



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ASILASI TOLUENA DAN BENZENA
MENGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK
[BMIM]PF₆/AlCl₃ DAN [BMIM]PF₆/AlCl₃-SILIKA GEL**

SKRIPSI

**FAIRUZ
0806399602**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
JULI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI REAKSI ASILASI TOLUENA DAN BENZENA
MENGUNAKAN KATALIS CAIRAN IONIK
[BMIM]PF₆/AlCl₃ DAN [BMIM]PF₆/AlCl₃-SILIKA GEL**

**Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh :
FAIRUZ
0806399602**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
JULI 2012**

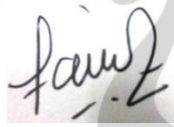
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Fairuz

NPM : 0806399602

Tanda Tangan :



Tanggal : Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Fairuz
NPM : 0806399602
Program Studi : S1 Kimia
Judul Skripsi : Studi Reaksi Asilasi Toluena dan Benzena
Menggunakan Katalis Cairan Ionik
[BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika
Gel

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si ()
Pembimbing : Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar, M.Sc ()
Penguji : Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana ()
Penguji : Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juli 2012

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur tak lupa penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena atas petunjuk dan izin-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini. Salawat serta salam selalu tucurahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang merupakan suri tauladan sejati bagi umat manusia. Penulisan skripsi ini dilakukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains program studi ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Penulis menyadari, selama proses perkuliahan dan dalam proses penulisan skripsi ini, penulis tidak lepas dari dukungan serta bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis secara khusus mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ir. Widyastuti Samadi, M.Si dan Dr.rer.nat. Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah banyak memberikan bantuan dan saran yang sangat berharga bagi penulis.
2. Drs. Riswiyanto, M.Si selaku pembimbing akademis yang telah banyak membantu penulis selama proses perkuliahan di Departemen Kimia, FMIPA UI.
3. Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI, dan seluruh dosen kimia UI yang telah memberikan banyak ilmu yang bermanfaat kepada penulis.
4. Keluarga kecil tercinta. Kepada (Alm) Abi yang selalu menjadi sumber inspirasi bagi penulis, Mama yang selalu setia men-*support* penulis, dan Agis yang selalu setia menjadi teman curhat dan bertukar pikiran.
5. Pak Hedy, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema, Pak Hadi, Pak Sutrisno (Babeh), Pak Marji, Pak Min, Pak Kiri, dan seluruh staff dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI.
6. Ibu Endah dari Puslabfor Mabes POLRI, serta seluruh pihak yang telah memperlancar proses penelitian.
7. Yogi, Ka Widi, Vivi, Ka Yuliga serta seluruh teman-teman diskusi penulis selama penelitian.
8. Rekan-rekan penelitian di lantai 3 dan lantai 4.
9. Seluruh keluarga dan sahabat penulis. Marwah dan Mahda (terimakasih atas pinjaman laptopnya), Chansa, Chaula, Syafika, Sania, Samia. Ica

(yang selalu mengingatkan untuk menulis skripsi), Pipi, Sahira, Silmi, Sabrina, dll.

10. Teman-teman stengko. Indri, Micu, Bocil, Risa, Ayas, Puty, Cipa, Lilid, Sestin.
11. Teman-teman kimia NR08.
12. Kakak-kakak lab afiliasi. Kak Rasyid, Kak Rispa, Kak Dio, Kak Daniel, Kak Mila, Kak Puji.
13. Teman-teman Departemen Kimia FMIPA UI khususnya angkatan 2008 baik paralel maupun reguler serta berbagai pihak yang telah membantu, yang penulis tidak bisa tuliskan satu-persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini tentunya banyak kekurangan. Namun, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penelitian ke depan di bidang industri kimia yang ramah lingkungan. Penulis juga terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun dari semua pihak.

Juli 2012

Penulis

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

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

Nama : Fairuz
NPM : 0806399602
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

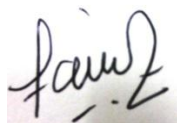
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Studi Reaksi Asilasi Toluena dan Benzena Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juli 2012
Yang menyatakan



(Fairuz)

ABSTRAK

Nama : Fairuz
Program Studi : S1 Kimia
Judul : Studi Reaksi Asilasi Toluena dan Benzena Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

Senyawa-senyawa aromatik keton banyak digunakan dalam industri farmasi, *fragrance*, argokimia, dll. Sintesis senyawa-senyawa aromatik keton banyak dilakukan melalui reaksi asilasi Friedel-Crafts menggunakan katalis asam Lewis seperti AlCl₃, TiCl₃, FeCl₃, dan lain-lain. Katalis-katalis tersebut dapat menyebabkan masalah lingkungan. Untuk meminimalisir dampak negatif dari katalis tersebut, digunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃. Uji katalisis dilakukan pada katalis cairan ionik asam Lewis [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan katalis heterogen [BMIM]PF₆/AlCl₃ – Silika gel melalui reaksi asilasi Friedel-Crafts antara toluena dengan asetil klorida menghasilkan senyawa aromatik keton, metil asetofenon. Studi dilakukan dengan memvariasikan waktu reaksi. Hasil karakterisasi secara kualitatif menggunakan FT-IR dan LC-MS, diketahui bahwa kedua reaksi menghasilkan senyawa metil asetofenon. Dan dari hasil karakterisasi secara kuantitatif dengan GC-MS, diketahui bahwa reaksi dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel terbentuk produk metil asetofenon yang lebih besar, yaitu sebesar 11,83% dibandingkan dengan hasil yang tanpa impregnasi yang hanya menghasilkan 0,71% hasil. Variasi terhadap waktu reaksi dilakukan selama 6 jam, 12 jam, dan 24 jam pada reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel. Hasil karakterisasi menggunakan GC-MS, diperoleh hasil yang optimum pada waktu reaksi 12 jam. Produk metil asetofenon yang dihasilkan dari reaksi ini sebesar 13,02%. Reaksi asilasi Friedel Crafts terhadap benzena juga berhasil dilakukan menggunakan kedua katalis tersebut, yakni [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel. Berdasarkan karakterisasi menggunakan FT-IR dan LC-MS, terbukti bahwa terbentuk senyawa asetofenon.

Kata kunci : asilasi Friedel-Crafts, toluena, benzena, [BMIM]PF₆, cairan ionik, asetofenon, metil asetofenon
xv + 59 halaman : 35 gambar, 3 tabel
Daftar Pustaka : 27 (1994-2012)

ABSTRACT

Name : Fairuz
Study Programe : Chemistry
Title : Study of Toluene and Benzene Friedel-Craft Acylation
Using [BMIM]PF₆/AlCl₃ and [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silica
Gel Ionic Liquid Catalyst

Aromatic ketone compounds are widely used in pharmaceutical, fragrance industry, argochemical, etc. The synthetic of aromatic compounds are usually done by Friedel-Crafts acylation with the present of Lewis acid catalysts, such as AlCl₃, TiCl₃, FeCl₃, which can cause some environmental issues. To minimize the negative impacts to the environment, the ionic liquid catalyst, [BMIM]PF₆/AlCl₃, was used in this reseach. The catalytic activities between [BMIM]PF₆/AlCl₃ and [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel catalysts were studied on Friedel-Crafts acylation of toluene with acetyl chloride. The reactions products were analyzed qualitatively by FT-IR and LC-MS, which showed that methyl acetophenone was produced. Quantitative analysis was done by GC-MS, which showed that the catalytic reaction with [BMIM]PF₆/AlCl₃-silica gel gave a better result. In which, 11,83% of methyl acetophenone was produced. Afterward, the reaction periods were varied in 6 h, 12 h, and 24 h. Based on GC-MS results, the optimum time of this reaction was 12 hours. In which, 13,02% methyl acetophenone was produced. Furthermore, [BMIM]PF₆/AlCl₃ and [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silica gel was used for Friedel-Crafts acylation of benzene. The characterizations with LC-MS and FT-IR showed that a ketone aromatic compound, acetophenone, was produced.

Key Words : Friedel-Crafts acylation, toluene, benzene, [BMIM]PF₆, ionic liquid, acetophenone, methyl acetophenone

xv + 59 pages : 35 pictures, 3 tabels

Bibliography : 27 (1994-2012)

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Ruang Lingkup Penelitian	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Hipotesis	3
1.6 Manfaat Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Cairan Ionik	5
2.1.1 Komposisi Cairan Ionik.....	6
2.1.2 Cairan Ionik Asam.....	7
2.1.1.1 Cairan Ionik Asam Lewis.....	8
2.2 Reaksi Asilasi Fiedel-Crafts	10
2.3 [BMIM]PF ₆	11
2.4 Katalis	11
2.5 Toluena	13
2.6 Benzena	13
2.7 Silika Gel	14
2.8 Karakterisasi	16
2.8.1 Infra Red	16
2.8.2 GC-MS (<i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i>).....	17
2.8.3 LC-MS (<i>Liquid Chromatography-Mass Spectrometry</i>)	18
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	19
3.1 Alat dan Bahan.....	19
3.1.1 Alat	19
3.1.2 Bahan	19
3.2 Metode.....	19
3.2.1 Pembuatan Katalis [BMIM]PF ₆ -Silika Gel	19
3.2.2 Uji Sifat Katalisis Cairan Ionik [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ dan [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel Terhadap Toluena	19

3.2.3 Penentuan Waktu Optimum Dari Reaksi Asilasi Toluena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	20
3.2.4 Reaksi Asilasi Benzena	20
3.2.4.1 Reaksi Asilasi Benzena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	20
3.2.4.2 Reaksi Asilasi Benzena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel... ..	20
3.2.5 Karakterisasi Hasil Reaksi.....	21
3.2.5.1 Karakterisasi dengan Infra Red.....	21
3.2.5.2 Karakterisasi dengan GC-MS	21
3.2.5.3 Karakterisasi dengan LC-MS.....	21
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
4.1 Katalis [BMIM]PF ₆ -Silika Gel	22
4.2 Uji Sifat Katalisis Dari Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ dan [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel Terhadap Toluena.....	23
4.3 Penentuan Waktu Optimum Dari Reaksi Asilasi Toluena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel.....	30
4.4 Uji Katalisis Melalui Reaksi Asilasi Benzena Dengan Asetil Klorida	35
4.4.1 Reaksi Asilasi Benzena Dengan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ ..	35
4.4.2 Reaksi Asilasi Benzena Dengan Katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	38
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	40
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN.....	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kation yang umum digunakan pada cairan ionik.....	7
Gambar 2.2	Contoh skema sintesis cairan ionik asam Lewis	8
Gambar 2.3	Reaksi asilasi anthracene dengan oksalil klorida	9
Gambar 2.4	Reaksi asilasi dengan katalis emimCl/AlCl ₃	11
Gambar 2.5	Struktur Molekul [BMIM]PF ₆	11
Gambar 2.6	Hubungan antara energi aktivasi dengan katalis	12
Gambar 2.7	Struktur molekul toluena	13
Gambar 2.8	Struktur molekul benzena.....	13
Gambar 2.9	Struktur molekul silika gel	14
Gambar 2.10	Struktur silanol geminol dan vicinol	15
Gambar 2.11	Prinsip spektrofotometer Infra Red	16
Gambar 2.12	Contoh pemecahan suatu senyawa akibat ionisasi	18
Gambar 4.1	Spektrum FT-IR [BMIM]PF ₆ -Silika Gel	22
Gambar 4.2	Reaksi antara [BMIM]PF ₆ dan Silika Gel.....	23
Gambar 4.3	Tahap awal reaksi asilasi toluena	24
Gambar 4.4	Senyawa metil asetofenon	25
Gambar 4.5	Mekanisme reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ / AlCl ₃	25
Gambar 4.6	Mekanisme reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ - Silika Gel	25
Gambar 4.7	Fragmentasi metil asetofenon menggunakan LC-MS	26
Gambar 4.8	Spektrum FT-IR reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	27
Gambar 4.9	Spektrum FT-IR reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	27
Gambar 4.10	GC-MS asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	28
Gambar 4.11	GC-MS asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ - Silika gel	28
Gambar 4.12	Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika gel	31
Gambar 4.13	Spektrum FT-IR asilasi toluena 12 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	31
Gambar 4.14	Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi toluena 24 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	32
Gambar 4.15	Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	33
Gambar 4.16	Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 12 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	33
Gambar 4.17	Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 24 jam dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	34
Gambar 4.18	Tahap awal reaksi asilasi benzena (a) serta mekanisme reaksi asilasi benzena (b) dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	36
Gambar 4.19	Fragmentasi LC-MS dari reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	37

Gambar 4.20 Spektrum FT-IR reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃	37
Gambar 4.21 Tahap awal reaksi (a) dan mekanisme reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel (b)	38
Gambar 4.22 Fragmentasi LC-MS dari reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	39
Gambar 4.23 Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika Gel	39



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Anion-anion yang umum digunakan pada cairan ionik	6
Tabel 4.1 Reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ dan [BMIM]PF ₆ /AlCl ₃ -Silika gel	29
Tabel 4.2 Penentuan waktu optimum reaksi asilasi toluena	34



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran1. Bagan alur penelitian.....	44
Lampiran2. Spektrum FT-IR.....	48
Lampiran3. Spektrum LC-MS	52
Lampiran4. MSDS	54



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa-senyawa kimia hasil sintesis, banyak dimanfaatkan dalam kehidupan, terutama untuk keperluan industri. Salah satunya ialah senyawa-senyawa aromatik keton yang merupakan senyawa intermediet yang penting dan banyak digunakan dalam industri farmasi, *fragrance*, argokimia, dll. Pada proses sintesis senyawa-senyawa kimia tersebut, reaksi yang berlangsung kadang kala menggunakan zat-zat kimia berbahaya yang dapat memberikan dampak negatif terhadap lingkungan. Begitu pula pada sintesis senyawa-senyawa aromatik keton, yang dilakukan melalui reaksi asilasi Friedel-Crafts menggunakan katalis asam Lewis seperti AlCl_3 , TiCl_3 , FeCl_3 , dan lain-lain. Katalis-katalis tersebut dapat menyebabkan masalah lingkungan selama proses pemurnian dan sangat sulit untuk digunakan kembali. Oleh karena itu, digunakan katalis cairan ionik untuk meminimalisir dampak negatifnya terhadap lingkungan dan dapat diregenerasi setelah reaksi.

Beberapa tahun belakangan ini, cairan ionik mendapatkan perhatian yang semakin besar dari para peneliti. Cairan ionik ialah garam dengan titik leleh mendekati temperatur ruang atau bahkan lebih rendah. Beberapa sifatnya, yaitu memiliki tekanan uap yang rendah, kestabilan termal yang tinggi, serta hidrofilitasnya dapat disesuaikan, membuatnya menarik untuk dipelajari lebih lanjut dan digunakan dalam berbagai reaksi kimia.

Pada reaksi asilasi, aluminium triklorida anhidrat banyak digunakan sebagai katalis karena memberikan nilai konversi dan selektivitas yang besar. Namun, penggunaan aluminium triklorida anhidrat sebagai katalis juga dapat menimbulkan berbagai masalah lingkungan. Penggunaan aluminium triklorida anhidrat sebagai katalis, biasanya disertai dengan penggunaan senyawa organik yang bersifat karsinogenik sebagai pelarutnya, misalnya nitrobenzena (Weiguang Chen et. al, 2010).

Resin penukar ion, zeolit, nafion dan *heteropoly acids* dapat digunakan sebagai alternatif untuk menggantikan katalis aluminium triklorida anhidrat pada reaksi asilasi. Tetapi katalis-katalis ini memiliki beberapa kekurangan, diantaranya selektivitas dan aktivitasnya yang rendah, dan cepat menjadi tidak aktif. Beberapa tahun belakangan ini, cairan ionik dengan titik leleh mendekati temperatur ruang atau bahkan lebih rendah, mendapatkan perhatian yang semakin besar dari para peneliti. Hal ini dikarenakan oleh beberapa sifatnya yang luar biasa, seperti memiliki tekanan uap yang rendah, memiliki stabilitas termal yang tinggi, kemampuan melarut yang baik, dan komposisinya yang dapat diatur. Cairan ionik memiliki sifat katalitik yang potensial untuk menggantikan pelarut dan katalis yang biasa digunakan dalam reaksi organik. Sebagai contoh, cairan ionik 1-ethyl-3-methylimidazolium chloroaluminate menunjukkan aktifitas katalitik yang baik pada reaksi sintesis 3,6-dibenzoylacenaphthene melalui reaksi asilasi antara acenaphthene dengan benzoyl chloride. 1-Butyl-3-methylimidazolium chloroaluminate juga telah berhasil digunakan sebagai katalis dan pelarut dalam reaksi asilasi antara anthracene dengan oksalil klorida menghasilkan 1,2-aceanthrylenedione (Weiguang Chen et. al, 2010).

1.2 Perumusan Masalah

Pada tahun 1998, K.R. Sheddon telah berhasil melakukan reaksi asilasi antara toluena, klorobenzena, dan anisol dengan asetil klorida menggunakan katalis cairan ionik [EMIM]Cl/ AlCl_3 . Setelah itu, pada tahun 2008, Yuan Xin-hua juga berhasil melakukan reaksi asilasi antara antrasen dengan oksalil klorida dengan bantuan katalis cairan ionik [BMIM]Cl/ AlCl_3 .

Pada penelitian kali ini, akan dilakukan studi pada reaksi asilasi antara toluena dan benzena dengan asetil klorida. Reaksi ini akan dilakukan dengan bantuan katalis [BMIM]PF₆/ AlCl_3 . Penggunaan cairan ionik ini diharapkan dapat memberikan aktivitas katalitik yang baik pada reaksi asilasi ini. Setelah itu, akan dilakukan pula modifikasi pada katalis cairan ionik [BMIM]PF₆/ AlCl_3 dengan cara di-impregnasi pada silika sel. Dengan cara ini diharapkan katalis cairan ionik tersebut akan memiliki aktifitas katalitik yang lebih baik.

1.3. Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup dari penelitian ini adalah mempelajari proses reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida dan benzena dengan asetil klorida menggunakan katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$. Kemudian menguji sifat katalitiknya melalui reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida dan benzena dengan asetil klorida. Lalu membandingkan aktivitas katalitiknya dengan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ yang di impregnasi pada silika gel.

1.5 Hipotesis

1. Katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dapat digunakan pada reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida, maupun antara benzena dengan asetil klorida.
2. Katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel dapat digunakan pada reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida, maupun antara benzena dengan asetil klorida.
3. Katalis cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ yang di-impregnasi pada silika gel, memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik jika dibandingkan dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ yang tidak di-impregnasi pada silika gel.

1.6 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat :

1. Menghasilkan katalis cairan ionik yang dapat digunakan pada reaksi asilasi toluena dan benzena dengan asetil klorida.

2. Mengetahui waktu optimum pada reaksi asilasi toluena dengan asetil klorida.
3. Mempelajari mekanisme kerja cairan ionik sebagai katalis pada reaksi asilasi antara toluen dan benzena dengan asetil klorida.
4. Mempelajari pengaruh impregnasi pada silika gel pada cairan ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃ terhadap aktifitas katalisnya.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cairan Ionik

Cairan ionik adalah cairan yang keseluruhannya terdiri dari ion-ion, tanpa molekul netral. Sebagai contoh, natrium klorida yang dicairkan merupakan cairan ionik, tetapi larutan natrium klorida di dalam air bukan merupakan cairan ionik, melainkan larutan ionik. Cairan ionik merupakan material yang berwujud cairan pada suhu ruang atau mendekati suhu ruang, tidak berwarna, dan memiliki viskositas yang rendah (Roger Sheldon, 2001).

Cairan ionik tidak hanya berkembang sebagai media reaksi dan ekstraksi dalam penelitian. Namun, cairan ionik juga merupakan pelarut yang ramah lingkungan. Terlebih lagi, cairan ionik juga dapat digunakan sebagai reagen atau katalis dalam beberapa proses reaksi. Terdapat beberapa macam cairan ionik, diantaranya cairan ionik asam, cairan ionik basa, cairan ionik yang mengandung logam, cairan ionik kiral, dan cairan ionik yang mengandung gugus -OH (Caibo Yue et. al, 2011).

Cairan ionik menunjukkan berbagai sifat yang menjadikannya potensial untuk digunakan sebagai katalis. Cairan ionik memiliki tekanan uap yang relatif rendah sehingga menjadikannya tidak mudah menguap. Cairan ionik juga memungkinkan untuk larut dalam berbagai senyawa organik, anorganik, dan organometalik. Selain itu, sifat polaritas dan hidrofilitas dari cairan ionik juga dapat disesuaikan sesuai kebutuhan reaksi (Roger Sheldon, 2001).

