



**HIDROGENOLISIS GLISEROL MENJADI 1,3-
PROPANADIOL DENGAN KATALIS MOLIBDENUM/SILIKA
(Mo/SiO₂) DAN PEREAKSI ASAM FORMAT**

SKRIPSI

Oleh:

Nur Abqoriyah

151810301046

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**HIDROGENOLISIS GLISEROL MENJADI 1,3-
PROPANADIOL DENGAN KATALIS
MOLIBDENUM/SILIKA (Mo/SiO_2) DAN PEREAKSI ASAM
FORMAT**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh:

**Nur Abqoriyah
NIM 151810301046**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Dengan menyebut nama Allah SWT, skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Kedua orang tua tercinta, Ayahanda Imam Bakri, dan Ibunda Siti Lutfiyah yang senantiasa mendukung, memberikan motivasi, kasih sayang, menjadi penyemangat, dan mendidik untuk selalu dekat dengan Allah SWT;
2. Adik tersayang, Amin Akbarinsyah yang juga selalu mendoakan saya serta memberikan semangat;
3. Keluarga terkasih Mbah Putri Wiyatun, Mbah Kakung Nur Choliz, Pakde Mukhlis, dan untuk sosok tak tergantikan yang belum sempat saya bahagiakan Mbah Putri Kasinem;
4. Guru-guru di RA Al-Istiqomah Denpasar, SD Muhammadiyah 2 Denpasar, SMPN 1 Kencong, SMPN 6 Denpasar, SMA A. Wahid Hasyim Tebuireng-Jombang, serta Ustad-Ustadzah di Pondok Pesantren Tebuireng, dan Pondok Pesantren Mahasiswi AL-Husna Jember yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dengan baik dan sabar;
5. Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si dan Tanti Haryati, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing, serta Novita Andarini, S.Si., M.Si dan Dr Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku Dosen Penguji;
6. Almamater tercinta, jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

“Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi manusia lainnya”

*)



* HR. Ahmad, ath-Thabrani, ad-Daruqutni. Hadist ini dihasankan oleh al-Albani di dalam Shahihul Jami'no.3289.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Nur Abqoriyah

NIM : 151810301046

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Hidrogenolisis Gliserol Menjadi 1,3-Propanadiol dengan Katalis Molibdenum/Silika (Mo/SiO₂) dan Pereaksi Asam Format” dalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 29 Juli 2019

Yang menyatakan,

Nur Abqoriyah
NIM 151810301046

SKRIPSI

**HIDROGENOLISIS GLISEROL MENJADI 1,3-
PROPANADIOL DENGAN KATALIS
MOLIBDENUM/SILIKA (Mo/SiO₂) DAN PEREAKSI ASAM
FORMAT**

Oleh:

Nur Abqoriyah

NIM 151810301046

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Tanti Haryati, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Hidrogenolisis Gliserol Menjadi 1,3-Propanadiol dengan Katalis Molibdenum/Silika (Mo/SiO₂) dan Pereaksi Asam Format” karya Nur Abqoriyah telah diuji dan disahkan pada :

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.
NIP 198809242014041001

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP 198010292005012002

Anggota II,

Anggota III,

Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP 197211122000032001

Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si.
NIP 197107031997021001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember,

Drs. Sujito, Ph.D
NIP 196102041987111001

RINGKASAN

Hidrogenolisis Gliserol Menjadi 1,3-Propanadiol dengan Katalis Molibdenum/Silika (Mo/SiO₂) dan Pereaksi Asam Format; Nur Abqoriyah, 151810301046; 2019; 108 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Material katalis berperan penting dalam mengkonversi gliserol menghasilkan 1,3-PDO melalui reaksi hidrogenolisis. Katalis Mo/SiO₂ dikenal sebagai katalis dengan harga murah dan sisi keasaman Bronsted yang tinggi, dimana keasaman Bronsted berpengaruh terhadap pembentukan 1,3-PDO. Sumber hidrogen yang biasa digunakan berasal dari gas hidrogen, namun gas hidrogen memiliki kelemahan sulit tereduksi dan terdifusi, sehingga solusi yang ditawarkan adalah memberikan donor hidrogen dari asam format. Salah satu upaya yang dapat dilakukan untuk meningkatkan konversi gliserol dan selektivitas terhadap 1,3-PDO melalui variasi suhu katalisis dan perbandingan mol asam format. Sehingga pada penelitian ini akan dilakukan variasi suhu katalisis 180, 200, 220, dan 250 °C dengan perbandingan mol gliserol:asam format 1:1; 1:2; dan 1:4. Katalis Mo/SiO₂ yang sudah disintesis, diuji keasaman dengan FTIR-Piridin dan aktivitas katalisisnya dengan menggunakan metode basah (*wet catalyist*). Hasil cairan yang diperoleh dari berbagai variasi selanjutnya dianalisis dan diidentifikasi komponen kimianya dengan menggunakan GC.

Hasil karakterisasi FTIR-Piridin menunjukkan jika 10%Mo/SiO₂ memiliki keasaman Bronsted yang ditunjukkan dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang 1541 cm⁻¹. Analisis yang pertama dilakukan terhadap pengaruh variasi suhu. Semakin tinggi suhu katalisis (180 °C sampai 250 °C) menyebabkan presentase konversi gliserol semakin meningkat yaitu 21,631% sampai 59,291%. Semakin tinggi suhu reaksi dapat menghasilkan jumlah gas H₂ dari asam format yang semakin besar, sehingga jumlah reaksi dengan gliserol semakin banyak. Selektivitas pembentukan

produk 1,3-PDO juga mengalami peningkatan dengan meningkatnya suhu katalisis dari 180 °C sampai 220 °C yaitu 0,068% sampai 0,616%. Namun, semakin tinggi suhu reaksi yaitu 250 °C menyebabkan selektifitas terhadap 1,3-PDO menurun menjadi 0,261% karna banyak terbentuk produk lain. Sedangkan analisis yang diperoleh pada variasi perbandingan mol asam format adalah nilai konversi gliserol menurun dari 40,378% ke 15,512% ketika mol asam format yang digunakan semakin besar (1:4). Selektivitas pembentukan 1,3-PDO menurun pada 1:2 dari 0,616% ke 0,387% dan meningkat menjadi 1,101% saat perbandingan 1:4. Secara teoritis jika jumlah gas H₂ yang terisolasi dalam sistem semakin banyak maka reaksi akan berjalan semakin baik dan nilai konversi gliserol semakin besar, tetapi fakta eksperimen menunjukkan sebaliknya yang dimungkinkan bahwa asam format belum terpecah secara optimal.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka kesimpulan yang diperoleh yakni konversi gliserol semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu dimana konversi tertinggi diperoleh pada suhu 250 °C dengan konversi sebesar 59,291 %. Namun, selektivitas 1,3-PDO tertinggi diperoleh pada suhu 220 °C. Hal ini disebabkan karena pada suhu 250 °C mulai terbentuk produk lain selain 1,3-PDO. Semakin besar mol asam format yang ditambahkan, maka konversi yang diperoleh semakin kecil. Nilai konversi tertinggi diperoleh pada perbandingan 1:1 dengan konversi sebesar 40,378 % dan selektivitas tertinggi pada perbandingan 1:4 dengan selektivitas 1,3-PDO sebesar 1,101%.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT. atas segala rahmat, karunia, dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Hidrogenolisis Gliserol Menjadi 1,3-Propanadiol dengan Katalis Molibdenum/Silika (Mo/SiO₂) dan Pereaksi Asam Format”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan penulis waktu, kesehatan, kesabaran dalam segala hal sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini;
2. Bapak Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Bapak Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., dan Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing yang telah berkenan untuk membimbing dengan sabar, memberikan nasehat, koreksi, kritik dan saran selama penyusunan skripsi ini;
5. Ibu Novita Andarini, S.Si., M.Si., dan Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku Dosen Penguji yang telah berkenan untuk menguji skripsi ini dan memberikan nasehat, koreksi, kritik dan saran untuk pengembangan diri dan menyempurnakan penyusunan skripsi;
6. Ibu Drh. Wuryanti Handayani, M.Si selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
7. Kedua orang tua, Ayahanda Imam Bakri dan Ibunda Siti Lutfiyah yang selalu memberikan dukungan, doa, dan motivasi dari segi materiil maupun non materiil;

8. Diri sendiri yang selalu mempertahankan semangat dalam kondisi baik maupun buruk sehingga mampu bertahan untuk penyelesaian skripsi ini;
9. Sahabatku terkasih, Nujumul Laily, Ahmad Zhulfikri, Novia Dwi Putri, Maysia Berta Rahma Nanda, Cici Desi Septiana, Faradilla Anjani Rohim, Nasrul Amaliyatun Naja, Nihlatur Rahma, Jergian Jodi terimakasih atas doa, bantuan, motiasi, dan semangat yang tak pernah terputus dalam menyelesaikan skripsi ini;
10. Keris Anorganik Ais, Mas Jamal, Mas Nuke, Landep, Okky, Desya, Nuril terimakasih atas motivasi, bantuan, semangat, dan menjadi bagian dari perjalananku;
11. Teman teman “PPM Al-Husna” Mbak Farida, Uyun, Amel, Ririt, Mbak Maya, Mbak Fatma, Mbak Eli, dan Ustadzah Iik terimakasih untuk dorongan dan semangatnya;
12. Keluarga Besar Chryphton, atas kekeluargaan, persaudaraan, motivasi, perhatian, dan pengalaman yang telah diberikan;
13. Semua pihak yang turut membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 29 Juli 2019

