



**PENGARUH pH PADA SINTESA KATALIS Cu-ZnO
DENGAN PROSES SOL-GEL UNTUK HIDROGENOLISIS
GLISEROL MENJADI PROPILEN GLIKOL**

DONA SULISTIA KUSUMA

0906576284

**Program Studi Ilmu Material
Pascasarjana Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Indonesia
Salemba
2011**



**PENGARUH pH PADA SINTESA KATALIS Cu-ZnO
DENGAN PROSES SOL-GEL UNTUK HIDROGENOLISIS
GLISEROL MENJADI PROPILEN GLIKOL**

TESIS

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister dalam
Ilmu Material**

DONA SULISTIA KUSUMA

0906576284

Program Studi Ilmu Material

Pascasarjana Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Indonesia

Salemba

2011

HALAMAN PENGESAHAN ORISINALITAS

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

**Nama : Dona Sulistia Kusuma
NPM : 0906576284**

Tanda tangan: 
Tanggal : 20 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh

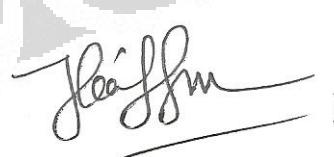
Nama : Dona Sulistia Kusuma
NPM : 0906576284
Program Studi : Ilmu Material
Judul Tesis : Pengaruh pH Pada Sintesa Nano Katalis Cu/Zn Dengan Proses Sol-Gel Untuk Hidrogenolisis Gliserol Menjadi Propilen Glikol.

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Bambang Soegijono ()

Pengaji : Dr. Azwar Manaf, M.Met()

Pengaji : Dr. Muhammad Hikam ()

Pengaji : Dr. Budhi Kurniawan ()

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 20 Juli 2011

KATA PENGANTAR

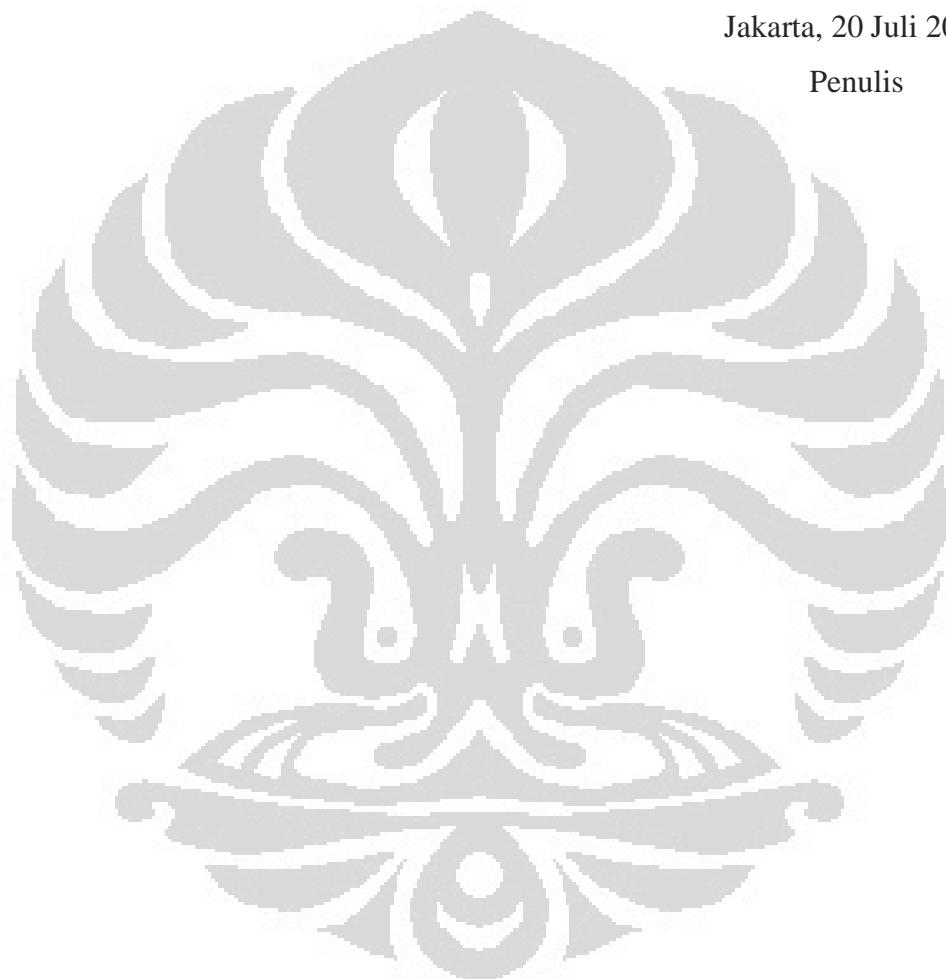
Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena atas berkat rahmat dan ridho-Nya tesis dengan judul “Pengaruh pH Pada Sintesa Katalis Cu/Zno Dengan Proses Sol-Gel Untuk Hidrogenolisis Gliserol Menjadi Propilen Glikol” dapat disusun dan diselesaikan. Adapun tesis ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister dalam Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana, Universitas Indonesia. Pada kesempatan ini penulis menghaturkan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

1. Dr. Bambang Soegijono, selaku pembimbing dan Ketua Program Studi Ilmu Material yang dalam berbagai kesibukannya, selalu siap sedia membimbing, memfasilitasi penggunaan instrumen, mengarahkan serta memberi saran yang sangat bermanfaat dalam penulisan tesis ini;
2. Dr. Azwar Manaf, M.Met, Bapak Dr. Muhammad Hikam dan Bapak Dr. Budhi Kurniawan selaku penguji yang telah memberikan kritik dan saran yang sangat bermanfaat bagi tesis ini.
3. Dr. Nino Rinaldi, Dr. S. Tursiloadi, Ir. Rachman Sarwono, MSc., Kiky Cornelia Sembiring, M.Eng, dan Adid Ade, M.Eng di Pusat Penelitian Kimia yang telah banyak membantu dalam penelitian dan memberi masukan dalam penulisan tesis ini.
4. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, khususnya Biro Organisasi Kepegawaian LIPI yang telah membiayai perkuliahan untuk meningkatkan kualitas pendidikan penulis dan semoga akan meningkatkan kapasitas kerja penulis sebagai peneliti.
5. Suami, orang tua dan anak-anakku yang kusayangi yang telah memberikan dorongan semangat kepada penulis.
6. Aprilia, Mbak Yulia dan teman-teman seperjuangan ilmu material semua, khususnya Pak Wisnu Ari Adi, atas semua bantuan, informasi dan kerjasamanya hingga semua telah dapat menyelesaikan studi tepat waktu.
7. Staf administrasi ilmu material yang senantiasa siap sedia membantu dalam segala hal

Kepada semua pihak yang membantu terlaksananya tesis ini, terima kasih atas dukungan dan doanya selama ini. Penulis menyadari bahwa penulisan tesis ini masih banyak kekurangan, oleh karenanya kritik dan saran sangat penulis harapkan guna menyempurnakan penulisan ini. Akhirnya harapan penulis semoga karya tulis ini dapat memberikan sedikit manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Jakarta, 20 Juli 2011

Penulis



HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

TESIS UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIK

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

Nama : Dona Sulistia Kusuma
NPM : 0906576284
Program Studi : Ilmu Material
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

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

PENGARUH PH PADA SINTESA KATALIS Cu/ZnO DENGAN PROSES SOL-GEL UNTUK HIDROGENOLISIS GLISEROL MENJADI PROPYLEN GLIKOL

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan) Dengan Hak Bebas Royalti Nonekslusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tesis saya tanpa meminta izin dari saya dan pembimbing selama tetap mencantumkan nama saya dan pembimbing sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta
Pada tanggal : 20 Juli 2011

Yang menyatakan



(Dona Sulistia Kusuma)

ABSTRAK

Nama : Dona Sulistia Kusuma
Program Studi : Ilmu Material
Judul Tesis : Pengaruh pH Pada Sintesa Nano Katalis Cu/Zn Dengan Proses Sol-Gel Untuk Hidrogenolisis Gliserol Menjadi Propilen Glikol.

Katalis Cu/ZnO pada penelitian ini dibuat untuk reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi propandiol dengan proses sol-gel dari garam asetat. pH merupakan parameter penting pada proses sol-gel pada sintesis nanokatalis Cu/ZnO. Pengaruh variasi pH pada sol sangat berpengaruh pada ukuran kristal, morfologi dan struktur katalis Cu/ZnO, terlihat dari karakterisasi yang dilakukan dengan X-ray difraksi dan Scanning Electron Microscopy (SEM)-Electron Diffraction Spectroscopy (EDS). Spektra difraksi menunjukkan kristalinitas material Cu/ZnO sangat dipengaruhi oleh perlakuan pH dimana pada pH 9 dan kenaikannya, ukuran partikel semakin kecil yang ditandai oleh puncak yang melebar. Dari SEM-EDS terlihat rasio Cu dan Zn yang berbeda, menunjukkan adanya interaksi yang berubah pada struktur material dengan adanya perlakuan pH, walau kesemuanya memiliki distribusi ukuran partikel yang merata. Struktur material yang berubah pada perlakuan pH dipelajari pengaruhnya terhadap aktivitasnya sebagai katalis. Sebagai katalis bifungsi, Cu/ZnO memiliki sisi asam untuk reaksi hidrasi gliserol menjadi asetol dan sisi logam untuk hidrogenasi asetol menjadi 1,2-propandiol. Aktivitas katalis Cu/ZnO ini diuji untuk reaksi hidrogenolisis gliserol dengan katalis dengan rasio Cu terhadap Zn 1:1. Kristalinitas material Cu/ZnO dipelajari pengaruhnya terhadap aktivitasnya sebagai katalis yang selektif terhadap 1,2-propandiol.

Kata kunci : hidrogenolisis, gliserol, katalis Cu/ZnO, sol-gel

ABSTRACT

Name : Dona Sulistia Kusuma
Study Programme : Ilmu Material
Judul Tesis : Effect of pH Value on Synthesis of Cu-ZnO Catalyst by Sol-gel Method for Glycerol Hydrogenolysis to Propylene Glycol

This research aim to prepare a Cu-ZnO catalyst by hydrogenolysis reaction of glycerol to propanediol by sol-gel methods from acetate salt. One important parameter in sol-gel process in this rection is controlling the acidity (pH). The variation of pH of the sol influenced the crystal size, morphology, and catalyst structure of Cu-ZnO, seen from the characterization done by XRD and SEM-EDS. The broadening peak in the diffraction spectra shown that the Cu-ZnO particle size is decreasing due to the pH increasement. Ratio of Cu and Zn which is varried one another shows an interaction which changed on the structure, even all looks distributed evenly. Material structure that changed by the pH variation is studied its effect on its actidity as catalyst. As a bifunctional catalyst, Cu-ZnO has an acid site for the hidration reaction of glycerol to acetol, and a metal site for the hidrogenation of acetol to propylene glycol. The Cu-ZnO catalyst with ratio of Cu:Zn is 1:1, is tested for its activity for glycerol hydrogenolysis. The crystallinity of Cu-ZnO material is studied towards its activity as a selective catalyst to propylene glycol.

Keywords : hidrogenolysis, glycerol, Cu-ZnO catalyst, sol-gel

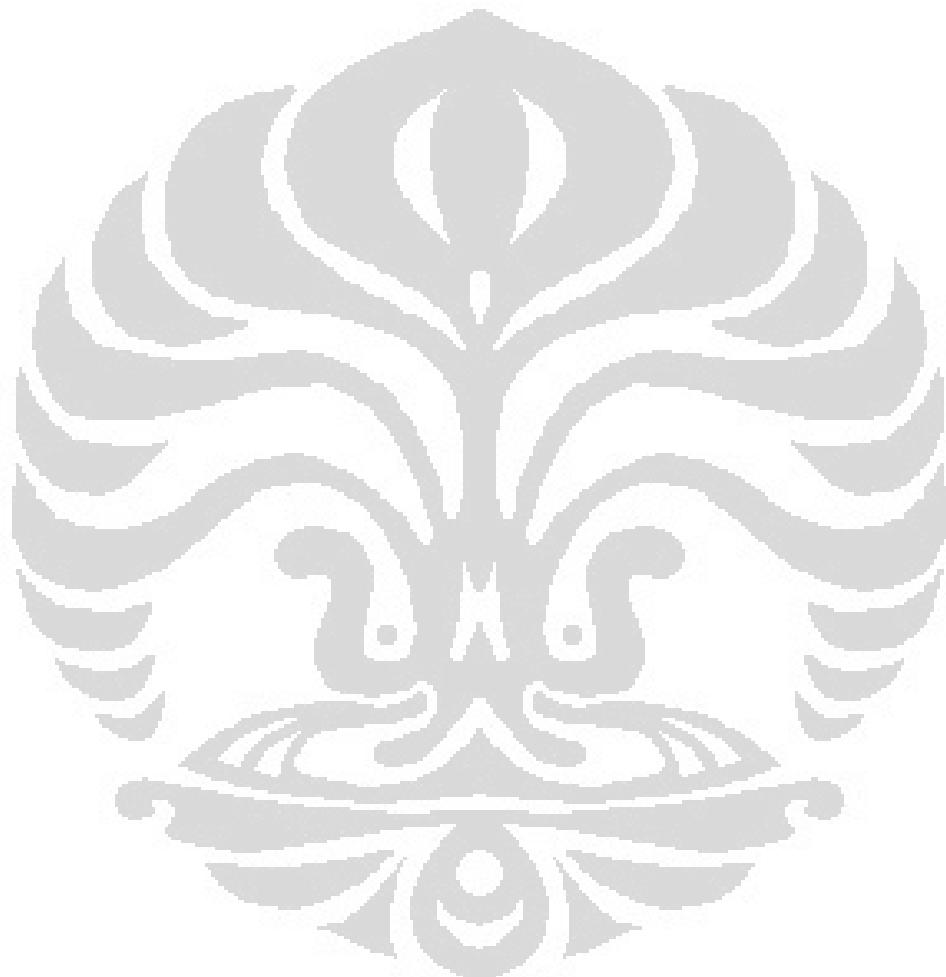
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Hipotesa Penelitian.....	2
1.5 Batasan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
Tinjauan Pustaka	4
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat Penelitian.....	18
3.2 Bahan dan Metode Penelitian.....	18
3.3 Persiapan Sampel	18
3.4 Karakterisasi Sampel.....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Karakterisasi Katalis Cu-ZnO Pada Berbagai pH.....	22
4.2 Aplikasi Katalis Cu-ZnO Pada Proses Hidrogenolisis Gliserol.....	34
4.3 Karakterisasi Katalis Cu-ZnO Bekas	35
BAB V KESIMPULAN	
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran.....	37

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati dengan Gliserin Sebagai Hasil Samping	4
Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Hidrogenolisasi Gliserol	5
Gambar 2.3 Mekanisme Reaksi 2 Tahap Hidrogenolisasi Propilen Glikol	6
Gambar 2.4 Mekanisme Reaksi Hidrogenolisasi Propilen Glikol Dengan Glycidol dan Acetol Sebagai Zat Antara	7
Gambar 2.5 Spektra Difraksi CuO, ZnO dan Gabungannya	13
Gambar 2.6 SEM (a) ZnO Nanospherical (b) ZnO Nanobundles TEM (c) ZnO Nanospherical (d-e) ZnO Nanobundles.....	15
Gambar 2.7 HRTEM CuO Nanorods	16
Gambar 2.8 FT-IR spectra (a) [Zn(salen)], (b) ZnO nanospherical, (c) free oleylamine (d) ZnO nanobundles	16
Gambar 2.9 FTIR Spectrum dari PVA dengan CuO pada (a) 0 wt%, (b) 1 wt%, (c) 3 wt%, (d) 5 wt%, (e) 7 wt%, (f) 9 wt%	17
Gambar 3.1 Foto pada Tahapan Proses Preparasi Katalis CuO-ZnO	24
Gambar 3.2 Ilustrasi Tahapan Proses Preparasi Katalis Cu-ZnO	19
Gambar 3.3 Proses Hidrogenasi Gliserol Untuk Uji Aktivitas Katalis	20
Gambar 4.1 Spektra Difraksi CuO-ZnO pada Berbagai Perlakuan pH.....	22
Gambar 4.2 Spektra Difraksi CuO-ZnO pada Berbagai Perlakuan pH.....	24
Gambar 4.3 Spektra FTIR CuO-ZnO pada a. pH 7 b. pH 8 c. pH 9	25
Gambar 4.4 Grafik TG/DTA CuO-ZnO pada pH 7	26
Gambar 4.5 Morfologi CuO-ZnO dengan SEM, (a) pH 7 perbesaran 10000x (b) pH 7 perbesaran 20000x (c) pH 8 perbesaran 10000x (d) pH 8 perbesaran 20000x (e) pH 9 perbesaran 550x ...	27
Gambar 4.6 Spektra Difraksi Cu-ZnO pada (a) pH 7 (b) pH 8 dan (c) pH 9... ..	30
Gambar 4.7 Spektra FTIR Cu-ZnO pada a. pH 7 b. pH 8 c. pH 9.	31

Gambar 4.8	Morfologi Cu-ZnO dengan SEM, (a) pH 7 perbesaran 500x (b) pH 7 perbesaran 10000x (c) pH 8 perbesaran 2500x (d) pH 8 perbesaran 10000x (e) pH 9 perbesaran 2500x (f) pH 9 perbesaran 10000x.....	32
Gambar 4.9	SEM Partikel Cu-ZnO : (a) Perbesaran 6000x (b) Perbesaran 2000x	33
Gambar 4.10	Spektra Difraksi Katalis Cu-ZnO Sebelum dan Setelah Proses Hidrogenolisis	35

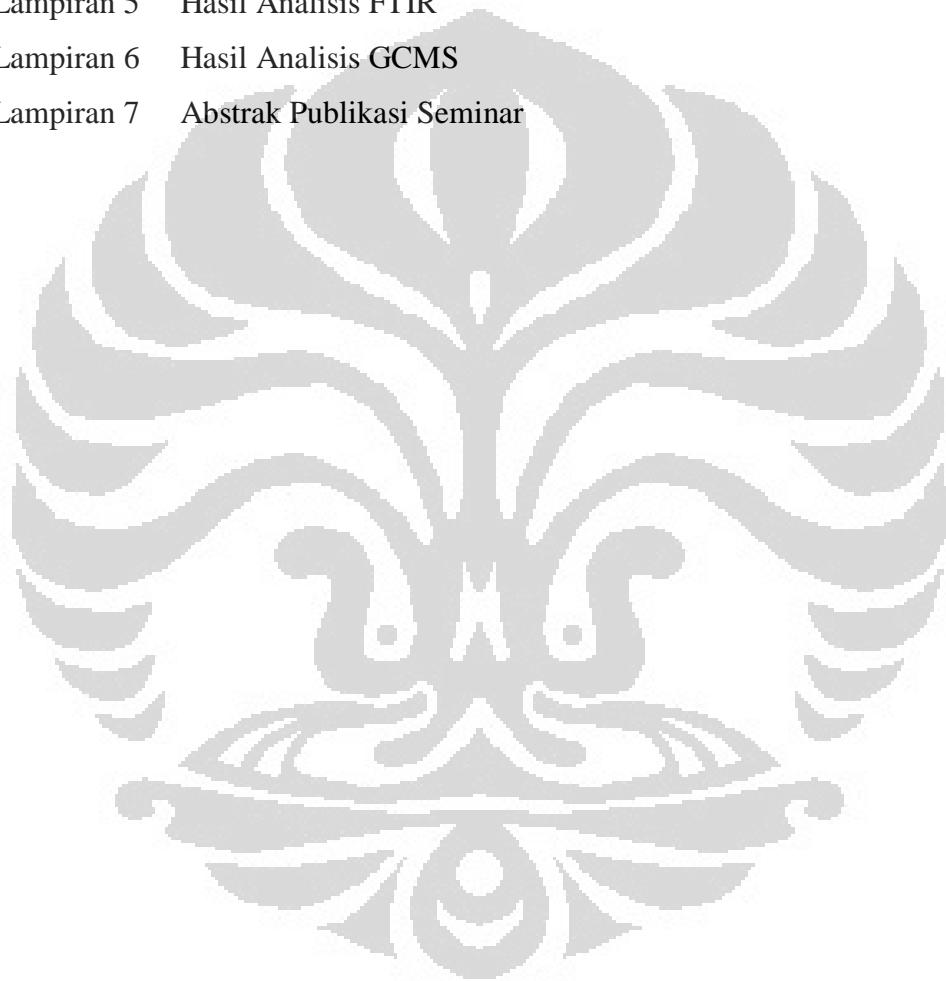


DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Kebutuhan Solar Domestik Tahun 2005.....	5
Tabel 2.2 Beberapa Katalis Yang Telah Digunakan Untuk Hidrogenolisis Gliserol.....	8
Tabel 2.3 Konversi Propilen Glikol Pada Variasi Rasio Cu dan Zn.	10
Tabel 2.4 Konversi Propilen Glikol Pada Variasi Rasio Cu dan Zn.	10
Tabel 2.5 Karakteristik Fisis Katalis Cu-ZnO dan Prekursornya.....	14
Tabel 4.1 Persen Atom pada Analisis EDS Cu-ZnO dengan Perlakuan pH....	28
Tabel 4.2 Persen Atom pada Analisis EDS Cu-ZnO dengan Perlakuan pH....	32
Tabel 4.3 Konversi Gliserol menjadi Propilen Glikol.....	34
Tabel 4.4 Persen Atom pada Analisis EDS Cu-ZnO Sebelum dan Setelah Proses Hidrogenolisis.....	36

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Data Struktur Kristal Material Pendukung
- Lampiran 2 Hasil Analisis EDS
- Lampiran 3 Hasil Analisis TEM
- Lampiran 4 Data PCPDFWIN
- Lampiran 5 Hasil Analisis FTIR
- Lampiran 6 Hasil Analisis GCMS
- Lampiran 7 Abstrak Publikasi Seminar



BAB 1

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Bio-diesel sebagai sumber energi alternatif telah dimanfaatkan dalam skala besar untuk berbagai aplikasi. Andaikata metil ester sebagai biodiesel mampu menggantikan 2% dari jumlah kebutuhan solar Indonesia per tahunnya, sebagaimana dalam Road map Biodiesel Nasional, maka dibutuhkan 880.000 kiloliter metil ester per tahunnya. Konversi minyak nabati menjadi bio-diesel menyisakan limbah gliserol dengan jumlah yang banyak, dengan perbandingan 1 gallon hasil biodiesel dengan 1 pound limbah gliserin.

Berbagai penelitian pemanfaatan limbah gliserin salah satunya mengarah pada pembuatan 1,2-propandiol atau yang sering disebut propilen glikol, bahan baku polimer yang selama ini diproses dari bahan baku minyak bumi. Pembuatan propilen glikol dari gliserol dengan proses hidrogenolisis merupakan proses yang ramah lingkungan dan lebih ekonomis dibanding metode pembuatannya dari turunan minyak bumi [1]. Sintesa propilen glikol dari gliserol merupakan reaksi hidrogenolisis yang tediri dari dua tahap yaitu hidrasi dan hidrogenasi. Reaksi ini membutuhkan katalis bifunktional yang memiliki sisi asam dan sisi aktif logam. Berbagai jenis katalis asam padat dapat digunakan untuk sintesis propandiol, diantaranya palladium, nikel, tembaga, ruteniun dan tembaga [2]. Cu-ZnO merupakan katalis yang selektif untuk reaksi hidrogenolisis gliserol dengan yield propilen glikol terbaik didapat pada rasio Cu:Zn = 50:50 pada tekanan hidrogen yang relatif rendah [3]. Preparasi katalis Cu-ZnO pada penelitian ini akan dilakukan dengan metode sol-gel untuk menghasilkan material katalis berukuran nano dengan penyebaran logam yang merata dengan luas permukaan spesifik yang besar.

Metode sol gel ini menggunakan etanol sebagai solventnya (solvent-based sol-gel) dimana pH merupakan salah satu parameter penting yang akan menentukan karakteristik material yang dihasilkan [4]. Sehingga fokus riset yang akan dikaji lebih jauh adalah pengaruh pH pada sintesa nano katalis Cu-ZnO

terhadap karakterisasi material yang dihasilkan, serta pengaruhnya terhadap konversi dan selektivitas reaksi hidrogenolisis gliserol.

I.2. Perumusan Masalah

Aplikasi dari katalis Cu-ZnO yang dikembangkan untuk sintesa propilen glikol dari limbah biodisel sebagai monomer untuk produksi berbagai turunan polimer. Katalis yang dikembangkan pada reaksi hidrogenolisis ini adalah katalis Cu-ZnO dengan proses sol-gel dari garam asetat. Proses sol-gel pada pembuatan material Cu-ZnO ini sangat dipengaruhi oleh pH, dimana struktur kristal material Cu-ZnO akan berbeda pada perubahan pH sehingga sangat menarik untuk dikaji. Pengaruh perubahan struktur terhadap aktivitasnya sebagai katalis reaksi hidrogenolisis untuk sintesa gliserol menjadi propilen glikol.

I.3. Tujuan Penelitian

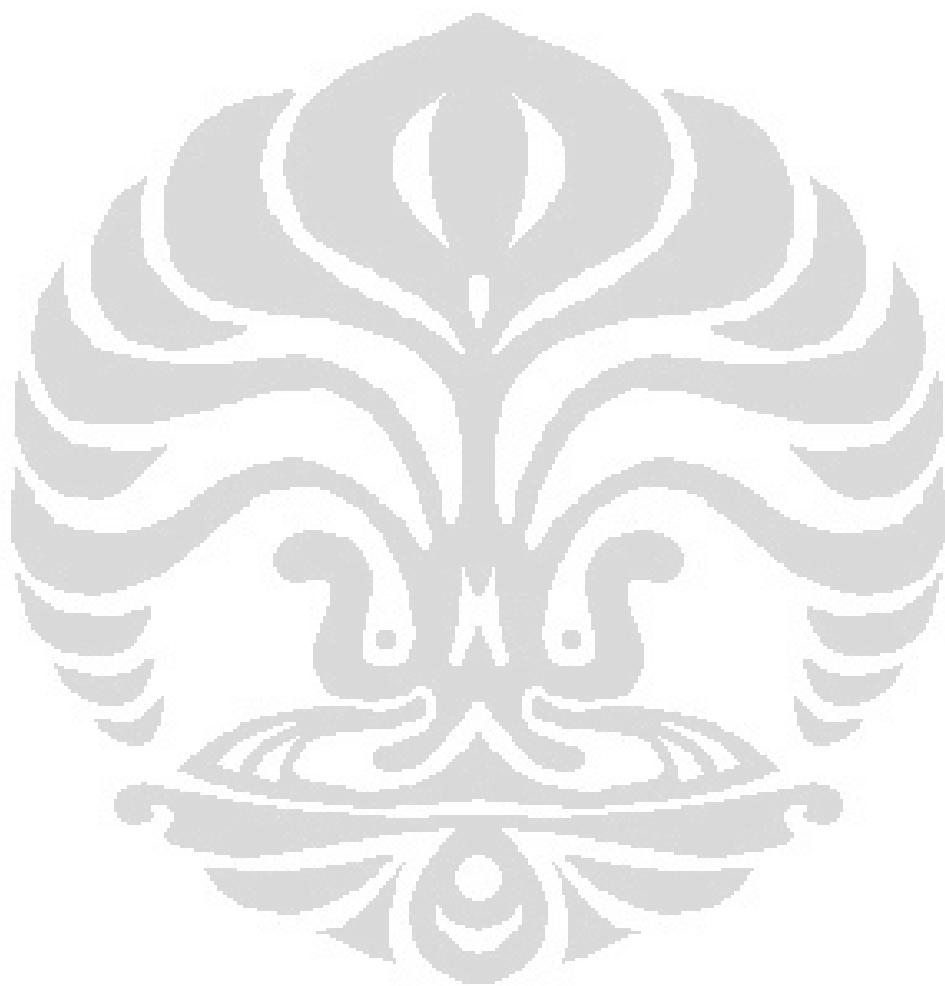
Maksud dan tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh perubahan pH terhadap perubahan struktur katalis Cu-ZnO yang ditinjau dari spektra difraksi, morfologi, struktur kristal, serta pengaruhnya terhadap aktivitasnya sebagai katalis pada reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi propandiol.

I.4. Hipotesa Penelitian

Parameter penting dalam proses sol-gel adalah pada pengaturan pH dimana kristal akan tumbuh sempurna pada pH yang tepat. Dengan peningkatan pH akan dihasilkan butiran katalis Cu-ZnO yang lebih halus dan merata, karena kristal ZnO yang terbentuk akan semakin stabil. Dengan partikel yang lebih stabil, maka konversi propilen glikol yang dihasilkan akan lebih besar.

I.5. Batasan Penelitian

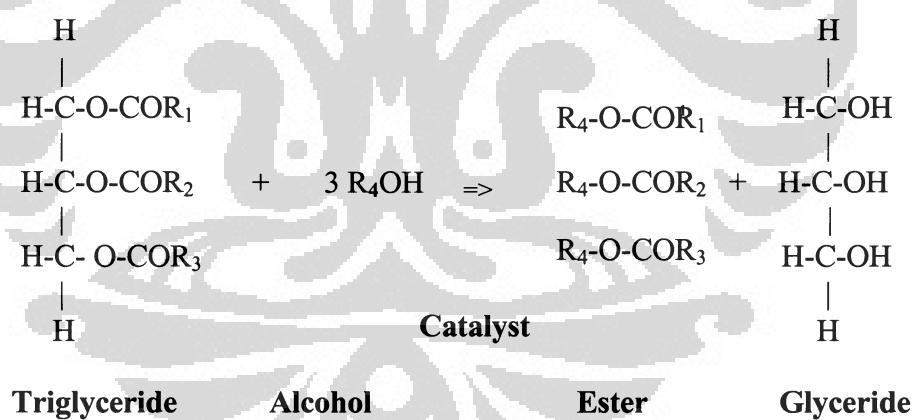
Pembahasan pada penelitian ini dibatasi pada pengaruh pH pada struktur katalis Zn:Cu pada pH 6 sampai 12. Rasio Zn:Cu yang diambil adalah rasio optimum screening katalis pada hidrogenolisis gliserol yaitu pada rasio 1:1 [1]. Metode pembuatan katalis dilakukan dengan proses sol gel dari garam asetat.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

Konversi minyak nabati menjadi bio-diesel menyisakan limbah gliserol dengan jumlah yang banyak, dengan perbandingan 1 gallon hasil biodiesel dengan 1 pound limbah gliserin. Pemanfaatan gliserol dalam limbah merupakan proses yang komplek, mahal yang akan memberi dampak keuangan dalam industri bio-diesel. Pengembangan konversi propilen glikol (bahan baku industri polimer) dari gliserol merupakan inovasi baru, yang sebelumnya propilen glikol diproduksi dari minyak bumi. Sintesa katalis yang cocok untuk konversi gliserol menjadi propilen glikol merupakan tantangan yang perlu dijawab, agar limbah gliserol bisa dikonversi menjadi material yang lebih berguna, dengan menguasai teknologi pembuatan material katalis yang berkemampuan aktif pada reaksi suhu rendah, sehingga dapat memecahkan permasalahan dalam memproduksi bahan baku polimer dan mendorong tumbuhnya industri katalis serta substitusi impor.



Gambar 2.1. Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati dengan Gliserin sebagai Hasil Samping.