Cairan ionik dengan titik leleh pada temperatur ruang bukanlah hal yang baru. Cairan ionik yang memiliki titik leleh pada temperatur ruang yang pertama kali ditemukan ialah ethylammonium nitrat, pada tahun 1914. Kemudian pada tahun 1970-an, N-alkylpyridinium chloroaluminates diketahui dapat digunakan sebagai elektrolit untuk *electroplanting* aluminium. Sedangkan cairan ionik yang berasal dari kation dialkilimidazolium, pertama kali ditemukan pada tahun 1980.

Senyawa-senyawa ini biasanya mengandung anion kloroaluminat (AlCl_4^- , Al_2Cl_7^-) dan terbukti dapat digunakan sebagai pelarut atau katalis pada reaksi asilasi

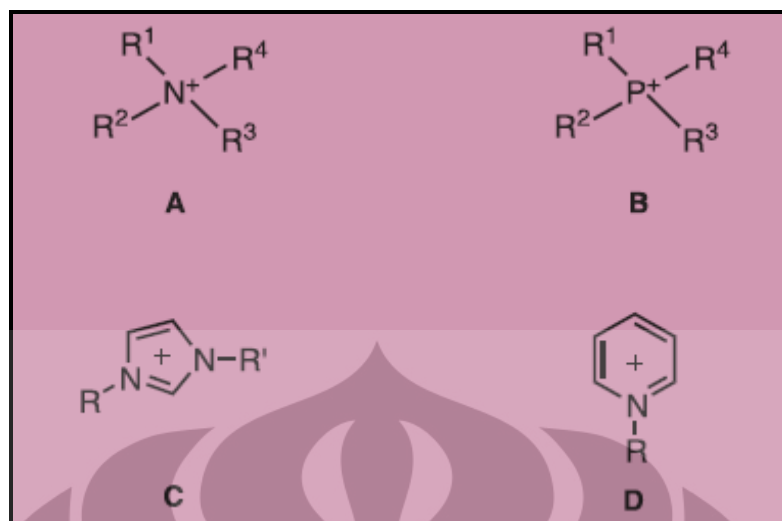
Fiedel-Crafts. Walaupun begitu, terdapat kesulitan dalam mengembangkan penggunaan cairan ionik ini dikarenakan reaktivitas anion kloroaluminat yang tinggi terhadap air (Roger Sheldon, 2001).

Contoh dari cairan ionik baru yang mendapatkan perhatian yang besar sebagai katalis homogen adalah ethylimidazolium tetraflouoroborate (emimBF_4). Cairan ionik ini ditemukan pada tahun 1992. Kemudian, sintesis mengenai hexaflourophosphat diketahui beberapa saat setelah itu. Jika dibandingkan dengan garam kloroaluminat, flouoroborate dan hexaflourophosphate lebih stabil terhadap hidrolisis. Setelah itu, garam 1,3-dialkylimidazolium dengan berbagai anion (CF_3SO_3^- , $[\text{CF}_3\text{SO}_2]_2\text{N}^-$, CF_3CO_2^- , CH_3CO_2^- , PhSO_3^- , dll) mulai banyak dikembangkan (Roger Sheldon, 2001).

Hidrofilisitas dan lipofilisitas dari cairan ionik dapat dimodifikasi dengan cara memilih anion yang sesuai. Misalnya, $[\text{BMIM}]\text{BF}_4$ larut sempurna dalam air, sedangkan PF_6^- sangat tidak larut dalam air. Lipofilisitas dari garam dialkylimidazolium, atau cairan ionik lainnya, juga dapat ditingkatkan dengan memperpanjang rantai dari gugus alkil. Terlebih lagi, ketika 'ekor flouro' ditambahkan kepada suatu cairan ionik, maka cairan ionik ini dapat memfasilitasi emulsifikasi dengan perflouorocarbon, sehingga dapat digunakan sebagai katalis bifasa pada reaksi dengan perflouorocarbon (Roger Sheldon, 2001).

2.1.1 Komposisi Cairan Ionik

Kation yang paling umum digunakan dalam cairan ionik adalah alkylammonium, alkylphosphonium, N,N' -dialkylimidazolium ($[\text{RR}'\text{IM}]$), and Nalkylpyridinium($[\text{RPy}]$). Rantai alkil yang paling umum digunakan adalah metil, etil, butil, heksil, oktil, dan desil (Hua Zhao et. al, 2002). Contoh dari kation dan anion yang umum digunakan, terdapat pada gambar 2.1 dan tabel 2.1



Gambar 2.1 Kation yang umum digunakan pada cairan ionik
(Sumber : Hua Zhao et. al, 2002)

Anion	Reference	Anion	Reference
BF_4^-	4	$(CF_3SO_2)_2N^-$	17
PF_6^-	14	$CF_3CO_2^-$	17
SbF_6^-	15	$HexBEt_3^-$	18
$CH_3CO_2^-$	4	OTs^-	19
HSO_4^-	16	$AuCl_4^-$	20
NO_3^-	4	$AlCl_4^-$	21
NO_2^-	4	Carborane anions	22
$CF_3SO_3^-$	17		

Tabel 2.1 Anion-anion yang umum digunakan pada cairan ionik
(Sumber : Hua Zhao et. al, 2002)

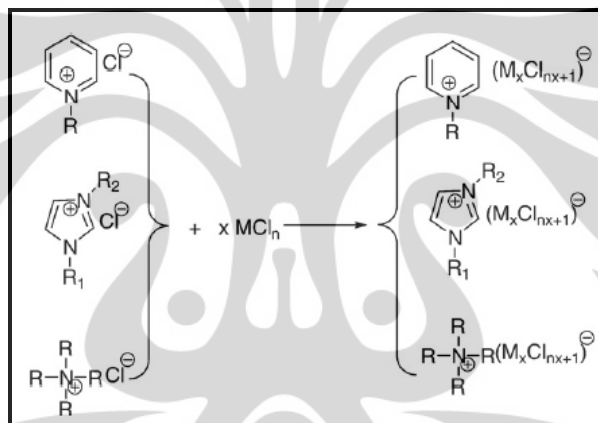
2.1.2 Cairan Ionik Asam

Cairan ionik asam ialah cairan ionik dimana terdapat satu atau lebih situs asam yang aktif pada kerangka cairan ionik tersebut. Cairan ionik asam ini merupakan yang paling penting dan paling sering digunakan dalam reaksi. Berdasarkan sifat asam dari situs aktifnya, cairan ionik dibagi dalam tiga kategori. Kategori yang pertama adalah cairan ionik asam Lewis yang situs aktifnya memiliki karakteristik sebagai asam Lewis dan dapat menerima pasangan elektron dari basa Lewis. Yang kedua adalah cairan ionik asam Bronsted atau cairan ionik

protik. Cairan ionik ini dapat mentransfer proton dari asam menuju basa. Kategori yang ketiga adalah cairan ionik kombinasi asam Bronsted-Lewis. Cairan ionik kategori ini memiliki karakteristik asam Bronsted dan Lewis secara serempak (Caibo Yue et. al, 2011).

2.1.2.1 Cairan Ionik Asam Lewis

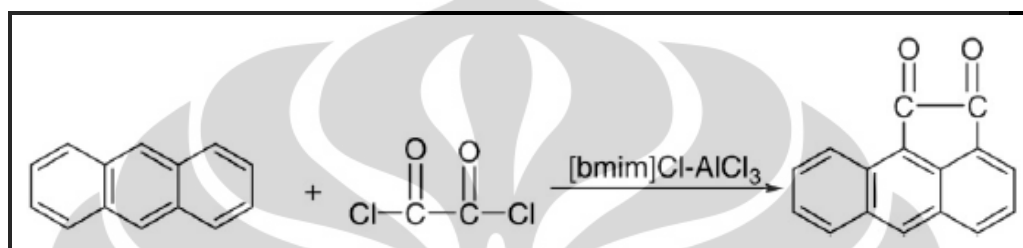
Cairan ionik asam Lewis dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu *normal Lewis acidic ionic liquids* dan *supported Lewis acidic ionic liquids*. Kadar keasaman cairan ionik asam ini dapat diatur dengan cara menyesuaikan rasio dari garam amonium dan logam klorida nya (Caibo Yue et. al, 2011). Contoh mengenai skema sintesis cairan ionik asam Lewis ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Contoh skema sintesis cairan ionik asam Lewis
(Sumber : Caibo Yue et. al, 2011)

Belakangan ini, *normal Lewis acidic ionic liquids* telah secara sukses digunakan sebagai pelarut sekaligus katalis pada reaksi esterifikasi, alkilasi atau asilasi Fiedel-Crafts, kondensasi, *rearrangement*, karbonilasi, dan beberapa sintesis senyawa organik. Jika dibandingkan dengan katalis asam yang lain, ada dua keuntungan luar biasa yang dihasilkan dari *normal Lewis acidic ionic liquids* ini. Yang pertama adalah tekanan uapnya yang rendah dan stabilitasnya yang besar pada kondisi-kondisi tertentu, menjadikannya mudah diperoleh kembali dan digunakan kembali tanpa penurunan kualitas katalisis yang berarti. Yang kedua, mudah dipisahkan dari sistem reaksi. Mengingat kepolarannya yang kuat, dalam

beberapa reaksi, *normal Lewis acidic ionic liquids* tidak bercampur dengan produk non-polar dan dapat dimurnikan dengan mudah. Contoh pemanfaatan *normal Lewis acidic ionic liquids* sebagai katalis adalah, pada reaksi asilasi Fiedel-Craft anthracene dengan oksalil klorida yang menggunakan katalis 1-butyl-3-methylimidazolium chloride-aluminum (III) (Caibo Yue et. al, 2011). Skema reaksi tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Reaksi asilasi anthracene dengan oksalil klorida

(Sumber : Caibo Yue et. al, 2011)

Supported Lewis acidic ionic liquids adalah cairan ionik asam Lewis yang diberi padatan pendukung untuk membuatnya menjadi katalis heterogen yang dapat digunakan pada beberapa unit reaksi organik. Tujuan dari penambahan padatan pendukung ini ialah untuk menjadikannya mudah untuk diregenerasi dari reaksi. Padatan pendukung ini biasanya berupa senyawa anorganik atau organik, seperti karbon aktif, silika gel, karbon nanotube, dll (Caibo Yue et. al, 2011).

Metode yang biasa digunakan untuk menambahkan padatan pendukung ini ialah metode *dipping* dan metode *grafting*. Masing-masing metode memiliki kelebihan dan kekurangannya tersendiri. Metode *dipping* memiliki kelebihan yaitu memiliki jumlah muatan yang tinggi dan pengoperasian yang mudah. Namun, ikatan van der Waals yang terbentuk antara cairan ionik dan padatan pendukung pada metode ini sangat lemah, sehingga cairan ionik mudah terlepas dari padatan pendukungnya pada saat sedang digunakan. Sedangkan metode *grafting* memiliki jumlah muatan yang rendah dan pengoperasian yang lebih rumit. Namun, *supported Lewis acidic ionic liquids* yang dibuat dengan metode ini memiliki sifat yang lebih stabil karena ikatan kimia yang terbentuk lebih kuat (Caibo Yue et. al, 2011).

Selain itu, proses immobilisasi cairan ionik ke dalam padatan pendukung juga dapat dilakukan melalui metode impregnasi. Metode ini dilakukan dengan cara memasukkan cairan ionik ke dalam padatan pendukung, misalnya silika gel. Pada prinsipnya, immobilisasi ini bertujuan agar cairan yang *disupport* ke dalam silika gel tetap tertahan dalam silika gel dengan memodifikasi permukaan silika gel.

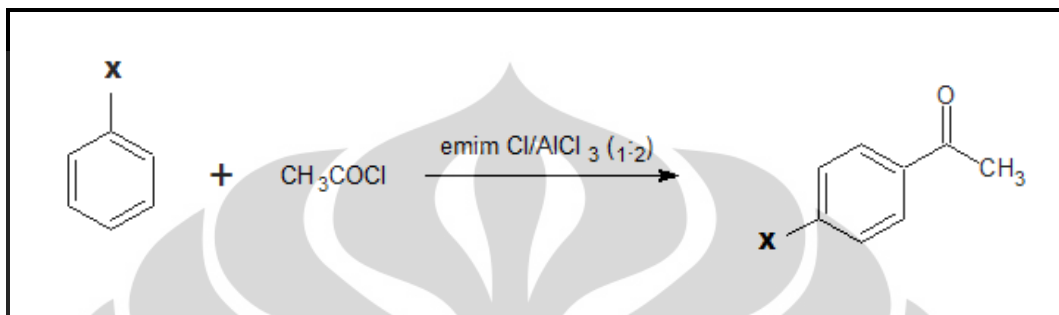
2.2 Reaksi Asilasi Fiedel-Crafts

Reaksi asilasi senyawa aromatik, disebut juga reaksi Friedel-Crafts, berdasarkan nama penemunya Charles Friedel (kebangsaan Prancis) dan James Mason Crafts (kebangsaan Amerika Serikat), yang pertama kali menemukan reaksi ini pada tahun 1877. Reaksi ini diawali dengan pembentukan elektrofilik. Dimana elektrofilnya ialah karbokation, yang dapat terbentuk baik dengan mengambil ion halida dari suatu asil halida dengan katalis asam Lewis (contohnya $AlCl_3$), maupun dengan menambahkan proton pada alkena (Harold Hart et. al, 2003).

Reaksi asilasi Fiedel-Crafts pada senyawa aromatik, merupakan metode yang penting dalam sintesis keton aromatik. Senyawa-senyawa keton aromatik banyak digunakan sebagai senyawa intermediet untuk sintesis pada industri farmasi, zat warna, pengharum, dan agrokimia. Asam Lewis, terutama golongan halida logam, dan beberapa asam Bronsted, seperti *polyphosphoric acids* dan *sulfuric acids*, merupakan jenis katalis yang umum digunakan dalam reaksi Fiedel-Crafts, termasuk reaksi alkilasi dan asilasi (Weiguang Chen et. al, 2010).

Reaksi asilasi Fiedel-Crafts merupakan reaksi yang penting dalam dunia industri dan membutuhkan aluminium(III) klorida dalam jumlah yang besar. Sebuah penelitian terdahulu telah berhasil melakukan reaksi asilasi pada cairan ionik asam kloroaluminat(III). Dan telah dilakukan pula pengamatan mengenai perbandingan antara reaksi asilasi Fiedel-Crafts pada cairan ionik asam dengan reaksi asilasi Fiedel-Crafts konvensional. Pengamatan ini dilakukan terhadap reaksi asilasi Fiedel-Crafts pada benzena dalam cairan ionik asam kloroaluminat(III). Diperoleh sebuah produk monoasilasi sebagai hasil dari deaktivasi cincin aromatik oleh substituen asil (Hua Zhao, 2002).

Perkembangan menarik lainnya, telah berhasil dilakukan reaksi asilasi Friedel-Crafts terhadap toluena, klorobenzena, dan anisol dengan asetil klorida menggunakan katalis cairan ionik [EMIM]Cl/AlCl₃. Telah berhasil dibuktikan bahwa reaksi ini menghasilkan produk *para* isomer dengan persen yield yang cukup besar (Roger Sheldon, 2001).



Gambar 2.4 Reaksi asilasi dengan katalis emimCl/AlCl₃
(Sumber : Roger Sheldon, 2001)

2.3 [BMIM]PF₆

Dalam penelitian kali ini, katalis cairan ionik yang digunakan adalah cairan ionik asam [BMIM]PF₆. [BMIM]PF₆ atau 1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate adalah suatu cairan ionik yang memiliki rumus molekul C₈H₁₅N₂·PF₆. Cairan ionik ini terdiri dari 1-butyl-3-methylimidazolium sebagai kation, dan hexafluorophosphate (PF₆⁻) sebagai anion yang bersifat hidrofobik. Struktur molekul dari [BMIM]PF₆ ditunjukkan pada Gambar 2.5

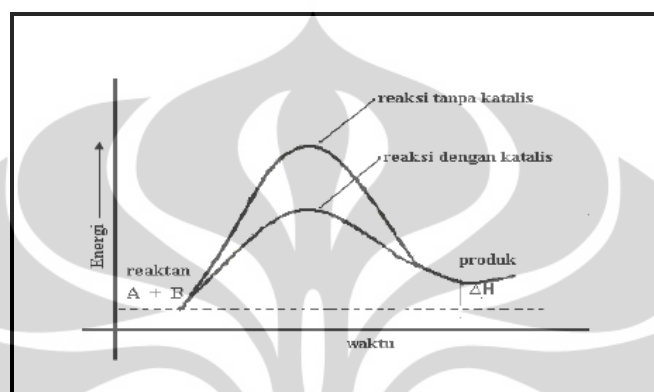


Gambar 2.5 Struktur molekul [BMIM]PF₆

2.4 Katalis

Katalis merupakan zat lain selain reaktan dan produk yang ditambahkan pada suatu sistem untuk mengubah atau meningkatkan laju reaksi kimia untuk

mencapai keadaan kesetimbangan kimianya (Widajanti Wibowo, 2004). Katalis dapat meningkatkan laju reaksi untuk kondisi reaksi yang tetap. Katalis juga dapat menghasilkan produk reaksi yang lebih banyak, atau reaktan yang lebih sedikit dengan laju reaksi tetap. Katalis bekerja dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi. Hubungan antara energi aktivasi dengan katalis ditunjukkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.6 Hubungan antara energi aktivasi dengan katalis

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

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

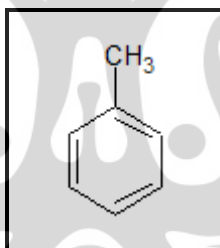
Katalis untuk pertama kalinya digunakan oleh Berzelius pada tahun 1836 untuk mempercepat suatu reaksi kimia. Walaupun demikian, baru sekitar awal abad ke-20 katalis mulai memainkan peran yang besar dalam industri kimia. Di pasaran Amerika Serikat, teknologi katalitik mulai diperkenalkan pada tahun

1990-an. Saat ini, lebih dari 95% bahan kimia diproduksi melalui reaksi yang menyertakan paling tidak satu langkah katalitik (Erica Farnetti et. al).

Katalis dapat dibedakan menjadi dua kelompok, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen ialah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan senyawa yang dikatalisis. Sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan senyawa yang dikatalisis. Keuntungan dari penggunaan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen adalah, katalis mudah dipisahkan kembali setelah proses reaksi selesai.

2.5 Toluena

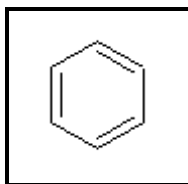
Toluena merupakan senyawa kimia yang memiliki rumus molekul C_7H_8 . Toluena memiliki berat molekul 92,14 g/mol. Toluena merupakan cairan tidak berwarna yang mudah terbakar dan dapat mengiritasi. Toluena memiliki aroma yang manis, tajam, dan mirip aroma benzena. Struktur molekul dari toluena ditunjukkan oleh Gambar 2.7



Gambar 2.7 Struktur Molekul Toluena

2.6 Benzena

Benzena atau sikloheksena memiliki rumus formula C_6H_6 , serta berat molekul 78,1121 g/mol. Benzena merupakan cairan tidak berwarna. Benzena merupakan senyawa yang mudah terbakar dan dapat memberikan dampak buruk bagi kesehatan. Struktur molekul dari benzena ditunjukkan oleh Gambar 2.8

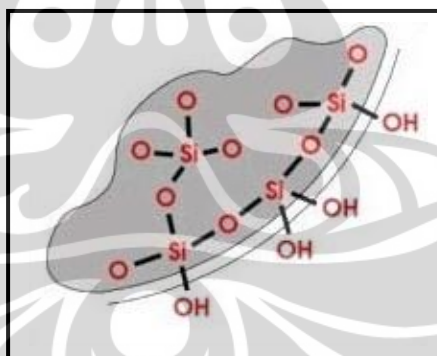


Gambar 2.8 Struktur Molekul Benzena

2.7 Silika Gel

Silika gel merupakan silika amorf yang terdiri atas globula – globula SiO_4 tetrahedral yang tersusun secara tidak teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar. Rumus kimia silika gel secara umum adalah $\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$. Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation Si^{4+} yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} . Namun demikian, susunan tetrahedral SiO_4 pada silika gel tidak beraturan (Siti Sulastri, 2009).