Penulis

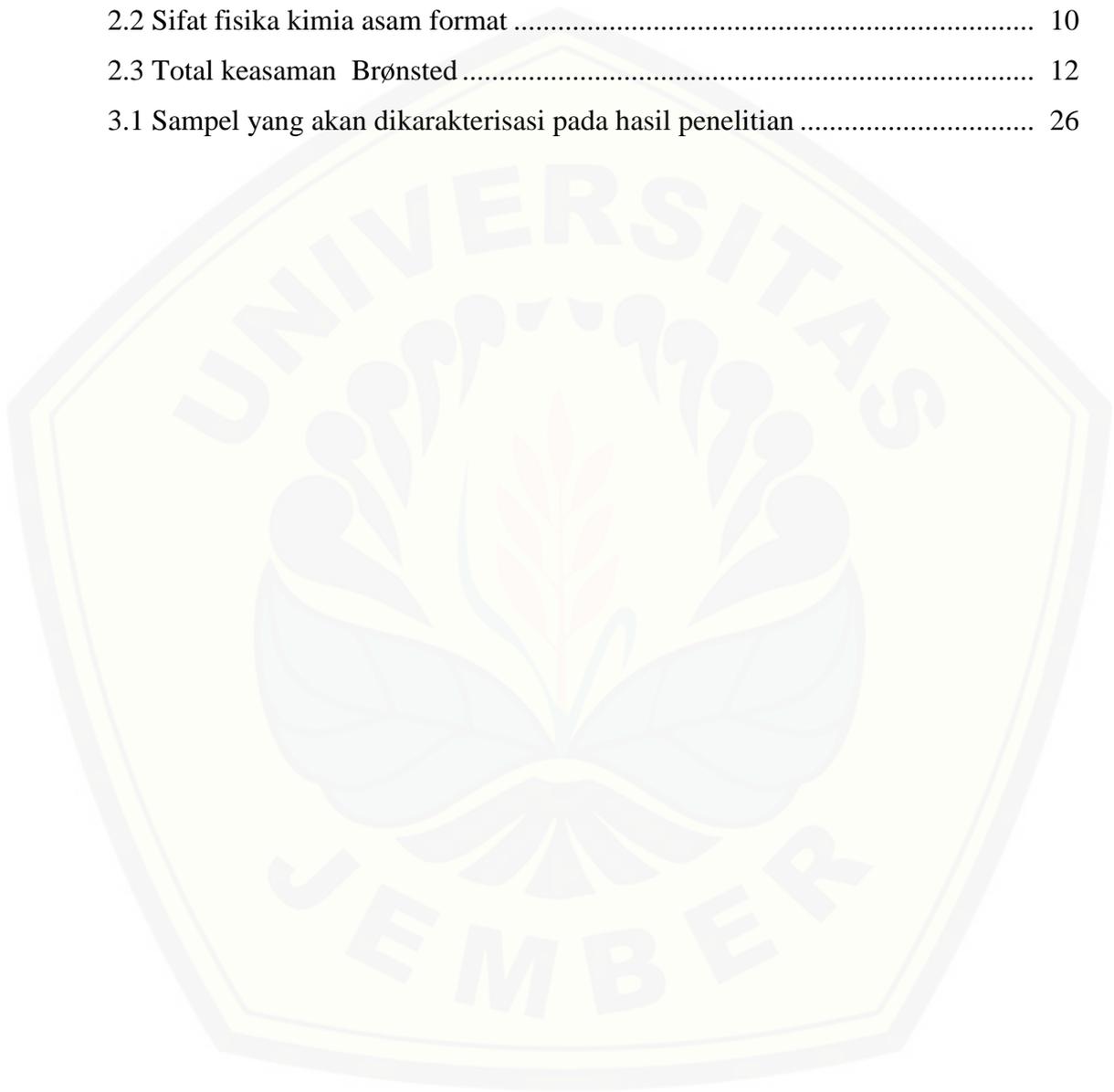
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	I
HALAMAN JUDUL	II
HALAMAN PERSEMBAHAN	III
HALAMAN MOTTO	IV
HALAMAN PERNYATAAN	V
HALAMAN PEMBIMBING	VI
HALAMAN PENGESAHAN	VII
RINGKASAN	VIII
PRAKATA	X
DAFTAR ISI	XII
DAFTAR TABEL	XIV
DAFTAR GAMBAR	XV
DAFTAR LAMPIRAN	XVII
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Gliserol dan konversinya	5
2.2 Hidrogenolisis	6
2.3 Donor Hidrogen dari Asam Format	9
2.4 Katalis	10
2.4.1 Katalis	10
2.4.2 Katalis Mo/SiO ₂	12
2.5 Proses Katalisis	13

2.5.1 Pengaruh suhu.....	13
2.5.2 Pengaruh rasio H ₂ :gliserol	15
2.6 Fourier Transform Infra-Red (FT-IR) Mo/SiO₂.....	16
2.7 Gass Chromatography (GC)	18
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN.....	20
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Diagram Alir Penelitian	24
3.4 Rancangan Eksperimen	25
3.4.1 Sintesis katalis 10% Mo/SiO ₂	25
3.4.2 Karakterisasi Katalis Mo/SiO ₂ dengan FT-IR Piridin.....	25
3.4.3 Proses Katalisis	25
3.4.4. Tabulasi data sampel yang akan dilakukan karakterisasi selama penelitian.....	26
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	28
4.1 Konversi Gliserol dan Selektivitas 1,3-PDO Berdasarkan Variasi Suhu	28
4.2 Konversi Gliserol dan Selektivitas 1,3-PDO Berdasarkan Perbandingan Jumlah Mol	32
BAB 5. PENUTUP	36
5.1 Kesimpulan	36
5.2 Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN.....	36

DAFTAR TABEL

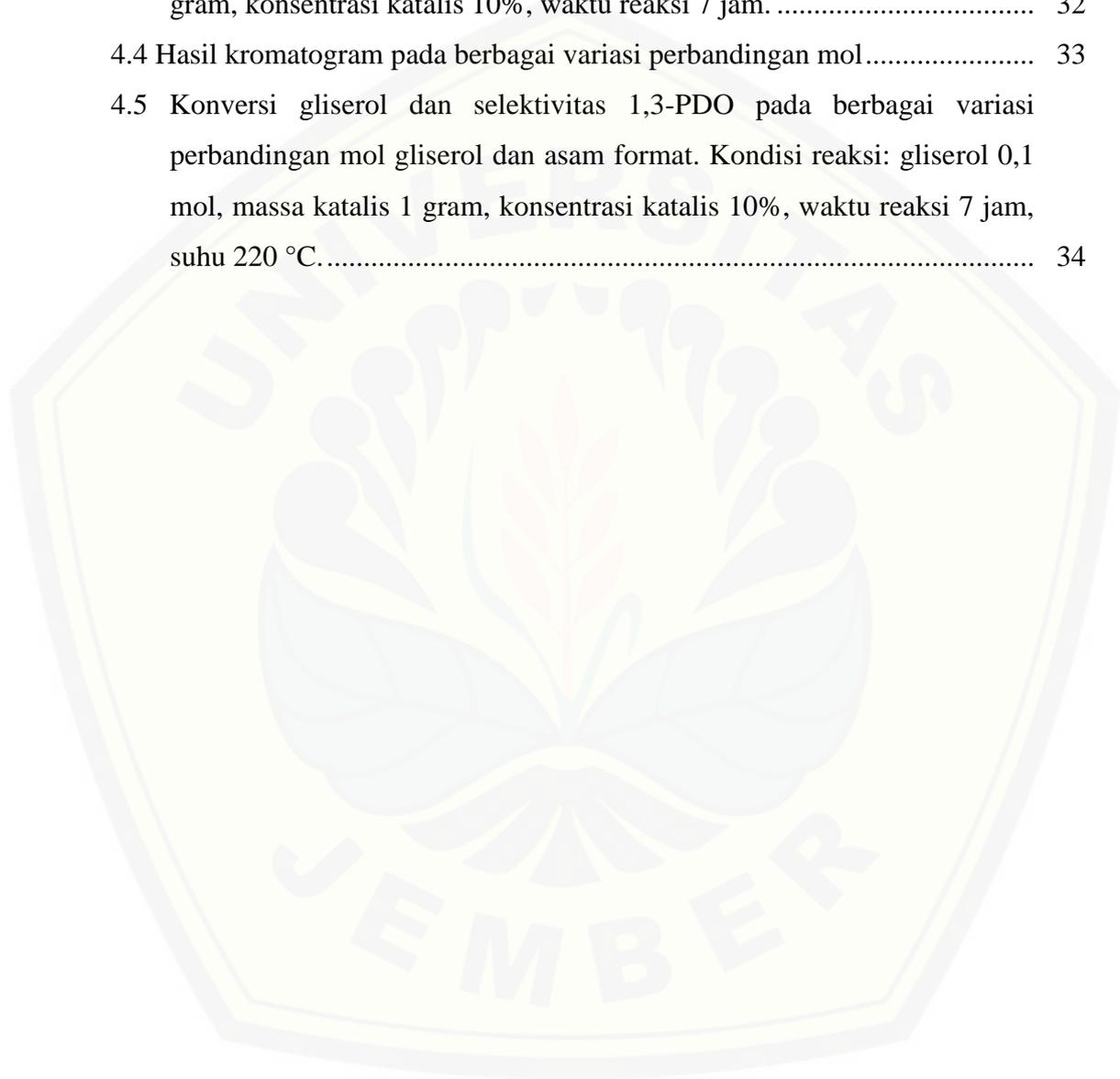
	Halaman
2.1 Sifat fisika-kimia gliserol pada 20 °C	5
2.2 Sifat fisika kimia asam format	10
2.3 Total keasaman Brønsted	12
3.1 Sampel yang akan dikarakterisasi pada hasil penelitian	26



