



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI OKSIDASI KATALITIK ISOEUGENOL MENJADI VANILI
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS γ -Al₂O₃-TiO₂**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

RETNO AYU PRATIWI

0806365293

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 EKSTENSI KIMIA

DEPOK

JULI 2011

HALAMAN PERSETUJUAN

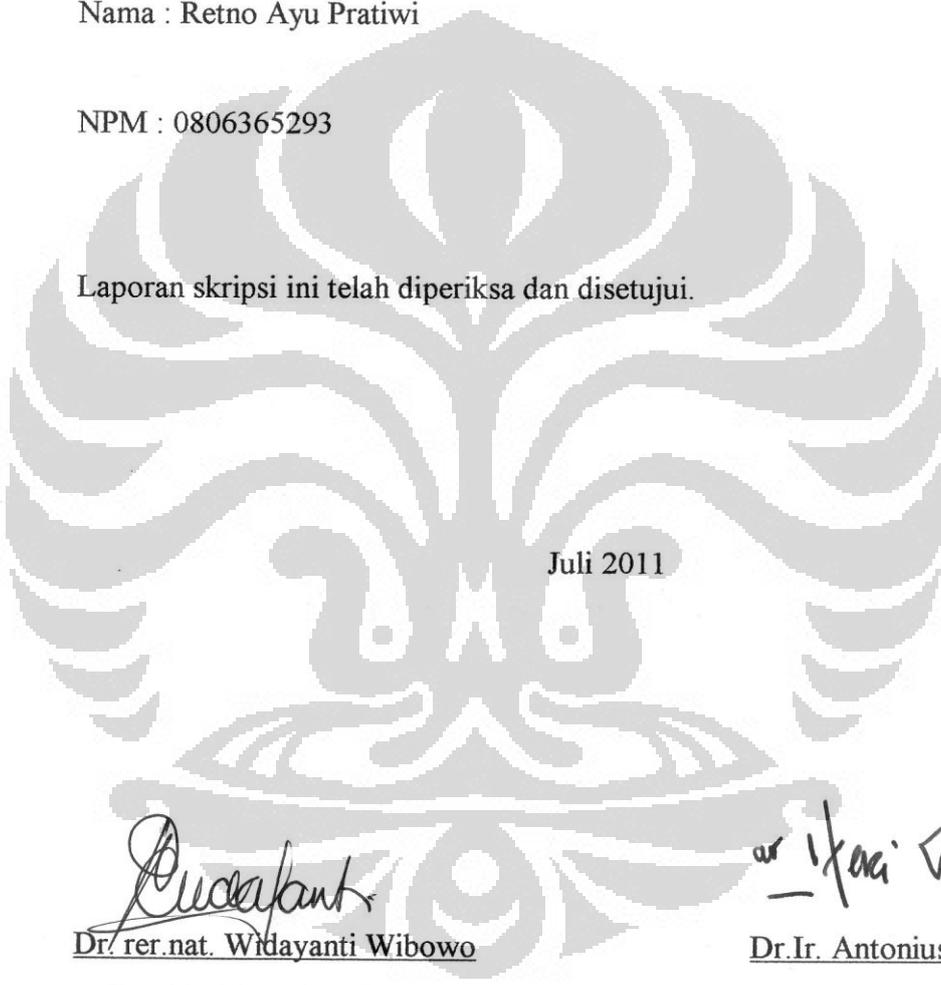
Judul : Reaksi Oksidasi Katalitik Isoeugenol Menjadi Vanili dengan
Menggunakan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

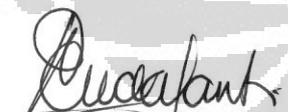
Nama : Retno Ayu Pratiwi

NPM : 0806365293

Laporan skripsi ini telah diperiksa dan disetujui.

Juli 2011




Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo
Pembimbing Skripsi I


Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana
Pembimbing Skripsi II

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Retno Ayu Pratiwi

NPM : 0806365293

Tanda Tangan : 

Tanggal : 11 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Retno Ayu Pratiwi

NPM : 0806365293

Program Studi : S1 Ekstensi Kimia

Judul Skripsi : Reaksi Oksidasi Katalitik Isoeugenol Menjadi Vanili
Dengan Menggunakan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo

Pembimbing : Dr.Ir. Antonius Herry Cahyana

Penguji : Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc

Penguji : Drs. Erzi Rizal Azwar

Penguji : Dr. Helmiyati

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 11 Juli 2011

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

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala berkah, rahmat, anugerah, dan kuasa-Nya sehingga penulis diberikan kekuatan untuk dapat menyelesaikan pembuatan skripsi yang merupakan sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains bidang ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

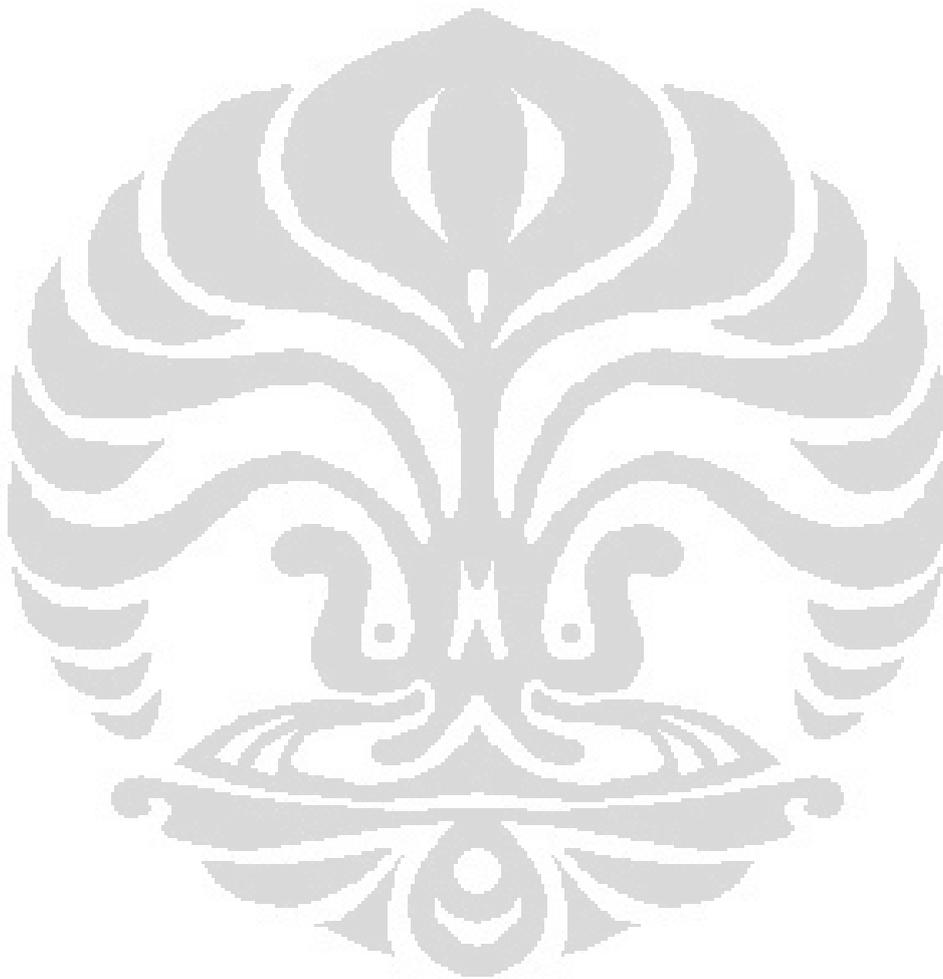
Penulis sadar bahwa pembuatan skripsi ini tidak akan terlaksana tanpa bantuan, dorongan, semangat, serta doa dari pihak-pihak yang telah membantu, antara lain:

1. Ibu Dr.rer.nat Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing I atas waktu, bimbingan, perhatian dan arahnya dalam penyelesaian skripsi ini.
2. Bapak Herry Cahyana, selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing dan memberikan masukan kepada penulis.
3. Bapak Riswiyanto selaku Ketua Program Ekstensi Departemen Kimia FMIPA UI.
4. Ibu Widyastuti Samadi, yang telah menyediakan waktu untuk berdiskusi dan memberi arahan yang berharga.
5. Bapak Dr. Endang Saepudin selaku Pembimbing Akademik.
6. *My beloved Parent*, Papa, Mama, Bude, Eyang dan Adik atas dukungan, perhatian, doa dan kasih sayang yang tiada hentinya.
7. Seluruh staff pengajar dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI, Pak Hedy, Pak Mardji, Mas Hadi, Pak Kiri, Pak Amin, Bu Cici, Pa Trisno, Mbak Ina, Mbak Cucu dan Mbak Emma.
9. PT. Mergi Karya Pulo Gadung atas pembuatan pipetnya.
10. Ibu Endah, Laboratorium GC-MS Puslabfor MABES POLRI.
11. Bapak Jajat, Teknik Kimia UI.
12. Teman-teman Ekstensi Kimia 2008, Puput, Uwie, Yenny, Temmy, Atin, Asri, Mbak Sofi dan Bona atas 3 tahun yang penuh keceriaan.
13. Teman-teman di laboratorium afiliasi atas bantuan dalam penggunaan instrumentasi.

14. Adik-adik reguler angkatan 2005, 2006 dan 2007, serta pihak-pihak lain yang telah membantu dan tidak dapat disebutkan satu-persatu

Penulis

2011



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

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

Nama : Retno Ayu Pratiwi

NPM : 0806365293

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 Reaksi Oksidasi Katalitik Isoeugenol Menjadi Vanili Dengan menggunakan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂, beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak bebas Royalti Non Eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (data base), merawat dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta sebagai pemilik hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 11 Juli 2011

Yang menyatakan



(Retno Ayu Pratiwi)

ABSTRAK

Nama : Retno Ayu Pratiwi
Program Studi : Kimia
Judul : Reaksi Oksidasi Katalitik Isoeugenol Menjadi Vanili
Menggunakan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

Telah dilakukan reaksi oksidasi katalitik isoeugenol menjadi vanili dengan penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. Sebagai langkah awal, katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dipreparasi dengan mereaksikan larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ dan larutan NH_4OH sampai terbentuk boehmite. Boehmite kemudian ditambahkan $\text{Ti}(\text{OH})_4$ dengan metode sol-gel dari hidrolisis Titanium Tetraisopropoksida (TTIP) dengan H_2O dan HNO_3 pekat pada temperatur 90°C selama 72 jam. Boehmite- $\text{Ti}(\text{OH})_4$ yang didapat dari preparasi ini kemudian dipanaskan pada temperatur 120°C selama 24 jam dan dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 18 jam sehingga akan dihasilkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. Karakterisasi katalis dilakukan dengan alat difraktometer sinar-X dan FTIR.

Katalis yang telah disintesis diuji daya katalitiknya untuk reaksi oksidasi katalitik isoeugenol dan dilakukan perbandingan dengan reaksi menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG yang diperoleh dari hasil penelitian mahasiswi angkatan terdahulu dan telah teruji daya katalitiknya. Reaksi dimulai dengan penambahan metanol sebagai pelarut, selanjutnya pemakaian oksidator ramah lingkungan H_2O_2 dan Ozon (O_3) serta penambahan 0,2 g katalis pada suhu 55°C - 60°C selama 4 jam. Produk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), GC dan GC-MS.

Berdasarkan hasil persen yield vanili, penggunaan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) lebih aktif daripada menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG dengan pemakaian oksidator hidrogen peroksida (H_2O_2). Meskipun konversi isoeugenol hampir mencapai 100% tetapi untuk sampel trans-isoeugenol yield vanili yang dihasilkan sebesar 9,05% dan cis-isoeugenol 6,96% dengan penggunaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP) sebagai katalis dan H_2O_2 sebagai oksidator. Sedangkan pemakaian H_2O_2 sebagai oksidator lebih ringan daripada pemakaian O_3 (ozon).

Kata Kunci : *isoeugenol, katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (TTIP), $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG, oksidasi katalitik, vanili*

xv+65 halaman : 18 gambar; 6 tabel

Daftar Pustaka : 24 (1997-2011)

ABSTRACT

Name : Retno Ayu Pratiwi
Program of Study : Chemistry
Title : Catalytic Oxidation Reaction Of Isoeugenol Into Vanillin
Using Catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂

Catalytic oxidation reaction was conducted on isoeugenol into vanillin using γ -Al₂O₃-TiO₂ as a catalyst. The heterogeneous catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂ was first prepared by reacting a solution of Al₂(SO₄)₃ which was obtained NH₄OH to form boehmite. Boehmite was added Ti(OH)₄ gel by the sol-gel method from the hydrolysis of Titanium Tetraisopropoksida (TTIP) with H₂O and HNO₃ at 90°C and for 72 hours. Boehmite-Ti(OH)₄ mixed gel was dried at 120°C for 24 hours and was calcined at 550°C for 18 hours to produce γ -Al₂O₃-TiO₂. The catalyst characterization was performed on X-Ray diffraction instrument and FTIR.

The catalysts activity were tested on the oxidation of isoeugenol into vanillin and the results were compared by the oxidation reaction using Al₂O₃-TiO₂(1:1)PEG catalyst, which was obtained from the previous research students. The oxidation reactions were conducted using methanol as a solvent, two kinds of green oxidators namely hydrogen peroxide (H₂O₂) and ozone (O₃) and 0,2 g of catalyst at 55°C-60°C for 4 hours. The reaction products were determined by Thin Layer Chromatography (TLC), GC and GC-MS.

Based on the percent yield of vanillin, it was found that the catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) was more active than catalyst Al₂O₃-TiO₂(1:1)PEG using hydrogen peroxide (H₂O₂). Although the conversion of isoeugenol were almost 100%, the percent yields of vanillin were very low namely 9,05% from the trans-isoeugenol and 6,96% from the cis-isoeugenol using γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) as a catalyst and H₂O₂ as the oxidator and hydrogen peroxide (H₂O₂) is milder compared to O₃(ozone).

Keyword : *isoeugenol, catalyst γ -Al₂O₃-TiO₂(TTIP), γ -Al₂O₃-TiO₂(1:1) PEG, catalytic oxidation, vanillin*
xv+65 pages : 18 figures; 6 tables
Bibliography : 24 (1997-2011)

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Penelitian Sebelumnya.....	2
1.3 Hipotesis.....	2
1.4 Tujuan.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Katalis.....	3
2.1.1 Parameter Katalis.....	4
2.1.2 Jenis Katalis.....	5
2.1.3 Katalis Heterogen.....	5
2.2 Isoeugenol.....	6
2.3 Vanili.....	7
2.4 Alumina (Al ₂ O ₃).....	8
2.4.1 γ -Alumina (γ -Al ₂ O ₃).....	10

2.4.2 Pembuatan γ Alumina (γ -Al ₂ O ₃).....	11
2.5 Titanium Dioksida (TiO ₂).....	12
2.6 Reaksi Oksidasi.....	12
2.7 Spektrofotometri FTIR.....	14
2.7.1 Cara Kerja Spektrofotometer IR.....	14
2.8 Difraksi Sinar X (XRD).....	15
2.9 GC (Gas Chromatography).....	17
2.10 Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	20
2.11 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa.....	21
BAB III BAHAN DAN CARA KERJA.....	23
3.1 Bahan dan Alat.....	23
3.1.1 Bahan.....	23
3.1.2 Alat.....	23
3.2 Cara Kerja.....	23
3.2.1 Pembuatan Katalis.....	23
3.2.1.1 Pembuatan Sol-Gel TTIP.....	23
3.2.1.2 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	24
3.2.2 Reaksi Oksidasi Katalitik dengan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	24
3.2.3 Analisa Kromatografi Lapis Tipis.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂	25
4.1.1 Pembuatan Katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	25

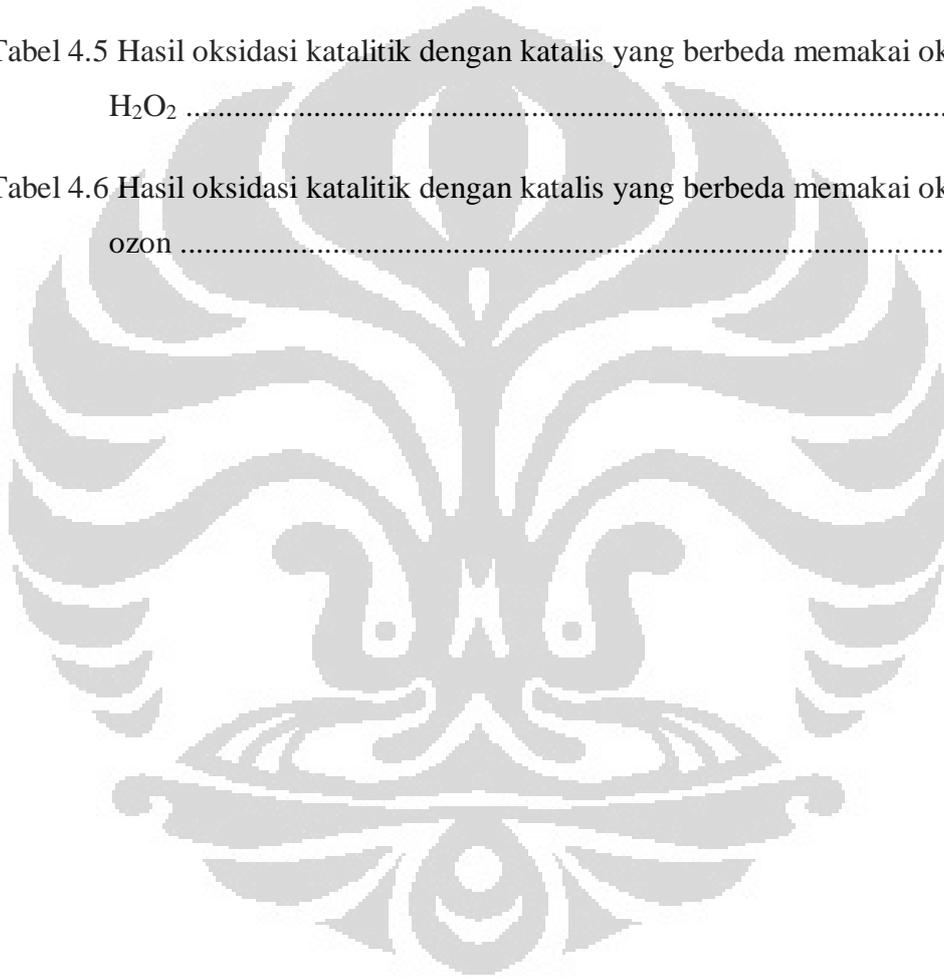
4.2 Karakterisasi Katalis.....	27
4.2.1 Difraksi Sinar X (XRD).....	27
4.2.2 FTIR.....	30
4.3 Reaksi Oksidasi Katalitik.....	31
4.4 Analisis Produk Oksidasi Katalitik Isoeugenol.....	32
4.4.1 Analisis Kromatografi lapis Tipis (KLT).....	32
4.4.2 Analisis GC-MS.....	32
4.4.3 Analisis Kromatografi Gas.....	33
4.5 Mekanisme Reaksi.....	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	36
5.1 Kesimpulan.....	36
5.2 Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA.....	38
LAMPIRAN.....	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kurva hubungan antara katalis dengan energi aktivasi.....	4
Gambar 2.2 Bentuk molekul cis- dan trans- isoeugenol.....	6
Gambar 2.3 Struktur vanili.....	7
Gambar 2.4 Dua lapisan pertama pada struktur γ -Al ₂ O ₃	10
Gambar 2.5 Hubungan antara beberapa bentuk alumina.....	11
Gambar 2.6 Struktur kristal TiO ₂ anatase.....	12
Gambar 2.7 Reaksi oksidasi pada senyawa dengan ikatan rangkap dua.....	12
Gambar 2.8 Difraksi sinar X pada suatu kristal.....	15
Gambar 2.9 Instrumentasi GC.....	16
Gambar 2.10 Kolom kemas dan kolom kapiler.....	18
Gambar 2.11 Skema alat GC-MS.....	22
Gambar 4.1 Difraktogram katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	28
Gambar 4.2 Difraktogram katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG.....	29
Gambar 4.3 Spektrum FTIR γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	30
Gambar 4.4 Kromatogram vanili pada GC-MS.....	33
Gambar 4.5 Reaksi oksidasi isoeugenol.....	35
Gambar 4.6 Reaksi ozonolisis.....	35