Silika gel merupakan salah satu bahan kimia yang dimanfaatkan sebagai penyerap air yang terkandung dalam berbagai macam bahan yang bersifat higroskopis. Sifat sebagai penyerap disebut juga sifat adsorptif berkaitan dengan adanya situs aktif pada permukaan. Sifat silika gel ditentukan oleh orientasi dari ujung tempat gugus hidroksil berkombinasi. Oleh karena ketidakteraturan susunan permukaan SiO_4 tetrahedral, maka jumlah distribusinya per unit area bukan menjadi ukuran kemampuan adsorpsi silika gel. Kemampuan adsorpsi silika gel ditentukan oleh gugus $-\text{OH}$ pada permukaan silika (Siti Sulastri, 2009). Struktur molekul silika gel ditunjukkan oleh Gambar 2.9

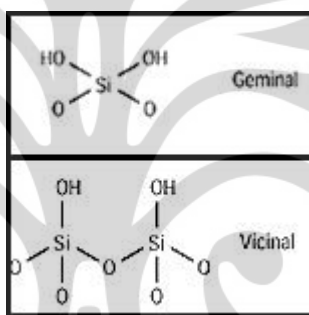


Gambar 2.9 Struktur molekul silika gel

Pada permukaan silika gel terdapat dua jenis gugus, yaitu gugus silanol dan gugus siloksan. Gugus siloksan ada dua macam, yaitu Si-O-Si rantai lurus dan gugus siloksan yang membentuk struktur lingkaran dengan empat anggota. Jenis yang pertama tidak reaktif dengan pereaksi pada umumnya, tetapi sangat reaktif terhadap senyawa logam alkali. Jenis gugus siloksan yang membentuk lingkaran dengan empat anggota mempunyai reaktivitas yang tinggi, dapat mengadakan

kemisorpsi dengan air, amoniak dan metanol. Reaksi dengan air akan menghasilkan dua gugus Si-OH, reaksi dengan amoniak akan menghasilkan gugus Si-NH₂ dan silanol, sedangkan reaksi dengan metanol akan menghasilkan gugus silanol dan Si -O-CH₃ (Siti Sulastri, 2009).

Ada beberapa jenis gugus silanol, yaitu gugus silanol tunggal terisolasi, gugus silanol yang berdekatan satu sama lain dan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si. Gugus silanol yang berdekatan satu sama lain disebut vicinal silanol atau vicinol, sedangkan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si disebut geminal silanol atau geminol. Struktur dari gugus silanol geminol dan vicinol ditunjukkan pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Struktur silanol geminol dan vicinol

Berdasarkan data kristalografi, jarak antar gugus silanol terisolasi adalah sekitar 5Å. Jika jarak antara dua gugus silanol tersebut lebih dari 3,1 Å, maka tidak dapat terjadi ikatan hidrogen. Adanya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus silanol satu dengan yang lain akan terjadi jika jaraknya kurang dari 3,1 Å (antara 2,4 – 2,8 Å). Vicinol adalah dua gugus silanol dengan jarak kurang dari 2,8 Å. Berdasarkan pada beberapa data ini, dapat diperkirakan bahwa pada proses modifikasi terhadap silika gel yang sudah jadi, kapasitas modifier akan dipengaruhi oleh banyaknya gugus silanol. Kecuali itu juga dipengaruhi oleh banyaknya gugus siloksan yang aktif, yang juga akan mengalami interaksi chemisorpsi dengan air menghasilkan gugus silanol (Siti Sulastri, 2009).

2.8 Karakterisasi

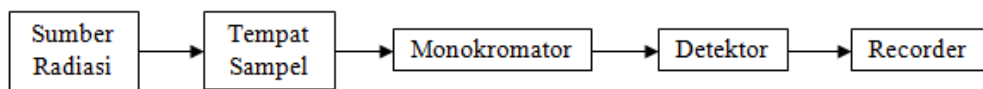
2.8.1 Infra Red

Bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (excited state) (Sumar Hendrayana et. al, 1994). Tetapi hanya transisi vibrasi/rotasi yang dapat menyebabkan perubahan momen dipol yang aktif mengabsorpsi sinar IR. Disamping itu, frekuensi sinar yang datang harus sama dengan salah satu frekuensi vibrasi/rotasi molekulnya. Hampir seluruh molekul yang berikatan kovalen dapat mengabsorpsi radiasi infra merah. Hanya molekul-molekul diatomik tertentu misalnya H_2 , N_2 , dan O_2 yang tidak dapat mengabsorpsi infra merah, karena vibrasi dan rotasinya tidak menghasilkan perubahan momen dipol (Sunardi, 2005).

Secara umum, spektrum serapan infra merah dapat dibagi menjadi tiga daerah kerja, yaitu :

- a. Infra merah dekat (near infra red), dengan panjang gelombang antara 0,7-2,5 μm atau angka gelombang antara 14.300- 4000 cm^{-1} . Fenomena yang terjadi adalah overtone C-H.
- b. Infra merah sedang (mid infra red), dengan panjang gelombang antara 2,5-15 μm atau bilangan gelombang 4000- 640 cm^{-1} . Fenomena yang terjadi adalah vibrasi dan rotasi.
- c. Infra merah jauh (far infra red), dengan panjang gelombang antara 15- 100 μm atau bilangan gelombang 650-200 cm^{-1} . Fenomena yang terjadi adalah penyerapan oleh ligan atau spesi lainnya yang berenergi rendah (Sunardi, 2005).

Biasanya yang paling sering digunakan ialah spektroskopi infra merah sedang, terutama untuk identifikasi senyawa-senyawa organik. Secara prinsip spektrometer infra merah sama dengan spektrometer ultra violet atau sinar tampak, tetapi daerah yang diamati berbeda (Sunardi, 2005). Berikut adalah prinsip dari spektrofotometer infra red.

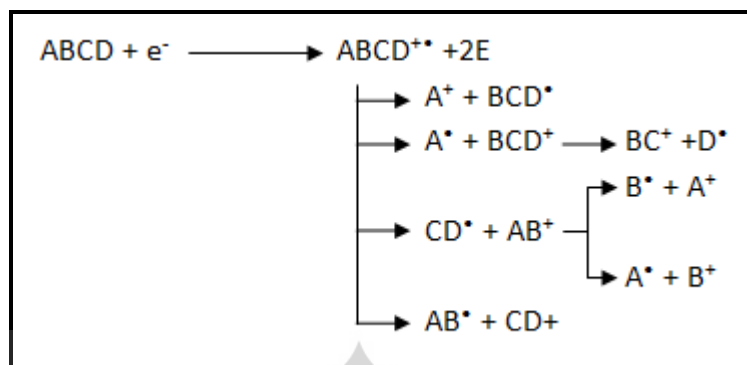


Gambar 2.11 Prinsip spektrofotometer infra red

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

Kromatografi gas dapat dikombinasi dengan spektrometri masa menghasilkan suatu instrumen tunggal yang dapat digunakan untuk menganalisis campuran dari senyawa-senyawa. Kromatografi gas terdiri atas kolom kapiler sempit yang mengandung cairan yang sangat mudah menguap, semuanya disimpan didalam sebuah oven. Ketika sampel diinjeksikan ke dalam GC, sampel tersebut akan menguap dan dibawa oleh sebuah gas *inert* melewati kolom. Komponen-komponen tersebut dipisahkan berdasarkan titik didihnya. Komponen dengan titik didih yang lebih rendah akan keluar kolom terlebih dahulu, sedangkan komponen dengan titik didih yang lebih tinggi akan keluar kemudian. Setelah itu, masing-masing komponen masuk ke dalam spektroskopi masa, dimana disana terjadi reaksi ionisasi untuk membentuk ion molekular dan fragmen-fragmen molekular dengan massa yang lebih rendah (Antonius Herry Cahyana, 2011).

Ketika molekul diionisasi, spesies yang terbentuk disebut radikal kation, dan simbolnya $M^{+\bullet}$. Radikal kation ($M^{+\bullet}$) ini disebut juga molekular ion atau *parent ion*. Massa dari $M^{+\bullet}$ merepresentasikan berat molekul dari M. Karena M bersifat tidak stabil, beberapa ion terdekomposisi menjadi fragmen-fragmen dari radikal-radikal dan kation-kation yang memiliki berat molekul lebih rendah dari $M^{+\bullet}$ (Antonius Herry Cahyana, 2011). Contohnya, suatu molekul ABCD pecah menjadi beberapa kemungkinan ion atau gugus radikal.



Gambar 2.12 Contoh pemecahan suatu senyawa akibat ionisasi

2.8.3 LC-MS (*Liquid Chromatography-Mass Spectrometry*)

Prinsip dari liquid chromatography adalah memisahkan campuran berdasarkan kemampuannya untuk terelusi pada fasa diam dan fasa gerak. Perbedaan afinitas dari komponen-komponen dalam campuran terhadap fasa diam dan fasa gerak, menjadikan komponen-komponen tersebut dapat terpisah. Komponen yang berinteraksi lebih kuat dengan fasa gerak, akan keluar kolom terlebih dahulu. Sedangkan komponen yang berinteraksi lebih lemah, akan keluar kemudian (J. William Allwood, 2009).

Penggunaan spektroskopi massa pada deteksi kromatografi memberikan beberapa keuntungan khusus. Yang paling utama ialah dapat memberikan informasi yang unik tentang komposisi kimia analit. Informasi yang diperoleh, jauh lebih spesifik jika dibandingkan dengan detektor pita serapan, seperti UV-Vis atau Infra Red (J. Abian, 1999). Spektroskopi massa bekerja dengan cara mengubah molekul analit kedalam keadaan terionisasi. Kemudian, ion-ion yang terbentuk dianalisis berdasarkan massa terhadap rasio muatannya (m/z). Dua komponen penting dalam LC-MS ialah *ion sources* dan *mass analysers* (James J Pitt, 2009).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya neraca analitis, mortar, peralatan gelas, hotplate stirrer, termometer, spatula, cawan porselin, GC, dan GC-MS.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan antara lain AlCl_3 , toluena, benzena, asetil klorida, $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$, silika gel, aseton, akuades.

3.2 Metode

3.2.1 Pembuatan Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika Gel

Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika Gel dibuat dengan cara mencampurkan 0,2 mL $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$, 0,25 gram silika gel, dan 6,25 mL aseton, kemudian diaduk dengan magnetic stirrer selama 30 jam. Setelah itu, campuran dioven selama 6 jam pada suhu sekitar 55°C untuk menguapkan aseton. Hasil reaksi kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR.

3.2.2 Uji Sifat Katalisis Cairan Ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel Terhadap Toluena

Uji perbandingan sifat katalisis dari kedua katalis ini dilakukan melalui reaksi asilasi toluena dengan asetil klorida. Untuk reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dilakukan dengan cara mencampurkan 1,3 mL toluena, 0,17

mL asetil klorida, 0,33 gram AlCl_3 , dan 0,2 mL $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ dalam botol coklat. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 6 jam. Sedangkan untuk reaksi asilasi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, dilakukan dengan cara mencampurkan 1,3 mL toluena, 0,17 mL asetil klorida, 0,33 gram AlCl_3 , dan 0,25 gram katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel yang telah dibuat sebelumnya. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 6 jam. Hasil reaksi yang terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR, GC-MS dan LC-MS.

3.2.3 Penentuan Waktu Optimum Dari Reaksi Asilasi Toluena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel

1,3 mL toluena, 0,17 mL asetil klorida, dan 0,33 gram AlCl_3 , dicampurkan dengan 0,25 gram katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika gel yang telah dibuat. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*. Dilakukan variasi waktu reaksi 6 jam, 12 jam, dan 24 jam. Hasil reaksi yang terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan GC-MS.

3.2.4 Reaksi Asilasi Benzena

3.2.4.1 Reaksi Asilasi Benzena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$

Dicampurkan 1,1 mL benzena, 0,17 mL asetil klorida, 0,33 gram AlCl_3 , dan 0,2 mL $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*. Waktu reaksi dipilih dari waktu reaksi optimum pada reaksi asilasi toluena. Kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan LC-MS.

3.2.4.2 Reaksi Asilasi Benzena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel

Dicampurkan 1,1 mL benzena, 0,17 mL asetil klorida, 0,33 gram AlCl_3 , dan 0,25 gram katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika Gel yang telah dibuat. Waktu reaksi dipilih dari waktu reaksi optimum pada reaksi asilasi toluena. Kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan LC-MS.

3.2.5 Karakterisasi Hasil Reaksi

3.2.5.1 Karakterisasi dengan Infra Red

Karakterisasi dengan Infra Red dilakukan di laboratorium kimia FMIPA UI menggunakan instrumen Shimadzu. Untuk sampel padatan, sampel terlebih dahulu dicampurkan dengan serbuk KBr, dengan perbandingan jumlah sampel dan KBr sebesar 1:10. Sedangkan untuk sampel cair, digunakan plat KRS. Pengujian dilakukan dengan cara meneteskan sampel pada KRS yang telah dipasang tepat ditengah-tengah plat besi.

3.2.5.2 Karakterisasi dengan GC-MS

Karakterisasi menggunakan GC-MS ini dilakukan untuk mengetahui berat molekul dari produk yang terbentuk. Karakterisasi dengan GC-MS ini dilakukan di Puslabfor, Mabes POLRI.

3.2.5.3 Karakterisasi dengan LC-MS

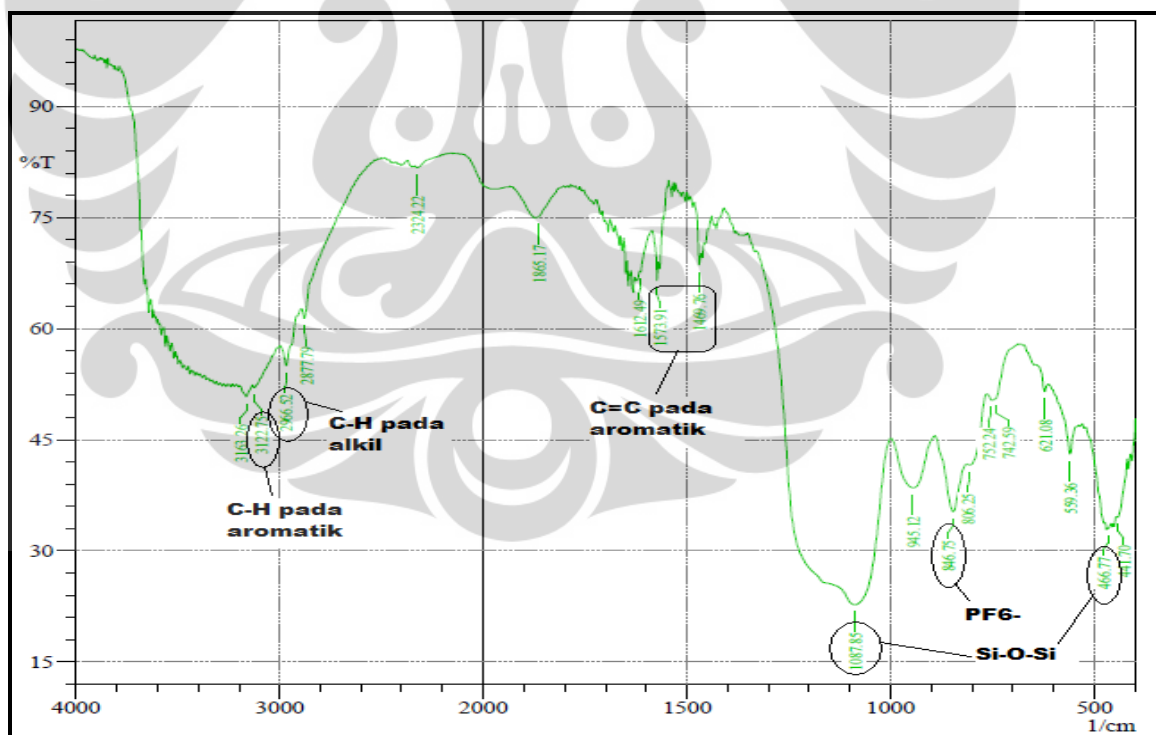
Karakterisasi dengan LC-MS dilakukan untuk pengujian secara kualitatif terhadap produk yang terbentuk. Uji LC-MS ini dilakukan di laboratorium Kimia FMIPA UI.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel

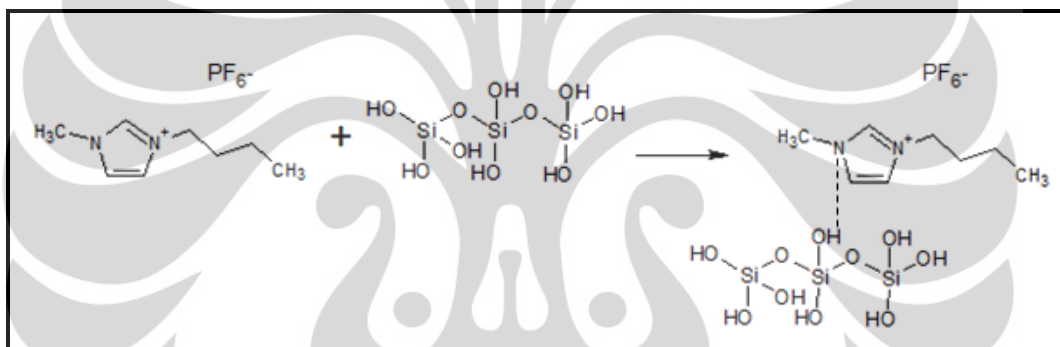
Pembuatan katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel dilakukan menggunakan metode impregnasi [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel. Sebanyak 0,25 gram silika gel, 0,2 mL cairan ionik [BMIM]PF₆, dan 6,25 mL aseton dicampurkan pada suhu ruang dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 jam. Setelah itu, campuran dikeringkan dalam *oven* pada suhu 55⁰C untuk menguapkan sisa aseton yang terdapat pada katalis. Kemudian dihasilkan katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel yang berupa serbuk berwarna putih. Katalis ini kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR untuk mengetahui daerah serapan dari katalis dan untuk membuktikan bahwa proses impregnasi telah berlangsung dengan baik. Hasil pengukuran FT-IR katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel terlihat pada gambar 4.1



Gambar 4.1 Spektrum FT-IR [BMIM]PF₆-Silika Gel

Dari gambar, terlihat bahwa terdapat peak pada daerah panjang gelombang 846,75 cm⁻¹ yang merupakan daerah panjang gelombang PF₆⁻. Kemudian, terlihat

pula peak pada daerah panjang gelombang $2966,52\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan peak dari gugus C-H pada rantai alkil, $3122,75\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan peak dari ikatan C-H pada gugus aromatik. Sedangkan peak $1573,91\text{ cm}^{-1}$ dan $1469,79\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C yang berasal dari gugus aromatik. Peak-peak tersebut merupakan peak yang berasal dari cairan ionik [BMIM]PF₆. Sedangkan peak pada daerah panjang gelombang $1087,95\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur asimetrik dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan peak pada daerah panjang gelombang $466,77\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi tekuk dari gugus siloksan. Hal ini membuktikan bahwa [BMIM]PF₆ telah berhasil diimpregnasikan pada silika gel. Sedangkan untuk interaksi kimia yang terjadi antara [BMIM]PF₆ dan silika gel pada proses impregnasi ini, ditunjukkan oleh gambar 4.2



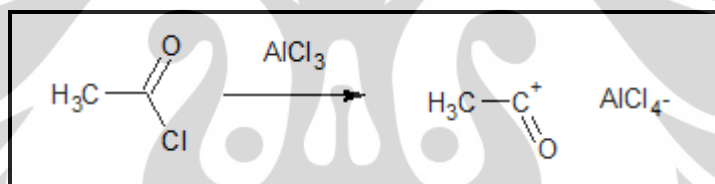
Gambar 4.2 Reaksi antara [BMIM]PF₆ dan Silika Gel

4.2 Uji Sifat Katalisis Dari Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel Terhadap Toluena

Untuk mengetahui kereaktifan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃, dilakukan uji katalisis melalui reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida. Dalam reaksi ini, tidak digunakan pelarut tambahan. Selain berperan sebagai reaktan, toluena juga berperan sebagai pelarut. Perbandingan antara toluena dan asetil klorida adalah 5:1 mol, dengan jumlah asetil klorida yang digunakan sebanyak $2,5 \times 10^{-3}$ mol. Sedangkan perbandingan mol antara katalis dengan asetil klorida sebesar 1:1. Kemudian, dilakukan pula reaksi asilasi antara toluena dengan asetil klorida menggunakan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh impregnasi [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel terhadap hasil reaksi.