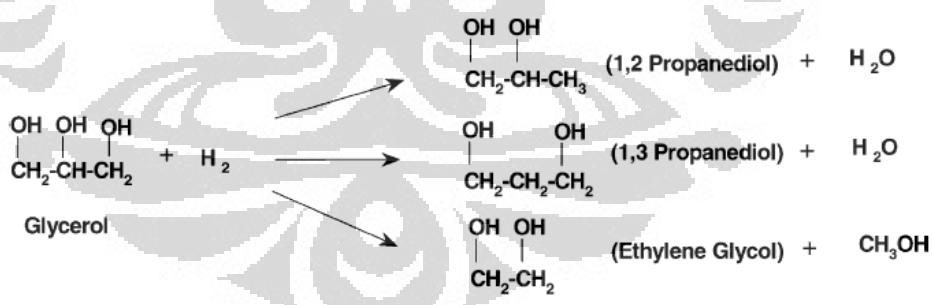
Kebutuhan Indonesia akan solar sangat besar dan menjadi salah satu ruas tulang punggung industri Indonesia. Kebutuhan solar per tahun menurut data dari Direktorat Jenderal Energi dan Sumber Daya Mineral sebagai berikut.

Tabel 2.1. Kebutuhan Solar Domestik Tahun 2005 [5].

• Kebutuhan industri	: 6 juta kiloliter
• Kebutuhan PLN	: 12 juta kiloliter
• Sektor transportasi	: 26 juta kiloliter
• Total per tahun	: 44 juta kiloliter

Andaikata metil ester sebagai biodiesel mampu menggantikan 2 % dari jumlah kebutuhan solar Indonesia per tahunnya, sebagaimana dalam Road map Biodiesel Nasional, maka dibutuhkan 880.000 kiloliter metil ester per tahunnya. Angka ini merupakan pangsa pasar yang sangat potensial. Dari produksi metil ester sebesar 880.000 kiloliter akan menghasilkan limbah gliserol sebesar 226.000 kiloliter per tahunnya. Seandainya limbah ini dapat diubah menjadi monomer untuk bahan pembuatan polimer, maka Indonesia akan mendapat tambahan devisa yang nilainya signifikan.

Pemanfaatan gliserol telah menjadi materi penelitian yang banyak dikaji sekarang ini. Gliserol dapat dimanfaatkan sebagai menjadi bahan baku polimer, diantaranya 1,2-propandiol, 1,3-propandiol dan etilen glikol.



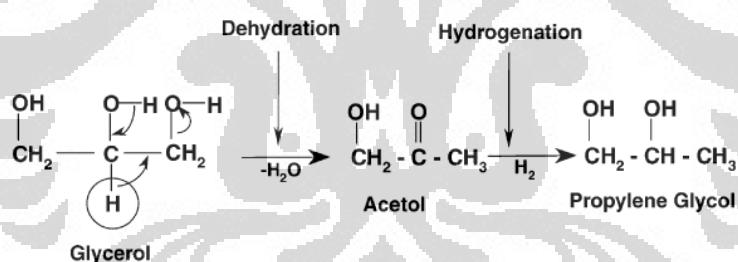
Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Hidrogenolisasi Gliserol [2]

1,2-propandiol atau propane-1,2-diol atau propilen glikol merupakan senyawa organik dengan formula $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$ atau $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CHOH}-\text{CH}_3$ yang tidak berwarna, tidak berbau, jernih, larutannya kental dengan aroma wangi, higroskopis dan larut pada air, aseton dan kloroform.

Kegunaan propilen glikol diantaranya adalah :

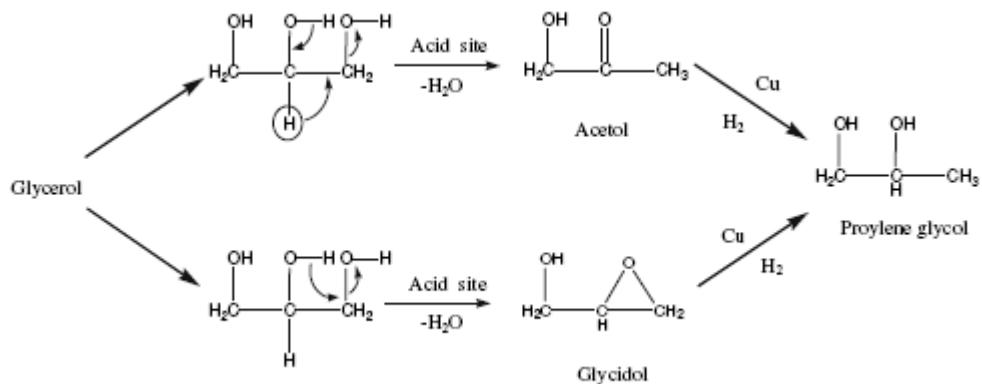
- Solvent pada industri farmasi, baik oral, suntikan atau formula topikal
- Pelembut (moisturizer) pada obat, kosmetik, makanan, pasta gigi, shampo, larutan pencuci mulut, perawatan rambut, dan produk tembakau.
- Agen penguat pada parfum
- Bahan baku minyak urut
- Anti bakteri pada larutan pencuci tangan
- Bahan pembuat asap tiruan untuk latihan pemadam kebakaran atau keperluan pentas
- Pelarut cairan nikotin dalam rokok elektrik
- Pelarut pada pewarna makanan dan perasa
- Agen anti beku pada sistem pengolahan air minum

Mekanisme reaksi pada sintesa propilen glikol ini terjadi melalui zat antara atau berlangsung 2 tahap yaitu reaksi dehidrasi gliserol menjadi acetol dan reaksi hidrogenasi acetol menjadi propilen glikol.



Gambar 2.3. Mekanisme Reaksi 2 Tahap Hidrogenolisis Propilen Glikol [2]

Atau dalam sumber lainnya disebutkan kemungkinan adanya zat antara glycitol selain acetol yang keduanya akan mengalami reaksi hidrogenasi untuk menjadi propilen glikol, namun glycitol yang terbentuk jauh lebih sedikit dibanding dengan acetol.



Gambar 2.4. Mekanisme Reaksi Hidrogenolisis Propilen Glikol Dengan Glycerol dan Acetol Sebagai Zat Antara [3].

Pada tahap pertama reaksi hidrogenolis, yaitu reaksi dehidrasi dari gliserol menjadi acetol atau glycidol dibutuhkan bantuan sisi aktif katalis asam, dan pada tahap kedua yaitu reaksi hidrogenasi dibutuhkan katalis logam untuk menghasilkan propilen glikol. Katalis asam padat bifungsi merupakan katalis yang dipakai untuk reaksi 2 tahap, dimana katalis memiliki sisi asam disamping memiliki sisi logam untuk bereaksi. Katalis bifungsi ini memiliki peran penting terhadap konversi produk dan berpengaruh dalam selektivitas reaksi [1]. Beberapa penelitian mengenai hidrogenolisis gliserol menggunakan katalis Pt, Ru, Rh, Cu dan Pd yang berpenyangga. Beberapa contoh katalis yang digunakan dalam hidrogenolisis gliserol beserta konversi yang dihasilkannya dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Beberapa Katalis Yang Telah Digunakan Untuk Hidrogenolisis Gliserol [2].

Supplier	Description	Conversion	Yield	Selectivity
Johnson Matthey	5% Ru/C	43.7	17.5	40.0
Johnson Matthey	5% Ru/alumina	23.1	13.8	59.7
Degussa	5% Pd/C	5	3.6	72.0
Degussa	5% Pt/C	34.6	28.6	82.7
PMC Chemicals	10% Pd/C	8.9	4.3	48.3
PMC Chemicals	20% Pd/C	11.2	6.4	57.1
Grace Davision	Raney nickel	49.5	26.1	52.7
Grace Davision	Raney copper	48.9	33.8	69.1
Sud-Chemie	Copper	53	21.1	39.8
Sud-Chemie	Copper-chromite	54.8	46.6	85.0
Johnson Matthey	Ni/C	39.8	27.3	68.6
Alfa-Aesar	Ni/silica-alumina	45.1	29.1	64.5

Reactions were carried using 80% glycerol solution at 200 °C and 200 psi hydrogen pressure for 24 h.

Tembaga (Cu) merupakan salah satu katalis yang baik untuk reaksi hidrogenasi. Logam Cu merupakan katalis hidrogenasi yang selektif pada hidrogenolisis gliserol untuk pemutusan rantai C-O tanpa memutuskan ikatan rantai C-C untuk mendapatkan propilen glikol. Karenanya katalis Cu untuk proses ini lebih baik dibanding katalis logam transisi lainnya. Di samping itu katalis berbasis Cu tidak memerlukan katalis tambahan dan dapat digunakan untuk proses pada tekanan rendah (Balaraju et al., 2008). Sedangkan seng oksida (ZnO) banyak digunakan bersama dengan katalis Cu karena merupakan penyangga yang menjadikan katalis Cu terdistribusi merata. Interaksi antara Cu dan ZnO memiliki peran penting untuk menghasilkan katalis dengan aktivitas katalitik yang tinggi. Sehingga salah satu poin penting dalam preparasi katalis Cu-ZnO ini adalah menghasilkan katalis yang memiliki ikatan dispersi yang merata pada elemen logamnya [6].

Berbagai metode preparasi dapat dilakukan untuk sintesa katalis Cu-ZnO, seperti kopresipitasi, impregnasi, mikroemulsi, ion plasma, dan sol-gel. Berbagai metoda yang dikembangkan bertujuan menghasilkan katalis berbasis Cu dengan luas pemukaan besar dengan ukuran partikel yang merata. Kajian pada sintesa propilen glikol dengan katalis Cu-ZnO yang dibuat dengan metode kopresipitasi

dari garam nitratnya telah dilakukan dengan presipitator urea [3] dan sodium karbonat [1].

Metode lainnya yang umum digunakan adalah metode impregnasi Cu pada penyangga Zn. Kelemahan dari metode ini adalah penyebaran logam Cu yang tidak merata sehingga konversi kurang optimum. Pada penelitian ini akan dikaji penggunaan metode sol-gel dari garam asetatnya untuk sintesa katalis Cu-ZnO, dimana paduan material Zn dan Cu dicampurkan bersama bukan dengan impregnasi sebagaimana umumnya.

Penentuan rasio Cu terhadap Zn dalam bifunctional catalyst tentu saja sangat berpengaruh pada konversi dan selektifitas propilen glikol yang dihasilkan. Suai Wang yang menggunakan Cu-ZnO dengan metode preparasi coprecipitasi untuk hidrogenolisis gliserol mengemukakan bahwa rasio Cu:Zn penting diperhatikan dalam memenuhi kebutuhan reaksi terhadap kandungan ZnO dan Cu untuk reaksi hidrogenolisis yang berlangsung. Dengan melakukan percobaan dengan kandungan Cu yang tetap dan rasio Cu/Zn yang variatif seperti Tabel 2.3 terlihat pada rasio atomik Cu:Zn terkecil (0,6), dimana kandungan Cu pada setiap variasi adalah sama, konversi terlihat paling besar, hal ini dikarenakan kandungan ZnO yang semakin besar meningkatkan reaksi hidrasi yang berlangsung, sehingga asetol sebagai zat antara lebih banyak terbentuk yang berdampak pada lebih tingginya konversi yang dihasilkan.

Asetol (dan sedikit glycidol yang terbentuk) merupakan fasa intermediet yang mudah terdekomposisi membentuk gugus formaldehid dan asetaldehid yang merupakan prekursor terbentuknya berbagai hasil samping seperti metana, metanol, etanol, dan berbagai esternya. Sehingga reaksi akan efisien jika hidrogenasi langsung dilakukan setelah terbentuk zat antara untuk meminimalkan reaksi dekomposisi dan meningkatkan selektivitas untuk terbentuknya propilen glikol.

Tabel 2.3. Konversi Propilen Glikol Pada Variasi Rasio Cu dan Zn [3].

Catalyst	Conversion (%)	Selectivity (%)	
		Propylene glycol	Ethylene glycol
Cu-ZnO (0.6) ^b	22.5	20.4	1.3
Cu-ZnO (1.0) ^b	17.2	29.4	2.6
Cu-ZnO (2.0) ^b	7.8	51.3	6.4
CuO	4.0	76.8	—
ZnO ^c	3.6	—	—

^a 20 wt% glycerol (15 g glycerol in 65 mL H₂O), 4.2 MPa H₂, 12 h, 7.5 mmol Cu.

^b Number in the parenthesis represents Cu/Zn atomic ratio measured by ICP.

^c ZnO content used for bulk ZnO is equivalent to that for Cu-ZnO (1/1).

Dari data tersebut, yield (konversi x selektivitas) propilen glikol yang dihasilkan pada rasio Cu-ZnO (0,6) adalah 4,59% sedangkan yield pada rasio Cu-ZnO (1) adalah 5,06%. Sedangkan Balaraju et al. pada kajian yang sama, yang menggunakan Cu-ZnO dengan metode kopresipitasi untuk hidrogenolisis propandiol, menyatakan pengaruh rasio Cu terhadap Zn sebagai berikut.

Tabel 2.4. Konversi Propilen Glikol pada Variasi Rasio Cu dan Zn [1].

Catalyst	Conversion (%)	Selectivity (%)			
		Acetol	1,2 PDO	EG	Others
Cu-Zn 40:60	30	5.5	91.0	1.7	1.8
Cu-Zn 50:50	37	3.4	92.0	3.0	1.6
Cu-Zn 60:40	24	3.4	92.2	2.5	1.9
Cu-Zn 70:30	15	2.9	92.0	2.8	2.3

Reaction conditions: 100 mL of 20 wt.% glycerol aqueous solution; H₂ pressure: 20 bar; reaction time: 16 h; catalyst weight: 1.2 g (6%); reaction temperature: 200 °C

Dari tabel di atas, terlihat bahwa pada rasio Cu-Zn 50:50, konversi reaksi tertinggi dengan selektivitas terhadap 1,2 PDO (propilen glikol) juga cukup tinggi. Reaksi berlangsung pada kondisi tekanan yang tidak terlalu tinggi (20 bar). Dari percobaan lainnya didapatkan selektivitas terhadap propilen glikol 83,6% pada

proses yang dilakukan dengan 22,5% gliserol pada temperatur 200°C dengan katalis Cu-ZnO (rasio Cu:Zn = 1) dengan ukuran partikel yang relatif kecil.

Simpulan awal yang diambil adalah preparasi katalis Cu-ZnO untuk hidrogenolis gliserol yang menghasilkan yield tertinggi didapat pada rasio Cu-Zn = 50:50, maka rasio Cu:Zn yang diambil pada penelitian ini adalah perbandingan berat Cu:Zn = 1:1. Penelitian tentang hidrogenolis gliserol dengan katalis Cu-ZnO yang telah dilakukan adalah dengan preparasi dengan metode kopresipitasi. Balaraju dan Wang menggunakan garam nitrat dari Cu dan Zn yang direaksikan dengan urea [3] atau sodium karbonat [1].

Kelemahan metode ini adalah distribusi partikelnya yang kurang merata, sehingga sisi aktifnya tidak optimal dan konversi tidak maksimum. Untuk katalis asam padat, metode preparasi katalis bisa dilakukan dengan mikroemulsi, kopresipitasi, sol gel dan ion plasma. Metode lainnya yang umum digunakan adalah metode impregnasi Cu pada penyangga Zn. Kelemahan dari metode ini adalah penyebaran logam Cu yang tidak merata sehingga konversi kurang optimum.

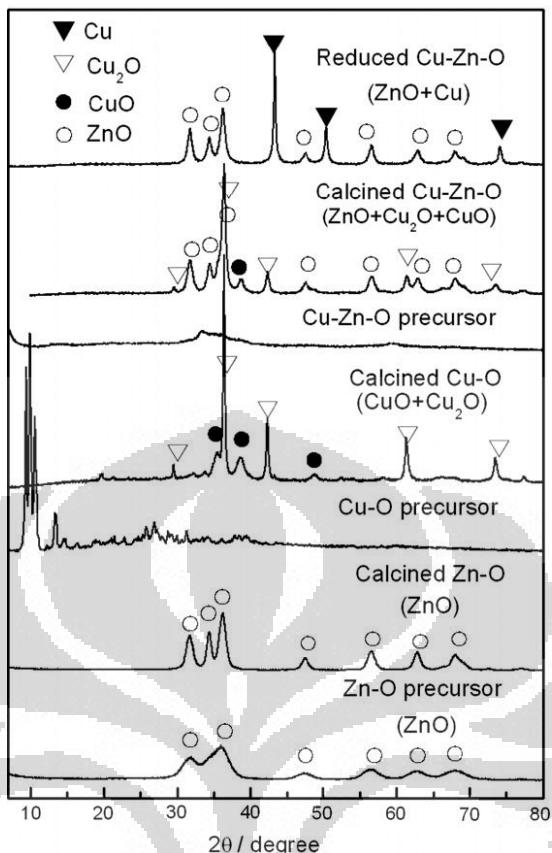
Metode sol gel merupakan salah satu metode sintesis katalis asam padat yang banyak digunakan untuk sintesis katalis padat yaitu metode berbasis larutan melalui tahap hidrolisis dan kondensasi untuk membentuk jaringan molekul makro tiga dimensi. Setelah solvent dipisahkan dari gel, struktur produk masih menyerupai struktur induknya sehingga sifat dan karakteristiknya bisa diatur dengan pengaturan saat gelatasi [7]. Dengan metode sol-gel, akan dihasilkan material katalis berukuran nano dengan penyebaran logam yang merata dengan luas permukaan spesifik yang besar. Keunggulan lain dari metode ini adalah proses dapat dilakukan pada temperatur dan tekanan yang tidak terlalu tinggi, sehingga lebih ekonomis dan mudah untuk diperbesar skalanya untuk keperluan industri.

Dengan metode preparasi sol-gel, ukuran material yang diharapkan adalah pada ukuran nano, dimana nano-katalis sangat penting dalam sintesa yang effisien dari senyawa aktif, khususnya dalam produksi kimia adi. Selektivitas dan effisiensi yang tinggi dapat ditingkatkan dengan menggunakan nano-katalis karena mampu berkerja pada level energi yang rendah. Aktivitas katalis sangat

ditetukan oleh ukuran pori dari katalis tersebut. Logam oksida berpori polikristal fasa tunggal atau multi fasa dengan tipe ukuran partikel 1 hingga 100 nm sangat penting dalam ilmu nanomaterial, karena perbandingan luas permukaan/volume dari material tersebut akan naik berlipat-lipat sehingga material tersebut sangat berguna untuk penerapan pada proses yang berhubungan dengan permukaan. Klasifikasi material porous adalah mikroporus material, mesoporus material dan makropori material tergantung dari ukuran pori dari material tersebut.

Pada penelitian ini digunakan metode sol-gel dari garam asetatnya untuk sintesa katalis Cu/Zn, dimana paduan material Zn dan Cu dicampurkan bersama bukan dengan metode impregnasi sebagaimana umumnya. Metode sol gel ini menggunakan etanol sebagai solventnya (solvent-based sol-gel) dimana garam asetat Zn dan Cu larut di dalamnya setelah proses pemanasan dengan reflux. Salah satu parameter penting dalam preparasi sol-gel adalah pengaturan pH. Pada penelitian yang dilakukan Wang et al., dilakukan percobaan pada variasi pH reaktan yaitu pada pH 2, 7 dan 12. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan NaOH atau H₂SO₄ pada larutan gliserol. selektivitas propilen glikol pada pH sol 2-7 berkisar di 27,9-29,4% kemudian meningkat tajam menjadi 77,5% pada pH 12. pH pada pereaktan tidak terpengaruh pada pH material katalis yang ditambahkan yaitu sekitar 6,5. pH yang stabil pada reaksi hidrogenolisasi ini adalah pengaruh dari sifat amfoterik dari penyanga ZnO, yang dapat bereaksi dengan ion H⁺ maupun OH⁻ pada larutan asam maupun basa. Sehingga pH material katalis bukan semata-mata berpengaruh pada reaksi ganda yang terjadi pada proses hidrogenolisasi namun akibat dari perbedaan struktur material katalis yang terbentuk pada variasi pH pada saat pembentukan sol.

Preparasi katalis Cu-ZnO oleh Bao et al. (2007) dilakukan dengan proses sol gel dari garam asetatnya yang dilarutkan dalam etanol kemudian aglomerasi dilakukan dengan penambahan hexane. Pembuatan katalis Cu-ZnO dengan rasio Cu:Zn = 50:50 ini digunakan untuk sintesi metanol dan menghasilkan yield dan selektifitas yang cukup tinggi. Spektra difraksi pada percobaan tersebut ditunjukkan oleh Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Spektra Difraksi CuO , ZnO dan Gabungannya [6].

Pada preparasi katalis dilakukan penambahan LiOH pada campuran larutan asetat. Reaksi yang terjadi pada penambahan LiOH ini adalah seperti berikut.



Tujuan ditambahkannya LiOH adalah untuk pengaturan pH dimana proses sol-gel merupakan sangat dipengaruhi oleh keasaman prekursornya. Penambahan hexane dilakukan untuk agregasi dan presipitasi partikel sol ZnO . Setelah kalsinasi puncak ZnO menjadi lebih tajam menunjukkan kristalinitas yang tinggi. Hasil proses pada prekursor Cu asetat menunjukkan spektra difraksi yang kompleks yang muncul di 2θ sekitar 10° dan tidak menunjukkan karakteristik CuO . Setelah dilakukan kalsinasi pada 473 K, spektra difraksi menunjukkan terbentuknya fasa CuO dan Cu_2O .

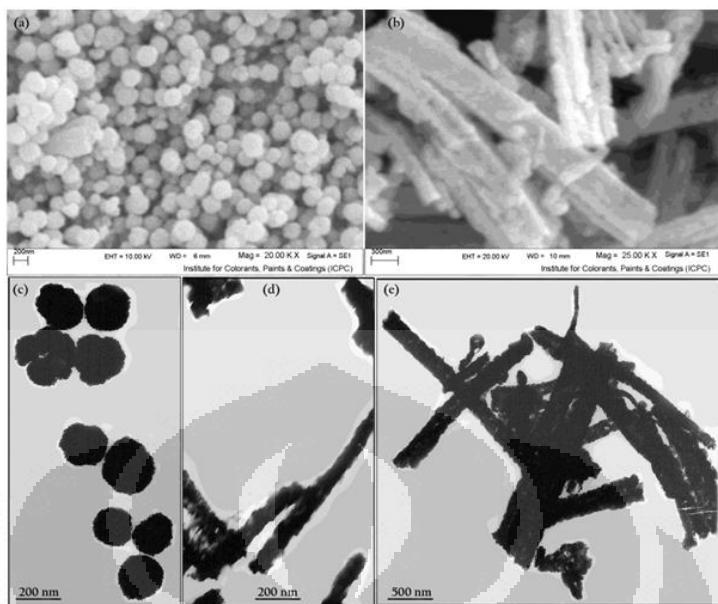
Munculnya fasa Cu₂O menunjukkan prekursor Cu–O mengandung gugus organik dan terdekomposisi selama proses kalsinasi sehingga mengurangi rendemen. Prekursor Cu-ZnO menunjukkan intensitas yang rendah dengan puncak lebar pada 2θ sekitar 33° yang ditujukan pada fasa ZnO. Fasa CuO tidak tampak pada prekursor Cu-ZnO, sehingga disimpulkan bahwa prekursor Cu-ZnO bukanlah campuran yang sederhana dari prekursor CuO dan ZnO. Produk yang telah dikalsinasi menunjukkan terbentuknya fasa ZnO, Cu₂O and CuO sedangkan setelah direduksi hanya fasa ZnO dan logam Cu yang teranalisis.

Dari PDFWIN pada lampiran, CuO dengan space group C2/c memiliki struktur kristal monoclinic prismatic. ZnO dengan space group P6₃mc dengan kelas kristal dihexagonal pyramidal, sedangkan Cu dengan space group Fm3m dengan kelas kristal hexoctahedral. Data penunjang terdapat pada lampiran.

Tabel 2.5. Karakteristik Fisis Katalis Cu-ZnO dan Prekursornya [6].

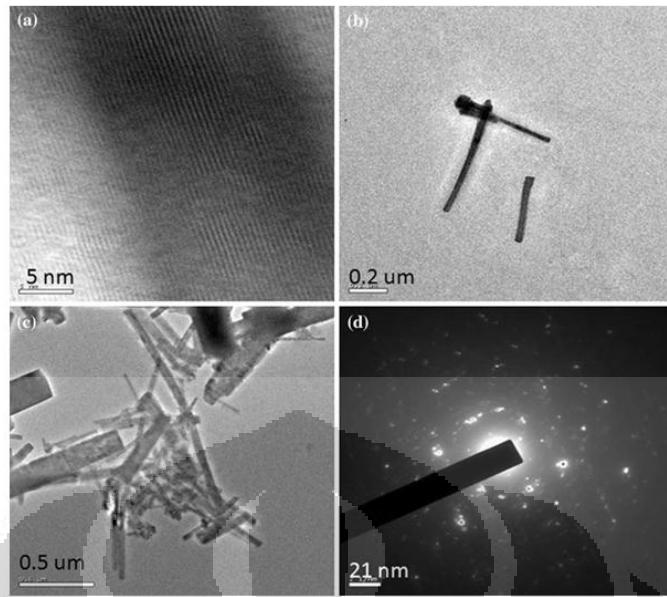
Physical properties of ZnO, Cu–O and Cu/ZnO samples			
Sample	Surface area (m ² /g)	Pore volume (ml/g)	Pore size (nm)
ZnO	74.9	0.13	3.9, 6.2
Cu–O	20.2	0.08	2.7, 4.1, 7.1
Cu/ZnO	66.2	0.11	2.9, 3.6, 8.7
Sud-Chemie cat.	52.8	0.16	8.3

Karakteristik fisis pada prekursor ZnO, CuO dan produk katalis Cu-ZnO dapat dilihat pada Tabel 2.5. Perbandingan dilakukan pada material ZnO, CuO, Cu-ZnO dan katalis komersil dari Sud-Chemie. Material ZnO memiliki luas permukaan yang paling besar dengan ukuran pori rata-rata di 3,9 nm dan 6,2 nm. Material CuO memiliki luas permukaan yang paling rendah dengan ukuran pori yang kecil yaitu pada diameter rata-rata 2,7 ; 4,1 dan 7,1 nm. Luas permukaan dan volume pori Cu-ZnO adalah 66,2 m²/g dan 0,11 ml/g, yang ukurannya terletak diantara CuO dan ZnO. Cu-ZnO merupakan partikel mesopori (pori berukuran 2-50 nm) yaitu pada range 2-10 nm dengan distribusi pori hampir sama dengan CuO. Karakteristik fisis partikel Cu-ZnO lebih serupa dengan partikel CuO yang menandakan komponen Zn tersebar merata dalam pori CuO.



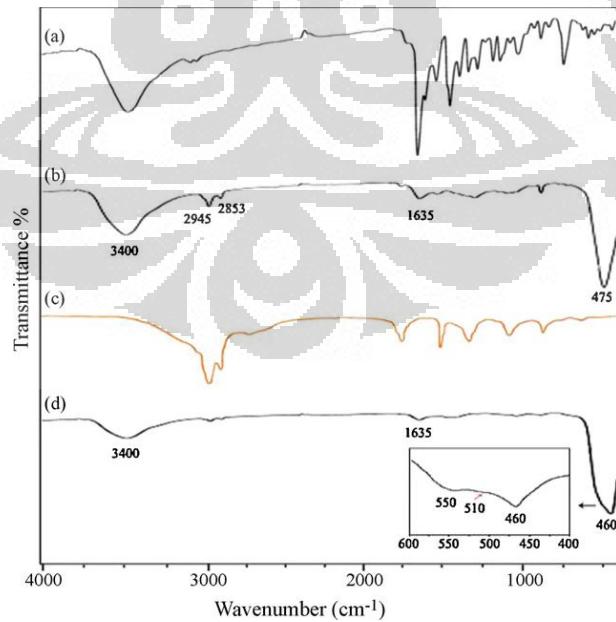
Gambar 2.6. SEM (a) ZnO Nanospherical (b) ZnO Nanobundles, TEM (c) ZnO Nanospherical (d-e) ZnO Nanobundles [8].

Metoda preparasi katalis sangat mempengaruhi karakterisasi produk yang dihasilkan. Material ZnO dengan perbedaan metoda preparasi dapat menjadi berbentuk sperical ataupun batang [8]. Begitu pula dengan CuO yang bisa berbentuk nanorod dengan preparasi tertentu [9]. Panjang nanorod CuO yaitu sekitar 25-30 nm dengan lebar kurang dari 1 nm dengan pola difraksi titik yang jelas yang menunjukkan partikel murni kristalin.



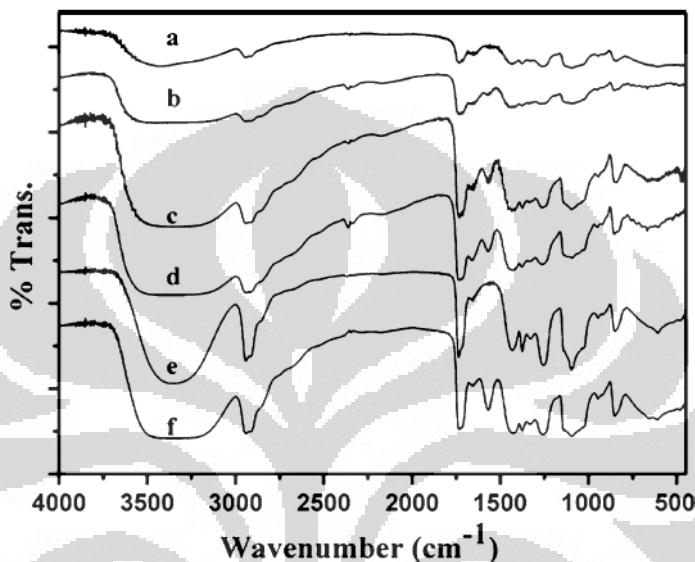
Gambar 2.7. HRTEM CuO Nanorods [9].

Konfirmasi ikatan Cu dan Zn dengan ion C dan O dikonfirmasi oleh spektra IR. Pada preparasi material ZnO nanosperical dan nanobundle, konfirmasi vibrasi ikatan Zn-O tampak di panjang gelombang 550, 510 dan 460 cm^{-1} seperti tampak pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. FT-IR Spectra (a) [Zn(salen)], (b) ZnO Nanospherical, (c) Free Oleylamine (d) ZnO Nanobundles [8].

Pada material CuO, konfirmasi adanya stretching logam-oksigen (M-O) terlihat pada panjang gelombang 650 cm^{-1} , sedangkan puncak lebar pada 3600 - 3100 cm^{-1} merupakan stretching gugus OH pada molekul air yang disebabkan adanya molekul CuO. Pada nanokomposit PVA/CuO, stretching logam-oksigen dari CuO tampak pada puncak antara 1000 - 600 cm^{-1} .



Gambar 2.9. FTIR Spectrum dari PVA dengan CuO pada (a) 0 wt%, (b) 1 wt%, (c) 3 wt%, (d) 5 wt%, (e) 7 wt%, (f) 9 wt% [9].

