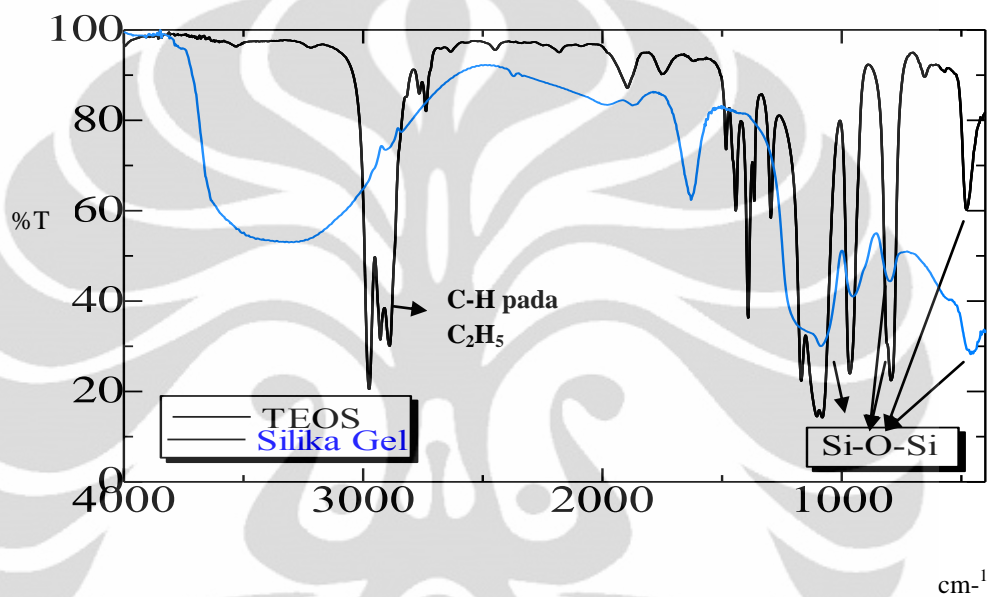


Gambar 4.6 Spektrum FTIR Silika Gel

Pada spektrum FTIR silika gel, terdapat pita serapan pada daerah bilangan gelombang 798.53 cm^{-1} dan 1087.85 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetrik dan asimetrik dari siloksan (Si-O-Si), sedangkan bilangan gelombang 470.63 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk siloksan (Si-O-Si) dari struktur tetrahedral. Gugus OH dari silanol berada pada pita serapan dengan bilangan gelombang

3232.70 cm^{-1} serta terdapat serapan OH pada bilangan gelombang $1629,85\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan $-\text{OH}$ pada H_2O . Hal ini memperlihatkan bahwa silika gel yang terbentuk masih mengandung air.

Sebagai pembandingan bahwa silika gel terbentuk dari TEOS, maka dilakukan karakterisasi juga pada bahan baku TEOS menggunakan FTIR dan diperoleh spektrum sebagai berikut:



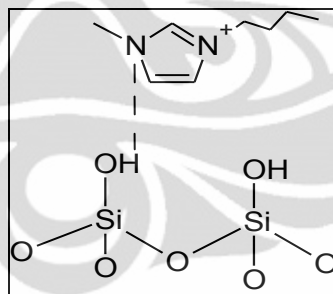
Gambar 4.7 Spektrum FTIR TEOS dan Silika Gel

Spektrum FTIR TEOS menunjukkan beberapa kesamaan pada hasil spektrum silika gel yaitu terdapatnya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 794.67 cm^{-1} dan 1082.07 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur simetrik dan asimetrik dari gugus siloksan (Si-O-Si) dari struktur tetrahedral serta daerah bilangan gelombang 478.35 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk gugus siloksan. Selain kesamaan, terdapat pula perbedaan yang menunjukkan bahwa silika gel telah terbentuk dari TEOS, adalah tidak adanya pita serapan gugus C-H dari etil pada spektrum FTIR silika gel sebagaimana halnya yang terdapat pada spektrum FTIR TEOS pada bilangan gelombang 2889.37 cm^{-1} . Hal ini karena pada pembuatan silika gel, gugus etil dari TEOS telah menjadi etanol dan menguap pada proses pemanasan.

4.2 Sintesis Katalis [bmim] PF_6 -Silika Gel

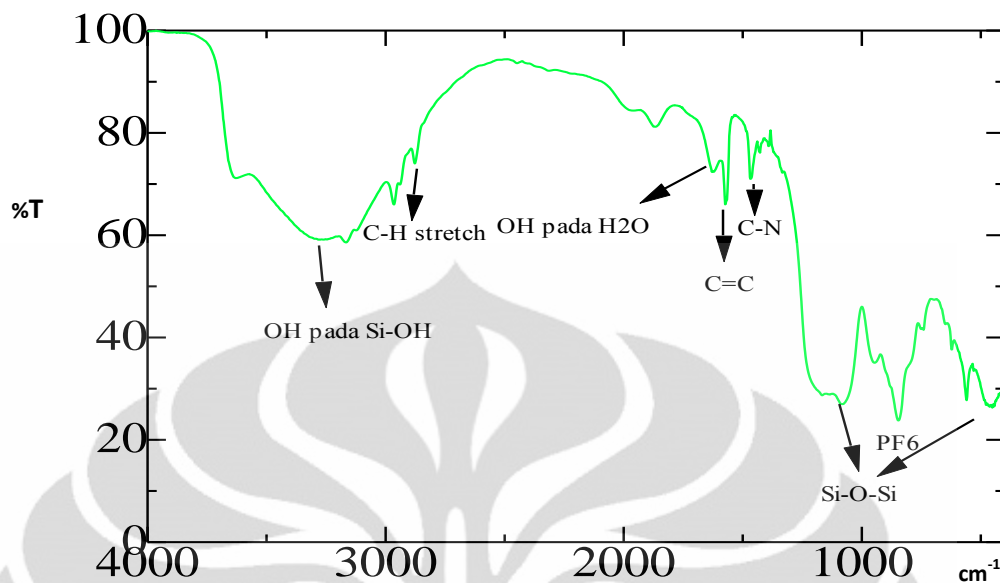
Katalis [bmim]PF₆-silika gel dibuat dengan metode impregnasi, dimana cairan ionik dimasukkan ke dalam silika gel setelah silika gel terbentuk. Impregnasi ini bertujuan agar penggunaan cairan ionik lebih efisien dan luas permukaan bidang sentuh cairan ionik ini akan mengikuti luas permukaan silika gel yang berbentuk serbuk putih. Impregnasi dilakukan dengan cara mencampurkan 1.25 gram silika gel, 0.25 gram cairan ionik [bmim]PF₆ dan 2.5 mL eter diaduk menggunakan *stirer* pada suhu ruang selama 30 menit hingga campuran merata. Hasil campuran dikeringkan pada suhu 60° C selama 1 jam untuk menguapkan eter yang tersisa dan dihasilkan katalis [bmim]PF₆ -silika gel yang berbentuk serbuk halus berwarna putih yang kemudian digunakan untuk reaksi katalitik.

Cairan ionik yang di *support* ke dalam silika gel yang berupa padatan amorf dengan luas permukaan yang besar, akan tetap tertahan dalam silika gel dengan memodifikasi permukaan silika gel (Charlie Van Doorshlaer et, al, 2010). Pada proses ini terjadi adsorpsi kimia dengan pembentukan ikatan kovalen antara N yang terdapat pada cairan ionik [bmim]PF₆ dengan atom H pada silika gel serta adsorpsi fisik dari cairan ionik ke permukaan silika gel.



Gambar 4.8 Ikatan [bmim]PF₆-Silika Gel

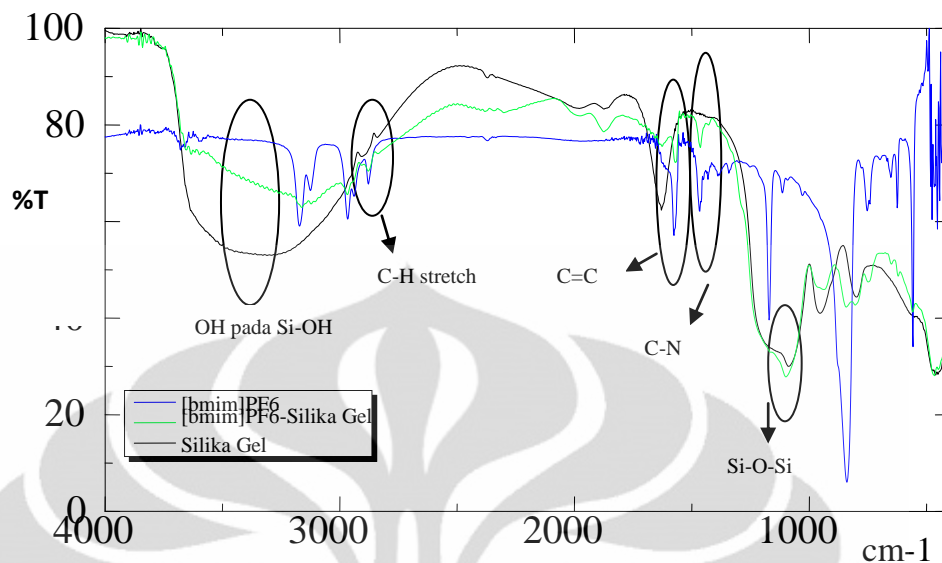
Sebelum digunakan, maka terlebih dahulu katalis [bmim]PF₆ dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk memastikan bahwa cairan ionik [bmim]PF₆ telah terimpregnasi dengan baik ke dalam silika gel. Berikut spektrum FTIR katalis [bmim]PF₆-silika gel hasil sintesis:



Gambar 4.9 Spektrum FTIR Katalis [bmim]PF₆ – Silika Gel

Pada spektrum FTIR katalis [bmim]PF₆ – silika gel terdapat pita serapan pada daerah bilangan gelombang 846.75 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus PF₆⁻, sedangkan gugus –OH dari gugus silanol terdapat pada daerah gelombang 3296.35 cm⁻¹ dan OH dari H₂O pada daerah bilangan gelombang 162.13 cm⁻¹, vibrasi tekuk dari siloksan (Si-O-Si) terdapat pada daerah gelombang 462.92 cm⁻¹ dan 1080.14 cm⁻¹. Selain itu, terdapat serapan C-H *stretch* pada daerah bilangan gelombang 2877.79 cm⁻¹, C=C pada daerah bilangan gelombang 1573.91 cm⁻¹, dan C-N pada daerah bilangan gelombang 1342.46 cm⁻¹.

Untuk lebih memastikan bahwa katalis [bmim]PF₆ telah berhasil diimpregnasi ke dalam silika gel, maka dibandingkan spectrum FTIR antara [bmim]PF₆, [bmim]PF₆ – silika gel dan TEOS yang diperlihatkan pada Gambar 4.10 yang menunjukkan adanya persamaan dan perbedaan gugus-gugus yang spesifik.

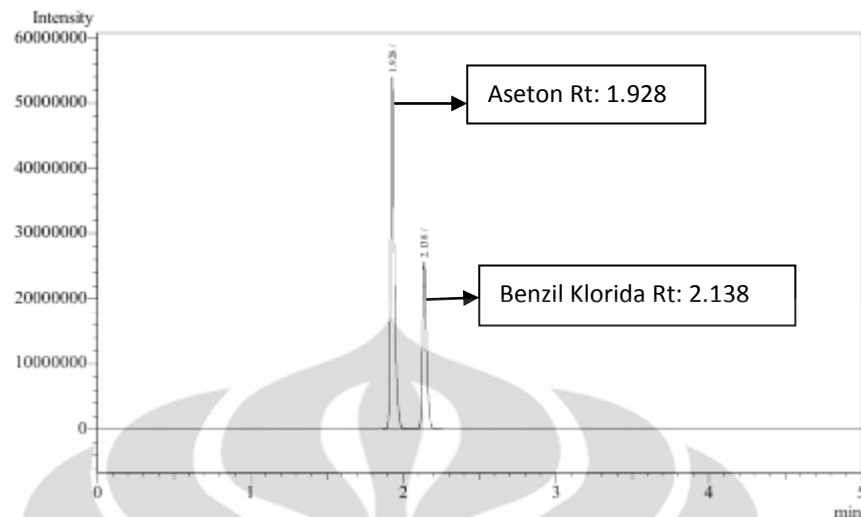


Gambar 4.10 Spektrum FTIR [bmim]PF₆, [bmim]PF₆– silika gel dan Silika Gel

Spektrum pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya persamaan gugus-gugus spesifik pada katalis cairan ionik [bmim]PF₆, katalis [bmim]PF₆– silika gel dan silika gel. Gugus yang menunjukkan kesamaan antara katalis cairan ionik [bmim]PF₆ dan katalis [bmim]PF₆– silika gel yaitu adanya gugus C-H stretch (3000-2800 cm⁻¹), C=C (1600-1580 cm⁻¹) dan C-N (1360-1310 cm⁻¹) sedangkan pada katalis [bmim]PF₆– silika gel dan silika gel terdapat kesamaan pada gugus OH (3570-3200 cm⁻¹) dan Si-O-Si (1095-1075 cm⁻¹).

4.3 Pembuatan Larutan Standar Benzil Klorida

Larutan standar benzil klorida dibuat dengan tujuan untuk mengetahui berapa banyak benzil klorida yang digunakan untuk reaksi dan benzil klorida yang tersisa dari hasil reaksi substitusi nukleofilik. Larutan standar ini dibuat dengan beberapa variasi konsentrasi yaitu 1%, 3%, 5%, 7%, 10%, 15%. Masing-masing konsentrasi tersebut dibuat dengan mengencerkan benzil klorida sebanyak 0,1 mL, 0,3 mL, 0,5 mL, 0,7 mL, 1 mL, 1,5 mL dengan larutan aseton dalam labu ukur 10 mL. Kemudian dikarakterisasi menggunakan GC dengan kolom non polar Rtx-1 (0.25mm x 30 m x 0.25µm) sehingga diperoleh luas kurva area benzil klorida untuk dibuat kurva linear larutan standar benzil klorida. Berikut salah satu pengukuran GC larutan standar benzil klorida:

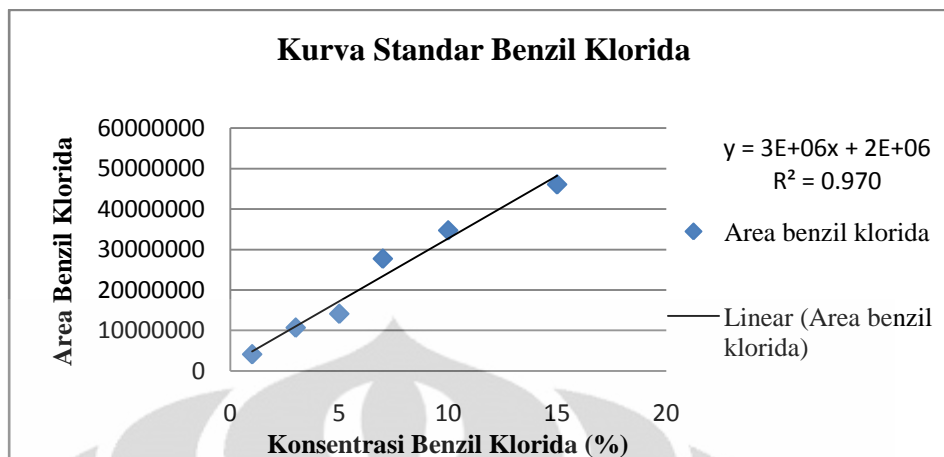


Gambar 4.11. Kurva GC Larutan Standar Benzil Klorida

Berdasarkan hasil pengukuran GC larutan standar benzil klorida, diperoleh luas area peak benzil klorida pada masing-masing konsentrasi. Kemudian masing-masing luas area dan konsentrasi benzil klorida dialurkan untuk mendapatkan kurva standar benzil klorida.

Tabel 4.1 Hasil Pengukuran GC Larutan Standar Benzil Klorida

Konsentrasi (%)	Area benzil klorida
1	4166299
3	10734941
5	14149769
7	27743066
10	34716019
15	46057364



Gambar 4.12 Kurva Standar Benzil Klorida

Pada kurva standar benzil klorida gambar 4.12 diperoleh persamaan garis linear $y = 3E^{06} x + 2E^{06}$. Persamaan ini digunakan untuk menghitung benzil klorida yang digunakan dan tersisa dari hasil reaksi substitusi nukleofilik yang akan dilakukan untuk uji katalisis.

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

Reaksi substitusi nukleofilik pada pembentukan benzil sianida dilakukan dengan cara mereaksikan benzil klorida dan kalium sianida dengan perbandingan mol 1:2. Reaksi ini dilakukan dengan memvariasikan berat katalis yang digunakan, waktu dan suhu reaksinya untuk mengetahui kondisi optimum reaksi substitusi nukleofilik dapat berlangsung.

Pada pembentukan benzil sianida dengan reaksi substitusi nukleofilik ini digunakan dua jenis katalis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen yang digunakan adalah cairan ionik [bmim]PF₆ sebagai pembanding hasil reaksi dengan menggunakan katalis heterogen [bmim]PF₆– silika gel yang merupakan hasil sintesis dari proses impregnasi cairan ionik [bmim]PF₆ ke dalam silika gel.

4.4.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel

Reaksi substitusi nukleofilik pada pembentukan benzil sianida dengan katalis heterogen ini dilakukan dengan mencampurkan 0.5655 gram KCN, 0.5 mL benzil klorida, 3 mL aseton dengan variasi berat katalis [bmim]PF₆– silika gel 3% (0.319 gram), 5% (0.0558 gram) dan 7% (0.07815 gram). Masing-masing campuran tersebut di *stirer* selama 5, 10 dan 15 jam pada suhu ruang. Hasil reaksi dikarakterisasi menggunakan GC untuk mengetahui konsentrasi benzil klorida yang masih tersisa dalam masing-masing reaksi sehingga dapat ditentukan pula persen konversi benzil klorida yang menunjukkan banyaknya reaktan yang terkonversi menjadi produk.