Untuk reaksi asilasi toluena menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$, dilakukan dengan cara mencampurkan 0,17 mL asetil klorida dan 1,3 mL toluena dengan 0,2 mL cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ dan 0,33 gram AlCl_3 . Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 6 jam. Sedangkan untuk reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, dilakukan dengan cara meraksikan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika gel yang telah dibuat dengan 0,33 gram AlCl_3 , 1,3 mL toluena, dan 0,17 mL asetil klorida. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 6 jam.

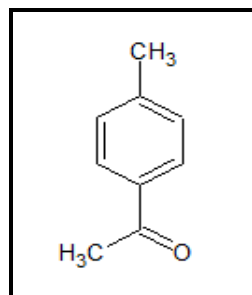
Reaksi yang terjadi merupakan reaksi asilasi Friedel-Crafts dengan katalis cairan ionik asam Lewis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel. Katalis cairan ionik ini bertindak sebagai asam Lewis karena memiliki kemampuan sebagai akseptor elektron. Pada awal reaksi, AlCl_3 mengkatalisis asetil klorida sehingga menjadikannya suatu senyawa elektrofil yang kemudian akan masuk ke dalam cincin sikloheksena pada toluena. Skema reaksi ini terlihat pada gambar 4.3



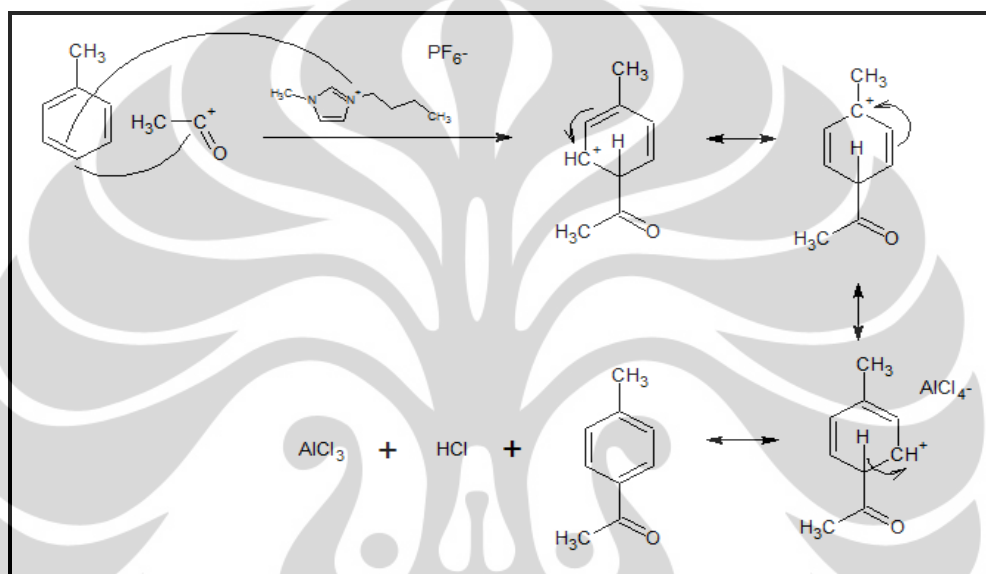
Gambar 4.3 Tahap awal reaksi asilasi toluena

Untuk reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$, elektrofil yang terbentuk bereaksi dengan toluena, dengan dibantu oleh cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$. Sedangkan untuk reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, elektrofil masuk pada cincin sikloheksena pada toluena dengan bantuan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$ -Silika Gel. Peran silika gel pada katalis ini ialah untuk memperbesar luas permukaan cairan ionik. Sehingga, hasil reaksi yang diperoleh diharapkan lebih baik jika dibandingkan dengan hasil reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$.

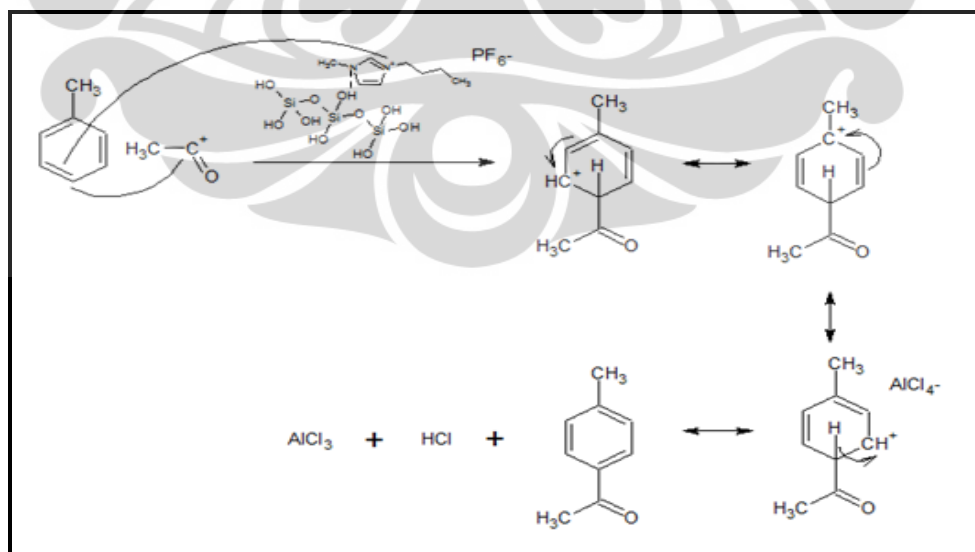
Karena CH_3 pada toluena merupakan pendorong elektron, maka posisi masuknya asetil klorida yang paling stabil pada reaksi ini adalah pada posisi orto dan para. Produk reaksi yang diharapkan terbentuk dari kedua reaksi tersebut ialah metil asetofenon. Struktur metil asetofenon dan mekanisme dari reaksi asilasi ini dapat di lihat pada gambar berikut ini



Gambar 4.4 Senyawa metil asetofenon

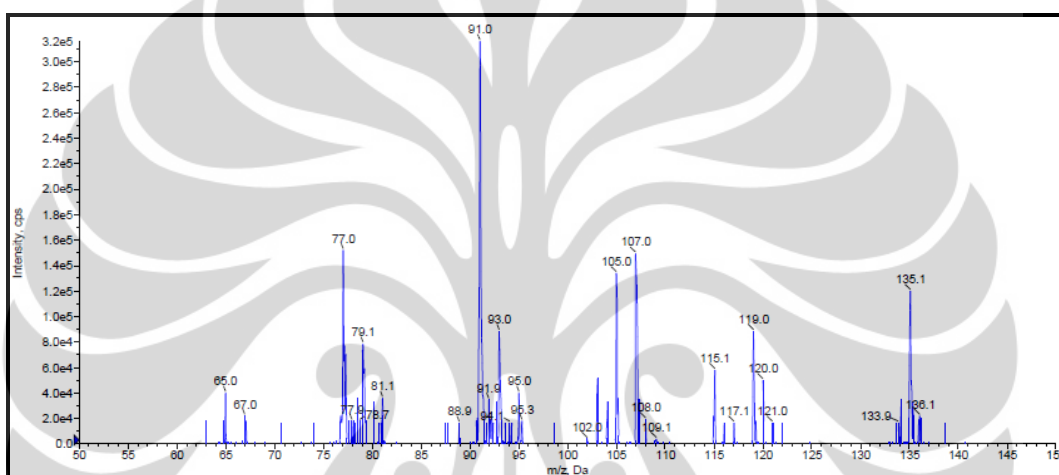


Gambar 4.5 Mekanisme reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃



Gambar 4.6 Mekanisme reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

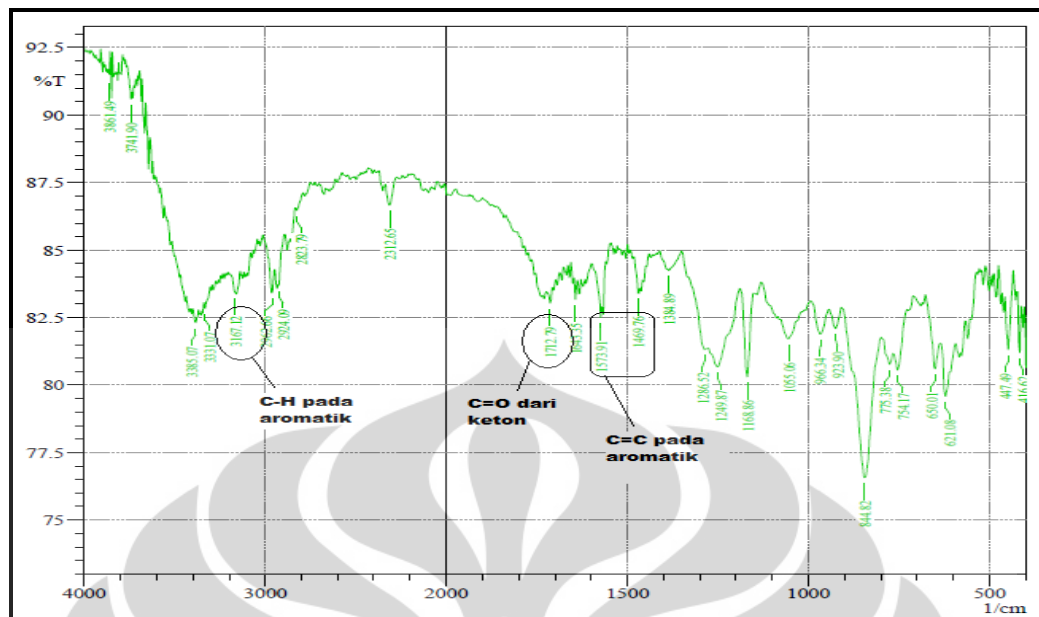
Kemudian dilakukan uji secara kualitatif terhadap kedua reaksi diatas untuk mengetahui apakah terbentuk senyawa metil asetofenon. Uji secara kualitatif dilakukan dengan mengkarakterisasi hasil reaksi yang terbentuk dengan FT-IR dan LC-MS. Pada pengujian dengan LC-MS ini, digunakan *polarity mode positive*. Sehingga apabila terbentuk senyawa metil asetofenon, akan muncul peak dengan m/z 135. Pada hasil karakterisasi kedua reaksi dengan LC-MS, terlihat bahwa terdapat peak dengan m/z sebesar 135 dengan fragmentasi sebagai berikut



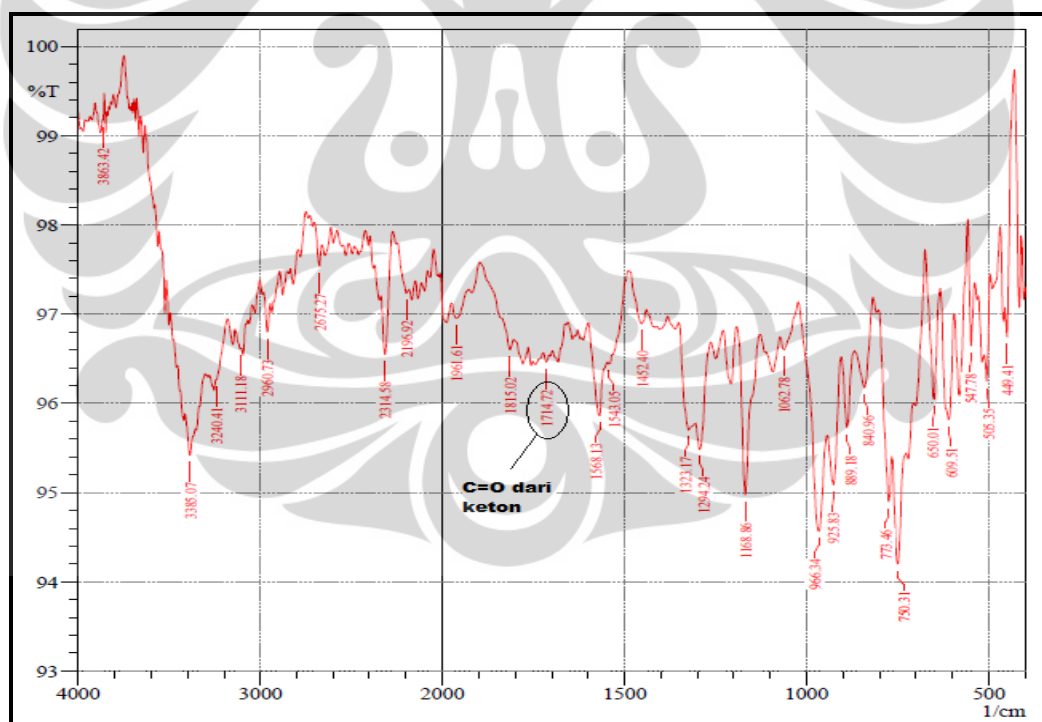
Gambar 4.7 Fragmentasi metil asetofenon menggunakan LC-MS

Dari gambar, terlihat bahwa terdapat peak pada m/z 119 yang merupakan hasil dari pemecahan α -cleavage dari senyawa metil asetofenon. Base peak dari fragmentasi ini berada pada m/z 91, yang merupakan hasil pemecahan gugus asetil pada senyawa metil asetofenon.

Selain itu, dilakukan pula karakterisasi menggunakan FT-IR untuk mengetahui gugus-gugus yang terbentuk dari reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel. Spektrum FT-IR yang terbentuk, terlihat pada gambar 4.8 dan 4.9 berikut ini



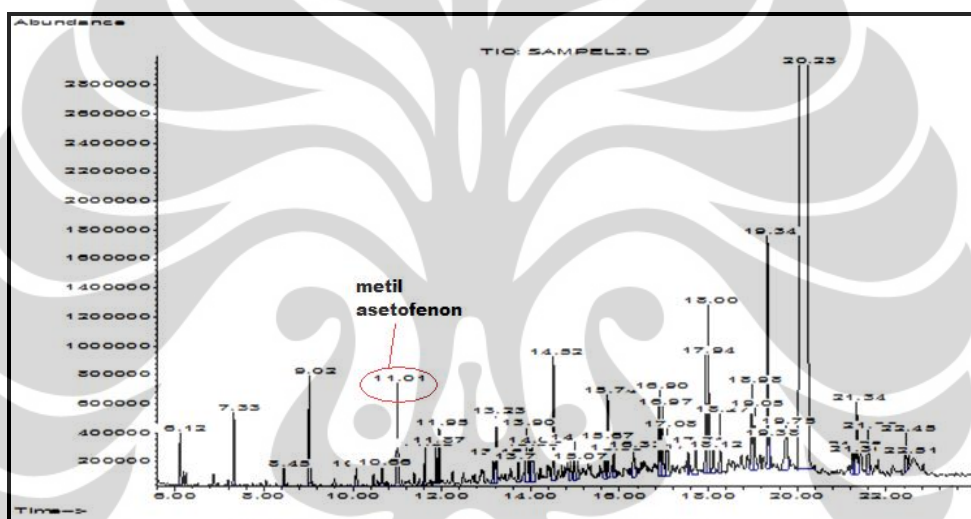
Gambar 4.8 Spektrum FT-IR reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$



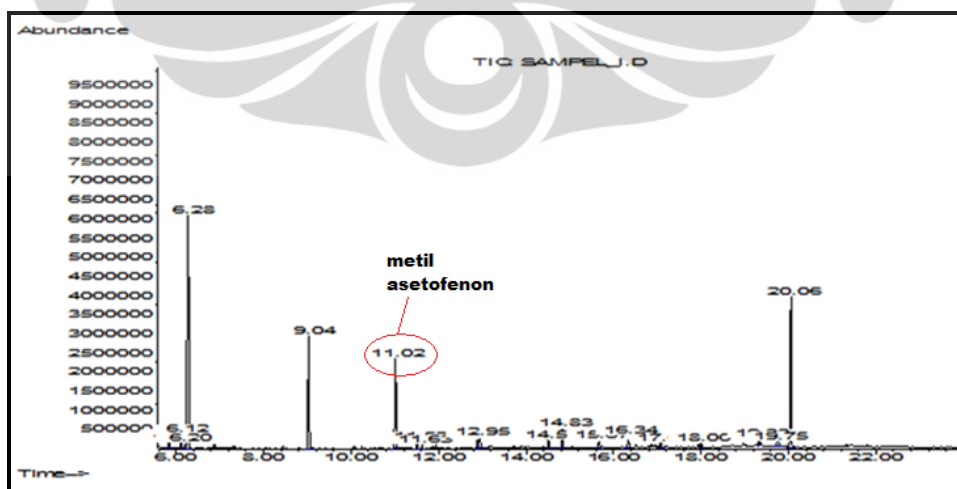
Gambar 4.9 Spektrum FT-IR reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3\text{-Silika Gel}$

Dari kedua spektum diatas, terlihat bahwa terdapat peak yang berasal dari ikatan C=O dari gugus keton. Ikatan C=O dari gugus keton dengan cincin beranggota enam, berada pada rentang panjang gelombang 1725 cm^{-1} - 1700 cm^{-1} . Dimana pada hasil reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$, ikatan C=O tersebut berada pada daerah panjang gelombang $1712,79\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada hasil reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, berada pada daerah panjang gelombang $1714,72\text{ cm}^{-1}$.

Untuk mengetahui secara kualitatif jumlah produk yang terbentuk, dilakukan pula karakterisasi menggunakan GC-MS. Grafik hasil karakterisasi dengan GC-MS dari kedua reaksi asilasi tersebut, ditunjukkan pada gambar dibawah ini



Gambar 4.10 GC-MS asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$



Gambar 4.11 GC-MS asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel

Dari gambar 4.10 dan 4.11 diatas, terlihat bahwa terbentuk senyawa metil asetofenon dari reaksi asilasi toluena baik dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ maupun katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel. Untuk reaksi dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$, terbentuk metil asetofenon pada waktu retensi 11,01 sebesar 0,71%. Sedangkan untuk reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, diperoleh metil asetofenon pada waktu retensi 11,02 sebesar 11,83%. Selain itu, dari gambar juga terlihat bahwa reaksi menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel menghasilkan produk sampingan yang lebih sedikit jika dibandingkan dengan reaksi menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$. Hal ini menunjukkan bahwa katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika selain menghasilkan produk reaksi yang lebih besar, katalis ini juga lebih spesifik jika dibandingkan dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$.

No.	Katalis yang Digunakan	Metil Asetofenon yang Diperoleh (%hasil)
1	$[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$	0,71%
2	$[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel	11,83%

Tabel 4.1 Reaksi asilasi toluena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel

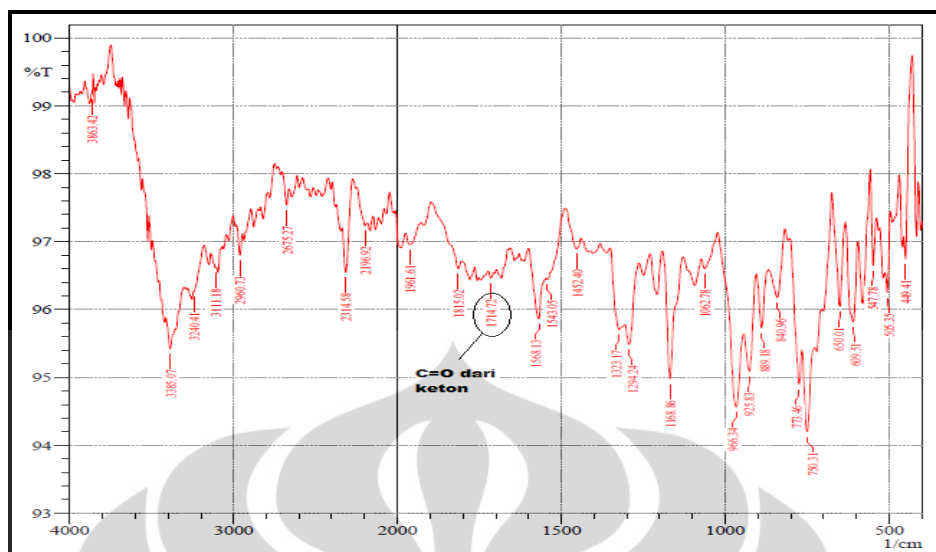
Dari hasil reaksi ini, dapat disimpulkan bahwa reaksi asilasi toluena dengan asetil klorida menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel memberikan hasil yang lebih baik jika dibandingkan dengan reaksi menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$. Oleh karena itu, dipilih penggunaan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel, untuk kemudian dicari waktu optimumnya pada reaksi asilasi toluena dengan asetil klorida.