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Data hasil analisis XRD katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	28
Tabel 4.2 Data hasil analisis XRD katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG.....	29
Tabel 4.3 Kereaktifan oksidator	31
Tabel 4.4 Perhitungan Nilai Rf Hasil Oksidasi.....	32
Tabel 4.5 Hasil oksidasi katalitik dengan katalis yang berbeda memakai oksidator H ₂ O ₂	34
Tabel 4.6 Hasil oksidasi katalitik dengan katalis yang berbeda memakai oksidator ozon	34



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema kerja pembuatan katalis.....	41
Lampiran 2 Skema kerja reaksi oksidasi katalitik.....	42
Lampiran 3 Data XRD pada katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP).....	43
Lampiran 4 Data XRD pada katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG.....	44
Lampiran 5 Kromatogram cis-iso Eugenol + katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG + ozon..	45
Lampiran 6 Kromatogram trans-iso Eugenol + katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG + ozon.....	46
Lampiran 7 Kromatogram cis-iso Eugenol + katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + ozon...	47
Lampiran 8 Kromatogram trans-iso Eugenol + katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + ozon.....	48
Lampiran 9 Kromatogram cis-iso Eugenol + katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + H ₂ O ₂ ...	49
Lampiran 10 Kromatogram trans-iso Eugenol + katalis γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP) + H ₂ O ₂	50
Lampiran 11 Kromatogram cis-iso Eugenol + katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG + H ₂ O ₂	51
Lampiran 12 Kromatogram trans-iso Eugenol + katalis Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1) PEG + H ₂ O ₂	52
Lampiran 13 Data dan Kromatogram GC-MS.....	53
Lampiran 14 Desain reaktor oksidasi katalitik.....	63
Lampiran 15 Hasil KLT reaksi oksidasi iso Eugenol.....	64
Lampiran 16 Hasil oksidasi katalitik iso Eugenol.....	65

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri kimia telah mengalami kemajuan yang cukup pesat, hal ini ditandai dengan dihasilkannya berbagai macam produk hasil sintesis yang dibutuhkan dalam kehidupan sehari-hari. Kemajuan tersebut tidak lepas dari meningkatnya penggunaan katalis sebagai suatu senyawa yang berfungsi untuk memudahkan dan mempercepat terjadinya laju reaksi kimia. Katalis mempunyai peran yang sangat penting dalam penggunaannya di berbagai reaksi kimia, karena memberikan kontribusi yang baik terhadap hasil produk reaksi dengan cara yang lebih efektif dan efisien.

Penggunaan katalis sangat mendukung salah satu sintesis senyawa kimia yang bermanfaat yaitu vanili. Vanili (*Vanilla planifolia andrews*) merupakan salah satu komoditas perkebunan bernilai ekonomi tinggi. Hal ini disebabkan oleh kandungan flavor yang dihasilkannya bermanfaat sebagai salah satu bahan pengharum makanan dan minuman. Tumbuhan vanila hanya dapat tumbuh di daerah tropis dan subtropis, oleh karena itu di negara-negara yang tidak beriklim demikian vanili diperoleh bukan dengan cara isolasi. Selain dihasilkan dari alam, vanili juga bisa disintesis secara kimia antara lain dari isoeugenol.

Vanili dapat disintesis melalui reaksi oksidasi isoeugenol menggunakan oksidator yang ramah lingkungan H_2O_2 atau O_3 dan katalis heterogen $\gamma-Al_2O_3-TiO_2$ pada suhu $55-60^\circ C$. Pemilihan penggunaan katalis heterogen pada penelitian ini dikarenakan oleh keunggulan dari katalis heterogen yang jauh lebih baik dibandingkan dengan katalis homogen, dimana katalis heterogen mudah dipisahkan dari campuran produk dan reaktan, memiliki aktivitas dan selektifitas yang tinggi, dapat diregenerasi, dan aman bagi lingkungan.

1.2 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian mengenai oksidasi isoeugenol menjadi vanili telah dikembangkan, diantaranya (Wibowo, 2002) Studi katalisis reaksi oksidasi isoeugenol dengan oksidator KMnO_4 menggunakan katalis transfer fase [18]-crown ether-6. Rendemen vanili oksidasi isoeugenol dalam suasana asam (pH 2) adalah 0,021%, dalam suasana netral (pH 7) adalah 0,028% dan dalam suasana basa (pH 9) adalah 0,015%. Selanjutnya, (Dwivita Sari, 2003) juga telah melakukan studi mengenai oksidasi isoeugenol menjadi vanili dengan menggunakan katalis $\text{V}_2\text{O}_5\text{-MoO}_3$. Katalis $\text{V}_2\text{O}_5\text{-MoO}_3$ yang diperoleh, diuji daya katalitiknya pada reaksi oksidasi isoeugenol menjadi vanili. Reaksi oksidasi isoeugenol dilakukan dengan memvariasikan berat katalis dan waktu reaksi. Dari hasil oksidasi, diperoleh kondisi optimum, yaitu pada berat katalis 2 g dan waktu reaksi 10 jam dengan persentase vanili 3,15%. (Suwarso, et.al, 2002) dilakukan reaksi oksidasi isoeugenol dengan menggunakan larutan KMnO_4 , sebagai oksidator, pada kondisi netral yang dikatalisis oleh katalis transfer fase (PTC): (18)-crown ether-6 pada suhu kamar selama 3 jam. Dari reaksi oksidasi tersebut dapat diperoleh vanili sebanyak 16,5 – 22,9 %

1.3 Hipotesis

Reaksi oksidasi isoeugenol dapat dikatalisis dengan menggunakan katalis heterogen. Katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ mempunyai aktivitas yang cukup baik pada reaksi oksidasi isoeugenol menjadi vanili.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mensintesis katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dari TTIP dan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.
2. Menguji daya katalitik katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ pada reaksi katalitik oksidasi isoeugenol menjadi vanili.
3. Membandingkan hasil reaksi oksidasi dengan pemakaian H_2O_2 atau O_3 sebagai oksidator.

BAB II

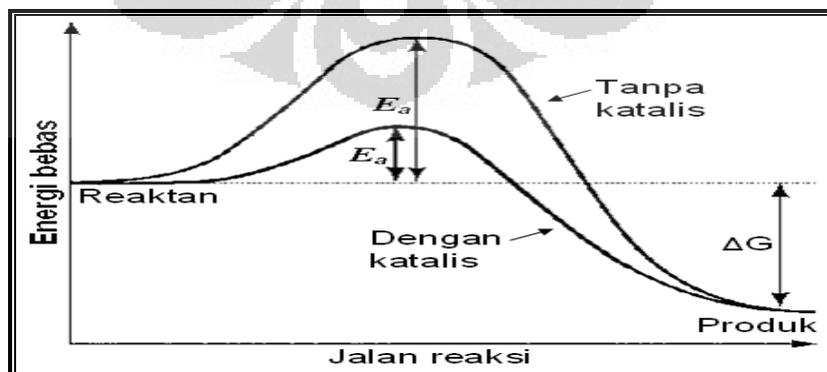
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat menyebabkan suatu reaksi berlangsung lebih cepat. Katalis terlibat dalam proses reaksi, namun dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa tergabung dengan senyawa produk reaksi. Proses reaksi menggunakan katalis disebut reaksi katalisis (Atkins, 1997).

Katalis ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk menurunkan energi aktivasi, sehingga pereaksi mudah mencapai kompleks teraktifkan untuk menghasilkan intermediet reaktif yang akan saling berinteraksi membentuk produk. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk (Atkins, 1997).

Suatu katalis efektif dalam meningkatkan kecepatan suatu reaksi, karena katalis mampu membuat mekanisme alternatif, dimana tiap tahapan memiliki energi aktivasi lebih rendah daripada reaksi tanpa katalis. Selain itu, katalis juga mampu memperbesar kemungkinan terjadinya interaksi efektif antara molekul reaktan, karena molekul-molekul reaktan akan teradsorpsi pada permukaan aktif katalis sehingga kemungkinan terjadinya interaksi antar molekul-molekul reaktan akan semakin besar. Hubungan antara katalis dengan energi aktivasi diperlihatkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Kurva hubungan antara katalis dengan energi aktivasi

2.1.1 Parameter Katalis

Beberapa parameter yang harus diperhatikan untuk dapat menilai baik atau tidaknya suatu katalis adalah (Handoko,2003) :

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektifitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu ketahanan katalis terhadap kondisi reaksi katalisis seperti suhu tinggi.
4. Yield, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan jumlah reaktan yang dikonsumsi (biasanya dinyatakan dalam persen berat produk)
5. Dapat diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

2.1.2 Jenis Katalis

Secara umum katalis dapat dibagi kedalam 3 kelompok yaitu:

1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan, dengan kata lain, interaksi antara reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama. Katalis homogen berfasa cair atau gas, begitu pula dengan reaktan untuk reaksi homogen katalisis juga berfasa cair atau gas.

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan, dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Katalis heterogen memiliki fasa padat, sedangkan reaktan memiliki fasa cair atau gas.

3. Katalis Enzim.

Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid, yang memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.

2.1.3 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan, dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Kelebihan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen adalah proses pemisahannya dengan produk yang dihasilkan lebih mudah, diperlukan dalam jumlah yang lebih sedikit, korosi pada reaktor minimal, dan pada umumnya dapat diregenerasi untuk mendapatkan katalis yang hampir sama dengan katalis yang belum dipakai dalam reaksi katalisis.

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

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi antara reaktan dengan katalis (proses adsorpsi pada permukaan katalis).
3. Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

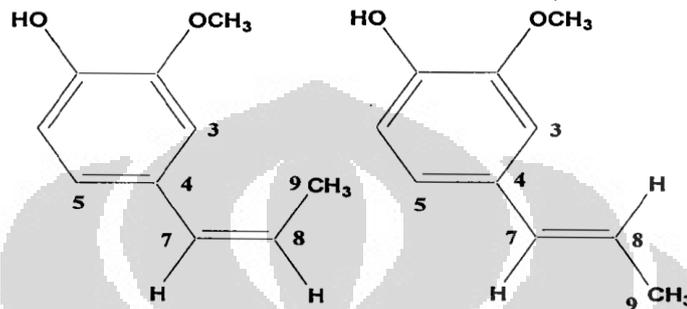
Umumnya katalis heterogen tersusun atas komponen-komponen yang mendukung fungsi kerjanya yaitu pusat aktif yang merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat reaksi; penyangga yang merupakan tempat terdistribusinya inti aktif dan berfungsi untuk menaikkan luas permukaan pusat aktif dan menghasilkan kekuatan mekanik bahan katalis; dan bagian promotor yang berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas dan selektivitas katalis.

2.2 Isoeugenol

Isoeugenol (2-Methoxy-4-(1-propenyl)-phenol) terdapat di dalam berbagai minyak atsiri tetapi kandungan yang terbesar terutama terdapat di dalam cengkeh. Sebagian besar berada bersama eugenol tetapi bukan sebagai komponen utama. Isoeugenol merupakan cairan bening kental berwarna kekuning-kuningan. Isoeugenol komersial diperoleh dengan cara isomerisasi eugenol. Isoeugenol yang didapatkan dimurnikan melalui destilasi fraksinasi pada tekanan rendah.

Isoeugenol komersial umumnya merupakan campuran dari isomer cis- dan trans-isoeugenol dengan kemurnian 99% (Indesso, 2006).

Isoeugenol banyak digunakan sebagai flavouring agent, untuk pembuatan vanilli, komponen fragrance dalam parfum, sabun dan detergen. Rumus molekul isoeugenol yaitu $C_{10}H_{12}O_2$ dengan berat molekulnya yaitu 164.2 g/mol.



Gambar 2.2 Bentuk molekul cis-isoeugenol dan trans-isoeugenol

2.3 Vanili

Vanili (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida) merupakan senyawa organik yang mempunyai gugus benzena dengan gugus aldehida, metoksi dan hidroksi yang terikat pada substituenya. Vanili pada suhu kamar berbentuk padatan kristal berwarna putih kekuningan dengan sifat fisika dan kimia sebagai berikut :

Formula molekul : $C_8H_8O_3$

Berat molekul : 152,15 g/mol

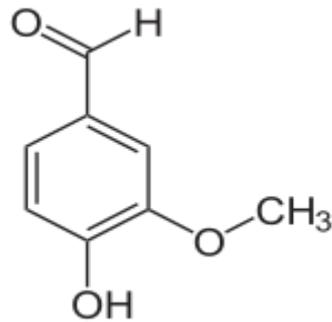
Titik didih : $285^{\circ}C$

Titik leleh : $81-83^{\circ}C$

Tekanan uap : 1 mmHg pada $107^{\circ}C$

Berat jenis : $1,05 \text{ g/cm}^3$

Kelarutan : Sedikit larut dalam air, larut dalam etanol, dietil eter dan aseton, sangat larut dalam benzena dan petroleum eter.



Gambar 2.3 Struktur Vanili (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida)

2.4 Alumina (Al_2O_3)

Alumina merupakan suatu oksida aluminium atau Al_2O_3 . Alumina yang ditemukan di alam berbentuk hidroksida tidak murni dan merupakan penyusun utama bauksit.

Proses Bayer dilakukan untuk menghilangkan pengotor-pengotor seperti SiO_2 , Fe_2O_3 , dan TiO_2 yang terdapat dalam bauksit, sehingga akan menghasilkan Al_2O_3 dengan kemurnian 99,5%.

Alumina mempunyai sifat relatif keras secara fisik, relatif stabil pada suhu tinggi, konduktivitas listrik yang rendah, titik leleh tinggi, struktur porinya besar, serta mempunyai luas permukaan dengan kisaran $100\text{-}200\text{ m}^2/\text{g}$, dengan karakteristik ini, menyebabkan alumina sering digunakan dalam industri, antara lain sebagai adsorben, amplas, katalis, dan penyangga katalis.

Sifat alumina sangat bervariasi tergantung pada cara pembuatannya.

Alumina bersifat amfoter, artinya mempunyai sifat keasaman dan kebasaan yang ditentukan oleh gugus atau ion permukaan yang berada di ujung mikrokristalit. Dalam bentuk aktif, alumina mempunyai permukaan polar yang mampu mengadsorpsi senyawa-senyawa polar. Sifat-sifat tersebut dapat berubah-ubah sesuai dengan suhu dan pH.

2.4.1 Klasifikasi Alumina

Alumina terdapat dalam bentuk anhidrat dan terhidrat, dalam bentuk hidrat (aluminium hidroksida), aluminium hidroksida terdiri dari kandungan gugus hidroksida dan oksida hidroksida. Yang termasuk golongan alumina hidrat antara lain Gibbsite, Bayerite, dan Boehmite.

a. Gibbsite (α -aluminium trihidrat / α -Al(OH)₃)

Gibbsite dikenal juga sebagai hidragilit. Dalam industri, α -aluminium trihidrat diperoleh melalui kristalisasi larutan NaAlO₂. Ukuran partikelnya bervariasi dari 0,5-200 μ m tergantung pada metode pembuatannya.

b. Bayerit (β -aluminium trihidrat / β -Al(OH)₃)

Bayerit dibuat dengan mengendapkan larutan natrium aluminat yang hasilnya berupa gel, lalu di-aging dengan penetralan garam aluminium dengan larutan amonia.

c. Boehmite (α -aluminium oksida hidroksida / α -AlO(OH))

Boehmite dibuat melalui perubahan hidrotermal gibbsite pada suhu di atas 150°C. Kisi boehmite terdiri dari lapisan rangkap dengan ion O²⁻ tersusun secara kemas rapat kubus.

Dalam bentuk anhidrat

Yang termasuk alumina anhidrat adalah alumina stabil (α -alumina) dan alumina transisi (alumina metastabil).

a. Alumina stabil (α -alumina / korundum)

Alumina ini mempunyai sifat paling stabil diantara alumina lain. α -Al₂O₃ merupakan produk akhir dari proses dekomposisi termal dan hidrotermal aluminium hidroksida pada suhu diatas 1100°C, yang bersifat keras, inert, kuat, dan titik lelehnya tinggi (2100°C).

b. Alumina metastabil (alumina transisi / alumina aktif)

Alumina aktif diperoleh dari hasil dehidrasi termal aluminium hidroksida pada rentang suhu 250-800°C.

Berdasarkan kisaran suhu pemanasannya, alumina aktif dikelompokkan menjadi dua, yaitu:

a. Kelompok γ

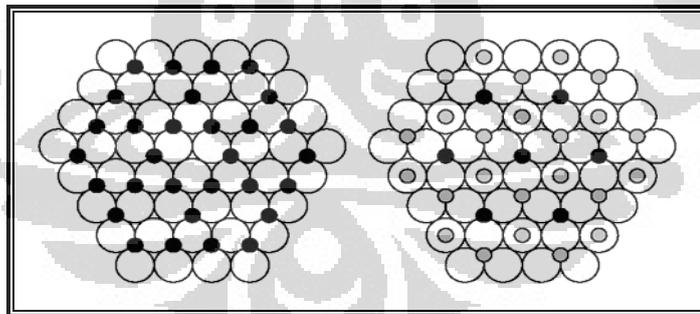
Kelompok ini meliputi χ -, η -, dan γ -Al₂O₃, yang dihasilkan dari pemanasan boehmite dengan suhu dibawah 600°C dan berbentuk Al₂O₃.x H₂O.

b. Kelompok δ

Kelompok ini meliputi κ -, θ -, dan δ -Al₂O₃, yang diperoleh dari hasil pemanasan boehmite pada suhu 900-1000°C dan berbentuk anhidrat.

2.4.2 γ -Alumina (γ -Al₂O₃)

γ -Al₂O₃ merupakan alumina transisi dan berbentuk padatan amorphous yang mempunyai struktur spinel yang cacat, dimana ion oksigen membentuk kemas rapat kubus (ccp), yang mempunyai 16 lubang oktahedral dan 8 lubang tetrahedral. Ion-ion Al³⁺ menempati koordinasi oktahedral dan tetrahedral dalam kisi oksigen tersebut. Struktur Al³⁺ oktahedral dikelilingi 6 atom O²⁻ dan struktur Al³⁺ tetrahedral dikelilingi 4 atom O²⁻.



Gambar 2.4 Dua lapisan pertama pada struktur γ -Al₂O₃

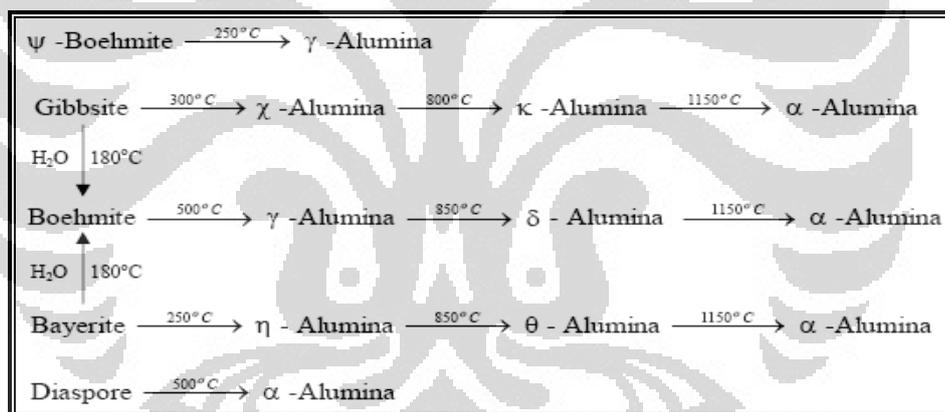
γ -Al₂O₃ terbentuk melalui pemanasan Al(OH)₃ pada suhu 500-800°C. Pemanasan Al(OH)₃ menyebabkan Al(OH)₃ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.