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur gliserol.....	5
2.2 Skema gliserol dan turunannya	6
2.3 Reaksi dan produk dari hidrogenolisis gliserol.....	7
2.4 Mekanisme pembentukan 1,2-PDO dan 1,3-PDO dari gliserol.....	8
2.5 Reaksi pembentukan propanol dari gliserol.....	9
2.6 Struktur Asam Format.....	9
2.7 Diagram energi reaksi	11
2.8 Skematik interaksi piridin dengan (a) asam Lewis (b) asam Brønsted.....	13
2.9 Konversi gliserol dan selektifitas 1,2-PDO pada suhu yang berbeda Kondisi reaksi: 5 mmol, H ₂ O 10 mL, HCOOH 5 mmol, 0,5 Mpa, n _{gliserol} /n _{metal} 10, 5 jam.....	14
2.10 Konversi gliserol dengan berbagai suhu. Kondisi reaksi: 60 wt% gliserol/H ₂ O, 3 mL katalis, H ₂ 60 bar	14
2.11 Pengaruh rasio H ₂ :gliserol pada konversi dan selektivitas produk dengan katalis Mo/SiO ₂ pada 325 °C. Kondisi reaksi: 60 wt% gliserol/H ₂ O, 60 bar H ₂ O.	15
2.12 Konversi gliserol dan selektifitas 1,2-PDO dengan perbedaan rasio molar asam format dan gliserol. Kondisi reaksi: 5 mmol gliserol, H ₂ O 10 mL, 0,5 Mpa N ₂ , n _{gliserol} /n _{metal} = 10, 200 °C, 5 jam.....	16
2.13 Spektra FT-IR dari adsorpsi piridin pada katalis MoO ₃ / SiO ₂ dan MoO ₃ / Ti-Si (A) 1% MoO ₃ /SiO ₂ ; (B) 4% MoO ₃ / SiO ₂ ; (C) 8% MoO ₃ / SiO ₂ ; (D) 16%MoO ₃ / SiO ₂ ; (E) 16%MoO ₃ /4% Ti-Si; (F) 16%MoO ₃ /8% Ti-Si; (G) 16%MoO ₃ /8% Ti-Si.....	17
3. 1 Diagram alir penelitian.....	24
4.1 a. Spektra FTIR 10%Mo/SiO ₂ dan Piridin b. Spektra FTIR-Piridin Mo/SiO ₂ , b. Ilustrasi hipotetik interaksi Mo/SiO ₂ dengan Piridin.....	29

4.2 Hasil Kromatogram: a) larutan standar, b) sampel hasil katalisis pada berbagai macam variasi suhu	30
4.3 Konversi gliserol dan selektivitas 1,3-PDO pada berbagai variasi suhu. Kondisi reaksi: gliserol 0,1 mol, asam format 0,1 mol, massa katalis 1 gram, konsentrasi katalis 10%, waktu reaksi 7 jam.	32
4.4 Hasil kromatogram pada berbagai variasi perbandingan mol.....	33
4.5 Konversi gliserol dan selektivitas 1,3-PDO pada berbagai variasi perbandingan mol gliserol dan asam format. Kondisi reaksi: gliserol 0,1 mol, massa katalis 1 gram, konsentrasi katalis 10%, waktu reaksi 7 jam, suhu 220 °C.....	34



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Perhitungan Preparasi Bahan	36
3.2 Kurva Standar.....	46
4.1 Perhitungan konversi gliserol pada variasi suhu	48
4.2 Perhitungan selektivitas 1,3-PDO pada variasi suhu	50
4.3 Perhitungan konversi gliserol pada variasi perbandingan mol	53
4.4 Perhitungan selektivitas 1,3-PDO pada variasi perbandingan mol.....	54
4.5 FT-IR Piridin 10%Mo/SiO ₂	55
4.6 Kromatogram larutan standar 1-Propanol.....	56
4.7 Kromatogram larutan standar 2-Propanol.....	58
4.8 Kromatogram larutan standar etilen glikol	60
4.9 Kromatogram larutan standar metanol.....	62
4.10 Kromatogram larutan standar 1,2-PDO	64
4.11 Kromatogram larutan standar 1,3-PDO	66
4.12 Kromatogram larutan standar metanol.....	68
4.13 Kromatogram larutan standar gliserol.....	70
4.14 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)....	72
4.15 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)....	74
4.16 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)....	76
4.17 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)....	78
4.18 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)....	80
4.19 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)....	82
4.20 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)....	84
4.21 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)....	86
4.22 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)....	88
4.23 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)....	90
4.24 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)....	92
4.25 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)....	94
4.26 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 1)....	96

- 4.27 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 2)...98
4.28 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 3)..100
4.29 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 1)..102
4.30 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 2)..104
4.31 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 3)..106



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gliserol adalah produk samping dari proses pembuatan biodiesel yang dihasilkan 10% dari total volume biodiesel. Berdasarkan laporan USA tahun 2007 harga gliserol curah hasil samping produksi biodiesel di pasaran \$0,11/Kg (Lee dkk, 2015), karena kemurniannya kurang dari 50% dari berat gliserol dan disertai pengotor berupa air, garam, dan sisanya alkohol (Isahak dkk., 2016). Upaya meningkatkan nilai jual gliserol dapat dilakukan dengan mengubahnya menjadi bahan baku berbasis 1,3-propanadiol (1,3-PDO). Nilai jual 1,3-PDO dipasaran mencapai USD 310 juta pada tahun 2014 dan kemungkinan besar mencapai USD 620 juta pada tahun 2021 (Prnewswire, 2018). Kegunaan 1,3-PDO adalah sebagai bahan baku serat poliester, *films*, dan *coating* (Zhou dkk., 2008).

Telah dikembangkan berbagai macam katalis untuk memproduksi 1,3-PDO dengan selektivitas tinggi. Salah satu jenis katalis yang dapat digunakan adalah katalis berpendukung logam yang terdiri dari logam yang diembankan pada pengemban berupa material berpori. Kelebihan katalis berpendukung logam adalah luas spesifik permukaan katalis besar akibat logam terdispersi secara merata pada permukaan pengemban (Trisunaryanti dkk., 2005).

Salah satu jenis logam yang memiliki aktivitas katalisis untuk mengkonversi gliserol menjadi 1,3-PDO harus memiliki sifat asam Brønsted (Liu dkk., 2007), dan jenis logam yang memiliki syarat tersebut adalah Molibdenum. Aktivitas katalisis logam pada produksi 1,3-PDO ditentukan akibat adanya situs asam Brønsted yang dapat mendehidrasi secara selektif ikatan sekunder karbon hidroksil. Katalis Mo/SiO₂ memiliki persen konversi terhadap gliserol sebesar 45% dan selektivitas 1,3-PDO <5% pada 325 °C, tekanan 6 Mpa selama 24 jam (Shozi dkk., 2016). Penelitian lain yang dilakukan oleh Ma dkk., (2004), katalis Molibdenum/Silika sebagai katalis transesterifikasi dimetil oksalat dan fenol menjadi metil fenil oksalat (MPO) dan difenil oksalat (DPO) memiliki konversi

sebesar 54,6% dan selektivitas sebesar 99,6% pada suhu 180 °C selama 2 jam. Oleh karena itu, Mo/SiO₂ diharapkan dapat digunakan sebagai katalis untuk konversi gliserol menjadi 1,3-PDO.

Pembentukan 1,3-PDO dari gliserol terjadi melalui reaksi hidrogenolisis, dimana terjadi proses pemutusan/pemecahan (*lysis*) ikatan C-O yang dilakukan dengan penambahan penyedia hidrogen (oksigen dihilangkan pada pembentukan H₂O) (Gandarias dkk., 2012). Sumber hidrogen yang banyak digunakan adalah gas hidrogen (H₂), tetapi gas H₂ sulit tereduksi, sulit terdifusi, dan pemberian H₂ berlebih menyebabkan reaksinya berlanjut atau 1,3-PDO yang telah dihasilkan terpecah menjadi mono-alkohol seperti metanol, etanol, 1-propanol, atau 2-propanol (Nakagawa dkk., 2010). Oleh karena itu, diperlukan pemilihan pendonor hidrogen yang dapat diperoleh dari senyawa pendonor atom hidrogen (mekanisme *hidrogen transfer*).