Hasil analisis yang terlihat pada Gambar 2.9 merupakan acuan pembahasan pada analisis karakterisasi katalis dan menarik korelasinya terhadap aktivitasnya dalam proses hidrogenolisis gliserol menjadi propilen glikol. Kajian pengaruh pH pada pembuatan katalis Cu-ZnO dengan proses sol-gel ini penting dilakukan untuk membuktikan bahwa pengaturan keasaman (pH) akan menghasilkan berbagai fenomena menarik untuk menghasilkan katalis aktif, dengan studi kasus reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi propandiol.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Penelitian

Preparasi katalis dilakukan di Laboratorium Katalisis – Bidang Teknologi Proses dan Katalisis, Pusat Penelitian Kimia-LIPI sedangkan analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Teknologi Proses - Pusat Penelitian Kimia-LIPI, analisis XRD di Laboratorium Fisika Universitas Indonesia Salemba, analisis SEM di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN Puspitek-Serpong, analisis TEM di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada, dan analisis GCMS di Pusat Laboratorium Forensik, Mabes POLRI.

3.2. Bahan Dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan adalah Zinc Acetate Dihidrat atau $(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$, E.Merck 1.108802.0250 dan Copper Acetate Dihidrat atau $(CH_3COO)_2Cu \cdot H_2O$, E.Merck 2711 sebagai bahan baku katalis, Ethanol absolute E.Merck 1.00983.2500 sebagai solvent, Natrium Hidroksida (NaOH) E.Merck 1.06498.1000 sebagai pengatur pH dan Hexane teknis sebagai aglomerator. Metode pembuatan katalis adalah dengan proses sol-gel dari Zinc acetate dan Copper acetate untuk menghasilkan katalis yang selektif terhadap propandiol.

3.3. Persiapan Sampel

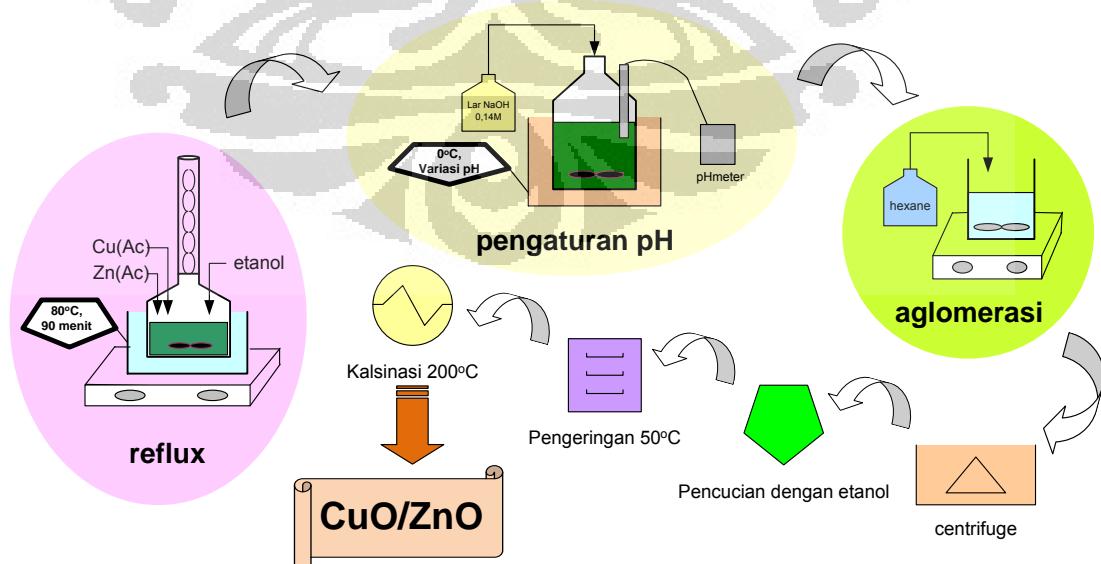
Material Cu-ZnO dibuat dengan proses sol gel, dengan rasio mol Cu terhadap Zn adalah 1:1. $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ dan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ dilarutkan dalam etanol membentuk larutan 0,1 M. Larutan tersebut diaduk dan dipanaskan dengan reflux pada temperatur 80°C selama 90 menit untuk homogenisasi ion dalam larutan. Larutan yang berbentuk sol kemudian didinginkan dalam suhu ruang dan dimasukkan dalam penangas es. Sol kemudian diatur pHnya dengan larutan NaOH 0,14 M dalam etanol pada variasi pH 7, 8, 9, 10, 11, dan 12. Pengaturan pH dilakukan secara perlahan dalam kondisi 0°C untuk mencegah aglomerasi yang terlalu cepat. Setelah pH tercapai, sol kemudian ditambahkan

dengan 600 ml hexane untuk agregasi dan pengendapan material CuO-ZnO. Tahapan proses yang berlangsung terlihat dari gambar berikut.



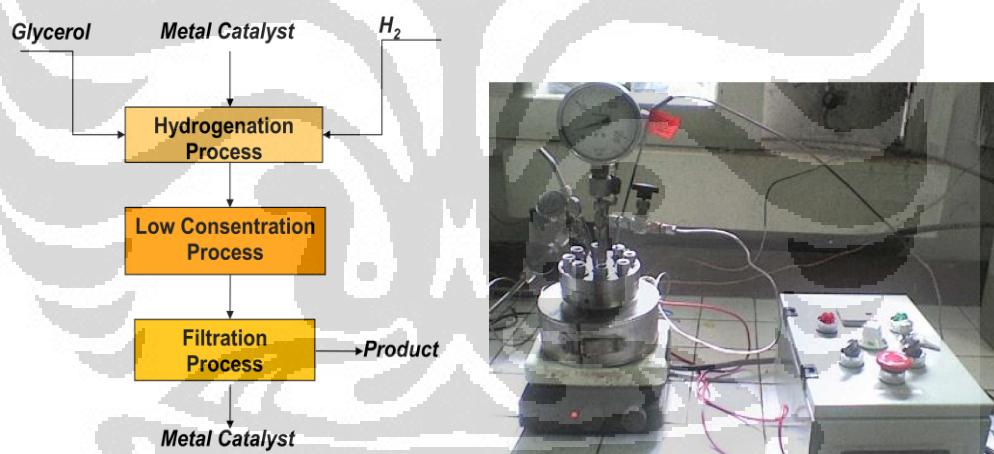
Gambar 3.1. Foto pada tahapan proses preparasi katalis CuO-ZnO.

Material kemudian disentrifugasi untuk pemisahan dari filtrat dan dilakukan pencucian 2 kali dengan etanol. Material kemudian dipanaskan pada 50°C semalam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada 200°C selama 2 jam. Langkah pengerjaan dapat dilihat pada bagan berikut.



Gambar 3.2. Ilustrasi Tahapan Proses Preparasi Katalis Cu-ZnO.

Aktivitas katalitik pada beberapa variasi pH Cu-ZnO diukur untuk proses hidrogenolisis gliserol. Katalis direduksi terlebih dulu dengan gas hidrogen pada temperatur 350°C selama 2 jam. Proses hidrogenolisis dilakukan dalam autoclave stainless steel (200 ml) dengan basis 0,23 gr gliserol dilarutkan dengan 8 ml aquadest untuk membuat larutan 20% gliserol. Katalis Cu-ZnO seberat 0,12gr (6% dari total gliserol) ditambahkan ke dalam larutan gliserol. Autoclave terlebih dilakukan flushing dengan hidrogen kemudian tekanan dinaikkan hingga 20 bar. Temperatur proses kemudian disetting pada 200°C, dan proses dilakukan selama 16 jam. Produk kemudian dipisahkan dari katalis dengan kertas saring untuk dianalisis. Produk yang teranalisis mengandung propilen glikol, atilen glikol, sedikit 1,3-propandiol, 1-propanol, 2-propanol metanol dan etanol, dan sedikit produk fasa gas. Proses hidrogenolisis ditunjukkan oleh skema berikut.



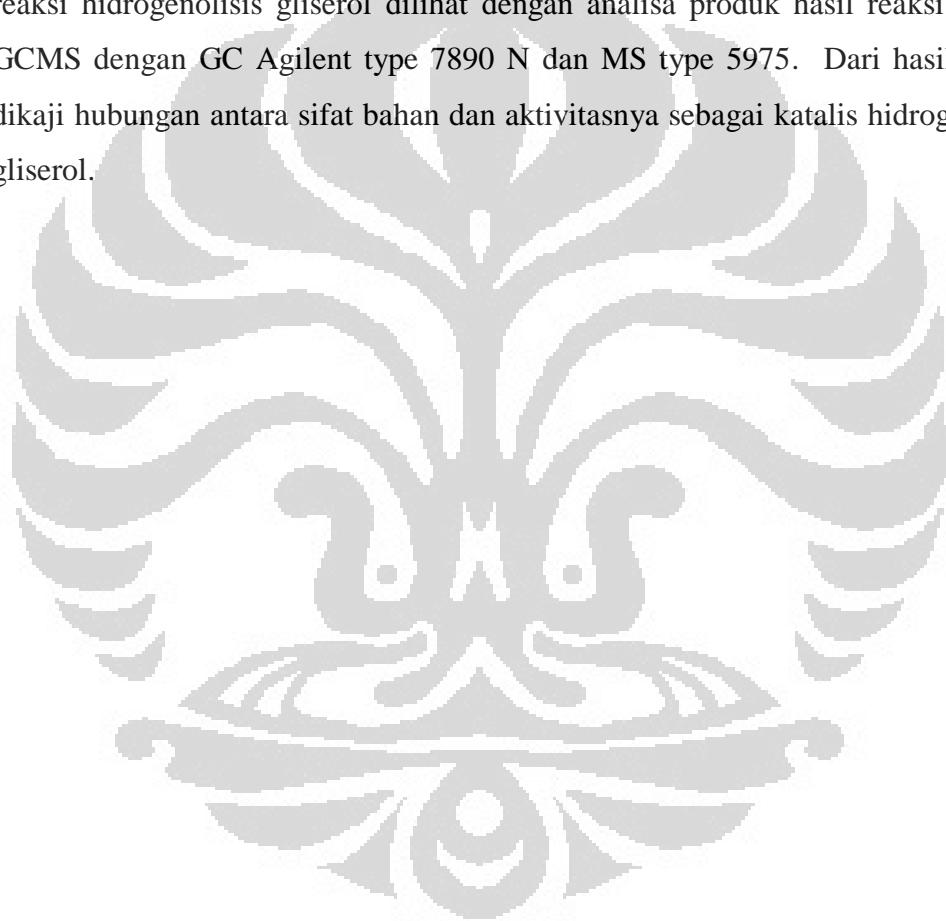
Gambar 3.3. Proses Hidrogenasi Gliserol untuk Uji Aktivitas Katalis.

3.4. Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel untuk melihat perbedaan struktur yang terjadi pada material katalis dengan setelah berbagai perlakuan menggunakan alat XRD, FTIR, SEM dan TEM. Spektra difraksi diukur dengan X-Ray Diffraction Phillips PW 3710BASED dengan tube anoda : Co ($\lambda=1,7889\text{nm}$), Generator tension : 40 kV,

Generator current : 30 mA, Start angle (2θ) : 20° , End angle (2θ) : 80° , Step size angle (2θ) : $0,050^\circ$.

Morfologi permukaan material diukur dengan Scanning Electron Microscope (SEM) dan analisis unsurnya oleh Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) pada JEOL merk JED-2300 Analysis Station JEOL dengan System resolution : 61 eV, ED geometry: Elevation = 18, Acceleration voltage: 20 kV. Karakteristik kristal dianalisis dengan Transmission Electron Microscope (TEM) pada JEOL, JEM 1400 pada 120 kV. Sedangkan aktivitas katalitiknya terhadap reaksi hidrogenolisis gliserol dilihat dengan analisa produk hasil reaksi dengan GCMS dengan GC Agilent type 7890 N dan MS type 5975. Dari hasil reaksi, dikaji hubungan antara sifat bahan dan aktivitasnya sebagai katalis hidrogenolisis gliserol.

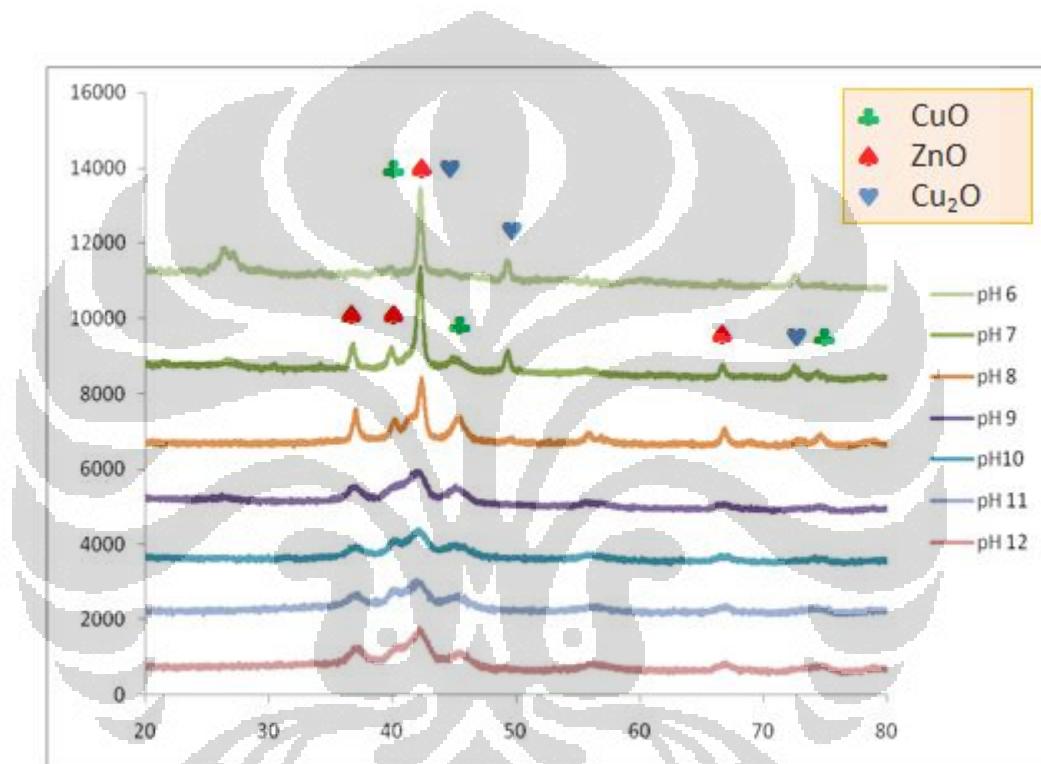


BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Karakterisasi Katalis Cu-ZnO Pada Berbagai pH

Pengamatan fasa yang terbentuk pada material CuO-ZnO setelah dilakukan proses kalsinasi dianalisis dengan X-Ray Difraksi.



Gambar 4.1. Spektra Difraksi CuO-ZnO pada Berbagai Perlakuan pH.

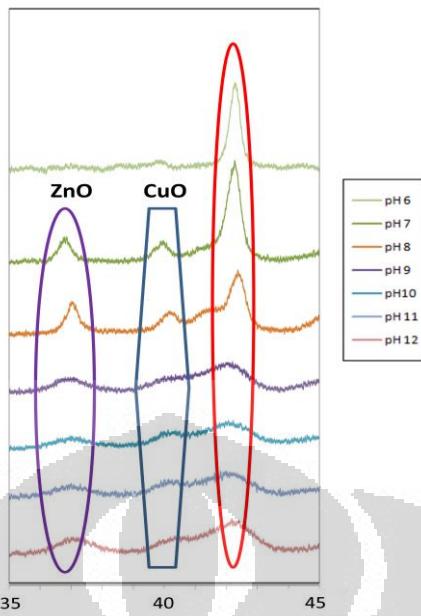
Spektra difraksi pada gambar di atas adalah gabungan dari spektra difraksi dari material CuO-ZnO pada berbagai perlakuan pH. Dari spektra difraksi yang dibandingkan tersebut terlihat bahwa terjadi perubahan susunan kristal material CuO-ZnO mulai di pH 9 yang terlihat dari landainya puncak yang berindikasi ukuran partikelnya yang semakin halus sehingga difraksinya menyebar. Pada pH 6 yaitu dimana pada sol tidak diberikan penambahan NaOH, tidak terbentuk kristal ZnO seperti yang diharapkan. Puncak pada $26,23^\circ$ dan $39,61^\circ$ kemungkinan adalah fasa Zn(OH)₂. Sedangkan fasa Cu₂O terlihat dengan adanya 3 puncak

utama Cu₂O yaitu pada 42,29° 49,34°, 72,41°. Fasa CuO terlihat dengan adanya 3 puncak utama CuO yaitu pada 41,31° ,45,68° dan 72,49°. Pada pH 6 dimana tidak dilakukan penambahan NaOH ini, tidak terbentuk fasa ZnO, karena tidak adanya reaksi pembentukan sol ZnO [6].



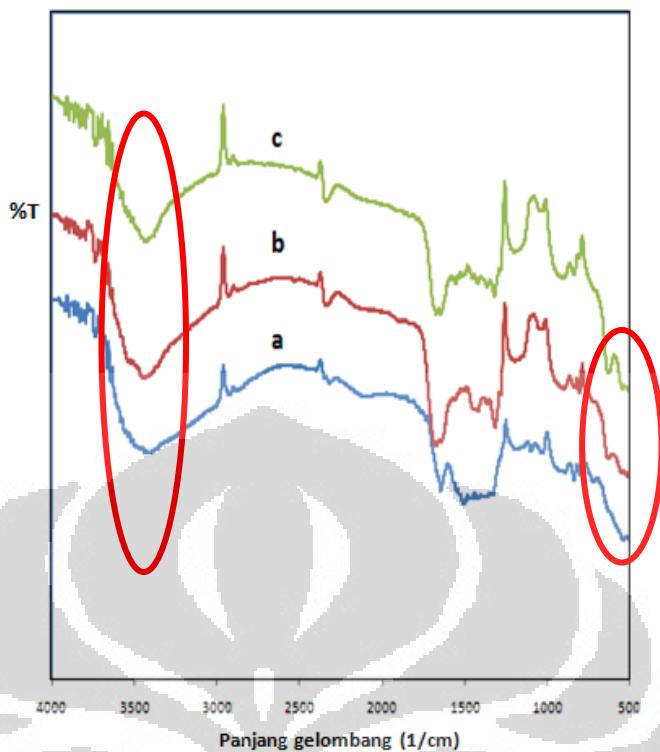
Pada pH 7, terbentuk tiga fasa kristal yaitu ZnO (terlihat dengan adanya 3 puncak utama ZnO yaitu pada 36,81°, 39,98° dan 42,29°), CuO (terlihat dengan adanya 3 puncak utama CuO yaitu pada 41,31° ,45,68° dan 72,49°), dan Cu₂O (terlihat dengan adanya 3 puncak utama Cu₂O yaitu pada 42,29° 49,34°, dan 72,41°). Terjadi overlapping puncak dari ketiga fasa pada sekitar 42° sehingga intensitas pada puncak tersebut terlihat menonjol. Pada pH 8, fasa Cu₂O mulai menghilang, terlihat dari tidak adanya puncak di 49,34° dan 72,41°. Pada pH 9 dan kenaikannya, fasa Cu₂O benar-benar tidak tampak. Puncak ZnO dan CuO pada pH tersebut terlihat landai yang merupakan indikasi ukuran partikelnya sangat halus.

Pada pengamatan yang lebih jelas pada perbesaran skala 35° sampai 40°, terlihat puncak ZnO yang mulai tampak pada pH 7, bergeser ke sebelah kanan seiring pada kenaikan pH. Demikian pula puncak CuO yang mulai tampak pada pH 7, juga bergeser ke kanan seiring dengan kenaikan pH. Pergeseran ke kanan menunjukkan struktur yang berubah. Namun pada puncak akumulatif dari ketiga fasa CuO,ZnO dan Cu₂O, puncak pada 2θ = 42,2° tampak tidak bergeser, sehingga kemungkinan perubahan susunan kristal tidak terjadi secara merata. Hal ini mendukung hasil pengamatan morfologi dengan SEM-EDS dan pengamatan struktur dan kristalinitasnya dengan TEM, dimana struktur pada masing-masing pH memiliki perbedaan yang signifikan.



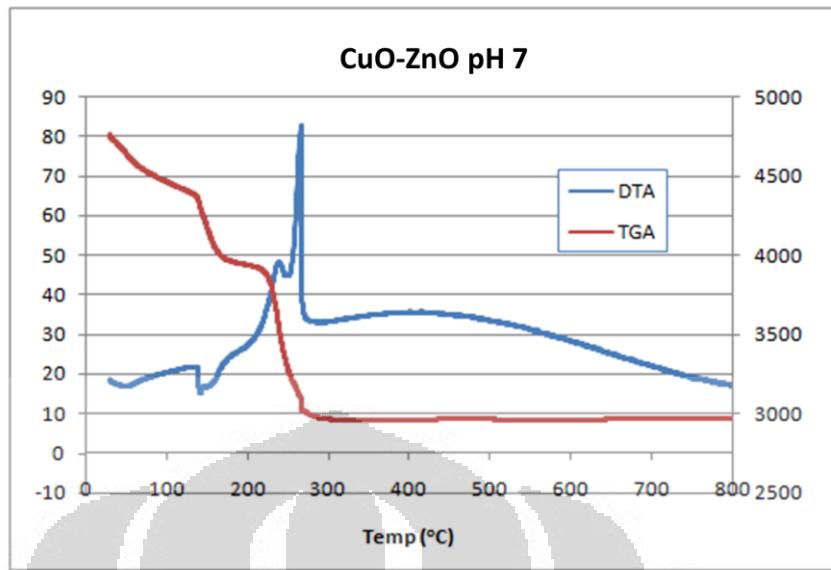
Gambar 4.2. Spektra Difraksi CuO-ZnO pada Berbagai Perlakuan pH.

Untuk pengamatan yang lebih jelas pada penentuan fasa yang terbentuk pada hasil proses, dilakukan analisis dengan FTIR. Pada material CuO-ZnO terlihat puncak pada panjang gelombang 630 cm^{-1} yang terbentuk karena adanya stretching logam-oksigen (M-O), sedangkan puncak lebar pada $3600\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ merupakan stretching gugus OH pada molekul air yang disebabkan adanya molekul CuO [9]. Gugus ZnO dikonfirmasi oleh puncak pada panjang gelombang 510 cm^{-1} yang tampak pada seluruh variasi pH material CuO-ZnO [8]. Sedangkan Cu₂O dikonfirmasi oleh puncak pada panjang gelombang 1642, 1389 dan 458 cm^{-1} [10].



Gambar 4.3. Spektra FTIR CuO-ZnO pada a. pH 7 b. pH 8 c. pH 9.

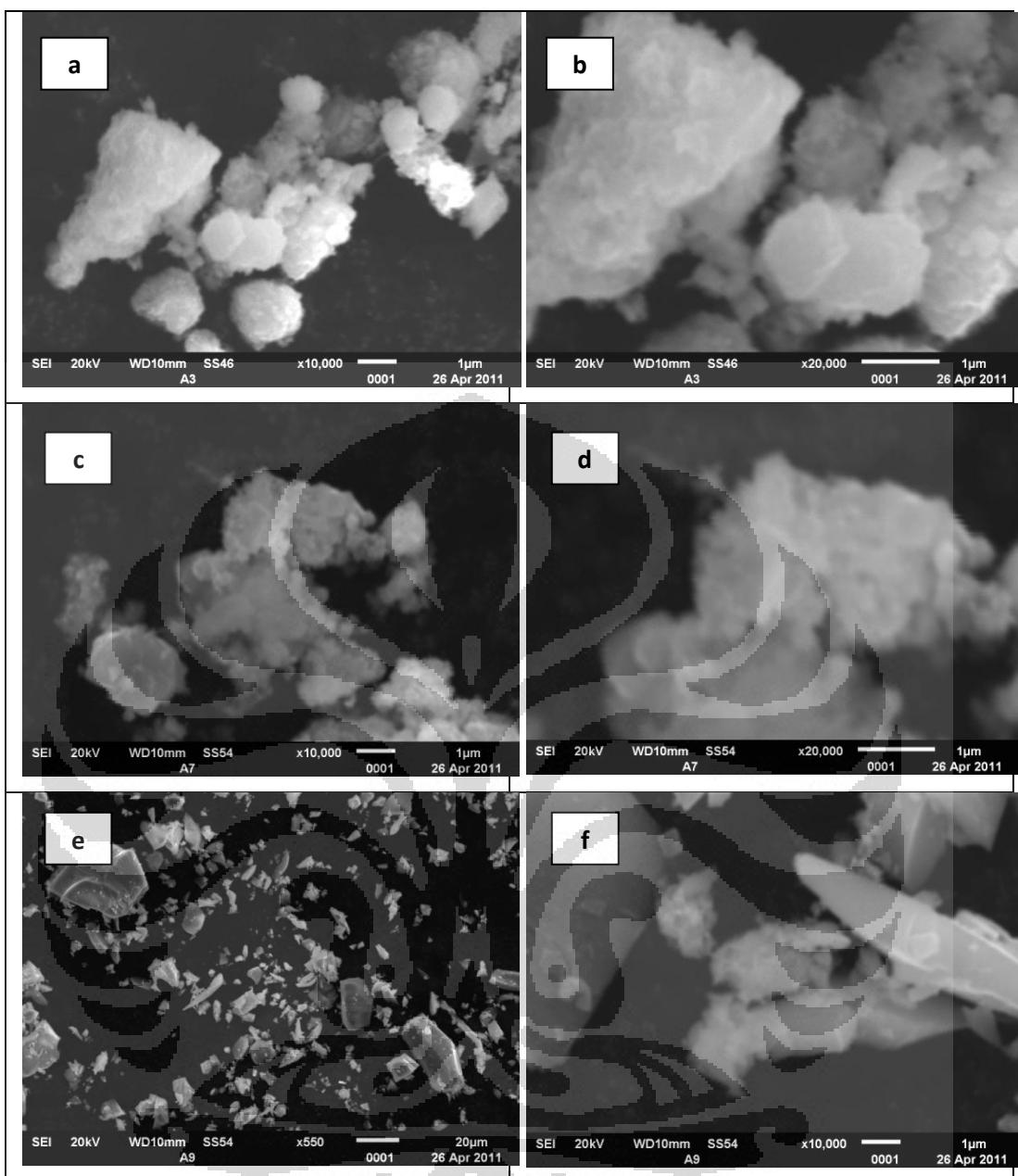
Dari hasil pengujian TG/DTA pada CuO-ZnO seperti pada Gambar 4.4, didapat bahwa perubahan fasa sempurna terjadi pada temperatur sekitar 260°C. Perubahan berat pertama merupakan hilangnya molekul air yang terkandung dalam struktur kristal. Sedangkan perubahan berat kedua yang signifikan diindikasikan adalah pembentukan fasa ZnO serta perubahan fasa Cu₂O menjadi CuO. Ketika dilakukan kalsinasi pada temperatur 200°C, maka pada pH 7 dan 8, fasa Cu₂O belum sempurna bertransformasi menjadi fasa CuO. Sedangkan pada pH 9 dan kenaikannya, penambahan NaOH kemungkinan memberikan supply gugus oksigen untuk mempermudah oksidasi ketika dilakukan kalsinasi. Dengan demikian pada pH 9 dan kenaikannya, fasa Cu₂O telah terkonversi menjadi CuO.



Gambar 4.4. Grafik TG/DTA CuO-ZnO pada pH 7.

Dari analisis morfologi material CuO-ZnO pada pH 7 dan 8 seperti pada gambar di atas, terlihat struktur kristal yang halus dan berukuran kecil. Namun tidak demikian dengan CuO-ZnO pada pH 9. Pada pH 9 terlihat partikel yang kasar dan berukuran besar. Pada perbesaran 550x, partikel Cu-ZnO pada pH 9 terlihat keras dengan ukuran yang tidak merata. Struktur kristal pada pH 7 dan 8 yang halus dengan sebaran ukuran partikel yang merata ini kemungkinan menentukan pengamatan kristalinitas yang baik pada spektra difraksi. Sedangkan struktur kristal pada pH 9 yang terlihat seperti pecahan kaca dengan ukuran tidak merata ini kemungkinan menentukan pengamatan kristalinitas yang menurun pada spektra difraksi.

Perbandingan persen massa Cu dan Zn dianalisis dengan EDS, seperti terlihat pada Tabel 4.1. Pada pH 7 terlihat perbandingan persen massa Cu:Zn = 2,2:1 tidak berbeda jauh dengan pH 8, yaitu massa Cu:Zn = 2,46 : 1. Namun pada pH 9, rasio berbalik dengan Zn lebih besar dari Cu yaitu Cu:Zn = 1:2,71.



Gambar 4.5. Morfologi CuO-ZnO dengan SEM, (a) pH 7 perbesaran 10000x (b) pH 7 perbesaran 20000x (c) pH 8 perbesaran 10000x (d) pH 8 perbesaran 20000x (e) pH 9 perbesaran 550x (f) pH 9 perbesaran 10000x.

Tabel 4.1. Persen Atom pada Analisis EDS CuO-ZnO dengan Perlakuan pH.

pH	C (at. %)	O (at. %)	Cu (at. %)	Zn (at. %)	Rasio Cu : Zn
7	42,3	35,3	15,4	6,9	2,2 : 1
8	38,1	44,6	12,2	5,0	2,5 : 1
9	25,2	35,2	10,7	28,9	1 : 2,7

Dikaji dari rasio awal material penyusunnya yaitu Cu:Zn = 1:1, maka pada pH 7 dan 8, rendahnya rasio Zn yang terbentuk mengindikasikan sebagian fasa ZnO hilang yang kemungkinan diakibatkan kurangnya NaOH untuk menggantikan posisi ion Zn pada Zn asetat. Karena kurangnya ion Na untuk menggantikan Zn, maka Zn masih dalam fasa garam asetatnya, dan ketika dilakukan pencucian dengan etanol, maka Zn asetat larut dan keluar dari endapan material CuO-ZnO.

Mengapa ion Na lebih cenderung terlebih dulu menggantikan ion Cu daripada ion Zn dijelaskan dengan memahami mekanisme reaksi pada proses pembentukan sol dan pengaturan pH. Pada proses ini dilakukan penambahan NaOH yang bertujuan untuk tergantikannya ion Zn dan Cu oleh ion Na menjadi Na asetat.

Pada deret volta, unsur logam dengan potensial elektrode lebih negatif ditempatkan di bagian kiri, sedangkan unsur dengan potensial elektrode yang lebih positif ditempatkan di bagian kanan. Dimana semakin ke kiri kedudukan suatu logam dalam deret tersebut, maka logam semakin reaktif (semakin mudah melepas elektron) dan merupakan logam reduktor yang semakin kuat (semakin mudah mengalami oksidasi). Dilihat dari deret volta berikut :

Li K Ba Sr Ca **Na** Mg Al Mn **Zn** Cr Fe Cd Co Ni Sn Pb **H** Sb Bi **Cu** Hg Ag Pt Au

Kecenderung ion Na untuk terlebih dulu menggantikan ion Cu daripada ion Zn dijelaskan dengan memahami mekanisme reaksi pada proses pembentukan sol dan pengaturan pH. Pada proses ini dilakukan penambahan NaOH yang

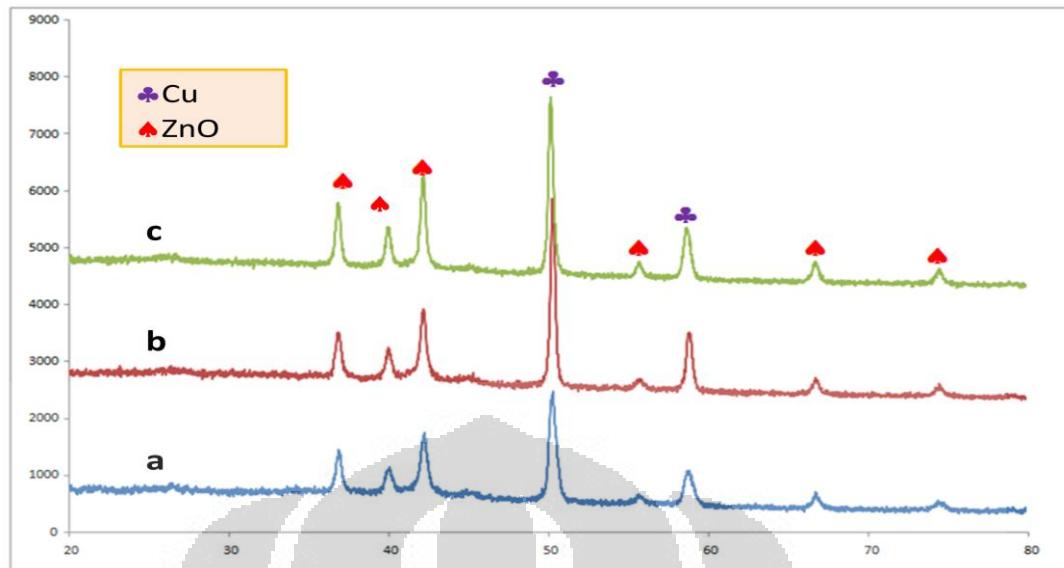
bertujuan untuk tergantikannya ion Zn dan Cu oleh ion Na menjadi Na asetat. Posisi Na pada deret volta terletak di sebelah kiri dibandingkan Zn dan Cu, yang menandakan ion Na lebih reaktif menggantikan posisi Cu dan Zn pada garam asetatnya.