Alumina transisi yang paling terkenal kegunaannya sebagai katalis adalah γ -Al₂O₃ dan η -Al₂O₃. Perbedaan antara γ -Al₂O₃ dan η -Al₂O₃ antara lain adalah η -

Al_2O_3 lebih bersifat asam daripada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Namun, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mempunyai luas permukaan dan pori-pori yang lebih besar daripada $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$, serta stabil dalam proses katalisis. Selain itu, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ juga tidak mahal, stabil pada suhu tinggi, stabil secara fisik dan kuat, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya. Oleh karena itu, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ paling banyak digunakan sebagai katalis.

2.4.3 Pembuatan γ Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Proses pembuatan alumina secara sintetik adalah melalui proses Bayer, dengan pembentukan gel dari aluminium hidroksida. $\text{Al}(\text{OH})_3$ larut dalam asam kuat dan basa kuat, tetapi pada kisaran pH tertentu (netral) terjadi pengendapan hidroksida menghasilkan sol dan berubah menjadi gel. Hubungan beberapa bentuk alumina dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Hubungan di antara beberapa bentuk alumina

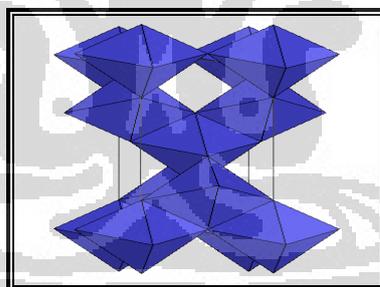
Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung Al^{3+} seperti aluminium klorida. Penambahan basa akan meningkatkan pH larutan dan menyebabkan terbentuknya endapan $\text{Al}(\text{OH})_3$. Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pH karena penambahan basa. Pada rentang pH 3-7, endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite ($\text{AlO}(\text{OH})$), dan dengan pemanasan lebih tinggi dari 500°C akan membentuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ amorf. Jika endapan terbentuk pada pH 6 - 8 maka akan membentuk endapan gel dari kristal boehmite. Setelah di-aging, disaring, dicuci, dan dikalsinasi pada suhu 500°C , boehmite ini akan membentuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

2.5 Titanium Dioksida (TiO₂)

Titanium (Ti) merupakan logam transisi golongan IVB dengan nomor atom 22, dengan konfigurasi elektron [Ar]3d²4s². Titanium berwarna perak keabu-abuan, mempunyai sifat ringan, kuat, dan tahan korosi.

TiO₂ di alam mempunyai tiga bentuk kristal yaitu rutil, anatase, dan brokit. TiO₂ memiliki struktur kristal tetragonal dengan berat molekul sebesar 79,89 g/mol, kerapatan 3,83 g/cm³, dan indeks bias sebesar 2,49. TiO₂ murni tidak terdapat di alam, tetapi berasal dari rutil dan bijih ilmenit (FeTiO₃).

TiO₂ yang biasa digunakan sebagai katalis mempunyai struktur kristal anatase. Bentuk kristal anatase diamati terjadi pada pemanasan TiO₂ bubuk mulai dari suhu 120°C dan mencapai sempurna pada 500°C, sedangkan pada suhu 700°C mulai terbentuk kristal rutil. TiO₂ anatase tersusun atas ion Ti⁴⁺ yang terkoordinasi dengan enam ion O²⁻, dengan luas permukaan sekitar 200-300 m²/g dan mempunyai aktivitas dan selektivitas yang tinggi untuk adsorpsi. Struktur kristal anatase dapat dilihat pada Gambar 2.6.



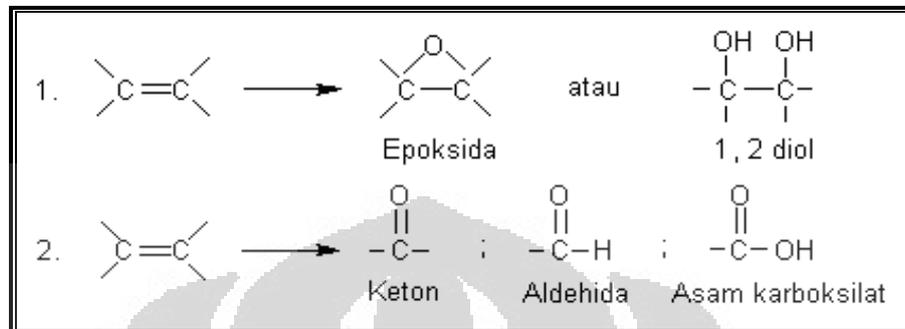
Gambar 2.6 Struktur kristal TiO₂ anatase

2.6 Reaksi Oksidasi

Reaksi oksidasi dalam kimia organik adalah penghilangan atom H atau pembentukan ikatan baru antara C dan H. Oksidasi terhadap senyawa dengan ikatan rangkap dapat dibagi menjadi dua golongan.

1. Oksidasi ikatan π tanpa pemutusan ikatan σ
2. Oksidasi ikatan π dengan pemutusan ikatan σ

Oksidasi tanpa pemutusan ikatan akan menghasilkan epoksida atau diol, sedangkan oksidasi dengan pemutusan ikatan akan menghasilkan aldehida, keton, atau asam karboksilat, seperti yang terlihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Reaksi oksidasi pada senyawa dengan ikatan rangkap dua

Reaksi oksidasi pada molekul hidrokarbon dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu oksidasi elektrofilik dan oksidasi nukleofilik. Oksidasi elektrofilik merupakan reaksi oksidasi melalui aktivasi oksigen, yang kemudian akan menyerang ikatan molekul organik dengan kerapatan elektron terbesar, biasanya ikatan π . Sedangkan oksidasi nukleofilik, yaitu reaksi oksidasi yang didahului dengan aktivasi molekul hidrokarbon, kemudian diikuti dengan penambahan oksigen dan pengurangan hidrogen.

2.7 Spektrofotometri FTIR

Pada dasarnya Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) adalah sama dengan Spektrofotometer IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati contoh. Dasar pemikiran dari Spektrofotometer FTIR adalah dari persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Baptiste Joseph Fourier, seorang ahli matematika dari Perancis.

Fourier mengemukakan deret persamaan gelombang elektronik sebagai :

$$f(t) = a_0 + a_1 \cos \omega_0 t + a_2 \cos 2\omega_0 t + \dots + b_1 \cos \omega_0 t + b_2 \cos 2\omega_0 t$$

dimana :

- a dan b merupakan suatu tetapan
- t adalah waktu
- ω adalah frekwensi sudut (radian per detik)
- ($\omega = 2 \pi f$ dan f adalah frekwensi dalam Hertz)

Dari deret Fourier tersebut intensitas gelombang dapat digambarkan sebagai daerah waktu atau daerah frekwensi. Perubahan gambaran intensitas gelombang radiasi elektromagnetik dari daerah waktu ke daerah frekwensi atau sebaliknya disebut Transformasi Fourier (*Fourier Transform*).

Selanjutnya pada sistem optik peralatan instrumen FTIR dipakai dasar daerah waktu yang non dispersif. Sebagai contoh aplikasi pemakaian gelombang radiasi elektromagnetik yang berdasarkan daerah waktu adalah interferometer yang dikemukakan oleh Albert Abraham Michelson (Jerman, 1831).

2.7.1 Cara Kerja Alat Spektrofotometer FTIR

Sistem optik Spektrofotometer FTIR dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak dan jarak cermin yang diam. Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*.

Pada sistim optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

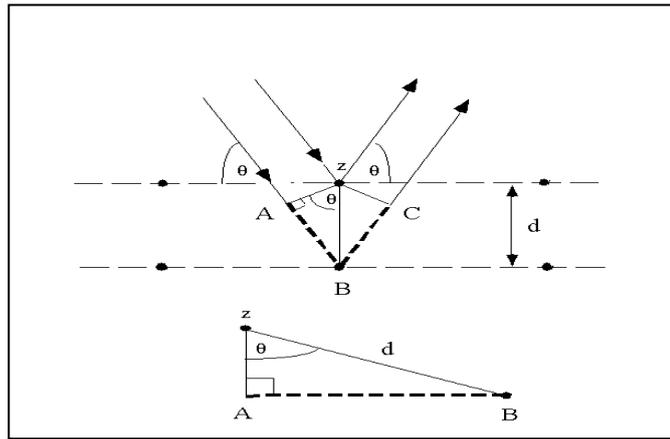
Secara keseluruhan, analisis menggunakan spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama dibandingkan metoda konvensional lainnya, yaitu :

1. Dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau scanning.
2. Sensitifitas dari metoda Spektrofotometri FTIR lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (*slitless*).

2.8 Difraksi Sinar X (XRD)

Difraksi merupakan gejala hamburan yang terjadi apabila sinar-X datang pada atom-atom dalam bidang kristal. Pada tahun 1912 fisikawan Jerman Max Van Laue menyatakan bahwa jika kristal terdiri dari barisan-barisan atom-atom yang teratur dan sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang mempunyai panjang gelombang yang sama dengan jarak antar atom pada kristal, maka kristal tersebut dapat mendifraksikan sinar-X. Apabila suatu kristal dihamburkan dengan berkas sinar-X, maka setiap atom dalam kristal yang dilalui oleh sinar-X mengabsorpsi energi dan kemudian memancarkan kembali ke segala arah. Dengan demikian atom-atom itu merupakan sumber energi sekunder atau dapat dikatakan bahwa sinar x dihamburkan oleh atom-atom dalam kristal. Sinar sekunder yang berasal dari berbagai atom saling berinterferensi, ada yang saling menguat dan ada pula yang saling melemahkan.

Kemudian pada tahun 1913 teori tersebut dikembangkan oleh W. L. Bragg, yang beranggapan bahwa sinar-x yang menembus kristal akan dipantulkan oleh lapisan atom yang berikutnya seperti terlihat pada gambar dibawah ini :



Gambar 2.8 Difraksi sinar X pada suatu kristal

Agar terjadi interferensi maksimum (saling menguat), sinar 1 dan sinar 2 harus se-fase. Ini berarti bahwa beda lintasan kedua harus sama dengan panjang gelombang sinar atau kelipatannya.

Jadi hubungannya memenuhi persamaan :

$$2d \sin \theta = n \lambda.$$

Persamaan tersebut dikenal dengan Hukum Bragg. Dimana :

λ = Panjang gelombang

n = orde difraksi

θ = sudut hamburan Bragg

d = Jarak antar bidang.

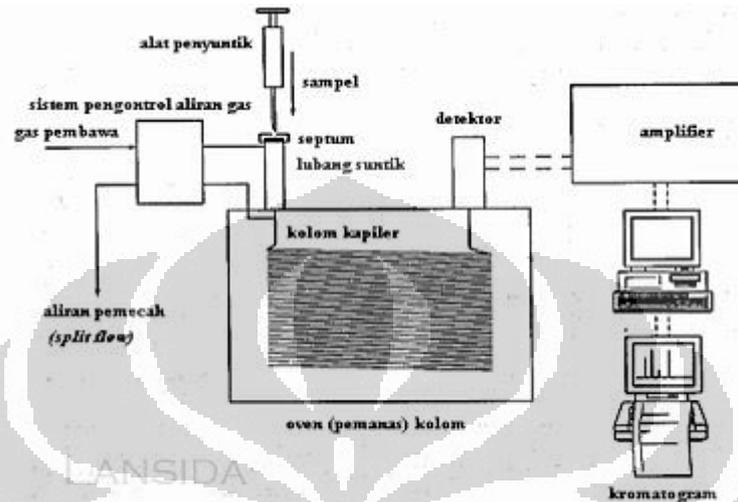
Besar Sudut difraksi θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar x dan jarak d antar bidang.

2.9 Kromatografi Gas

Kromatografi gas (KG) yang biasa disebut juga GC (Gas Chromatography) merupakan teknik instrumental yang dikenalkan pertama kali pada tahun 1950-an. GC merupakan metode yang dinamis untuk pemisahan dan deteksi senyawa-senyawa organik yang mudah menguap dan senyawa-senyawa gas anorganik dalam suatu campuran. Perkembangan teknologi yang signifikan dalam bidang elektronik, komputer, dan kolom telah menghasilkan batas deteksi yang lebih rendah serta identifikasi senyawa menjadi lebih akurat melalui teknik

analisis dengan resolusi yang meningkat. GC menggunakan gas sebagai gas pembawa/fase geraknya

SISTEM PERALATAN KROMATOGRAFI GAS (GC)



Gambar 2.9 Instrumentasi GC

1. Kontrol dan penyedia gas pembawa;
2. ruang suntik sampel;
3. kolom yang diletakkan dalam oven yang dikontrol secara termostatik;
4. sistem deteksi dan pencatat (detektor dan recorder); serta
5. komputer yang dilengkapi dengan perangkat pengolah data.

1. Fase gerak

Fase gerak pada GC juga disebut dengan gas pembawa karena tujuan awalnya adalah untuk membawa solut ke kolom, karenanya gas pembawa tidak berpengaruh pada selektifitas. Syarat gas pembawa adalah tidak reaktif; murni/kering karena kalau tidak murni akan berpengaruh pada detektor; dan dapat disimpan dalam tangki tekanan tinggi (biasanya merah untuk hidrogen, dan abu-abu untuk nitrogen).

2. Ruang suntik sampel

Lubang injeksi didesain untuk memasukkan sampel secara cepat dan efisien. Desain yang populer terdiri atas saluran gelas yang kecil atau tabung logam yang dilengkapi dengan septum karet pada satu ujung untuk mengakomodasi injeksi dengan syringe. Karena helium (gas pembawa) mengalir melalui tabung, sejumlah volume cairan yang diinjeksikan (biasanya antara 0,1-3,0 μL) akan segera diuapkan untuk selanjutnya di bawa menuju kolom. Septum karet, setelah dilakukan pemasukan sampel secara berulang, dapat diganti dengan mudah. Sistem pemasukan sampel (katup untuk mengambil sampel gas) dan untuk sampel padat juga tersedia di pasaran.

Pada dasarnya, ada 4 jenis injektor pada kromatografi gas, yaitu:

- a. Injeksi langsung (direct injection), yang mana sampel yang diinjeksikan akan diuapkan dalam injektor yang panas dan 100 % sampel masuk menuju kolom.
- b. Injeksi terpecah (split injection), yang mana sampel yang diinjeksikan diuapkan dalam injektor yang panas dan selanjutnya dilakukan pemecahan.
- c. Injeksi tanpa pemecahan (splitless injection), yang mana hampir semua sampel diuapkan dalam injektor yang panas dan dibawa ke dalam kolom karena katup pemecah ditutup; dan
- d. Injeksi langsung ke kolom (on column injection), yang mana ujung semprit dimasukkan langsung ke dalam kolom.

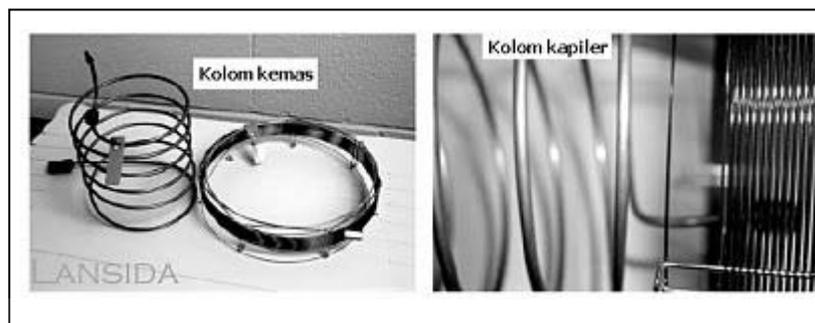
Teknik injeksi langsung ke dalam kolom digunakan untuk senyawa-senyawa yang mudah menguap, karena kalau penyuntikannya melalui lubang suntik secara langsung dikhawatirkan akan terjadi peruraian senyawa tersebut karena suhu yang tinggi atau pirolisis.

3. Kolom

Kolom merupakan tempat terjadinya proses pemisahan karena di dalamnya terdapat fase diam. Oleh karena itu, kolom merupakan komponen sentral pada GC.

Ada 3 jenis kolom pada GC yaitu kolom kemas (packing column) dan kolom kapiler (capillary column); dan kolom preparative (preparative column).

Perbandingan kolom kemas dan kolom kapiler ditunjukkan oleh gambar berikut :



2.10 Kolom kemas dan kolom kapiler

Kolom kemas terbuat dari gelas atau logam yang tahan karat atau dari tembaga dan aluminium. Panjang kolom jenis ini adalah 1–5 meter dengan diameter dalam 1-4 mm. Kolom kapiler sangat banyak dipakai karena kolom kapiler memberikan efisiensi yang tinggi (harga jumlah pelat teori yang sangat besar > 300.000 pelat). Kolom preparatif digunakan untuk menyiapkan sampel yang murni dari adanya senyawa tertentu dalam matriks yang kompleks.

4. Detektor

Komponen utama selanjutnya dalam kromatografi gas adalah detektor. Detektor merupakan perangkat yang diletakkan pada ujung kolom tempat keluar fase gerak (gas pembawa) yang membawa komponen hasil pemisahan. Detektor pada kromatografi adalah suatu sensor elektronik yang berfungsi mengubah sinyal gas pembawa dan komponen-komponen di dalamnya menjadi sinyal elektronik. Sinyal elektronik detektor akan sangat berguna untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif terhadap komponen-komponen yang terpisah di antara fase diam dan fase gerak.

Pada garis besarnya detektor pada GC termasuk detektor diferensial, dalam arti respons yang keluar dari detektor memberikan relasi yang linier dengan kadar atau laju aliran massa komponen yang teresolusi. Kromatogram yang merupakan hasil pemisahan fisik komponen-komponen oleh GC disajikan oleh detektor sebagai deretan luas puncak terhadap waktu. Waktu tambat tertentu dalam kromatogram dapat digunakan sebagai data kualitatif, sedangkan luas puncak dalam

kromatogram dapat dipakai sebagai data kuantitatif yang keduanya telah dikonfirmasi dengan senyawa baku.

5. Komputer

Komponen GC selanjutnya adalah komputer. GC modern menggunakan komputer yang dilengkapi dengan perangkat lunaknya (software) untuk digitalisasi signal detektor dan mempunyai beberapa fungsi antara lain:

- Memfasilitasi setting parameter-parameter instrumen seperti: aliran fase gas; suhu oven dan pemrograman suhu; serta penyuntikan sampel secara otomatis.
- Merekam data kalibrasi, retensi, serta perhitungan-perhitungan dengan statistik.
- Menyimpan data parameter analisis untuk analisis senyawa tertentu.

2.10 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi merupakan salah satu cara pemisahan untuk campuran senyawa-senyawa kimia. Cara ini pertama kali digunakan oleh Michael Tawett (1906), seorang berkebangsaan Rusia, untuk memisahkan zat klorofil dari sampel yang mengandung campuran zat-zat berwarna yang berasal dari tumbuh-tumbuhan.