Senyawa kimia yang mampu mendonorkan atom hidrogen dengan mudah salah satunya adalah asam format (Loges dkk., 2010). Aktivitas katalisis yang dilakukan oleh Gandarias dkk., (2012), menggunakan sumber hidrogen berupa asam format pada suhu 220 °C dalam waktu 24 jam mengkonversi gliserol sebesar 90% dengan selektivitas terbentuknya 1,2-PDO 82%. Sedangkan hasil yang diperoleh Yuan dkk., (2013), yang menggunakan suhu 200 °C dan waktu 18 jam menghasilkan konversi sebesar 94% dan selektivitas 1,2-PDO 95%.

Faktor lain yang mempengaruhi proses hidrogenolisis gliserol adalah perbandingan mol dari gliserol dan sumber hidrogen. Reaksi hidrogenolisis dengan asam format dari α -metilbenzil alkohol (MBA) menjadi etil benzena (EB) dengan perbandingan mol 1:4 menghasilkan selektivitas 99,1% dan konversi 100% (Feng dkk., 2009). Penelitian lain yang dilakukan oleh Yuan dkk., (2013), berhasil melakukan hidrogenolisis gliserol dengan selektivitas 1,2-PDO mencapai 96% dengan perbandingan mol asam format dan gliserol sebesar 1:1.

Berdasarkan uraian di atas, salah satu upaya yang dapat dilakukan untuk memaksimalkan proses katalisis adalah dengan melakukan kontrol yang tepat dari kondisi katalisis. Pada penelitian ini akan dilakukan katalisis untuk mengkonversi gliserol menjadi 1,3-PDO dengan katalis Mo/SiO₂. Kondisi katalisis dilakukan

dengan suhu katalisis 180, 200, 220, dan 250 °C dan variasi perbandingan mol gliserol:asam format 1:1, 1:2, dan 1:4 dalam waktu 7 jam. Aktivitas katalisis diamati dari konversi gliserol dan selektivitas terhadap 1,3-PDO dari pembacaan dengan *Gas Chromatography* (GC) .

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah penelitian ini adalah:

1. Bagaimanakah pengaruh suhu terhadap persen selektivitas dan konversi gliserol pada reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi 1,3-PDO?
2. Bagaimanakah pengaruh perbandingan mol gliserol:asam format terhadap persen selektivitas dan konversi gliserol pada reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi 1,3-PDO?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian kali ini adalah

1. Mempelajari pengaruh suhu terhadap persen selektivitas dan konversi gliserol pada reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi 1,3-PDO
2. Mempelajari pengaruh perbandingan mol gliserol:asam format terhadap persen selektivitas dan konversi gliserol pada reaksi hidrogenolisis gliserol menjadi 1,3-PDO

1.4 Batasan Masalah

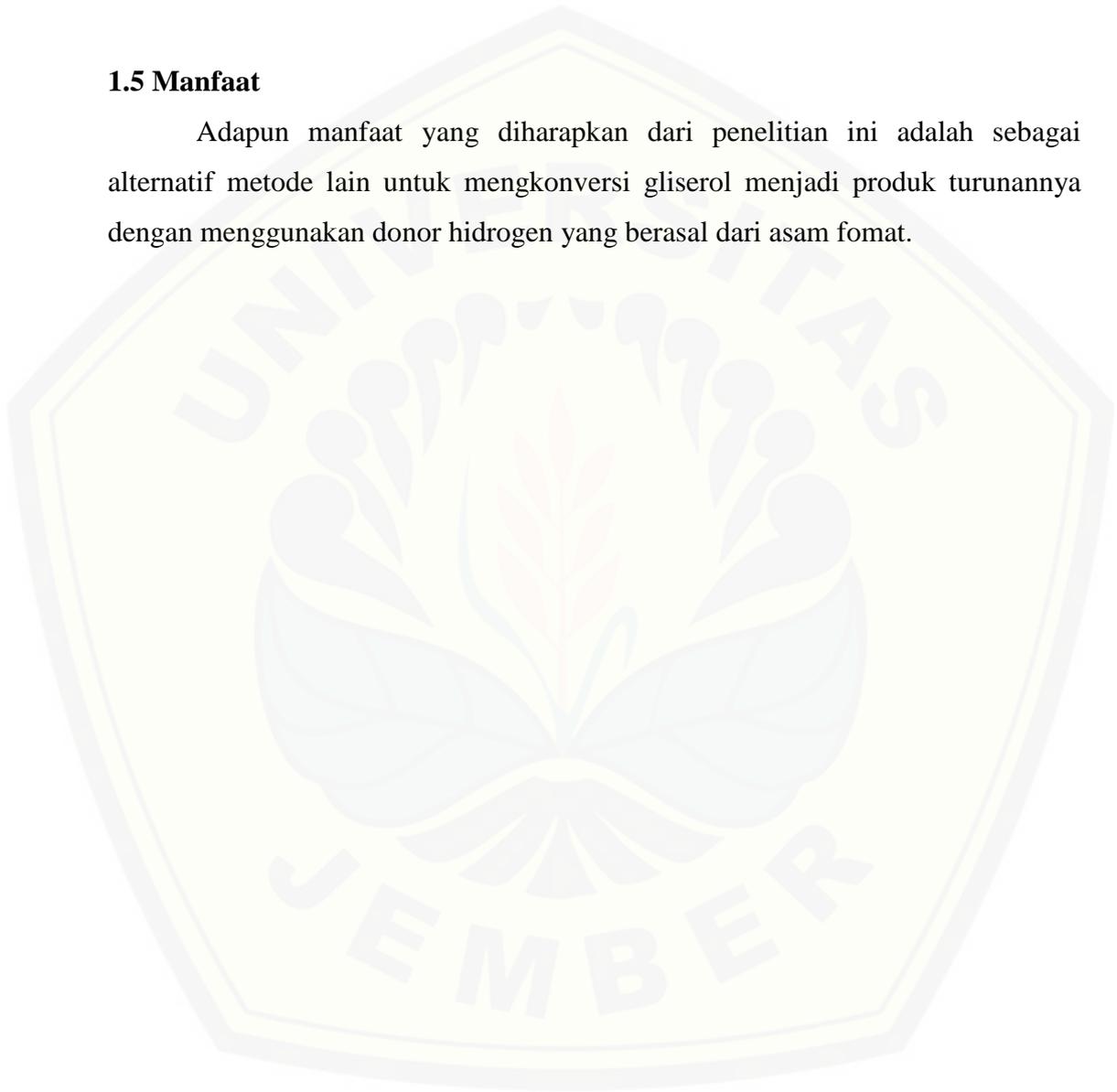
Untuk mempermudah pembahasan dan mengurangi kerancuan dalam menafsirkan masalah dalam penelitian ini, maka perlu adanya batasan masalah sebagai berikut:

1. Silika yang digunakan adalah silika merk
2. Modifikasi Molibdenum dalam Silika melalui metode impregnasi basah selama 12 Jam.

3. Katalis yang digunakan adalah 10% Mo/SiO₂ dengan waktu katalisis 7 jam.
4. Parameter aktivitas katalis ditentukan berdasarkan nilai presentase konversi gliserol dan selektivitas 1,3-PDO.

1.5 Manfaat

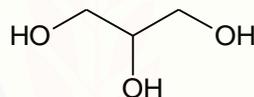
Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai alternatif metode lain untuk mengkonversi gliserol menjadi produk turunannya dengan menggunakan donor hidrogen yang berasal dari asam format.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Gliserol dan konversinya

Gliserol (1,2,3-propanatriol, Gambar 2.1) adalah produk samping dari proses pembuatan biodiesel yang dihasilkan 10% dari total volume biodiesel (Isahak dkk., 2016). Gliserol mengandung tiga gugus hidrofilik yang menyebabkan bersifat higroskopis dan larut dalam air. Gliserol memiliki potensi yang sangat besar ketika dikonversikan terhadap produk turunannya. Gambar 2.1 merupakan struktur dari gliserol. Tiga gugus hidroksil dengan kereaktifan yang berbeda menyebabkan banyak peneliti untuk mendalami mengenai beberapa reaksi gliserol seperti oksidasi, hidrogenolisis, esterifikasi, eterifikasi, dehidrasi dan oligomerasi yang dapat dirancang untuk sejumlah produk yang berguna seperti dalam polimer, agrokimia, dan industri farmasi (Len dan Luque, 2014). Sifat fisika dan kimia gliserol ditunjukkan melalui Tabel 2.1.



