

**STUDI KATALITIK REAKSI ASILASI FRIEDEL-CRAFT
BENZENA DENGAN ASAM ASETAT ANHIDRAT
MENGUNAKAN KATALIS IMPREGNASI BERBASIS γ - Al_2O_3**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA**

Oleh :

HARWINDAH

08091003045



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

2013

8
547.215 07
Har
S
2013

R. 24973 / 25023

**STUDI KATALITIK REAKSI ASILASI FRIEDEL-CRAFT
BENZENA DENGAN ASAM ASETAT ANHIDRAT
MENGUNAKAN KATALIS IMPREGNASI BERBASIS $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$**



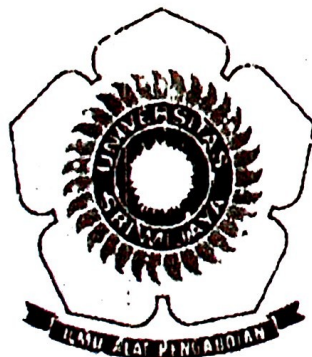
SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA**

Oleh :

HARWINDAH

08091003045



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

2013

HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Studi Katalitik Reaksi Asilasi Friedel-Craft Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat Menggunakan Katalis Impregnasi Berbasis γ - Al_2O_3

Nama Mahasiswa : Harwindah

NIM : 08091003045

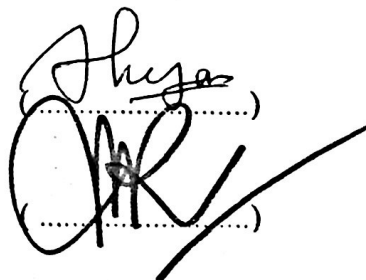
Jurusan : Kimia

Telah disetujui untuk disidangkan pada tanggal 06 November 2013

Indralaya, 04 November 2013

Pembimbing

1. Dr, Suheryanto, M.Si
2. Aldes Lesbani, M.Si. Ph.D



HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Studi Katalitik Reaksi Asilasi Friedel-Craft Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat Menggunakan Katalis Impregnasi Berbasis γ - Al_2O_3

Nama Mahasiswa : Harwindah

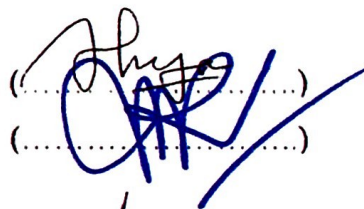
NIM : 08091003045

Jurusan : Kimia

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 06 November 2013. Dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan masukan Panitia Sidang Ujian Skripsi.

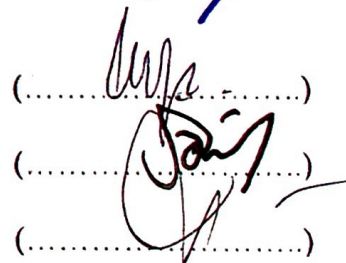
Pembimbing :

1. Dr. Suheryanto, M.Si
2. Aldes Lesbani, Ph.D

()

Pembahas :

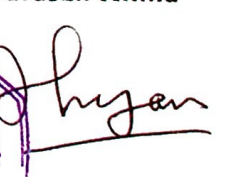
1. Dr. Elfita, M.Si
2. Dr. rer. nat Risfidian Mohadi
3. Dr. Nirwan Syarif, M.Si

()

Mergetahui

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Ketua Jurusan Kimia


Dr. Suheryanto, M.Si
NIP. 196006251989031006

PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini .

Nama Mahasiswa : Harwindah
NiM : 08091003045
Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/ Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata satu (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain.

Semua Informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 09 November 2013
Penulis,

Harwindah
08091003045

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK
KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Harwindah
NIM : 08091003045
Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/ Kimia
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya "hak bebas royalti non-eksklusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

" Studi Katalitik Reaksi Asilasi Friedel-Craft Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat Menggunakan Katalis Impregnasi Berbasis γ - Al_2O_3 "

Dengan hak bebas royalti non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalihmedia/ memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 09 November 2013

Yang menyatakan,

Harwindah

08091003045

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Ingatlah Allah dikala senang maka Allah akan mengingatmu dikala susah.

Sampai saat ini belum pernah ada do'a-do'a ku yang tidak dikabulkan oleh Allah. Maha besar Allah yang selalu mengabulkan do'a hamba-Nya yang selalu berikhtiar.