Pada pH 7 dan 8, seperti terlihat di Tabel 4.1, persentase Cu lebih banyak dari Zn. Dari deret volta tampak rentang posisi Na pada Cu lebih jauh dari rentangnya dengan Zn. Hal ini menunjukkan beda potensial antara ion Na dengan ion Cu lebih tinggi dari beda potensial antara ion Na dengan ion Zn, sehingga pada pH 7 dan 8, ion Na lebih dahulu menggantikan ion Cu.

Pada pH 9, persentase Zn yang terbentuk berbalik lebih besar dari persentase Cu, hal ini kemungkinan disebabkan penambahan NaOH yang berlebih membuat rusaknya kristalinitas ZnO dan CuO sehingga strukturnya mendekati amorf. Maka menarik dikaji lebih dalam interaksi fasa CuO dan ZnO dalam perlakuan pH tertentu. Kemungkinannya adalah pada pH 9, ion Zn lebih mudah untuk ditukar oleh ion Na daripada ion Cu karena pada deret volta, unsur logam dengan potensial elektrode lebih negatif ditempatkan di bagian kiri, sedangkan unsur dengan potensial elektrode yang lebih positif ditempatkan di bagian kanan. Dimana semakin ke kiri kedudukan suatu logam dalam deret tersebut, maka logam semakin reaktif (semakin mudah melepas elektron) dan merupakan logam reduktor yang semakin kuat (semakin mudah mengalami oksidasi) [11]. Posisi Zn pada deret volta terletak di sebelah kiri dibandingkan Cu, sehingga ion Zn lebih dahulu digantikan oleh ion Na dibandingkan ion Cu.

Pengamatan struktur kristal yang terbentuk dianalisis dengan TEM yang ditampilkan pada lampiran. Analisis ini merupakan analisis awal untuk melihat sebagian kristal yang terbentuk setelah kalsinasi. Partikel tampak memiliki distribusi ukuran partikel yang merata. Analisis difraksi menunjukkan partikel CuO-ZnO yang terbentuk merupakan struktur yang kristalin.

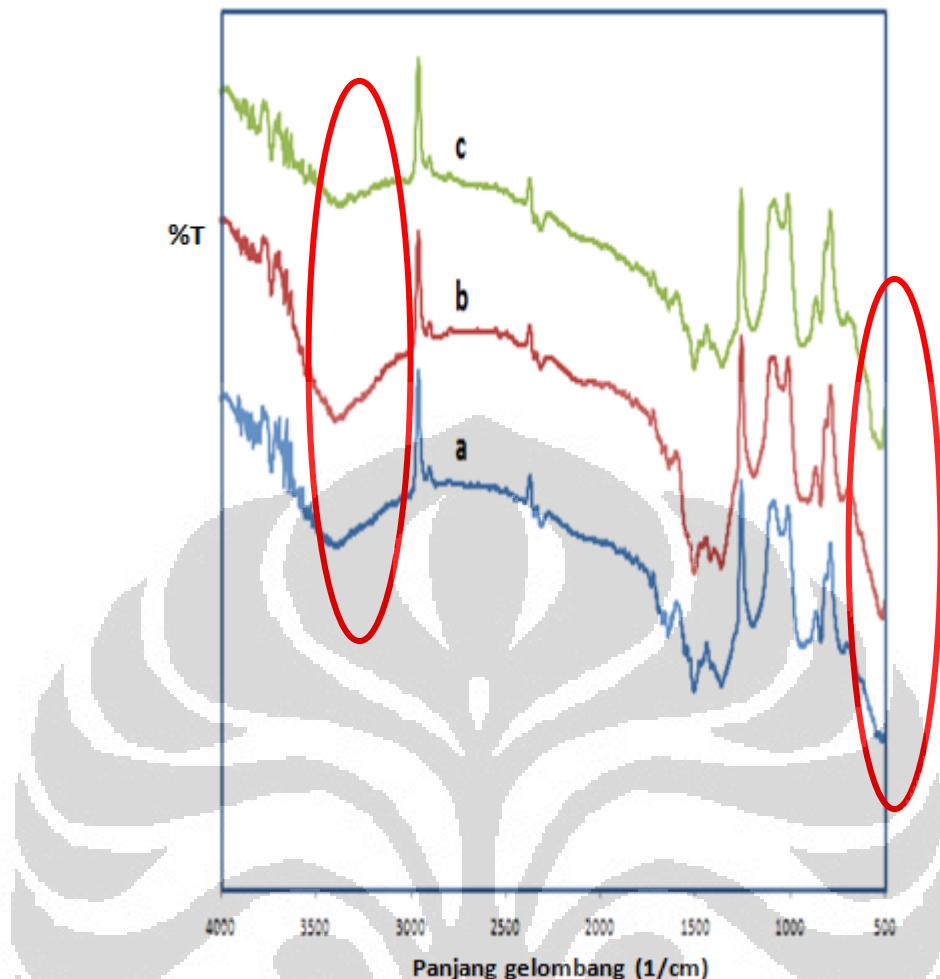
Setelah proses kalsinasi, dilakukan proses reduksi untuk mendapatkan fasa Cu sebagai sisi aktif logam untuk reaksi hidrogenasi. Karena fasa yang terbentuk pada pH 9, 10, 11, dan 12 memiliki struktur yang sama, dilakukan proses reduksi lebih lanjut hanya pada pH 7, 8, dan 9. Spektra difraksi dari material Cu-ZnO pada pH tersebut terlihat pada gambar berikut.



Gambar 4.6. Spektra Difraksi Cu-ZnO pada (a) pH 7, (b) pH 8, dan (c) pH 9.

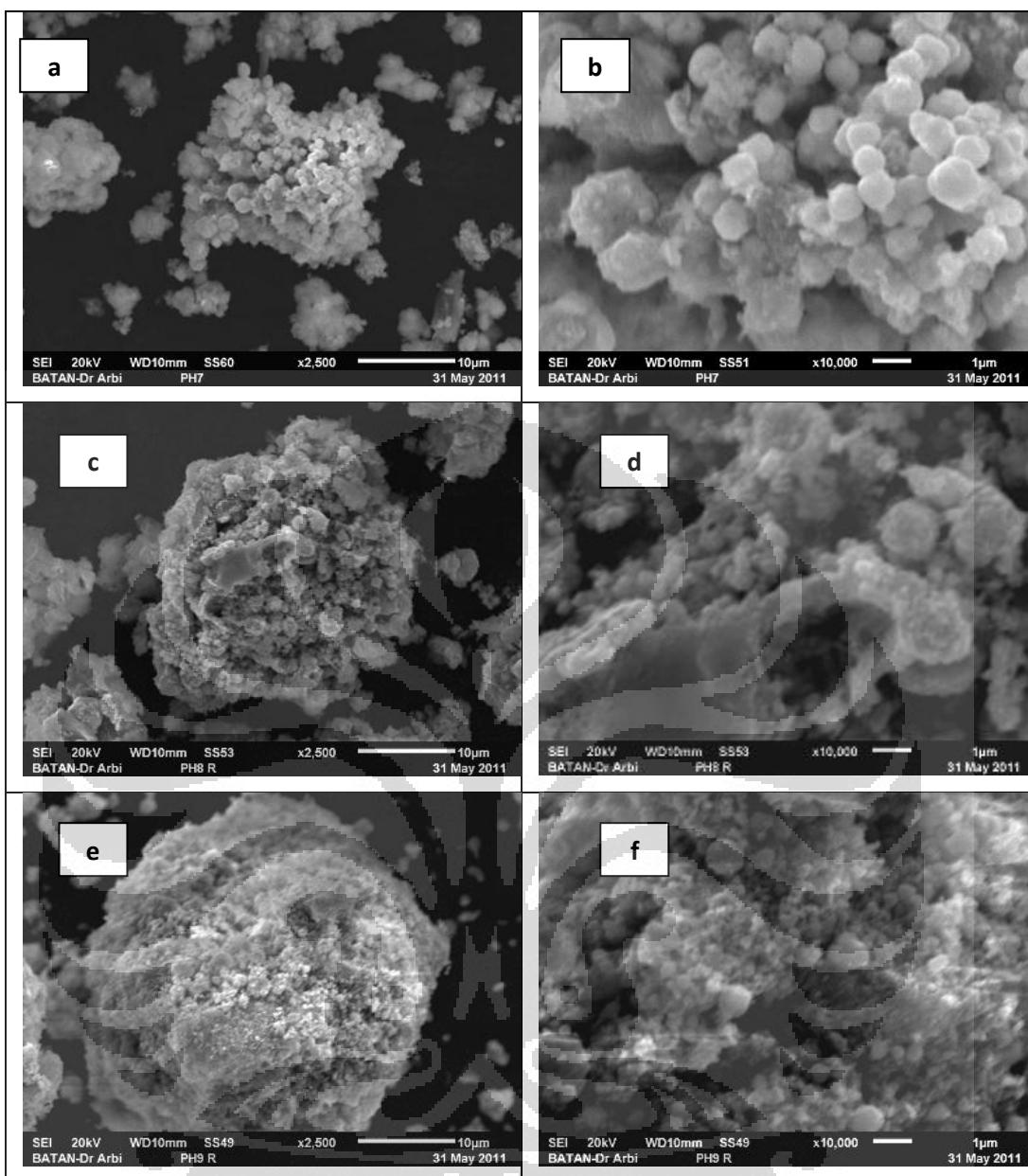
Seperti hasil percobaan yang dilakukan oleh Bao, 2007 dengan pengaturan pH 7 pada sol, yang terlihat di Gambar 2.5, material katalis setelah reduksi hanya terdiri dari ZnO dan logam Cu. Dari Gambar 4.6 terlihat bahwa prekursor CuO-ZnO yang berbeda memberikan hasil fasa yang sama setelah melalui tahap reduksi dengan gas hidrogen. Setelah proses reduksi, terbentuk fasa Cu yang menggantikan fasa CuO, yang dikonfirmasi oleh puncak pada 50,2, dan 58,64 serta hilangnya puncak 72,56° dan turunnya intensitas gabungan dengan fasa ZnO di 42,29°. Sedangkan fasa ZnO tetap dan tidak bereaksi, yang dikonfirmasi oleh puncak pada 36,81°, 39,98°, dan 42,29°.

Kesamaan puncak material Cu-ZnO dari ketiga perlakuan pH ini disebabkan proses reduksi mengubah baik fasa CuO serta Cu₂O menjadi fasa Cu sehingga hanya ZnO dan Cu yang terdeteksi pada spektra difraksi.



Gambar 4.7. Spektra FTIR Cu-ZnO pada a. pH 7 b. pH 8 c. pH 9.

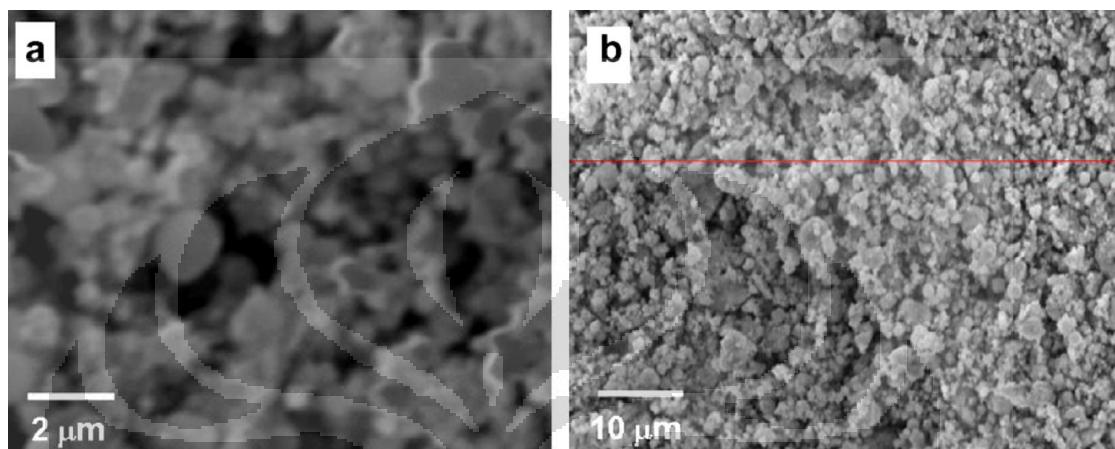
Dari spektra IR pada Gambar 4.7 terlihat pola yang sama pada ketiga variasi pH. Hal ini sesuai dengan pola difraksinya yang juga sama pada ketiga variasi pH. Puncak pada panjang gelombang 630 cm^{-1} yang terbentuk karena adanya stretching logam-oksigen (M-O) hilang dikarenakan tidak adanya fasa CuO. Pada kesemua variasi pH, puncak lebar pada $3600\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan stretching gugus OH pada molekul air tampak menurun persen transmitansinya. Sedangkan gugus ZnO dikonfirmasi oleh puncak pada panjang gelombang 510 cm^{-1} tetap tampak pada seluruh variasi pH material Cu-ZnO.



Gambar 4.8. Morfologi Cu-ZnO dengan SEM, (a) pH 7 perbesaran 2500x
 (b) pH 7 perbesaran 10000x (c) pH 8 perbesaran 2500x (d) pH 8 perbesaran
 10000x (e) pH 9 perbesaran 2500x (f) pH 9 perbesaran 10000x.

Dari morfologinya Gambar 4.8, terlihat material Cu-ZnO pada pH 7 memiliki keteraturan yang homogen sedangkan pada pH 8 dan 9 mulai rusak keteraturannya. Namun pada pH 9, material tidak terlihat amorf seperti ketika belum mengalami proses reduksi, yang dikonfirmasi oleh spektra difraksinya yang menunjukkan kristalinitas yang tidak jauh berbeda dengan fasa Cu-ZnO pH 7

dan 8. Pada metoda preparasi yang dilaporkan oleh Bao et.al., 2010, analisis SEM yang tidak menggunakan variasi pengaturan pH pada sol, terlihat hasil analisis morfologinya seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Pola tersebut mirip dengan hasil analisis yang didapat pada pengaturan sol pada pH 7 dengan keteraturan susunan material.



Gambar 4.9. SEM Partikel Cu-ZnO : (a) perbesaran 6000x (b) perbesaran 2000x [6]

Hasil analisis unsur dengan EDS pada material Cu-ZnO menunjukkan penurunan rasio Cu dan Zn setelah direduksi. Pada pH 7 rasio Cu masih terlihat jauh lebih tinggi dari Zn yang menjadikan morfologinya seperti pada Gambar 4.9.b. Sedangkan pada pH 8 dan 9, rasio Cu terhadap Zn hampir serupa, sesuai dengan morfologinya yang juga hampir serupa.

pH	C (at. %)	O (at. %)	Cu (at. %)	Zn (at. %)	Rasio Cu : Zn
7	26,0	32,0	32,3	9,7	3,3 : 1
8	15,4	34,1	27,1	23,3	1,2 : 1
9	22,6	41,1	14,5	21,8	1 : 1,5

Tabel 4.2. Persen Atom pada Analisis EDS Cu-ZnO dengan Perlakuan pH.

Sebagai data awal untuk kajian struktur kristal, dilakukan pengamatan dengan TEM seperti terlihat pada lampiran. Karena partikel yang didapat belum dikaji keteraturan ukuran dan bentuknya, maka hasil TEM ini tidak menjadi representasi keseluruhan partikel yang dihasilkan. Hasil TEM ini hanya menunjukkan sebagian kecil jenis kristal yang terbentuk. Dari hasil analisis Cu-ZnO dengan TEM pada Lampiran 3, bentuk kristal pada berbagai pH terlihat berbeda, ada yang menyerupai batang, ada yang teraglomerasi dan ada pula yang bentuknya tidak teratur dengan analisis difraksi menunjukkan material tersebut merupakan campuran dari fasa kristalin dan amorf. Hasil ini perlu didukung oleh analisis penunjang lain seperti distribusi ukuran partikel, distribusi ukuran pori, dan luas permukaan spesifik. Sehingga kajian terhadap struktur kristal dapat dilakukan secara tepat dengan melihat keseluruhan produk yang didapat.

4.2. Aplikasi Katalis Cu-ZnO Pada Proses Hidrogenolisis Gliserol

Katalis yang telah disintesis kemudian digunakan untuk mengkatalisis reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi propilen glikol. Hasil proses hidrogenolisis gliserol menjadi propilen glikol dengan Gas Chromatography-Mass Spectrometri ditunjukkan oleh Tabel 4.3. Aktivitas tertinggi dicapai menggunakan katalis Cu-ZnO pada pH 8 dengan konversi 7,18% dan selektivitas 37,6%.

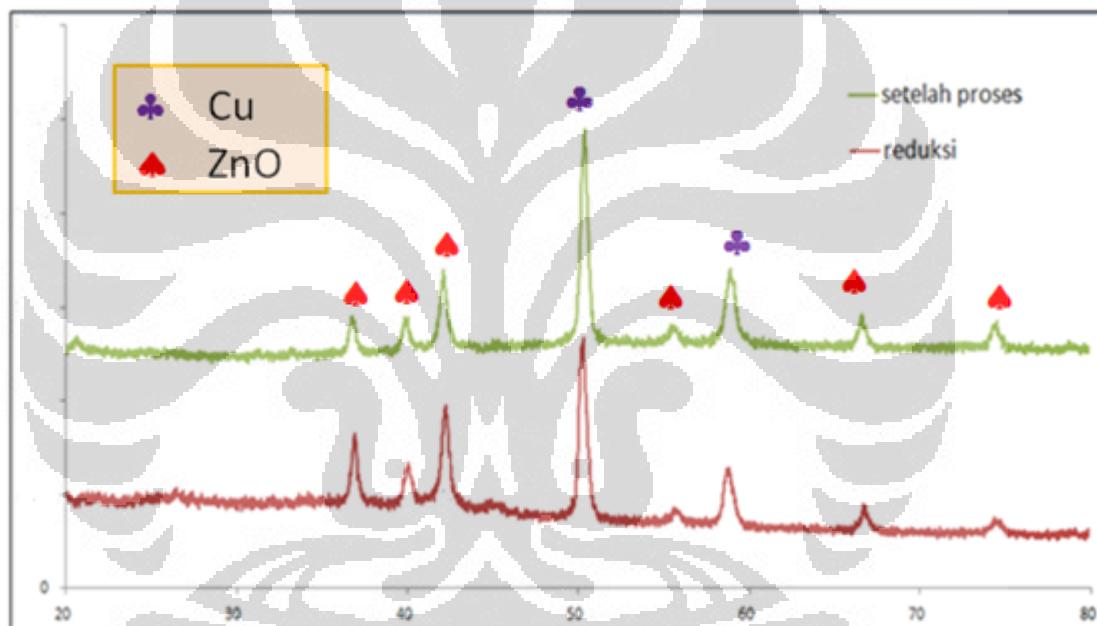
pH	Gliserol	Glicidol	Acetol	Prop glikol	Konv (%)	Selektivitas (%)
7	95.9	0.2	0.3	0.6	4.1	15.2
8	92.8	0.3	1.1	2.7	7.2	37.6
9	96.5	0.1	0.3	1.3	3.5	36.6

Tabel 4.3. Konversi Gliserol menjadi Propilen Glikol.

Sintesis katalis dengan pengaturan pH berpengaruh pada konversi dan peningkatan selektivitas katalis. Berdasarkan alur reaksi yang bisa dilihat pada Gambar 2.1, konversi ditentukan oleh tahap dehidrasi gliserol yang dikatalisis oleh ZnO. Pada pH 7, konversi yang rendah kemungkinan disebabkan oleh

persentase ZnO yang jauh lebih sedikit dibanding Cu, sehingga reaksi dehidrasi gliserol yang dikatalisis oleh sisi asam ZnO juga lebih rendah. Pada pH 8, rasio Cu:Zn mendekati 1:1, dimana reaksi dari kedua tahapan reaksi berjalan lebih optimal. Sedangkan pada pH 9, meskipun persentase ZnO lebih tinggi, tetapi konversi gliserol lebih rendah daripada pH 8. Ukuran katalis seperti terlihat pada analisa SEM menunjukkan bahwa ukuran katalis pada pH 9 lebih besar daripada pH 8 serta strukturnya yang amorf kemungkinan mempengaruhi unjuk kerja katalis.

4.3. Karakterisasi Katalis Cu-ZnO Bekas



Gambar 4.10. Spektra Difraksi Katalis Cu-ZnO Sebelum dan Setelah Proses Hidrogenolisis.

Spektra difraksi pada katalis bekas setelah proses, ternyata tidak memiliki perbedaan dengan sebelum digunakan untuk proses. Hal ini menunjukkan bahwa katalis Cu-ZnO stabil digunakan dalam proses hidrogenolisis gliserol. Rasio Cu dan Zn pada katalis bekas adalah sama dengan rasio prekursor penyusunnya, yaitu 1:1, hal ini kemungkinan terjadi karena ketika proses, sisi aktif Cu lebih dominan dari sisi asam Zn.

Tabel 4.4. Persen Atom pada Analisis EDS Cu-ZnO Sebelum dan Setelah Proses Hidrogenolisis.

pH	C (at. %)	O (at. %)	Cu (at. %)	Zn (at. %)	Rasio Cu : Zn
7	25,97	32,02	32,31	9,71	3,33 : 1
7B	33,64	36,8	14,22	15,35	1 : 1,08

Dari hasil GCMS pada Tabel 4.3 terlihat konversi yang hanya 4,14% dengan selektivitas hanya 15,22% mendukung hasil spektra difraksinya dimana puncak dan intensitas dari katalis Cu-ZnO yang berarti sisi aktif pada katalis di pH 7 ini belum banyak mengkatalisis reaksi hidrogenolisis yang dicobakan sehingga spektra difraksinya tidak mengalami perubahan dibandingkan sebelum digunakan untuk proses.

BAB 5

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Pengaturan pH pada proses sol-gel pada sintesis katalis Cu-ZnO sangat berpengaruh pada struktur material katalis. Dari spektra difraksi dengan puncak lebar yang terlihat pada pH 9 dan kenaikannya, material CuO-ZnO diindikasikan memiliki ukuran partikel yang semakin halus. Dengan bertambahnya NaOH yang ditambahkan untuk pengaturan pH tersebut menaikkan konversi fasa CuO dan ZnO yang terbentuk dengan mempermudah proses oksidasi. Setelah reduksi, seluruh fasa CuO dan Cu₂O terkonversi menjadi fasa Cu, sehingga tidak berbeda struktur kristalnya pada perlakuan pH. Morfologi material yang terlihat dengan SEM menunjukkan katalis yang teraglomerasi, didukung konfirmasi dengan TEM, terlihat ukuran partikel yang semakin halus pada pH 9. Konversi propilen glikol tertinggi dicapai pada katalis pH 8, dimana rasio Cu:Zn mendekati 1:1 yaitu rasio material penyusunnya. Struktur katalis stabil, dikonfirmasi oleh spektra difraksi katalis bekas yang tidak mengalami perubahan dari katalis sebelum proses.

5.2. Saran

Untuk melihat lebih jauh pengaruh pH terhadap struktur katalis Cu-ZnO, perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut pada variasi pH, baik pada pH 7-9 maupun di pH 10 dan kenaikannya. Pengamatan karakteristik material dengan pendekatan GSAS akan menghasilkan komposisi yang lebih akurat untuk melihat perubahan struktur kristal yang didapat, sehingga dapat diketahui perubahan parameter kisi kristal. Perbedaan struktur material katalis pada variasi perlakuan pH terbukti berpengaruh pada pencapaian konversi propilen glikol dari gliserol. Pengamatan konversi produk pada variasi pH 10 dan kenaikannya akan menambah data yang lebih akurat pada kajian ini.

DAFTAR REFERENSI

- [1]. Balaraju, M., Rekha, V., Sai Prasad, P.S., Prasad, R.B.N., Lingaiah, N. (2008), Selective Hydrogenolysis Of Glycerol To 1,2 Propanediol Over Cu-ZnO Catalysts, *Catalysis Letters*, 126 : 119-124
- [2]. Dasari, M.A., Kiatsimkul, P., Sutterlin, W.R., Suppes, G.J. (2005), Low-pressure hydrogenolysis of glycerol to propylene glycol, *Applied Catalysis: A:General*, vol.281, pp.225-231, Jan. 2005
- [3]. Wang, S. and H. Liu (2007), Selective Hydrogenolysis Of Glycerol To Propylene Glycol On Cu-ZnO Catalysts, *Catalysis Letters*, Vol. 117, Nos. 1–2.
- [4]. Rani, S., Poonamsuri, Shishodia, P.K. and Mehra, R.M. (2008), Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol-gel roue for dye-sensitzad solar cells, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, vol.82, pp. 1639–1645
- [5]. <http://www.sinarharapan.co.id/feature/otomotif/2005/1208/oto1.html>
- [6]. Bao, J., Liu, Z. Zhang, Y. and Tsubaki, N., (2007), Preparation of mesoporous Cu-ZnO catalyst and its application in low-temperature methanol synthesis”, *Catalysis Communications*, vol. 9, pp. 913-918
- [7]. Miller, J.B., Hsieh, H., Howard, B.H. and E. Broiman, (2010), Microstructural evolution of sol-gel derived ZnO thin films, *Thin Solid Films*
- [8]. Salavati-Niasari, M., Davar, F. Khansari, A. (2011), Nanosphericals and nanobundles of ZnO: Synthesis and characterization, *Journal of Alloys and Compounds*, vol 509, pp.61–65
- [9]. Gandhi, S. Subramani, R.H.H., Ramakrishnan, T. Sivabalan, A. Dhanalakshmi, V. Nair, M.R.G., Anbarasan, R. (2010), Ultrasound assisted one pot synthesis of nano-sized CuO and its nanocomposite with poly(vinyl alcohol), *J Mater Sci*, vol 45, pp.1688–1694
- [10]. Parajón-Costa, B. S, Wagner, C. C.; Baran, E. J. (2003) Vibrational Spectra And Electrochemical Behavior Of Bispicolinate Copper (II), regular paper
- [11]. (http://id.wikipedia.org/wiki/Deret_volta).

DAFTAR PUSTAKA

- Annila and Veikko Komppa, *J. Mater. Chem.*, 1994, **4**(4), 585.
- B.N. Das, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1992, **11**, 843.
- D.M. Fernandes, R. Silva, A.A.W. Hechenleitner, and E. Radovanovic, “Synthesis and characterization of ZnO, CuO and mixed Zn and Cu oxide”, *Materials Chemistry and Physics*, vol.115, pp.110-115, 2009.
- G.N.S. Vijayakumar, S. Devashankar, M. Rathnakumari, P. Sureshkumar, “Synthesis of electrospun ZnO/CuO nanocomposite fibers and their dielectric and non-linear optic studies”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol 507, pp. 225–229, 2010
- I.C. Weissman, E.I. Ko and S. Kaytal., *Appl. Catal.* (1993) **94**, 45.
- J. Bao, Z. Liu, Y. Zhang, and N. Tsubaki, “Preparation of mesoporous Cu-ZnO catalyst and its application in low-temperature methanol synthesis”, *Catalysis Communications*, vol. 9, pp. 913-918, Oct. 2007
- J.B. Miller, H. Hsieh, B.H. Howard, and E. Broiman, “Microstructural evolution of sol-gel derived ZnO thin films”, *Thin Solid Films*, June 2010
- K. V. Kordesch. Hydrogen generator for fuel cells. Brit. GB, Pat. 1, 146, 900, 1969.
- K.Otsuka, Y.Wang, E.Sunada and I.Yamanaka, “Direct partial oxidation of methane to synthesis gas by Cerium Oxide”, *J.Cat.*, 1998, 175(152), 152-160.
- M. Balaraju, V. Rekha, P.S. Sai Prasad, R.B.N. Prasad, and N. Lingaiah, “Selective Hydrogenolysis of Glycerol to 1,2 Propanediol Over Cu-ZnO Catalyst”, *Catalysis Letters*, vol.126, pp.119-124, July 2008
- M.A. Dasari, P. Kiatsimkul, W.R. Sutterlin, and G.J. Suppes, “Low-pressure hydrogenolysis of glycerol to propylene glycol”, *Applied Catalysis: A:General*, vol.281, pp.225-231, Jan. 2005
- M. Salavati-Niasari, F. Davar, A. Khansari, “Nanosphericals and nanobundles of ZnO: Synthesis and characterization”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol 509, pp.61–65, 2011
- Mahajan, D., U.S. Resensi No. 03-88, base on Patent 6,596,423 (2003)
- Makoto Toba, Fujio Mizukami, Shu-ichi Niwa, Yoshimichi Kiyozumi, Kazuyuki Maeda, Arto

Perry, R.H & D. Green, "Perry's Chemical Engineering Handbook" Mc Graw-Hill Company, New York. 1984.

Preparation of propilen glikol", US Patent 5,616,817

R. Linacero, M.L. Rojas-Cervantes, J. DE D. Lopez-Gonzalez, *J. Mater. Sci.* (2000) **35**, 3279.

R.D. Cortright, M. Sanchez-Castillo, J.A. Dumesic, "Conversion of biomass to 1,2-propanediol by selective catalytic hydrogenation of lactic acid over silica-supported copper", *Applied Catalysis B: Environmental* 39 (2002) 353–359.

R.Pearce, *Catalysis and Chemical Process*, 1981, 103-104

S. Gandhi, R.H.H. Subramani, T. Ramakrishnan, A. Sivabalan, V. Dhanalakshmi, M.R.G. Nair • R. Anbarasan, "Ultrasound assisted one pot synthesis of nano-sized CuO and its nanocomposite with poly(vinyl alcohol)", *J Mater Sci*, vol 45, pp.1688–1694, January 2010

S. Rani, Poonamsuri, P.K. Shishodia, and R.M. Mehra, "Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol-gel roue for dye-sensitizad solar cells", *Solar Energy Materials & Solar Cells*, vol.82, pp. 1639–1645, Sept. 2008

S. Tursiloadi, H. Imai and H. Hirashima, *Aust. J. Chem.*, 49, 569 – 572, (1996).

S. Tursiloadi, H. Imai and H. Hirashima, *J. Non-Crystalline Solid.*, 350, 271-276, (2004).

S. Wang and H. Liu, "Selective hydrogenolysis of glycerol to propylene glycol on Cu-ZnO catalyst", *Catalysis Letters*, vol.117, Nos.1-2, August 2007

S.Tursiloadi and D.Sondari, Proceding seminar teknik kimia Soehadi Rekswardojo 2004.