Prinsip dasar kromatografi adalah adanya perbedaan kecepatan migrasi (perpindahan) komponen-komponen dalam campuran yang akan terpisah satu dengan yang lainnya. Hal ini disebabkan adanya perbedaan antar aksi atau afinitas komponen-komponen campuran terhadap fasa diam (fasa stasioner) dan fasa gerak (fasa mobil), sehingga komponen-komponen itu akan bergerak dengan kecepatan yang berbeda-beda. Fasa diam yang digunakan berupa lapisan tipis atau adsorben yang dilapiskan pada plat gelas atau plastik, sedangkan fasa gerak berupa zat organik yang bergerak di sepanjang plat lapisan tipis dengan adanya aksi kapiler. Bila komponen campuran memiliki sifat kepolaran yang mirip dengan adsorben, maka pada akhir kromatografi akan tertahan pada plat dan

sebaliknya jika sifat kepolarannya lebih mendekati fasa gerak, komponen campuran akan terelusi oleh fasa gerak.

Kromatografi lapis tipis dapat digunakan untuk keperluan yang luas dalam pemisahan-pemisahan. Disamping menghasilkan pemisahan yang baik, juga membutuhkan waktu yang lebih cepat. Senyawa-senyawa yang terpisah pada lapisan tipis diidentifikasi dengan melihat fluoresensi dalam sinar ultraviolet. Dan mencari harga Rf (Retardation Factor). Rf adalah nilai perbandingan jarak yang ditempuh oleh komponen campuran terhadap jarak yang ditempuh oleh eluen dalam waktu yang sama.

Faktor-faktor yang mempengaruhi gerakan noda dalam kromatografi lapis tipis yang juga mempengaruhi harga Rf, yaitu:

1. Struktur kimia dari senyawa yang sedang dipisahkan
2. Sifat dari penyerap dan derajat aktifitasnya

Perbedaan penyerap akan memberikan perbedaan yang besar terhadap harga-harga Rf meskipun menggunakan fasa bergerak dalam solut yang sama, tetapi hasil akan dapat diperoleh jika menggunakan penyerap yang sama juga ukuran partikel tetap dan jika pengikat (kalau ada) dicampur hingga homogen.

3. Tebal dan kerataan dari lapisan penyerap

Meskipun dalam prakteknya tebal dan lapisan tidak dapat dilihat pengaruhnya, tetapi perlu diusahakan tebal lapisan yang rata. Ketidakrataan akan menyebabkan aliran pelarut menjadi tak rata pula dalam daerah yang kecil dari plat.

4. Pelarut dan derajat kemurniannya fasa gerak

Kemurnian dari pelarut yang digunakan sebagai fasa bergerak dalam kromatografi lapis tipis adalah sangat penting dan bila campuran pelarut digunakan maka perbandingan yang dipakai harus betul-betul diperhatikan.

5. Derajat kejenuhan dari uap dalam bejana pengembangan yang digunakan.

6. Jumlah cuplikan yang digunakan

Penetes cuplikan dalam jumlah yang berlebihan memberikan tendensi penyebaran noda-noda dengan kemungkinan terbentuknya ekor dan efek tak kesetimbangan lainnya hingga akan mengakibatkan kesalahan-kesalahan pada harga-harga Rf.

7. Suhu

Pemisahan-pemisahan sebaiknya dikerjakan pada suhu tetap, hal ini terutama untuk mencegah perubahan-perubahan dalam komposisi pelarut yang disebabkan oleh penguapan atau perubahan-perubahan fasa.

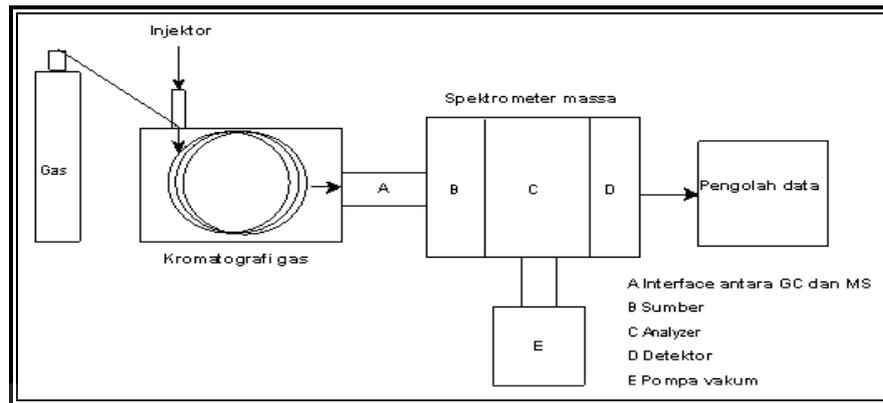
8. Kesetimbangan

Ternyata bahwa kesetimbangan dalam lapisan tipis lebih penting dalam kromatografi kertas, hingga perlu mengusahakan atmosfer dalam bejana jenuh dengan uap pelarut. Suatu gejala bila atmosfer dalam bejana tidak jenuh dengan uap pelarut, bila digunakan pelarut campuran, akan terjadi pengembangan dengan permukaan pelarut yang terbentuk cekung dan fasa bergerak lebih cepat pada bagian tepi-tepi dari pada bagian tengah. keadaan ini harus dicegah.

2.11 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa

Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa merupakan metode yang menggabungkan kromatografi gas dan spektroskopi massa untuk mengidentifikasi zat dalam sampel. Metode analisis dilakukan dengan membandingkan konsentrasi massa atom dari spektrum yang dihasilkan.

Prinsip kerja GC-MS yaitu, senyawa sampel ditembak oleh arus elektron sehingga menyebabkan senyawa terpisah menjadi fragmen yang merupakan muatan ion dengan massa tertentu. Massa fragmen jika dibagi muatan disebut perbandingan massa per muatan (M/Z), yang mewakili berat molekul fragmen. Fragmen tertentu difokuskan melewati celah menuju detektor oleh empat elektromagnet (quadropole) yang diprogram oleh komputer. Siklus quadropole disebut scan, yang berlangsung berkali-kali perdetik. Komputer merekam grafik pada setiap scan, dan grafik ini disebut spektrum massa. Komputer GC-MS memiliki literatur spektrum untuk mengidentifikasi senyawa kimia yang tidak diketahui dengan membandingkan spektrum massa dari komponen sampel dengan literatur.



Gambar 2.11 Skema Alat GC-MS



BAB III

BAHAN DAN CARA KERJA

3.1 Bahan dan Alat

3.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ adalah Al₂(SO₄)₃ 1M, NH₄OH 6,4M, BaCl₂, Titanium Tetraisopropoksida (TTIP), larutan HNO₃ pekat, aquademin.

Untuk reaksi oksidasi katalitik, bahan-bahan yang digunakan adalah cis- dan trans- isoeugenol, CH₃OH pekat, ozon, dan H₂O₂ 30%. Untuk analisa KLT digunakan n-heksana dan etil asetat sebagai fasa gerak.

3.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan yaitu peralatan gelas, neraca analitik, termometer, botol polypropylene, *hotplate stirrer*, *magnetic stirrer*, *heating mantle*, kondensor, pompa sirkulasi, selang penghubung kondensor, penyaring *buchner*, pompa vakum, oven, tanur. Untuk analisa hasil digunakan plat silika gel dan lampu UV untuk KLT serta GC FTIR untuk karakterisasi gugus fungsi katalis.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Pembuatan Katalis

3.2.1.1 Pembuatan Larutan Sol-Gel TTIP

5 mL Titanium Isopropoksida (TTIP) dicampurkan dengan 50 mL H₂O dan 0.33 mL HNO₃ pekat. Campuran ini kemudian direfluks selama 3x24 jam pada suhu 90°C menggunakan labu bulat, *heating mantle* dan kondensor.

3.2.1.2 Pembuatan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dibuat dengan cara mencampurkan 250 mL larutan Al₂(SO₄)₃ 1M dengan larutan NH₄OH 6,4M sampai mencapai pH 8-9 sambil mengaduk dengan magnetic stirrer pada suhu ruang. Dilakukan *aging* pada endapan tersebut di dalam botol *polypropylene* yang diletakkan dalam *water bath* pada suhu 40°C dan 80°C, masing-masing selama 96 jam. Mencuci endapan yang diperoleh sampai netral dan bebas sulfat, dicek filtratnya dengan larutan BaCl₂. Mencampur endapan boehmite yang telah diperoleh dengan sol gel TTIP yang telah dihidrolisis. Mengaduk campuran tersebut menggunakan stirrer sampai homogen selama 12 jam, menyaring, mengeringkan di dalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam, dan mengkalsinasi pada suhu 550°C selama 18 jam di dalam furnace/ tanur. Katalis yang di dapat dinamakan γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) yang selanjutnya akan dikarakterisasi dengan instrumen XRD.

3.2.2 Reaksi Oksidasi Katalitik dengan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

5 mL trans- atau cis- isoeugenol direaksikan dengan 5 mL CH₃OH, 0,2 g katalis dan dialiri gas O₃ dan H₂O₂ kemudian dipanaskan pada suhu 55-60°C selama 4 jam. Reaksi dilakukan dengan sistem refluks dan pemanasnya menggunakan hotplate stirrer. Hasil reaksi kemudian dianalisis menggunakan GC dan GC-MS.

3.2.3 Analisa Kromatografi Lapis Tipis

Hasil reaksi oksidasi dilihat pemisahannya dengan kromatografi lapis tipis dengan menotolkan sampel ke plat silika gel dengan fasa gerak n-heksana:etil asetat (9:1). Spot pada plat dapat dilihat dibawah lampu UV.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂

4.1.1 Pembuatan katalis γ - Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

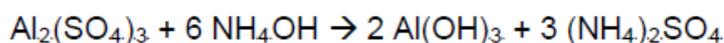
Prosedur pembuatan katalis dimulai dengan reaksi hidrolisis Titanium Tetraisopropoksida dalam isopropanol (TTIP). Reaksi ini untuk mendapatkan matriks Ti(OH)_n berupa sol-gel dan setelah dikalsinasi akan membentuk kristal TiO₂ anatase. Sol-gel ini yang nantinya akan ditambahkan ke dalam gel boehmite sebagai sumber Ti untuk pembuatan katalis campuran oksida γ - Al₂O₃-TiO₂ (TTIP).

Reaksi hidrolisis ini dimulai dengan mereaksikan 5 ml TTIP dengan 50 ml H₂O, dan 0,33 ml HNO₃ pekat sebagai katalis. Campuran ini direfluks di dalam labu bulat dan menggunakan kondensor serta *heating mantle* pada suhu 90°C selama 3 x 24 jam. Reaksi yang terjadi pada hidrolisis adalah:



Larutan TTIP yang awalnya tidak larut air akan membentuk sistem sol-gel berwarna putih setelah dihidrolisis.

Selanjutnya pembuatan boehmite dimulai dari mereaksikan 250 ml larutan Al₂(SO₄)₃ 1M dengan larutan NH₄OH 6,4 M yang ditetesi perlahan dari dalam buret dan disertai pengadukan konstan sampai pH campuran mencapai 8-9 diukur dengan indikator universal. Kenaikan pH akan ditandai dengan perubahan bentuk fisik campuran dari larutan menjadi gel padat pada rentang pH 6-7. Larutan NH₄OH 6,4 M terus ditambahkan hingga terbentuk gel yang lebih encer pada rentang pH 8-9. Reaksi yang terjadi pada penambahan larutan larutan NH₄OH 6,4 M adalah:



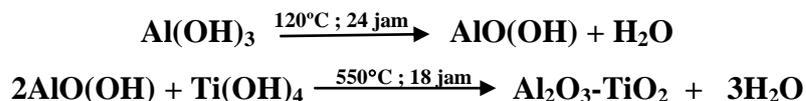
$\text{Al}(\text{OH})_3$ ini dipindahkan ke dalam botol polypropilene yang diletakkan di dalam *water bath* untuk *aging* pada suhu 40°C dan 80°C , masing-masing selama 96 jam.

Proses *aging* ini bertujuan untuk membentuk polimer $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang lebih kristalin. Pada suhu 40°C , endapan boehmite diubah menjadi β -aluminium trihidroksida atau bayerite. Pada suhu 80°C , bayerite akan berubah menjadi α -aluminium hidroksida atau boehmite yang lebih kristalin. Setelah proses *aging* selesai, gel dikeluarkan dari botol polypropylene dan dilakukan pencucian karena masih mengandung sisa basa (OH^-) dan ion sulfat (SO_4^{2-}). Pencucian endapan boehmite menggunakan aquademin hingga pH indikator universal menunjukkan netral dan filtrat cuciannya bebas sulfat. Untuk mengetahui filtrat cucian telah bebas sulfat, maka dites dengan larutan BaCl_2 . Apabila ketika larutan BaCl_2 diteteskan ke filtrat cucian dan masih terdapat endapan putih, maka endapan tersebut belum bebas sulfat. Pencucian baru benar-benar dihentikan setelah tidak terbentuk endapan putih BaSO_4 lagi. Reaksi yang terjadi antara larutan uji BaCl_2 dengan filtrat cucian adalah sebagai berikut:



Tahap selanjutnya boehmite tersebut disaring dengan penyaring buchner dan pompa vakum, setelah itu dicampurkan dengan gel putih TTIP yang telah dihidrolisis terlebih dahulu. Campuran ini diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 12 jam agar menjadi homogen. Setelah itu campuran disaring kembali dan dibuat *pellet* untuk kemudian dipanaskan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 120°C . Pembuatan *pellet* dilakukan agar katalis dapat mudah dipisahkan pada saat selesai reaksi nanti. Pemanasan di dalam oven bertujuan untuk mengeringkan boehmite. Setelah kering, *pellet* tersebut ditempatkan ke dalam cawan porselen dan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 18 jam. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang masih mungkin terikat di dalam boehmite, sehingga akan dihasilkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

Reaksi yang terjadi selama pemanasan dan kalsinasi adalah :



Katalis γ - $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ yang didapat setelah dikalsinasikan berwarna putih

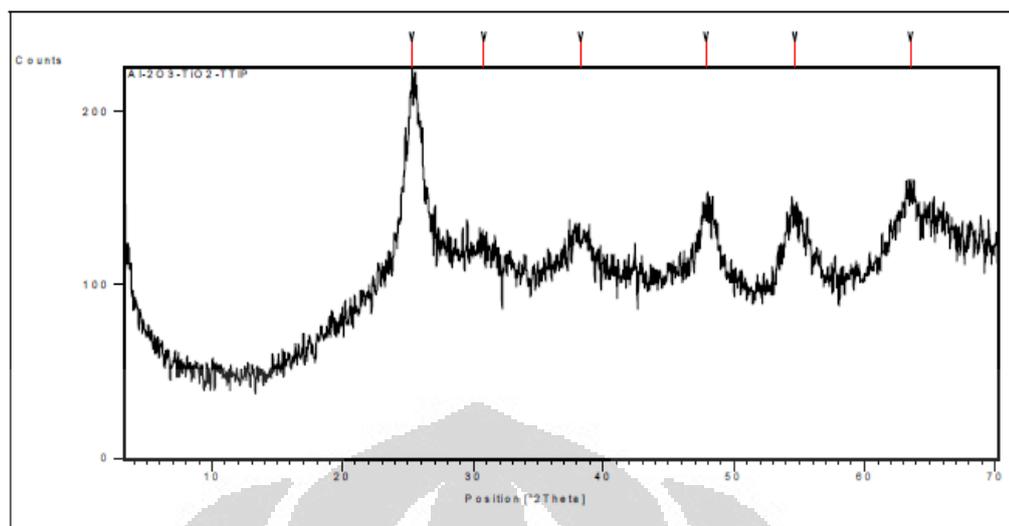
4.2 Karakterisasi Katalis

4.2.1 Difraksi Sinar X (XRD)

Untuk membuktikan struktur katalis yang telah disintesis dan membandingkannya dengan data standar diperlukan analisis XRD. Karakterisasi katalis dengan pengukuran XRD akan diperoleh data dari puncak-puncak karakteristik pada sudut difraksi 2θ dan intensitas relatif puncak-puncak tersebut. Difraksi sinar x suatu kristal hanya akan terjadi pada sudut tertentu, sehingga akan mempunyai pola difraksi tertentu.

Dari pengukuran XRD dapat diketahui tingkat kristalinitas dengan melihat secara keseluruhan puncak difraktogram yang cukup tajam dan tidak lebar. Kristalinitas perlu untuk diketahui agar memberikan informasi mengenai tingkat kesempurnaan struktur kristal katalis, sehingga dengan tingkat kristal yang baik akan memberikan reaksi katalitik yang optimum.

Hasil analisis XRD dapat dilihat pada Gambar difraktogram 4.1 dan 4.2 serta pada data difraktogram Tabel 4.1 dan 4.2



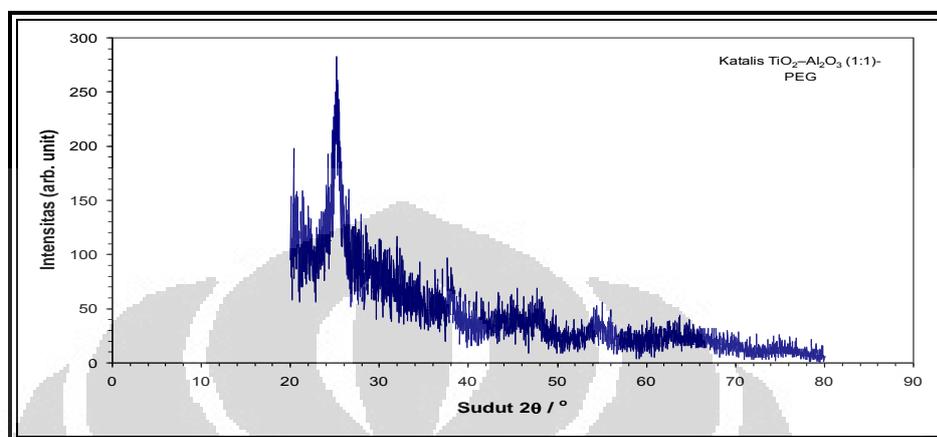
Gambar 4.1. Difraktogram Katalis γ - Al_2O_3 - TiO_2 (TTIP)
[Sumber : Mila Ramadhani, 2007]

Tabel 4.1. Data Hasil Analisis XRD Katalis γ - Al_2O_3 - TiO_2 (TTIP)

γ - Al_2O_3 standar			TiO_2 anatase standar		γ - Al_2O_3 - TiO_2 (TTIP) hasil sintesis		
2 θ	d-spacing [Å]	Int [%]	2 θ	Int [%]	2 θ	d-spacing [Å]	Int [%]
30,434	2,9370	17	25,204	100	25,2889	3,51895	100,00
36,495	2,4430	37	37,782	32	30,7522	2,90510	16,83
37,440	2,4020	45	48,074	61	38,2967	2,34836	28,71
37,931	2,3720	62	53,918	43	47,8381	1,90145	42,59
46,197	1,6500	78	55,112	40	54,6865	1,67704	56,44
67,312	1,3910	100	62,723	31	63,5058	1,46373	34,89

Puncak-puncak karakteristik dari katalis γ - Al_2O_3 - TiO_2 (TTIP) hasil sintesis menunjukkan identifikasi γ - Al_2O_3 dan TiO_2 . Dari gambar dan data diatas dapat dikatakan bahwa γ - Al_2O_3 - TiO_2 yang diperoleh dari proses sintesis terdapat kemiripan nilai intensitas dan 2 θ dengan data standar, tetapi masih belum

memiliki kristalinitas yang tinggi atau masih terbentuk mikrokristal atau amorf, terlihat dari puncak-puncaknya yang belum tajam dan masih melebar. Spektra difraksi dari $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG
[Sumber : Nurhayati, 2008]

Tabel 4.2 Data difraksi $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG hasil sintesis