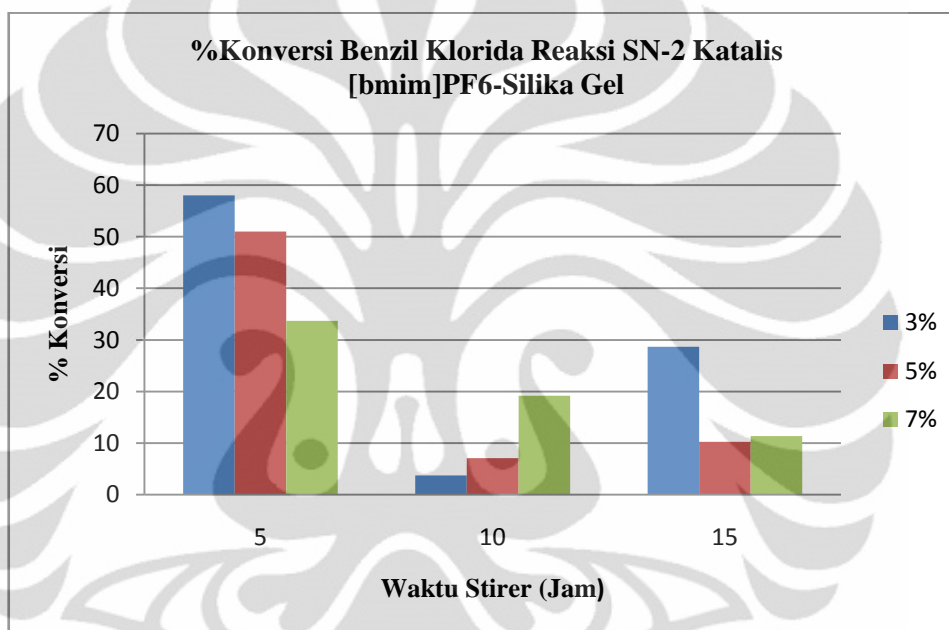
Konsentrasi benzil klorida yang masih tersisa dapat dihitung dengan memasukan luas area peak benzil klorida yang diperoleh dari hasil pengukuran GC ke dalam persamaan linear larutan standar benzil klorida sebagai variabel *y*. Setelah mengetahui hasil konsentrasinya, maka dapat dihitung persen konversi benzil klorida dari hasil reaksi.

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

Tabel 4.2 %Konversi Hasil Reaksi SN-2 dengan Katalis [bmim]PF₆– Silika Gel

Berat katalis	Waktu reaksi (jam)	Area benzil klorida sisa	% Konversi benzil klorida
3%	5	69713977	58.05
	10	66666066	50.98
	15	59282523	33.71
5%	5	46431884	3.72
	10	47871999	7.08

	15	53063062	19.19
7%	5	57121136	28.67
	10	49217344	10.22
	15	49709590	11.37

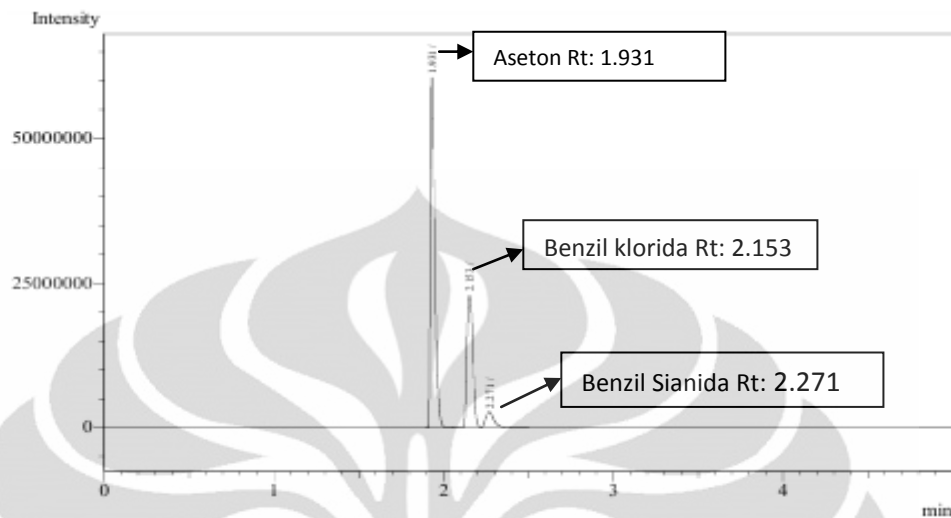


Gambar 4.13 Diagram % Konversi Reaksi SN-2 dengan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel

Tabel 4.2 dan Gambar 4.13 menunjukkan bahwa persen konversi benzil klorida terbesar dalam reaksi substitusi nukleofilik, yaitu pada berat katalis 3% dengan waktu reaksi 5 jam sebesar 58.05%. Besarnya konversi ini tidak dapat menentukan waktu reaksi optimum dari reaksi substitusi nukleofilik, karena perlu juga dihitung persen yield dari produk yang diharapkan yaitu benzil sianida.

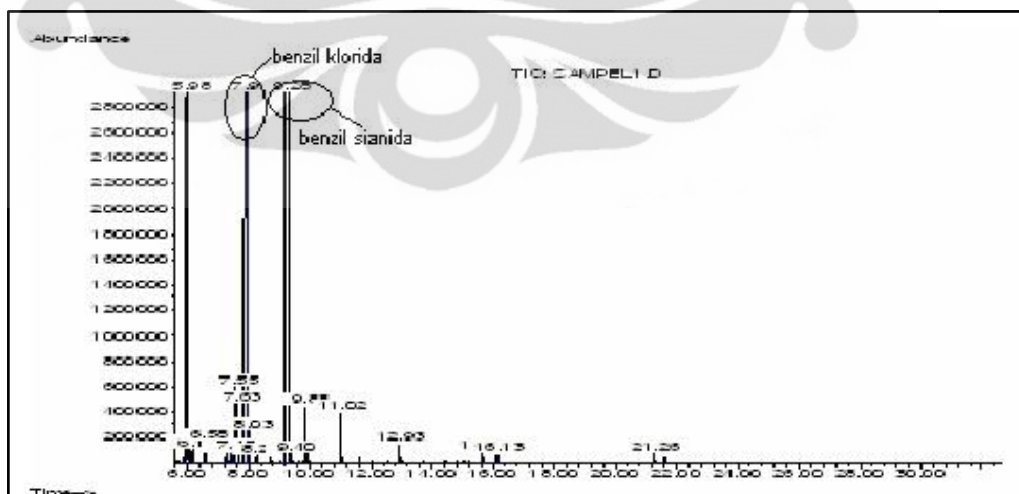
Pada hasil pengukuran dengan GC, peak benzil sianida tidak dapat diketahui letaknya karena tidak adanya benzil sianida murni sebagai standar, sehingga analisis kualitatif dengan perbandingan waktu retensi sulit dilakukan dalam penentuan peak produk (benzil sianida). Hasil pengukuran GC diperoleh tiga peak utama yaitu peak aseton, peak benzil klorida serta peak produk. Hal ini,

dapat diasumsikan bahwa peak ketiga merupakan peak produk yang diharapkan. Berikut hasil pengukuran GC salah satu sampel hasil reaksi substitusi nukleofilik:

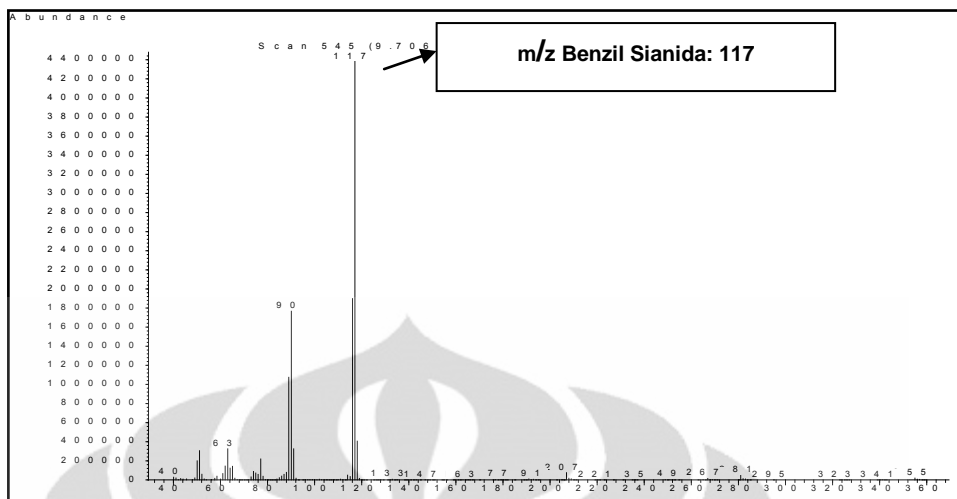


Gambar 4.14 Kurva GC Sampel Reaksi SN-2

Untuk lebih memastikan terbentuknya benzil sianida, maka dilakukan pula karakterisasi dengan menggunakan GC-MS untuk mendeteksi letak peak benzil sianida dalam sampel. Pada hasil GC-MS dengan kolom semi polar HP-5MS (0.25mm x 60 m x 0.25 μ m) terdapat tiga peak utama yaitu peak aseton, peak benzil klorida dan peak benzil sianida. Peak benzil sianida terletak setelah peak benzil klorida pada waktu retensi 9.38.



Gambar 4.15 Kurva GC-MS Sampel Reaksi Substitusi Nukleofilik

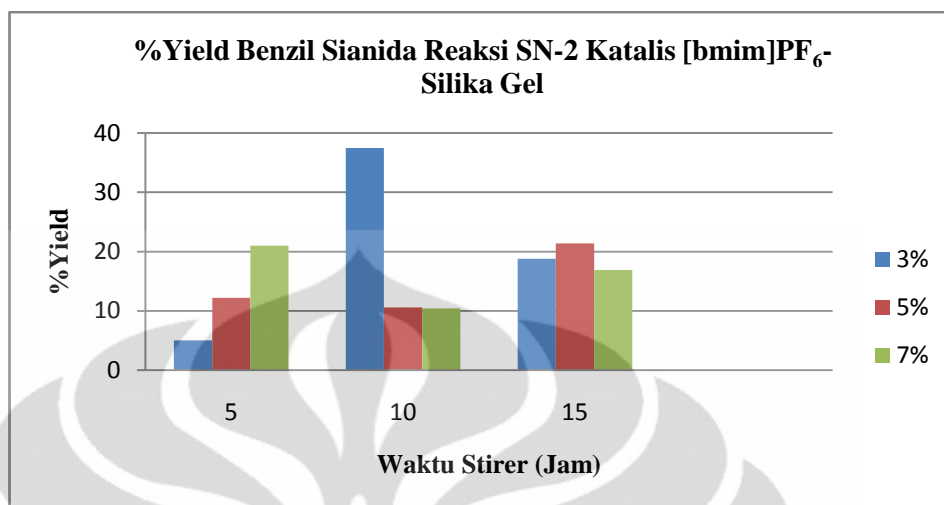


Gambar 4.16 Fragmentasi Benzil Sianida

Berdasarkan asumsi letak peak benzil sianida yang terbentuk dari hasil GC, maka dapat dihitung persen yield benzil sianida yang dihasilkan dengan membandingkan luas area benzil sianida terhadap luas area benzil klorida awal sehingga diperoleh persen yield masing-masing sampel. Berikut persen yield yang diperoleh dari hasil pengukuran GC:

Tabel 4.3 % Yield Hasil Reaksi SN-2 dengan Katalis [bmim]PF₆ – Silika Gel

Berat katalis (%)	Waktu reaksi (jam)	% Yield
3	5	5,01
	10	37,44
	15	18,76
5	5	12.81
	10	10.58
	15	21.39
7	5	20.98
	10	10.41
	15	16.91



Gambar 4.17 Diagram % Yield Reaksi SN-2 dengan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel

Berdasarkan data di atas, dapat diketahui bahwa benzil klorida yang bereaksi tidak semuanya membentuk benzil sianida. Hal ini terlihat bahwa persen konversi tidak sebanding dengan persen yield sehingga persen yield yang paling besar tercapai pada waktu reaksi 10 jam dengan berat katalis 3% sehingga dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum pembentukan benzil sianida dengan perbandingan mol 1:2 pada suhu ruang tercapai pada waktu 10 jam dengan berat katalis 3%. Kondisi optimum ini menunjukkan bahwa lamanya waktu dan berat katalis tidak dapat menentukan persen yield benzil sianida yang besar. Hal ini mungkin dikarenakan waktu reaksi 10 jam dan berat katalis 3% menunjukkan pembentukan produk yang optimum dan efektif, sedangkan berat katalis yang banyak dapat memungkinkan bersifat sebagai inhibitor, sehingga dapat menghambat pembentukan produk.

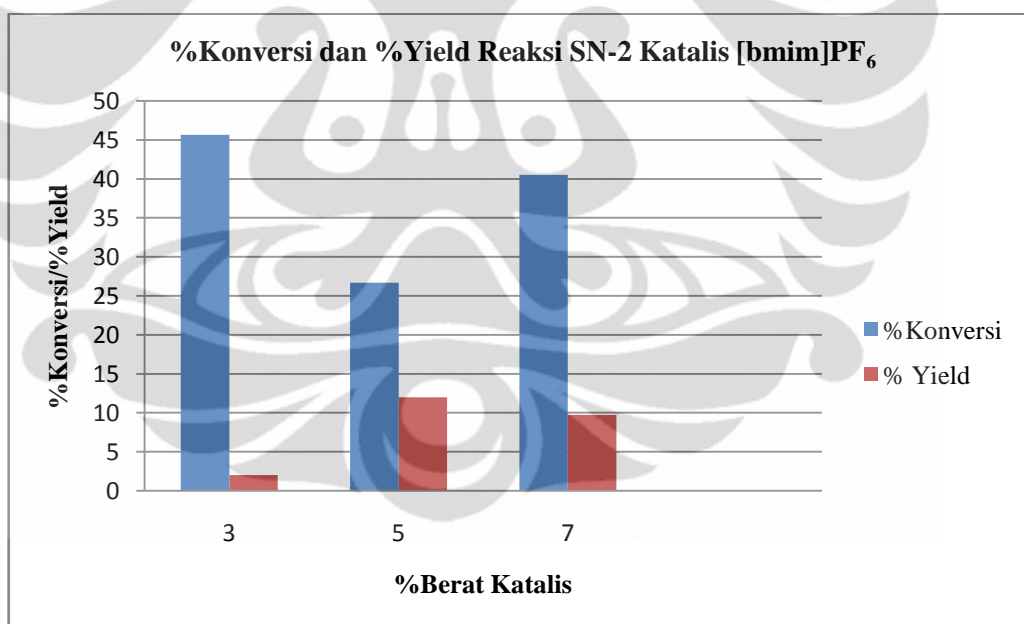
4.4.2 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF₆

Reaksi substitusi nukleofilik pada pembentukan benzil sianida dengan katalis homogen ini dilakukan dengan mencampurkan 0.5655 gram KCN, 0.5 mL, 3 mL aseton dengan variasi berat katalis [bmim]PF₆-silika gel 3% (0.319 gram),

5% (0.0558 gram) dan 7% (0.07815 gram). Masing-masing campuran tersebut di *stirer* selama 5 jam pada suhu ruang. Hasil reaksi dikarakterisasi menggunakan GC dan diperoleh persen konversi dan persen yield sebagai berikut:

Tabel 4.4 %Konversi dan %Yield Hasil Reaksi SN-2 dengan Katalis [bmim]PF₆

Waktu reaksi (jam)	Berat katalis (%)	% Konversi Benzil klorida	% Yield Benzil sianida
5	3	45.63	2.00
	5	26.68	11.99
	7	40.51	9.72



Gambar 4.18 Diagram % Konversi dan % Yied Reaksi SN-2 Katalis [bmim]PF₆

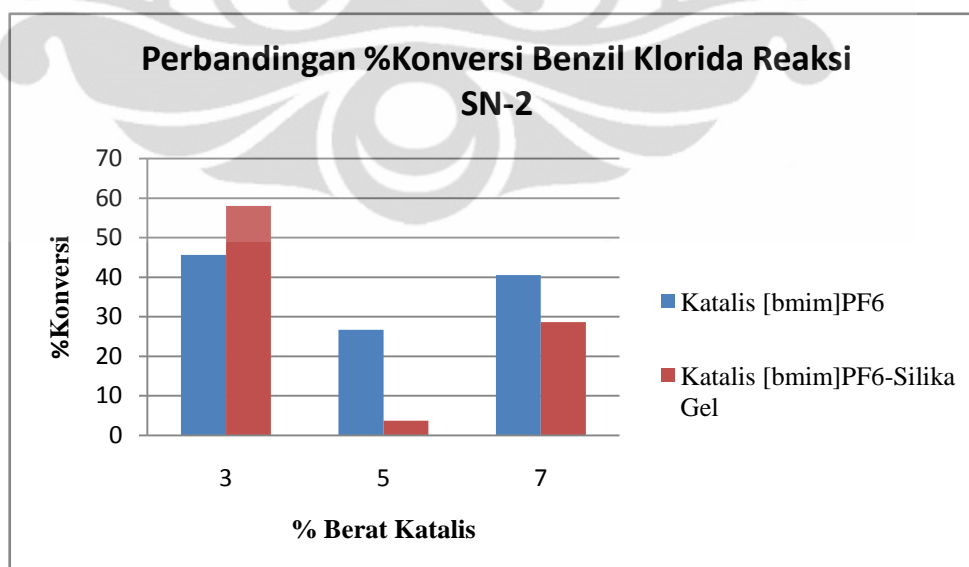
Berdasarkan data dari Tabel 4.4 dan Gambar 4.18, dapat diketahui bahwa persen konversi dan persen yield tidak menunjukkan kesamaan, persen konversi terbesar dicapai pada reaksi 3 jam dengan berat katalis 3% sedangkan persen yield terbesar dicapai pada waktu 5 jam dengan berat katalis 5% yaitu sebesar 11.99%.