T. Haasa^a, B. Jaegera^a, R. Webera^a, S.F. Mitchell, C.F. King, "New diol processes: 1,3-propanediol and 1,4-butanediol", *Applied Catalysis A: General* 280 (2005) 83–88.

Y. Guo, W. Meyer-Zaika, M. Muhler, S. Vukojevic, and M. Epple, "Cu/Zn/Al xerogels and aerogels prepared by a sol-gel reaction as catalysts for methanol synthesis", *European Journal of Inorganic Chemistry*, vol 2006, Issue 23, pp.4774-4781

http://id.wikipedia.org/wiki/Deret_volta

Lampiran 1. Data Struktur Kristal Material Pendukung (www.wikipedia.com)

a. Struktur kristal CuO dengan dengan space group C2/c

Input interpretation:
C2/c (crystallographic space group)

Summary:

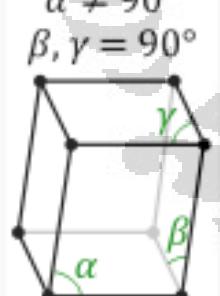
IUCr number	15
Hermann-Mauguin notation	C2/c
crystal class	monoclinic prismatic
Schönflies point group	C_{2h}
Hermann-Mauguin point group	2/m

Crystallographic properties:

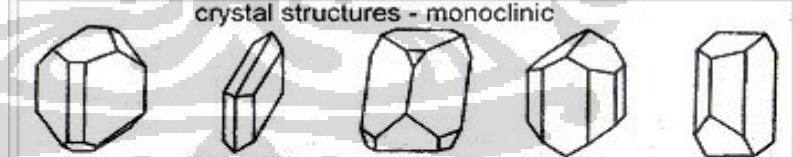
crystal family	monoclinic
crystal system	monoclinic
lattice system	monoclinic
Bravais lattice	base-centered monoclinic

Computed by Wolfram Mathematica Download as: PDF | Live Mathematica

$\alpha \neq 90^\circ$
 $\beta, \gamma = 90^\circ$



crystal structures - monoclinic



wolframite gypsum titanite augite orthoclase

Typical crystal forms for the monoclinic-prismatic crystal class:
Wolframite, Gypsum, Sphene, Augite and Orthoclase

Crystal Class	Example	Schönflies	Hermann-Mauguin notation	point groups	#	orbifold	Type	space groups
monoclinic [2]	halotrichite	C_2	2	2	3-5	22	enantiomorph polar	P2 P2 ₁ C2
Domatic [2]	hilgardite	C_{1h} (=C _{1v} = C _s)	m	$\bar{2} = m$	6-9	1*	polar	Pm Pc Cm Cc
Prismatic [2]	gypsum	C_{2h}	2/m	2/m	10-15	2*	centrosymmetric	P2/m P2 ₁ /m C2/m P2/c P2 ₁ /c C2/c

b. Struktur kristal CuO dengan dengan space group P6₃mc

Input interpretation:
 $P6_3mc$ (crystallographic space group)

Summary:

IUCr number	186
Hermann-Mauguin notation	$P6_3mc$
crystal class	dihexagonal pyramidal
Schönflies point group	C_{6v}
Hermann-Mauguin point group	$6mm$

Crystallographic properties:

crystal family	hexagonal
crystal system	trigonal hexagonal
lattice system	hexagonal
Bravais lattice	simple hexagonal

Computed by Wolfram Mathematica Download as: PDF | Live Mathematica

The image displays three 3D crystal structure models. The first model shows a distorted hexagonal close-packed arrangement of yellow and blue spheres. The second model shows a more regular hexagonal close-packed arrangement of yellow and grey spheres. The third model is a wireframe diagram of a hexagonal unit cell with axes labeled 'a' and 'c'. A small yellow sphere is placed at the center of the cell.

c. Struktur kristal Cu dengan dengan space group Fm $\bar{3}m$

Input interpretation:
Fm $\bar{3}m$ (crystallographic space group)

Summary:

IUCr number	225
Hermann-Mauguin notation	<i>Fm</i> $\bar{3}m$
crystal class	hexoctahedral
Schönflies point group	<i>O</i> _h
Hermann-Mauguin point group	<i>m</i> $\bar{3}m$

Crystallographic properties:

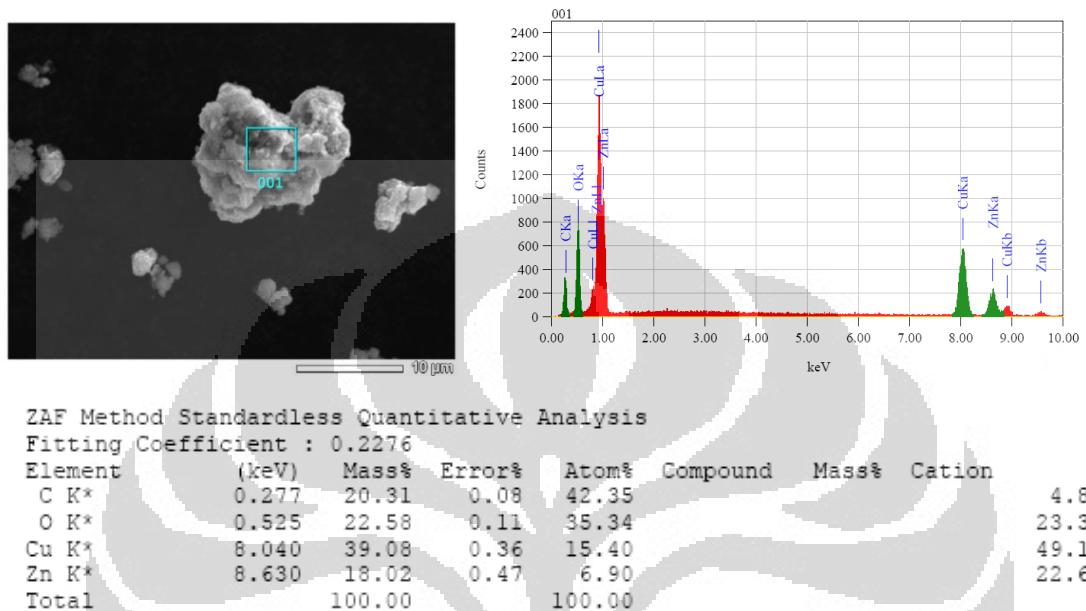
crystal family	cubic
crystal system	cubic
lattice system	cubic
Bravais lattice	face-centered cubic

Computed by [Wolfram Mathematica](#) Download as: [PDF](#) | [Live Mathematica](#)

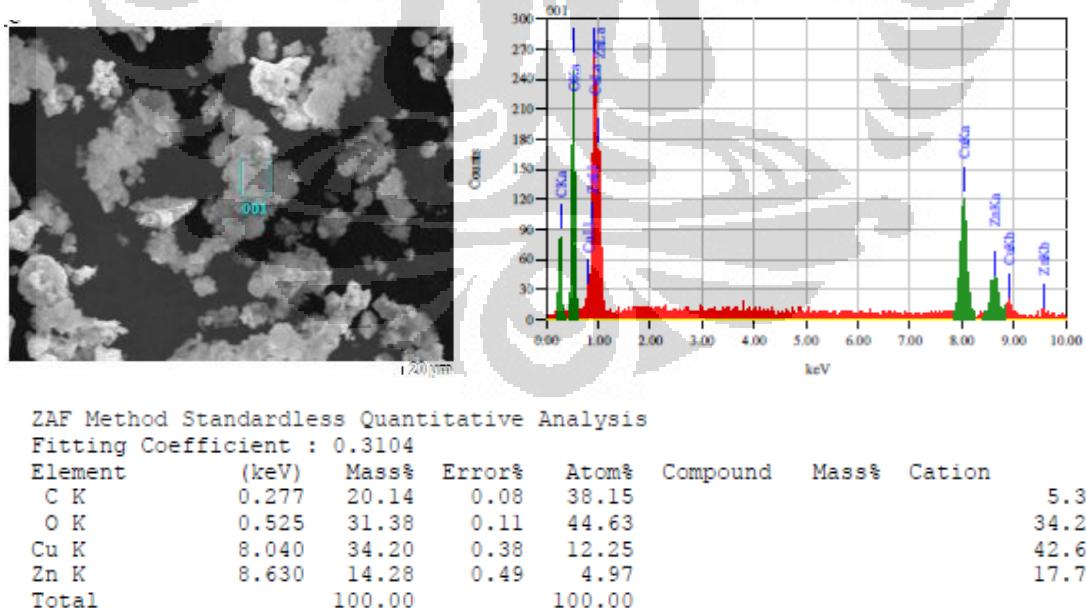
Crystal class	Example	Schönflies	Hermann-Mauguin notation	point groups	#	orbifold	Type	Cubic space groups
Tetrahedral [2]	Ullmannite	T	23	23	195-199	332	enantiomorphic	P23 F23 I23 P2 ₁ 3 I2 ₁ 3
Diploidal [2]	Pyrite	T _h	2/m $\bar{3}$	m $\bar{3}$	200-206	3*2	centrosymmetric	Pm $\bar{3}$ Pn $\bar{3}$ Fm $\bar{3}$ Fd $\bar{3}$ I $\bar{3}$ Pa $\bar{3}$ Ia $\bar{3}$
Gyroidal [2]	Petzite	O	432	432	207-214	432	enantiomorphic	P432 P4 ₃ 2 P432 F432 F4 ₃ 2 I432 P4 ₃ 32 P4 ₃ 2 I4 ₃ 2
Hextetrahedral [2]	Sphalerite	T _d	$\bar{4}3m$	$\bar{4}3m$	215-220	*332		P $\bar{4}3m$ F $\bar{4}3m$ I $\bar{4}3m$ P $\bar{4}3n$ F $\bar{4}3c$ I $\bar{4}3d$
Hexoctahedral [2]	Galena	O _h	4/m $\bar{3}2/m$	m $\bar{3}m$	221-230	*432	centrosymmetric	Pm $\bar{3}m$ Pn $\bar{3}n$ Pm $\bar{3}n$ Pn $\bar{3}m$ Fm $\bar{3}m$ Fm $\bar{3}c$ Fd $\bar{3}m$ Fd $\bar{3}c$

LAMPIRAN 2. Hasil Analisis EDS

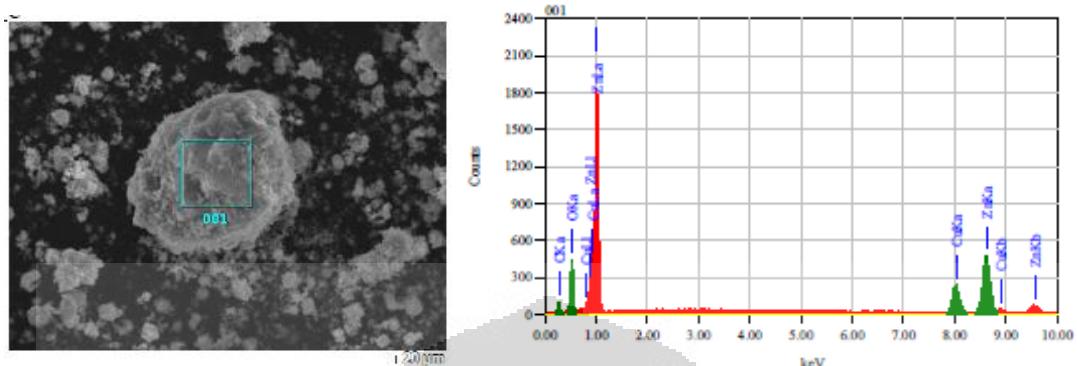
A. CuO-ZnO pada pH 7



B. CuO-ZnO pada pH 8



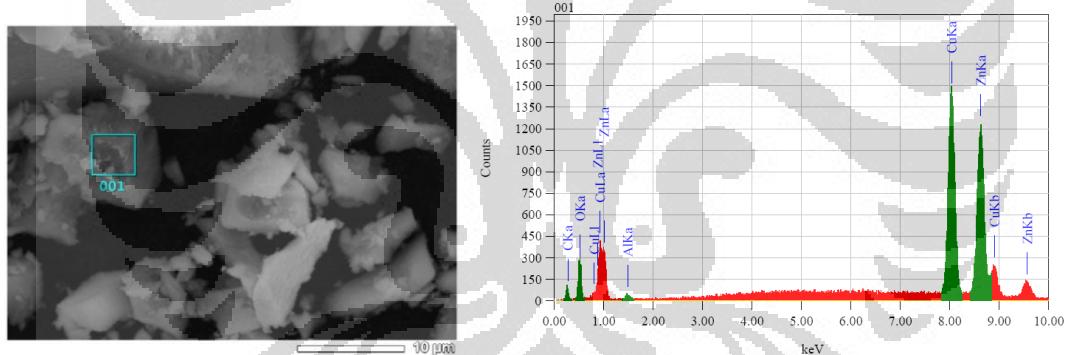
C. CuO-ZnO pada pH 9



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2322

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	8.81	0.12	25.19				1.4764
O K	0.525	16.40	0.12	35.21				16.4154
Cu K	8.040	19.75	0.43	10.67				21.6706
Zn K	8.630	55.04	0.55	28.92				60.4376
Total		100.00		100.00				

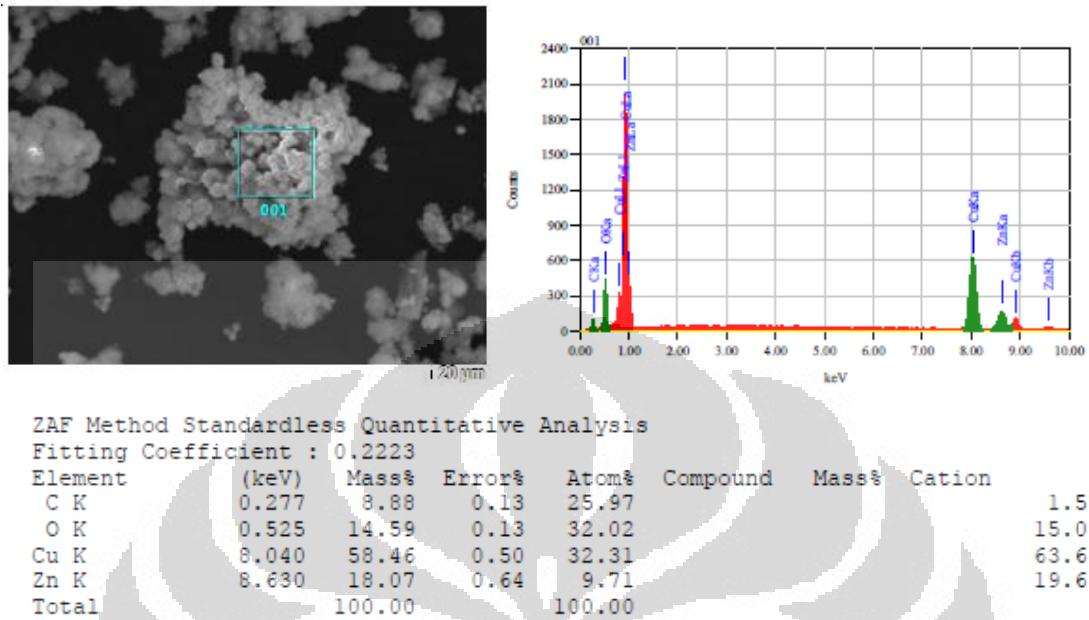
D. CuO-ZnO pada pH 12



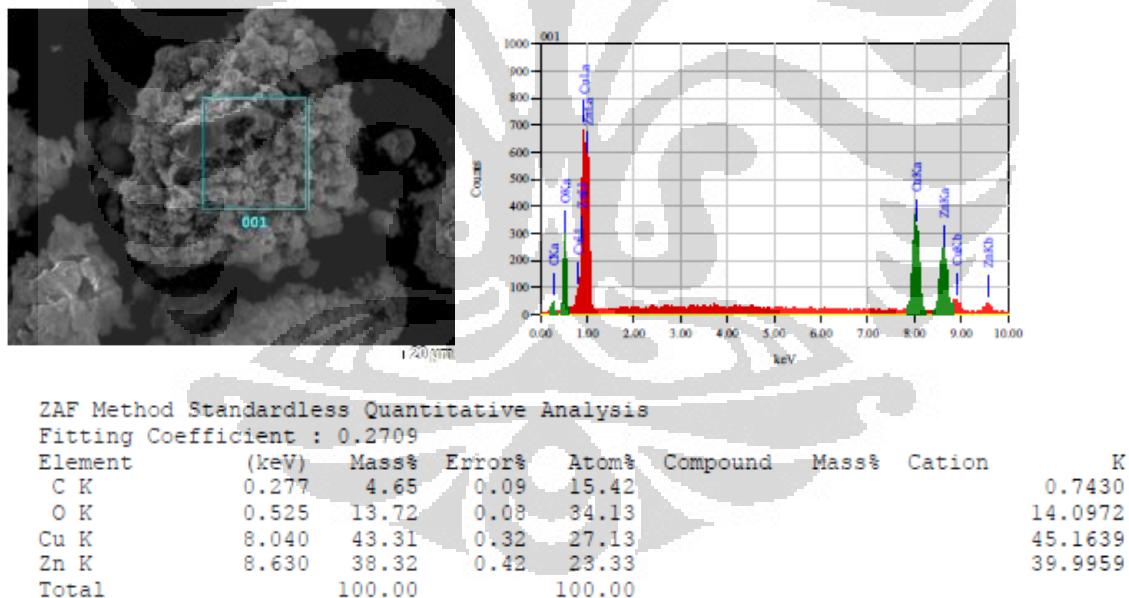
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2026

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	3.17	0.05	13.61				0.4790
O K	0.525	3.60	0.04	11.61				3.5579
Al K*	1.486	0.22	0.06	0.42				0.0783
Cu K	8.040	46.19	0.16	37.46				47.5771
Zn K	8.630	46.81	0.21	36.90				48.3077
Total		100.00		100.00				

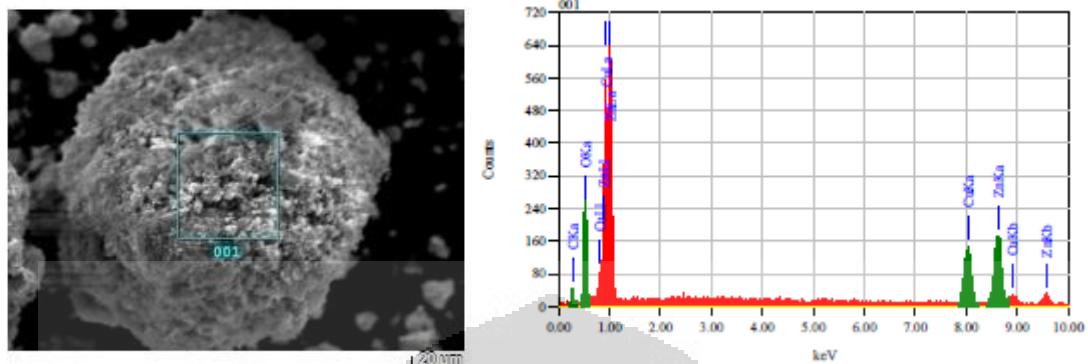
E. Cu-ZnO pada pH 7



F. Cu-ZnO pada pH 8



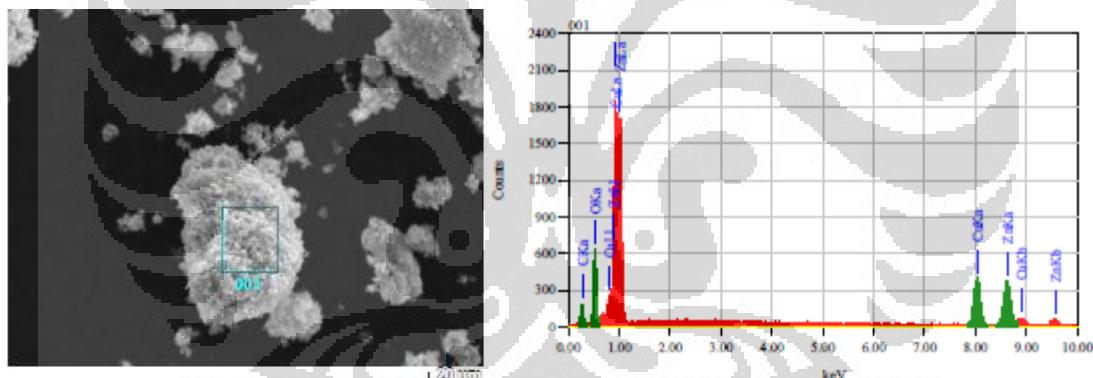
G. Cu-ZnO pada pH 9



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2606

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	8.28	0.09	22.60				1.4303
O K	0.525	20.07	0.08	41.09				20.7300
Cu K	8.040	28.17	0.32	14.52				30.5974
Zn K	8.630	43.48	0.41	21.79				47.2423
Total		100.00		100.00				

H. Katalis bekas pH 7

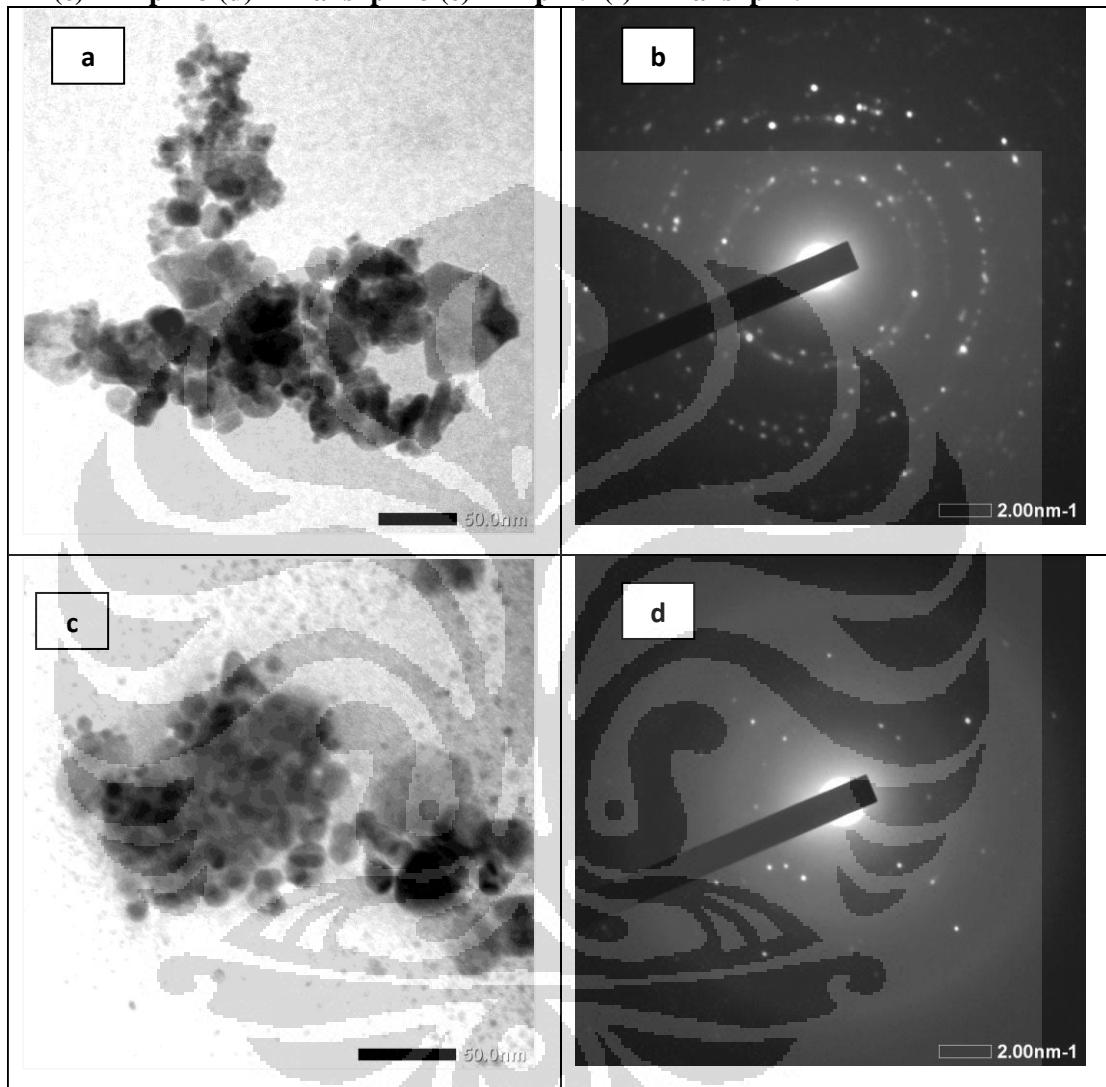


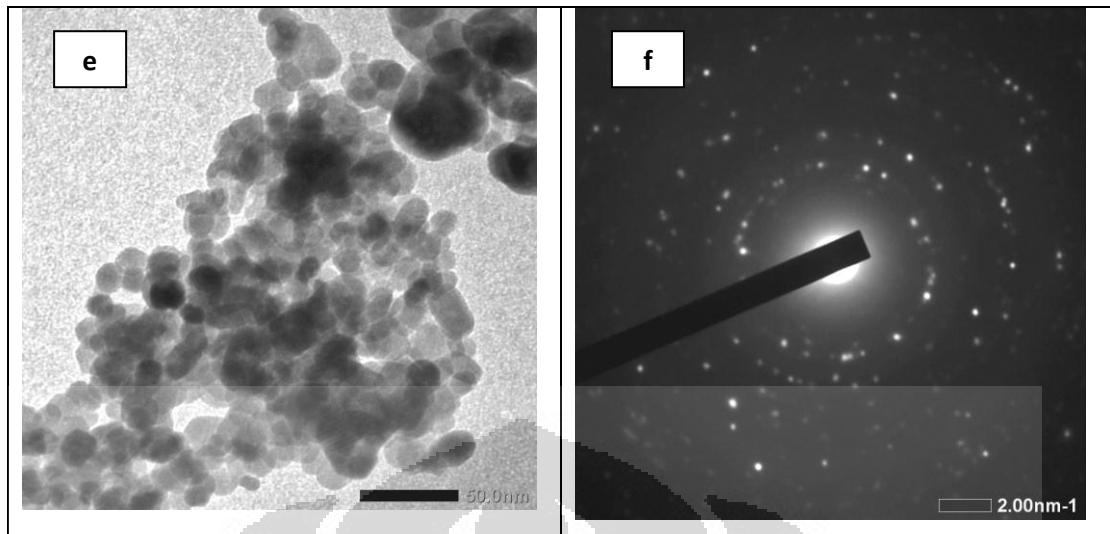
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2167

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	13.94	0.10	33.64				2.7422
O K	0.525	20.31	0.11	36.80				20.8008
Cu K	8.040	31.16	0.38	14.22				36.2345
Zn K	8.630	34.60	0.49	15.35				40.2225
Total		100.00		100.00				

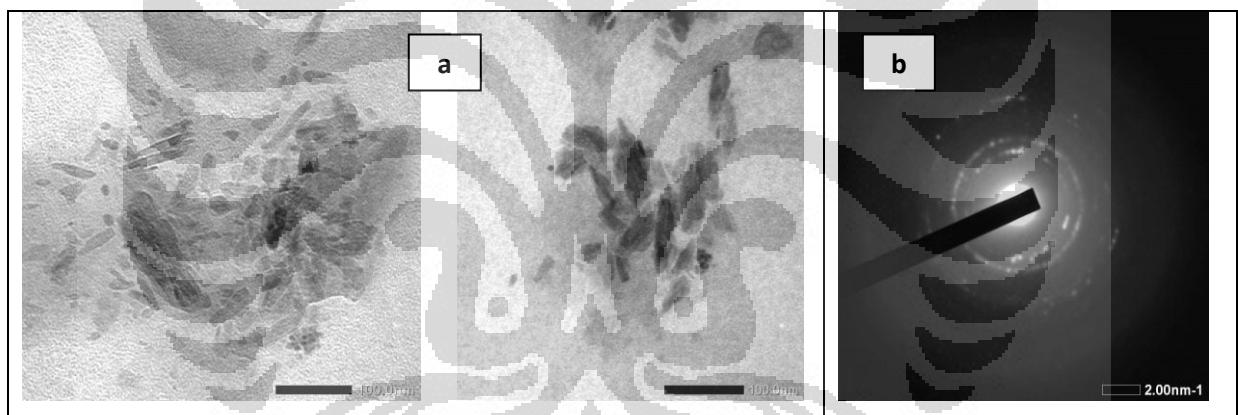
Lampiran 3. Hasil Analisis TEM

- a. Analisis struktur kristal CuO-ZnO dengan TEM, (a) BFI pH 7 (b) Difraksi pH 7
(c) BFI pH 8 (d) Difraksi pH 8 (e) BFI pH 9 (f) Difraksi pH 9