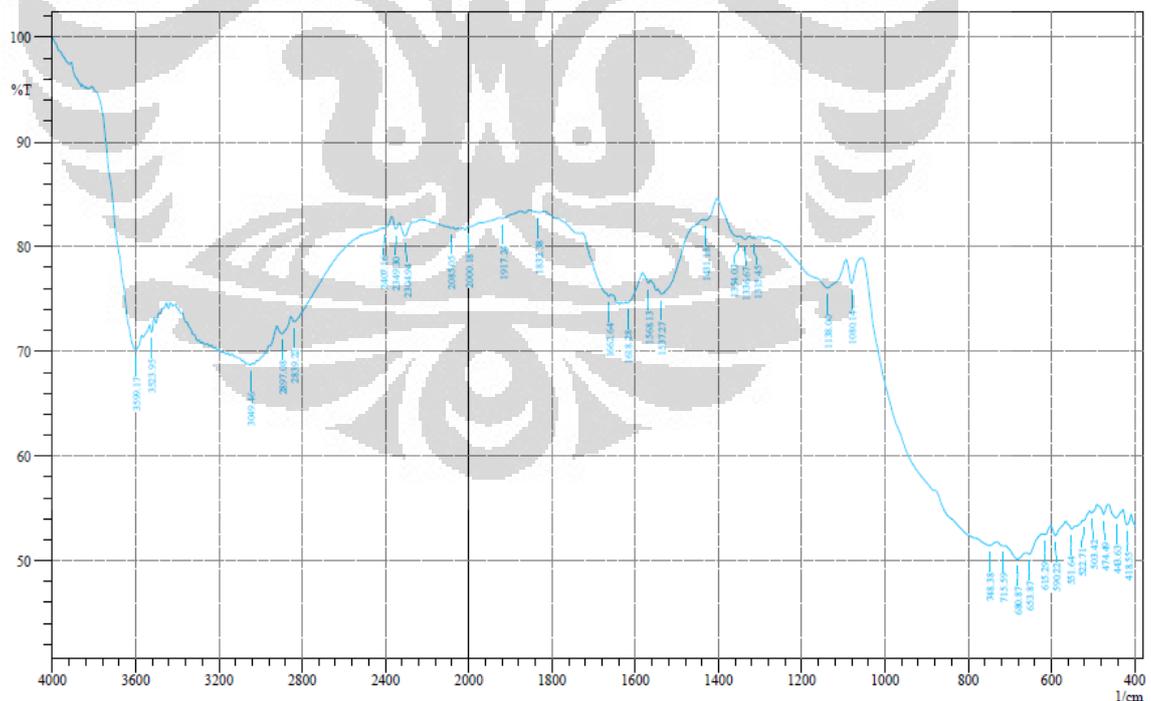
Puncak	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ standar		TiO_2 anatase standar		$\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG hasil sintesis	
	2 θ	Int [%]	2 θ	Int [%]	2 θ	Int [%]
1	31,94	20,00	25,32	100,00	25,23	100,00
2	37,60	80,00	37,84	19,02	38,12	25,26
3	45,86	100,00	48,07	24,92	48,04	22,21
4	60,90	30,00	53,95	15,82	54,09	24,67
5	67,03	100,00	62,75	11,81	64,43	20,49

Berdasarkan data hasil difraksi pada Tabel 4.2, dapat diketahui bahwa katalis $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG mempunyai nilai sudut 2θ yang lebih mendekati data standar TiO_2 anatase. Pada puncak yang terbentuk dihasilkan pula sudut 2θ yang mendekati nilai standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, sehingga dapat diketahui bahwa

pembentukan kristal TiO_2 anatase lebih dominan dibandingkan Al_2O_3 . Pembentukan TiO_2 yang dominan diperkirakan karena proses pembentukan kristal TiO_2 lebih cepat dibandingkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, sehingga kristalinitas lebih terlihat pada TiO_2 . Sedangkan Al_2O_3 yang terbentuk kemungkinan masih bersifat amorf sehingga kristalinitasnya tidak terlalu terlihat. Adanya kesamaan sudut 2θ pada katalis $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1:1)-PEG dengan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan TiO_2 standar, menunjukkan bahwa katalis hasil sintesis tersebut mengandung kedua oksida pembentuknya.

4.2.2 FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan-ikatan yang terdapat pada katalis hasil sintesis. Ikatan tersebut dapat mencirikan suatu senyawa yang terbentuk. Ikatan dapat diketahui melalui serapan sinar infra merah pada bilangan gelombang tertentu. Alumina mempunyai gugus OH yang terdapat pada daerah panjang gelombang, $\nu = 3400\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$. Pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ hasil sintesis gugus OH terdapat pada panjang gelombang $3523,95$ dan $3599,17\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

4.3 Reaksi Oksidasi Katalitik

Reaksi oksidasi isoeugenol dilakukan untuk menguji aktivitas katalis γ - Al_2O_3 - TiO_2 (TTIP) dan Al_2O_3 - TiO_2 (1:1)-PEG yang telah disintesis oleh Nurhayati, mahasiswi kimia angkatan 2008. Pada penelitian ini digunakan dua katalis Al_2O_3 - TiO_2 dengan preparasi yang berbeda dan dengan oksidator yang ramah lingkungan yaitu H_2O_2 dan O_3 . Reaksi oksidasi katalitik isoeugenol menjadi vanili dilakukan di dalam labu bulat leher tiga bila menggunakan oksidator ozon dan leher dua bila menggunakan H_2O_2 yang dilengkapi dengan kondensor dan *hotplate stirrer*. Kemudian larutan dipanaskan hingga mencapai temperatur 55-60°C. Untuk reaksi yang menggunakan ozon, aliran dari ozon harus dilakukan terus-menerus selama reaksi berlangsung. Kondisi yang diberikan setiap reaksi sama tanpa variasi berat katalis. Kemudian produk yang diperoleh kemudian dipisahkan dari katalis dan dianalisis dengan KLT, GC, dan GC-MS.

Tabel 4.3 Kereaktifan Oksidator

Pengoksidasi/Produk yang dihasilkan	Potensial Reduksi, V
F_2/HF	3.0
O_3/O_2	2.1
$\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$	1.8
$\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^+$	1.7
Cl/Cl_2	1.4

4.4 Analisis Produk Katalisis Oksidasi Isoeugenol

4.4.1 Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Pemisahan dengan kromatografi lapis tipis dilakukan dengan membandingkan nilai Rf produk yang terbentuk dengan standarnya. Prinsip yang digunakan yaitu berdasarkan perbedaan kepolaran. Analisis KLT dilakukan dengan cara menotolkan sampel pada plat silika gel yang merupakan fasa diam. Fasa gerak (eluen) pada analisis ini digunakan larutan n-heksana : etil asetat (9:1). Dari perhitungan diperoleh nilai Rf trans-isoeugenol dan cis-isoeugenol standar yaitu masing-masing sebesar 0,74 dan 0,69, sedangkan untuk vanili standar adalah 0,56. Dari analisis yang telah dilakukan didapat nilai Rf untuk oksidasi cis-isoeugenol 0,60 dan nilai Rf untuk oksidasi trans-isoeugenol 0,58. Hal tersebut menunjukkan bahwa untuk oksidasi trans-isoeugenol sudah terbentuk vanili karena nilai Rf mendekati nilai vanili standar, sedangkan untuk oksidasi cis-isoeugenol kemungkinan kecil terbentuk vanili.

Tabel 4.4 Perhitungan Nilai Rf Hasil Oksidasi

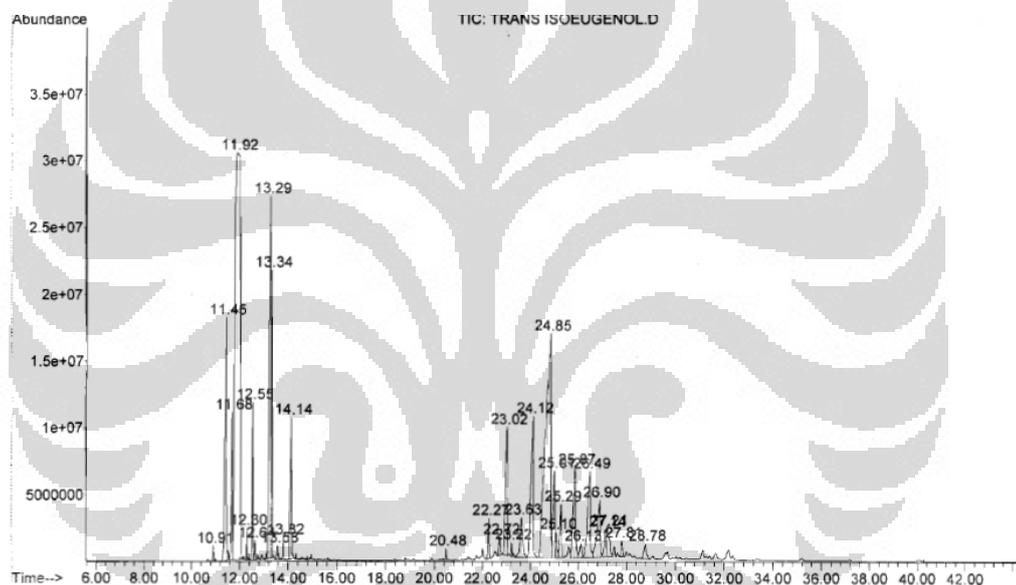
Sampel dan Standar yang diukur	Jarak yang ditempuh produk (JP) (cm)	Jarak yang ditempuh eluen (JE) (cm)	Rf = JP/JE
Cis-isoeugenol (std)	2,8	3,8	0,74
Trans-isoeugenol (std)	2,5	3,6	0,69
Vanili (std)	2,1	3,6	0,56
Cis-isoeugenol (spl)	2,3	3,8	0,60
Trans-isoeugenol (spl)	2,1	3,6	0,58

4.4.2 Analisis GC-MS

Sampel yang dianalisis dengan GC-MS adalah sampel hasil reaksi oksidasi trans-isoegenol pada suhu 55-60°C dengan menggunakan katalis γ -Al₂O₃ TiO₂ (TTIP) dengan memakai oksidator H₂O₂.

Analisis dengan GC-MS menghasilkan spektrum dengan waktu retensi tertentu. Dengan membandingkan spektrum massa dari komponen sampel dengan literatur pada komputer GC-MS, maka senyawa kimia yang tidak diketahui dapat diidentifikasi.

Pada kromatogram GC-MS, diketahui bahwa waktu retensi trans-isoegenol adalah pada 11,45 sedangkan vanili pada 11,68.



Gambar 4.4 Kromatogram Vanili pada GC-MS

4.4.3 Analisis Kromatografi Gas

Hasil reaksi oksidasi katalitik isoeugenol dapat dianalisis menggunakan kromatografi gas untuk perhitungan secara kuantitatif.

Tabel 4.5 Hasil oksidasi katalitik dengan katalis yang berbeda memakai oksidator H₂O₂

No	Berat Katalis (g)	Sampel	% Konversi		% Yield	
			γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1)-PEG	γ -Al ₂ O ₃ - TiO ₂ (TTIP)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1)-PEG
1	0,2	Trans- Isoeugenol	52,73	59,42	9,05	7,25
2	0,2	Cis- Isoeugenol	49,87	31,13	6,96	3,73

Tabel 4.6 Hasil oksidasi katalitik dengan katalis yang berbeda memakai oksidator O₃ (ozon)

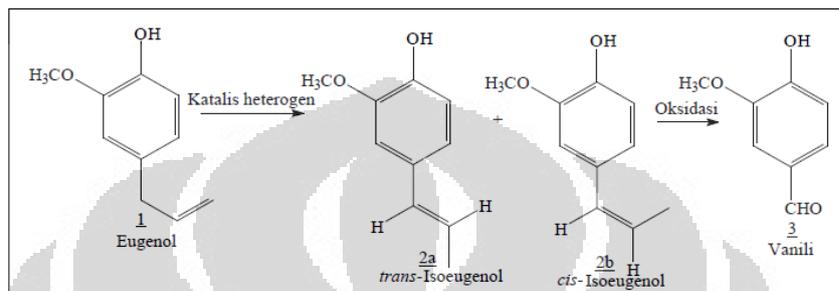
No	Berat Katalis (g)	Sampel	% Konversi		% Yield	
			γ -Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (TTIP)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1)-PEG	γ -Al ₂ O ₃ - TiO ₂ (TTIP)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (1:1)-PEG
1	0,2	Trans- Isoeugenol	87,81	92,64	0,16	0,27
2	0,2	Cis- Isoeugenol	82,43	99,92	0,09	0,05

Dari data diatas dapat diketahui bahwa persen yield dengan menggunakan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) lebih banyak dihasilkan daripada menggunakan katalis Al₂O₃-TiO₂ (1:1)-PEG pada pemakaian oksidator H₂O₂ serta produk yang dihasilkan lebih banyak apabila menggunakan sampel trans-isoeugenol daripada cis-isoeugenol ini juga dapat dilihat dari persen yield trans-isoeugenol yang lebih besar daripada cis-isoeugenol.

Besarnya konversi dari pemakaian ozon sebagai oksidator pada hasil oksidasi dengan kedua katalis kemungkinan terjadi polimerisasi sehingga menyebabkan timbulnya senyawa-senyawa yang belum diketahui selain produk vanili yang dihasilkan.

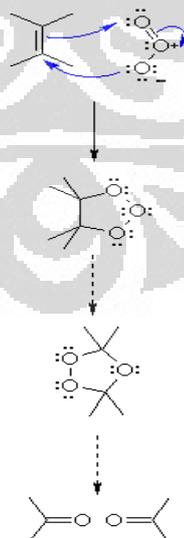
4.5 Mekanisme Reaksi

Reaksi oksidasi katalitik isoeugenol menjadi vanili berlangsung dengan menggunakan O_3 dan H_2O_2 sebagai oksidator dan metanol sebagai pelarut isoeugenol. Oksidasi dengan menggunakan O_3 dan H_2O_2 digunakan karena produk samping yang dihasilkan ramah lingkungan.



Gambar 4.6 Reaksi oksidasi Isoeugenol

Reaksi oksidasi ikatan rangkap dengan pemakaian ozon disebut juga ozonolisis. Mekanisme reaksinya adalah elektron π bertindak sebagai nukleofil, menyerang ozon di terminal elektrofilik O. Sebuah CO kedua dibentuk oleh O nukleofilik menyerang ujung $C = C$, kemudian terbentuk malozonida *rearrangement* menjadi ozonida dan akhirnya terbentuk senyawa karbonil.



Gambar 4.7 Mekanisme reaksi ozonolisis

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dapat disintesis baik dengan metode sol-gel dengan menambahkan Ti(OH)₄ dari TTIP ke dalam endapan boehmite.
2. Reaksi oksidasi katalisis isoeugenol dapat dilakukan dengan katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP) dan Al₂O₃-TiO₂ (1:1)-PEG dan hasil reaksi oksidasi masih berupa campuran dimana produk vanili yang dihasilkan masih sangat sedikit.
3. Reaksi menggunakan sampel trans-isoeugenol memberikan persen yield yang lebih besar daripada menggunakan cis-isoeugenol.
4. Reaksi menggunakan oksidator H₂O₂ memberikan persen yield yang lebih besar daripada menggunakan oksidator ozon.

5.2. Saran

1. Melakukan variasi berat katalis, volume H₂O₂, dan waktu reaksi pada reaksi oksidasi katalitik.
2. Melakukan analisis GC langsung setelah produk terbentuk sehingga produk reaksi dapat sepenuhnya dianalisis.
3. Menggunakan alternatif katalis lain sehingga dapat menghasilkan jumlah produk yang lebih banyak.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Merouani, H. Amardjia-Adnani. 2007. *Spectroscopic FT-IR Study Of TiO₂ Films Prepared By Sol-Gel Method*. University Ferhat Abbas.
- Atkins, P.W. 1997. *Kimia Fisik Jilid 2. Edisi keempat*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Augustine, R.L., 1996. *Heterogenous Catalysis for the Synthetic Chemistry*, first edition, Marcel Dekker Inc. New York.
- Chien-I Wu.2007. *Preparation of TiO₂ nanoparticles by supercritical carbon dioxide*. Tainan, Taiwan: Department of Resources Engineering, National Cheng Kung University, 1 Ta-Hseu Rd.
- Dwivita Sari, R. 2003. *Aplikasi V₂O₅-MoO₃ pada Reaksi Pembuatan Vanilin dari Eugenol*. Karya utama Sarjana Kimia. FMIPA UI, Depok.
- Fessenden dan Fessenden. 1991. *Kimia Organik. Jilid 1. Edisi ketiga*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Handoko,D. Setyawan P. 2003. *Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton*. Jember: Jurnal Ilmu Dasar Vol. 4 No. 2: 70-76.
- <http://pages.towson.edu/ladon/orgrxs/reagent/oxidizer.htm>. (7 Juni 2011, 04.46)
- http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_isopropoxide. (8 Juni 2011, 17.59)
- <http://www.dielselset.com>. *Catalyst Fundamental*. (6 Juni 2011, 09.30).
- <http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/InfraRed/infrared.htm>. (9 Juni 2011, 06.16)
- <http://www.chemsoc.org/GC-MS>. (9 Juni 2011, 10.34)
- <http://en.wikipedia.org/wiki/vanili>. *Vanili*
- Kurniawan, Harry. 2005. *Semi Sintesis Vanili Dari Eugenol Dengan Metode Microwave*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Nurhayati. 2008. *Reaksi Katalisis Oksidasi Vanili Menjadi Benzaldehida Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-U dan TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-PEG*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Nurofik. 2008. *Reaksi Oksidasi Katalitik Gugus OH Sekunder Pada 2-Butanol Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.

- Park, J.S., et.al. 2002. *The Reaction of Mechanism Of Catalytic Oxidation With Hydrogen Peroxide and Ozone In Aqueous Solution*. South Korea: Department of Science and Engineering. Kwangju Institute of Science and Technology.
- Priyono Suwarso, W., Sukri, T., Wijaya, H., 2002. *Reaksi Penataan Ulang Sigmatropik Hidrogen [1,3] Secara Termal dan Reaksi Penataan Ulang Prototropik [1,3] yang Dikatalisis Oleh Katalis Transfer Fase (PTC), [18]-Crown Ether-6: Semi-Sintesis Vanili dari Eugenol*. Makara, Sains, Vol. 6(1), hal 36-44.
- Ramadhani, Mila. 2007. *Studi Pendahuluan Reaksi Oksidasi Katalitik Gugus –OH Sekunder Senyawa Quinine Dengan Katalis γ -Al₂O₃- TiO₂*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Smith, Gerard V. dan Ferench Notheisz. 2000. *Heterogenous Catalysis In Organic Chemistry*. Elsevier.
- Sunardi. 2006. *Penuntun Praktikum Kimia Analisa Instrumentasi*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Tanabe, K., et al. *Solid Acid and Base Catalyst, Catalyst Science and Technology, Vol. 2*. New York.
- Ulyani, Visti. 2008. *Reaksi Katalisis Oksidasi Vanili Menjadi Asam vanilat Menggunakan Katalisis TiO₂-Al₂O₃ (1:1) Yang Dibuat Dengan PEG 6000*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Wibowo, Widajanti. 2004. *Hand Out Kuliah Kapita Selektia Kimia Fisik III: Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Wibowo, Widajanti, Wahyudi Priyono Suwarso, Triesye Utari dan Henny Purwaningsih. 2002. *Aplikasi reaksi Katalisis Heterogen Untuk Pembuatan Vanili Sintetik (3-Hidroksi-2-Metoksibenzaldehida) Dari Eugenol (4-Allil-2-Metoksifenol) Minyak Cengkeh*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.