4.4.3 Perbandingan Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida menggunakan Katalis [bmim]PF₆-Silika Gel dan [bmim]PF₆

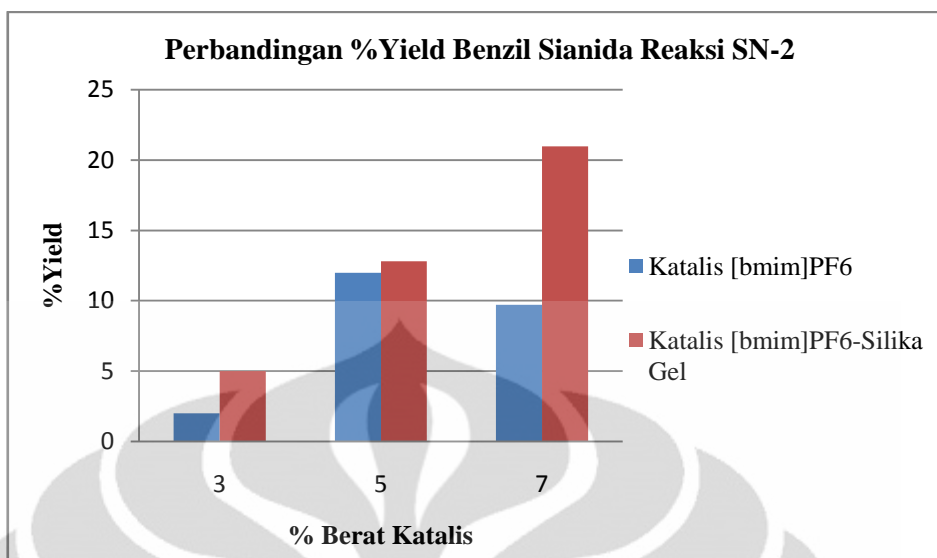
Setelah reaksi substitusi nukleofilik dilakukan dengan katalis homogen dan heterogen, maka data persen yield dapat dibandingkan untuk mengetahui selektivitas reaksi substitusi nukleofilik.

Tabel 4.5 Perbandingan %Yield Hasil Reaksi SN-2

Katalis		[bmim]PF ₆	[bmim]PF ₆ – Silika Gel		
Waktu stirer (jam)	Berat Katalis (%)	% konversi benzil klorida	% Yield benzil sianida	% konversi benzil klorida	% Yield Benzil Sianida
5	3	45.63	2.00	58.05	5.01
	5	26.68	11.99	3.72	12.81
	7	40.51	9.72	28.67	20.98



Gambar 4.19 Diagram Perbandingan % Konversi Benzil Klorida Reaksi SN-2



Gambar 4.20 Diagram Perbandingan % Yield Benzil Sianida Reaksi SN-2

Berdasarkan data hasil perbandingan penggunaan katalis [bmim]PF₆ dan [bmim]PF₆- silika gel, menunjukkan bahwa hasil persen yield dengan katalis [bmim]PF₆- silika gel lebih besar dibandingkan dengan persen yield dengan menggunakan katalis [bmim]PF₆ sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida dengan menggunakan katalis [bmim]PF₆- silika gel bersifat lebih selektif. Hal ini karena sifat katalis cairan ionik [bmim]PF₆ sangat reaktif sehingga dapat menghasilkan produk samping yang lebih banyak dibandingkan dengan cairan ionik [bmim]PF₆ yang diimpregnasi ke dalam silika gel.

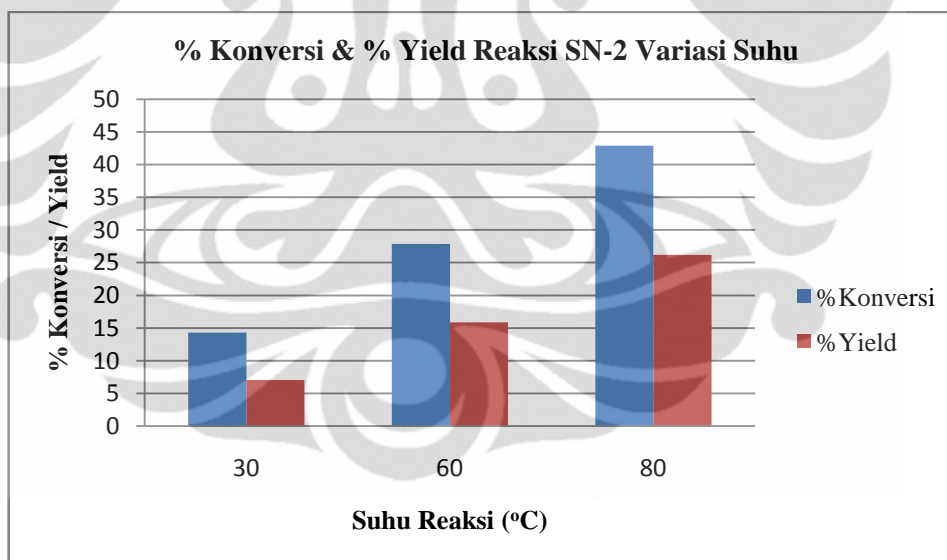
4.4.4 Reaksi Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida Variasi Suhu

Pada penelitian ini dilakukan juga reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida dengan variasi suhu reaksi untuk mengetahui pengaruh kenaikan suhu terhadap persen konversi dan persen yield hasil reaksi substitusi nukleofilik. Reaksi ini dilakukan dengan mencampurkan 0.5655 gram KCN, 0.5 mL, 3 mL aseton dan 3% (0.319 gram) katalis [bmim]PF₆- silika gel dengan variasi suhu 30°C, 60°C dan 80°C. Masing-masing reaksi distirer selama 3 jam dengan suhu 30°C tanpa refluks, sedangkan untuk suhu reaksi 60°C dan 80°C dipanaskan dalam refluks untuk menghindari penguapan dari zat yang

direaksikan, sehingga dengan adanya refluks maka zat yang dipanaskan dapat kembali lagi dan tidak ada yang hilang. Hasil reaksi ini kemudian dikarakterisasi dengan GC dan diperoleh data sebagai berikut:

Tabel 4.6 %Konversi dan %Yield Hasil Reaksi SN-2 Variasi Suhu

Suhu reaksi (°C)	%Konversi benzil klorida	%Yield benzil sianida
30	14.29	7.06
60	27.86	15.85
80	42.90	26.19



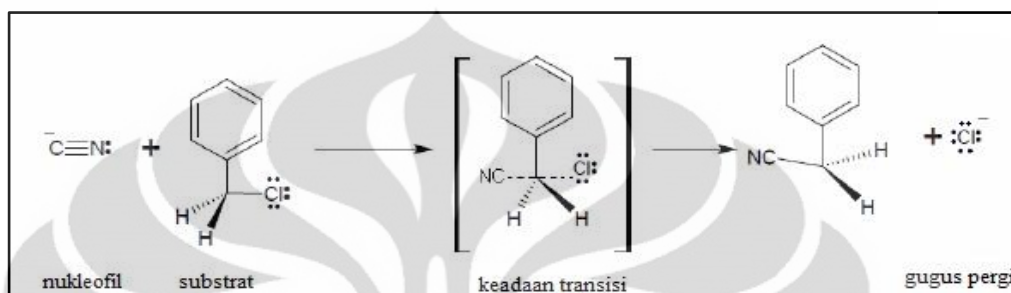
Gambar 4.21 Diagram % Konversi dan % Yield Hasil Reaksi SN-2 Variasi Suhu

Berdasarkan Tabel 4.6 dan Gambar 4.21 menunjukkan bahwa reaksi pada reaksi dengan suhu 80 °C diperoleh konversi yang cukup besar yaitu 42.90%. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan suhu dapat meningkatkan laju reaksi, sehingga dapat memperbesar energi kinetik molekul yang menyebabkan tumbukan antar molekul semakin efektif dan laju pembentukan produk semakin cepat.

4.5 Mekanisme Reaksi Sintesis Benzil Sianida

4.5.1 Reaksi Substitusi Nukleofilik

Reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida terjadi secara mekanisme SN-2 melalui satu tahap reaksi yaitu tahap transisi (*transition state*).



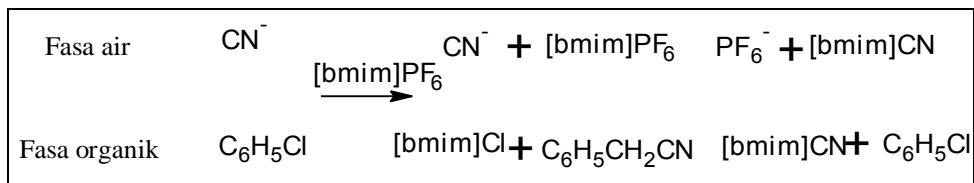
[Sumber: bei.ung.ac.id/kompetisi%20Ajar/web/.../MODUL%20VI.doc]

Gambar 4.22 Mekanisme Reaksi Substitusi Nukleofilik

Pada tahap reaksi ini, ion CN^- berperan sebagai nukleofil yang akan menyerang atom karbon pada atom karbon benzil klorida yang mengikat langsung Cl (C-Cl) dari arah belakang karena besarnya gugus aromatik yang terikat pada C-Cl. Sedangkan Cl^- berperan sebagai gugus pergi (*leaving groups*) yang akan terlepas dengan membawa pasangan elektronnya dan CN^- akan memberikan pasangan elektronnya kepada atom karbon untuk berikatan sebagai pengganti pasangan elektron yang dibawa oleh ion Cl^- .

4.5.2 Katalis Cairan Ionik Sebagai Katalis Transfer Fasa

Salah satu keunggulan dari sifat cairan ionik adalah dapat digunakan sebagian katalis transfer fasa yang berfungsi menjembatani antara fasa anorganik dari Kalium sianida dan fasa organik dari benzil klorida. Cairan ionik [bmim]PF₆ terdiri dari kation 1-butyl-3-methylimidazolium yang bersifat non polar dan anion PF₆⁻ yang bersifat hidrofobik. Berikut mekanisme reaksi katalis transfer fasa pada reaksi nukleofilik antara benzil klorida dan kalium sianida:

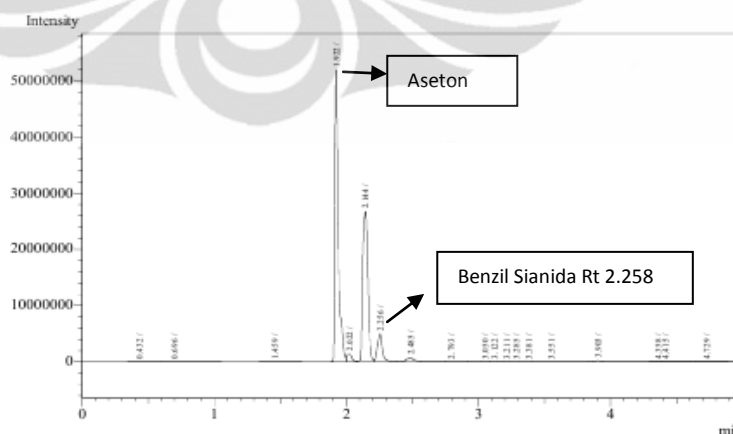


Gambar 4.23 Bagan Mekanisme Reaksi Katalis Transfer Fasa

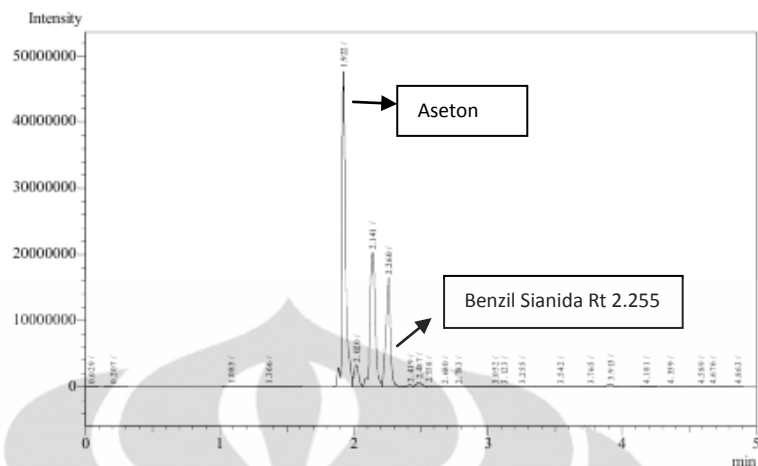
$[\text{bmim}]\text{PF}_6$ bereaksi dengan nukleofil CN^- sehingga membentuk $[\text{bmim}]\text{CN}$ dan membawanya ke fasa organik yang akan berikatan dengan benzil klorida menjadi $[\text{bmim}]\text{Cl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CN}$ sehingga terbentuk benzil sianida. Katalis $[\text{bmim}]\text{Cl}$ kembali lagi ke fasa air untuk berikatan dengan nukleofilik CN^- hingga nukleofil CN^- habis bereaksi. Reaksi ini berlangsung dengan hasil akhir benzil sianida dan katalis $[\text{bmim}]\text{PF}_6$ dapat diperoleh kembali.

4.6 Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida

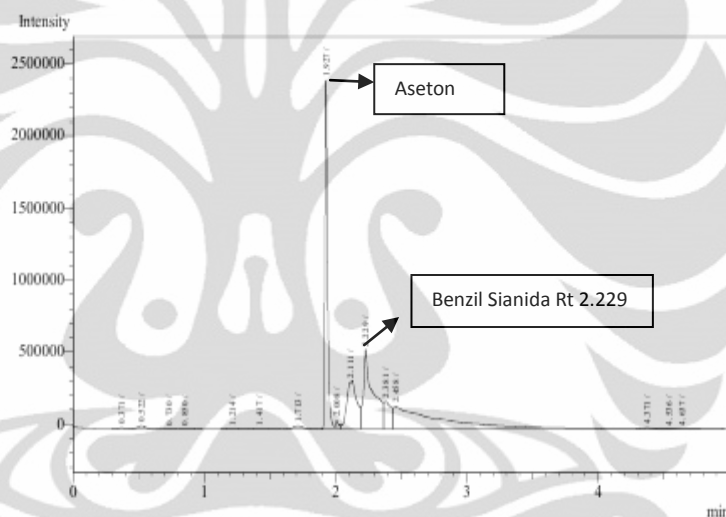
Pada reaksi ini, benzil sianida yang diperoleh dari hasil reaksi substitusi nukleofilik antara benzil klorida dengan kalium sianida menggunakan katalis $[\text{bmim}]\text{PF}_6$ -silika gel dipisahkan terlebih dahulu dari katalisnya yang berbentuk padatan. Hasil pemisahan ini, dilanjutkan dengan reaksi hidrolisis benzil sianida dengan penambahan asam klorida dan di refluks pada suhu 30°C , 40°C dan 80°C kemudian dilakukan karakterisasi dengan GC dan GC-MS. Berikut hasil karakterisasi GC pada hidrolisis 3% $[\text{bmim}]\text{PF}_6$ -silika gel pada suhu 30°C , 40°C dan 80°C :



Gambar 4.24 Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 30°C



Gambar 4.25 Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 40°C



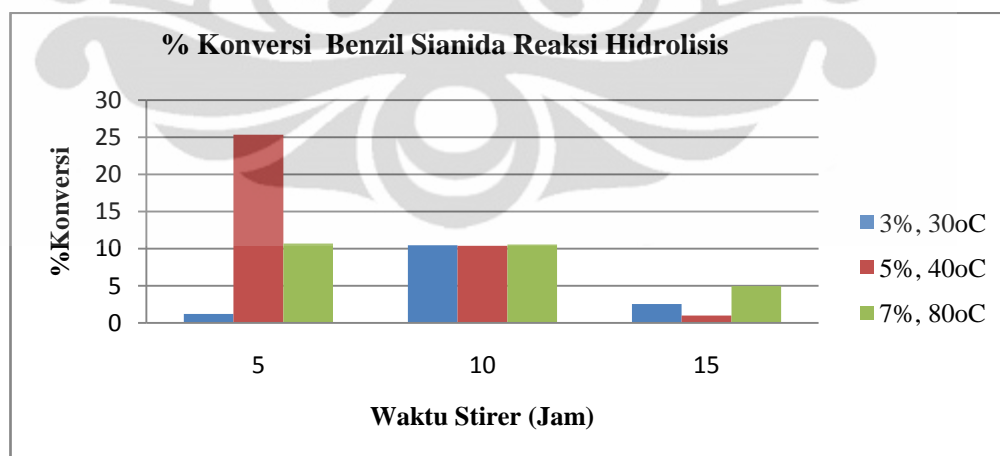
Gambar 4.26 Kurva GC Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida Suhu 80°C

Pada hasil karakterisasi GC yang ditunjukkan gambar 4.24, 4.25 dan 4.26 dihasilkan peak yang cukup banyak, sehingga sulit untuk menentukan peak produk yang diinginkan tanpa adanya standar asam fenil asetat. Hasil ketiga karakterisasi ini menunjukkan bahwa peak aseton yang terbaca cukup tinggi yaitu pada waktu retensi sekitar 1.9 menit. Hal ini menunjukkan bahwa dalam sampel masih terdapat aseton yang merupakan sisa pelarut dari reaksi substitusi nukleofilik. Adanya aseton ini, karena tidak dilakukannya pemisahan antara benzil sianida hasil sintesis dengan aseton dan reaktan lainnya. Pemisahan ini sulit dilakukan karena volume sampel yang diperoleh sangat sedikit dan apabila dilakukan pemisahan, maka volume sampel menjadi berkurang atau habis karena proses penguapan. Selain aseton, terdapat pula peak benzil sianida pada waktu

retensi sekitar 2,2 menit sehingga dapat dihitung persen konversi dari benzil sianida setelah dilakukan reaksi hidrolisis.