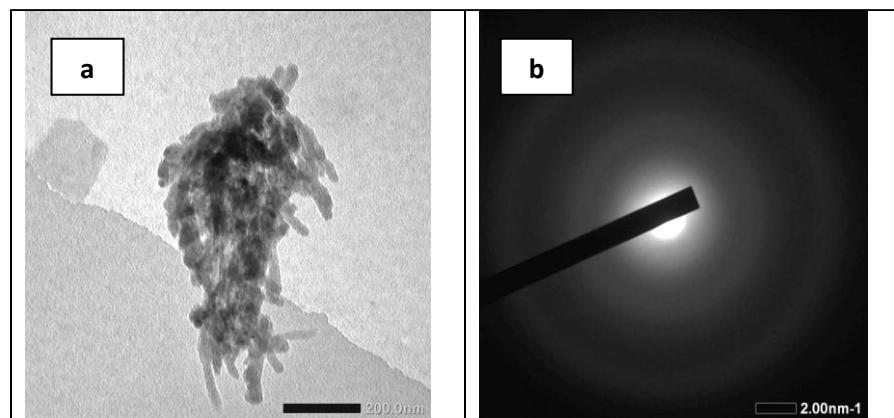


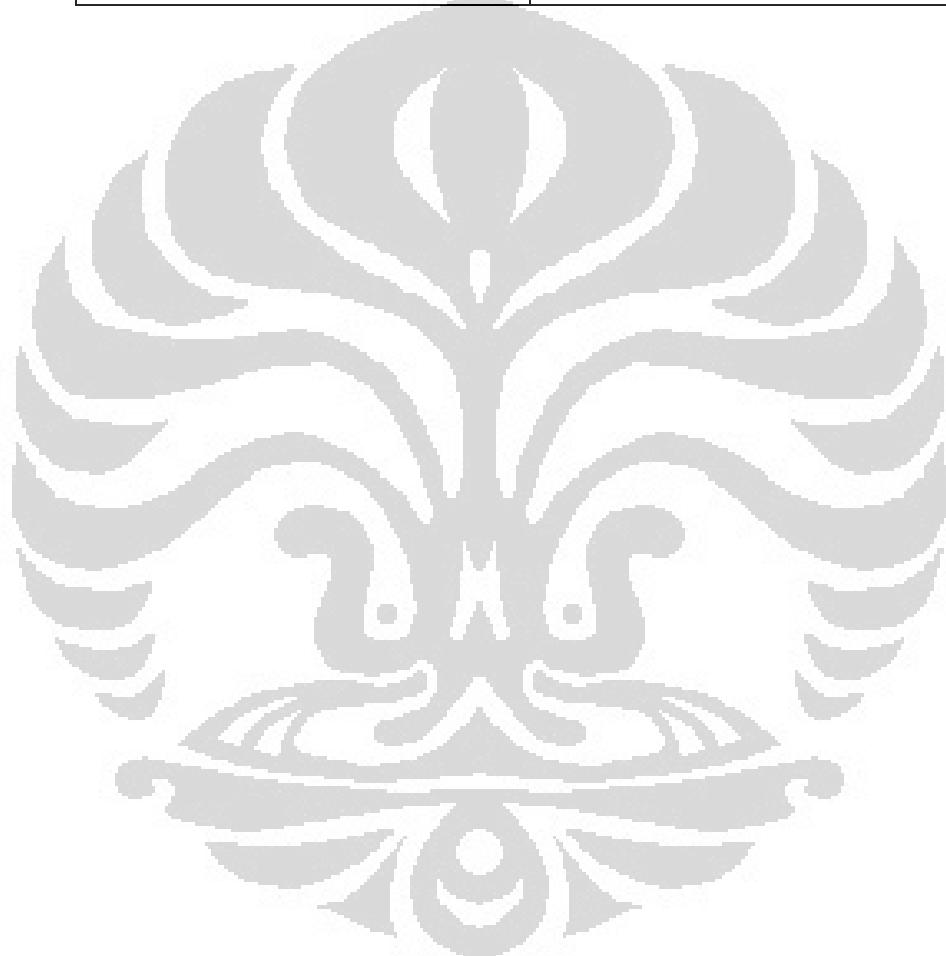
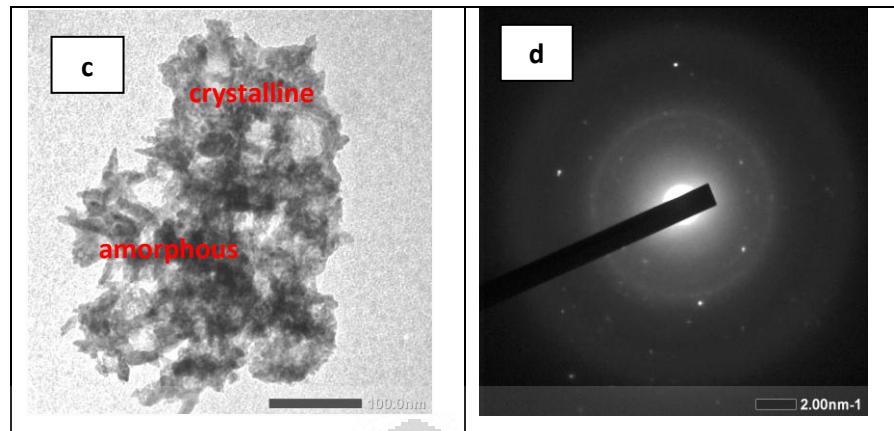


b. Analisis struktur kristal Cu-ZnO dengan TEM pada pH 7 (a) BFI (b) analisis difraksi

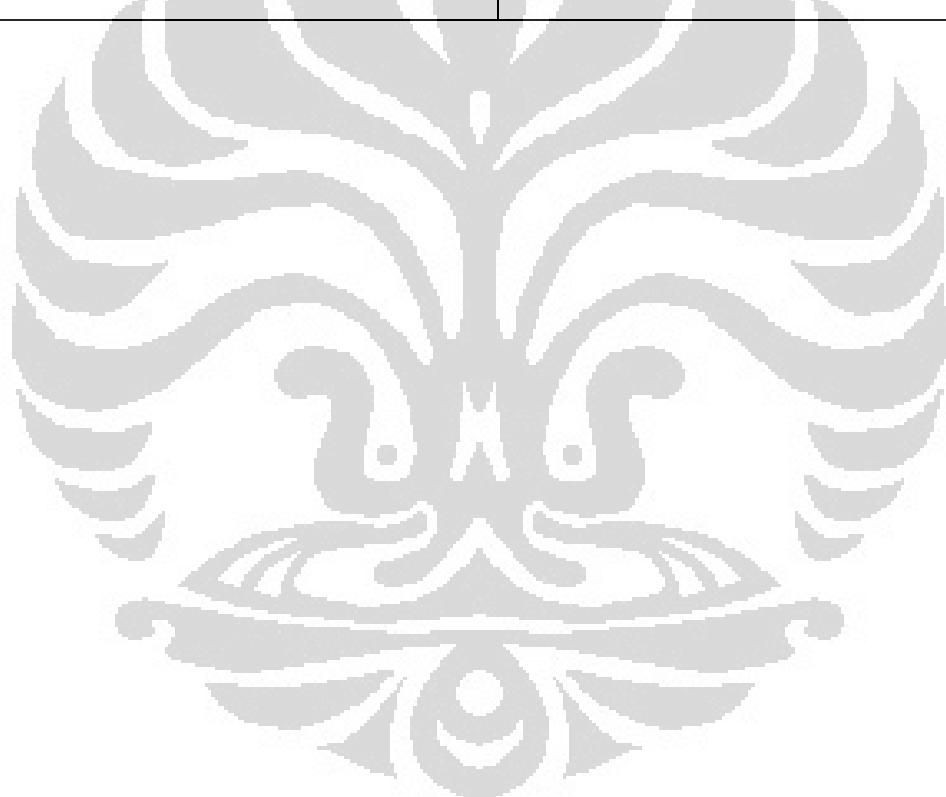
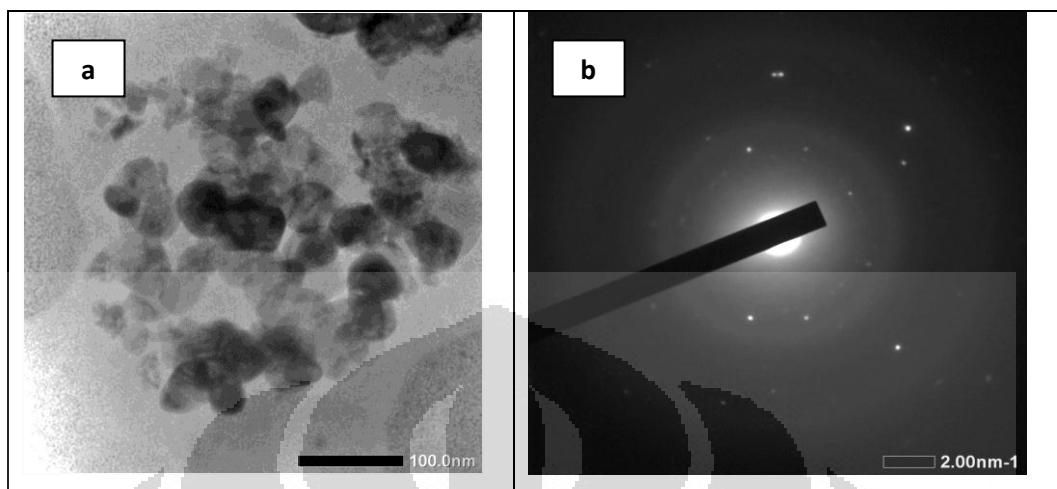


c. Analisis struktur kristal Cu-ZnO dengan TEM pada pH 8 terdiri dari 2 fasa (a) BFI fasa amorf (b) analisis difraksi amorf (c) BFI fasa campuran (d) analisis difraksi campuran

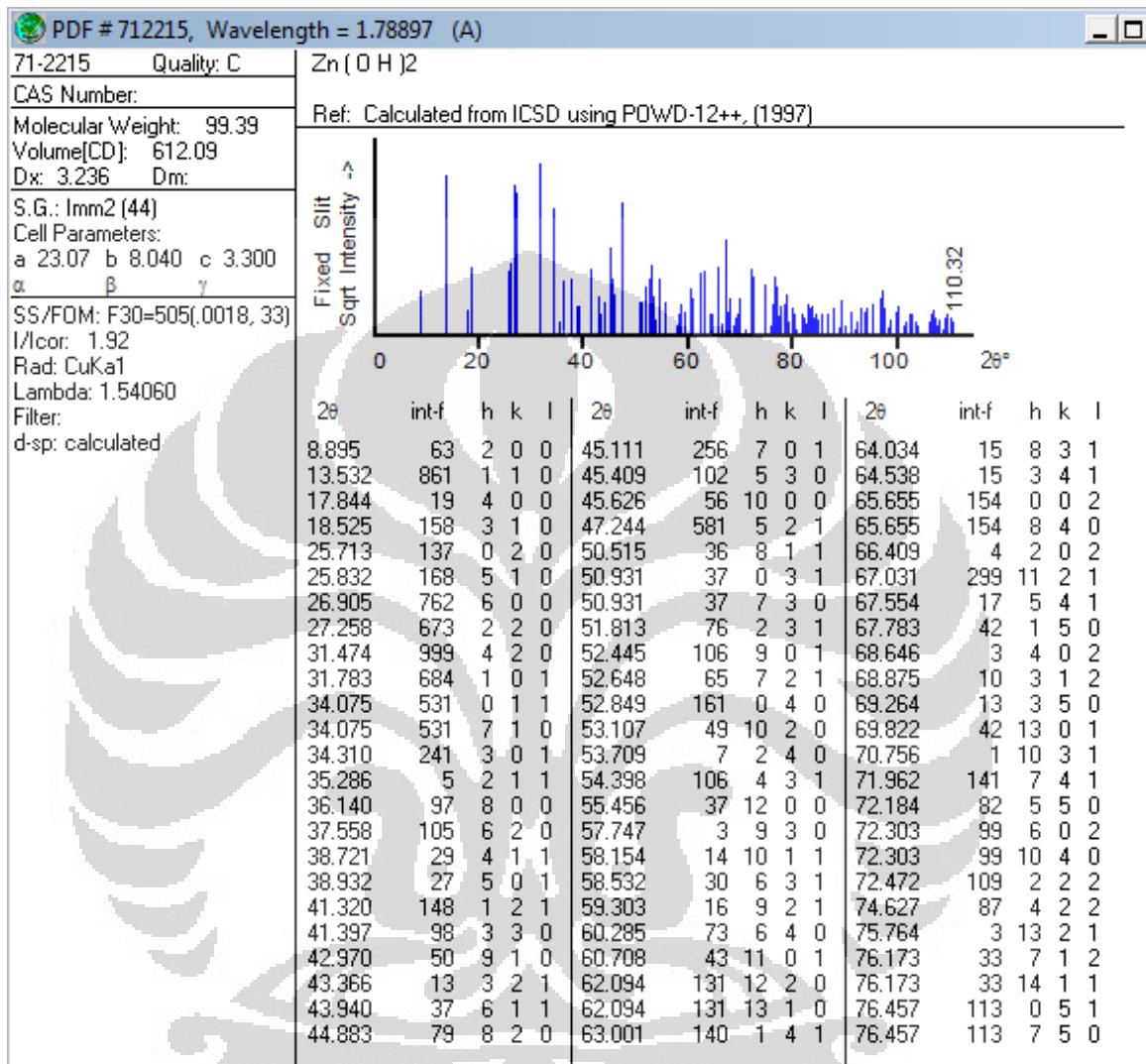


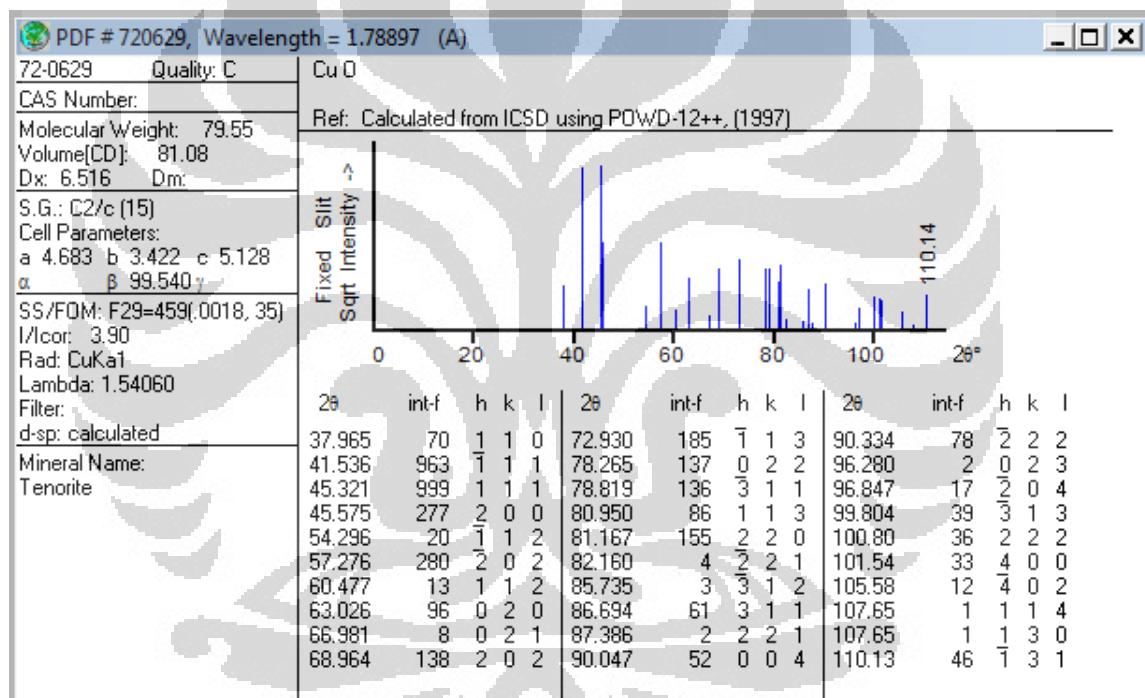
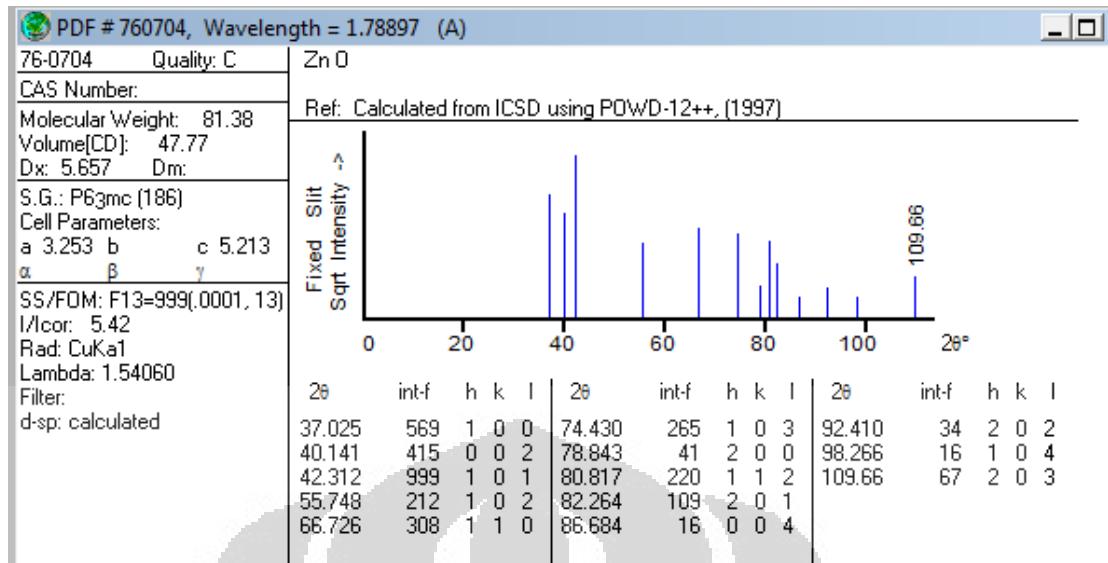


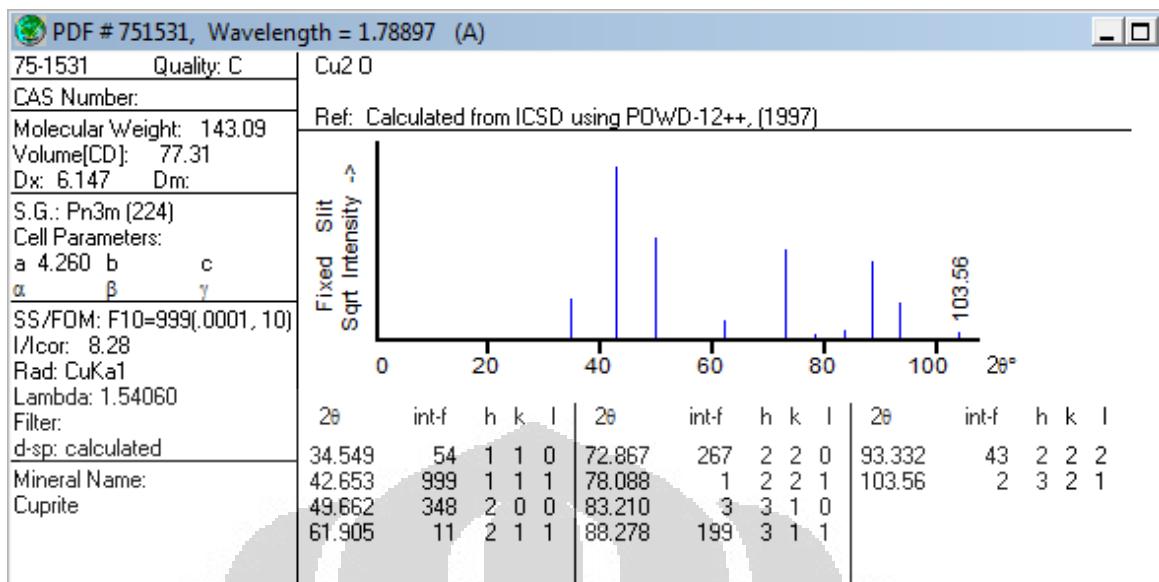
d. Analisis struktur kristal Cu-ZnO dengan TEM pada pH 9 (a) BFI (b) analisis difraksi



Lampiran 4. Data PCPDFWIN

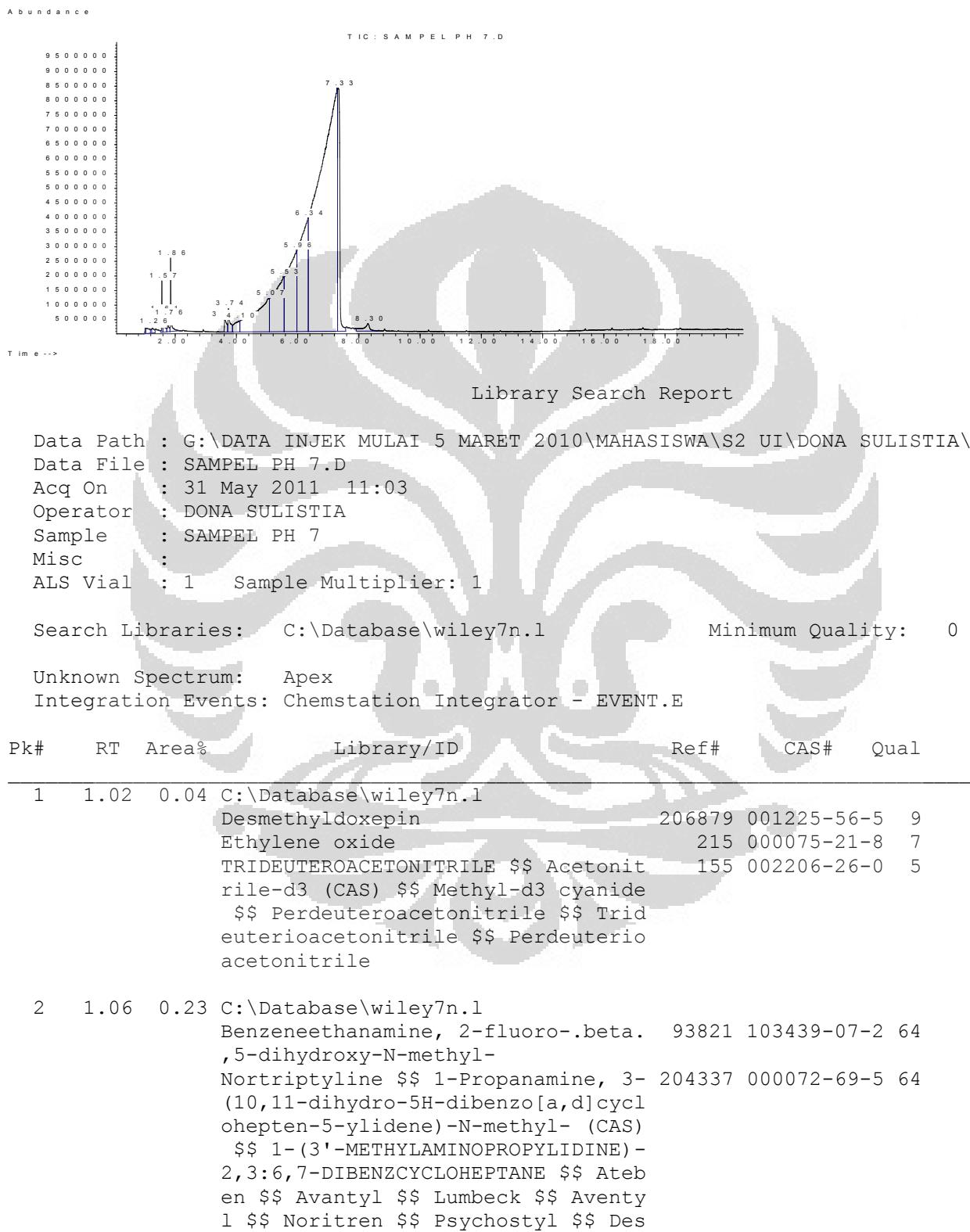






Lampiran 6. Data Analisis GCMS

A. PRODUK DENGAN KATALIS Cu-ZnO Ph 7

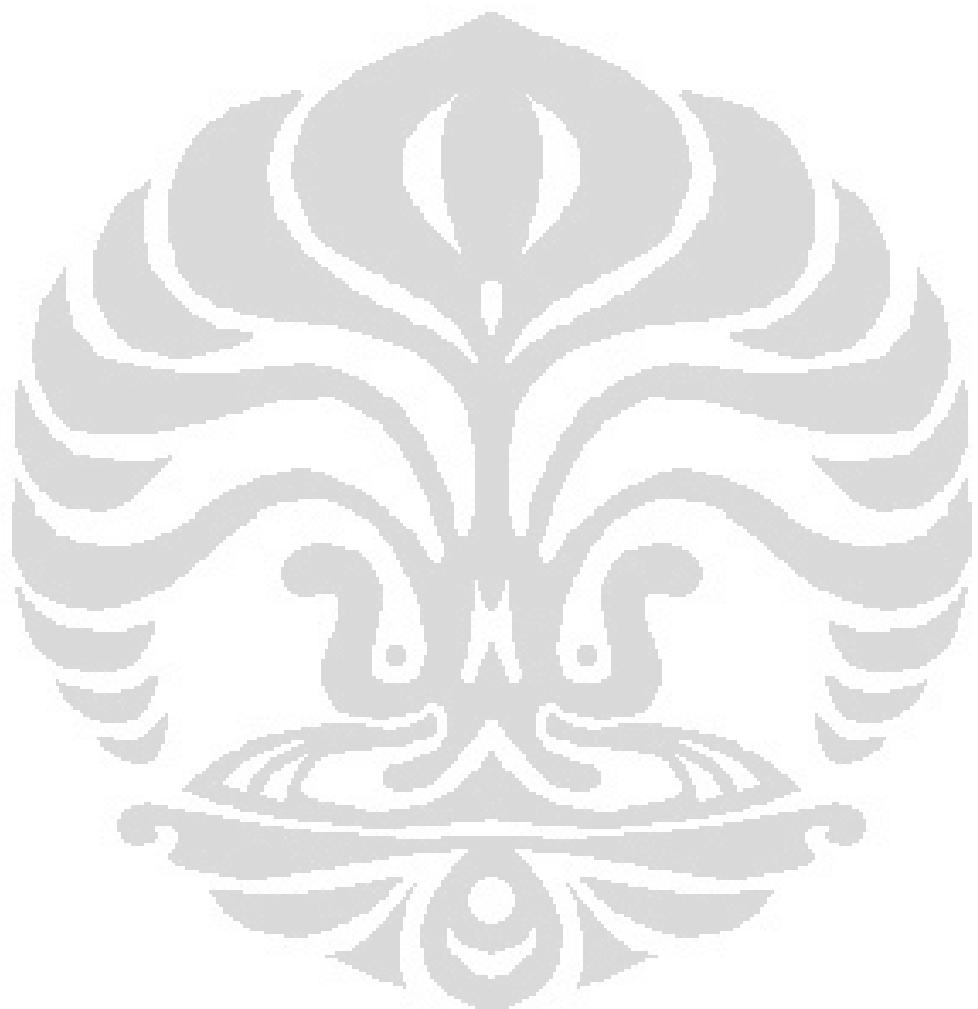


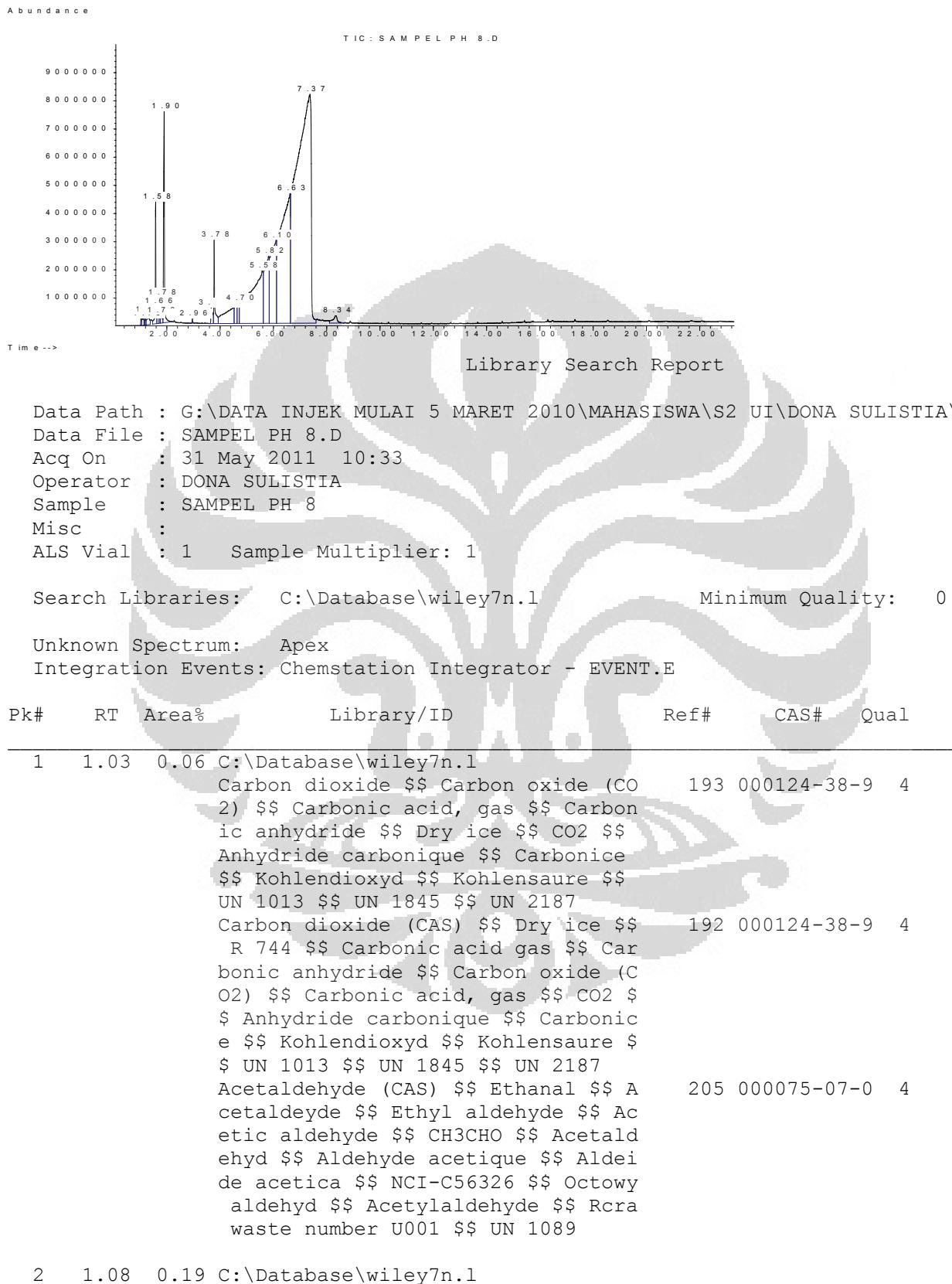
			itriptilina \$\$ No		
			2-Ethoxyamphetamine	85157	135014-84-5 64
3	1.26	0.15	C:\Database\wiley7n.l Acetaldehyde (CAS) \$\$ Ethanal \$\$ A cetaldehyde \$\$ Ethyl aldehyde \$\$ Ac etic aldehyde \$\$ CH3CHO \$\$ Acetald ehyd \$\$ Aldehyde acetique \$\$ Aldei de acetica \$\$ NCI-C56326 \$\$ Octowy aldehyd \$\$ Acetylaldehyde \$\$ Rcra waste number U001 \$\$ UN 1089 Butanal (CAS) \$\$ n-Butanal \$\$ Buty raldehyde \$\$ Butal \$\$ Butyral \$\$ B utaldehyde \$\$ Butanalaldehyde \$\$ But yl aldehyde \$\$ n-Butyraldehyde \$\$ Butyrylaldehyde \$\$ n-Butyl aldehyd e \$\$ Butyric aldehyde \$\$ 1-BUTANAL (N-BUTYRALDEHYDE) \$\$ 1-butanal \$\$ n-C3H7CHO \$\$ Ald Formic acid, ethenyl ester (CAS) \$ \$ Vinyl formate \$\$ Formic acid, vi nyl ester \$\$ Vinyl methanoate \$\$ V inylester kyseliny mravenci	206	000075-07-0 9
				1545	000123-72-8 9
				1512	000692-45-5 9
4	1.57	0.35	C:\Database\wiley7n.l 2-Propanone, 1-hydroxy- (CAS) \$\$ A cetol \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetylc arbinol \$\$ Acetone alcohol \$\$ Meth anol, acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propa none \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxypro panone \$\$ HYDROXYACETON \$\$ 2-PROPA NON, 1-HYDROXY- 2-Propanone, 1-hydroxy- 2-Propanone, 1-hydroxy- \$\$ Acetol \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetone alcohol \$\$ Acetylcarbin ol \$\$ Hydroxypropanone \$\$ Methanol , acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propanone	1980	000116-09-6 80
				1977	000116-09-6 80
				1978	000116-09-6 80
5	1.62	0.27	C:\Database\wiley7n.l 2-Propanone, 1-hydroxy- Ethanedioic acid, diethyl ester Ethanedioic acid, diethyl ester	1979	000116-09-6 11
				41787	000095-92-1 10
				41786	000095-92-1 10
6	1.76	0.20	C:\Database\wiley7n.l Glycidol Oxiranemethanol (CAS) \$\$ Glycidol \$\$ Glycide \$\$ Glycidyl alcohol \$\$ Epihydrin alcohol \$\$ Allyl alcohol oxide \$\$ 2,3-Epoxy-1-propanol \$\$ 1-Propanol, 2,3-epoxy- \$\$ 2-(Hydro xymethyl)oxirane \$\$ 3-Hydroxyprop lene oxide \$\$ 1,2-Epoxy-3-hydroxyp ropane \$\$ 1-Hydro Oxiranemethanol, (S)- \$\$ (S)-(-)-G lycidol	1985	000556-52-5 56
				1983	000556-52-5 50
				2000	060456-23-7 39