LAMPIRAN

Lampiran 1

Skema Kerja Pembuatan Katalis

Hidrolisis TTIP

5 ml **TTIP** + 0,33 ml **HNO₃ pekat** + 50 ml **Aquademin**

Direflux 3 x 24 jam, T=90°C

Gel (TiOH)₄

Pembuatan γ -Al₂O₃ - TiO₂ (TTIP)

Gel Boehmite + Gel (TiOH)₄

Stirrer sampai homogen

Saring dengan *Buchner*

Oven T: 120°C selama 24 jam

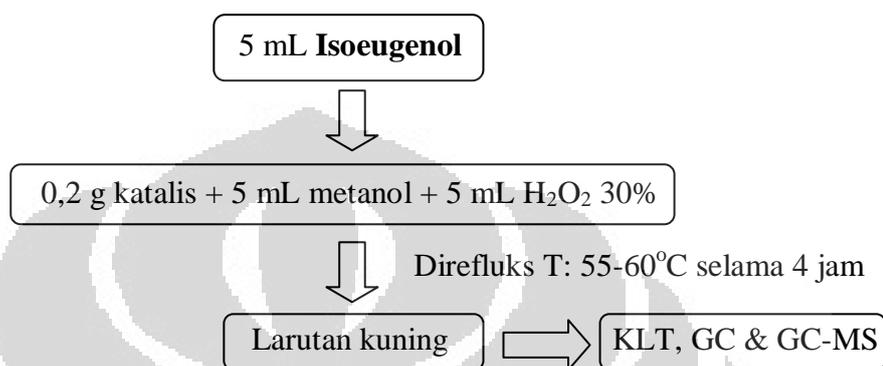
Kalsinasi T: 550°C selama 18 jam

γ -Al₂O₃-TiO₂ (TTIP)

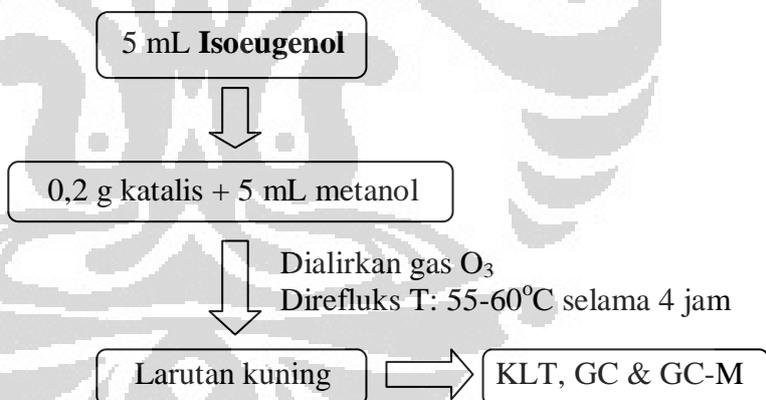
Lampiran 2

Skema Kerja Reaksi Oksidasi Katalitik

Reaksi Oksidasi Katalitik dengan H₂O₂

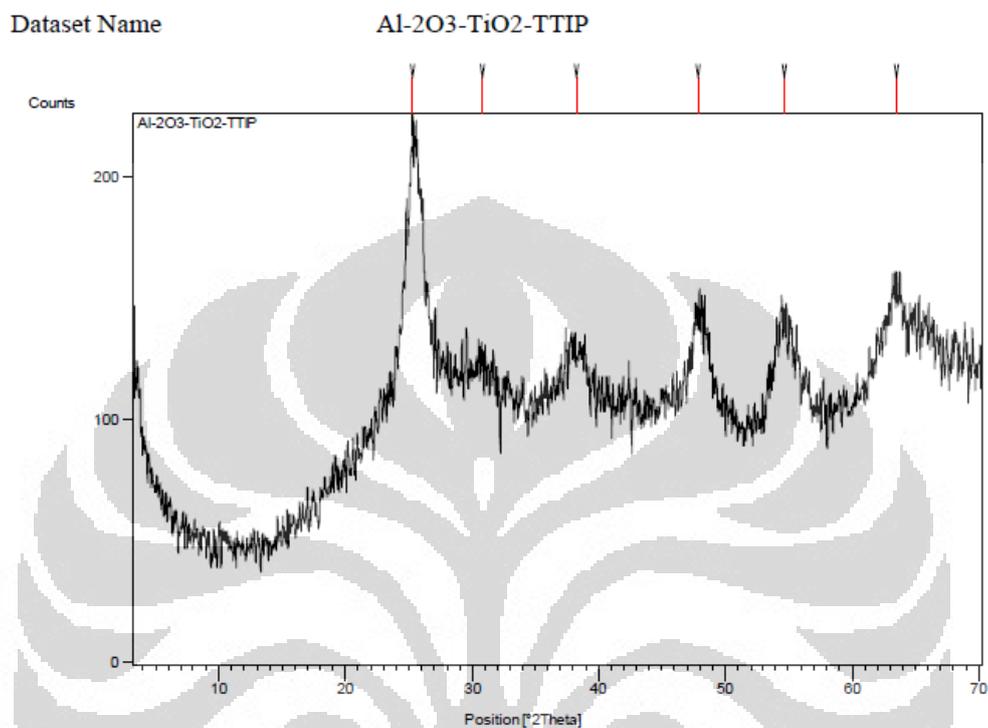


Reaksi Oksidasi Katalitik dengan Ozon



Lampiran 3

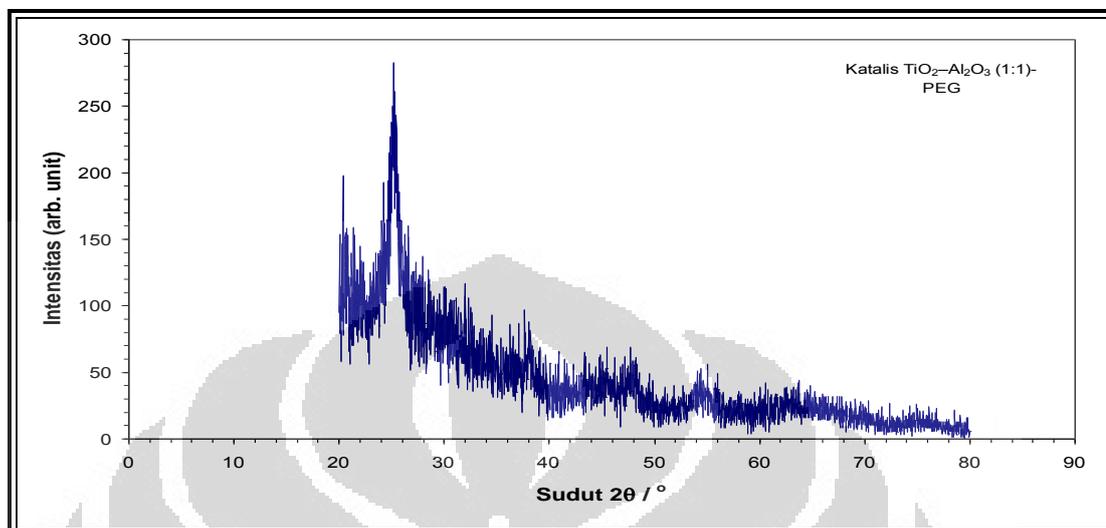
Data XRD pada katalis γ -Al₂O₃ – TiO₂ (TTIP)



Peak List:

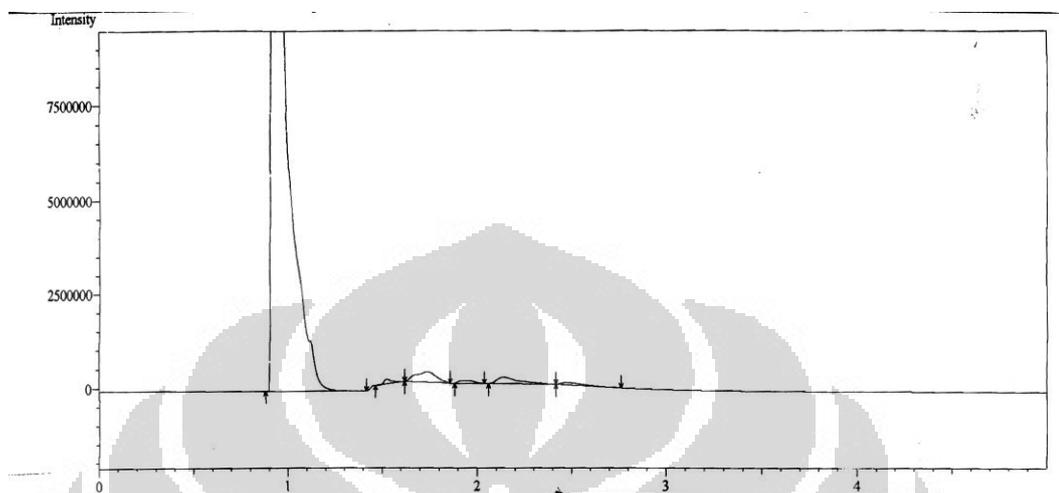
Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	Backgr. [cts]
25.2889	3.51895	101.00	100.00	113.00
30.7522	2.90510	17.00	16.83	110.00
38.2967	2.34836	29.00	28.71	104.00
47.8381	1.90145	43.02	42.59	102.00
54.6865	1.67704	57.00	56.44	99.00
63.5058	1.46373	35.24	34.89	118.00

Lampiran 4

Data XRD $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1)-PEG

No.	Pos. [°2Th.]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr. [cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	25.2275	1.152	38.36	11	3.52738	24.97	100
2	38.1237	1.152	9.69	8	2.35862	6.31	25.26
3	48.0444	2.304	17.04	6	1.89221	5.55	22.21
4	54.0891	2.304	18.93	4	1.69414	6.16	24.67
5	64.4282	7.68	52.39	4	1.44498	5.12	20.49

Lampiran 5

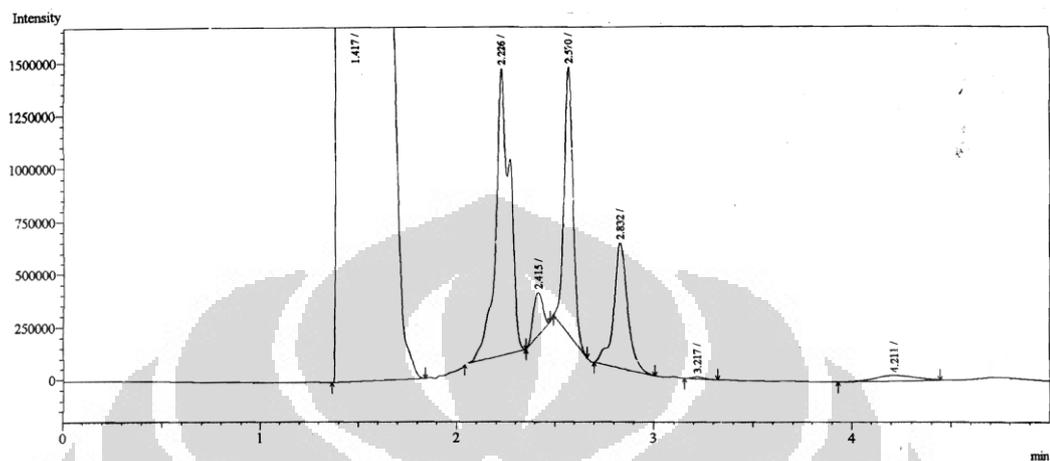
Kromatogram Cis-Isoeugenol + Katalis $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1)-PEG + Ozon

Peak Table - Channel 1

Peak#	Ret. Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution
1	0.923	143108279	0.0000		2215.6579	4.2825	0.0000
2	1.525	353027	0.0000		8164.5567	1.9980	8.2556
3	1.738	2139773	0.0000		1134.9790	0.9851	1.5512
4	1.947	404193	0.0000		3182.0332	1.1390	1.2156
5	2.139	1389873	0.0000		2395.4254	2.0996	1.2285
6	2.477	521188	0.0000		1973.8268	2.4034	1.6993
Total		147916333					

Lampiran 6

Kromatogram Trans-Isoeugenol + Katalis Al₂O₃-TiO₂ (1:1)-PEG + Ozon

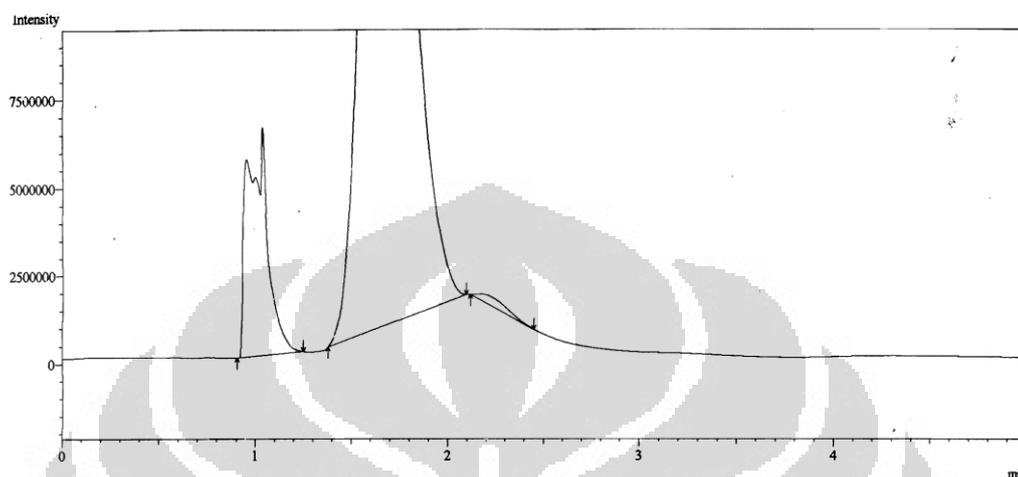


Peak Table - Channel 1

Peak#	Ret.Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution
1	1.417	187189680	0.0000		257.0206	4.5770	0.0000
2	2.226	6873615	0.0000		5255.3647	0.9251	3.3959
3	2.415	666085	0.0000		11697.7265	1.0454	1.7764
4	2.570	3993329	0.0000		15694.5329	1.0304	1.8172
5	2.832	2902463	0.0000		9839.8756	0.9663	2.6675
6	3.217	35067	0.0000		16132.9696	1.1642	3.5742
7	4.211	365240	0.0000		2409.8913	0.0000	4.4713
Total		202025479					

Lampiran 7

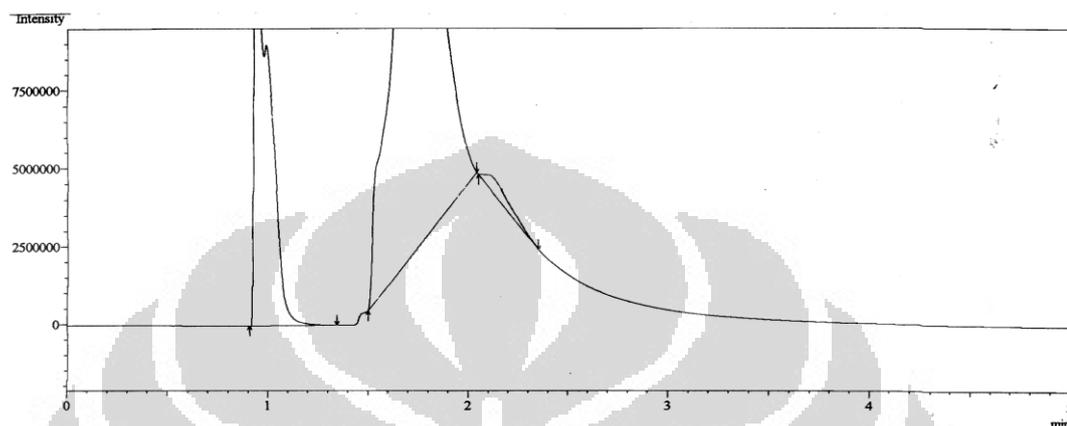
Kromatogram Cis-Isoeugenol + Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ + Ozon



Peak Table - Channel 1

Peak#	Ret. Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution
1	1.037	48061271	0.0000		769.5863	1.0840	0.0000
2	1.658	456538280	0.0000		304.3919	1.2991	2.3459
3	2.177	2481332	0.0000		1071.6576	2.7265	1.6039
4	4.305	1820489	0.0000		359.0840	1.2410	3.6239
Total		508901372					

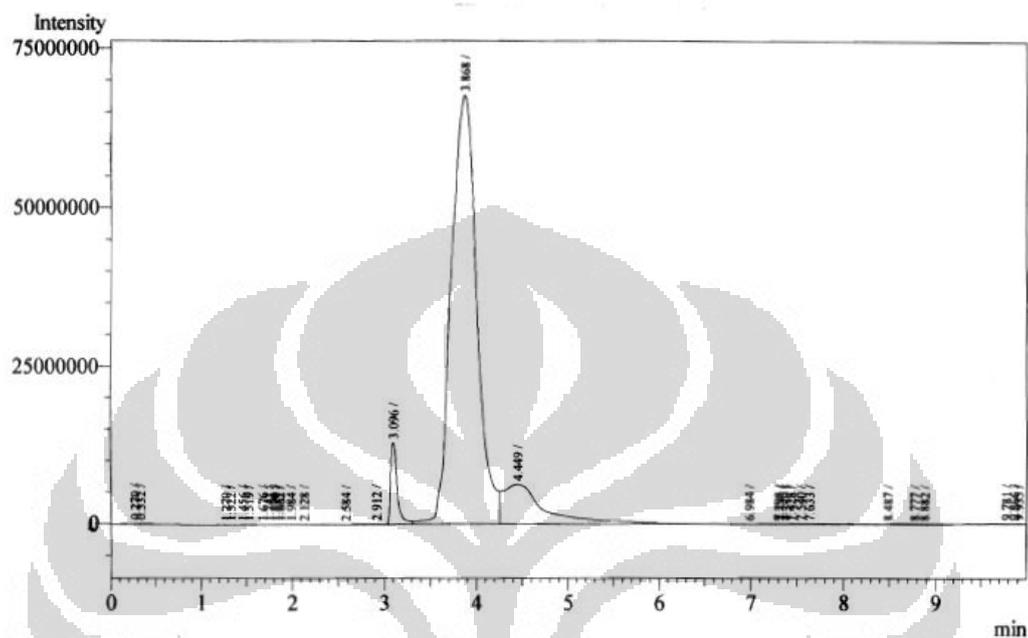
Lampiran 8

Kromatogram Trans-Isoeugenol + Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ + Ozon

Peak Table - Channel 1

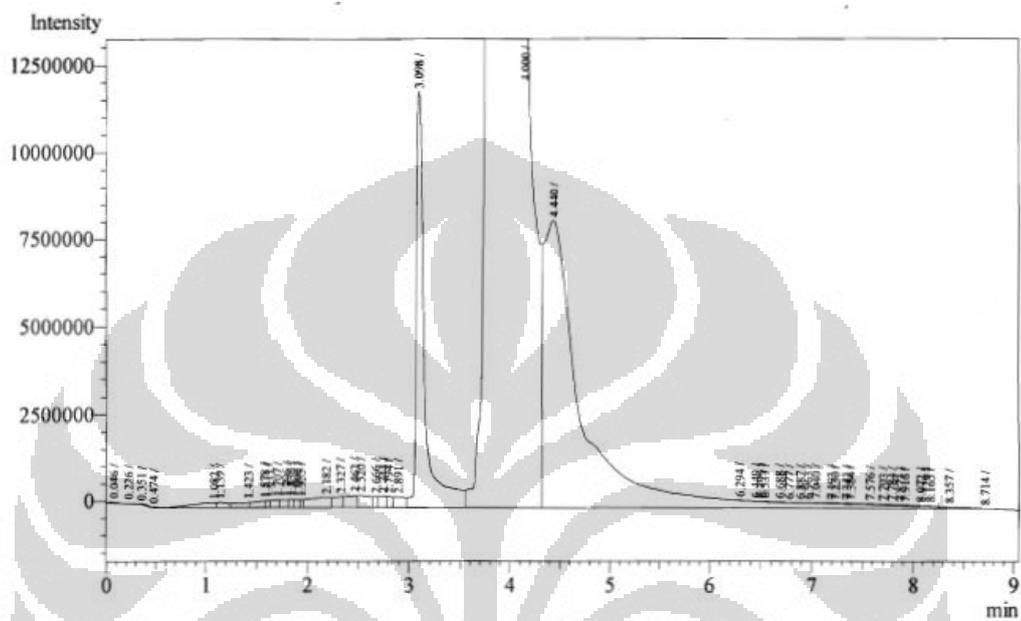
Peak#	Ret. Time	Area	Conc.	Name	T Plates	T Factor	Resolution
1	0.936	74339668	0.0000		2908.9028	4.8160	0.0000
2	1.721	310285984	0.0000		584.5977	1.1563	4.4294
3	2.051	4091376	0.0000		760.2062	156.5877	1.1346
Total		388717028					