Skripsi ini merupakan tanda bakti ku kepada kedua orang tua ku.

kupersembahkan karya ku ini untuk :

- **Allah SWT tuhan seluruh umat manusia**
 - **Bapak Bintarsa dan Ibu Sumirah**
- **Mamas Titok Harsito, Mbak Hartati dan Mas Vemy Firmansyah**
 - **Papa Sayadi dan Mama Iriana**
 - **Mas Ustadi Filian Tropi**
 - **Almamaterku**

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji dan syukur Penulis sampaikan kepada Allah SWT yang Maha Pengasih dan Penyayang atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga Penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dan Skripsi yang berjudul " Studi Katalitik Reaksi Reduksi Asilasi Friedel-Craft Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat Menggunakan Katalis Impregnasi Berbasis γ - Al_2O_3 " yang dibuat sebagai salah satu syarat menyelesaikan tugas akhir untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di bidang studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.

Rasa syukur penulis ucapkan atas segala kemudahan yang penulis rasakan dan semua pihak yang menjadi perantara dalam mempermudah menyelesaikan Tugas Akhir dan Skripsi ini. Ucapan terima kasih dan pengharagaan yang tulus penulis sampaikan kepada :

1. Bapak Drs. Muhammad Irfan, M.T selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya,
2. Bapak Dr. Suheryanto, M.Si selaku ketua jurusan kimia serta pembimbing utama dalam penyelesaian Tugas Akhir dan Skripsi ini. Terima kasih atas setiap do'a, waktu yang Bapak berikan, bimbingan, perhatian dan kesabarannya selama ini dalam membimbing penulis.
3. Bapak Aldes Lesbani Ph.D, selaku pembimbing kedua dalam penyelesaian Tugas Akhir dan Skripsi ini, terima kasih atas setiap do'a, waktu yang Bapak berikan, bimbingan, perhatian dan kesabarannya selama ini dalam membimbing penulis.
4. Bapak Ir. Herizal, M.T, selaku pembimbing Kerja Praktek di PPPTMGB LEMIGAS atas bantuan dan bimbingannya selama ini.

5. Ibu Nurlisa Hidayati, M.Si, pembimbing akademik selama penulis kuliah, terimakasih atas waktu dan bimbingan selama study penulis.
6. Ibu Dr. Elfita, M.Si, Bapak Dr.rer.nat Risfidian Mohadi, dan Bapak Dr. Nirwan Syarif, M.Si selaku dosen pembahas dalam tugas akhir dan skripsi ini. Terima kasih atas saran dan masukannya demi baiknya skripsi ini.
7. Seluruh dosen yang telah memberikan pengajaran hingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dan Skripsi.
8. Seluruh analis jurusan kimia, seluruh staf karyawan (Roni) dan karyawan (mbak Novi) Jurusan Kimia dan FMIPA.
9. Untuk laki-laki yang hebat, Bapakku Bintarsa terimakasih untuk do'a, didikan, semangat, dan harapan Bapak untuk ku.
10. Untuk perempuan terhebat, tercantik, tersabar dalam hidupku, Ibuku Sumirah (mami Ira) yang telah memberikan dan melakukan yang terbaik dalam hidupku. Terima kasih buat doa, motivasi, kesabaran dan kepedulian yang Ibu berikan selama ini. Kedua kakakku, mamas Titok Harsito (ticu') dan Mbak Hartati (Tipu) dan untuk kakak iparku, Mas Vemy Firmansyah, terimakasih untuk do'a, semangat dan kepedulian kalian untukku dalam kuliah.
11. Untuk Papa Sayadi dan Mama Iriana serta keluarga besar ku, terimakasih untuk perhatian, dan semangatnya.
12. Untuk calon imamku mas Ustadhi Filian Tropi, terima kasih buat do'a dan kebersamaan selama hampir 4 tahun ini, terima kasih atas perhatiannya. Tetap semangat dalam perjuangan hidup ini.