7	1.86	0.63	C:\Database\wiley7n.l			
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glycol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Methylethylene glycol	2330	000057-55-6	90
			R-(-)-1,2-propanediol	2361	004254-14-2	78
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glycol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Methylethylene glycol	2334	000057-55-6	78
8	3.63	0.35	C:\Database\wiley7n.l			
			Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione	17148	017374-18-4	53
			Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione	17147	017374-18-4	53
			Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione	17146	017374-18-4	53
9	3.74	0.57	C:\Database\wiley7n.l			
			Silane, trimethyl(1-methylethoxy)-	27999	001825-64-5	35
			Acetic acid, (trimethylsilyl)- (CA S) \$\$ ACETIC ACID-MONOTMS \$\$ (Trimethylsilyl)acetic acid \$\$ trimethylsilyl ester of acetic acid	27702	002345-38-2	35
			Silane, trimethylpropoxy- (CAS) \$\$ 1-PROPANOL TMS-ETHER \$\$ Trimethyl-n-propoxysilane \$\$ Propoxytrimethylsilane	27992	001825-63-4	35
10	4.10	0.72	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	64
			Glycerin	5461	000056-81-5	64
			1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin	5456	000056-81-5	64
11	5.07	6.41	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	83
			1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin	5456	000056-81-5	74

			1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R®,R®)]-	19500	002319-57-5	56
			\$\$ Erythritol			
12	5.53	6.81	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	90
			1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R®,R®)]-	19500	002319-57-5	56
			\$\$ Erythritol			
			1,2,3,4-BUTANETETROL	19505	007541-59-5	56
13	5.96	9.24	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	90
			Glycerin	5461	000056-81-5	78
			1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycer	5456	000056-81-5	74
			ol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmogl			
			yn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Gly			
			ceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihy			
			droxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Gl			
			ycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trih			
			ydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Sy			
			nthetic glycerin			
14	6.34	11.87	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	90
			1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycer	5456	000056-81-5	74
			ol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmogl			
			yn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Gly			
			ceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihy			
			droxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Gl			
			ycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trih			
			ydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Sy			
			nthetic glycerin			
			Glycerin	5460	000056-81-5	64
15	7.29	54.84	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	83
			1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycer	5456	000056-81-5	74
			ol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmogl			
			yn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Gly			
			ceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihy			
			droxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Gl			
			ycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trih			
			ydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Sy			
			nthetic glycerin			
			1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R®,R®)]-	19500	002319-57-5	50
			\$\$ Erythritol			
16	7.33	6.71	C:\Database\wiley7n.l			
			Glycerin	5458	000056-81-5	83
			Glycerin	5460	000056-81-5	74
			Glycerin	5461	000056-81-5	50
17	8.30	0.60	C:\Database\wiley7n.l			
			p-Dioxane-2,5-dimethanol \$\$ 1,4-Di	43765	014236-12-5	43
			oxane-2,5-dimethanol			
			Silane, [(3. β .,20S)-pregn-5-en	359034	013110-77-5	42
			e-3,20-diyl]bis(oxy)]bis(trimethyl			
			Pregna-3,5-dien-20. β .-ol, TMS	315504	000000-00-0	42

UMUM.M Tue May 31 12:36:58 2011





			Desmethyldoxepin	206879	001225-56-5	50
			4-Bromo-2,5-dimethoxyamphetamine	216881	032156-26-6	39
			2-Pantanamine, 4-methyl- (CAS) \$\$	8945	000108-09-8	39
			1,3-Dimethylbutanamine \$\$ 1,3-Dimethylbutylamine \$\$ 2-Amino-4-methylpentane \$\$ 4-Methyl-2-aminopentane			
			\$\$ Butylamine, 1,3-dimethyl- \$\$ 1,3-Dimethyl-n-butylamine \$\$ UN 237			
3	1.16	0.07	C:\Database\wiley7n.l			
			Ethanethiol	889	000075-08-1	38
			Benzeneethanamine, 2-fluoro-.beta., 3-dihydroxy-N-methyl-	93820	103439-04-9	35
			Cyclobutanol (CAS) \$\$ Cyclobutyl hydroxide	1692	002919-23-5	35
4	1.20	0.08	C:\Database\wiley7n.l			
			2-Octanamine	25676	000693-16-3	42
			(1) 3-amino-2-methylbutanoic acid \$\$ Butanoic acid, 3-amino-2-methyl-	17234	032723-74-3	40
			1,2-Propanediamine	2024	000078-90-0	39
5	1.31	0.35	C:\Database\wiley7n.l			
			Formic acid, ethenyl ester (CAS) \$	1512	000692-45-5	9
			\$ Vinyl formate \$\$ Formic acid, vinyl ester \$\$ Vinyl methanoate \$\$ Vinyl ester kyseliny mravenci			
			Acetaldehyde	207	000075-07-0	9
			Acetaldehyde (CAS) \$\$ Ethanal \$\$ Acetaldehyde \$\$ Ethyl aldehyde \$\$ Acetic aldehyde \$\$ CH3CHO \$\$ Acetalddehyd \$\$ Aldehyde acetique \$\$ Aldehyde acetica \$\$ NCI-C56326 \$\$ Octowy aldehyd \$\$ Acetylaldehyde \$\$ Rcr waste number U001 \$\$ UN 1089	200	000075-07-0	9
6	1.58	1.10	C:\Database\wiley7n.l			
			2-Propanone, 1-hydroxy-	1977	000116-09-6	80
			2-Propanone, 1-hydroxy- (CAS) \$\$ Acetol \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetylcarbinol \$\$ Acetone alcohol \$\$ Methanol, acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propanone \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxypropanone \$\$ HYDROXYACETON \$\$ 2-PROPANONE, 1-HYDROXY-	1980	000116-09-6	80
			2-Propanone, 1-hydroxy- \$\$ Acetol \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetone alcohol \$\$ Acetylcarbinol \$\$ Hydroxypropanone \$\$ Methanol, acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propanone			
7	1.65	0.31	C:\Database\wiley7n.l			
			1-Propanol, 3-amino-	2217	000156-87-6	9
			Propanedioic acid, oxo-, diethyl ester \$\$ Mesoxalic acid, diethyl ester \$\$ Diethyl mesoxalate \$\$ Diethyl oxomalonate \$\$ Ethyl mesoxalate	77923	000609-09-6	9

			\$\$ Diethyl ketomalonate \$\$ Ketoma lonic acid diethyl ester Ethanol, 2-(2-aminoethoxy)- \$\$.be ta.-(.beta.-Hydroxyethoxy)ethylami ne \$\$.beta.-Hydroxy-.beta.'-amino ethyl ether \$\$ Diethylene glycol a mine \$\$ Diethylene glycol monoamin e \$\$ Diglycolamine \$\$ 1-Amino-2-(2 -hydroxyethoxy)ethane \$\$ 2-(2-Amin oethoxy)ethanol \$	10430 000929-06-6 9
8	1.74	0.11	C:\Database\wiley7n.l Oxirane, 2,3-dimethyl-, cis- \$\$ Bu tane, 2,3-epoxy-, cis- \$\$ cis-2-Bu tene Epoxide \$\$ cis-2-Butene Oxide \$\$ cis-2-Butylene Oxide \$\$ cis-2, 3-Dimethyloxirane \$\$ cis-2,3-Epoxy butane \$\$ meso-2,3-Epoxybutane \$\$ 2,3-Epoxybutane 1,2-Ethanediol (CAS) \$\$ Ethylene g lycol \$\$ Glycol \$\$ Tescol \$\$ Lutro l 9 \$\$ Ramp \$\$ Glycol alcohol \$\$ 2 -Hydroxyethanol \$\$ Macrogol 400 BP C \$\$ Ethylene alcohol \$\$ Ethylene dihydrate \$\$ Monoethylene glycol \$ \$ 1,2-Dihydroxyethane \$\$ Fridex \$\$ Ucar 17 \$\$ Dowth Propanal, 2-oxo- (CAS) \$\$ Pyruvald ehyde \$\$ Acetylformyl \$\$ 2-Oxoprop anal \$\$ Methylglyoxal \$\$ Pyruvic a ldehyde \$\$ Acetylformaldehyde \$\$ P yroracemic aldehyde \$\$ 2-Ketopropi onaldehyde \$\$.alpha.-Ketopropiona ldehyde \$\$ 1,2-Propanedione \$\$ CH3 COCHO \$\$ Glyoxal,	1677 001758-33-4 35 879 000107-21-1 35 1516 000078-98-8 22
9	1.78	0.27	C:\Database\wiley7n.l Oxiranemethanol, (R)- \$\$ (R)-(+)-G lycidol Oxiranemethanol, (S)- \$\$ (S)-(-)-G lycidol Oxiranemethanol (CAS) \$\$ Glycidol \$\$ Glycide \$\$ Glycidyl alcohol \$\$ Epihydrin alcohol \$\$ Allyl alcohol oxide \$\$ 2,3-Epoxy-1-propanol \$\$ 1-Propanol, 2,3-epoxy- \$\$ 2-(Hydro xymethyl)oxirane \$\$ 3-Hydroxypropy lene oxide \$\$ 1,2-Epoxy-3-hydroxyp ropane \$\$ 1-Hydro	1999 057044-25-4 74 2000 060456-23-7 72 1982 000556-52-5 56
10	1.90	2.70	C:\Database\wiley7n.l 1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl g lycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monoprop ylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glyc	2330 000057-55-6 90

			ol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Meth ylethylene glycol Propylene Glycol \$\$ 1,2-Propanedio l \$\$.alpha.-Propylene glycol \$\$ M ethyl glycol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methylethylene glycol \$\$ Monop ropylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ Sirlen e \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ 1,2-P ropylene Glycol \$\$ 2-Hydroxypropan ol \$\$ 2,3-Propane	2328 000057-55-6 90
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl g lycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monoprop ylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glyc ol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Meth ylethylene glycol	2325 000057-55-6 83
11	2.96	0.04	C:\Database\wiley7n.l Oxime-, methoxy-phenyl- Thieno[3,2-c]pyridine 5-Oxide Hemi hydrate \$\$ Thieno[3,2-c]pyridine, 5-oxide (CAS) 2(3H)-Benzothiazolone (CAS) \$\$ 2-H ydroxybenzothiazole \$\$ Benzothiazo lone \$\$ 2-Benzothiazolol \$\$ 2-Benz othiazolinone \$\$ Carbamothioic aci d, (2-mercaptophenyl)-, .gamma.-lac tone \$\$ 2-Benzothiazolone	47868 000000-00-0 64 47593 086344-82-3 43
12	3.67	0.40	C:\Database\wiley7n.l 7-Methyltetracyclo[3.3.0.0(2,4).0(3,6)]oct-7-ene \$\$ Tetracyclo[3.3.0 .0(2,4).0(3,6)]oct-7-ene, 7-methyl (CAS) Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione Pinacolyl alcohol, TMS derivative	47584 000934-34-9 38 18109 082478-49-7 59 17148 017374-18-4 53 78598 000000-00-0 47
13	3.78	1.03	C:\Database\wiley7n.l ethoxytrimethylsilane \$\$ Silane, e thoxytri(methyl-d3)- (CAS) \$\$ Etho xytri(methyl-d3)silane cis-4-Hepten-1-al diethyl acetal \$ \$ 3-Heptene, 7,7-diethoxy-, '(Z)- \$ \$ 1,1-Diethoxy-cis-4-heptene Silane, methoxytripropyl- \$\$ Tripr opylmethoxysilane	17716 034746-77-5 35 95644 018492-65-4 27 97773 017841-46-2 27
14	4.52	2.26	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycer ol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmogl yn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Gly ceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihy droxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Gl	5458 000056-81-5 64 5461 000056-81-5 64 5463 000056-81-5 50

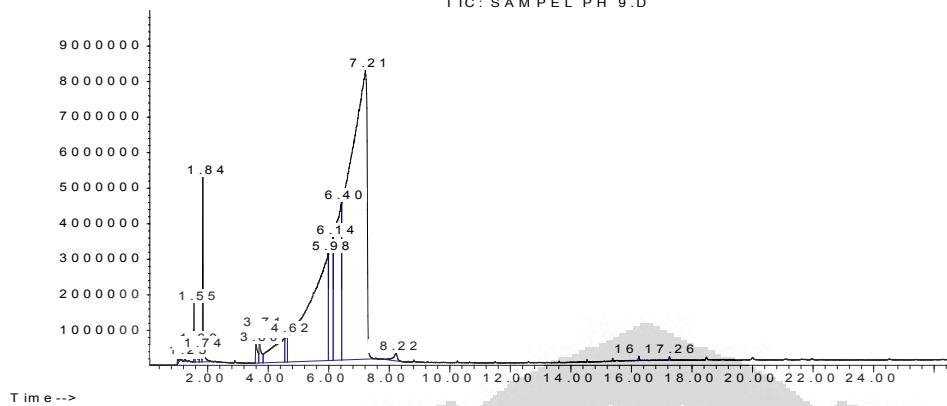
			ycerin suppositories §§ 1,2,3-Trih ydroxypropane §§ Propantriol §§ Sy nthetic glycerin	
15	4.62	0.63	C:\Database\wiley7n.l 1,2,3-Propanetriol (CAS) §§ Glycer ol §§ Glyrol §§ Glycerin §§ Osmogl yn §§ Glysanin §§ Glycerine §§ Gly ceritol §§ Glycyl alcohol §§ Trihy droxypropane §§ Propanetriol §§ Gl ycerin suppositories §§ 1,2,3-Trih ydroxypropane §§ Propantriol §§ Sy nthetic glycerin Glycerin Glycerin	5456 000056-81-5 64 5458 000056-81-5 59 5460 000056-81-5 56
16	4.70	0.52	C:\Database\wiley7n.l 1,2,3-Propanetriol (CAS) §§ Glycer ol §§ Glyrol §§ Glycerin §§ Osmogl yn §§ Glysanin §§ Glycerine §§ Gly ceritol §§ Glycyl alcohol §§ Trihy droxypropane §§ Propanetriol §§ Gl ycerin suppositories §§ 1,2,3-Trih ydroxypropane §§ Propantriol §§ Sy nthetic glycerin Glycerin Glycerin	5456 000056-81-5 72 5460 000056-81-5 64 5458 000056-81-5 56
17	5.58	10.17	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin §§ 1,2,3-Propanetriol §§ Glycerol §§ Glycerine §§ Glycerito l §§ Glycyl alcohol §§ Glyrol §§ G lysanin §§ Osmoglyn §§ Propanetrio l §§ Trihydroxypropane §§ Synthetic glycerin §§ 90 Technical glyceri n §§ Dagralax §§ Glycerin, anhydro us §§ Glycerin, s 1,2,3-Propanetriol (CAS) §§ Glycer ol §§ Glyrol §§ Glycerin §§ Osmogl yn §§ Glysanin §§ Glycerine §§ Gly ceritol §§ Glycyl alcohol §§ Trihy droxypropane §§ Propanetriol §§ Gl ycerin suppositories §§ 1,2,3-Trih ydroxypropane §§ Propantriol §§ Sy nthetic glycerin	5458 000056-81-5 90 5459 000056-81-5 72 5456 000056-81-5 64
18	5.81	4.41	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) §§ Glycer ol §§ Glyrol §§ Glycerin §§ Osmogl yn §§ Glysanin §§ Glycerine §§ Gly ceritol §§ Glycyl alcohol §§ Trihy droxypropane §§ Propanetriol §§ Gl ycerin suppositories §§ 1,2,3-Trih ydroxypropane §§ Propantriol §§ Sy nthetic glycerin	5458 000056-81-5 90 5456 000056-81-5 56

		Glycerin	5460 000056-81-5 56
19	6.11	6.88 C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin Glycerin	5458 000056-81-5 90 5456 000056-81-5 74 5460 000056-81-5 64
20	6.63	18.71 C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3,4-BUTANETETROL 1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R@,R@)]- \$\$ Erythritol	5458 000056-81-5 90 19505 007541-59-5 50 19500 002319-57-5 50
21	7.37	49.24 C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin Glycerin	5458 000056-81-5 83 5456 000056-81-5 83 5460 000056-81-5 74
22	8.34	0.49 C:\Database\wiley7n.l 20.BETA.-TRIMETHYLSILYLOXY-4-PREGN 342953 000000-00-0 40 EN-3-ONE 2,5-di(trimethylsiloxy)hexane \$\$ H 202211 000000-00-0 38 exane, 2,5-bis[(trimethylsilyl)oxy]]- 1,4-Dioxane-2,6-dimethanol	43766 054120-69-3 37

UMUM.M Tue May 31 12:37:35 2011

Abundance

TIC: SAMPEL PH 9.D



Library Search Report

Data Path : G:\DATA INJEK MULAI 5 MARET 2010\MAHASISWA\S2 UI\DONA SULISTIA\
Data File : SAMPEL PH 9.D
Acq On : 31 May 2011 11:28
Operator : DONA SULISTIA
Sample : SAMPEL PH 9
Misc :
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

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

Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: Chemstation Integrator - EVENT.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	1.01	0.03	C:\Database\wiley7n.l			
			4-BROMO-2,5-DIMETHOXYAMPHETAMINE	\$ 216875	000000-00-0	64
			\$ (+)-2,5-Dimethoxy-4-bromoampheta mine			
			4-Bromo-2,5-dimethoxyamphetamine	216881	032156-26-6	64
			Nortriptyline §§ 1-Propanamine, 3-	204337	000072-69-5	64
			(10,11-dihydro-5H-dibenzo[a,d]cycl ohepten-5-ylidene)-N-methyl- (CAS)			
			\$§ 1-(3'-METHYLAMINOPROPYLIDINE)-			
			2,3:6,7-DIBENZCYCLOHEPTANE §§ Ateb en §§ Avantyl §§ Lumbeck §§ Aventy			
			1 §§ Noritren §§ Psychostyl §§ Des itriptilina §§ No			
2	1.06	0.04	C:\Database\wiley7n.l			
			Benzeneethanamine, 4-fluoro-.beta.	93819	103439-06-1	72
			,3-dihydroxy-N-methyl-			
			2,5-Dimethoxy-4-(methylsulfone)amp	216925	146724-75-6	72
			hetamine			
			3-Ethoxyamphetamine	85158	135014-86-7	72
3	1.25	0.04	C:\Database\wiley7n.l			
			Acetaldehyde	207	000075-07-0	9
			Acetaldehyde (CAS) §§ Ethanal §§ A	206	000075-07-0	9
			cetaldeyde §§ Ethyl aldehyde §§ Ac			

			etic aldehyde \$\$ CH3CHO \$\$ Acetaldehyde \$\$ Aldehyde acetique \$\$ Aldeide acetica \$\$ NCI-C56326 \$\$ Octowy aldehyd \$\$ Acetylaldehyde \$\$ Rcr waste number U001 \$\$ UN 1089		
			3(2H)-Furanone, dihydro-2-methyl-(CAS) \$\$ 2-METHYL-3-OXO-TETRAHYDROFURAN \$\$ Dihydro-2-methyl-3-furane \$\$ 2-Methyltetrahydrofuran-3-one \$\$ 2-Methyl-3-ketotetrahydrofuran \$\$ 2-methyltetrahydro 3-furanone \$\$ Dihydro-2-methyl-3(2H)-furanone \$\$ 2-Methyl-4,5-	8023	003188-00-9 9
4	1.55	0.32	C:\Database\wiley7n.l 2-Propanone, 1-hydroxy- (CAS) \$\$ Acetol \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetylcarbinol \$\$ Acetone alcohol \$\$ Methanol, acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propanone \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxypropanone \$\$ HYDROXYACETONE \$\$ 2-PROPANONE, 1-HYDROXY- 2-Propanone, 1-hydroxy- 2-Propanone, 1-hydroxy- \$\$ Acetol \$\$ CH3C(O)CH2OH \$\$ Hydroxyacetone \$\$ Acetone alcohol \$\$ Acetylcarbinol \$\$ Hydroxypropanone \$\$ Methanol, acetyl- \$\$ 1-Hydroxy-2-propanone	1980	000116-09-6 80
				1977	000116-09-6 80
				1978	000116-09-6 80
5	1.60	0.23	C:\Database\wiley7n.l 1-Propanol, 3-amino- 4-Nitro-3-oxobutyric acid, ethyl ester Propanedioic acid, oxo-, diethyl ester \$\$ Mesoxalic acid, diethyl ester \$\$ Diethyl mesoxalate \$\$ Diethyl oxomalonate \$\$ Ethyl mesoxalate \$\$ Diethyl ketomalonate \$\$ Ketomonic acid diethyl ester	2217 79400 77923	000156-87-6 000000-00-0 000609-09-6 9
6	1.75	0.13	C:\Database\wiley7n.l Oxiranemethanol, (S)- \$\$ (S)-(-)-Glycidol Oxiranemethanol (CAS) \$\$ Glycidol \$\$ Glycidyl alcohol \$\$ Epihydrin alcohol \$\$ Allyl alcohol oxide \$\$ 2,3-Epoxy-1-propanol \$\$ 1-Propanol, 2,3-epoxy- \$\$ 2-(Hydroxymethyl)oxirane \$\$ 3-Hydroxypropylene oxide \$\$ 1,2-Epoxy-3-hydroxypropane \$\$ 1-Hydroxybutanol (CAS) \$\$ Cyclobutyl hydroxide	2000 1983 1693	060456-23-7 56 000556-52-5 56 002919-23-5 40
7	1.84	1.28	C:\Database\wiley7n.l Propylene Glycol \$\$ 1,2-Propanediole \$\$.alpha.-Propylene glycol \$\$ M	2328	000057-55-6 90

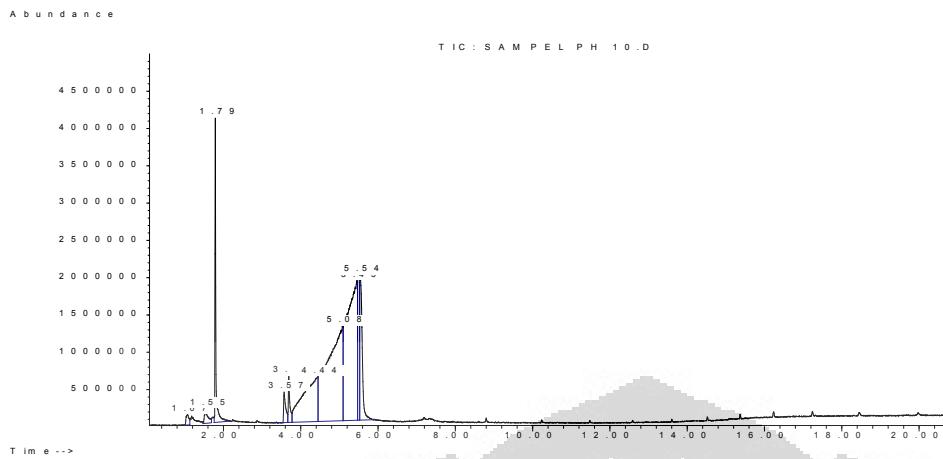
			ethyl glycol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methylethylene glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ Sirlene e \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ 1,2-Propanol Glycol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ 2,3-Propane	
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glycol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Methylethylene glycol Propylene Glycol	2330 000057-55-6 90
				2329 000057-55-6 78
8	3.60	0.41	C:\Database\wiley7n.l Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione Benzyl nitrile Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione	17148 017374-18-4 50 17316 000140-29-4 47 17146 017374-18-4 47
9	3.72	0.58	C:\Database\wiley7n.l Silane, trimethyl[(1-methylpentyl)oxy]- trimethylsilyl ester of acetic acid Acetic acid, (trimethylsilyl)- \$\$ (Trimethylsilyl)acetic acid	78587 017888-63-0 35 27708 000000-00-0 35 27703 002345-38-2 35
10	4.53	3.21	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin	5458 000056-81-5 78 5460 000056-81-5 59 5456 000056-81-5 59
11	4.63	0.63	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin Glycerin \$\$ 1,2,3-Propanetriol \$\$ Glycerol \$\$ Glycerine \$\$ Glycerito 1 \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysanin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin \$\$ 90 Technical glycerin \$\$ Dagralax \$\$ Glycerin, anhydrous \$\$ Glycerin, s	5458 000056-81-5 64 5461 000056-81-5 64 5459 000056-81-5 56
12	5.98	22.36	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Glycerin	5458 000056-81-5 90 5456 000056-81-5 74

			ceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin			
			Glycerin	5461	000056-81-5	50
13	6.13	5.11	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glycerine \$\$ 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glycerite 1 \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin \$\$ 90 Technical glycerin \$\$ Dagralax \$\$ Glycerin, anhydrous \$\$ Glycerin, s	5458 5456	000056-81-5 000056-81-5	90 56
				5459	000056-81-5	45
14	6.40	11.08	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glycerine \$\$ 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glycerite 1 \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin 1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R®,R®)]- \$\$ Erythritol	5458 5456	000056-81-5 000056-81-5	83 56
				19500	002319-57-5	50
15	7.21	54.11	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin Glycerin \$\$ 1,2,3-Propanetriol \$\$ Glycerol \$\$ Glycerine \$\$ Glycerite 1 \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysatin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin \$\$ 90 Technical glycerin \$\$ Dagralax \$\$ Glycerin, anhydrous \$\$ Glycerin, s	5458 5461 5459	000056-81-5 000056-81-5 000056-81-5	83 50 42
16	8.21	0.36	C:\Database\wiley7n.l Pregna-3,5-dien-20.alpha.-ol, TMS Flouxuridine 1H-Indole, 1-(tetrahydro-2-furanyl)- (CAS) \$\$ 1-(2'-TETRAHYDROFURANYL) INDOLE	315505 180559 96725	000000-00-0 000050-91-9 050640-00-1	42 32 25

17 16.25 0.05 C:\Database\wiley7n.l
Silicone grease, Siliconfett 392047 000000-00-0 60
6-methylthio[1]benzothieno[2,3-c]q 226895 115172-84-4 43
uinoline \$\$ 5-methyl[1]benzothieno
[2,3-c]quinolin-6(5H)thione \$\$ Ben
zothieno[2,3-c]quinoline, 6-(methy
lthio)- (CAS)
1,2,4-Benzenetricarboxylic acid, 4 242233 043049-07-6 27
-butyl 1,2-dimethyl ester \$\$ 1,2-D
imethyl-4-butyl trimellitate

18 17.26 0.04 C:\Database\wiley7n.l
Silicone grease, Siliconfett 392047 000000-00-0 58
Iron, monocarbonyl-(1,3-butadiene- 350342 109007-87-6 43
1,4-dicarbonic acid, diethyl ester
) a,a'-dipyridyl \$\$ IRON, (2,2'-BI
PYRIDINE-N,N')CARBONYL[(2,3,4,5-.E
TA.)-DIETHYL 2,4-HEXADIENEDIOATE \$
\$ SILIKONFETT SE30 (GREVELS)
Octasiloxane, 1,1,3,3,5,5,7,7,9,9, 379834 019095-24-0 38
11,11,13,13,15,15-hexadecamethyl-

UMUM.M Tue May 31 12:38:12 2011



Library Search Report

Data Path : G:\DATA INJEK MULAI 5 MARET 2010\MAHASISWA\S2 UI\DONA SULISTIA\
 Data File : SAMPEL PH 10.D
 Acq On : 31 May 2011 12:00
 Operator : DONA SULISTIA
 Sample : SAMPEL PH 10
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

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

Unknown Spectrum: Apex

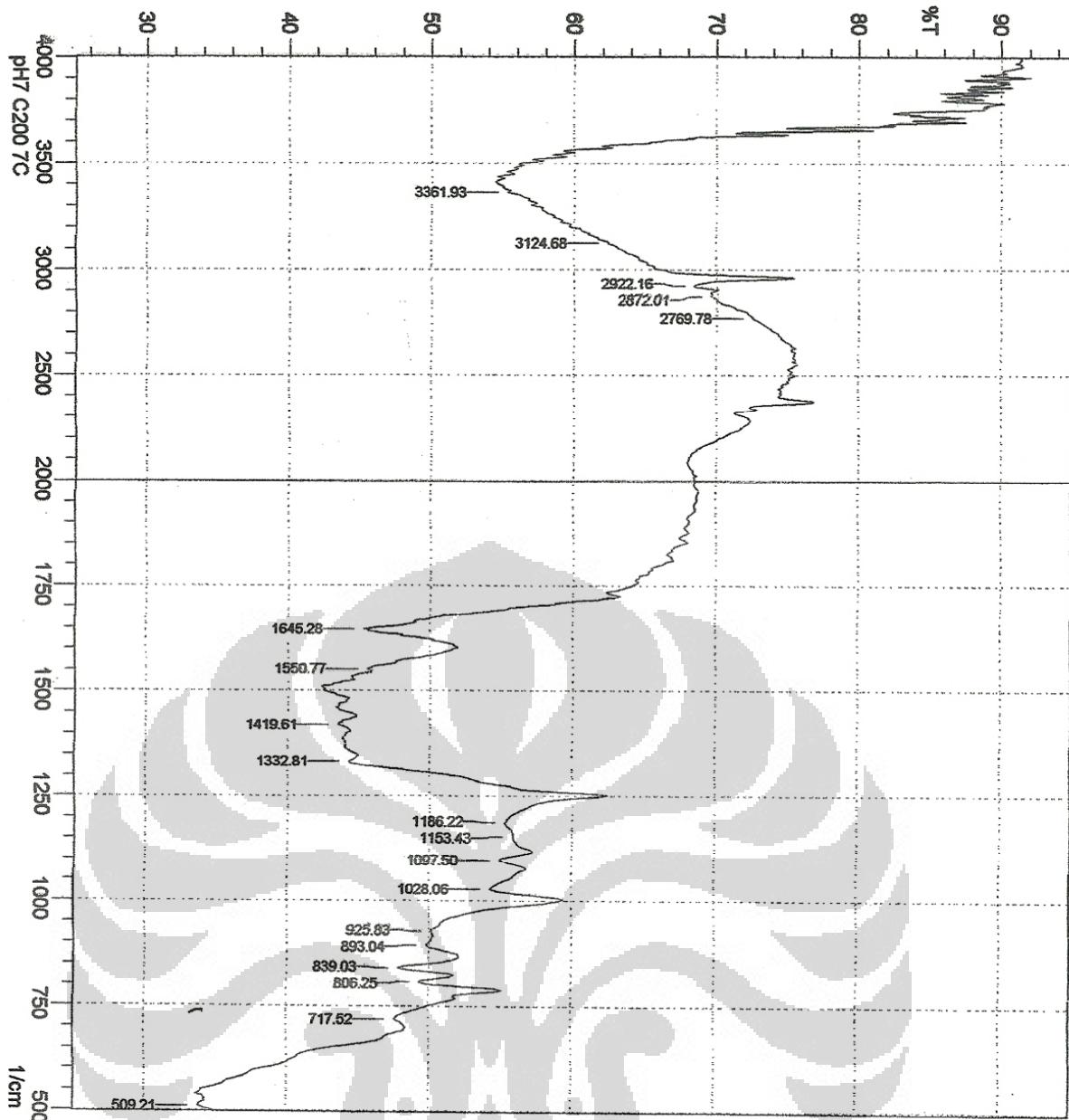
Integration Events: Chemstation Integrator - EVENT.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	1.07	0.63	C:\Database\wiley7n.l			
			Benzeneethanamine, 4-fluoro-.beta., 3-dihydroxy-N-methyl-	93819	103439-06-1	64
			Benzyl alcohol, .alpha.- (1-aminoethyl)-m-hydroxy-, (-)-N-Acetyl-2-propoxyamphetamine	69018	000054-49-9	64
				166353	000000-00-0	64
2	1.55	1.00	C:\Database\wiley7n.l			
			2-Propanone, 1-hydroxy-	1979	000116-09-6	10
			Oxirane, 2,3-dimethyl-, cis- \$\$\$\$ Butane, 2,3-epoxy-, cis- \$\$\$\$ cis-2-Butene Epoxide \$\$\$\$ cis-2-Butene Oxide \$\$\$\$ cis-2-Butylene Oxide \$\$\$\$ cis-2,3-Dimethyloxirane \$\$\$\$ cis-2,3-Epoxybutane \$\$\$\$ 2,3-Epoxybutane	1677	001758-33-4	9
			Methyl (E)-3-acetoxy-4-nitro-2-butenoate \$\$\$\$ 2-Butenoic acid, 3-(acetyloxy)-4-nitro-, methyl ester, (E)- (CAS)	118692	087731-01-9	9
3	1.79	5.51	C:\Database\wiley7n.l			
			Propylene Glycol \$\$\$\$ 1,2-Propanedio 1 \$\$\$\$.alpha.-Propylene glycol \$\$\$\$ M	2328	000057-55-6	90

			ethyl glycol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methylethylene glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ Sirlene e \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ 1,2-Propylene Glycol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ 2,3-Propane		
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glycol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Methylethylene glycol	2330	000057-55-6 83
			1,2-Propanediol (CAS) \$\$ Propylene glycol \$\$ PG 12 \$\$ 1,2-PROPANDIOL \$\$ Sirlene \$\$ 2,3-Propanediol \$\$ 2-Hydroxypropanol \$\$ Methylethyl glycol \$\$ Methyl glycol \$\$ Monopropylene glycol \$\$ 1,2-Propylene glycol \$\$ 1,2-Dihydroxypropane \$\$ Methylethylene glycol	2331	000057-55-6 78
4	3.57	1.34	C:\Database\wiley7n.l 1-Methoxy-5-trimethylsilyloxyhexan Tetrahydro-1,3-oxazine-2-thione 2,3-Butanediol, O-(trimethylsilyl) -, monoacetate	120076	000000-00-0 50
5	3.69	1.53	C:\Database\wiley7n.l Silane, trimethylpropoxy-Silane, trimethylpropoxy- (CAS) \$\$ 1-PROPANOL TMS-ETHER \$\$ Trimethyl-n-propoxysilane \$\$ Propoxytrimethylsilane \$\$ Trimethylpropoxysilane cis-4-Hepten-1-al diethyl acetal \$ 3-Heptene, 7,7-diethoxy-, (Z)- \$ 1,1-Diethoxy-cis-4-heptene	27993	001825-63-4 38
6	4.44	13.94	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysanin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propantriol \$\$ Synthetic glycerin Glycerin	5458	000056-81-5 90
				5456	000056-81-5 74
7	5.08	31.12	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin \$\$ 1,2,3-Propanetriol \$\$ Glycerol \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysanin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol	5461	000056-81-5 53
				5458	000056-81-5 90
				5459	000056-81-5 74