Gambar 2.1 Struktur gliserol

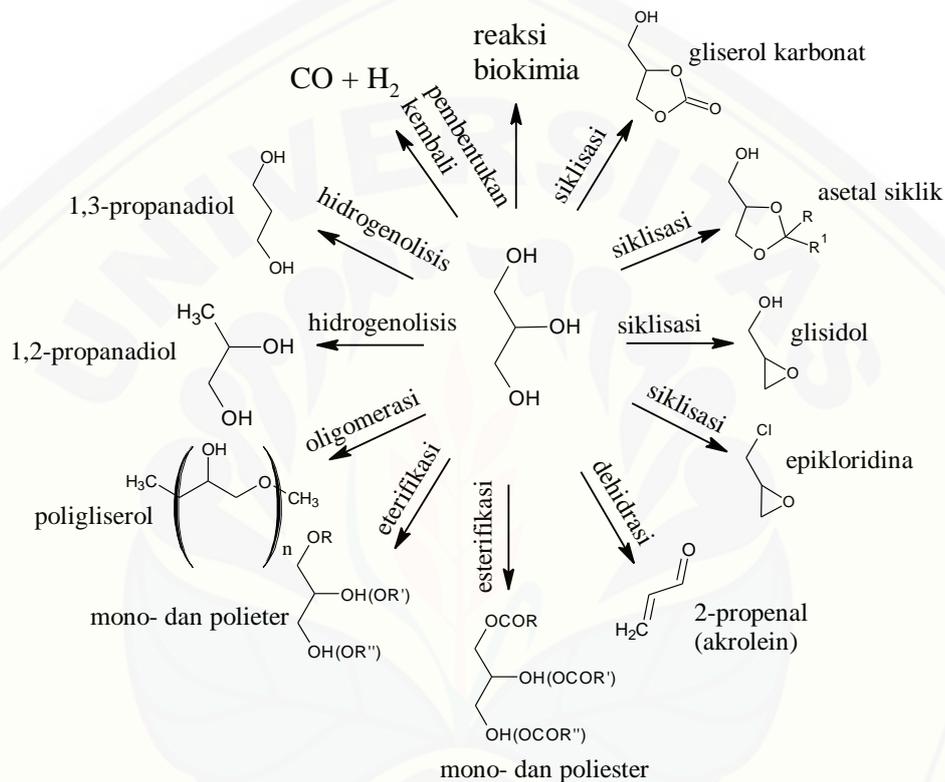
Tabel 2.1 Sifat fisika-kimia gliserol pada 20 °C

Rumus kimia	$C_3H_5(OH)_3$
Massa molekul	92,09382 g/mol
Massa jenis	1,26 g/cm ³
Kelarutan	1,5 Pa.s
Titik leleh	18,2 °C
Titik didih	290 °C

(Sumber: Pagliaro dan Rossi, 2010)

Konversi secara katalitik terhadap gliserol dapat menghasilkan nilai tambah terhadap produk turunannya, seperti akrolein (Watanabe dkk., 2007), asam gliserat (Demirel dkk., 2007), dan propanadiol (1,2-PDO dan 1,3-PDO) yang sangat penting (Dam dkk., 2013). Gliserol dapat dikonversi menjadi berbagai macam turunannya, diantaranya melalui reaksi siklisasi gliserol akan

diubah menjadi gliserol karbonat, asetal siklik, glisidol, dan epikloridin. Dehidrasi gliserol akan menghasilkan akrolein, sedangkan esterefikasi gliserol menghasilkan mono- dan poliester. Gliserol dapat diubah menjadi 1,2-PDO dan 1,3-PDO melalui reaksi hidrogenolisis (Len dan Luque, 2014). Beberapa produk turunan gliserol dan proses yang terjadi didalamnya ditunjukkan melalui skema Gambar 2.2.

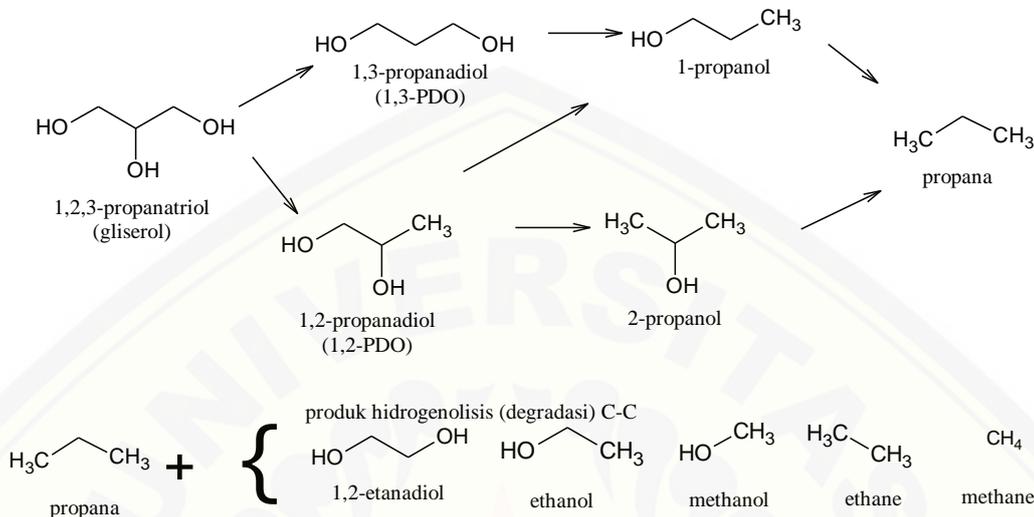


Gambar 2.2 Skema gliserol dan turunannya (Sumber: Len dan Luque, 2014)

2.2 Hidrogenolisis

Hidrogenolisis merupakan proses pemutusan ikatan C-O yang dilakukan dengan penambahan hidrogen (oksigen dihilangkan pada pembentukan H_2O) (Gandarias dkk., 2012). Hidrogenolisis gliserol menjadi propanadiol dapat dilakukan dengan menggunakan hidrogen sebagai reaktan, reaksi ini dipilih karena secara langsung dapat menghasilkan hidrogen dengan sisi aktif yang dapat digunakan sebagai donor hidrogen, seperti asam format (Yuan dkk., 2013). Salah satu hal besar yang sudah dipelajari dari reaksi hidrogenolisis adalah konversi gliserol menjadi propanadiol (PDO). 1,2-PDO merupakan komoditas kimia yang

digunakan untuk resin poliester, detergen cair, farmasi, kosmetik, anti beku, dan lain sebagainya, sedangkan 1,3-PDO dapat digunakan untuk produksi serat poliester khusus, *films* dan *coating* (Zhou dkk., 2008).



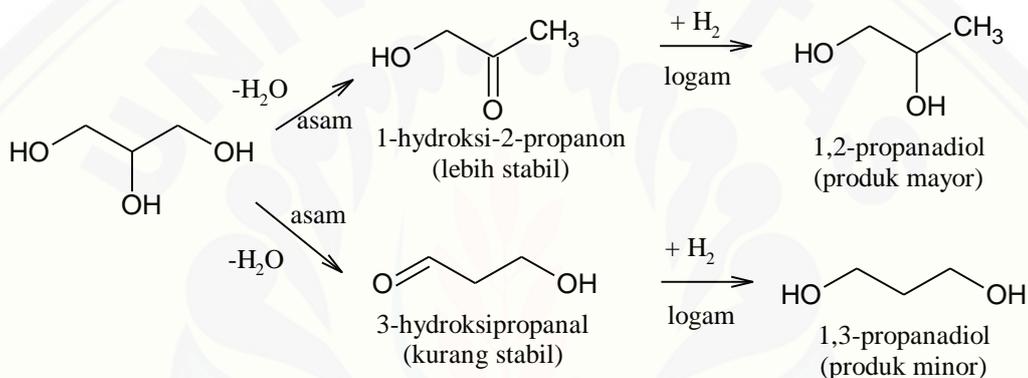
Gambar 2.3 Reaksi dan produk dari hidrogenolisis gliserol (Sumber: Nakagawa dkk., 2014)

Jalur reaksi dan produk dari hidrogenolisis gliserol diringkas dalam Gambar 2.3. Hidrogenolisis C-O gliserol yang pertama menghasilkan 1,2-PDO dan 1,3-PDO. Hidrogenolisis lanjutan akan menghasilkan produk berupa 1-propanol, 2-propanol, dan propana. Hidrogenolisis C-C dari gliserol dapat memberikan produk berupa etilen glikol, etanol, metanol, etana, dan metana (Nakagawa dkk., 2014).