13. Sahabat karibku, Dwi Restu Kesuma YS, terima kasih untuk nasihat, do'a, dukungan dan kesediaannya untuk mendengarkan curhatanku.
14. Kedua sahabatku, Heliyanti Kusuma Wardhani dan Ricce Fatsiami Martha Tilaar, terimakasih untuk waktu, semangat dan kepedulian kalian. Tetap semangat ya. Alloh selalu memberikan yang kalian butuhkan.
15. Untuk Teman-teman seperjuangan di NF, Ustadhi, Dwi, Icha, Irul, Yusef, Ogi, dan Mas Bangkit.
16. Teman sekostan (Heli, Ricce, Dina, dan Nurul), terima kasih telah saling menyemangati satu sama lain.
17. Teman-teman seperjuangan, Dina, Yosine, Okta, Taufik. Terima kasih atas do'a, kebersamaan dan dukungannya.
18. Untuk Almamaterku, Kimia 2009, Ustadhi, Mastur, Prayit, Abi, Frengky, Itok, Taufik, Daus, Moci, Edo, Angga, Heli, Ricce, Dina, Nurul, Fitri, Iip, Yosine, Okta, Elia, Siska, Hesti, Jojo, Evelin, Yunichi, Chacha, Christina, Milanti, Dedet, Marini, Videlia, Ida, Puput, Cumi, Iis, Astri, Ummi, Desi, Puspa, Yuni, Winda, Firmauli, Euis, Dwi, Angel, Elisa, Risna, Ines, dan Laura yang telah memberi warna baru bagiku dalam menjalankan study selama ini, terima kasih buat semuanya berharap setelah ini kita akan bertemu kembali dengan kehidupan yang lebih baik lagi.
19. Untuk kakak-kakak tingkatku angkatan 2006, 2007, 2008, adek-adek tingkatku Angkatan 2010, 2011, 2012, dan 2013.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi semua.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Indralaya, 09 November 2013

Penulis

**CATALYTIC STUDY FRIEDEL-CRAFT ACYLATION REACTION OF
BENZENE WITH ANHYDROUS ACETIC ACID USING
IMPREGNATION γ -Al₂O₃ BASED CATALYST**

**HARWINDAH
08091003045**

ABSTRACT

Catalyst Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ and Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ have been prepared by wet impregnation method. Catalysts were calcined at temperature 350°C for 5 hours. Both Catalysts are characterized using XRD diffractometer, Spectrofotometer FT-IR, and Annova BET. XRD pattern shows value 2θ in range of 10-60°, which identified as low level of crystallinity. The FTIR spectra produces absorption peak at wave numbers in range of 300-600 cm⁻¹, which indicated the absorption peak for inorganic compound, especially metal oxides. The results of adsorption-desorption isotherm shows the decreasing of surface area of catalyst, pore diameter and the average pore volume by addition of d-block metals resulted from impregnation. Furthermore, Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ and Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ catalysts are used for Friedel-Craft acylation reaction between benzene and anhydrous acetic acid. The reaction between benzene and anhydrous acetic acid using Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ and Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ catalysts, shows only Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ catalysts that produces acetophenone. Pure acetophenone is formed using Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ catalyst in 10 hours reaction at 80°C with 13,6% yield that was identified by ¹H-NMR spectrometer.

Keywords: catalyst, Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃, Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃, acetophenon, acylation Friedel-Craft.

STUDI KATALITIK REAKSI ASILASI FRIEDEL-CRAFT BENZENA DENGAN ASAM ASETAT ANHIDRAT MENGGUNAKAN KATALIS IMPREGNASI BERBASIS γ -Al₂O₃