Tabel 4.7 % Konversi Benzil Sianida Hasil Reaksi Hidrolisis

Berat katalis (%)	Suhu hidrolisis (°C)	Waktu <i>stirer</i> (jam)	Area benzil sianida	% Konversi benzil sianida
3	30	5	970209	1.19
		10	20612853	25.33
		15	8721386	10.71
5	40	5	8519416	10.47
		10	8470594	10.4
		15	8584742	10.55
7	80	5	1134214	2.53
		10	438711	0.97
		15	2222971	4.96



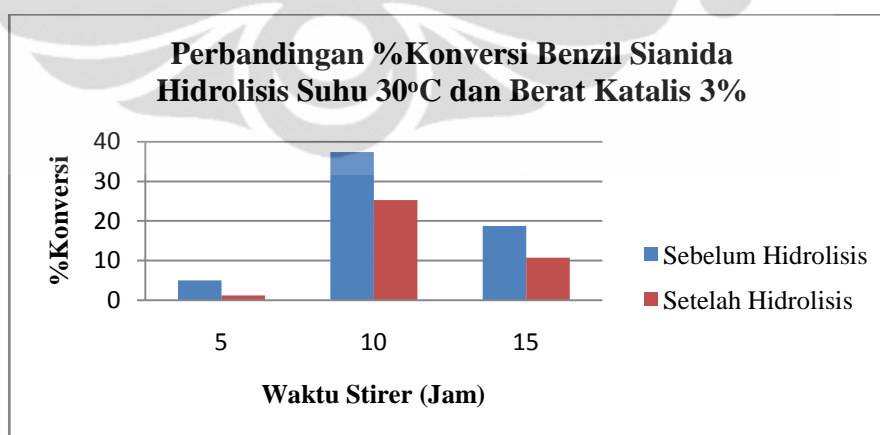
Gambar 4.27 Diagram % Konversi Benzil Sianida Hasil Reaksi Hidrolisis

Hasil persen benzil sianida ini menunjukkan bahwa reaksi hidrolisis yang dilakukan, tidak mengkonversi semua benzil sianida menjadi produk yang diharapkan yaitu asam fenil asetat. Benzil sianida yang terdapat dalam hasil

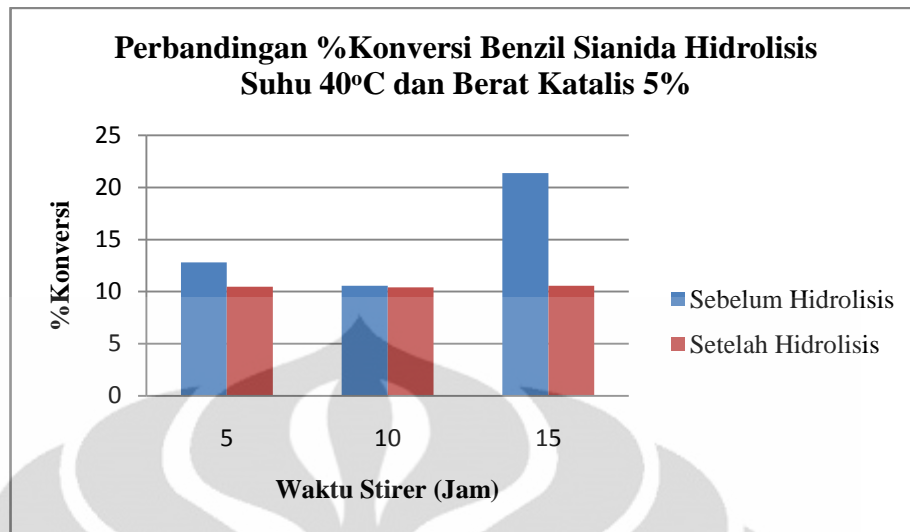
reaksi hidrolisis dapat dibandingkan dengan persen yield benzil sianida sebelum dilakukan reaksi hidrolisis, sehingga dapat diketahui adanya konversi sebagian dari benzil sianida membentuk suatu produk.

Tabel 4.8 Perbandingan % Konversi Benzil Sianida

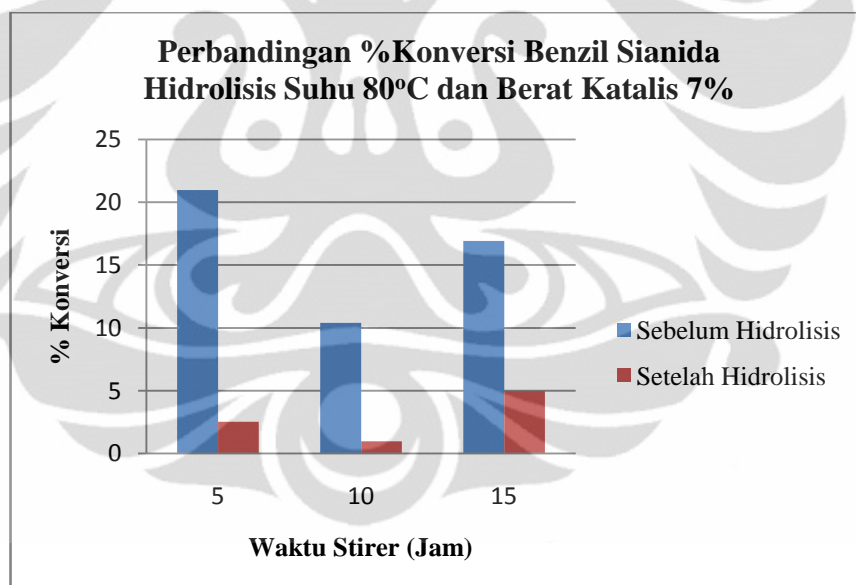
Berat katalis	Suhu hidrolisis (°C)	Waktu <i>stirer</i> (jam)	%Konversi Benzil Sianida	
			Sebelum Hidrolisis	Setelah Hidrolisis
3%	30°	5	5.01	1.19
		10	37.44	25.33
		15	18.76	10.71
5%	40°	5	12.81	10.47
		10	10.58	10.4
		15	21.39	10.55
7%	80°	5	20.98	2.53
		10	10.41	0.97
		15	16.91	4.96



Gambar 4.28 Diagram Perbandingan % Konversi Benzil Sianida Hidrolisis Suhu 30°C dan Berat Katalis 3%



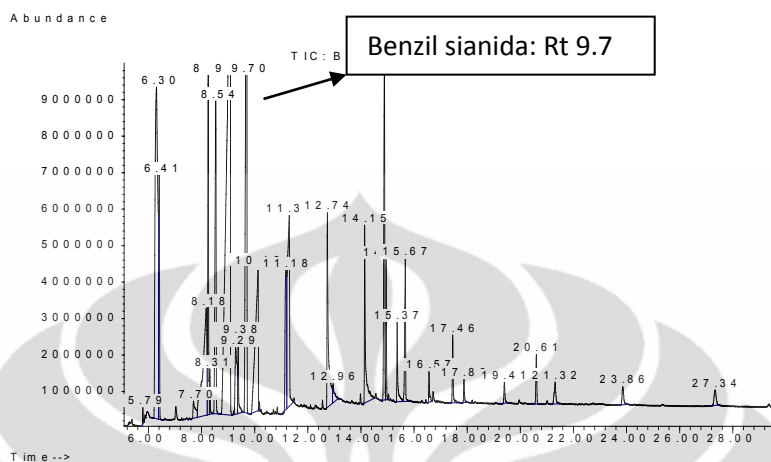
Gambar 4.29 Diagram Perbandingan % Konversi Benzil Sianida Hidrolisis Suhu 40°C dan Berat Katalis 5%



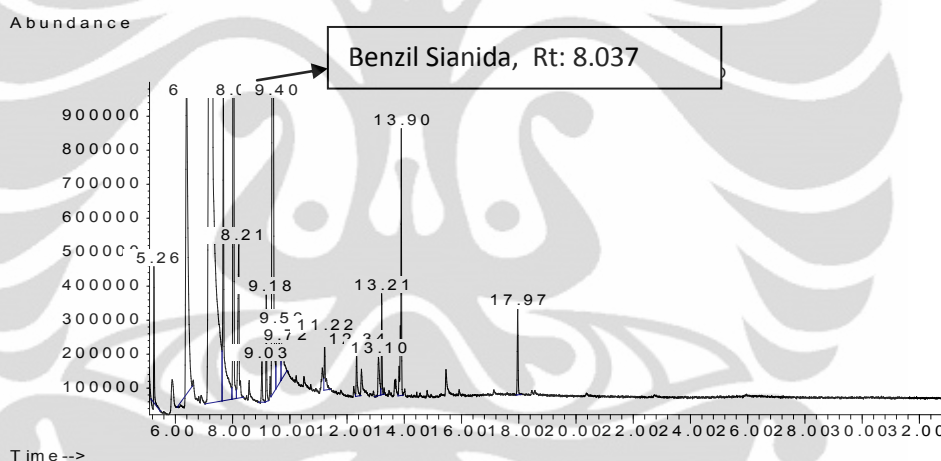
Gambar 4.30 Diagram Perbandingan % Konversi Benzil Sianida Hidrolisis Suhu 80°C dan Berat Katalis 7%

Tabel 4.9 dan Gambar 4.30 menunjukkan adanya penurunan persen konversi dari benzil sianida membentuk suatu produk sehingga untuk mengetahui produk yang terbentuk dari reaksi substitusi nukleofilik, maka

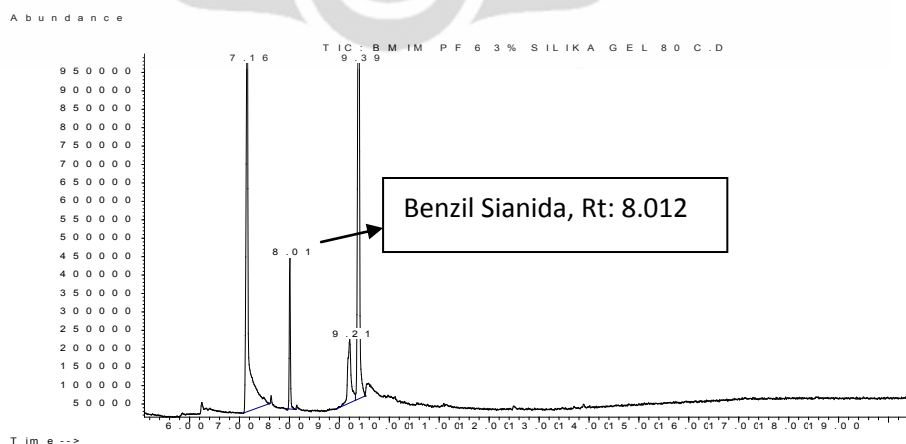
dilakukan karakterisasi lebih lanjut dengan GC-MS. Berikut hasil karakterisasi GC-MS dari reaksi hidrolisis pada suhu 30°C, 40°C dan 80°C:



Gambar 4.31 Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 30°C

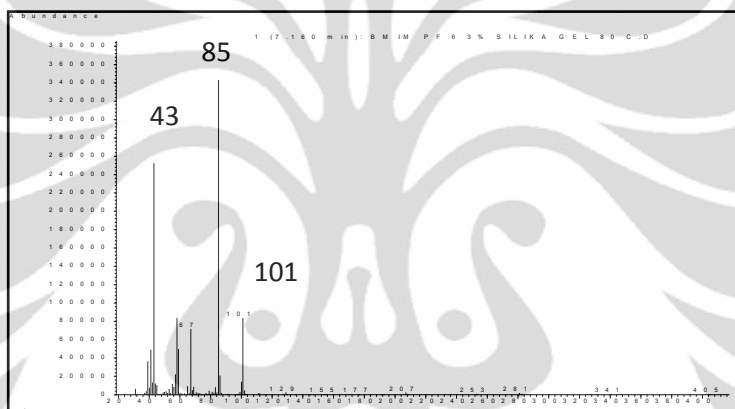


Gambar 4.32 Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 40°C

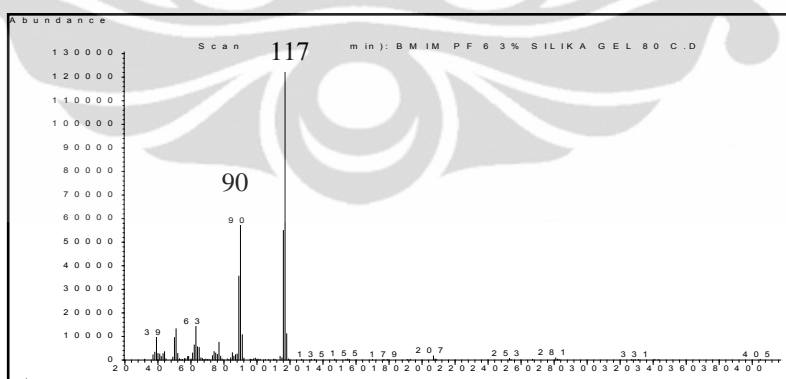


Gambar 4.33 Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida 80°C

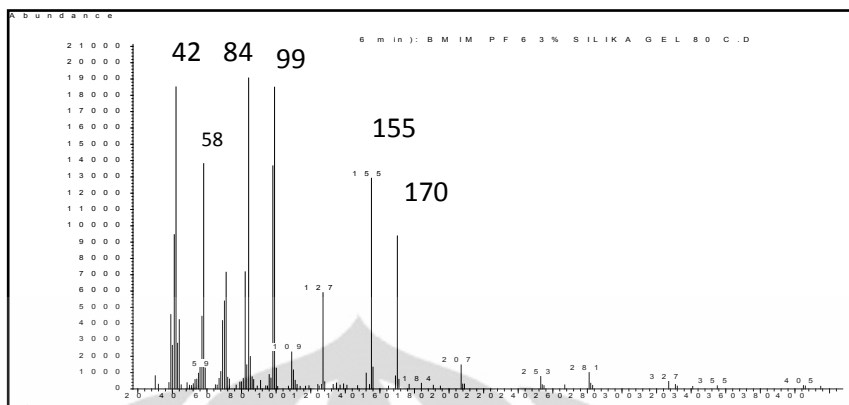
Pada hasil karakterisasi GC-MS yang ditunjukkan gambar 4.15, 4.16 dan 4.17 dihasilkan peak yang cukup banyak. Pada masing-masing kurva menunjukkan adanya benzil sianida pada waktu retensi 9.70 menit (30 °C), 8.037 menit (40 °C), 8.012 menit (80 °C) dan tidak menunjukkan adanya produk asam fenil asetat yang diharapkan. Hal ini mungkin dikarenakan banyaknya faktor yang belum mendukung terjadinya reaksi hidrolisis yang meliputi kondisi reaktan, suhu reaksi, konsentrasi katalis, dan lain-lain. Pemisahan antara benzil sianida hasil reaksi dan aseton atau reaktan lainnya, hendaknya perlu dilakukan sehingga reaksi yang terjadi dapat bersifat lebih selektif. Berikut fragmentasi MS dari reaksi hidrolisis suhu 80°C:



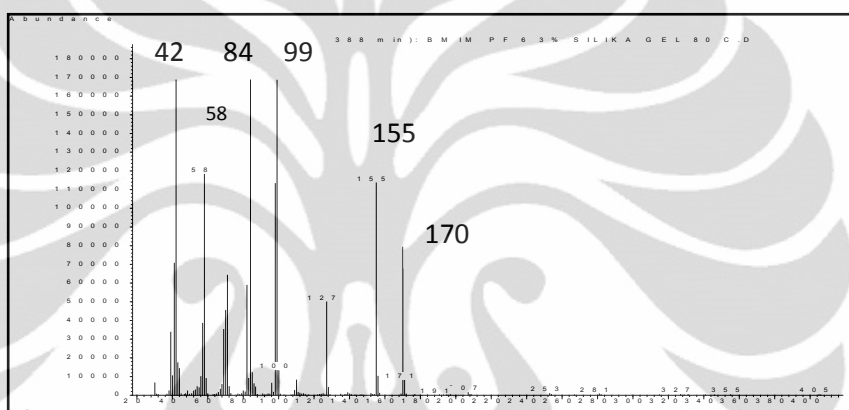
Gambar 4.34 Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 7.16



Gambar 4.35 Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 8.01



Gambar 4.36 Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 9.21

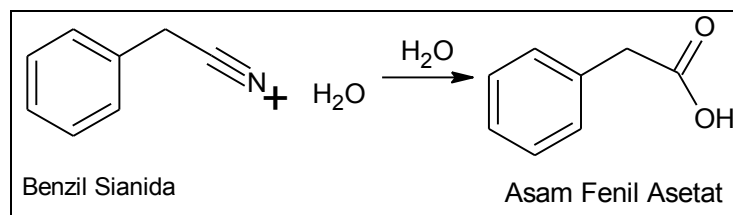


Gambar 4.37 Fragmentasi Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C pada Rt: 9.39