4.3 Penentuan Waktu Optimum Dari Reaksi Asilasi Toluena dengan Asetil Klorida Menggunakan Katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

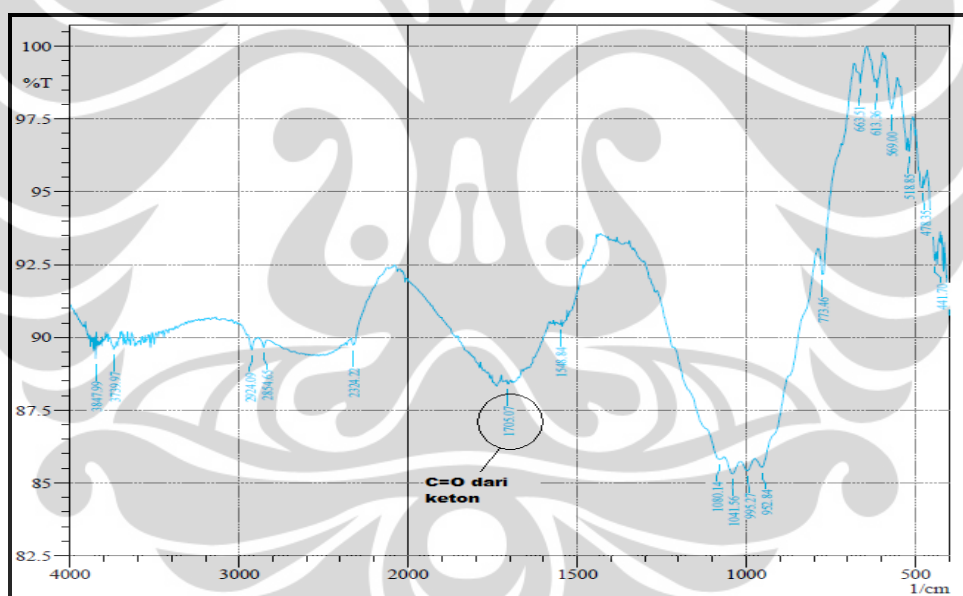
Reaksi ini mula-mula dilakukan dengan cara mengimpregnasi cairan ionik [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel. Impregnasi dilakukan dengan cara mencampurkan [BMIM]PF₆ sebanyak 0,2 mL dengan 0,25 gram silika gel dan 6,25 mL aseton. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur ruang selama 30 jam. Setelah itu, campuran dikeringkan dalam oven pada suhu 55⁰C selama 6 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan sisa aseton yang masih terdapat pada hasil reaksi. Kemudian, diperoleh katalis [BMIM]PF₆-Silika gel yang berupa serbuk berwarna putih.

Setelah itu, katalis [BMIM]PF₆-Silika gel yang telah terbentuk, direaksikan dengan 0,33 gram AlCl₃, 1,3 mL toluena, dan 0,17 mL asetil klorida. Kemudian campuran diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Dilakukan variasi waktu reaksi selama 6 jam, 12 jam, dan 24 jam. Hasil reaksi dikarakterisasi dengan GC-MS, FT-IR, dan LC-MS.

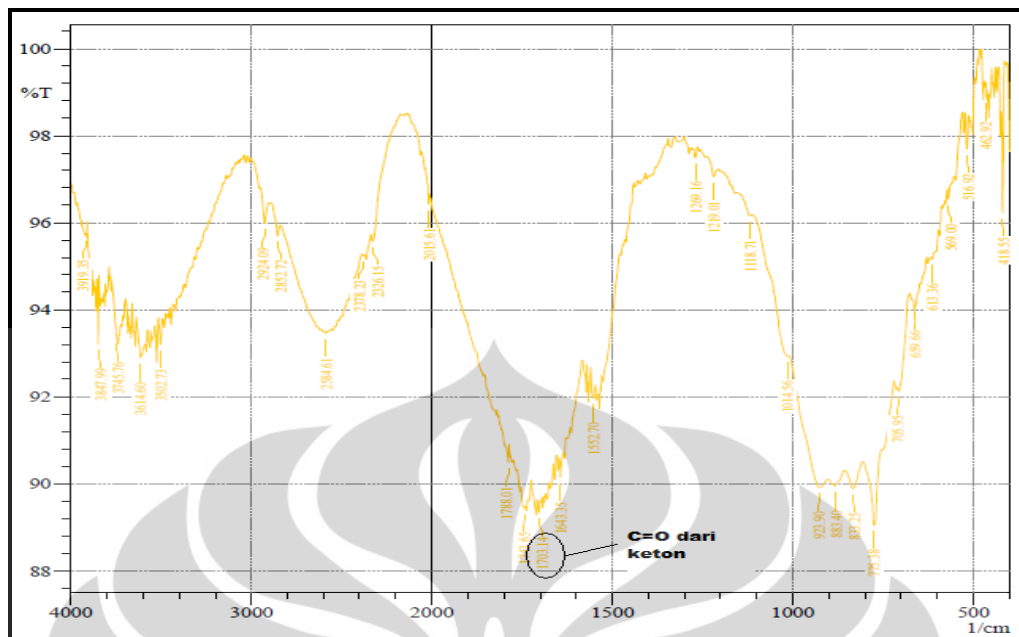
Hasil karakterisasi secara kualitatif dengan LC-MS, menggunakan *polarity mode positive*, menunjukkan bahwa terbentuk senyawa metil asetofenon pada m/z 135. Fragmentasi metil asetofenon yang terbentuk dapat dilihat pada gambar 4.7. Selain itu, dilakukan pula karakterisasi menggunakan FT-IR untuk mengetahui gugus-gugus yang terbentuk dari reaksi. Spektrum FT-IR untuk reaksi asilasi toluena menggunakan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel, dengan waktu reaksi 6 jam, 12 jam, dan 24 jam, terlihat pada gambar dibawah ini



Gambar 4.12 Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3\text{-Silika gel}$



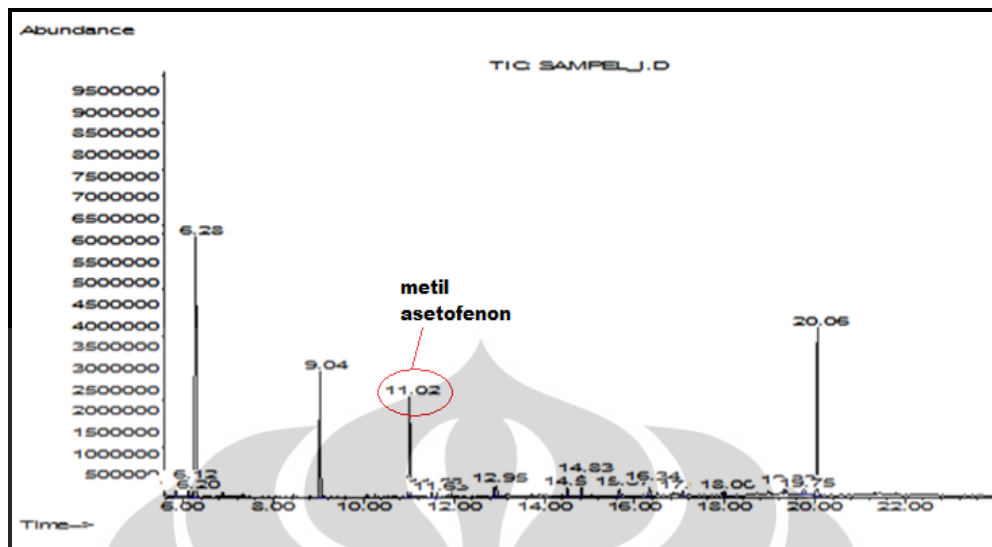
Gambar 4.13 Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi toluena 12 jam dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3\text{-Silika gel}$



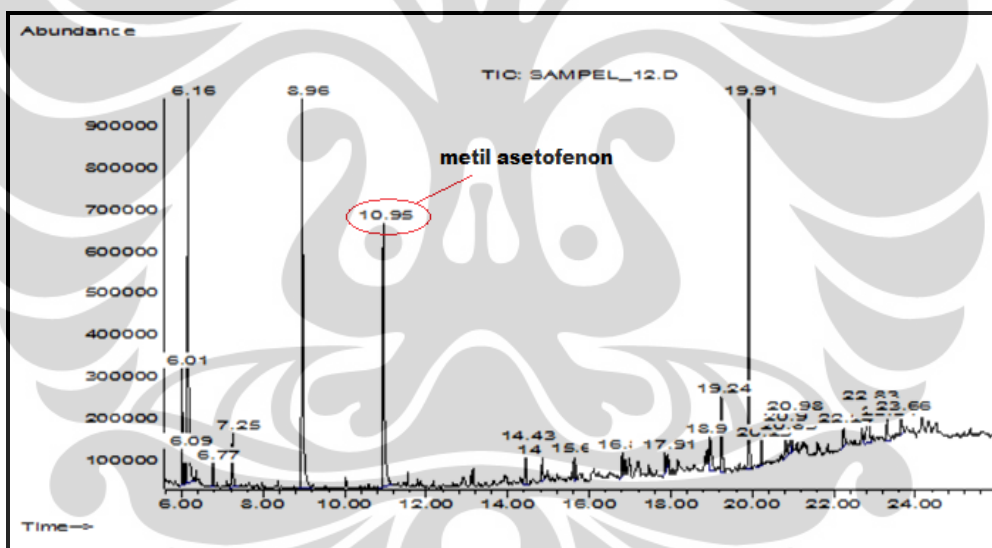
Gambar 4.14 Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi toluena 24 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

Dari ketiga spektrum diatas, terlihat bahwa terdapat peak yang berasal dari ikatan C=O pada keton dengan cincin beranggota enam. Dimana pada spektrum hasil reaksi selama 6 jam, ikatan C=O terdapat pada daerah panjang gelombang 1714,72 cm⁻¹. Sedangkan untuk reaksi selama 12 jam dan 24 jam, ikatan C=O dari keton terdapat pada daerah panjang gelombang 1705,07 cm⁻¹ dan 1703,14 cm⁻¹.

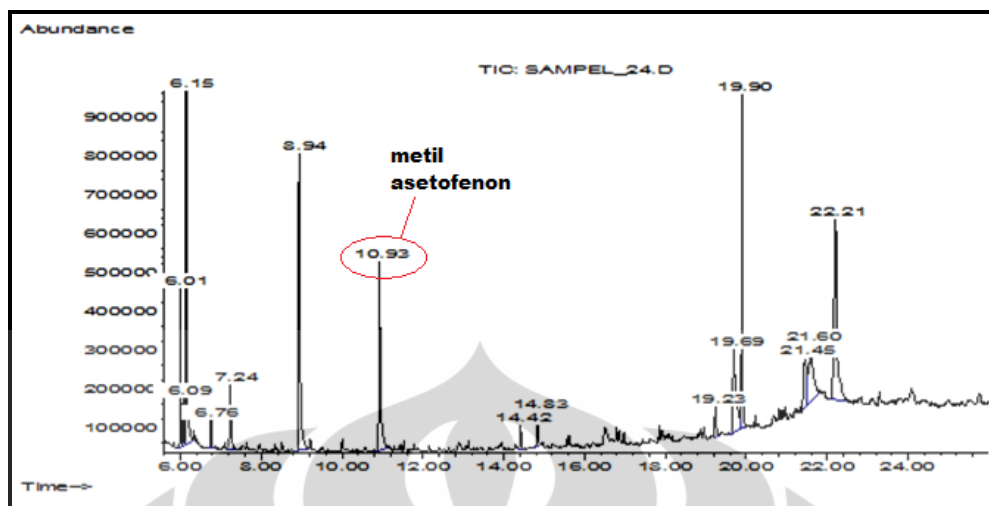
Kemudian, dilakukan pulang pengujian secara kualitatif dengan GC-MS untuk mengetahui jumlah senyawa metil asetofenon yang terbentuk. Hasil karakterisasi dengan GC-MS dari reaksi asilasi toluena selama 6 jam, 12 jam, dan 24 jam, ditunjukkan pada gambar berikut



Gambar 4.15 Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel



Gambar 4.16 Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 12 jam dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika Gel



Gambar 4.17 Hasil GC-MS reaksi asilasi toluena 24 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

Dari grafik hasil karakterisasi dengan GC-MS, terlihat bahwa terdapat peak yang menunjukkan terdapatnya senyawa metil asetofenon. Senyawa metil asetofenon yang terbentuk dari reaksi selama 6 jam (gambar 4.15), sebesar 11,83% dan berada pada daerah waktu retensi 11,02. Dari reaksi selama 12 jam (gambar 4.16), terlihat pula bahwa terdapat peak yang menunjukkan terbentuknya senyawa metil asetofenon. Peak tersebut berada pada waktu retensi 10,95 dengan besar 13,02%. Sedangkan untuk reaksi selama 24 jam (gambar 4.17), senyawa metil asetofenon yang terbentuk terdapat pada waktu retensi 10,93 sebesar 9,13%.

No.	Waktu Reaksi	Metil Asetofenon yang Diperoleh (%hasil)
1	6 jam	11,83%
2	12 jam	13,03%
3	24 jam	9,13%

Tabel 4.2 Penentuan waktu optimum reaksi asilasi toluena

Tabel diatas menunjukkan bahwa waktu optimum reaksi asilasi toluena dengan asetil klorida menggunakan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel, adalah selama 12 jam. Karena pada reaksi dengan waktu 12 jam, diperoleh senyawa metil asetofenon yang paling banyak, yaitu sebesar 13,02%.

4.4 Uji Katalisis Melalui Reaksi Asilasi Benzena Dengan Asetil Klorida

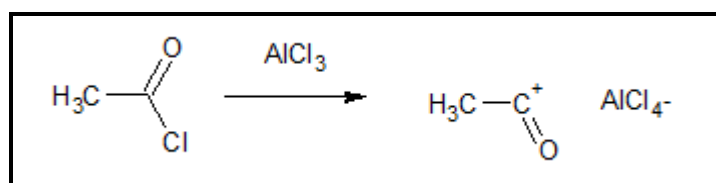
Dilakukan pula reaksi asilasi antara benzena dengan asetil klorida menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel. Sama halnya dengan reaksi asilasi toluena, pada reaksi asilasi benzena ini pun tidak digunakan pelarut tambahan. Benzena yang digunakan sebagai reaktan pada reaksi ini, juga digunakan sebagai pelarut reaksi. Perbandingan mol benzena dengan asetil klorida yang digunakan, sebesar 5:1. Sedangkan perbandingan mol asetil klorida dengan katalis, sebesar 1:1. Senyawa asetil klorida yang digunakan dalam reaksi ini sebesar $2,5 \times 10^{-3}$ mol.

Kemudian, dilakukan reaksi menggunakan kedua katalis tersebut selama 12 jam. Lalu, hasil reaksi dikarakterisasi secara kualitatif menggunakan FT-IR dan LC-MS.

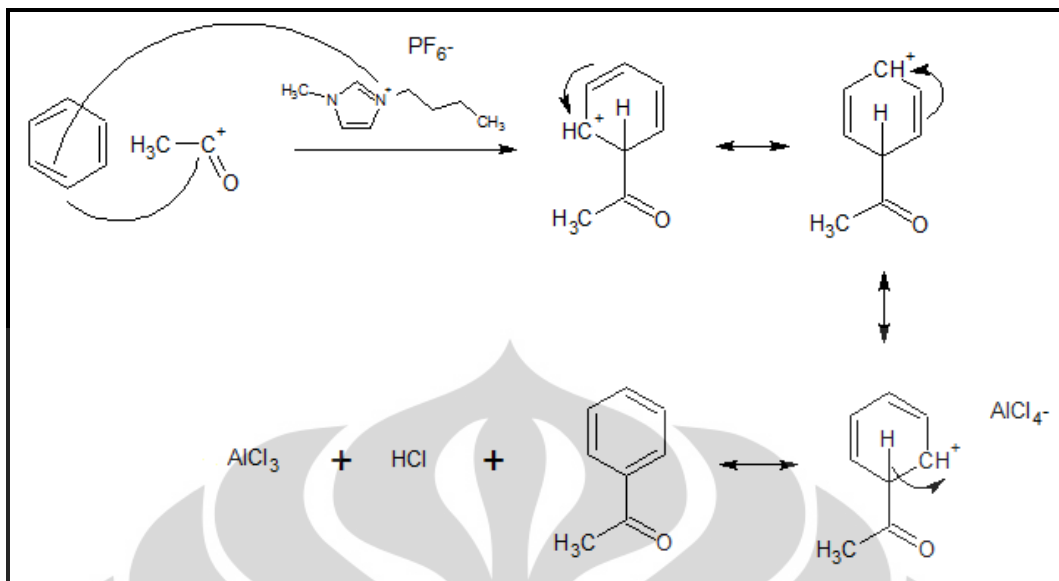
4.4.1 Reaksi Asilasi Benzena Dengan Katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$

Reaksi ini dilakukan dengan cara mencampurkan 1,1 mL benzena, 0,17 mL asetil klorida, 0,33 gram AlCl_3 , dan 0,2 mL cairan ionik $[\text{BMIM}]\text{PF}_6$. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 12 jam. Hasil reaksi kemudian dikarakterisasi dengan FT-IR dan LC-MS.

Seperti halnya pada reaksi asilasi toluena, pada awal reaksi, asetil klorida terlebih dahulu dikalasi oleh AlCl_3 untuk membentuk elektrofil. Elektrofil inilah yang kemudian masuk ke dalam cincin sikloheksena pada benzena. Namun, pada reaksi asilasi terhadap benzena, tidak ada faktor sterik yang menyebabkan elektrofil harus masuk pada posisi tertentu. Elektrofil dapat masuk pada atom karbon manapun dalam benzena. Mekanisme reaksi asilasi benzena dengan bantuan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ ini ditunjukkan pada gambar 4.18



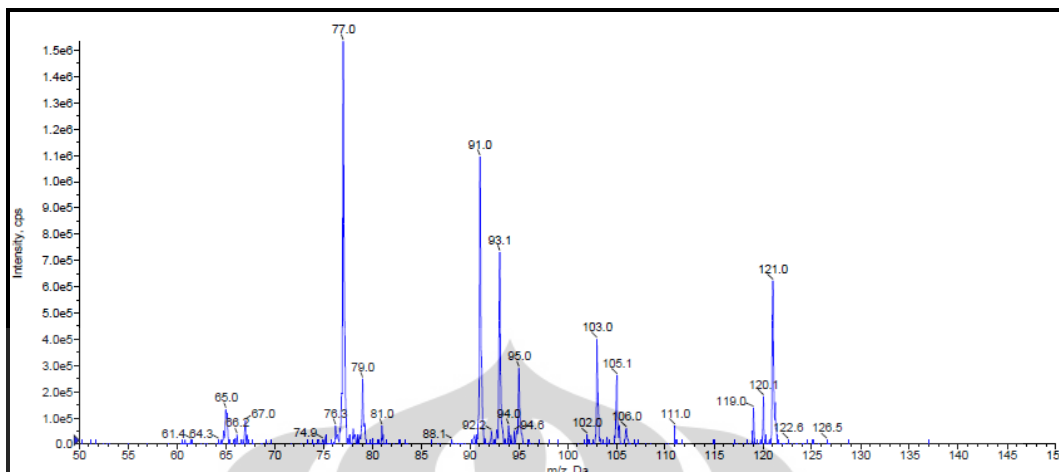
(a)



(b)

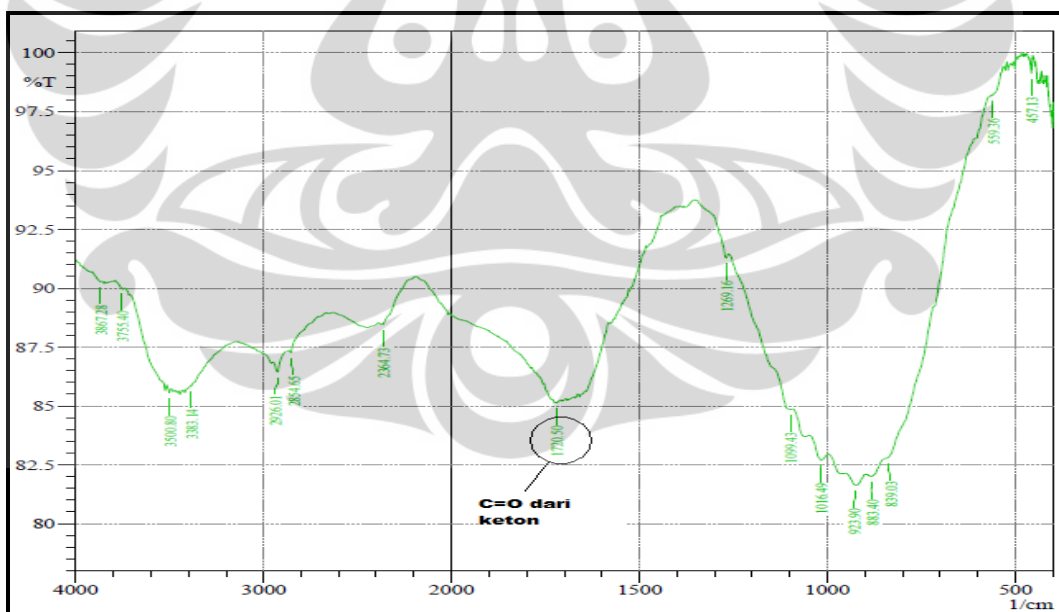
Gambar 4.18 Tahap awal reaksi asilasi benzena (a) serta mekanisme reaksi asilasi benzena (b) dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃

Dilakukan karakterisasi terhadap hasil reaksi menggunakan FT-IR dan LC-MS. Dari hasil reaksi karakterisasi menggunakan LC-MS menggunakan *polarity mode positive*, terbukti bahwa terbentuk senyawa asetofenon dari reaksi asilasi benzena menggunakan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃. Hasil LC-MS menunjukkan bahwa terdapat senyawa dengan m/z sebesar 121. Dari spektrum LC-MS juga terlihat bahwa terdapat peak dengan m/z sebesar 105 yang merupakan hasil pemecahan α -cleavage dari asetofenon. Base peak pada spektrum ini terdapat pada peak dengan m/z sebesar 77, yang merupakan hasil pemecahan gugus asetil pada asetofenon. Gambar fragmentasi asetofenon pada LC-MS terlihat pada gambar 4.19



Gambar 4.19 Fragmentasi LC-MS dari reaksi asilasi benzena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$

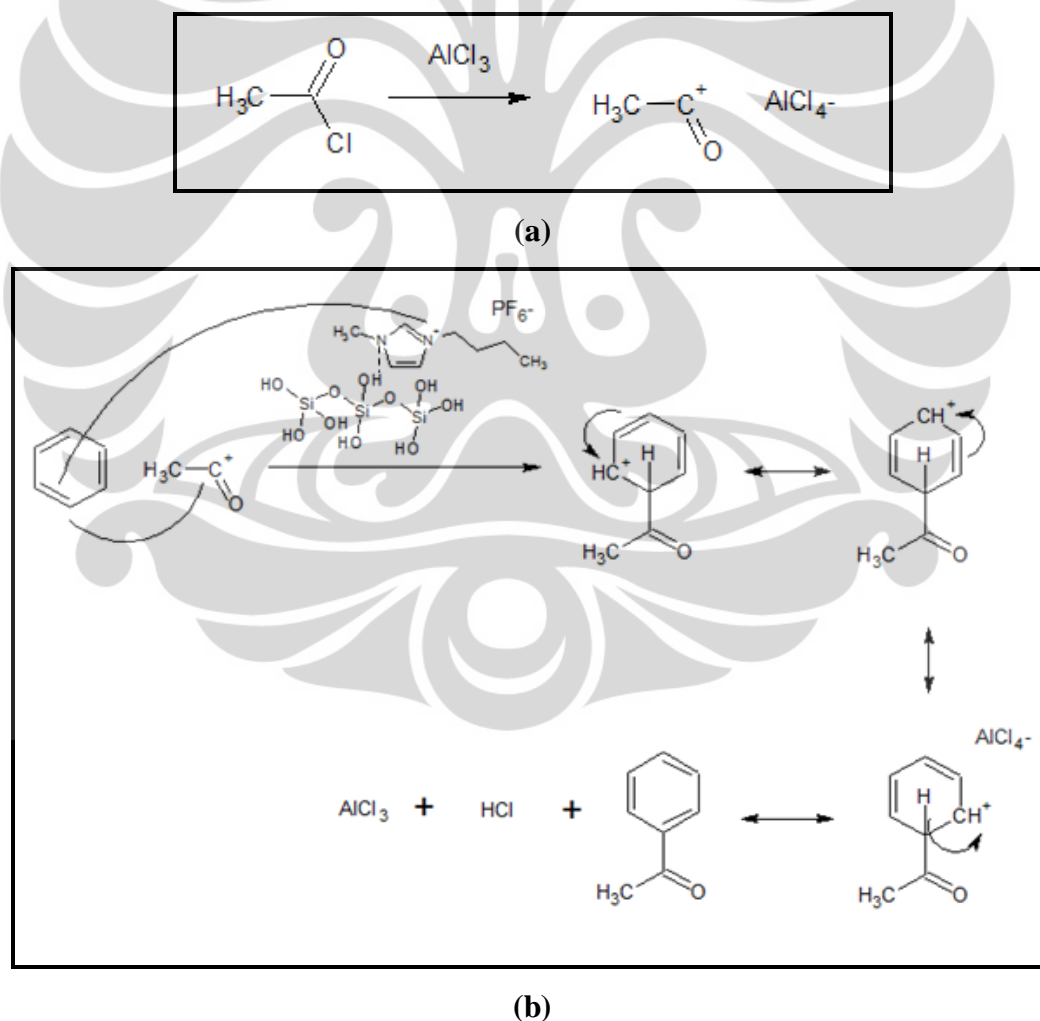
Selain itu, dilakukan pula karakterisasi menggunakan FT-IR. Pada spektrum hasil karakterisasi dengan FT-IR, terlihat bahwa terdapat ikatan C=O yang berasal dari senyawa keton dengan cincin enam, yaitu pada daerah panjang gelombang $1720,50 \text{ cm}^{-1}$. Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi benzena dengan asetil klorida menggunakan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ terlihat pada gambar 4.20



Gambar 4.20 Spektrum FT-IR reaksi asilasi benzena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$

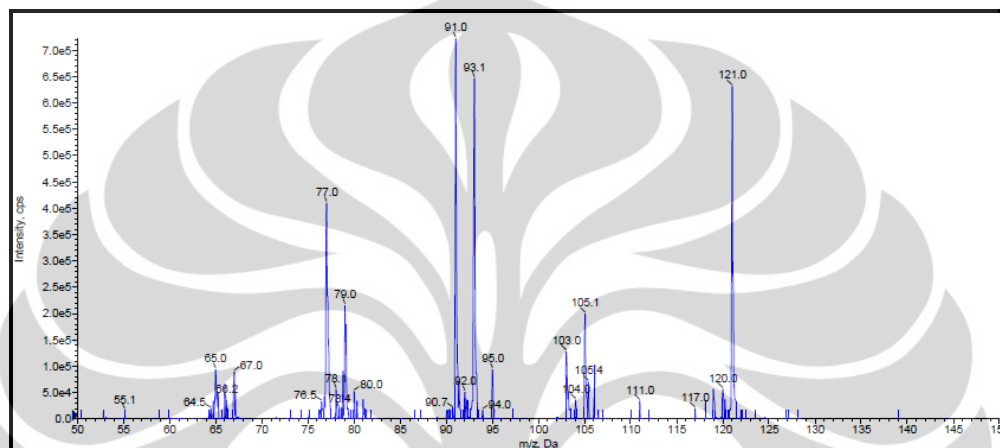
4.4.2 Reaksi Asilasi Benzena Dengan Katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

Reaksi ini dilakukan dengan terlebih dahulu mengimpregnasi [BMIM]PF₆ ke dalam silika gel. Reaksi impregnasi dilakukan dengan cara mencampurkan 0,2 ml [BMIM]PF₆, 0,25 gram silika gel, dan 6,25 mL aseton. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 jam pada suhu ruang. Setelah itu, campuran dikeringkan dalam oven pada suhu 55⁰C selama 6 jam. Kemudian, diperoleh katalis [BMIM]PF₆-Silika gel yang berupa serbuk berwarna putih. Katalis kemudian direaksikan dengan 1,1 mL benzena, 0,17 mL asetil klorida, dan 0,33 gram AlCl₃. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetik sirrer* selama 12 jam pada suhu ruang. Mekanisme reaksi yang terjadi, terlihat pada gambar 4.21 dibawah ini

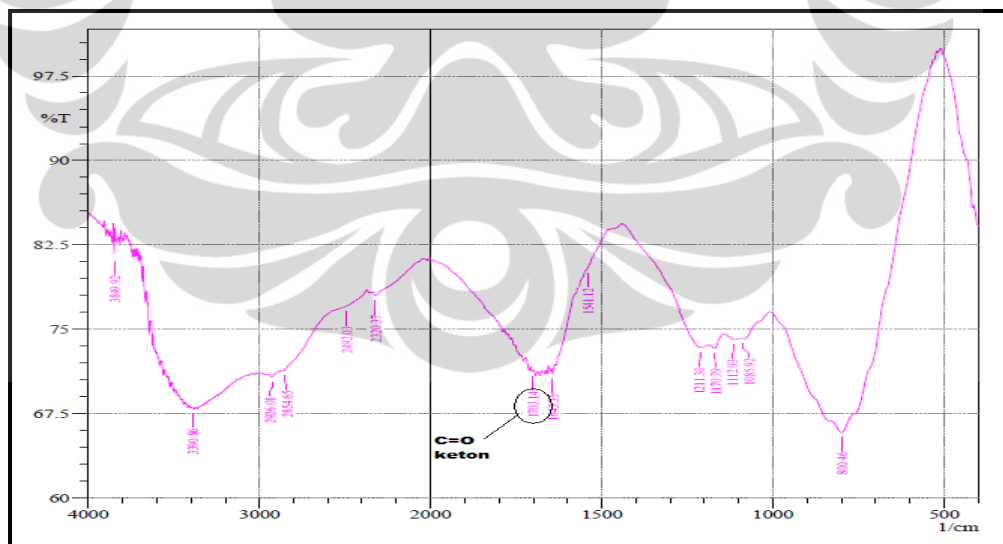


Gambar 4.21 Tahap awala reaksi (a) dan mekanisme reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel (b)

Hasil karakterisasi dengan LC-MS dan FT-IR dari reaksi ini juga membuktikan bahwa terdapat senyawa keton. Dari fragmentasi dengan LC-MS, diketahui bahwa terdapat peak pada $m/z + 1$ sebesar 121 yang menunjukkan terbentuknya asetofenon. Dari hasil karakterisasi dengan LC-MS juga terlihat bahwa terdapat peak dengan m/z sebesar 105 yang merupakan hasil pemecahan α -cleavage dari senyawa asetofenon.



Gambar 4.22 Fragmentasi LC-MS dari reaksi asilasi benzena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3\text{-Silika Gel}$



Gambar 4.23 Spektrum FT-IR dari reaksi asilasi benzena dengan katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3\text{-Silika Gel}$

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini antara lain:

1. Katalis cairan ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel berhasil dibuat melalui metode impregnasi cairan ionik ke dalam silika gel.
2. Reaksi asilasi toluena maupun benzena, dapat dilakukan dengan bantuan katalis cairan ionik [BMIM]PF₆/AlCl₃ dan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel.
3. Reaksi katalisis menggunakan [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel, menghasilkan hasil yang lebih baik jika dibandingkan dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃.
4. Asilasi toluena paling optimum didapatkan dari reaksi selama 12 jam menggunakan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel, dengan jumlah metil asetofenon yang terbentuk sebesar 13,02%.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu:

1. Dilakukan variasi terhadap suhu reaksi untuk mengetahui suhu optimum dari reaksi.
2. Menyediakan standar produk agar dapat dibandingkan dengan produk yang terbentuk dan agar hasil reaksi dapat dikarakterisasi dengan GC.

DAFTAR PUSTAKA

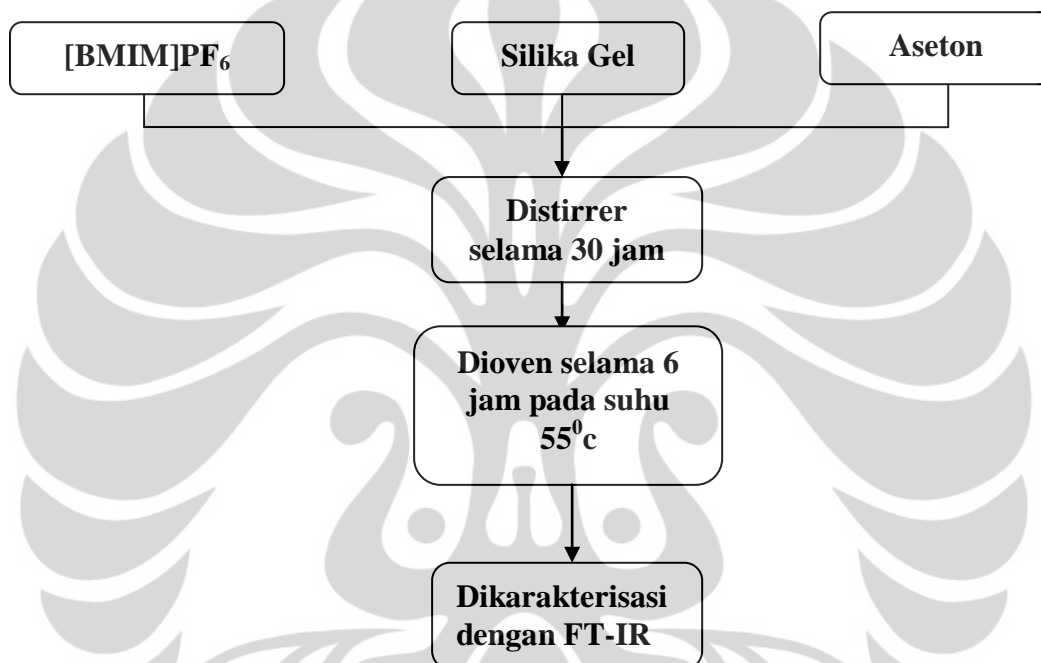
- Abian, J. 1999. *The Coupling of Gas and Liquid Chromatography with Mass Spectrometry*. Spain
- Allwood, J. William. 2009. *An Introduction to Liquid Chromatography–Mass Spectrometry Instrumentation Applied in Plant Metabolomic Analyses*.
- Cahyana, Antonius Herry. 2011. *Lecture Notes: Penentuan Struktur Molekul*. Depok: FMIPA UI
- Chen, Weiguang dan Hengbo Yin. 2010. *Acylation of Salicylamide to 5-Acetylsalicylamide Using Ionic Liquids as Dual Catalyst and Solvent*. China
- Chi, Yuguang, Yanli Feng, Sheng Wen, Huixiong Lu. 2007. *Determination of Carbonyl Compounds in the Atmosphere by DNPH Derivatization And LC-ESI-MS/MS Detection*. China
- Farnetti, Erica, Roberta Di Monte dan Jan Kaspar. *Homogeneous and Heterogeneous Catalysis*. Italia
- Fessenden, Ralph J. dan Joan S. Fessenden. *Kimia Organik Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga
- Hart, Harold, Leslie E. Craine dan David J. Hart. 2003. *Kimia Organik: Suatu Kuliah Singkat*. Jakarta: Erlangga
- Hendayana, Sumar, Asep Kadarohman, AA Sumarna, Asep Supriatna dan Buchori. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang Press
- Holbrey, J. D. dan K.R. Sheddon. 1999. *Ionic Liquid*
- Jang, Doo Ok, Kyung Soo Moon, Dae HyanCho dan Joong-Gon Kim. 2006. *Highly Selective Catalytic Friedel-Crafts Acylation and Sulfonation of Activated Aromatic Compounds Using Indium Metal*. Korea Selatan
- Pitt, James J. 2009. *Principles and Applications of Liquid Chromatography-Mass Spectrometry in Clinical Biochemistry*.
- Puspita Sari, Linda. 2011. *Reaksi Substitusi Nukleofilik Antara Benzil Klorida dan Kalium Sianida Menggunakan Katalis Cairan Ionik [BMIM]PF₆-Silika Gel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.

- Setyawati, Yuliga. 2012. *Studi Reaksi Alkilasi Benzena dengan Diklorometana Menggunakan Katalis Cairan Organik*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Sivakumar, T, R. Manavalan dan K. Valliappan. 2007. *Development And Validation of a Reversed-Phase HPLC Method For Simultaneous Determination of Domperidone And Pantoprazole In Pharmaceutical Dosage Forms*. India
- Sheldon, Roger. 2001. *Catalytic Reactions in Ionic Liquids*.
- Skoog, Douglas A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch. *Analytical Chemistry*.
- Sulastri, Siti. 2009. *Modifikasi Silika Gel Dalam Kaitannya Dengan Peningkatan Manfaat*. Yogyakarta
- Sunardi. 2005. *Penuntun Praktikum Kimia Analisis Instrumentasi*. Depok: FMIPA UI.
- Tang, Liang, William L. Fitch, Michael S. Alexander dan John W. Dolan. 2000. *Expediting the Method Development And Quality Control of Reversed-Phase Liquid Chromatography Electrospray Ionization Mass Spectrometry for Pharmaceutical Analysis by Using an LC/MS Performance Text Mix*. California
- Van Doorslaer, Charlie, Joos Wahlen, Pascal Martens, Koen Binnemans dan Dirk De Vos. 2010. *Immobilization of Molecular Catalyst in Supported Ionic Liquid Phases*.
- Wibowo, Widajanti. 2004. *Hand Out Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: FMIPA UI.
- Welton, Tom. 2004. *Ionic Liquids in Catalysis*. London
- Xin-Hua, Yuan, Chen Min, Dai Qi-xun, dan Cheng Xiao-nong. 2008. *Friedel-Crafts Acylation of Anthracene with Oxalyl Chloride Catalyzed by Ionic Liquid of [BMIM]Cl/AlCl₃*. China
- Yue, Caibo dan Dong Fang. 2011. *Synthesis and Application of Task-Specific Ionic Liquids Used as Catalysts and/or Solvents in Organic Unit Reactions*. China
- Zhao, Hua dan Sanjay V. Malhotra. 2002. *Applications of Ionic Liquids in Organic Synthesis*. USA
www.sciencelab.com (diakses pada 28 Januari 2012 pukul 15.06 WIB)