HARWINDAH
08091003045

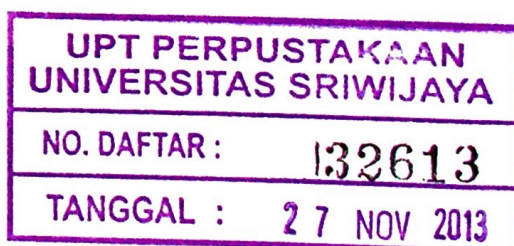
ABSTRAK

Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ telah berhasil dipreparasi dengan menggunakan metode impregnasi basah. Katalis dikalsinasi pada suhu 350°C selama 5 jam. Kedua katalis dikarakterisasi menggunakan difraktometer XRD, Spektrofotometer FT-IR, dan Annova BET. Pola difraktogram XRD yang diperoleh memiliki nilai 2θ yang melebar dari 10-60° yang mengidentifikasi tingkat kristalinitas yang rendah. Spektra FTIR menghasilkan puncak serapan pada bilangan gelombang 300-600 cm⁻¹ yang merupakan puncak serapan untuk senyawa anorganik terutama oksida-oksida logam. Hasil isotherm adsorpsi desorpsi menunjukkan menurunnya luas permukaan katalis, diameter pori dan volume pori rata-rata dengan adanya penambahan logam-logam blok d hasil impregnasi. Selanjutnya katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ digunakan untuk reaksi asilasi Friedel-Craft antara benzena dengan asam asetat anhidrat. Reaksi asilasi Friedel-Craft benzena dengan asam asetat anhidrat menggunakan katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃ menunjukkan hanya katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ yang menghasilkan produk asetofenon. Asetofenon yang terbentuk dari katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃ diperoleh dari waktu reaksi 10 jam dan temperatur 80°C dengan senyawa asetofenon murni hasil isolasi sebesar 13,6% yang diidentifikasi dengan spectrometer ¹H-NMR.

Kata kunci: katalis, Fe-Mn-K-Cu- γ -Al₂O₃, Co-Mn-Cu- γ -Al₂O₃, asetofenon, asilasi Friedel-Craft.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN DAN MOTTO.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
ABSTRACT.....	xi
ABSTRAK.....	xii
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvii
DAFTAR SINGKATAN.....	xviii
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Katalis.....	6
2.2. Sifat Katalis.....	7
2.3. Penyangga Katalis.....	8
2.4. Promotor Katalis.....	9
2.5. Logam Aktif Katalis.....	10
2.6. Alumina.....	11
2.7. Gamma Alumina (γ -Al ₂ O ₃).....	12
2.8. Impregnasi.....	14
2.9. Reaksi Asilasi Friedel-Craft.....	16
2.10. Penentuan Luas Permukaan dengan Metode BET.....	17
2.11. <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	21
2.12. <i>Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR)</i>	22
2.13. Spektrometer <i>Nuclear Magnetic Resonance (NMR)</i>	24
2.14. <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)</i>	25



BAB III. METODOLOGI PENELITIAN.....	28
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2. Alat dan Bahan	28
3.3. Prosedur Penelitian.....	29
3.3.1. Preparasi Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃	29
3.3.2. Preparasi Katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	30
3.3.3. Karakterisasi Katalis	31
3.3.3.1. Penentuan Porositas Menggunakan Nitrogen Adsorpsi Apparatus.....	31
3.3.3.1.1. Degassing Katalis	31
3.3.3.1.2. Analisa Katalis.....	32
3.3.3.2. Analisis Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometer FT-IR	33
3.3.3.3. Analisis Sudut 2 θ Menggunakan XRD.....	33
3.3.4. Asilasi Friedel-Craft dengan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	34
3.3.5. Pengaruh Waktu Terhadap Reaksi Asilasi Friedel-Craft dengan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	35
3.3.6. Pengaruh Temperatur Terhadap Reaksi Asilasi Friedel-Craft dengan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	35
3.4. Analisis Data	35
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1. Identifikasi Katalis Menggunakan Difraktometer XRD...	37
4.2. Analisis Menggunakan Spektrofotometer FT-IR	38
4.3. Analisis Porositas Melalui Adsorpsi Desorpsi Nitrogen..	41
4.4. Studi Reaksi Asilasi Friedel-Craft Menggunakan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan Katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	43
4.5. Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Asetofenon dari Reaksi Asilasi Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat	46
4.6. Proses Isolasi Asetofenon Hasil Sintesis Benzena dengan Asam Asetat Anhidrat Menggunakan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃	48
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2. Saran.....	52
DAFTAR PUSTAKA	53
DAFTAR RIWAYAT HIDUP	57
LAMPIRAN.....	58

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Serapan IR karakteristik pada gugus fungsi utama.....	24
Tabel 2. Pergeseran kimia khas dalam spektra NMR	25
Tabel 3. Daerah serapan spektrum FT-IR katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	39
Tabel 4. Hasil perhitungan BET dari adsorpsi nitrogen pada katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	42