Lampiran 9

Kromatogram Cis-Isoeugenol + Katalis $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2 + \text{H}_2\text{O}_2$ 30%

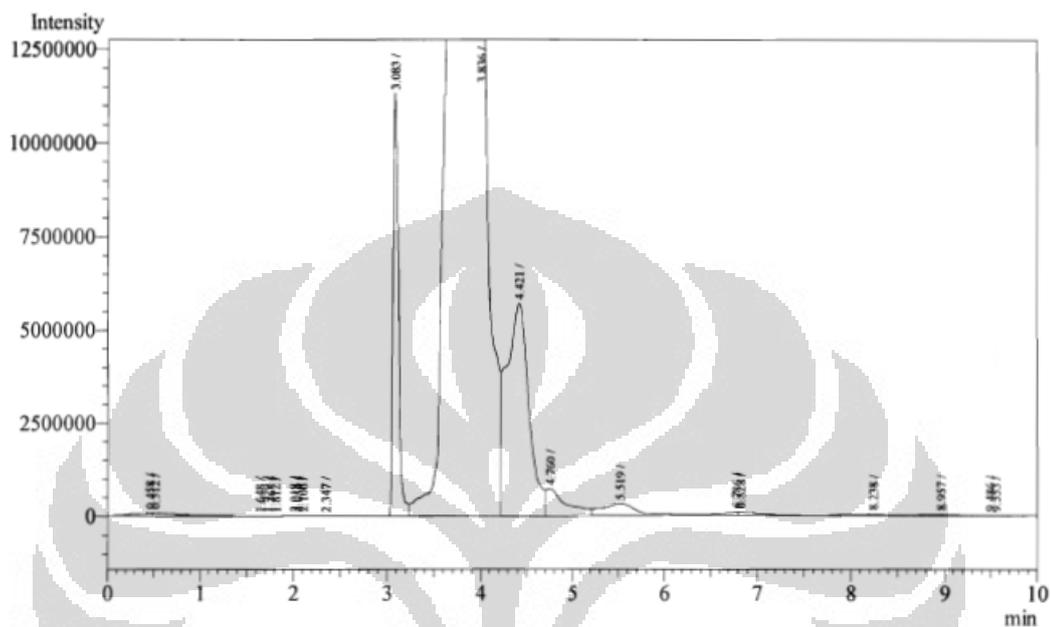
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
1	0.270	566388	58719	0.000		
2	0.332	830351	64160	0.000		V
3	1.270	1974	1202	0.000		
4	1.322	1611	749	0.000		
5	1.456	1993	724	0.000		
6	1.519	5667	1654	0.000		V
7	1.676	23838	4495	0.000		V
8	1.741	14716	5224	0.000		V
9	1.800	19702	5906	0.000		V
10	1.841	10750	5679	0.000		V
11	1.862	19078	5421	0.000		V
12	1.984	10264	2183	0.000		V
13	2.128	2051	915	0.000		
14	2.584	197181	18063	0.000		
15	2.912	567456	38306	0.000		V
16	3.096	65575969	12983872	0.000		V
17	3.868	1302521169	67796691	0.000		V
18	4.449	180862916	6322232	0.000		SV
19	6.984	3992	519	0.000		T
20	7.298	115340	15016	0.000		TV
21	7.330	44090	16079	0.000		TV
22	7.379	38001	17447	0.000		TV
23	7.428	62934	19238	0.000		TV
24	7.540	200939	23879	0.000		TV
25	7.633	332162	25027	0.000		TV
26	8.487	3867	1039	0.000		T

Lampiran 10

Kromatogram Trans-Isoeugenol + Katalis γ -Al₂O₃-TiO₂ + H₂O₂ 30%

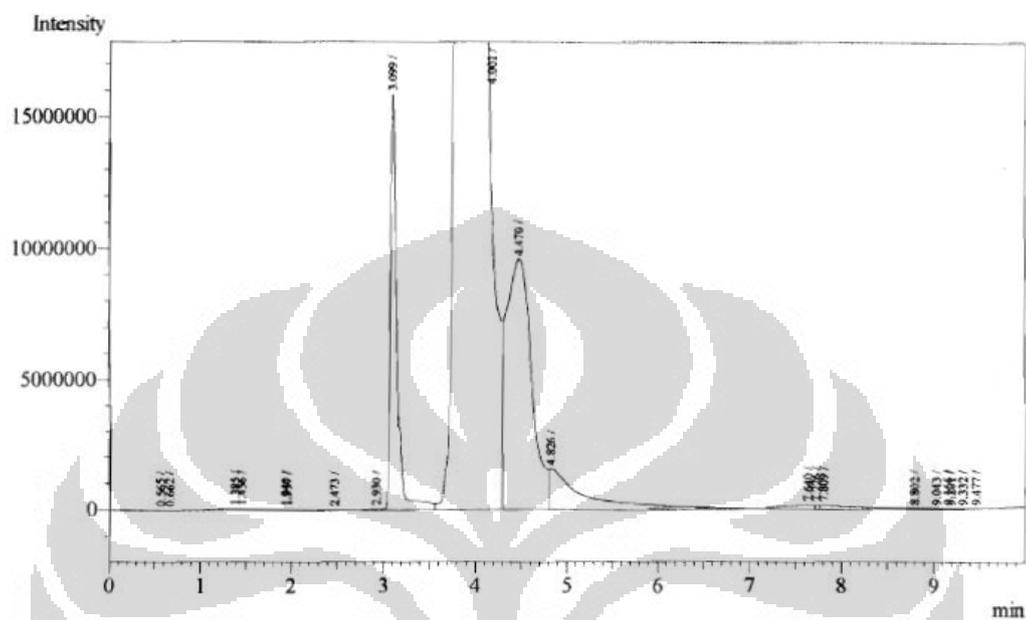
Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
1	0.046	90535	11709	0.000		
2	0.226	41559	8049	0.000		
3	0.351	113632	11318	0.000		
4	0.474	5218	3193	0.000		
5	1.082	2211454	143689	0.000		
6	1.139	1097276	147711	0.000		V
7	1.423	1534724	148547	0.000		V
8	1.578	1579806	193759	0.000		V
9	1.611	435962	197147	0.000		V
10	1.707	1220894	218542	0.000		V
11	1.796	1179986	228908	0.000		V
12	1.836	638840	232826	0.000		V
13	1.900	820916	226819	0.000		V
14	1.935	439999	225824	0.000		V
15	2.182	4463821	292671	0.000		V
16	2.327	2041727	317586	0.000		V
17	2.462	2902392	349104	0.000		V
18	2.520	3011390	350187	0.000		V
19	2.666	902960	327494	0.000		V
20	2.744	1822204	331535	0.000		V
21	2.794	1151872	325113	0.000		V
22	2.891	2388742	312537	0.000		V
23	3.098	71497749	11908967	0.000		V
24	4.000	1202958820	61464229	0.000		V
25	4.440	230294320	8216511	0.000		SV
26	6.294	9526	5084	0.000		T

Lampiran 11

Kromatogram Cis-Isoeugenol + Katalis $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG + H_2O_2 30%

Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
1	0.458	1202214	79032	0.000		
2	0.512	1572878	80165	0.000		V
3	1.648	4157	1383	0.000		V
4	1.729	9333	2227	0.000		V
5	1.765	6365	2358	0.000		V
6	1.812	5230	2460	0.000		V
7	2.018	73781	8950	0.000		V
8	2.054	24083	8883	0.000		V
9	2.106	89546	8462	0.000		V
10	2.347	37431	4331	0.000		V
11	3.083	46563845	11310439	0.000		
12	3.836	1789483651	101714310	0.000		V
13	4.421	96852940	5697311	0.000		V
14	4.760	11073928	724492	0.000		V
15	5.519	8991628	321720	0.000		V
16	6.786	1610277	90382	0.000		V
17	6.828	1802317	91645	0.000		V
18	8.238	1045058	37729	0.000		V
19	8.957	994318	33815	0.000		V
20	9.486	216870	16061	0.000		V
21	9.553	145154	15454	0.000		V

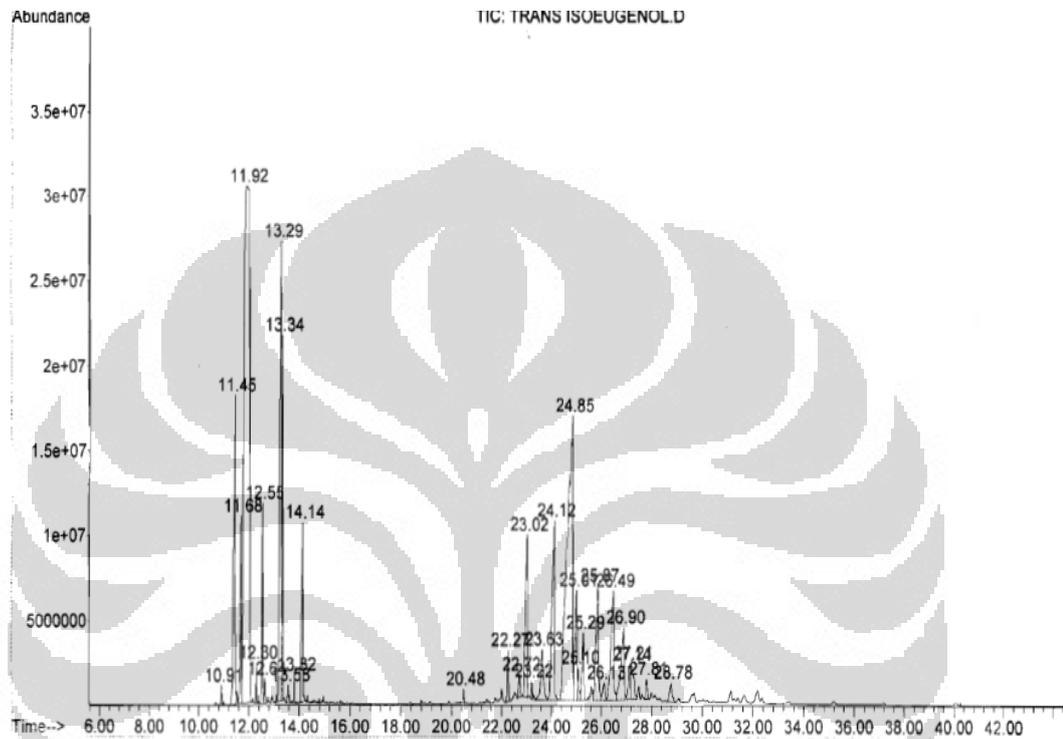
Lampiran 12

Kromatogram Trans-Isoeugenol + Katalis $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG + H_2O_2 30%

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark
1	0.565	14824	1503	0.000		
2	0.662	7476	1421	0.000		V
3	1.385	823735	48855	0.000		
4	1.456	873536	48914	0.000		V
5	1.940	31208	15983	0.000		V
6	1.957	239095	15977	0.000		V
7	2.473	3740	862	0.000		V
8	2.930	66993	9057	0.000		
9	3.099	80855373	15815117	0.000		V
10	4.001	1032713477	56509044	0.000		V
11	4.470	184692110	9614763	0.000		V
12	4.826	43030030	1557927	0.000		V
13	7.640	4412055	163121	0.000		V
14	7.726	496324	150679	0.000		V
15	7.809	4506859	147913	0.000		V
16	8.802	176533	17696	0.000		V
17	9.043	56556	8746	0.000		V
18	9.166	12423	5039	0.000		V
19	9.201	19649	5073	0.000		V
20	9.332	28481	4991	0.000		V
21	9.477	3013	990	0.000		

Lampiran 13

Ion kromatogram GC-MS



Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	10.91	0.15	C:\Database\wiley7n.1 Phenol, 2-methoxy-4-(2-propenyl)- (CAS) \$\$ Eugenol \$\$ 1-(2-PROPENYL) -4-HYDROXY-3-METHOXYBENZENE \$\$ Eng enol \$\$ p-Eugenol \$\$ Eugenol acid \$\$ 4-Allylguaiaicol \$\$ p-Allylguaia col \$\$ Caryophyllic acid \$\$ 4-Ally l-2-methoxyphenol \$\$ 2-Methoxy-4-a llylphenol \$\$ Phe Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)- (CAS) \$\$ Isoeugenol \$\$ 2-METHOXY-4 -(PROP-1-ENYL)-PHENOL \$\$ iso-Eugen ol \$\$ 4-Propenylguaiaicol \$\$ 2-Meth oxy-4-propenylphenol \$\$ Phenol, 2- methoxy-4-propenyl- \$\$ 2-Methoxy-4 -(1-propenyl)phenol \$\$ 4-Hydroxy-3 -methoxypropenylb Eugenol	64452	000097-53-0	98
				64434	000097-54-1	98
				64448	000097-53-0	98
2	11.45	5.12	C:\Database\wiley7n.1 Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)- \$\$ Phenol, 2-methoxy-4-propenyl- \$ \$ Isoeugenol \$\$ 2-Methoxy-4-(1-pro penyl)phenol \$\$ 2-Methoxy-4-propen ylphenol \$\$ 4-Hydroxy-3-methoxypro penylbenzene \$\$ 4-Propenylguaiaicol \$\$ Isoeugenol,c&t \$\$ 3-Methoxy-4- hydroxypropenylbe Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)- (CAS) \$\$ Isoeugenol \$\$ 2-METHOXY-4 -(PROP-1-ENYL)-PHENOL \$\$ iso-Eugen ol \$\$ 4-Propenylguaiaicol \$\$ 2-Meth oxy-4-propenylphenol \$\$ Phenol, 2- methoxy-4-propenyl- \$\$ 2-Methoxy-4 -(1-propenyl)phenol \$\$ 4-Hydroxy-3 -methoxypropenylb Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)-, (E)- (CAS) \$\$ (E)-Isoeugenol \$\$ t rans-Isoeugenol \$\$ trans-p-Propeny lquaiaicol \$\$ Phenol,2-methoxy-4-pr openyl-, (E)- \$\$ Phenol, 2-methoxy -4-propenyl-, (E)- \$\$ trans-2-Meth oxy-4-propenylphenol	64431	000097-54-1	96
				64430	000097-54-1	96
				64427	005932-68-3	96
3	11.68	2.44	C:\Database\wiley7n.1 Vanillin Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy- (CAS) \$\$ Vanillin \$\$ VANILLINE \$\$ Lioxin \$\$ Vanillin \$\$ Vanillaldehy de \$\$ Vanillic aldehyde \$\$ 2-Metho xy-4-formylphenol \$\$ 4-Formyl-2-me thoxyphenol \$\$ p-Hydroxy-m-methoxy benzaldehyde \$\$ 3-Methoxy-4-hydrox	48697	000121-33-5	97
				48691	000121-33-5	95

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 1

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			ybenzaldehyde \$\$ Vanillin	48693	000121-33-5	95
4	11.92	31.11	C:\Database\wiley7n.1 Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)- Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)- (CAS) \$\$ Isoeugenol \$\$ 2-METHOXY-4 -(PROP-1-ENYL)-PHENOL \$\$ iso-Eugen ol \$\$ 4-Propenylguaiacol \$\$ 2-Meth oxy-4-propenylphenol \$\$ Phenol, 2- methoxy-4-propenyl- \$\$ 2-Methoxy-4 -(1-propenyl)phenol \$\$ 4-Hydroxy-3 -methoxypropenylb Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)-, (E)- (CAS) \$\$ (E)-Isoeugenol \$\$ t rans-Isoeugenol \$\$ trans-p-Propeny lquaiacol \$\$ Phenol, 2-methoxy-4-pr openyl-, (E)- \$\$ Phenol, 2-methoxy -4-propenyl-, (E)- \$\$ trans-2-Meth oxy-4-propenylphenol	64429 64430 64427	000097-54-1 000097-54-1 005932-68-3	97 97 97
5	12.30	0.18	C:\Database\wiley7n.1 Benzenepropanenitrile, .beta.-phen yl- Benzene, 1,1',1''-(1-ethanyl-2-yl dene)tris- 1-Naphthaleneacetonitrile	125910 198267 69276	002286-54-6 001520-42-9 000132-75-2	78 72 45
6	12.55	1.71	C:\Database\wiley7n.1 2,6-dimethyl-4-hydroxyaniline (1S*,6R*,7S)-7-Tricyclo[5.3.2.0(1, 6)]dodecan-7-ol \$\$ 2H-1,4a-Ethanon aphthalen-1-ol, octahydro-, (1.alpha. ha.,4a.beta.,8a.alpha.)- (CAS) 2-methoxy-4-propyl-phenol	32769 87200 67609	000000-00-0 094346-36-8 000000-00-0	59 56 50
7	12.64	0.21	C:\Database\wiley7n.1 (E)-4,4-dimethyl-3-(3-oxobut-1-eny l)cyclopent-2-en-1-one \$\$ 4,4-dime thyl-3-[(trans)-3-oxo-1-butenyl]-2 -cyclopenten-1-one \$\$ 2-Cyclopente n-1-one, 4,4-dimethyl-3-(3-oxo-1-b utenyl)-, (E)- (CAS) 1-Methoxy-2-tert-butyl-6-methylben zene \$\$ Benzene, 1-(1,1-dimethylet hyl)-2-methoxy-3-methyl- (CAS) 4-(ethoxymethyl)-2-methoxyphenol	83634 83998 89319	108946-77-6 060772-80-7 000000-00-0	64 64 58
8	13.29	9.21	C:\Database\wiley7n.1 2-METHOXY-4-(1'-METHOXYPROPYL)PHEN OL \$\$ Phenol, 2-methoxy-4-(1-metho xypropyl)- (CAS) \$\$ 2-Methoxy-4-(1 -methoxypropyl)phenol \$\$ 1-Methoxy	109052	004974-98-5	80