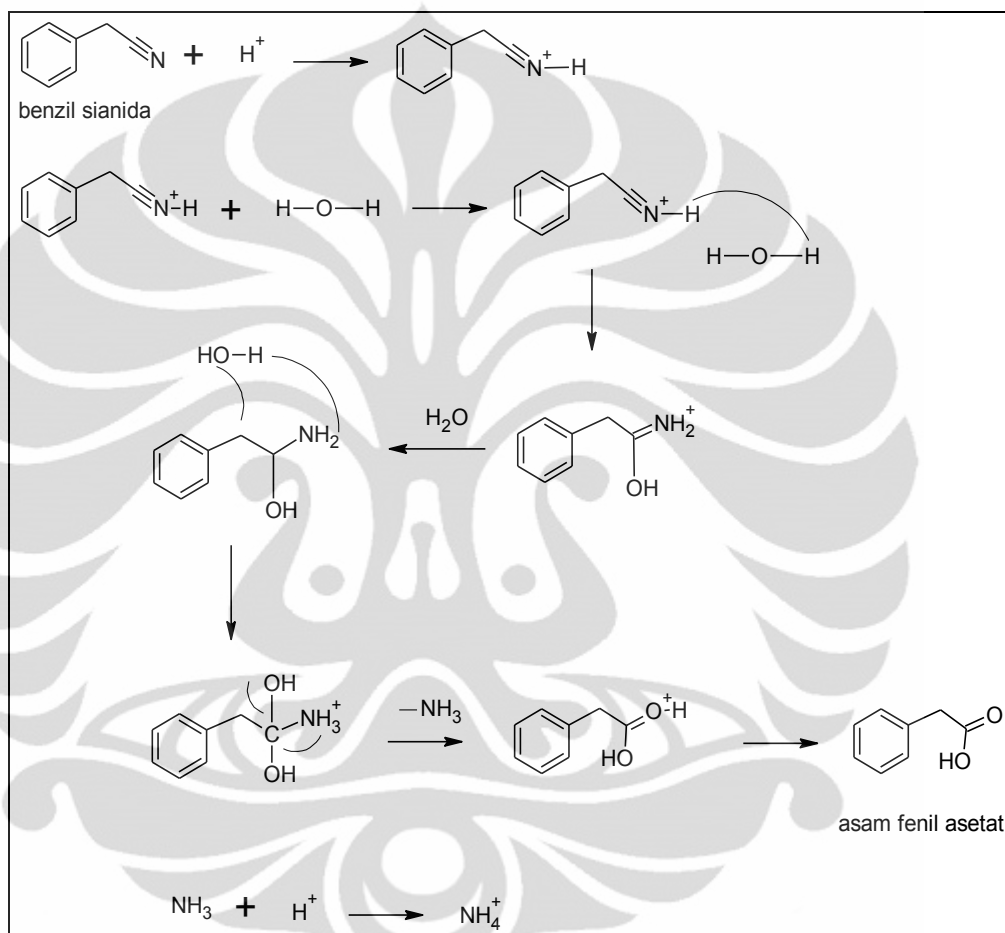
Hasil fragmentasi reaksi hidrolisis pada suhu 80°C menunjukkan bahwa fragmen-fragmen yang terbentuk, tidak menunjukkan fragmen produk asam fenil asetat yang diharapkan dari reaksi hidrolisis. Asam fenil asetat memiliki nilai m/z sebesar 136.5 gr/mol dan dari fragmen yang ditunjukkan pada Gambar 4.34, 4.35, 4.36 dan 4.37 tidak terdapat fragmen yang sesuai dengan nilai m/z dari asam fenil asetat. Nilai m/z yang terbaca pada grafik MS, menunjukkan produk yang terbentuk dari reaksi hidrolisis ini cukup banyak (lampiran 8 hal 75).

4.6.1 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida

Pada penelitian ini, dilakukan reaksi hidrolisis benzil sianida dalam suasana asam dengan mekanisme reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.38 Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida



Gambar 4.39 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Benzil Sianida

Pada hidrolisis benzil sianida dengan asam, nitrogen basa lemah diprotonkan dan air menyerang atom karbon yang elektropositif. Reaksi berlangsung lewat amida yang terhidrolisis lebih lanjut menjadi asam fenil asetat dan ion ammonium.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian antara lain:

1. Impregnasi cairan ionik kedalam silika gel dapat membentuk katalis heterogen [bmim]PF₆ – silika gel
2. Katalis [bmim]PF₆ – silika gel dapat digunakan dalam reaksi SN-2 antara benzil klorida dengan kalium sianida menghasilkan benzil sianida sebagai produk reaksi
3. Kondisi optimum sintesis benzil sianida tercapai pada waktu 10 jam dengan berat katalis 3% dari total berat reaktan
4. Hidrolisis benzil sianida menunjukkan penurunan persen konversi sebelum dan sesudah hidrolisis, tetapi tidak menunjukkan terbentuknya produk yang diharapkan asam fenil asetat

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya:

1. Adanya standar benzil sianida sehingga dapat dipastikan bahwa hasil dari karakterisasi GC adalah benzil sianida
2. Perlu adanya metode yang lebih tepat untuk melakukan reaksi hidrolisis benzil sianida sehingga dapat menghasilkan asam fenil asetat
3. Dilakukan reaksi hidrolisis benzil sianida suasana basa sehingga dapat dibandingkan hasil antara reaksi hidrolisis asam dan hidrolisis basa dari benzil sianida
4. Perlu adanya pemisahan benzil sianida dengan reaktan atau produk lainnya sehingga reaksi lebih bersifat selektif

DAFTAR PUSTAKA

- Charlie Van Doorslaer, a Joos Wahlen, a Pascal Mertens, a Koen Binnemans b and Dirk De Vos* a. 2010. *Immobilization of Molecular Catalysts in Supported Ionic Liquid Phases*. The Royal Society of Chemistry, Dalton Trans., 2010, 39, 8377–8390
- Earle, Martyn. J. & Kenneth R. Seddon. *Ionic Liquids Green Solvents for The Future*. Pure and Applied Chemistry 72. 1391-1398
- F. brenneke , joan., Edward j. Magim. *Ionic liquids: Innovative Fluids for Chemical Processing*. AIChE Journal 2001., 47, 11
- Fessenden, R.J & J.S. Fessenden. 1992. *Kimia Organik Jilid 2*. Terj. Dari Organic Chemistry, oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga
- Francisca, Yenny. 2011. *Reaksi Katalitik Substitusi Nukleofilik Benzil Klorida dengan Kalium Sianida Menggunakan Katalis [BMIM]Cl-Silika Gel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Gates, B. C. 1979. *Chemistry and Catalytic Process*. New York: Mc Graw Hill.
- Greenwood, N. N., Earnshaw, A. 1989. *Chemistry of The Elements*. Oxford: Pergamon Press
- <http://www.cee.vt.edu/ewr/environmental/teach/smprimer/gc/gc.html> di unduh 31 Oktober 2011 pukul 13.18
- http://www.chem-is-try.org/materi_kimia/kimia_fisika1/katalis1/tipe_tipe_katalis/ diunduh 19 Oktober pukul 16.43
- <http://www.herbalanalysis.co.uk/Adsorption.html> di unduh 4 Oktober 2011 pukul 11.41
- <http://www.nuance.northwestern.edu/KeckII/Instruments/FT-IR/index.html> diunduh 15 Desember 2011 pukul 11.11

<http://www.scribd.com/doc/46314767/GC-MS> di unduh 17 Oktober 2011 pukul

13.30

Ionic liquids, [http:// www. Ngimat.com/pdfs/ionic_Liquids.pdf](http://www.Ngimat.com/pdfs/ionic_Liquids.pdf)

Jannah, Raodatul. 2008. *Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Pagar Dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$* . Depok: Universitas Indonesia)

Jyri-Pekka Mikkola, Pasi Virtanen, Hanun Karhu, Tapio Salmi and Dmitry Yu. Murzin. 2005. *Supported Ionic Liquids Catalyst for Finr Chemicals : Citral Hydrogenation*. First published as an Advance article

K. C. Westaway*, ‡. 1995. *Using Incoming Group $^{11}C/^{14}C$ Kinetic Isotope Effects To Model the Transition States for the SN_2 Reactions between Para-Substituted Benzyl Chlorides and Labeled Cyanide Ion*. the Department of Organic Chemistry, Institute of Chemistry, Uppsala University, P.O. Box 531, S-751 21, Uppsala, Sweden, and the Department of Chemistry and Biochemistry, Laurentian University, Sudbury, Ontario, Canada P3E 2C6

McMurry, John. 2008. *Organic Chemistry, Seventh Edition*. United State of America: Brooks/Cole, a Division of Thomson Learning

Mohammad Niyaz Khan. 2007. *Micellar Catalysis*. University of Malaysia, kuala Lumpur. Taylor and Francis Group

O. Matsson. 2007. *Electrochemical Applications of Room-Temperature Ionic Liquids*. The Electrochemical Society Interface • Spring 2007

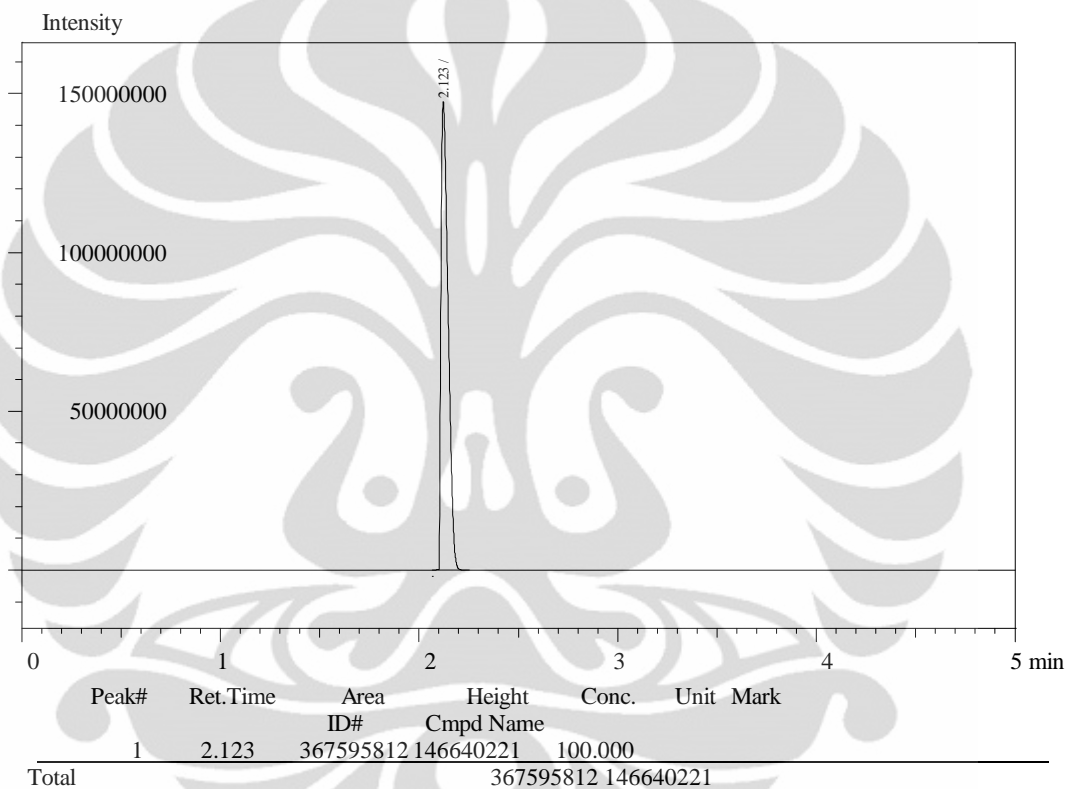
Sheldon, Roger. 2001. *Catalytic Reactions in Ionic Liquid*. Laboratory of Organic chemistry and catalysis, Delft University of Technology, Julianalaan 136, Delft BL-2628, The Netherlands. The Royal Society of Chemistry. Chem. Commun., 2001, 2399-2407

Universitas Indonesia

- Spektrometri Infra Merah. <http://chem-is try.org/artikel/spektrofotometri inframerah>
- Sunardi. 2008. *Diktat Kuliah Cara-Cara Pemisahan*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Takuya Hashimoto dan Keiji Maruoka. 2007. *The Basic Principle of Phase Transfer Catalyst and Some Mechanistic Aspect*. Weinhem: WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA Tetsuya Tsuda and Charles L. Hussey. 2007.
- Trywulan Dewi, Lusi. 2009. *Studi Pendahuluan Sintesis Metil Ester dari Minyak Kelapa Sawit Komersial menggunakan Katalis Zeolit Alam (Asam) dan Cairan Ionik*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Welton, Tom. 2004. *Ionic Liquids in Catalysis*. Departement of Chemistry, Imperial College of Science, Technology and Medicine, South Kensington, London SW72Y, UK
- Wheler, Christy dkk. 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.
- Wibowo, Widayanti. 2004. *Hand Out Kuliah Selekt Kimia Fisik IV: Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Yogesh R. Jorapur dan Dae Yoon Chi. 2005. *Ionic Liquids: An Enviromentally Friendly Media for Nucleophilic Substution Reactions*. Departement of Chemistry: Inha University, Inchon 402-751

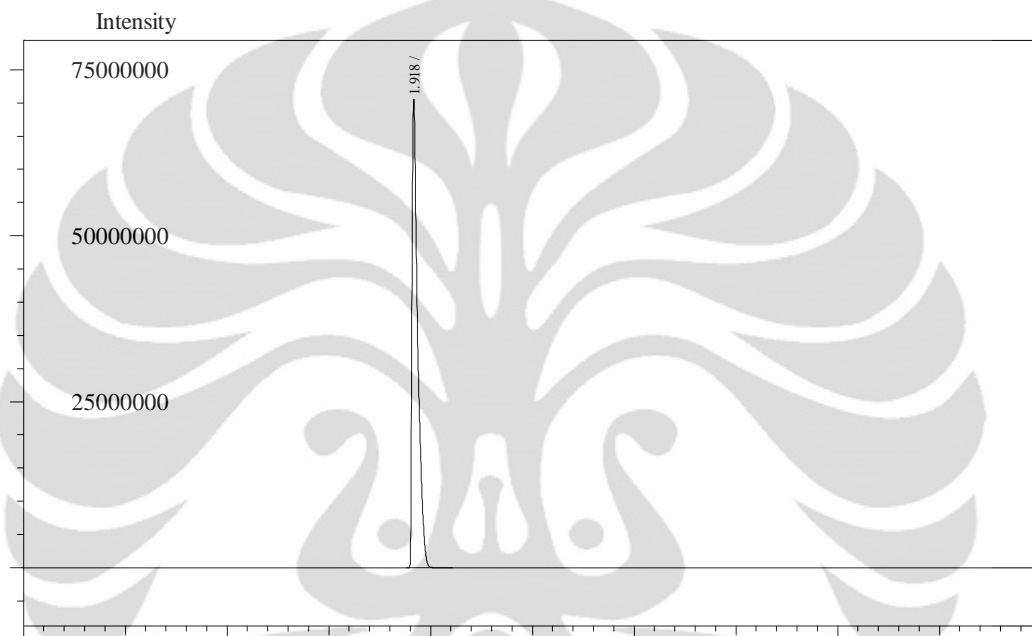
Lampiran 1 : Kurva GC Benzil Klorida Murni

Analysis Date & Time : 10/14/2011 10:51:51
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil klorida
 Sample ID : benzil klorida
 Sample Type : Unknown
 Injection :
 Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\14nov11\benzil klorida.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\agustus\RANI\metoda.gcm



Lampiran 2 : Kurva GC Aseton Murni

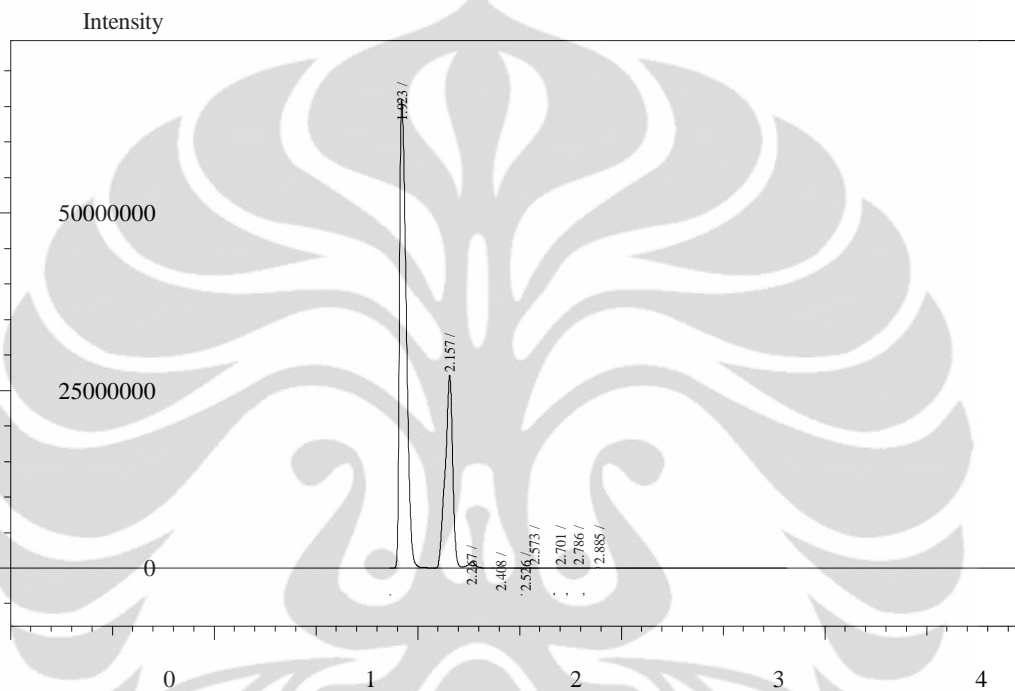
Analysis Date & Time : 10/14/2011 10:51:51
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : aseton baru
 Sample ID : aseton baru
 Sample Type : Unknown Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\14nov11\aseton baru.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\agustus\RANI\metoda.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.918	138081603	69272084	100.000				
Total		138081603	69272084					