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur γ -Al ₂ O ₃ menurut konsep ccp.	13
Gambar 2. Reaksi Asilasi Asil klorida dan asam karboksilat anhidrat.....	16
Gambar 3. Difraktogram Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ (A) dan Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃ (B) dan Puncak 2θ Logam-Logam Penyusun Katalis (JCPDS No.53-61386).....	37
Gambar 4. Spektrum katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ hasil preparasi	38
Gambar 5. Spektrum katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃ hasil preparasi	39
Gambar 6. Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ ...	41
Gambar 7. Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	41
Gambar 8. Kromatogram hasil pengukuran dengan GC-MS.....	43
Gambar 9. Produk utama dan produk samping yang terbentuk dari hasil reaksi asilasi Friedel-Craft dengan katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ ...	45
Gambar 10. Spektra massa asetofenon hasil sintesis.....	45
Gambar 11. Pola fragmentasi asetofenon	46
Gambar 12. Mekanisme pembentukan asetofenon dari benzena dengan asam asetat anhidrat menggunakan katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃	47
Gambar 13. Perkiraan proton asetofenon secara teori	48
Gambar 14. Spektrum perbesaran ¹ H-NMR Asetofenon.....	49
Gambar 15. Proton asetofenon yang muncul pada spektrum ¹ H-NMR	49

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1.	Hasil KLT dengan Temperatur Reaksi 80°C Menggunakan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	59
Lampiran 2.	Hasil KLT dengan Variasi Temperatur Menggunakan Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃ dan Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	60
Lampiran 3.	Kromatogram Pengukuran Asetofenon Hasil Reaksi.....	62
Lampiran 4.	Data XRD Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃	63
Lampiran 5.	Data XRD Katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	65
Lampiran 6.	Spektrum massa produk samping asetofenon	67
Lampiran 7.	Perhitungan rendemen asetofenon hasil reaksi	68
Lampiran 8.	Gambar Alat	70
Lampiran 9.	Spektrum ¹ H-NMR asetofenon	72
Lampiran 10.	Perbesaran Spektrum FT-IR Katalis Fe-Mn-K-Cu- γ -Al ₂ O ₃	73
Lampiran 11.	Perbesaran Spektrum FT-IR Katalis Co-Mn-Cu- γ -Al ₂ O ₃	74

DAFTAR SINGKATAN

BET	: Brunauer Emmet Teller
FMIPA	: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
FT-IR	: Fourier Transform Infrared Spectrophotometer
GC-MS	: Gas Chromatography-Mass Spectrometer
JCPDS	: Joint Committee on Powder Diffraction Standards
KLT	: Kromatografi Lapis Tipis
LIPI	: Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
NMR	: Nuclear Magnetic Resonance
ppm	: Part Per Million
PC	: Personal Computer
PPPTMGB LEMIGAS	: Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi Lembaga Minyak dan Gas
SAA	: Surface Area Analyzer
TMS	: Tetra Metil Silen
XRD	: X-Ray Diffractometer

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini pengembangan katalis perlu dilakukan untuk mendapatkan katalis yang efektif untuk berbagai macam reaksi kimia. Reaksi kimia terdiri dari reaksi asam basa dan reaksi okidasi reduksi sehingga jenis katalis terbagi menjadi katalis asam, katalis basa, katalis oksidasi dan katalis reduksi. Katalis yang telah banyak dikembangkan saat ini adalah katalis asam basa sedangkan katalis oksidasi reduksi belum banyak dikembangkan sehingga katalis oksidasi reduksi perlu dikembangkan lebih lanjut.

Reaksi asilasi alkohol, amina, fenol, dan tiol merupakan reaksi yang penting dan sering digunakan untuk transformasi senyawa organik karena jenis reaksi ini memberikan rute yang efisien dan murah untuk melindungi gugus hidroksi, amina, fenolik, dan tiol dan juga dalam rangka pembentukan produk yang unik (Kantam *et al*, 2004). Reaksi asilasi yang umum digunakan adalah reaksi asilasi Friedel-Craft. Asilasi Friedel-Craft merupakan teknik reaksi reduksi yang sering digunakan untuk membuat aril keton menggunakan katalis asam Lewis. Asilasi Friedel-Craft banyak diaplikasikan dalam industri pembuatan aspirin dan sintesis zat warna sintetik. Walaupun reaksi asilasi Friedel-Craft sudah lama dikembangkan tetapi masih banyak peneliti yang terus mencari katalis untuk reaksi ini. Seperti yang dilakukan oleh Jang *et al* (1993) yang menggunakan



indium sebagai katalis, Xu *et al* (2012) dan Gopalakrishnan *et al* (2005) yang menggunakan AlCl_3 sebagai katalis, Ranu *et al* (1996) dan Niasari *et al* (2004) yang menggunakan Al_2O_3 , Hashimoto *et al* (2011) yang menggunakan katalis dari asam trifluorometanasulfonat (TfOH), Kantam *et al* (2005) yang menggunakan katalis beta zeolit, Ngoc Le *et al* (2012) yang menggunakan katalis bismuth trifluorometanasulfonat ($\text{Bi}(\text{OTf})_3$) dan Farooqui *et al* (2013) yang menggunakan pasir sebagai katalis dalam reaksi asilasi Friedel-Craft.