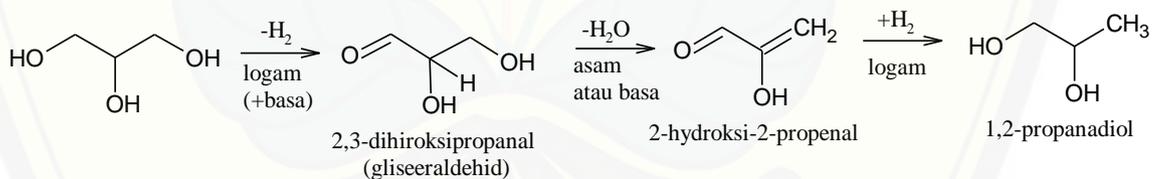
Menurut Nakagawa dan Tomishige (2011), mekanisme hidrogenolisis gliserol menjadi 1,2-PDO memiliki beberapa tipe. Tipe pertama adalah mekanisme dua langkah melalui dehidrasi menghasilkan 1-hidroksi-2-propanon dan hidrogenasi menghasilkan 1,2-PDO yang ditunjukkan melalui Gambar 2.4(a). Produk berupa 1,3-PDO dapat dihasilkan jika pada tahap dehidrasi menghasilkan 3-hidroksiopropanal, namun 1-hidroksi-2-propanon secara umum bersifat lebih stabil dibandingkan 3-hidroksiopropanal, sehingga pada tahap ini produk utama yang dihasilkan adalah 1-hidroksi-2-propanon. Produk samping dari mekanisme ini adalah propanol. Reaksi berlebih dari 1,2-PDO akan menghasilkan propanol (1-propanol dan 2-propanol), sedangkan 1,3-PDO akan menghasilkan 1-propanol.

1-propanol juga bisa dihasilkan dari *double*-dehidrasi gliserol menjadi akrolein dan dua hidrogenasi berikutnya sesuai yang ditunjukkan oleh Gambar 2.5.

Gambar 2.4(b) menunjukkan tipe kedua adalah mekanisme 3 langkah yang terdiri dari dehidrogenasi, dehidrasi, dan hidrogenasi. 2,3-hidroksiopropanal (gliseraldehid), yang terbentuk dari dehidrogenasi gliserol, akan mengalami dehidrasi menjadi 2-hidroksi-2-propenal. Hidrogenasi 2-hidroksi-2-propenal membentuk 1,2-PDO. Reaktivitas dari hidrogen alfa menjadi kunci: masing-masing gugus hidrogen dan hidroksil pada posisi alfa dan beta, dikeluarkan selama proses dehidrasi.

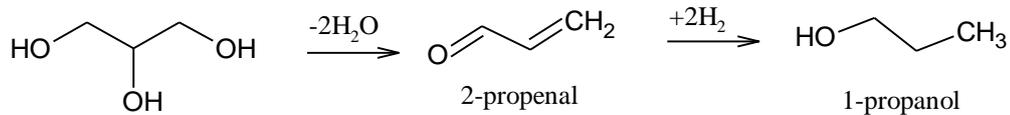


(a) Mekanisme dua langkah (dehidrasi dan hidrogenolisis)



(b) Mekanisme tiga langkah (dehidrogenasi, dehidrasi, dan dehidrogenasi)

Gambar 2.4 Mekanisme pembentukan 1,2-PDO dan 1,3-PDO dari gliserol (Sumber: Nakagawa dkk., 2014)

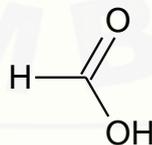


Gambar 2.5 Reaksi pembentukan propanol dari gliserol (Sumber: Nakagawa dkk., 2014)

Faktor yang mempengaruhi reaksi hidrogenolisis salah satunya adalah donor hidrogen. Umumnya, diperlukan tekanan gas H₂ yang tinggi untuk mencapai konversi dan selektivitas yang diinginkan. Kelemahan penggunaan gas H₂ diantaranya adalah sebagian besar gas yang dihasilkan saat ini masih diproduksi dari bahan bakar fosil, sehingga prosesnya bergantung pada fosil. Kelemahan lain dari gas H₂ adalah mudah terbakar karena memiliki difusivitas yang tinggi, sehingga akan menyebabkan bahaya yang cukup besar (Gandarias dkk., 2012). Hidrogen dalam tahap hidrogenolisis dapat dilakukan dari berbagai macam sumber, seperti etanol (Xia dkk., 2013), n-butanol (Dasari dkk., 2005), dan asam format (Yuan dkk., 2013).

2.3 Donor Hidrogen dari Asam Format

Asam format merupakan asam karboksilat yang paling sederhana. Asam format secara alami terdapat pada sengat lebah dan semut, sehingga sering juga disebut dengan asam semut. Asam format dalam suhu ruangan (27 °C) berwujud cair, tidak berwarna, dan berasa asam. Rumus kimia dari asam format dapat dituliskan dengan HCOOH atau CH₂O₂ (Science Lab, 2018). Struktur asam format ditunjukkan melalui Gambar 2.6 sedangkan sifat fisika kimia dari asam format ditunjukkan melalui Tabel 2.2 .



Gambar 2.6 Struktur Asam Format

Tabel 2.2 Sifat fisika kimia asam format

Rumus molekul	HCOOH
Berat molekul	46,03 g/mol
Densitas	1,22 g/mL
Titik leleh	8,4 °C
Titik didih	100 °C
Viskositas	1,57 cP pada 26 °C
Tekanan uap	4,7 kPa

(Sumber: Science Lab, 2018)

Asam format dapat digunakan sebagai bahan penyimpan yang efisien untuk hidrogen (H_2) karena dapat melepaskan hidrogen pada suhu yang rendah dengan menggunakan katalis besi. Asam format dapat dikatalisis untuk menghasilkan hidrogen dan CO_2 . Potensi penggunaan asam format sebagai hidrogen transfer secara katalitik bisa menjadi aplikasi yang sangat penting (Boddien dkk., 2011).

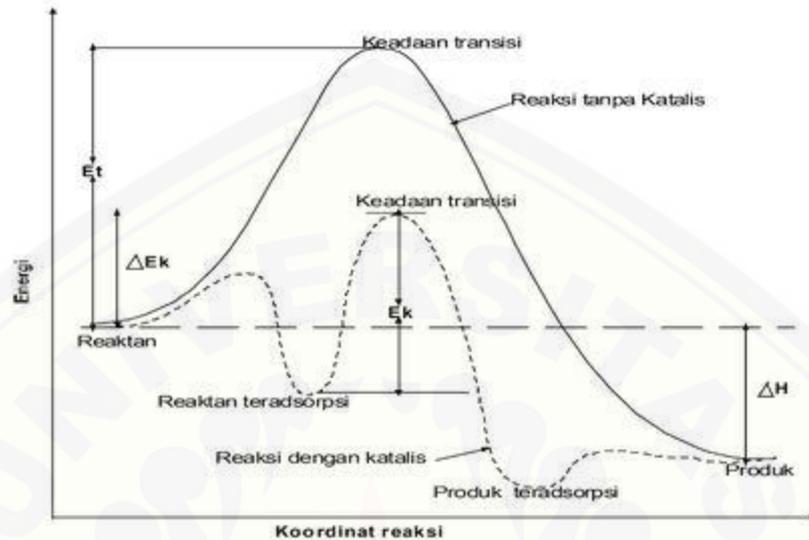
2.4 Katalis

2.4.1 Katalis

Katalis merupakan zat atau bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi agar reaksi tersebut dapat berlangsung dengan cepat. Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi sehingga kecepatan reaksi lebih besar tanpa mempengaruhi harga konstanta kesetimbangan reaksinya. Katalis terlibat dalam sebuah reaksi secara tidak permanen, dimana katalis dan reaktan akan berinteraksi terlebih dahulu sebelum suatu reaksi berlangsung. Produk dari interaksi ini berupa intermediet reaktif yang dapat membentuk produk. Interaksi substrat-katalis dapat terjadi secara homogen (fasa katalis sama dengan fasa reaktan) dan heterogen (fasa katalis berbeda dengan fasa reaktan) (Trisunaryanti, 2018a).

Interaksi katalis dengan reaktan ketika membentuk produk intermediet ditunjukkan melalui Gambar 2.7. Berdasarkan diagram energi ini, dapat diketahui jika awalnya reaktan berdifusi ke permukaan katalis sehingga terjadi adsorpsi dan kemudian terjadi reaksi antara reaktan dan permukaan katalis yang menghasilkan energi aktivasi (E_k). Produk yang terbentuk teradsorpsi ke permukaan katalis dan

selanjutnya terjadi desorpsi produk ke fasa fluida. Selisih antara energi produk dengan energi reaktan disebut dengan ΔH , sedangkan E_t adalah energi aktivasi tanpa adanya katalis (Gasser, 1985).



Gambar 2.7 Diagram energi reaksi (Sumber: Gasser, 1985)

Material katalis secara garis besar dibagi menjadi dua, yakni material katalis homogen (katalis yang materialnya tersusun hanya dari satu komponen) dan katalis heterogen (katalis yang materialnya tersusun dari dua atau lebih komponen). Katalis yang diemban (*disupport*) dengan logam merupakan katalis yang baik karena logam dapat terdispersi merata pada seluruh permukaan pengemban. Oleh karena itu, logam yang bersifat katalis perlu didistribusikan di atas permukaan pengemban sehingga terbentuk sistem dispersi yang homogen dan merata. Proses pengembanan logam terhadap material support memiliki beberapa dampak positif, diantaranya luas permukaan logam aktif lebih meningkat dibandingkan ketika tanpa pengemban, selain itu keadaan partikel menjadi lebih stabil karena logam berada dalam kondisi terdispersi, dan pengemban juga dapat menambah daya katalitik dari logam. Material yang biasa digunakan sebagai pengemban biasanya terdiri atas satu atau lebih oksida logam seperti silika, alumina, zirkonia, maupun zeolit (Trisunaryanti, 2018b).