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 2

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			-1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)prop ane \$\$ Guaiacol, 4-(1-methoxypropy l)- (CAS)			
			(p-methoxyphenyl)-di(methylthio)-m ethane	135320	000000-00-0	78
			Benzenepropanol, .gamma.-phenyl- \$	133911	020017-67-8	42
			\$ 1-Propanol, 3,3-diphenyl- \$\$ 3,3			
			-Diphenyl-1-propanol \$\$ 3,3-Diphen ylpropanol			
9	13.34	2.69	C:\Database\wiley7n.1			
			2-METHOXY-4-(1'-METHOXYPROPYL)PHEN OL \$\$ Phenol, 2-methoxy-4-(1-metho xypropyl)- (CAS) \$\$ 2-Methoxy-4-(1	109052	004974-98-5	56
			-methoxypropyl)phenol \$\$ 1-Methoxy			
			-1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)prop ane \$\$ Guaiacol, 4-(1-methoxypropy l)- (CAS)			
			Benzaldehyde, 2-hydroxy-5-nitro-	68717	000097-51-8	50
			Benzoic acid, 4-nitro- (CAS) \$\$ p-	68712	000062-23-7	42
			Nitrobenzoic acid \$\$ 4-Nitrobenzoi c acid \$\$ Nitrodracrylic acid \$\$ Be nzoic acid, p-nitro- \$\$ p-Nitroben zenecarboxylic acid \$\$ Kyselina p-			
			nitrobenzoova \$\$ 1-Carboxy-4-nitro			
			benzene \$\$ 4-Nitrodracrylic acid \$\$ 4-NITRO-BENZOIC			
10	13.58	0.22	C:\Database\wiley7n.1			
			7,7-dimethoxy-2,3-dimethylidenebic yclo[2.2.1]heptane \$\$ Bicyclo[2.2. 1]heptane, 7,7-dimethoxy-2,3-bis(m ethylene)- (CAS)	86706	097581-39-0	49
			2-Ethoxy-4-anisaldehyde	86252	042924-37-8	35
			2-Ethoxy-4-anisaldehyde \$\$ Benzald ehyde, 2-ethoxy-4-methoxy- (CAS)	86253	042924-37-8	35
11	13.82	0.20	C:\Database\wiley7n.1			
			Benzoic acid, 4-hydroxy-3-methoxy- , ethyl ester	108628	000617-05-0	80
			Benzoic acid, 4-hydroxy-3-methoxy- , ethyl ester \$\$ Vanillic acid, et hyl ester \$\$ Ethyl vanillate \$\$ 4-	108629	000617-05-0	78
			Hydroxy-3-methoxybenzoic acid ethy l ester \$\$ Ethyl 4-hydroxy-3-metho xybenzoate \$\$ m-Anisic acid, 4-hyd roxy-, ethyl ester \$\$ 3-Methoxy-4-			
			hydroxybenzoic ac			
			Ethanone, 1-(4-hydroxy-3-methoxyph enyl)- (CAS) \$\$ Acetovanillone \$\$ 4-Hydroxy-3-methoxyacetophenone \$\$ Apocynin \$\$ Apocynine \$\$ Acetovan illone \$\$ Acetoguaiacon \$\$ Acetovan	67149	000498-02-2	64

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 3

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			yllon \$\$ Acetoguaiacone \$\$ 4-Acety 1-2-methoxyphenol \$\$ 3-Methoxy-4-h ydroxyacetophenon			
12	14.14	2.88	C:\Database\wiley7n.1 Benzeneacetic acid, .alpha.,4-dihy droxy-3-methoxy- (CAS) \$\$ 4-Hydrox y-3-methoxymandelic acid \$\$ VMA \$\$ HMMA \$\$ Vanilmandelic acid \$\$ Van illomandelic acid \$\$ Vanillinmande lic acid \$\$ 4'-Hydroxy-3'-methoxym andelic acid \$\$ Mandelic acid, 4-h ydroxy-3-methoxy- dl-Normetanephrine hydrochloride \$ \$ Benzenemethanol, .alpha.-(aminom ethyl)-4-hydroxy-3-methoxy-, hydro chloride, (.+/-)- Normetadrenaline	111578 90975 90951	000055-10-7 001011-74-1 000097-31-4	72 64 56
13	20.48	0.13	C:\Database\wiley7n.1 methyl 4-(5-phenyloxazol-2-yl)-2-o xoethanoate 1,4-Benzenediamine, N,N-dimethyl-N -[(5-nitro-2-furanyl)methylene]- 1-Methyl-4-phenyl-2-styryl-1H-pyrr ole	198650 198577 199045	108665-61-8 000000-00-0 000000-00-0	72 64 56
14	22.27	0.75	C:\Database\wiley7n.1 3-cyano-5,6-dimethyl-2-ethoxy-4-(3 ,4,5-trimethoxyphenyl)pyridine \$\$ 3-Cyano-3,6-dimethyl-2-ethoxy-4-(3 ,4',5'-trimethoxyphenyl)pyridine \$\$ 3-Pyridinecarbonitrile, 2-ethox y-5,6-dimethyl-4-(3,4,5-trimethoxy phenyl)- (CAS) (1R*,4aS*,5R*,6S*,12bS*)-4a,5-Epox y-2,3,4,5,6,12b-hexahydro-1,8-dihy droxy-6-methoxy-1H-benzo[a]anthrac ene-7,12-dione B-Homoandrosta-1,4-dien-17.beta.-o 1-3-one-acetate \$\$ B-Homoandrosta- 1,4-dien-3-one, 17-(acetyloxy)-, (17.beta.)- (CAS) \$\$ Benzo[3,4]cycl ohept[1,2-e]indene, B-homoandrosta -1,4-dien-3-one deriv. \$\$ B-Homoan drosta-1,4-dien-3-one, 17.beta.-hy droxy-, acetate	291686 291657 292110	131110-88-8 000000-00-0 037949-18-1	86 83 50
15	22.72	0.36	C:\Database\wiley7n.1 1'-methylene-2,2'-spiro-bis(s-hydr indacen)-1-one \$\$ 2,2'-(1H,1'H)-Spi robi-s-indacen-1-one, 3,3',5,5',6, 6',7,7'-octahydro-1'-methylene- (C	277629	113364-77-5	90

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 4

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			AS)			
			1,4-dimethoxy-14-methyl-estra-1,3,5(10),7-tetraen-17-one	277404	107648-10-2	74
			5-Ethyl-9,9-dimethyl-5H,9H-quinolizine, 2,1-delphenazine	277611	073183-66-1	72
			ethyl- (CAS)			
16	23.02	3.19	C:\Database\wiley7n.1			
			1-(1-naphthyl)-1H-1,2,3-triazole	107872	081945-58-6	43
			3',2'-trimethylene-2-phenylpyridine	108080	097721-20-5	38
			2-METHOXY-4-(1'-METHOXYPROPYL)PHENOL	109052	004974-98-5	38
			1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)propane			
			1)- (CAS)			
17	23.22	0.21	C:\Database\wiley7n.1			
			Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3-methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofuran-2-yl]-2-methoxy-	277197	002680-81-1	95
			Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3-methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofuran-2-yl]-2-methoxy-	277196	002680-81-1	94
			Dehydrodiisoeugenol			
			24-nor chol-5-en-22-yn-3.beta.-ol	277621	112468-48-1	86
			1,1'-2,2'-Bis[2,3-dimethylbenzofuran-2-yl]-2-methoxy-			
			1,1'-2,2'-Bis[2,3-dimethylbenzofuran-2-yl]-2-methoxy-			
18	23.63	1.48	C:\Database\wiley7n.1			
			1,4-dimethoxy-14-methyl-estra-1,3,5(10),7-tetraen-17-one	277404	107648-10-2	80
			Butorphanol	278226	042408-82-2	46
			1,1'-2,2'-Bis[2,3-dimethylbenzofuran-2-yl]-2-methoxy-	216000	000000-00-0	41
			nonyl]			
19	24.12	4.84	C:\Database\wiley7n.1			
			1-(1-naphthyl)-1H-1,2,3-triazole	107872	081945-58-6	47
			2-METHOXY-4-(1'-METHOXYPROPYL)PHENOL	109052	004974-98-5	46
			1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)propane			
			1)- (CAS)			

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 5

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			-methoxypropyl)phenol \$\$ 1-Methoxy -1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)prop ane \$\$ Guaiacol, 4-(1-methoxypropy l)-(CAS) 3',2'-trimethylene-2-phenylpyridin e \$\$ 5H-Benzo[6,7]cyclohepta[1,2-b]pyridine, 6,7-dihydro- (CAS)	108080	097721-20-5	43
20	24.85	16.76	C:\Database\wiley7n.1 Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3 -methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofura nyl]-2-methoxy- \$\$ Phenol, 4-(2,3- dihydro-7-methoxy-3-methyl-5-prope nyl-2-benzofuranyl)-2-methoxy- \$\$ Dehydrodiisoeugenol \$\$ Diisoeuogeno l, dehydro- \$\$ Isoeugenol, dehydro di- Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3 -methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofura nyl]-2-methoxy- 277197 002680-81-1 91 Bis(pentamethylcyclopentadienyl)ir on \$\$ Ferrocene, decamethyl-	277196	002680-81-1	93
21	25.01	2.40	C:\Database\wiley7n.1 rac-5,5-Dimethoxy-9,11,13,15-tetra methyl-4-oxatricyclo[8.5.0.0(2,6)] pentadeca-2(6),7,9,11,13,15-hexen- 3-one \$\$ Heptaleno[1,2-c]furan-1(3 H)-one, 3,3-dimethoxy-6,7,9,11-tet ramethyl-, (.+-.)- (CAS) Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3 -methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofura nyl]-2-methoxy- 277197 002680-81-1 95 Phenol, 4-[2,3-dihydro-7-methoxy-3 -methyl-5-(1-propenyl)-2-benzofura nyl]-2-methoxy- \$\$ Phenol, 4-(2,3- dihydro-7-methoxy-3-methyl-5-prope nyl-2-benzofuranyl)-2-methoxy- \$\$ Dehydrodiisoeugenol \$\$ Diisoeuogeno l, dehydro- \$\$ Isoeugenol, dehydro di-	277226	112471-78-0	97
22	25.10	0.47	C:\Database\wiley7n.1 1-Tetralone (2,4-dinitrophenyl)hyd razone 276739 000000-00-0 95 1'-methylene-2,2'-spiro-bis(s-hydr indacen)-1-one \$\$ 2,2'(1H,1'H)-Spi robi-s-indacen-1-one, 3,3',5,5',6, 6',7,7'-octahydro-1'-methylene- (C AS) (R)-(+)-2-Amino-2'-(isopropylamino)-1,1'-binaphthyl 277629 113364-77-5 78 (R)-(+)-2-Amino-2'-(isopropylamino)-1,1'-binaphthyl 277619 000000-00-0 78	276739	000000-00-0	95

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 6

Library Search Report

Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
23	25.29	1.29	C:\Database\wiley7n.1 7-Isopropyl-1,4-dimethyl-3-(2'-phe nyl)ethenyl]azulene Pyrido[2,3-b]indole 3-(3-Methoxy-4-hydroxyphenyl)-1-me thylindane \$\$ 1H-Inden-5-ol, 2,3-d ihydro-3-(4-hydroxy-3-methoxypheny l)-6-methoxy-1-methyl-, trans- (CA S)	250468 250196 249871	000000-00-0 000000-00-0 068306-27-4	80 80 64
24	25.86	3.28	C:\Database\wiley7n.1 9-(3,5-dimethyl-4-methoxyphenyl)fl uorene Barbatusol \$\$ (5S)-9(10-20)-abeo-a bieta-1(10),8,11,13-tetraen-11,12- diol \$\$ 1H-Dibenzo[a,d]cyclohepten e-6,7-diol, 2,3,5,10,11,11a-hexahy dro-1,1-dimethyl-8-(1-methylethyl -, (S)- (CAS) \$\$ (-)-Barbatusol Pyrido[2,3-b]indole	250440 250251 250196	113894-07-8 088515-76-8 000000-00-0	72 60 46
25	26.13	0.42	C:\Database\wiley7n.1 5,6,7-trimethoxy-3-(4'-methoxyphen yl)-4H-1-benzopyran-4-one \$\$ 5-hyd roxy-6,7-dimethoxy-8-methyl-3-(4'- methoxyphenyl)-4H-1-benzopyran-4-o ne \$\$ 4H-1-Benzopyran-4-one, 5-hyd roxy-6,7-dimethoxy-3-(4-methoxyphe nyl)-8-methyl- (CAS) 4,9-Diacetoxy-2,3-dihydro-2,2,4,4- tetramethylnaphtho[2,3-b]furan 2-[2'-(4"- (Dimethylphosphonatomet hyl)phenyl)ethenyl-1,3-benzoxazole	291637 291820 292507	096300-22-0 000000-00-0 000000-00-0	86 50 47
26	26.49	3.23	C:\Database\wiley7n.1 5-(2-Carbomethoxyethylidene)bicycl o[2.2.1]hept-2-ene Isoquinoline, 1,2,3,4-tetrahydro-6 ,7-dihydroxy-1-methyl- Papaveroline, 1,2,3,4-tetrahydro-5 -O-methyl-	64774 84979 250915	000000-00-0 000525-72-4 074660-80-3	64 59 59
27	26.90	2.38	C:\Database\wiley7n.1 5-(2-Carbomethoxyethylidene)bicycl o[2.2.1]hept-2-ene exo-8-(2-Propenyl)-endo-8-methyl-3 -oxabicyclo[4.2.0]oct-5-ene Eugenol \$\$ Phenol, 2-methoxy-4-(2- propenyl)- \$\$ Phenol, 4-allyl-2-me thoxy- \$\$ p-Allylguaiacol \$\$ p-Eug enol \$\$ Caryophylllic acid \$\$ Eugen ol \$\$ Eugenic acid \$\$ 2-Methoxy-1- hydroxy-4-allylbenzene \$\$ 2-Methox	64774 65319 64441	000000-00-0 110028-07-4 000097-53-0	64 59 58

UMUM.M Tue Jun 07 10:03:40 2011

Page: 7

Library Search Report

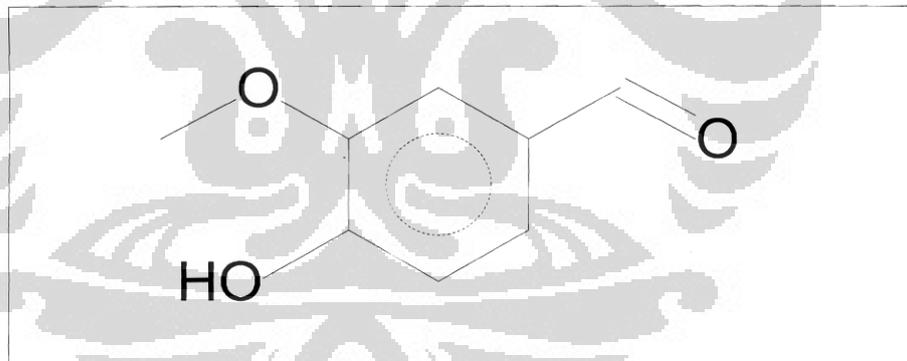
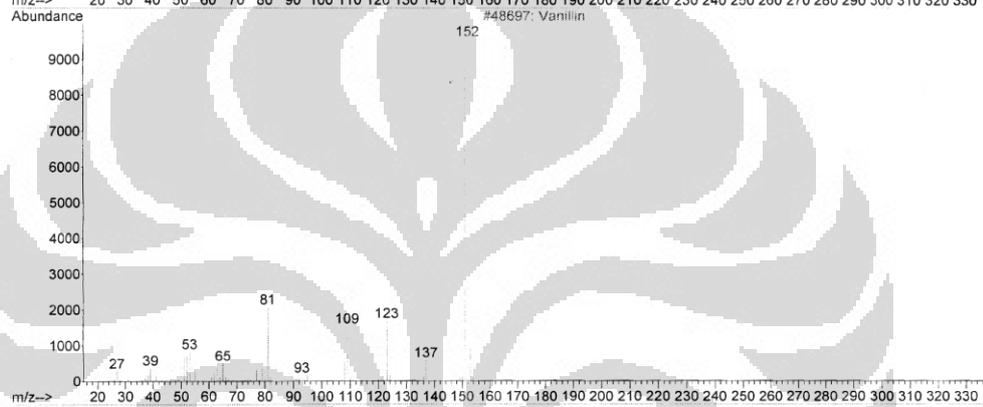
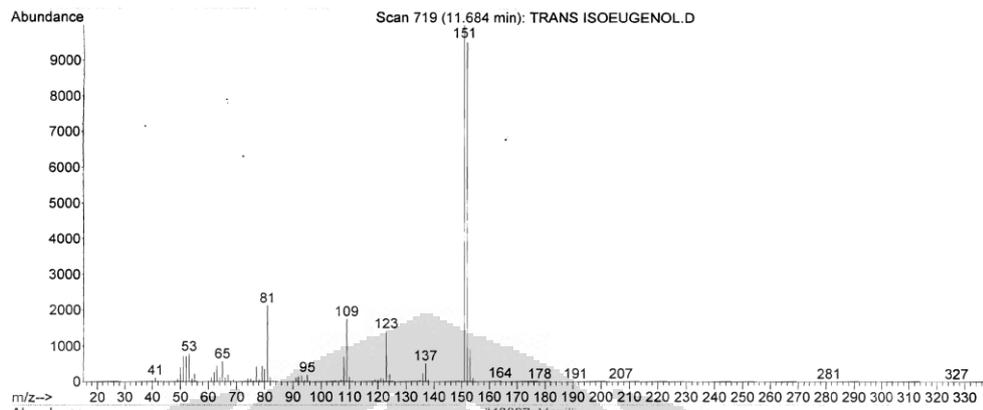
Data Path : F:\DATA INJEK 2011\MAHASISWA\S1 UI\RETNO AYU PRATIWI\
 Data File : TRANS ISOEUGENOL.D
 Acq On : 7 Jun 2011 9:09
 Operator : RETNO AYU PRATIWI
 Sample : TRANS ISOEUGENOL
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - EVENTS.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			y-4-allylphenol \$\$ 4-Allyl-2-methoxyphenol \$\$ 4-All			
28	27.14	0.72	C:\Database\wiley7n.1 N-(2-Methylprop-2-enyl)-2-nitrobenzenamine 1-isopropyl-5-methylbicyclo[3.2.2]non-3-en-2-one \$\$ Bicyclo[3.2.2]non-3-en-2-one, 5-methyl-1-(1-methylethyl)- (CAS) 2H-1-Benzopyran-2-one, 7-hydroxy-6-methoxy- (CAS) \$\$ Scopoletin \$\$ Scopoletol \$\$ Murrayetin \$\$ Scopoletine \$\$ Gelseminic acid \$\$ Chryserpic acid \$\$ 6-Methylesculetin \$\$.beta.-Methylesculetin \$\$ 6-Methoxy-7-hydroxycoumarin \$\$ 7-Hydroxy-6-methoxycoumarin	102502	000000-00-0	64
			103456	101968-43-8	49	
			102387	000092-61-5	43	
29	27.21	1.14	C:\Database\wiley7n.1 N-(2-Methylprop-2-enyl)-2-nitrobenzenamine 2-Allyl-1,4-dimethoxy-6-methylbenzene 1-isopropyl-5-methylbicyclo[3.2.2]non-3-en-2-one \$\$ Bicyclo[3.2.2]non-3-en-2-one, 5-methyl-1-(1-methylethyl)- (CAS)	102502	000000-00-0	83
			103281	000000-00-0	64	
			103456	101968-43-8	58	
30	27.82	0.32	C:\Database\wiley7n.1 Z-jasmone Benzo[2,1-c:3,4-c']bis(isothiazole) \$\$ Benzo[2,1-c:3,4-c']diisothiazole (CAS) 4-Morpholinyl-2,4-pentadienenitrile \$\$ 2,4-Pentadienenitrile, 5-(4-morpholinyl)-, (E,Z)- (CAS)	65176	000000-00-0	64
			102103	074960-02-4	53	
			64203	078926-27-9	52	
31	28.79	0.48	C:\Database\wiley7n.1 Benzene, 1,1',1''-(1-ethanyl-2-ylidene)tris- Heptane, 1,1-diphenyl- Benzoic acid, .alpha.-phenyl-, methyl ester	198267	001520-42-9	53
			190588	001530-05-8	53	
			154559	003469-00-9	53	

Library Searched : C:\Database\wiley7n.1
Quality : 97
ID : Vanillin



Lampiran 14

Desain Reaktor Oksidasi Katalitik



Lampiran 15

Hasil KLT Reaksi Oksidasi Isoeugenol



Lampiran 16



Hasil oksidasi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ & $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG dengan oksidator ozon



Hasil oksidasi dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ & $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (1:1) PEG dengan oksidator H_2O_2 30%

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\text{Luas area standar isoeugenol} - \text{Luas area sisa isoeugenol}}{\text{Luas area standar isoeugenol}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Luas area produk vanili}}{\text{Luas area standar isoeugenol}} \times 100\%$$