Senyawa aluminium oksida seperti $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ diketahui sebagai senyawa yang potensial untuk dikembangkan sebagai katalis reaksi reduksi. Senyawa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ digunakan sebagai katalis karena kelimpahannya di alam sangat tinggi, memiliki luas permukaan yang besar, memiliki struktur pori yang besar, stabil terhadap temperatur tinggi, dan tidak mahal. Selain digunakan sebagai katalis, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ juga bisa digunakan sebagai zat penyangga sehingga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat dimodifikasi. Zat penyangga dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fasa aktif katalis dengan terjadinya dispersi pada permukaan penyangganya. Pada umumnya zat penyangga merupakan senyawa-senyawa oksida dan mineral seperti Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , zeolit, tanah liat dan karbon aktif (Haerudin, 2007).

Reaksi asilasi Friedel-Craft yang umum adalah menggunakan substrat benzena dengan asetil klorida menggunakan katalis AlCl_3 . Reaksi ini memberikan rendemen sebesar 97%. Akan tetapi asetil klorida sulit didapatkan dan harganya sangat mahal sehingga digunakan substrat benzena dengan asam asetat anhidrat, tetapi reaksi asilasi ini hanya menghasilkan rendemen sekitar 82-85% (Solomons

and Fryhle, 2008). Sehingga Niasari *et al* (2004) mencari katalis yang cocok untuk reaksi asilasi Friedel-Craft dengan melakukan reaksi asilasi Friedel-Craft menggunakan katalis Al_2O_3 .

Reaksi asilasi Friedel-Craft dengan menggunakan katalis Al_2O_3 menunjukkan aktifitas yang rendah sehingga tidak menghasilkan produk. Oleh karena itu digunakan katalis Al_2O_3 yang diimpregnasi dengan logam klorida (FeCl_3 , MnCl_2 , CoCl_2 , NiCl_2 , CuCl_2 , dan ZnCl_2). Reaksi asilasi Friedel-Craft menggunakan alumina yang diimpregnasi dengan logam klorida memberikan aktifitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan menggunakan Al_2O_3 tanpa impregnasi. Dari keenam logam klorida yang diimpregnasi kedalam Al_2O_3 , FeCl_2 memberikan rendemen terbesar, yaitu 97,6% kemudian diikuti oleh CuCl_2 , ZnCl_2 , NiCl_2 , MnCl_2 , dan CoCl_2 (Niasari *et al.*, 2004).

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan preparasi katalis γ - Al_2O_3 yang diimpregnasi dengan berbagai macam logam-logam blok d (Fe, Co, Mn, Cu) dan logam golongan alkali (K) dan uji aktifitas katalis dilakukan dengan reaksi asilasi Friedel-Craft menggunakan substrat benzena dengan asam asetat anhidrat. Produk hasil asilasi diisolasi dan dikarakterisasi dengan teknik spektroskopi.

1.2 Rumusan Masalah

Reaksi asilasi Friedel-Craft banyak digunakan dalam industri dan merupakan reaksi katalitik sehingga penelitian terhadap reaksi ini terus dikembangkan terutama dalam rangka menemukan katalis yang efisien untuk

reaksi asilasi tersebut. Untuk itu pada penelitian ini akan dilakukan preparasi katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan logam blok d yakni (Fe, Mn, dan Cu). Katalis hasil preparasi akan dikarakterisasi melalui penentuan porositas, analisa 2θ dan analisa gugus fungsi. Selanjutnya katalis hasil preparasi diaplikasikan pada reaksi asilasi Friedel-Craft antara benzena dengan asam asetat anhidrat. Keberhasilan proses katalitik dari katalis hasil preparasi dilihat dari seberapa besar rendemen yang terbentuk dari proses katalitik pada reaksi asilasi yang dilakukan.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Preparasi katalis Fe-Mn-K-Cu- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan Co-Mn -Cu- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ untuk reaksi reduksi.
2. Karakterisasi katalis hasil preparasi menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan porositas.
3. Uji aktifitas katalis hasil preparasi untuk reaksi asilasi Friedel-Craft.
4. Karakterisasi produk hasil reaksi asilasi Friedel-Craft menggunakan GC-MS dan spektrometer $^1\text{H-NMR}$.
5. Mencari ^{menentukan} kondisi optimum reaksi asilasi Friedel-Craft melalui pengaruh waktu dan temperatur reaksi.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat diaplikasikan dan dikembangkan dalam industri yang menggunakan reaksi tersebut seperti industri pembuatan aspirin dan sintesis zat warna sintetik.