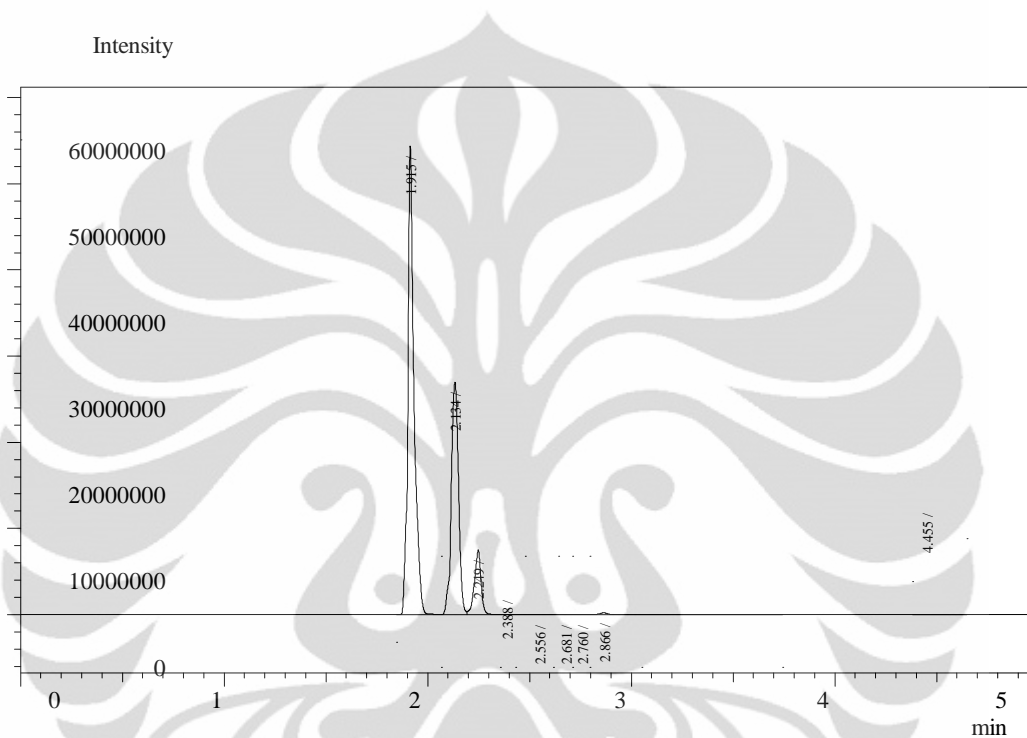
Lampiran 3: Kurva GC Reaksi SN 3%[bmim]PF₆-Silika Gel

Analysis Date & Time : 10/14/2011 11:00:03
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida 3%PF6, 5 jam, suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida 3%PF6, 5 jam, su
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\hasil\agustus\RANI\benzil sianida 3%PF6, 5 jam, suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\agustus\RANI\metoda.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.923	150849311	65476892	0.000				
2	2.157	69713977	26819599	0.000		V		
3	2.267	2247004	892302	0.000		V		
4	2.408	58583	14642	0.000		V		
5	2.526	6892	2634	0.000		V		
6	2.573	11318	2628	0.000		V		
7	2.701	4332	1297	0.000		V		
8	2.786	7704	1820	0.000		V		
9	2.885	160441	48653	0.000		SV		
Total		22305956	293260467					

Analysis Date & Time : 10/14/2011 11:06:32
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida 3%PF6, 10 jam, suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida 3%PF6, 10 jam, s
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\hasil\agustus\RANI\benzil sianida 3%PF6, 10 jam, suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\agustus\RANI\metoda.gcm

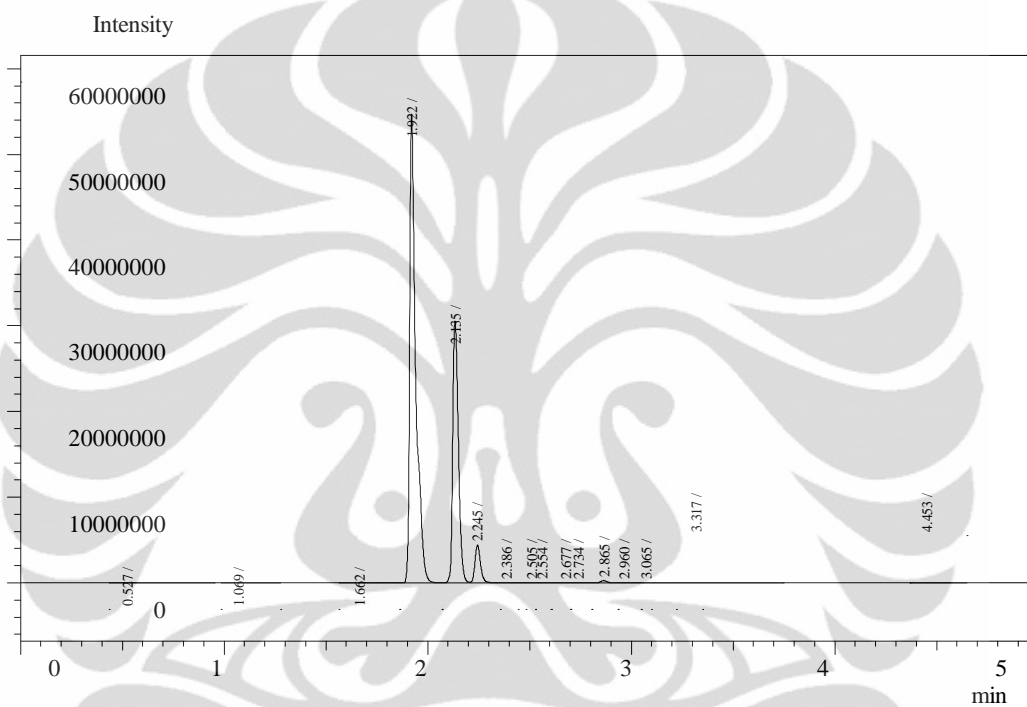


Peak# ID#	Ret.Time Cmpd Name	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
1	1.915	114359221	53241226	0.000		
2	2.134	66666066	26773153	0.000		V
3	2.249	16790293	7425359	0.000		SV
4	2.388	17398	8827	0.000		T
5	2.556	24902	10657	0.000		T
6	2.681	1717	751	0.000		T
7	2.760	8222	2754	0.000		TV
8	2.866	525474	217114	0.000		TV
9	4.455	2394	641	0.000		

Total 1983956 8787680482

Analysis Date & Time : 10/14/2011 11:12:17
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida 3%PF6, 15 jam, suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida 3%PF6, 15 jam, s
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\LAB~1.AFI\hasil\agustus\RANI\benzil sianida 3%PF6, 15 jam, suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\agustus\RANI\metoda.gcm



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
		ID#	Cmpd Name			
1	0.527	17151	3134	0.000		
2	1.069	1849	232	0.000		
3	1.662	6532	616	0.000		
4	1.922	113113413	54282254	0.000		V
5	2.135	59282523	30292861	0.000		V
6	2.245	8414804	4294656	0.000		SV
7	2.386	34475	18294	0.000		T
8	2.505	2738	1621	0.000		T
9	2.554	12975	7131	0.000		TV
10	2.677	1955	604	0.000		T
11	2.734	20399	6631	0.000		TV
12	2.865	506782	259934	0.000		TV
13	2.960	22884	8522	0.000		TV
14	3.065	1218	543	0.000		TV
15	3.317	1275	325	0.000		T
16	4.453	2100	520	0.000		V

Total 181443073 8917787

Lampiran 4 : Kurva GC Reaksi SN 5%[bmim]PF₆-Silika Gel

Analysis Date & Time

11/12/2011 15:39:11

User Name : Admin

Vial# : 1

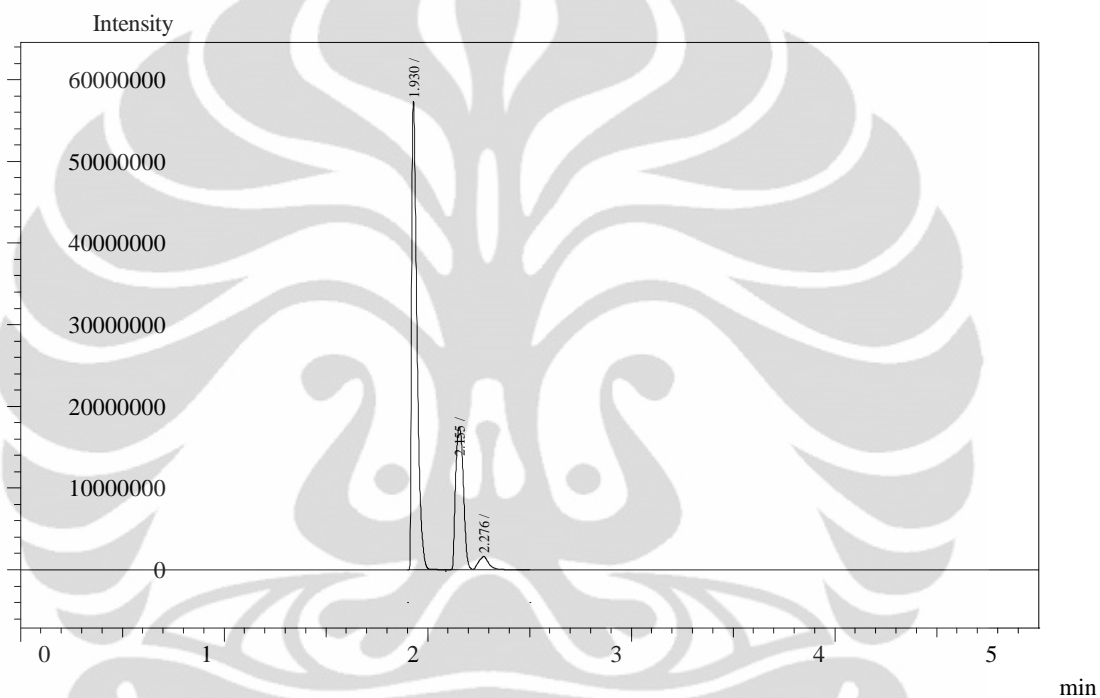
Sample Name : pf6-silgel5%,5jam

Sample ID : pf6-silgel5%,5jam

Sample Type : Unknown Injection Volume : ISTD Amount :

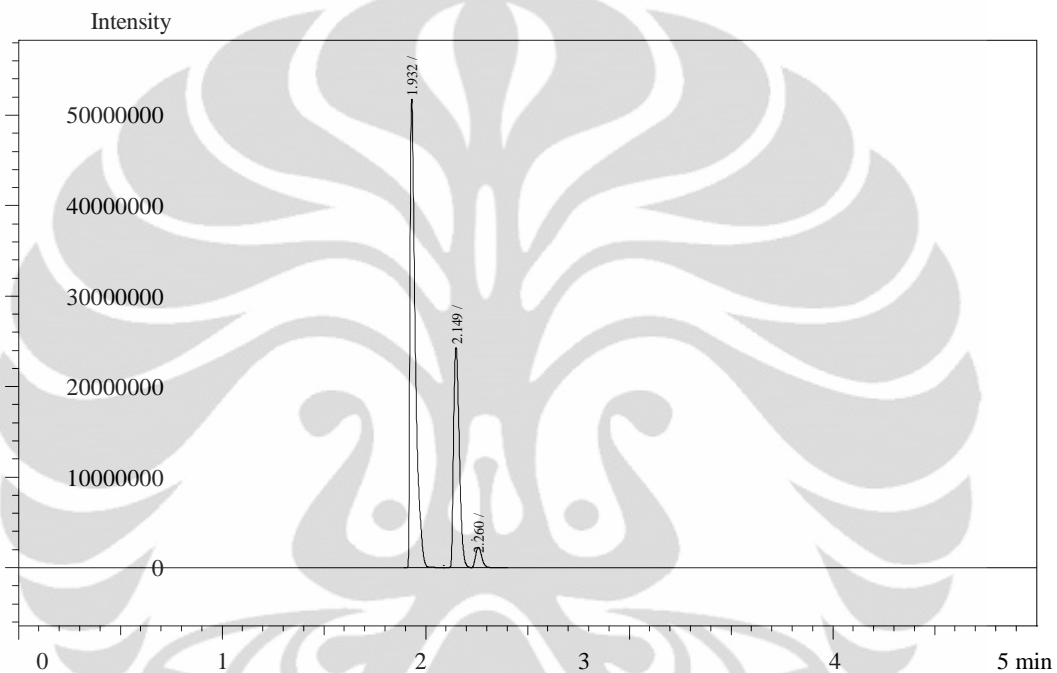
Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\RANI\pf6-silgel5%,5jam.gcd

Method Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\Pak Bagus\bagus.gcm



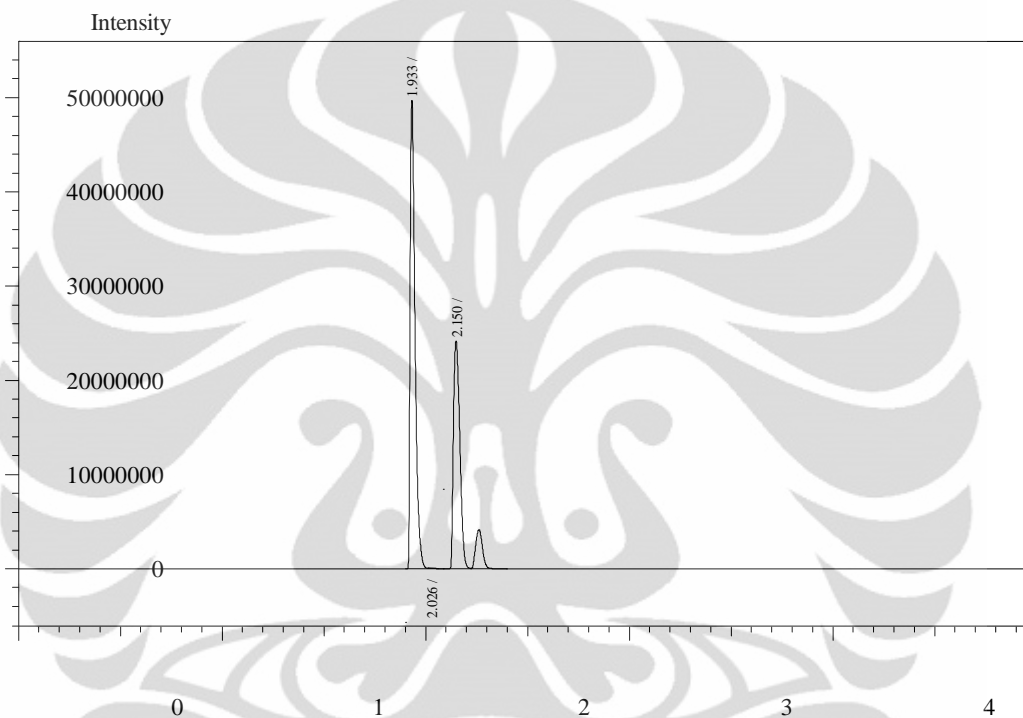
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.930	104998392	56965025	0.000				
2	2.155	46431884	17446846	0.000		V		
3	2.276	5743246	1630700	0.000		V		
Total		157173522	76042571					

Analysis Date & Time : 11/11/2011 18:42:16
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida5%bmimpf6-silgel, 10 jam,suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida5%bmimpf6-silgel,
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI-1\RANI\11-11-11\benzil sianida5%bmimpf6-silgel, 10
 jam,suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\cooling.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.932	93401053	50894940	0.000				
2	2.149	47871999	24223757	0.000		V		
3	2.260	4741966	2232496	0.000		V		
Total		146015018	77351193					

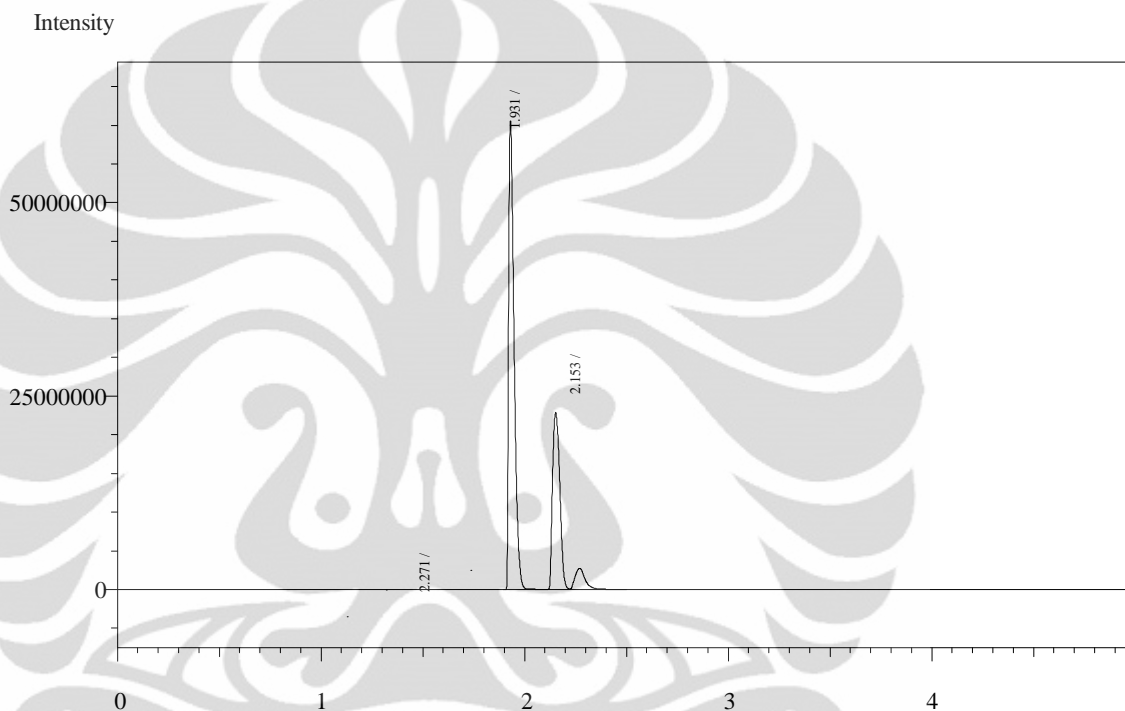
Analysis Date & Time : 11/12/2011 11:45:47
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : pf6-silgel5%, 15jam
 Sample ID : pf6-silgel5%, 15jam
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\pf6-silgel 5%,15jam.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\Pak Bagus\bagus.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.933	83298185	48315810	0.000		S		
2	2.026	47091	30892	0.000		T		
3	2.150	53063062	24086461	0.000		V		
4	2.262	9590541	4153971	0.000		V		
Total		145998879	76587134					