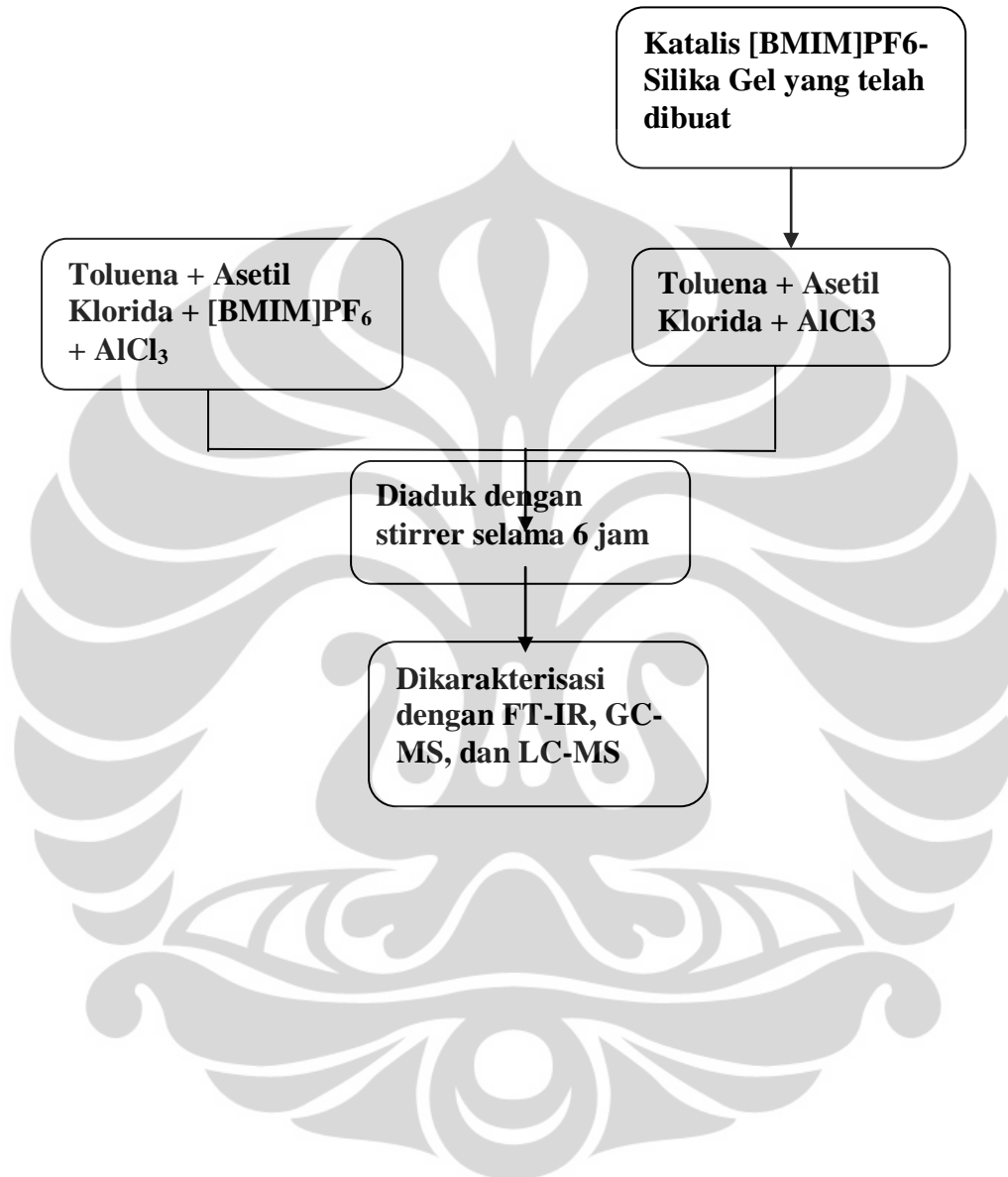
LAMPIRAN

Lampiran1. Bagan alur penelitian

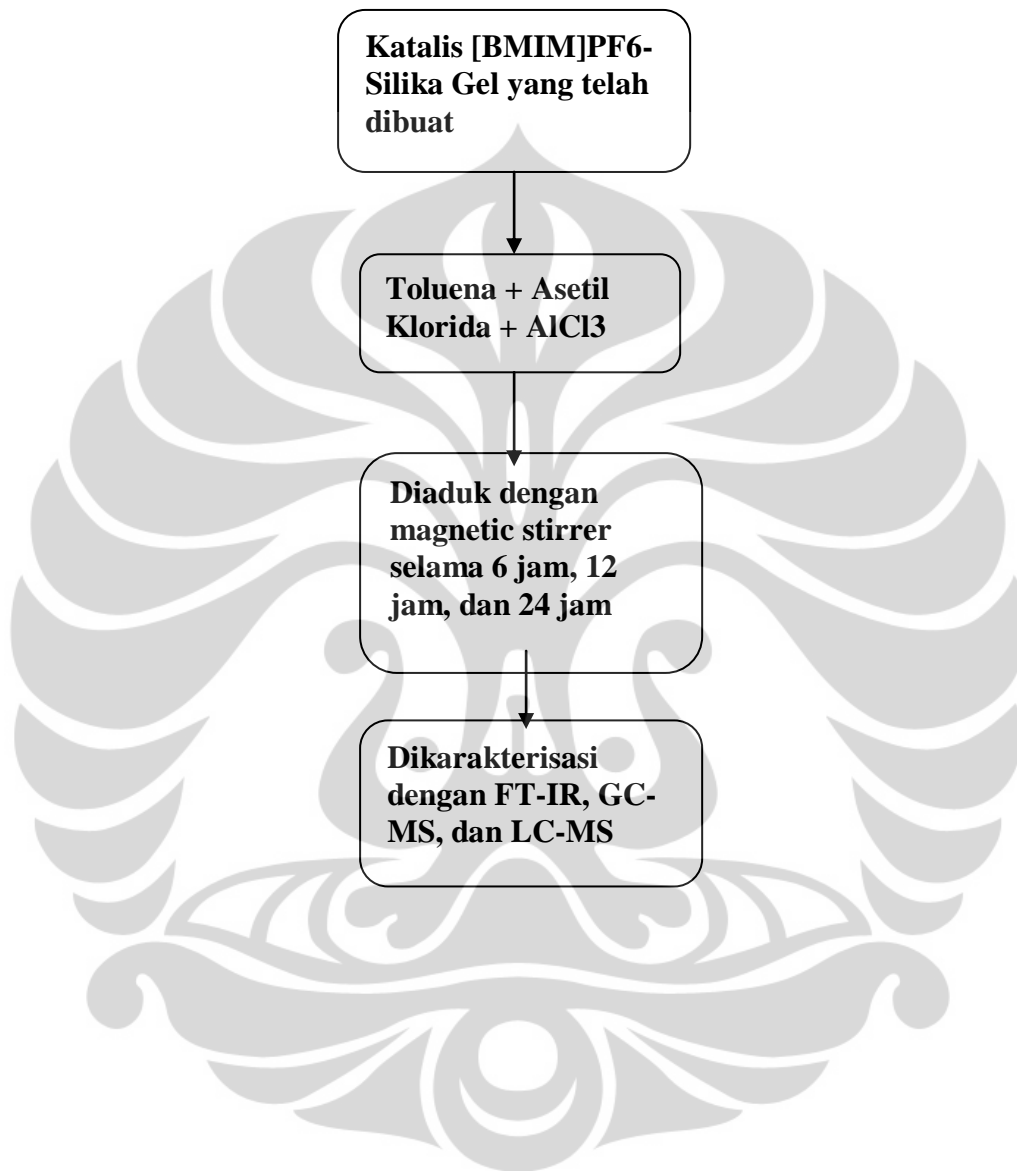
- Proses pembuatan [BMIM]PF₆-Silika Gel



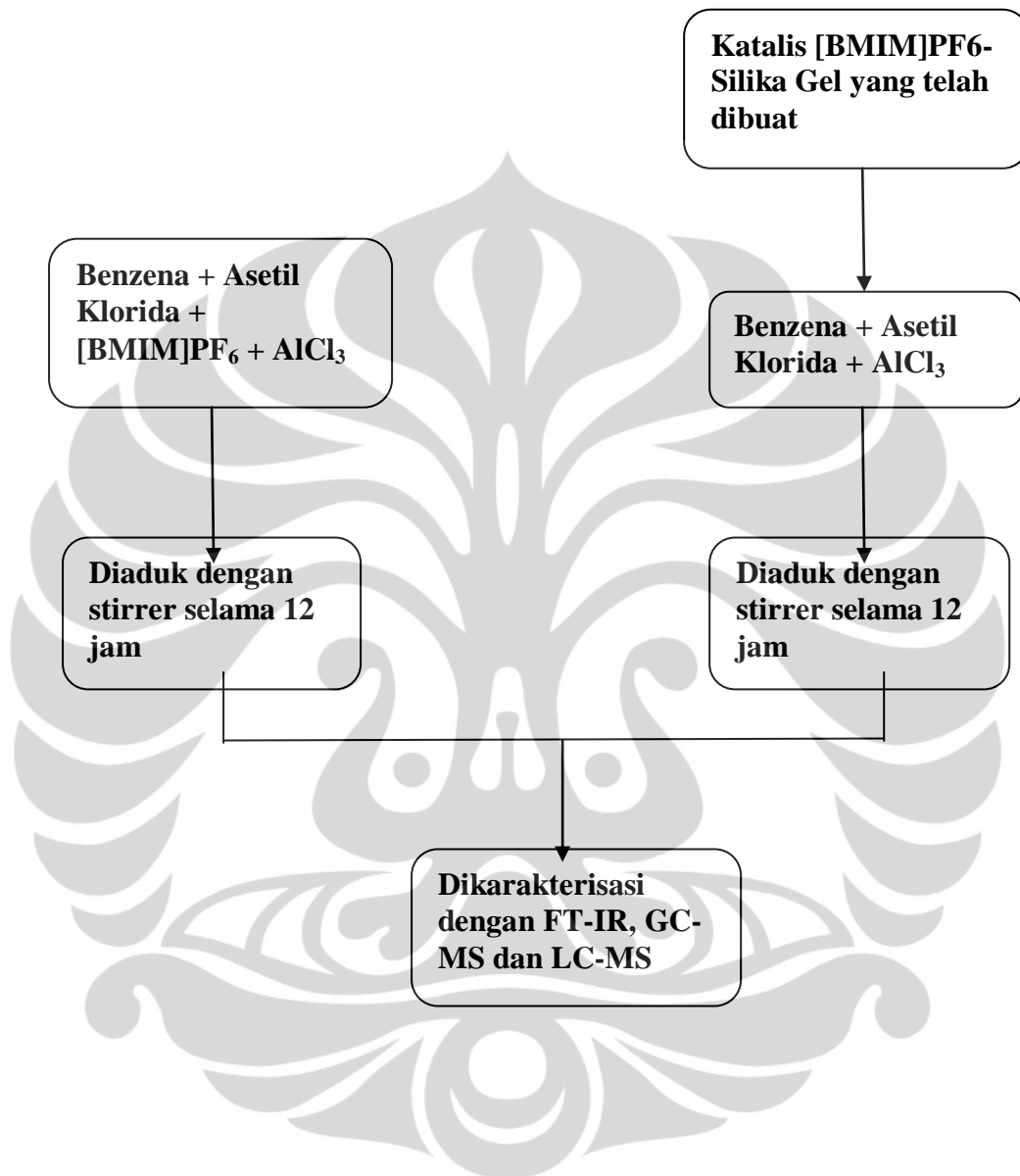
- Uji perbandingan sifat katalisis katalis $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ dan $[\text{BMIM}]\text{PF}_6/\text{AlCl}_3$ -Silika gel



- Mencari waktu optimum reaksi asilasi toluena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel

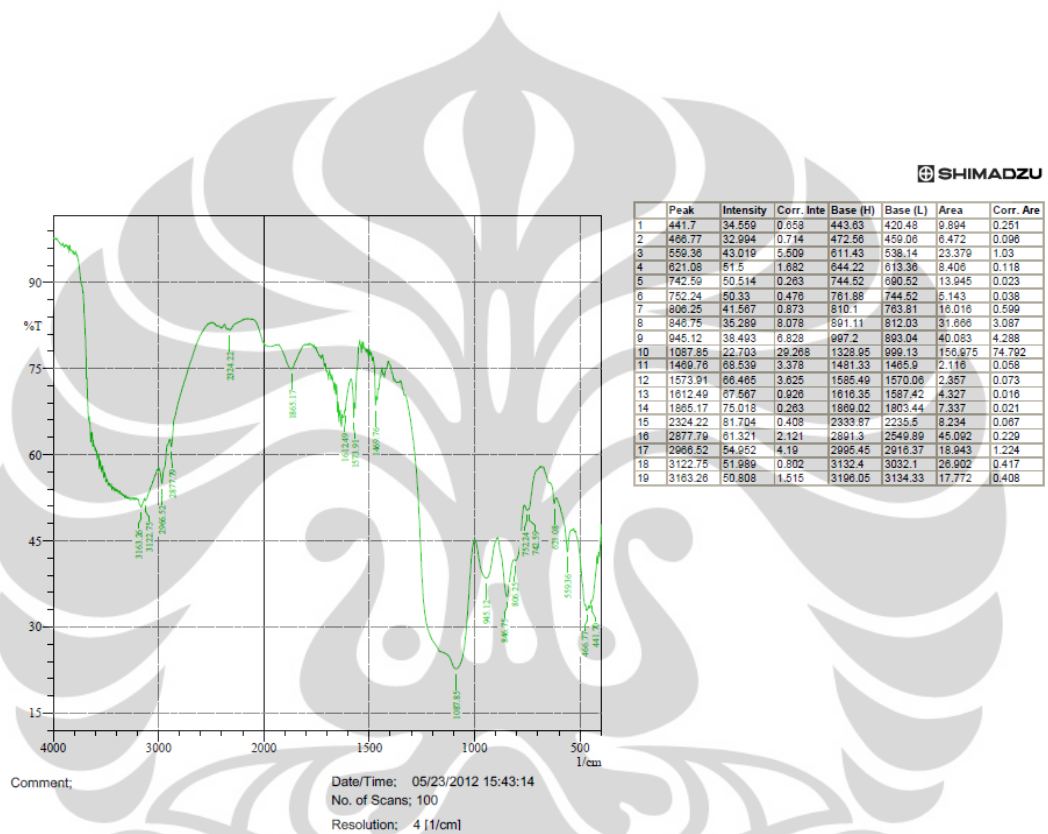


- Reaksi asilasi benzena



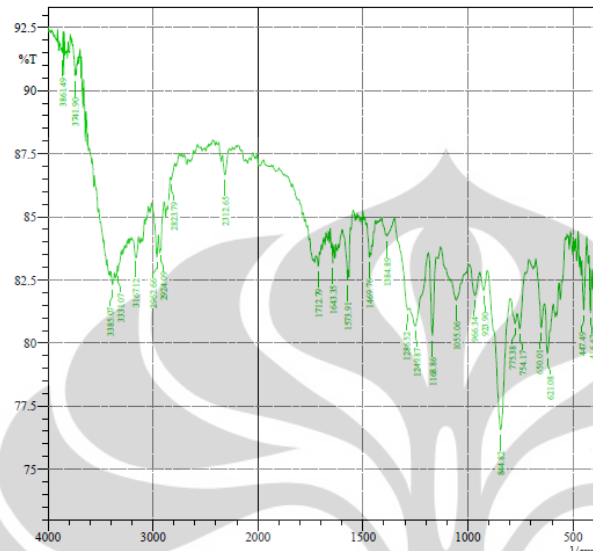
Lampiran 2. Spektrum FT-IR

- Katalis [BMIM]PF₆-Silika Gel



- Reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃

SHIMADZU

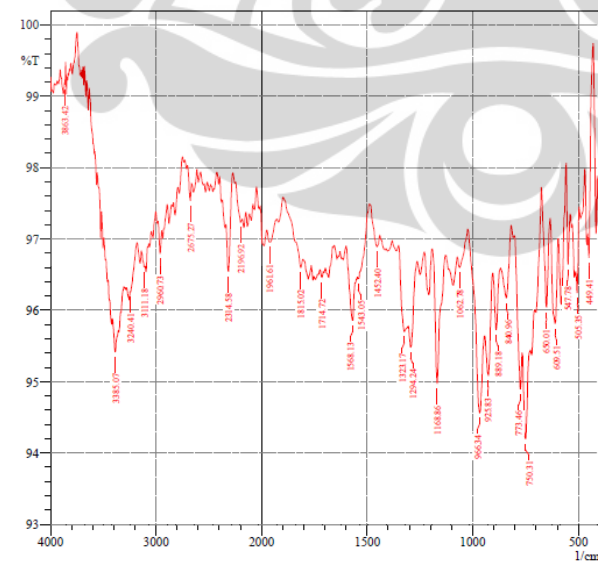


Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are	
1	416.62	81.186	1.958	422.41	412.77	0.827	0.056
2	447.49	81.309	2.373	457.13	433.98	1.93	0.149
3	621.08	79.577	1.331	634.58	611.43	2.208	0.085
4	650.01	80.603	1.555	675.09	636.51	3.393	0.144
5	754.17	80.541	1.553	763.81	729.09	3.09	0.098
6	773.38	80.757	0.594	788.53	765.74	2.971	0.051
7	844.82	78.565	5.66	908.47	800.46	10.599	1.468
8	923.9	82.088	0.741	943.19	910.4	2.752	0.068
9	968.34	81.884	1.046	993.34	945.12	4.053	0.136
10	1055.06	81.705	0.693	1079.28	1033.85	3.66	0.092
11	1168.86	80.289	3.193	1188.15	1151.5	3.148	0.275
12	1249.87	80.669	1.391	1276.88	1190.08	7.619	0.366
13	1296.52	81.316	0.526	1330.88	1276.88	4.522	0.059
14	1384.99	84.239	0.716	1409.96	1352.1	4.224	0.125
15	1489.76	83.406	0.477	1481.33	1465.9	1.171	0.016
16	1573.91	82.488	0.634	1598.99	1570.06	2.231	-0.004
17	1643.35	83.167	0.769	1647.21	1637.56	0.751	0.017
18	1712.79	83.027	0.49	1718.58	1707	0.92	0.015
19	2312.65	66.668	0.878	2335.8	2274.07	3.694	0.139
20	2823.79	86.467	0.256	2835.36	2796.78	2.392	0.028
21	2924.09	83.81	0.261	2927.84	2893.22	4.88	0.01
22	2982.66	83.491	1.198	3010.89	2947.23	4.665	0.14
23	3167.12	83.427	0.066	3190.26	3165.19	1.925	-0.002
24	3331.07	82.836	0.327	3336.85	3305.99	2.473	0.033
25	3385.07	82.296	0.323	3400.5	3377.36	1.934	0.022
26	3741.9	90.589	0.505	3761.19	3736.12	1.011	0.026
27	3861.49	91.381	0.64	3865.35	3855.7	0.362	0.015

Comment: Date/Time: 04/10/2012 11:13:23
No. of Scans:

- Reaksi asilasi toluena 6 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika Gel

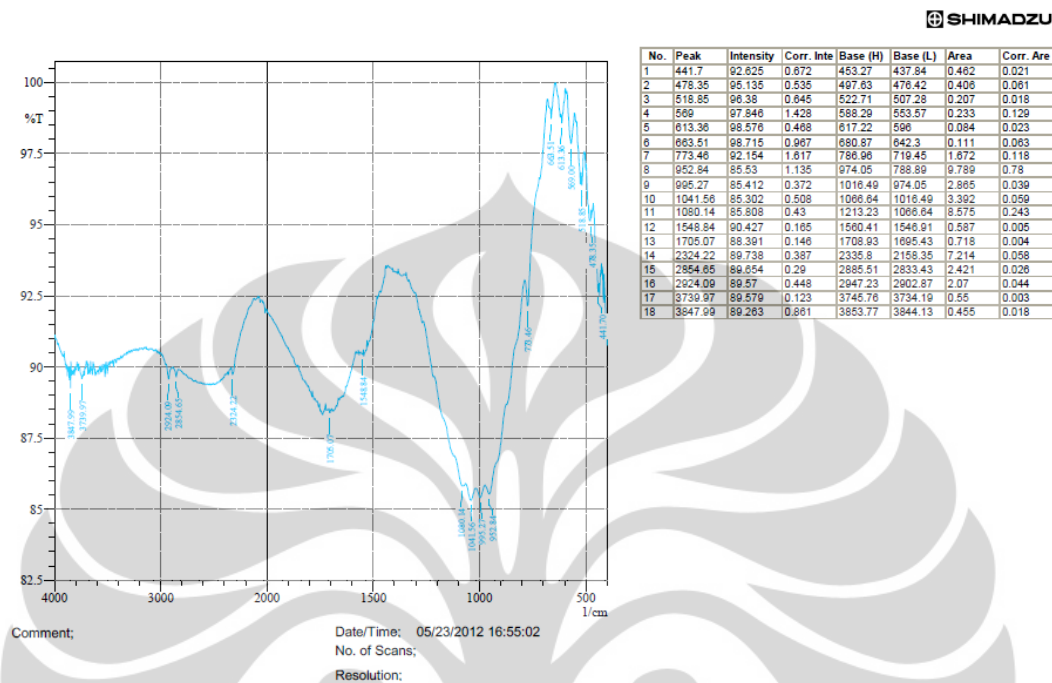
SHIMADZU



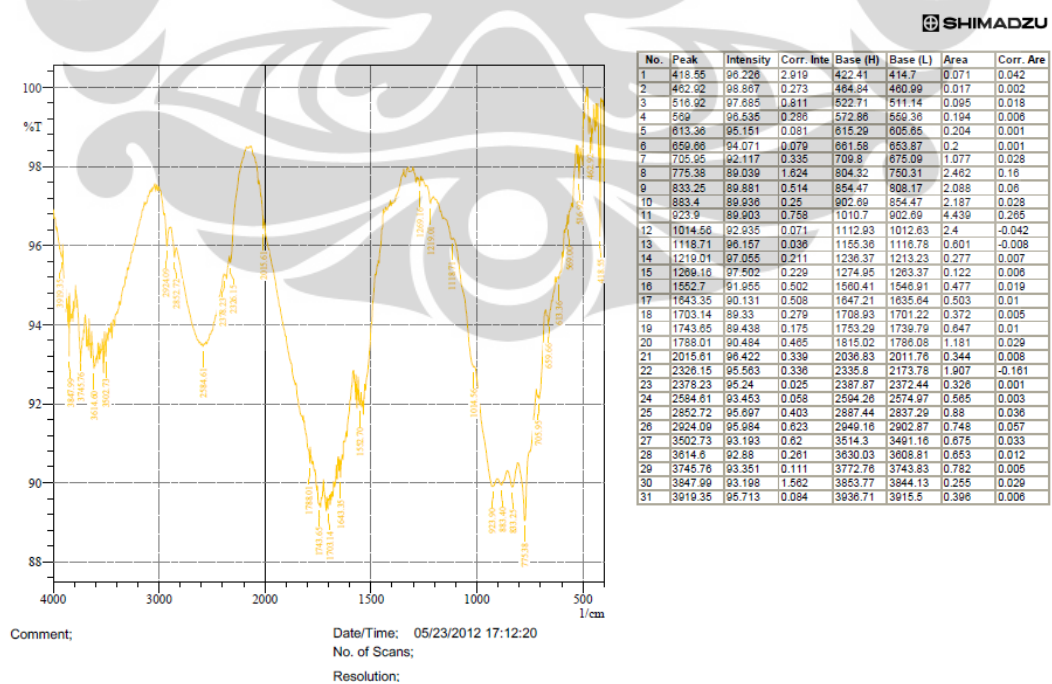
No. Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are	
1	449.41	96.7342	0.9687	455.2	430.13	0.1999	0.0243
2	505.35	96.2419	0.7059	513.07	495.71	0.2548	0.025
3	647.78	96.6436	1.0574	657.43	638.14	0.2413	0.0473
4	666.51	93.5145	1.2921	632.65	596	0.5985	0.1362
5	650.01	90.0412	1.4294	675.09	632.85	0.5923	0.1276
6	750.31	94.1977	1.1935	763.81	727.16	0.9432	0.0944
7	773.46	94.8954	0.8551	802.39	765.74	0.9943	0.0753
8	840.96	96.173	0.7411	867.97	817.82	0.7714	0.0859
9	889.18	95.7229	0.8292	904.61	869.9	0.587	0.0587
10	925.83	95.0332	0.9716	943.19	906.54	0.7181	0.0849
11	968.34	94.5627	1.4794	1022.27	945.12	1.4807	0.2181
12	1062.79	96.6018	0.2229	1072.42	1024.2	0.8811	0.0321
13	1168.86	94.9726	1.8572	1192.01	1125.36	1.11	0.2165
14	1294.24	95.4803	0.5436	1305.81	1263.37	0.7502	0.0472
15	1323.17	95.702	0.4807	1350.17	1307.74	0.755	0.0622
16	1452.4	96.8944	0.2596	1489.05	1440.83	0.6127	0.0316
17	1543.05	96.4392	0.05	1544.98	1489.05	0.7679	0.0288
18	1568.13	95.8588	0.7865	1598.99	1546.91	0.8542	0.09
19	1714.72	96.4569	0.0677	1724.36	1707	0.2675	0.0033
20	1815.02	96.5963	0.2067	1897.85	1805.37	1.1841	0.0168
21	1961.61	96.8651	0.2135	1975.11	1929.82	0.5952	0.025
22	2198.92	97.2319	1.869	2245.14	2183.42	0.7015	0.0314
23	2314.58	96.5449	0.9012	2335.8	2272.15	0.9037	0.1263
24	2675.27	97.5311	0.3307	2702.27	2661.77	0.3997	0.0269
25	2960.73	96.7936	0.3881	2980.02	2945.3	0.4612	0.0312
26	3111.18	96.6089	0.06	3138.18	3103.46	0.5063	0.0048
27	3240.41	96.2631	0.0253	3242.34	3180.62	0.9282	0.0073
28	3385.07	95.416	0.3105	3410.15	3369.64	0.7944	0.0302
29	3863.42	96.1853	0.0812	3865.35	3855.7	0.0309	0.0028