DAFTAR PUSTAKA

- A'yuni, Q. & Murwani, I.K. 2012. Impregnasi dan Karakterisasi Struktur Padatan Co_3O_4 . *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, 1, C1-C3.
- Anderson, R.B. 1984. *The Fischer-Tropsch Synthesis*. Academic Press, London.
- Anderson, R.B., & Dawson, P.T. 1976. *Experimental Methods in Catalytic Research*. Academic Press, London.
- Attard, G. & Barnes, C. 1998. *Surfaces.*: Oxford University Press, New York.
- Baravkar, A. A. & Kale, R.N. 2011. FT-IR Spectroscopy: Principle, Technique And Mathematics. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 2, 513-519.
- Clark, A. 1970. *The Theory of Adsorption and Catalysis*. Academic Press, London.
- Connolly, J.R. 2007. *Introduction to X-ray Powder Diffraction*. 2, 400-403.
- Creswell, C.J., Olaf, A.R., & Malcom, M.C. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Penerbit ITB Bandung, Bandung.
- Ewing, G.A. 1985. *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. 5th ed. McGraw-Hill Inc, Singapore.
- Farooqui, M., Bashir, A.D., Mohd, M., & Abdul, B. 2013. Sand: A Natural And Potential Catalyst In Renowned Friedel Craft's Acylation Of Aromatic Compounds. *J. Saudi Chem. Soc.* 17. 177-180.
- Fernandez, B.R. 2012. *Sintesis, Pelapisan, dan Stabilitas Senyawa Oksida Besi Oleh Silika dan Aplikasinya Untuk Amobilisasi Protein*. PPs-Kimia Unand 2012.
- Fessenden, R.S., & Fessenden, S.J. 1986. *Kimia Organik.*: Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Fiato, R.O., Iglesia, E., & Soled, S.L. 1986. *High Surface Area Dual Promoted Iron/Manganese Spinel Compositions*. United States Patent. New York.
- Gopalakrishnan, M., Sureshkumar, P., Kanagarajan, V., & Thanusu, J. 2005. Aluminium Metal Powder (Atomized) Catalyzed Friedel-Crafts Acylation In Solvent-Free Conditions: A Facile And Rapid Synthesis

- Of Aryl Ketones Under Microwave Irradiation. *Catalysis Commun.* 6. 753-756.
- Haerudin, H. 2007. Katalis dan Bahan Penyusunnya Dalam Penyediaan sumber Energi. *Jurnal LIPI PUSPIPTEK.* 6649. 71-80.
- Hajšlová, J. & Tomas, C. 2007. Gas chromatography–mass spectrometry GC–MS. Picó, Y. (Eds). *Food Toxicants Analysis:* (419-473). Elsevier B.V, UK.
- Iglesia, E., Soled, S.L., & Fiato, R.O. 1992. *Selective Fixed-Bed Fischer-Tropsch Synthesis With High Surface Area Cu and K Promoted, Iron/Manganese Spinels.* United States Patent, New York.
- Jang, D.O., Kyung, S.M., Dae, H.C., & Joong-Gon, K. 2006. Highly Selective Catalytic Friedel–Crafts Acylation And Sulfonylation Of Activated Aromatic Compounds Using Indium Metal. *Tetrahedron Letters.* 47. 6063-6066.
- Kantam, M.L., Kalluri, V.S.R., Mutyala, S., Kota, B.S.K., & Boyapati, M.C. 2005. Friedel–Crafts Acylation Of Aromatics And Heteroaromatics By Beta Zeolite. *J. Mol. Catal. A.* 225. 15-20.
- Khunur, M.M., Prananto, Y.P., & Grafist, T.R. 2013. Studi Awal Sintesis Kristal Tunggal Fe(III)-Tartrat dari Fe₂O₃ dalam Gel Metasilika. *Kimia Student Journal*, 1. 229-235.
- Le Page, J.F. 1978. *Applied Heterogenous Catalysis pada Pendukung CaF₂.* Editions Technip, Paris.
- Le, T.N., Phuong, H.T., & Fritz, D. 2012. Friedel-Craft Acylation Using Bismuth Triflate in [BMI][PF₆]. *Tetrahedron Letters.* 53. 222-224.
- Mashimoto, M. *et al.* 2011. Comparisons Of O-Acylation And Friedel-Crafts Acylation Of Phenols And Acyl Chlorides And Fries Rearrangement Of Phenyl Esters In Trifluoromethanesulfonic Acid: Effective Synthesis Of Optically Active Homotyrosines. *Tetrahedron.* 67. 641-649.
- Mishra, S. & Arnott, W.P. 2008. *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectrometer.* Universitas Nevada Reno.
- Moris, M., McMurdie, H.F., Swanson, H.E., & Evans, E.H. 1978. *Standard X-Ray Diffraction Powder Patterns.* National Bureau Of Standards, Washington DC.