2.4.2 Katalis Mo/SiO₂

Katalis molibdenum yang diemban dengan silika memiliki banyak kegunaan, diantaranya pernah digunakan sebagai katalis transesterifikasi dimetil oksalat dan fenol menjadi metil fenil oksalat (MPO) dan difenil oksalat (DPO) (Ma dkk., 2004), katalisis gliserol menjadi monoalkohol (Mzamo L Shoji dkk., 2016). Studi yang dilakukan oleh Shoji dkk., (2016) menunjukkan total keasaman Brønsted pada katalis logam W dan Mo yang diembankan pada alumina dan silika yang dapat dilihat melalui Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Total keasaman Brønsted

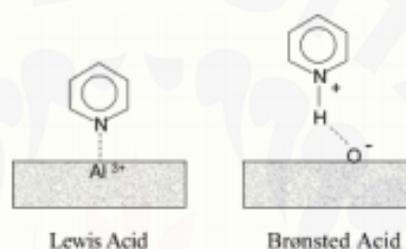
Katalis	Total Keasaman Brønsted / $\mu\text{mol g}^{-1}$
Mo/SiO ₂	1,79
Mo/Al ₂ O ₃	10,15
W/ SiO ₂	2,47
W/ Al ₂ O ₃	10,31

(Sumber: Shoji dkk., 2016)

Hidrogenolisis gliserol terjadi melalui dua reaksi, yakni dehidrasi yang dikatalisis asam untuk membentuk intermediet berupa hidroksiasetone (acetol) dan 3-hidroksipropaldehid (3-HPA) dan reaksi berikutnya yakni hidrogenasi untuk membentuk propanadiol (1,2-PDO dan 1,3-PDO) pada situs logam. Situs logam dan asam, bersama dengan hidrogen aktif berperan penting dalam proses katalisis (Gandarias dkk., 2010). Sifat situs asam memainkan peran dominan dalam penentuan pembentukan produk. Situs asam Brønsted bertanggung jawab untuk pembentukan 1,3-PDO, sedangkan situs asam Lewis memungkinkan pembentukan 1,2-PDO (Priya dkk., 2016).

Situs keasaman suatu katalis memegang peranan penting dalam reaksi hidrogenolisis gliserol. Produk hidrogenolisis dapat menghasilkan produk 1,2-PDO dan 1,3-PDO secara bersaing namun situs keasaman katalis memegang peranan penting dalam mengendalikan produk yang diinginkan. Metode yang dapat digunakan untuk menentukan keasaman katalis salah satunya adalah metode adsorpsi FT-IR (*Fourier Transform Infra-Red*) piridin. Metode ini memerlukan *probe* yang akan berinteraksi dengan sisi katalitik suatu katalis (Layman dkk.,

2003). Senyawa-senyawa yang dapat digunakan sebagai *probe* diantaranya adalah NH_3 , piridin, NO , CO , CH_3CN , asetonitril dan benzena. *Probe* yang biasa digunakan adalah piridin. Piridin sebagai *probe* yang bersifat basa akan teradsorpsi pada permukaan katalis yang bersifat asam. Semakin banyak piridin yang teradsorpsi, maka intensitas spektrum yang dihasilkan semakin tinggi. Spektroskopi inframerah dapat digunakan untuk mengetahui interaksi antara piridin dengan kation logam yang memiliki orbital kosong (sisi asam Lewis) dan interaksi piridin dengan proton membentuk ion piridium (sisi asam Brønsted) yang secara skematik dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Skematik interaksi piridin dengan (a) asam Lewis (b) asam Brønsted (Sumber: Layman dkk., 2003).

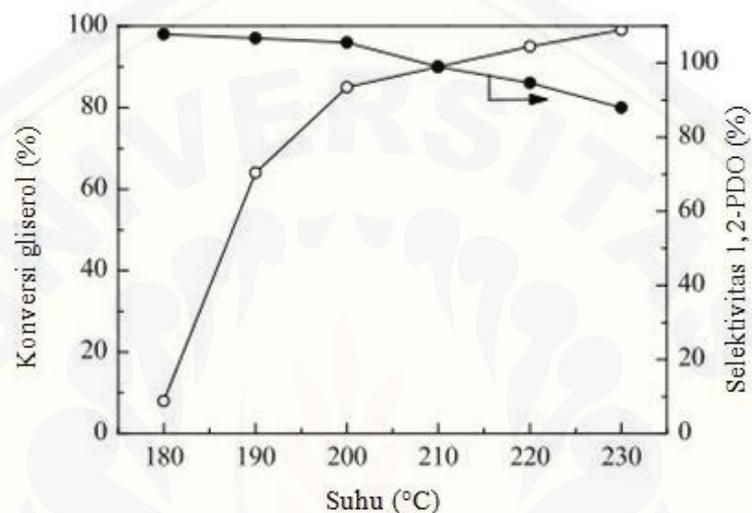
2.5 Proses Katalisis

2.5.1 Pengaruh suhu

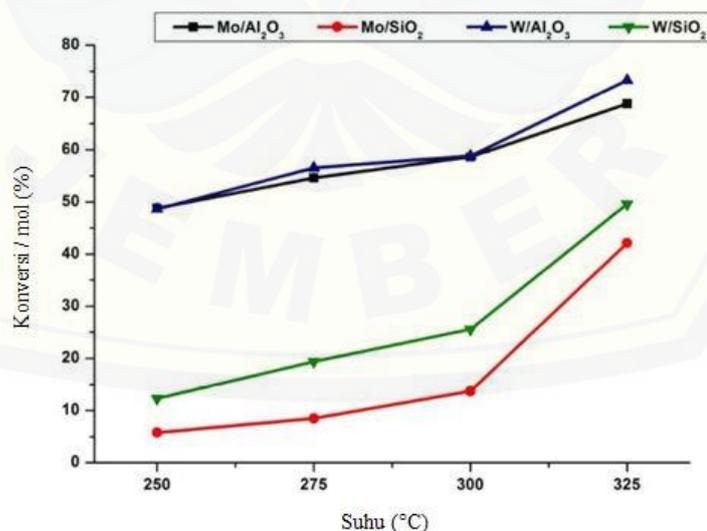
Suhu berpengaruh terhadap kecepatan reaksi. Suhu yang lebih tinggi, frekuensi (jumlah) molekul mempunyai energi yang tinggi lebih banyak. Suhu yang lebih tinggi menyebabkan jumlah molekul yang memiliki energi aktivasi (E_a) lebih banyak, sehingga tumbukan yang menghasilkan reaksi diharapkan juga lebih banyak. Oleh karena itu, seiring meningkatnya suhu, sebanding dengan reaksi kimia yang berjalan lebih cepat (Sjaifullah, 1997).

Katalisis gliserol menjadi produk turunannya dipengaruhi oleh suhu. Besar konversi meningkat seiring meningkatnya suhu, disebabkan karena laju reaksi yang terus meningkat. Gambar 2.9 menunjukkan *plot* antara konversi gliserol dengan suhu menggunakan katalis $20\% \text{Cu/ZrO}_2\text{-OG}$ selama 5 jam. Meningkatnya suhu menyebabkan laju reaksi juga meningkat, namun selektifitas dari 1,2-PDO menurun secara signifikan, dimana pembentukan *n*-propanol sebagai produk lebih

dominan. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan Yuan dkk., (2013), suhu 200 °C merupakan suhu optimum untuk pembentukan 1,2-PDO (Gambar 2.9). Sedangkan studi lain yang dilakukan oleh Shozi dkk., (2016), katalis Mo/SiO₂ memiliki nilai konversi yang terus meningkat pada rentang suhu 250 °C sampai 325 °C dengan persen konversi sebesar 5-40% sesuai yang ditunjukkan Gambar 2.10.