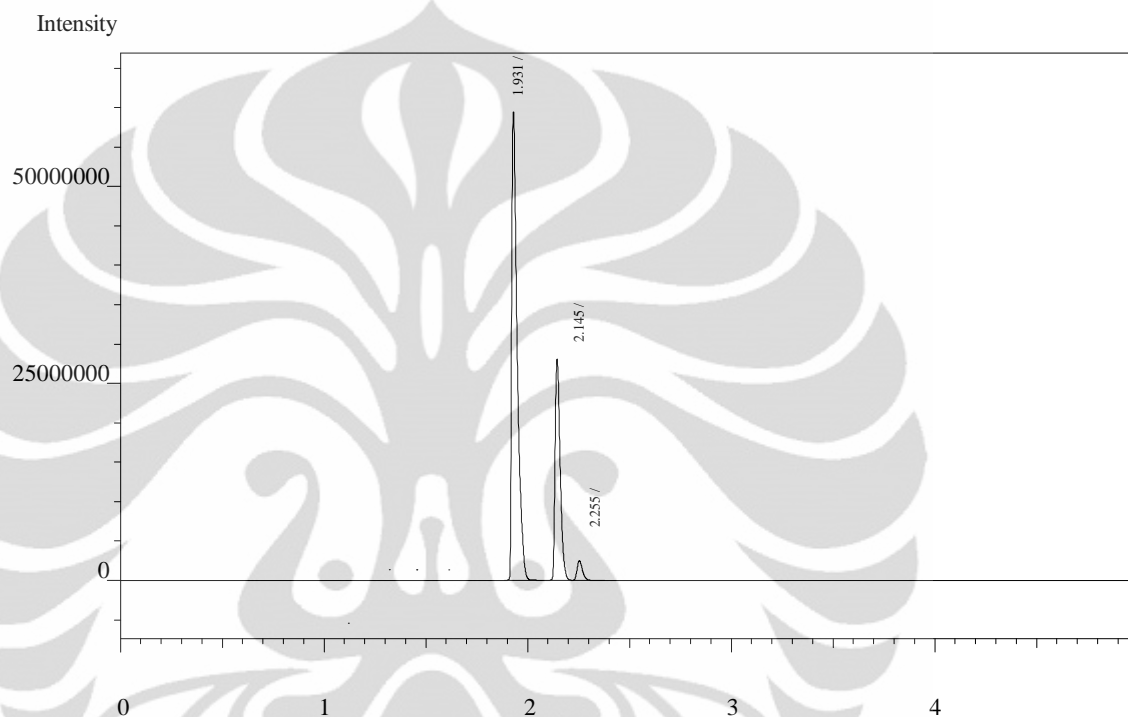
Lampiran 5: Kurva GC Reaksi SN 7%[bmim]PF6-Silika Gel

Analysis Date & Time : 11/12/2011 11:45:47
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : pf6-silgel7%,5jam
 Sample ID : pf6-silgel7%,5jam
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\RANI\pf6-silgel7%,5jam.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\Pak Bagus\bagus.gcm



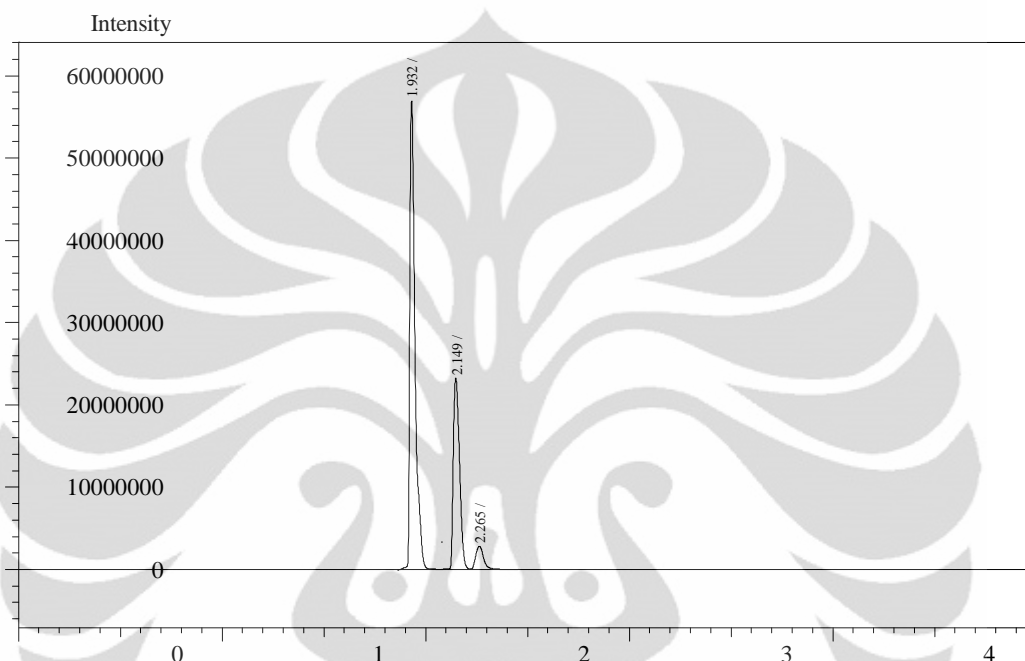
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.931	113389858	60097755	0.000				
2	2.153	57121136	22725464	0.000		V		
3	2.271	9405621	2732014	0.000		V		
Total		1799166158	5555233					

Analysis Date & Time : 11/11/2011 18:48:54
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida7%bmimpf6-silgel, 10 jam,suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida7%bmimpf6-silgel,
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\benzil sianida7%bmimpf6-silgel, 10 jam,suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\cooling.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.931	112298923	59006863	0.000				
2	2.145	49217344	27912566	0.000		V		
3	2.255	4669209	2481733	0.000		V		
Total		166185476	89401162					

Analysis Date & Time : 11/11/2011 18:57:17
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : benzil sianida7%bmimpf6-silgel, 15jam,suhu ruang
 Sample ID : benzil sianida7%bmimpf6-silgel,
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\benzil sianida7%bmimpf6-silgel, 15jam,suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\cooling.gcm

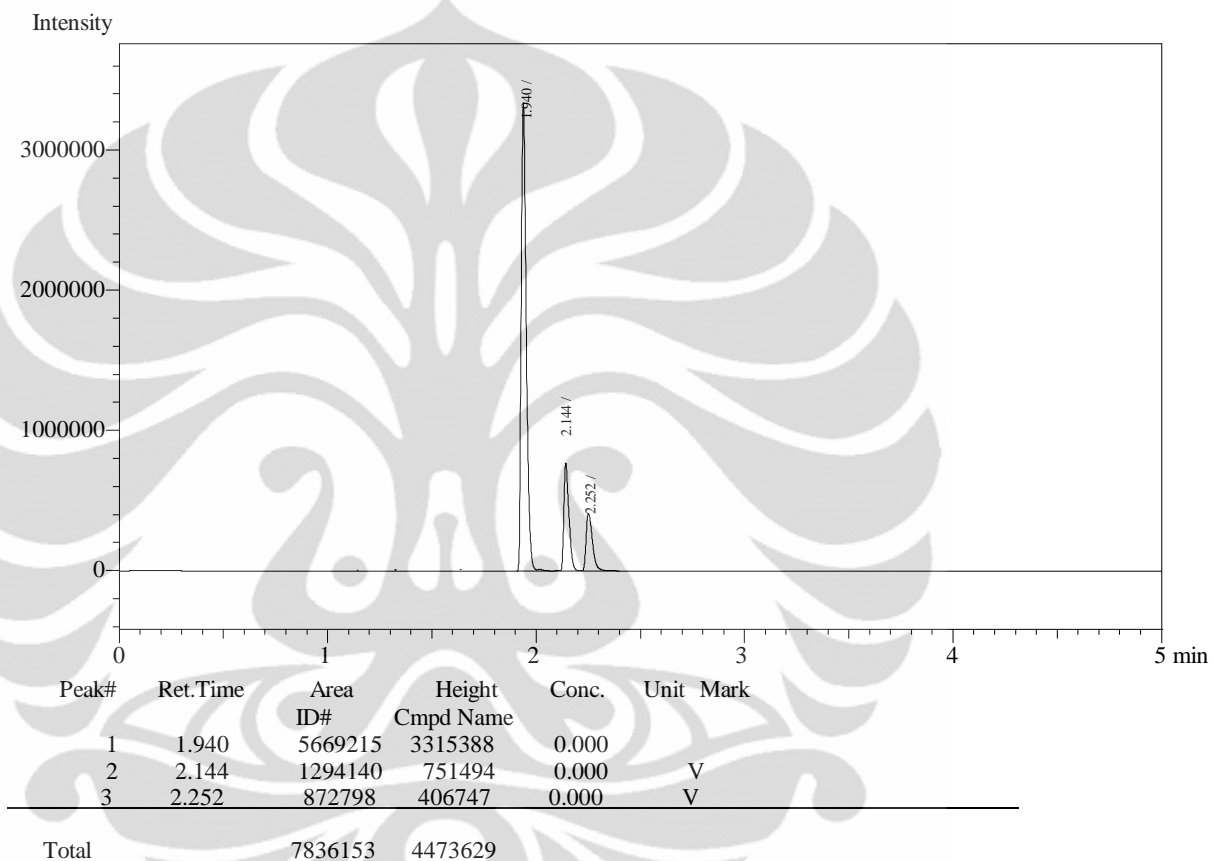


5 min

Peak#	Ret. Time	Area ID#	Height Cmpd Name	Conc.	Unit	Mark
1	1.932	102040507	56369611	0.000		
2	2.149	49709590	23016592	0.000		V
3	2.265	7583885	2801295	0.000		V
Total		159333982	82187498			

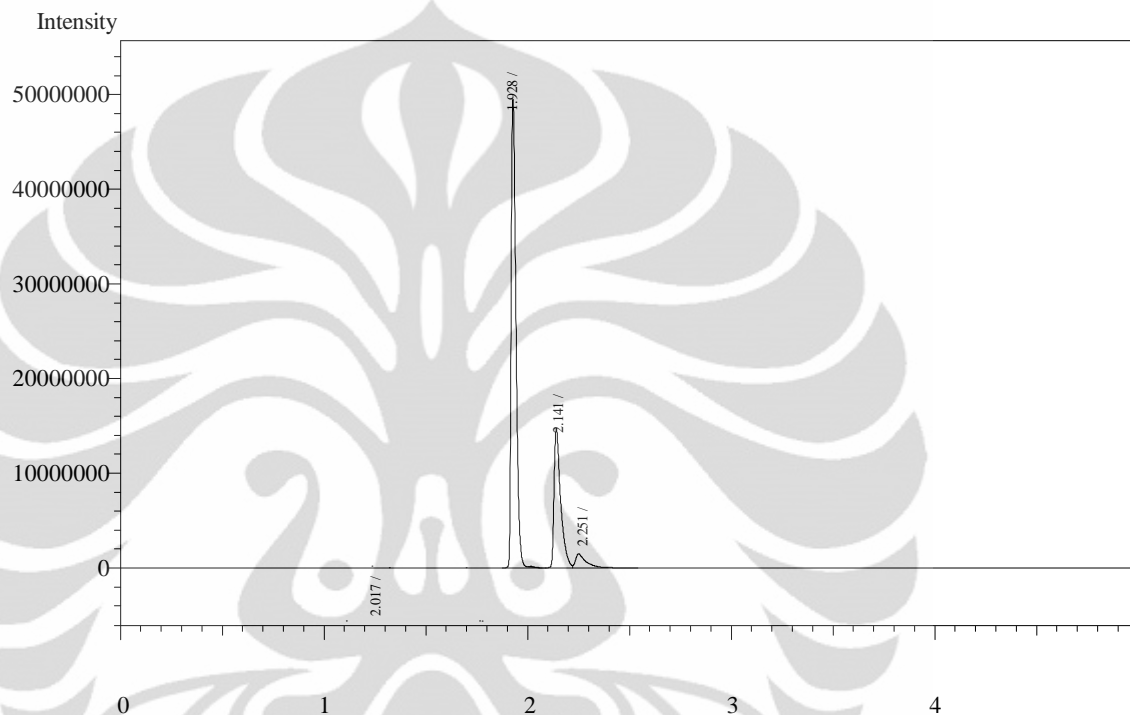
Lampiran 6: Kurva GC Reaksi SN [bmim]PF₆

Analysis Date & Time : 11/12/2011 16:36:56
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : pf63%, 5jam
 Sample ID : pf63%, 5jam
 Sample Type : Unknown Injection Volume :
 ISTD Amount :
 Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\12-11-11\pf63%, 5jam.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\mahasiswa\Pak Bagus\bagus.gcm



Analysis Date & Time : 11/09/2011 15:49:05
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : bmimPF6 5%,5jam suhu ruang
 Sample ID : bmimPF6 5%,5jam suhu ruang
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\bmimPF6 5%,5jam suhu ruang.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\cooling.gcm

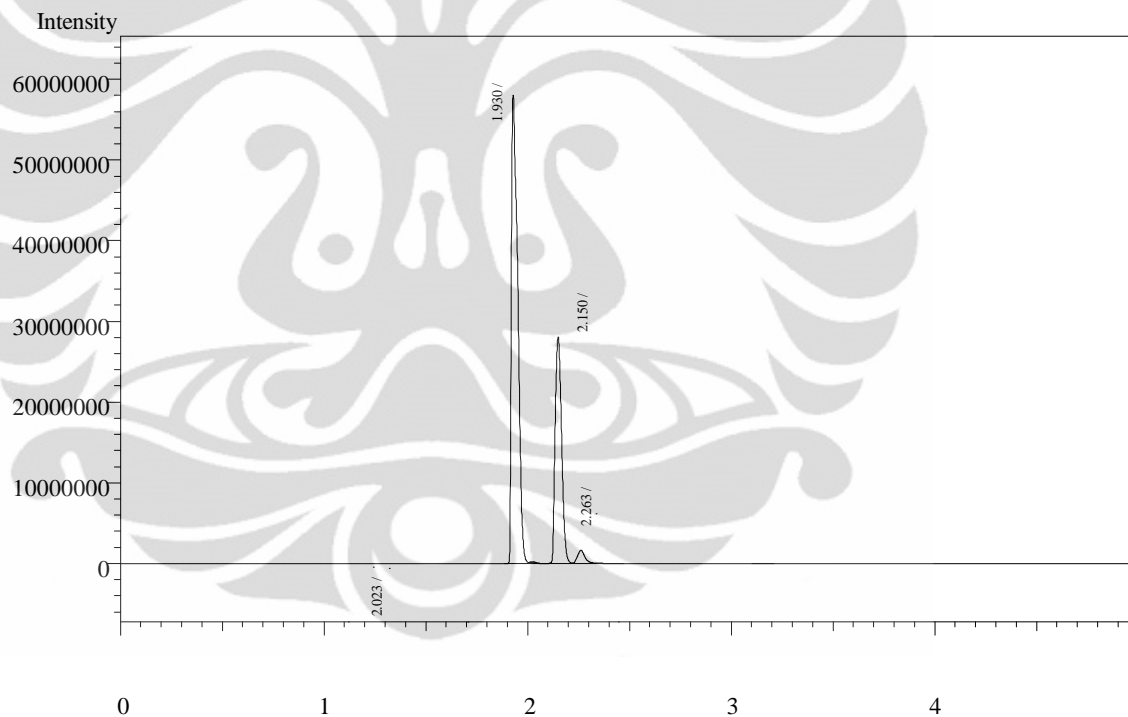


Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.928	81500868	48419388	0.000	S			
2	2.017	119080	82132	0.000	T			
3	2.141	33408214	14613944	0.000	V			
4	2.251	5376943	1480742	0.000	SV			
5	2.492	2606	1398	0.000	T			
Total		120407711	64597604					

Analysis Date & Time :
 11/09/2011 15:55:05
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : bmimPF6
 7%,5jam suhu ruang Sample ID : bmimPF6
 7%,5jam suhu ruang Sample Type : Unknown

Injec
 tion
 Volu
 me :
 IST
 D
 Amo
 unt :

Data Name : C:\LAB-1.AFI\MAHASI-1\RANI\bmimPF6
 7%,5jam suhu ruang.gcd
 Method Name :
 C:\Lab.AFILIASI\cooling.gcm