- Niasari, M., hasanalian, J., & Najafian, H. 2004. Alumina-supported FeCl_3 , MnCl_2 , CoCl_2 , NiCl_2 , CuCl_2 , and ZnCl_2 as catalysts for the benzylation of benzene by benzyl chloride *J. Mol. Catal. A*. 209. 209.
- Ranu, C.B., Ghosh, K., & Jana. U. 1996. Simple and Improved Procedure for Regioselective Acylation of Aromatic Ethers with Carboxylic Acids on the Solid Surface of Alumina in the Presence of Trifluoroacetic Anhydride.. *J. Org. Chem.* 69. 6953.
- Rideal, E.K. 1968. *Concepts in Catalysis*. Academic Press, London.
- Rivai, H. 2013. *Spektroskopi Inframerah*. Universitas Andalas, Padang.
- Skoog, A.D. (1998). *Principles of Instrumental Analysis*, 3th ed, Saunders College Publishing.
- Soled, S.L., Iglesia, E., & Fiato, R.O. 1993. *Substituted Cobalt Catalysis for Fischer-Tropsch Synthesis*. United States Patent, New York.
- Solihudin & Yuliati, Y.B. 2010. *Sintesis Komposit Karbon Zeolit Dari Sekam Padi: Pengaruh Ph Terhadap Morfologi Komposit Karbon- Zeolit Dan Kristal Zeolit*. Makalah pada Lokakarya Nasional, Jakarta.
- Solomons, T.W.G., & Craig, B.F. 2008. *Organic Chemistry*. John Wiley & Sons, United States.
- Sulasmono, E. 2010. *Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Oksalatoferrat(III) Dan Oksalatokobaltat(III)*. Skripsi Universitas Diponegoro.
- Swastika, L.N. & Martak, F. 2012. Sintesis dan Sifat Magnetik Kompleks Ion Logam Cu(II) dengan Ligan 2-Feniletilamin. *Jurnal Sains dan Semni Pomits*, 1, 1-5.
- Thomas, J.M., & Thomas, W.J. 1967. *Introduction To The Principles of Heterogenous Catalysis*. Academic Press, London.
- Ulyani, V. 2008. *Reaksi Katalisis Oksidasi Vanili Menjadi Asam Vanilat menggunakan Katalis $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1:1) yang Dibuat dengan PEG 6000*. Jakarta: Skripsi Jurusan Kimia-FMIPA. Universitas Indonesia.

- Wibowo, W, Sunardi, & Yulia, I. 2007. Studi Reaksi Konversi Katalisis 2-Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis γ -Al₂O₃. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 2(2-3), 56-61.
- Widiyarti, G & Sri, R.W. 2010. Pengaruh Metode Preparasi dan Kandungan Logam Aktif Terhadap Aktivitas Katalis Ni/Kieselguhr. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 11, 1-5.,
- Xu, J., Yang, Z., Xinyao, L., & Shili, H. 2012. Facile synthesis of Dihydrocalcone via the AlCl₃-Promoted Tandem Fiedel-Craft Acylation and Alkylation of Arenes with 2-alkenoyl chloride. *J. Mol. Catal.* 365. 203-211.
- Yang, R.T. 2003. *Adsorbents: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons, Michigan.