		1 \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin \$\$ 90 Technical glycerin \$\$ Dagralax \$\$ Glycerin, anhydrous \$\$ Glycerin, s	
		1,2,3,4-BUTANETETROL	19505 007541-59-5 56
8	5.45 31.29	C:\Database\wiley7n.l 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propatriol \$\$ Synthetic glycerin Glycerin Glycerin	5456 000056-81-5 83 5458 000056-81-5 83 5460 000056-81-5 64
9	5.50 5.62	C:\Database\wiley7n.l Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propatriol \$\$ Synthetic glycerin 1,2,3,4-Butanetetrol, [S-(R@,R@)]- \$\$ Erythritol	5458 000056-81-5 90 5456 000056-81-5 74 19500 002319-57-5 50
10	5.54 8.02	C:\Database\wiley7n.l Glycerin Glycerin 1,2,3-Propanetriol (CAS) \$\$ Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysatin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$ 1,2,3-Trihydroxypropane \$\$ Propatriol \$\$ Synthetic glycerin	5458 000056-81-5 83 5460 000056-81-5 64 5456 000056-81-5 53

UMUM.M Tue May 31 12:38:41 2011



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1 509.21	33.794	0.95	520.78	497.63	10.78	0.165
2 717.52	47.603	1.65	765.74	700.16	20.367	0.62
3 806.25	49.331	3.886	821.68	788.89	9.552	0.613
4 839.03	47.832	3.985	866.04	823.6	12.722	0.622
5 893.04	49.796	0.944	904.61	867.97	10.817	0.149
6 925.83	50.105	1.18	1002.98	916.19	24.139	1.29
7 1028.06	54.325	4.16	1076.28	1004.91	18.068	1.216
8 1097.5	54.948	2.026	1116.78	1078.21	9.737	0.309
9 1153.43	55.806	0.084	1155.36	1118.71	9.16	0.073
10 1186.22	55.256	2.36	1249.87	1161.15	21.992	1.564
11 1332.81	44.33	3.122	1346.31	1251.8	27.606	1.636
12 1419.61	43.595	0.964	1440.83	1404.18	13.037	0.179
13 1550.77	45.497	0.739	1600.92	1546.91	17.025	0.163
14 1645.28	45.342	4.374	1660.71	1602.85	18.183	0.983
15 2769.78	72.525	0.042	2771.71	2679.13	12.314	0.001
16 2872.01	69.575	0.232	2877.79	2796.78	12.213	0.128
17 2922.16	68.417	3.398	2960.73	2902.87	8.996	0.939
18 3124.68	62.391	0.069	3126.61	3051.39	14.824	0.014
19 3361.93	55.283	0.369	3367.71	3331.07	9.217	0.032

Pengaruh pH..., Dona Sulistia Kusuma,

Comment;
pH7 C200 7C

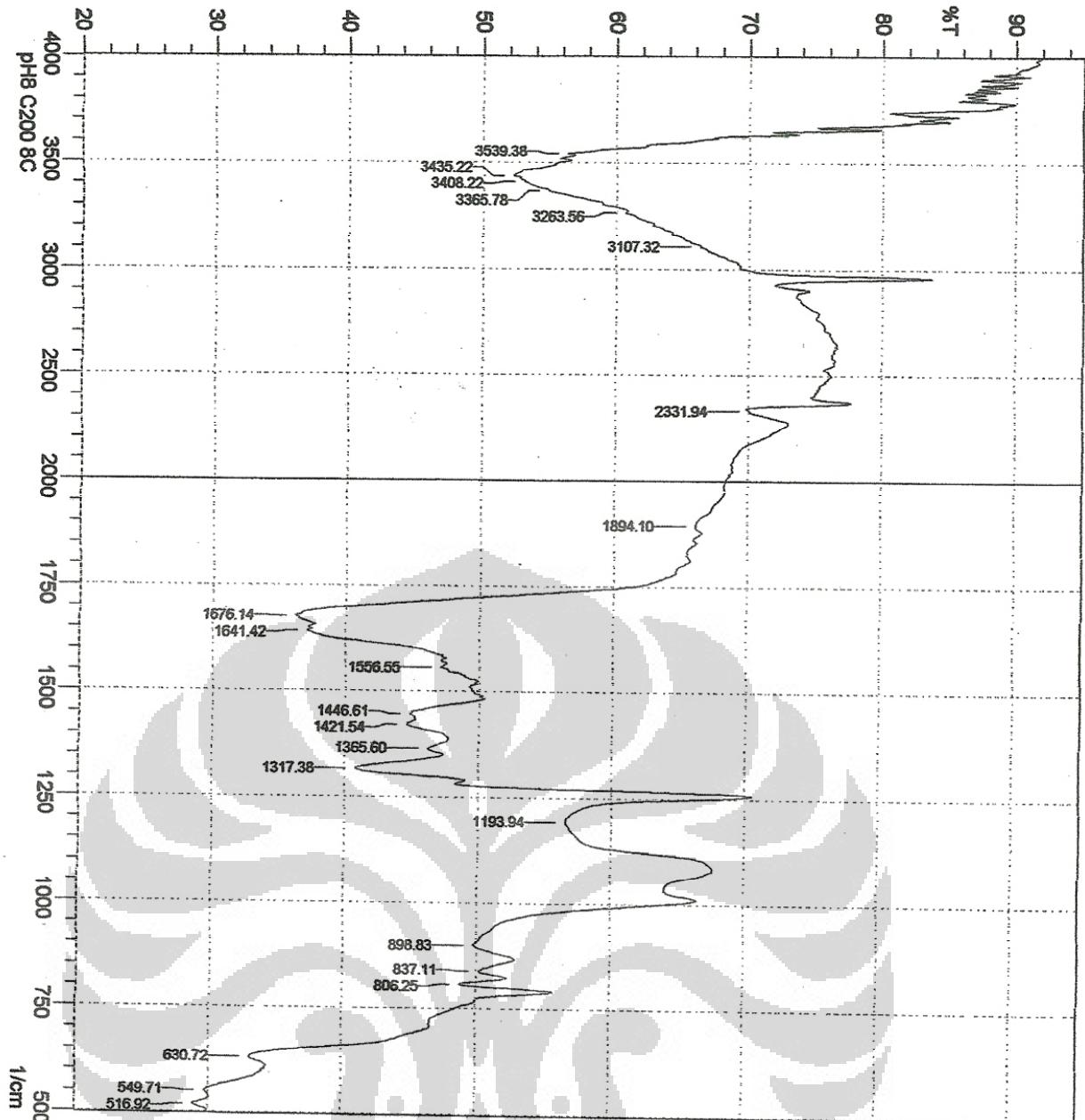
Date/Time; 06/09/2011 12:21:56 PM

No. of Scans;

Resolution;

Apodization;

User; master



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	516.92	28.861	1.128	534.28	503.42	16.377
2	549.71	29.733	0.722	609.51	542	33.43
3	630.72	33.078	3.694	705.95	611.43	38.7
4	806.25	48.816	5.146	821.68	790.81	8.933
5	837.11	50.186	2.179	864.11	823.6	11.777
6	898.83	49.772	6.132	1010.7	866.04	39.507
7	1193.94	56.57	12.87	1257.59	1083.99	38.162
8	1317.38	40.81	7.453	1350.17	1290.38	21.198
9	1365.6	46.275	1.248	1384.89	1352.1	10.78
10	1421.54	44.609	1.177	1431.18	1390.68	13.646
11	1446.61	44.855	1.037	1481.33	1440.83	13.417
12	1556.55	47.172	0.95	1566.2	1525.69	12.79
13	1641.42	37.124	0.93	1645.28	1581.63	23.792
14	1676.14	36.191	5.662	1782.23	1656.85	39.776
15	1894.1	66.102	0.734	1975.11	1878.67	16.733
16	2331.94	70.01	0.217	2335.8	2274.07	8.986
17	3107.32	66.387	0.139	3111.18	3032.1	13.416
18	3263.56	60.716	0.39	3271.27	3213.41	12.142
19	3365.78	54.907	0.172	3367.71	3309.85	14.163
20	3408.22	53.089	0.202	3412.08	3369.64	11.394
21	3435.22	52.24	0.816	3485.37	3429.43	15.299
22	3539.38	56.34	1.514	3574.1	3531.66	9.861

Pengaruh pH..., Dona Sulis

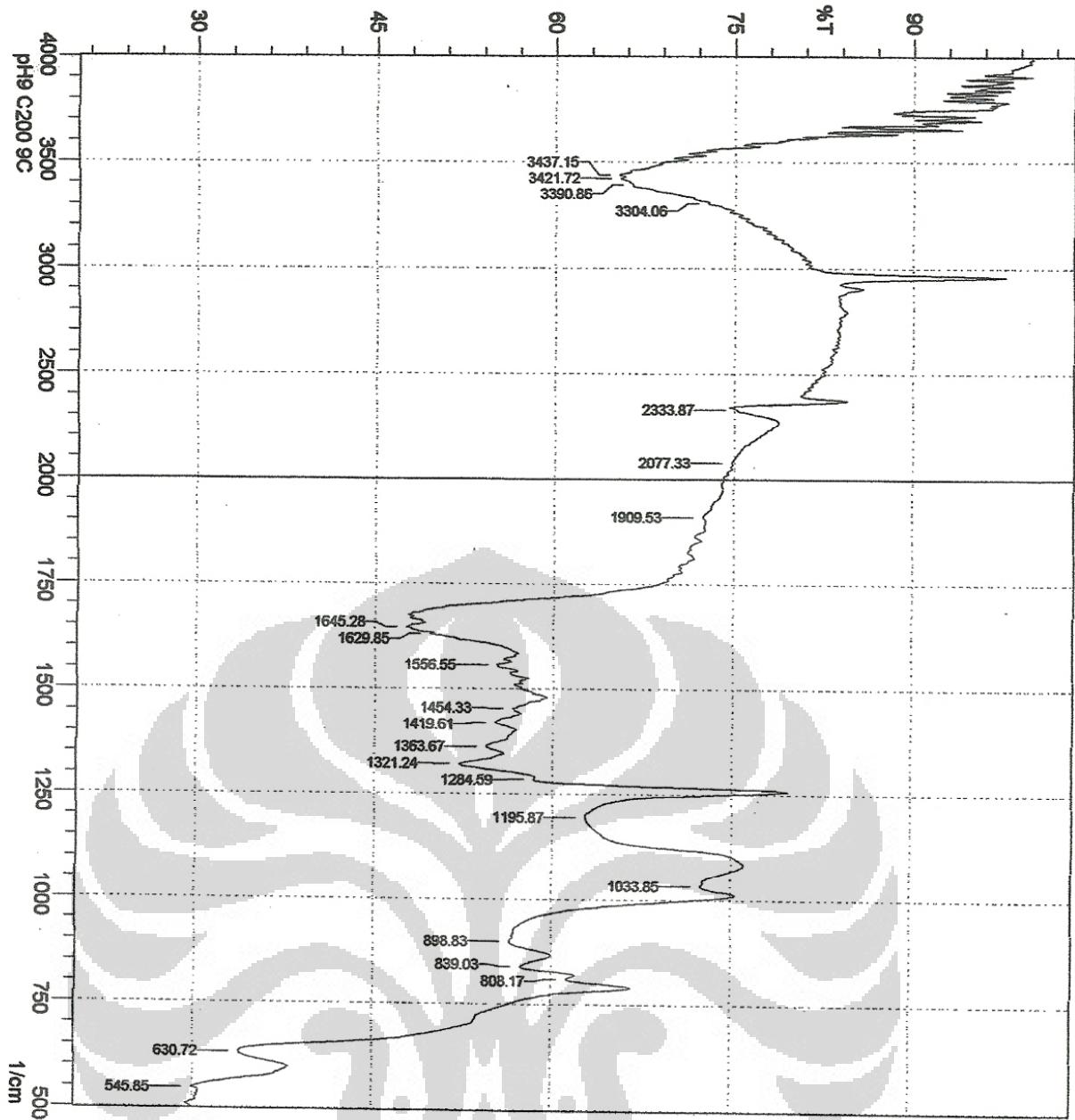
Comment:
pH8 C200 8C

Date/Time: 06/09/2011 12:48:04 PM
No. of Scans:

Resolution:

Apodization:

User: master



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	545.85	29.875	1.337	596	540.07	26.488
2	630.72	33.847	8.951	788.89	597.93	61.595
3	808.17	61.288	2.336	817.82	790.81	5.412
4	839.03	57.409	3.675	866.04	819.75	10.606
5	898.83	56.412	0.887	906.54	867.97	9.227
6	1033.85	72.488	1.011	1043.49	1012.63	4.141
7	1195.87	62.701	15.686	1257.59	1085.92	29.743
8	1284.59	58.387	2.928	1288.45	1259.52	5.263
9	1321.24	52.167	4.877	1346.31	1290.38	14.534
10	1363.67	54.436	1.701	1402.25	1348.24	13.77
11	1419.61	55.115	1.872	1442.75	1404.18	9.699
12	1454.33	56.597	1.183	1481.33	1444.68	8.774
13	1556.55	55.27	1.317	1564.27	1543.05	5.362
14	1629.85	49.721	0.544	1631.78	1585.49	12.409
15	1645.28	47.673	1.866	1654.92	1631.78	7.284
16	1909.53	72.466	0.413	1973.18	1897.95	10.194
17	2077.33	74.823	0.171	2268.29	2073.48	22.716
18	2333.87	75.066	0.216	2337.72	2270.22	7.648
19	3304.06	72.755	0.25	3307.92	3273.2	4.583
20	3390.86	66.408	0.163	3392.79	3329.14	10.354
21	3421.72	65.382	0.435	3427.51	3406.29	3.874
22	3437.15	65.294	0.617	3452.58	3429.43	4.232

Pengaruh pH..., Dona Sulfit

Comment:
pH9 C200 9C

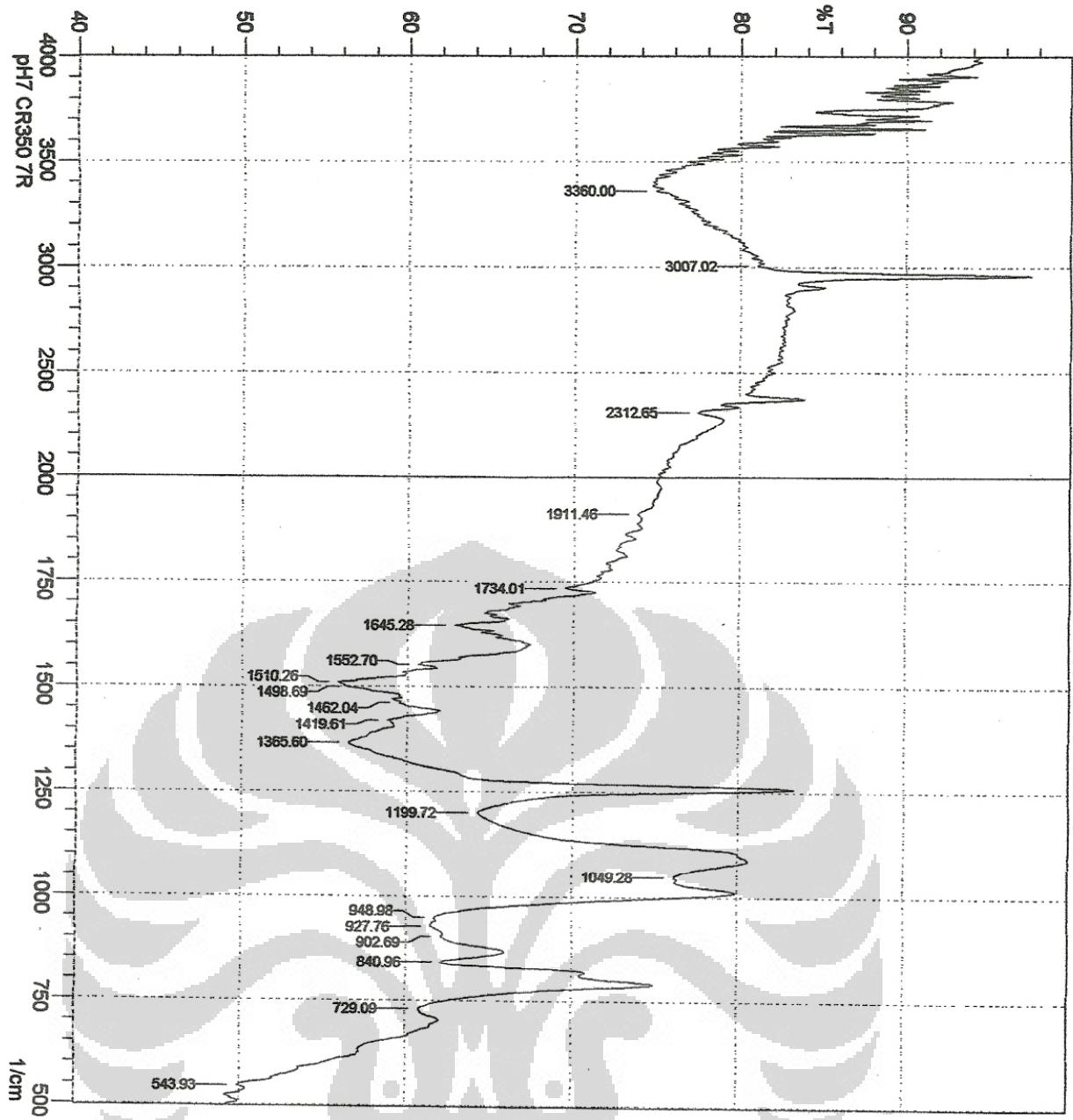
Date/Time: 06/09/2011 12:53:55 PM

No. of Scans:

Resolution:

Apodization:

User: master



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	543.93	49.898	0.847	561.29	538.14	6.867
2	729.09	60.813	5.003	788.89	704.02	16.429
3	840.96	62.177	6.157	864.11	817.82	8.575
4	902.69	62.107	0.614	908.47	866.04	8.34
5	927.76	61.491	0.471	941.26	910.4	6.459
6	948.98	61.712	1.598	1010.7	943.19	11.486
7	1049.28	76.172	0.703	1087.85	1043.49	4.839
8	1199.72	64.27	18.093	1257.59	1089.78	26.06
9	1365.6	56.512	9.055	1404.18	1259.52	30.944
10	1419.61	58.823	1.392	1440.83	1406.11	7.775
11	1462.04	59.499	0.263	1463.97	1442.75	4.633
12	1498.69	56.167	0.331	1500.62	1481.33	4.571
13	1510.26	55.834	1.166	1529.55	1504.48	6.055
14	1552.7	60.634	1.57	1566.2	1544.98	4.493
15	1645.28	62.894	2.445	1654.92	1633.71	4.153
16	1734.01	69.525	1.827	1757.15	1724.36	4.967
17	1911.46	73.876	0.468	1934.6	1897.95	4.744
18	2312.65	77.439	2.028	2335.8	2276	6.364
19	3007.02	81.024	3.18	3016.67	2962.66	3.877
20	3360	74.857	0.622	3369.64	3331.07	4.721

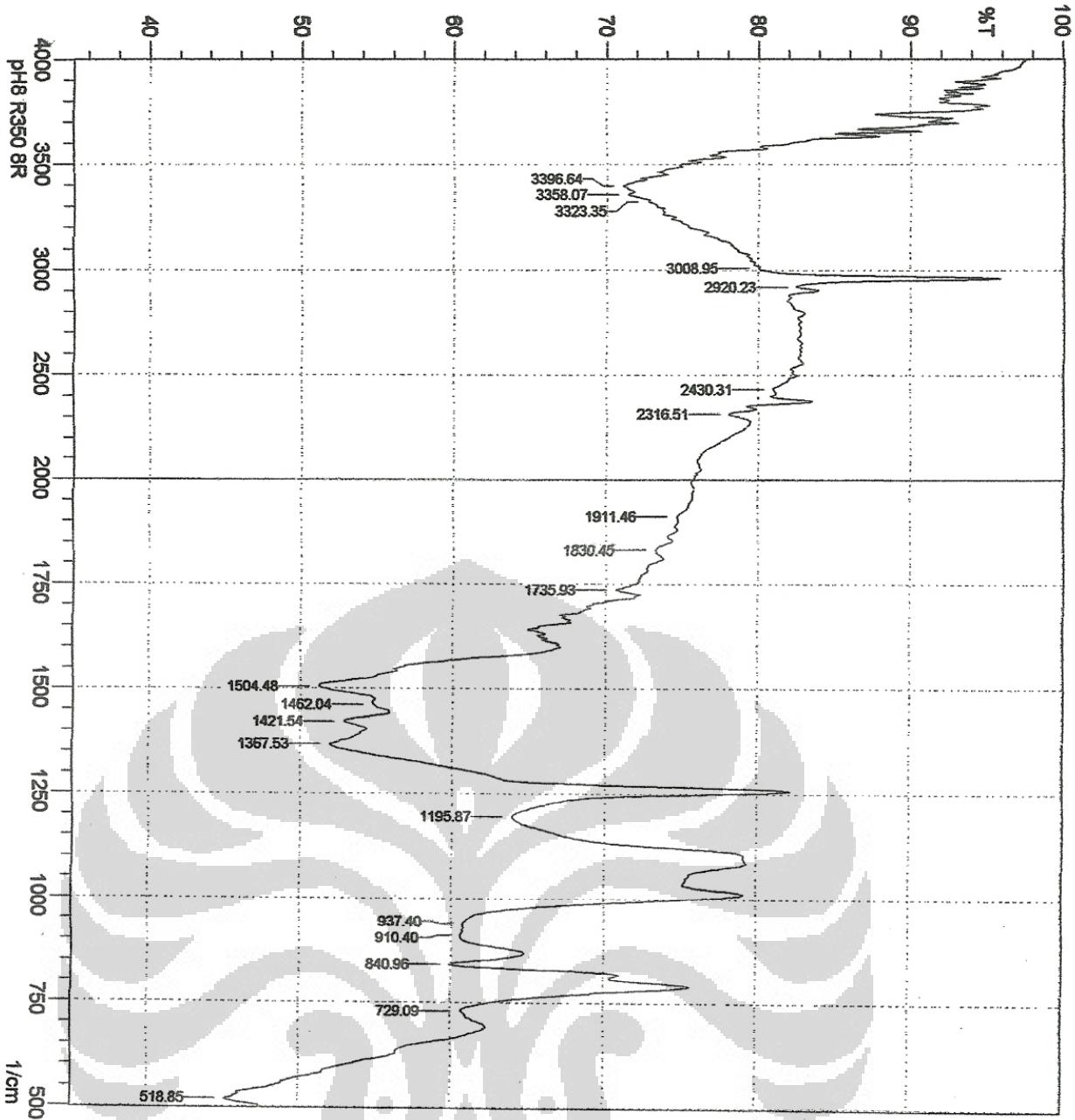
Comment:
pH7 CR350 7R

Date/Time; 06/09/2011 12:41:02 PM
No. of Scans;

Resolution;

Apodization;

User; master



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	518.85	45.214	1.2763	528.5	503.42	8.4623
2	729.09	60.6682	6.8429	788.89	690.52	19.0637
3	840.96	59.9335	8.0382	866.04	817.82	9.3871
4	910.4	60.5643	0.8993	920.05	867.97	10.8497
5	937.4	60.7123	1.7648	1010.7	929.69	14.827
6	1195.87	63.9156	17.0215	1257.59	1103.28	25.075
7	1367.53	51.9771	9.0654	1402.25	1259.52	33.1306
8	1421.54	52.8882	2.1297	1440.83	1404.18	9.86
9	1462.04	54.7314	0.1838	1465.9	1442.75	5.966
10	1504.48	51.2101	4.2582	1543.05	1475.54	18.398
11	1735.93	70.7386	1.407	1755.22	1726.29	4.2216
12	1830.45	73.2336	0.805	1851.66	1811.16	5.4013
13	1911.46	74.7018	0.2215	1959.68	1901.81	7.1553
14	2316.51	78.0664	1.6303	2335.8	2276	6.1903
15	2430.31	80.9869	0.4859	2495.89	2411.02	7.5197
16	2920.23	82.4688	5.006	2960.73	2902.87	4.058
17	3008.95	80.0343	1.8059	3014.74	2962.66	3.9922
18	3323.35	72.71	0.2316	3327.21	3290.56	4.9678
19	3358.07	71.4118	0.6512	3367.71	3329.14	5.5032
20	3396.64	71.0779	0.5993	3427.51	3387	5.8889

Pengaruh pH..., Dona Sulistia K

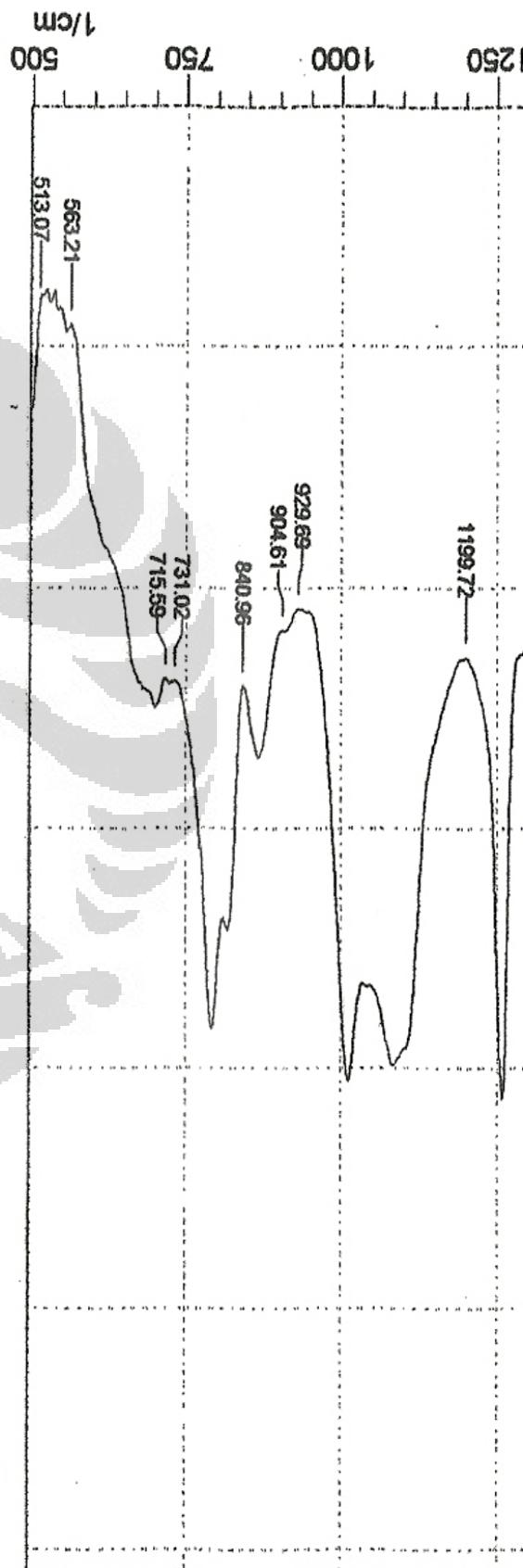
Comment:
H8 R350 8R

Date/Time: 06/09/2011 12:28:45 PM

No. of Scans:
Resolution:

Apodization;
User; master

09/2011 12:34:47 PM



Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)
1	513.07	47.8256	0.6032	514.99
2	563.21	49.0597	0.9313	680.87
3	715.59	63.8149	0.4596	721.38
4	731.02	63.8914	1.7891	788.89
5	840.96	64.1264	6.455	864.11
6	904.61	61.7986	0.2632	906.54
7	929.69	60.8906	0.179	933.55
8	1199.72	62.9221	17.832	1257.59
9	1363.67	58.1207	8.5965	1404.18
10	1465.9	61.0898	0.8127	1473.62
11	1504.48	57.9979	4.1237	1543.05
12	1735.93	68.8417	1.329	1751.36
13	1863.24	71.5927	0.4123	1880.6
14	1913.39	72.4014	0.3679	1959.68
15	2106.27	74.8712	0.1778	2144.84
16	2152.56	75.4819	0.1766	2272.15
17	2318.44	76.0248	1.7614	2335.8
18	2397.52	79.4224	2.0149	2424.52
19	2436.09	79.7772	0.3612	2497.82
20	3018.6	82.2479	3.3728	3032.1