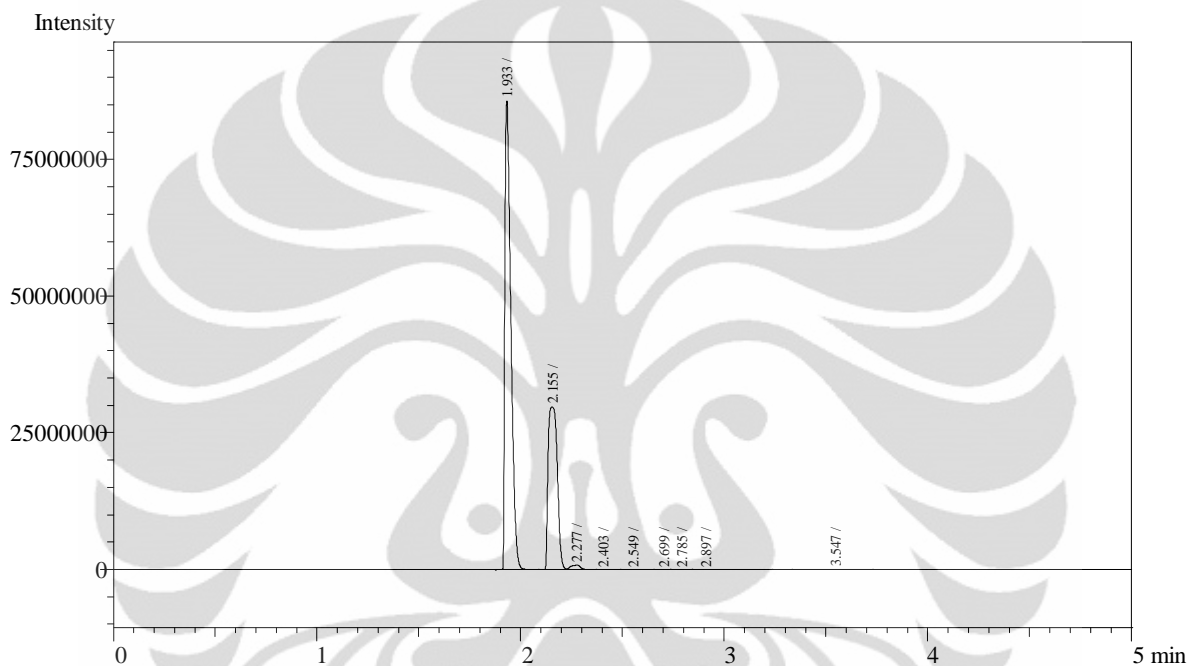


Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.930	126040262	57516391	0.000	S			
2	2.023	234273	148581	0.000	T			
3	2.150	62195060	27956530	0.000	V			
4	2.263	4360672	1629297	0.000	V			
5	3.146	11150	4371	0.000				
Total		192841417	87255170					

Lampiran 7: Kurva GC Reaksi SN Variasi Suhu

Analysis Date & Time : 11/30/2011 11:09:03
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : 3%pf6-sigel 3jam suhu30
 Sample ID : 3%pf6-sigel 3jam suhu30
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\3%pf6-sigel 3jam suhu30.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\2011\kraisma\Untitled.gcm

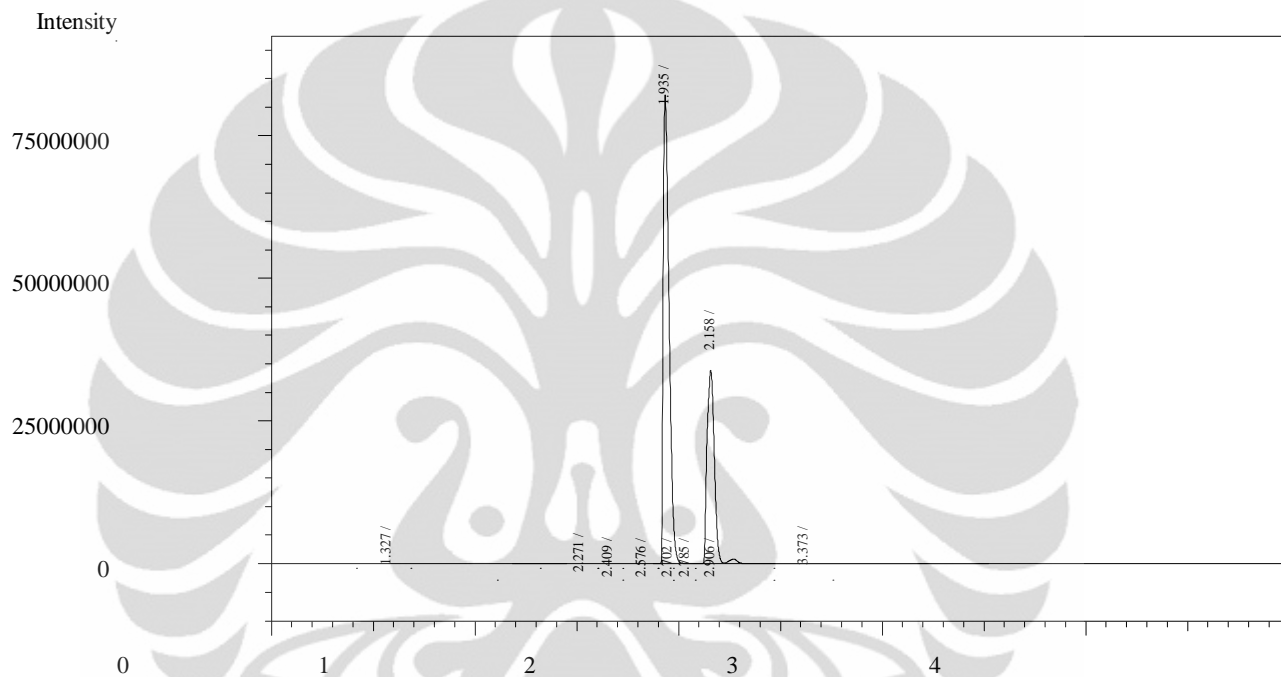


Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd
1	1.933	175623480	84489306	0.000				
2	2.155	93111372	29704046	0.000		V		
3	2.277	2560796	808340	0.000		V		
4	2.403	26702	5533	0.000		V		
5	2.549	18000	2332	0.000		V		
6	2.699	6051	1316	0.000		V		
7	2.785	8770	1953	0.000		V		
8	2.897	55402	13179	0.000		V		
9	3.547	3516	321	0.000				

Total 271414089 11502632

Analysis Date & Time : 11/30/2011 10:39:08
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : 3%pf6-silgel 3jam,suhu60
 Sample ID : 3%pf6-silgel 3jam,suhu60
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

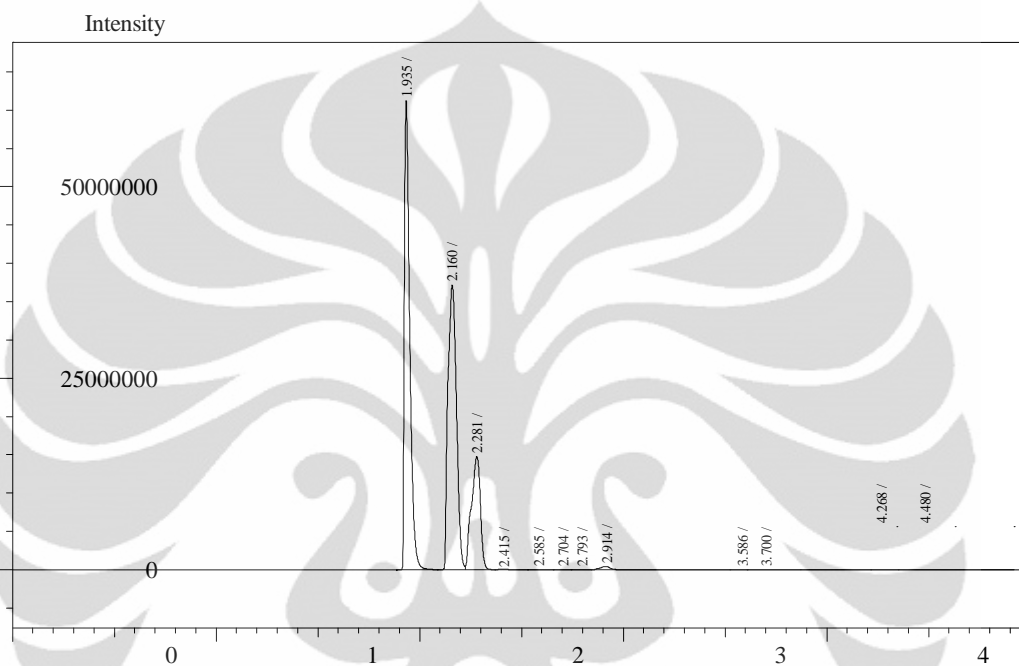
Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANT\3%pf6-silgel 3jam,suhu60.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\2011\kraisma\Untitled.gcm



Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit Mark	ID#	Cmpd Name
1	1.327	1253	152	0.000			
2	1.935	163902422	81518692	0.000			
3	2.158	83645436	33734739	0.000	V		
4	2.271	2220563	827460	0.000	V		
5	2.409	27907	5822	0.000	V		
6	2.576	19445	2393	0.000	V		
7	2.702	5521	1308	0.000	V		
8	2.785	9250	2044	0.000	V		
9	2.906	113961	29964	0.000	V		
10	3.373	5015	378	0.000	V		
Total		249950773	116122952				

Analysis Date & Time : 11/30/2011 10:27:24
 User Name : Admin
 Vial# : 1
 Sample Name : 3%pf6-silgel 3jam,suhu80
 Sample ID : 3%pf6-silgel 3jam,suhu80
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume :
 ISTD Amount :

Data Name : C:\LAB~1.AFI\MAHASI~1\RANI\3%pf6-silgel 3jam,suhu80.gcd
 Method Name : C:\Lab.AFILIASI\hasil\2011\kraisma\Untitled.gcm

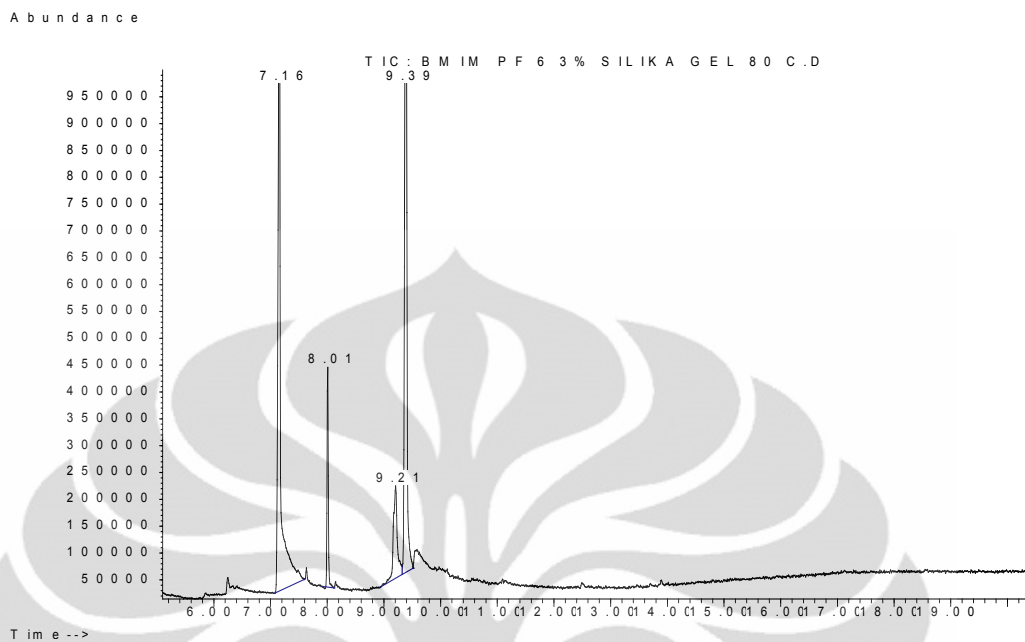


5 min

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
		ID#	Cmpd Name			
1	1.935	112445002	60544988	0.000		
2	2.160	108234810	37002443	0.000	V	
3	2.281	45487463	14736748	0.000	V	
4	2.415	253860	62963	0.000	V	
5	2.585	62550	12683	0.000	V	
6	2.704	24642	5220	0.000	V	
7	2.793	22358	4752	0.000	V	
8	2.914	1619066	454882	0.000	SV	
9	3.586	1318	410	0.000	TV	
10	3.700	7683	1138	0.000	TV	
11	4.268	1555	387	0.000	TV	
12	4.480	6614	1122	0.000	T	

Total 268166921 112827736

Lampiran 8 : Kurva GC-MS Reaksi Hidrolisis Suhu 80°C



Library Search Report

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\
 Data File : BMIM PF 6 3% SILIKA GEL 80 C.D
 Acq On : 11 Nov 2011 11:42
 Operator : RANI
 Sample : BMIM PF 6 3% SILIKA GEL
 Misc : S1 UI
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.l Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

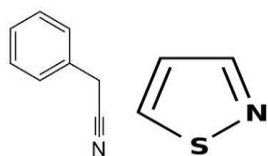
Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#
1	7.16	43.35	C:\Database\wiley7n.l Isothiazole (CAS) \$\$ 1,2-THIAZOLE	3568	000288-16-4
	53		Pentanal, 2-methyl- (CAS) \$\$ 2-Met	8205	000123-15-9
	50		hylpentanal \$\$ 2-Methylvaleraldehy de \$\$ 2-Formylpentane \$\$.alpha.-M		

ethylpentenal \$\$ Valeraldehyde, 2-
 methyl- \$\$ n-C₃H₇CH(CH₃)CHO \$\$ 2-M
 ethyl-n-valeraldehyde \$\$ 2-Methylp
 ental \$\$ 2-Methylpentaldehyde \$\$.
 alpha.-Methyl val
 Pyrrolidine, 1-(1-isobutyl-3-methy 108007 003494-04-0 42
 l-1-butenyl)- (CAS) \$\$ 4-(1-PYRROL
 IDINYL)-2,6-DIMETHYL-3-HEPTENE \$\$
 Pyrrolidine, 1-[3-methyl-1-(2-meth
 ylpropyl)-1-butenyl]- (CAS)

2 8.01 6.84 C:\Database\wiley7n.l
 Benzene, 1-isocyano-2-methyl- \$\$ o 17336 010468-64-1
 97
 -Tolyl isocyanide
 Benzyl nitrile 17315 000140-29-4
 96
 Benzeneacetonitrile (CAS) \$\$ **Benzy** 17320 000140-29-4
 96
I cyanide \$\$ Phenylacetonitrile \$\$
 Benzyl nitrile \$\$.alpha.-Tolunit
 rile \$\$ 2-Phenylacetonitrile \$\$.o
 mega.-Cyanotoluene \$\$.alpha.-Cyan
 otoluene \$\$ Acetonitrile, phenyl-
 \$\$ (Cyanomethyl)benzene \$\$ Phenace tonitrile

3 9.21 8.93 C:\Database\wiley7n.l
(E) and (Z)-(3-chloro-5-methyl-2-c 72970 108035-82-1 86
yclohexenylidene)-acetaldehyde
 3-Penten-2-one, 4-amino- 7617 001118-66-7 46
 3-Penten-2-one, 4-amino- (CAS) \$\$ 7618 001118-66-7 46
 4-Amino-3-penten-2-one \$\$ Acetylac
 etonamine

4 9.39 40.88 C:\Database\wiley7n.l
(E) and (Z)-(3-chloro-5-methyl-2-c 72970 108035-82-1
 83
yclohexenylidene)-acetaldehyde
 3-Penten-2-one, 4-amino- 7617 001118-66-7
 38
 3-Penten-2-one, 4-amino- (CAS) \$\$ 7618 001118-66-7
 38
 4-Amino-3-penten-2-one \$\$ Acetylac
 etonamine



Benzyl cyanide isothiazole

Lampiran 9 : Rancangan Alat Sintesis Silika Gel**Lampiran 10: Rumus Persen Konversi dan Persen Yield**

$$\% \text{ Konversi} = \frac{(\text{benzil klorida awal} - \text{benzil klorida sisa})}{(\text{benzil klorida awal})} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{peak area benzil sianida}}{\text{peak area benzil klorida awal}} \times 100\%$$

Contoh Cara Perhitungan Persen Konversi dan Persen Yield

1. Konsentrasi dan Luas area benzil klorida Awal

Benzil klorida yang dimasukkan = 0,5 mL

Aseton yang dimasukkan = 3,0 mL

- a. Konsentrasi benzil klorida awal
 = volume benzil klorida/(volume benzil klorida+aseton) x 100%
 = (0.5 mL / 3.5 mL) x 100%
 = 14.28 %

- b. Luas kurva benzil klorida awal
 Persamaannya yaitu:
 $y = 3 \cdot 10^6 x + 2 \cdot 10^6$
 dengan y sebagai *peak area* benzil klorida dan x sebagai konsentrasi benzil klorida. Konsentrasi awal benzil klorida **44840000**

2. Konsentrasi benzil klorida yang tersisa dalam campuran

Contoh: pada saat waktu reaksi 5 jam dan berat katalis 5%, *peak area* benzil klorida yang terbaca sebesar 33408214 .

dengan y sebesar 33408214, maka didapatkan

$$\begin{aligned} x &= (y - 2 \cdot 10^6) / (3 \cdot 10^6) \\ &= (33408214 - 2 \cdot 10^6) / (3 \cdot 10^6) \\ &= 10.47\% \end{aligned}$$

3. Persen Konversi Benzil Klorida

$$\% \text{ Konversi benzil klorida} = (14.28\% - 10.47\%) / (14.28\%) \times 100\%$$

$$= 26.68\%$$

4. Persen yield benzil sianida

Contoh: pada waktu reaksi 5 jam dan berat katalis 5%, *peak area* benzil sianida yang terbaca sebesar 5376943, maka

$$\% \text{ yield benzil sianida} = (5376943 / 44840000) \times 100\%$$

$$= 11.99 \%$$

Jadi, Reaksi SN-2 pada waktu reaksi 5 jam dan berat katalis 5% diperoleh persen konversi sebesar **26.68%** dan persen yield sebesar **11.99%**

Lampiran 11: Hasil Karakterisasi BET Silika Gel

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

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

Isotherm

P/Po	Volume [cc/g] STP
5.0572e-02	112.1701
7.7150e-02	119.8763
1.0083e-01	125.1207
1.5326e-01	133.6886
2.0174e-01	139.2021
2.5512e-01	143.4114
2.9994e-01	145.7504

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