Comment: Date/Time: 04/10/2012 11:19:48
No. of Scans:
Resolution:

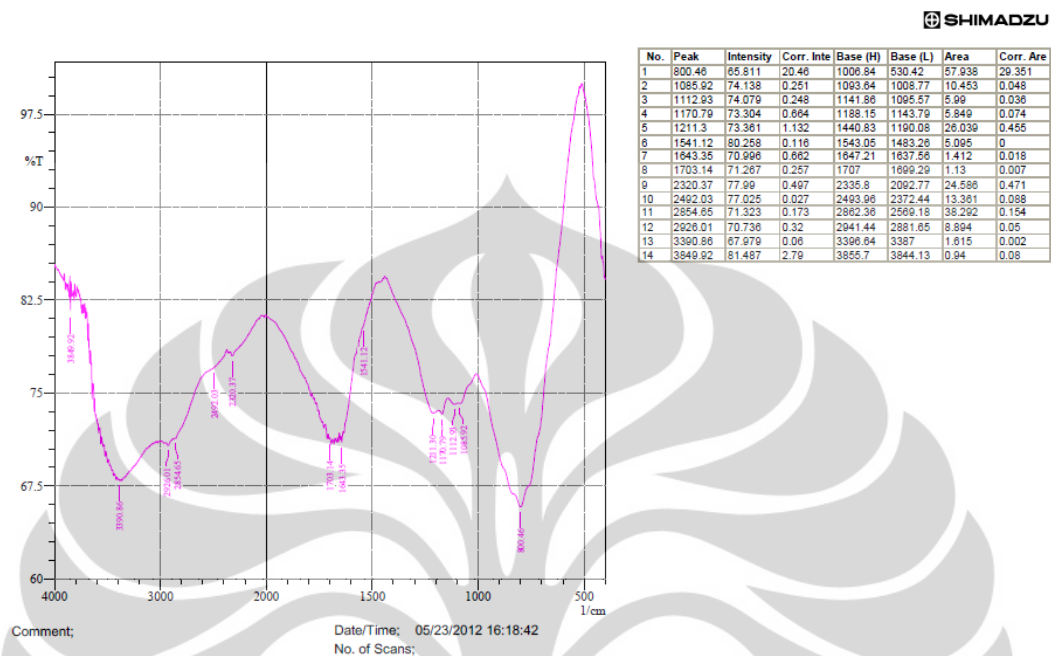
- Reaksi asilasi toluena 12 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel



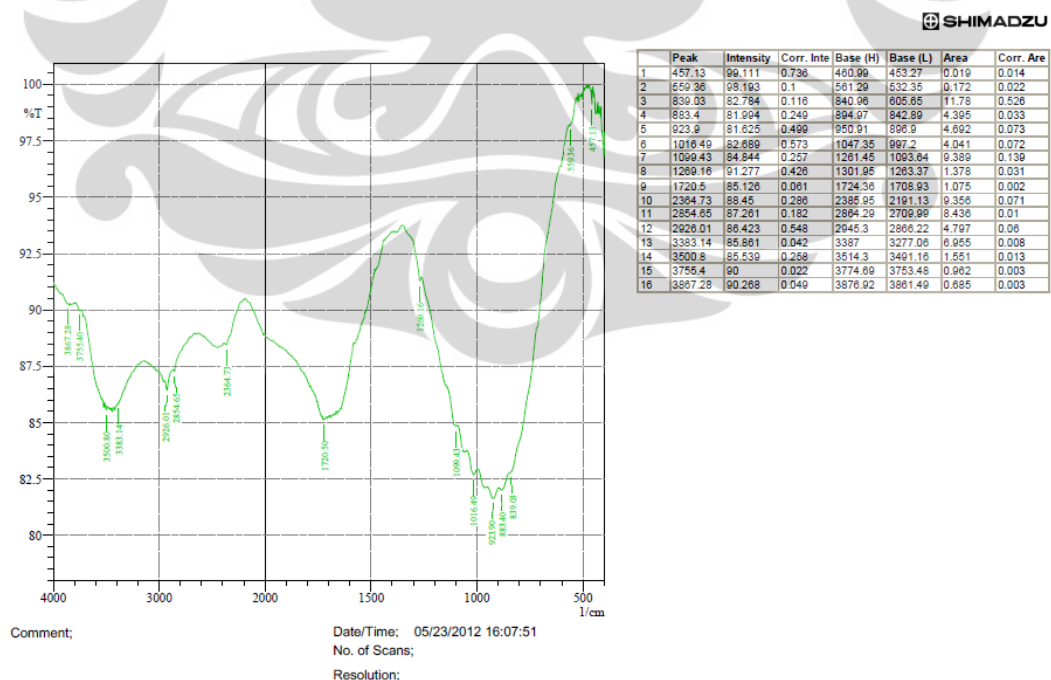
- Reaksi asilasi toluena 24 jam dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel



- Reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃-Silika gel

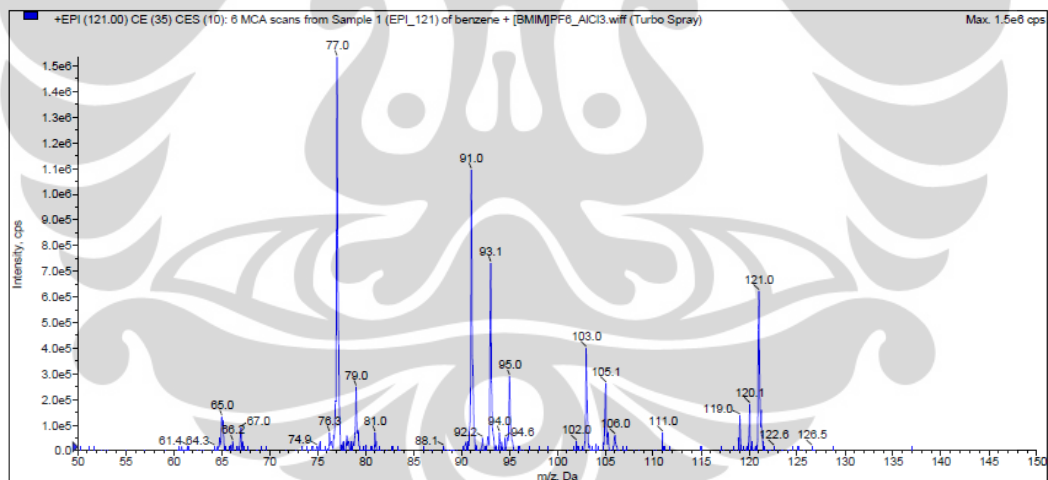
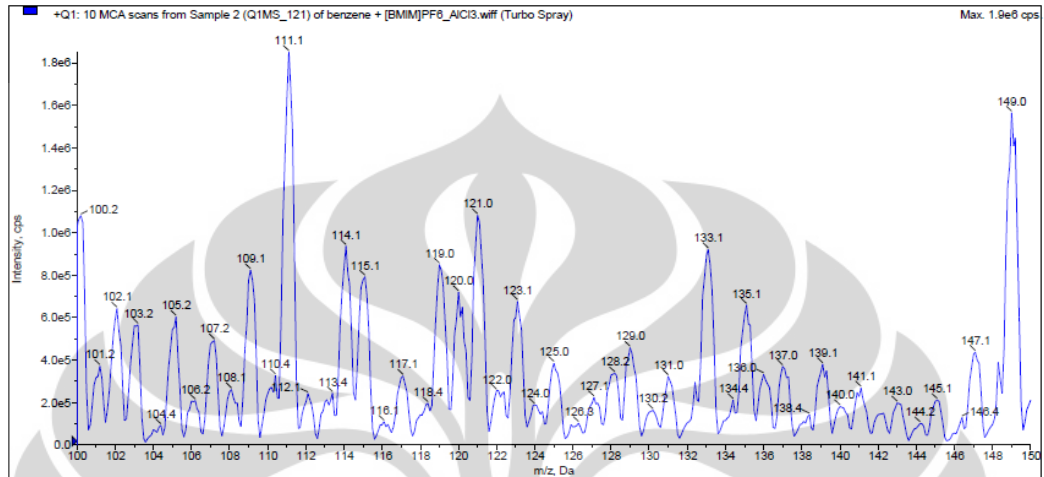


- Reaksi asilasi benzena dengan katalis [BMIM]PF₆/AlCl₃

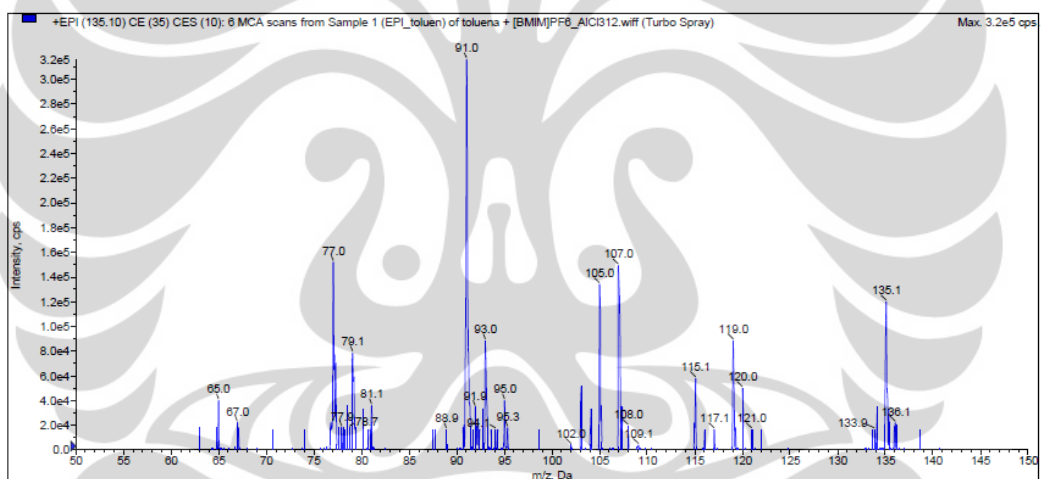
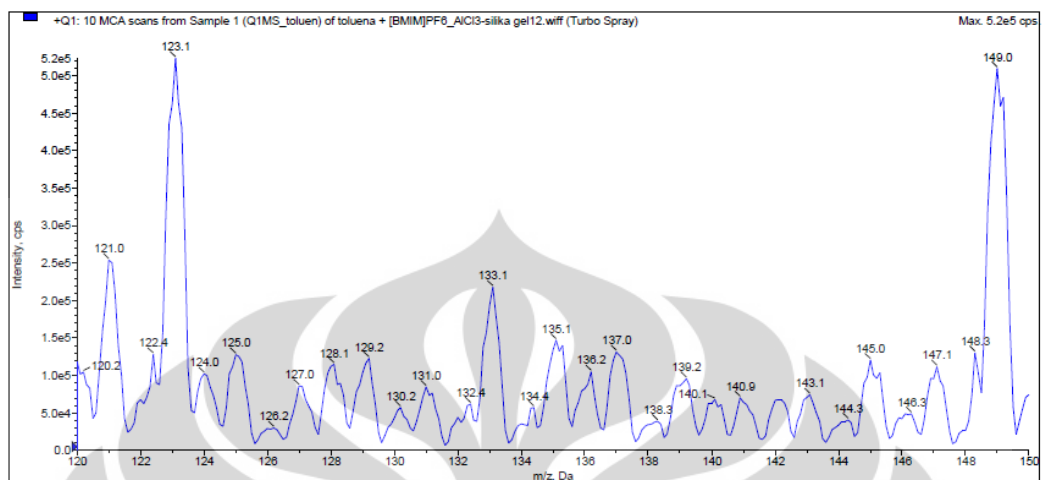


Lampiran 3. Spektrum LC-MS

- Asetofenon



- Toluena



Lampiran 4. MSDS

- Toluena



Health	2
Fire	3
Reactivity	0
Personal Protection	H

Material Safety Data Sheet Toluene MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification

Product Name: Toluene Catalog Codes: SLT2857, SLT3277 CAS#: 108-88-3 RTECS: XS5250000 TSCA: TSCA 8(b) inventory: Toluene CI#: Not available. Synonym: Toluol, Tolu-Sol; Methylbenzene; Methacide; Phenylmethane; Methylbenzol Chemical Name: Toluene Chemical Formula: C ₆ H ₅ -CH ₃ or C ₇ H ₈	Contact Information: Sciencelab.com, Inc. 14025 Smith Rd. Houston, Texas 77396 US Sales: 1-800-901-7247 International Sales: 1-281-441-4400 Order Online: ScienceLab.com CHEMTREC (24HR Emergency Telephone), call: 1-800-424-9300 International CHEMTREC, call: 1-703-527-3887 For non-emergency assistance, call: 1-281-441-4400
---	--

Section 2: Composition and Information on Ingredients

Composition:

Name	CAS #	% by Weight
Toluene	108-88-3	100

Toxicological Data on Ingredients: Toluene: ORAL (LD50): Acute: 636 mg/kg [Rat]. DERMAL (LD50): Acute: 14100 mg/kg [Rabbit]. VAPOR (LC50): Acute: 49000 mg/m 4 hours [Rat]. 440 ppm 24 hours [Mouse].

Section 9: Physical and Chemical Properties

Physical state and appearance: Liquid.

Odor: Sweet, pungent, Benzene-like.

Taste: Not available.

Molecular Weight: 92.14 g/mole

Color: Colorless.

pH (1% soln/water): Not applicable.

Boiling Point: 110.6°C (231.1°F)

Melting Point: -95°C (-139°F)

Critical Temperature: 318.6°C (605.5°F)

Specific Gravity: 0.8636 (Water = 1)

p. 3

Vapor Pressure: 3.8 kPa (@ 25°C)

Vapor Density: 3.1 (Air = 1)

Volatility: Not available.

Odor Threshold: 1.6 ppm

Water/Oil Dist. Coeff.: The product is more soluble in oil; $\log(\text{oil/water}) = 2.7$

Ionicity (in Water): Not available.

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

Solubility:

Soluble in diethyl ether, acetone. Practically insoluble in cold water. Soluble in ethanol, benzene, chloroform, glacial acetic acid, carbon disulfide. Solubility in water: 0.561 g/l @ 25 deg. C.

- Benzena



Health	2
Fire	3
Reactivity	0
Personal Protection	H

Material Safety Data Sheet Benzene MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification

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

Section 2: Composition and Information on Ingredients

Composition:

Name	CAS #	% by Weight
Benzene	71-43-2	100

Toxicological Data on Ingredients: Benzene: ORAL (LD50): Acute: 930 mg/kg [Rat]. 4700 mg/kg [Mouse]. DERMAL (LD50): Acute: >9400 mg/kg [Rabbit]. VAPOR (LC50): Acute: 10000 ppm 7 hours [Rat].

Section 9: Physical and Chemical Properties

Physical state and appearance: Liquid.

Odor:

Aromatic. Gasoline-like, rather pleasant. (Strong.)

Taste: Not available.

Molecular Weight: 78.11 g/mole

p. 3

Color: Clear Colorless. Colorless to light yellow.

pH (1% soln/water): Not available.

Boiling Point: 80.1 (176.2°F)

Melting Point: 5.5°C (41.9°F)

Critical Temperature: 288.9°C (552°F)

Specific Gravity: 0.8787 @ 15 C (Water = 1)

Vapor Pressure: 10 kPa (@ 20°C)

Vapor Density: 2.8 (Air = 1)

Volatility: Not available.

Odor Threshold: 4.68 ppm

Water/Oil Dist. Coeff.: The product is more soluble in oil; $\log(\text{oil/water}) = 2.1$

Ionicity (in Water): Not available.

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

Solubility:

Miscible in alcohol, chloroform, carbon disulfide oils, carbon tetrachloride, glacial acetic acid, diethyl ether, acetone. Very slightly soluble in cold water.

- Asetil Klorida



Health	3
Fire	3
Reactivity	2
Personal Protection	

Material Safety Data Sheet Acetyl chloride MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification

Product Name: Acetyl chloride Catalog Codes: SLA4552 CAS#: 75-36-5 RTECS: AO6390000 TSCA: TSCA 8(b) inventory: Acetyl chloride CI#: Not applicable. Synonym: Ethanoyl chloride Chemical Name: Acethyl chloride Chemical Formula: CH ₃ COCl	Contact Information: Sciencelab.com, Inc. 14025 Smith Rd. Houston, Texas 77396 US Sales: 1-800-901-7247 International Sales: 1-281-441-4400 Order Online: ScienceLab.com CHEMTREC (24HR Emergency Telephone), call: 1-800-424-9300 International CHEMTREC, call: 1-703-527-3887 For non-emergency assistance, call: 1-281-441-4400
--	--

Section 2: Composition and Information on Ingredients

Composition:

Name	CAS #	% by Weight
Acetyl chloride	75-36-5	100

Toxicological Data on Ingredients: Acetyl chloride: ORAL (LD50): Acute: 910 mg/kg [Rat].

Section 9: Physical and Chemical Properties

Physical state and appearance: Liquid. (Fuming liquid.)

Odor: Strong.

Taste: Not available.

Molecular Weight: 78.5 g/mole

Color: Colorless.

pH (1% soln/water): Not available.

Boiling Point: 52°C (125.6°F)

Melting Point: -112°C (-169.6°F)

Critical Temperature: Not available.

Specific Gravity: 1.11 (Water = 1)

Vapor Pressure: 32 kPa (@ 20°C)

Vapor Density: 2.7 (Air = 1)

Volatility: Not available.

Odor Threshold: Not available.

p. 3

Water/Oil Dist. Coeff.: Not available.

Ionicity (in Water): Not available.

Dispersion Properties: See solubility in water, diethyl ether.

Solubility: Soluble in diethyl ether.