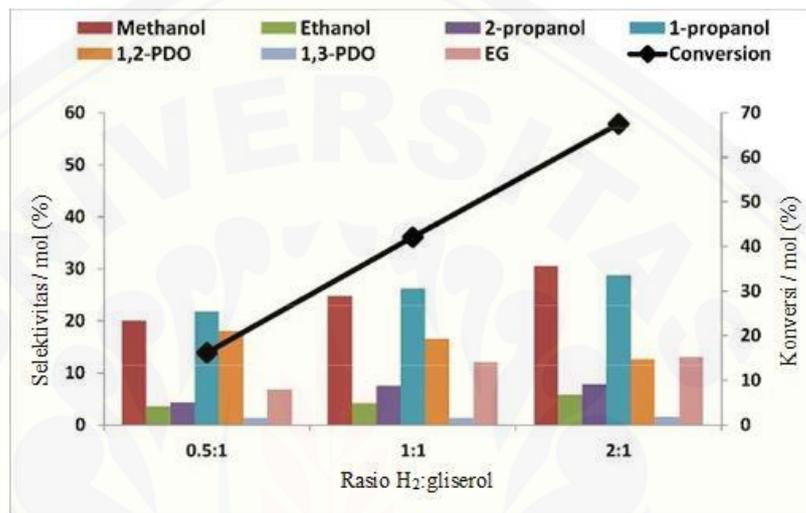
Gambar 2.9 Konversi gliserol dan selektivitas 1,2-PDO pada suhu yang berbeda. Kondisi reaksi: 5 mmol, H₂O 10 mL, HCOOH 5 mmol, 0,5 Mpa, ngliserol/nmetal=10, 5 jam (Sumber: Yuan dkk., 2013)



Gambar 2.10 Konversi gliserol dengan berbagai suhu. Kondisi reaksi: 60 wt% gliserol/H₂O, 3 mL katalis, H₂ 60 bar (Sumber: Shozi dkk., 2016)

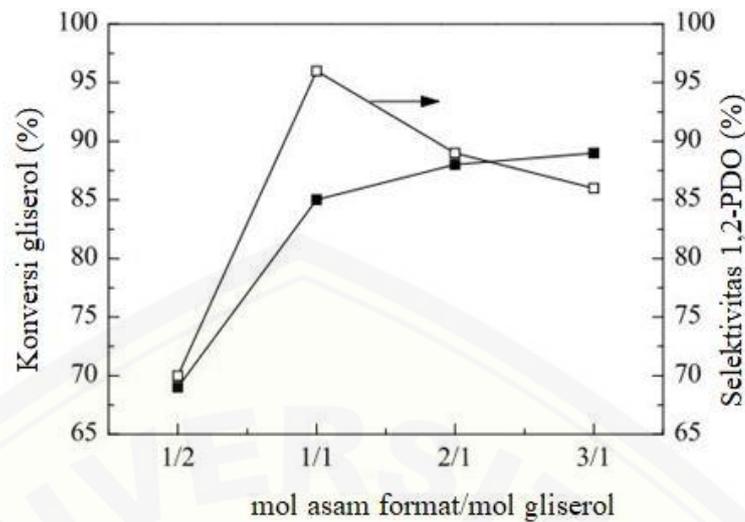
2.5.2 Pengaruh rasio H₂:gliserol

Peningkatan mol hidrogen akan meningkatkan nilai konversi gliserol terhadap produk turunannya (Mzamo L Shoji dkk., 2016). Gambar 2.11 menunjukkan pengaruh rasio H₂:gliserol dengan menggunakan katalis Mo/SiO₂. Rasio mol H₂:gliserol yang digunakan adalah 0,5:1, 1:1, dan 2:1 dengan besar konversi sebesar 15, 45, dan 65%.



Gambar 2.11 Pengaruh rasio H₂:gliserol pada konversi dan selektivitas produk dengan katalis Mo/SiO₂ pada 325 °C. Kondisi reaksi: 60 wt% gliserol/H₂O, 60 bar H₂O (Sumber: Shoji dkk., 2016).

Rasio molar dari asam format dan gliserol menjadi hal yang sangat penting untuk memaksimalkan produk yang dihasilkan. Gambar 2.12 menunjukkan konversi gliserol meningkat dari 69% menjadi 89% ketika rasio mol asam format berubah dari 1:2 menjadi 3:1. Selektivitas 1,2-PDO menurun ketika rasio mol asam format:gliserol sebesar 1:2, karena kurangnya H₂ dapat mendukung degradasi gliserol menjadi produk lain yang tidak diinginkan. Namun, H₂ yang berlebih juga akan menyebabkan 1,2-PDO yang sudah terbentuk diubah menjadi *n*-propanol (mol asam format/mol gliserol > 1). Selektivitas tertinggi diperoleh dengan mol asam format/mol gliserol = 1 sebesar 96% (Yuan dkk., 2013).



Gambar 2.12 Konversi gliserol dan selektivitas 1,2-PDO dengan perbedaan rasio molar asam format dan gliserol. Kondisi reaksi: 5 mmol gliserol, H₂O 10 mL, 0,5 Mpa N₂, ngliserol/nmetal = 10, 200 °C, 5 jam (Sumber: Yuan dkk., 2013).

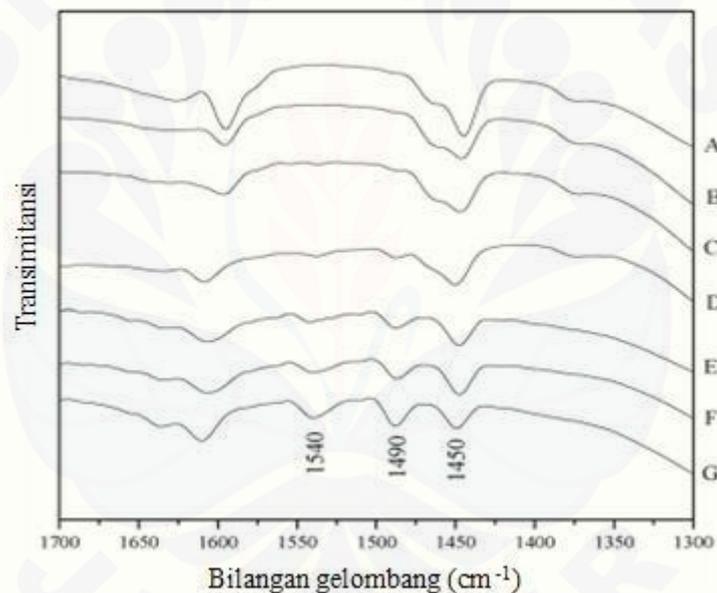
2.6 Fourier Transform Infra-Red (FT-IR) Mo/SiO₂

FTIR merupakan spektroskopi menggunakan infra merah (IR). Radiasi infra merah (*infra red*) merupakan bagian dari gelombang elektromagnetik yang berada di daerah *visible* dan *microwave*. Spektra IR dapat digunakan untuk mengkarakterisasi seluruh molekul dengan menginterpretasi nilai bilangan gelombang yang muncul. Bilangan gelombang ini menunjukkan kehadiran gugus fungsi. Radiasi inframerah pada rentang 10.000-100 cm⁻¹ – 100 cm⁻¹ mengabsorb dan mengkonversi molekul organik pada energi molekular vibrasi (Silverstein dkk., 2005). Cara kerja spektroskopi infra merah adalah sampel dipindai dengan menggunakan inframerah sampai menembus sampel dan kemudian dipindai oleh detektor. Hasil pemindaian yang diolah dengan komputer mampu menyajikan spektrum dari sampel (Wibisono, 2017).

Adsorpsi piridin FT-IR merupakan suatu metode yang dapat digunakan untuk menentukan keasaman katalis. Kekuatan situs asam secara kualitatif dapat diketahui dari puncak serapan pada daerah bilangan gelombang yang karakteristik. Menurut Tanabe dalam Trisunaryanti (2018b), puncak serapan antara piridin dengan situs asam Brønsted muncul pada bilangan gelombang

1485-1500, 1540, ~1620 dan 1640 cm^{-1} . Puncak serapan antara piridin dengan situs asam Lewis berada pada daerah bilangan gelombang 1447-1460, 1488-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} . Hasil interaksi antara piridin dalam bentuk ikatan hidrogen, puncak serapannya akan muncul pada daerah bilangan gelombang 1400-1447, 1485-1490 dan 1580-1600 cm^{-1} .

Shozi dkk., (2016), menjelaskan jika Asam Brønsted dari katalis Mo yang diimbangkan pada silika disebabkan adanya gugus hidroksil yang dibentuk pada monolayer oksida Mo dan Mo; Mo-OH atau Mo-(OH)-Mo yang berfungsi sebagai situs asam Brønsted. Berikut contoh pengukuran FT-IR dari piridin yang teradsorpsi untuk membedakan antara situs asam Brønsted dan situs asam Lewis ditunjukkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Spektra FT-IR dari adsorpsi piridin pada katalis $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ dan $\text{MoO}_3/\text{Ti-Si}$ (A) 1% $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$; (B) 4% $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$; (C) 8% $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$; (D) 16% $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$; (E) 16% $\text{MoO}_3/4\%$ Ti-Si; (F) 16% $\text{MoO}_3/8\%$ Ti-Si; (G) 16% $\text{MoO}_3/8\%$ Ti-Si (Sumber: Liu dkk., 2007)

Gambar 2.13 menampilkan spektra FT-IR adsorpsi piridin pada 1300-1700 cm^{-1} untuk katalis $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ dan $\text{MoO}_3/\text{Ti-Si}$. Pita serapan pada 1540 cm^{-1} dapat dianggap berasal dari interaksi piridin dengan situs asam Brønsted dan pita serapan di 1450 cm^{-1} dianggap berasal dari interaksi piridin dengan situs asam Lewis. Pita lain yang muncul pada 1490 cm^{-1} berasal dari kontribusi gabungan piridin teradsorpsi dalam asam Brønsted dan situs asam Lewis. Spektrum serapan

piridin IR dari $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ menghasilkan pita pada 1450 cm^{-1} dan 1490 cm^{-1} tetapi tidak pada 1540 cm^{-1} . Kasus ini, MoO_3 amorf menyediakan lebih banyak situs asam Lewis yang tersedia di permukaan SiO_2

2.7 Gass Chromatography (GC)

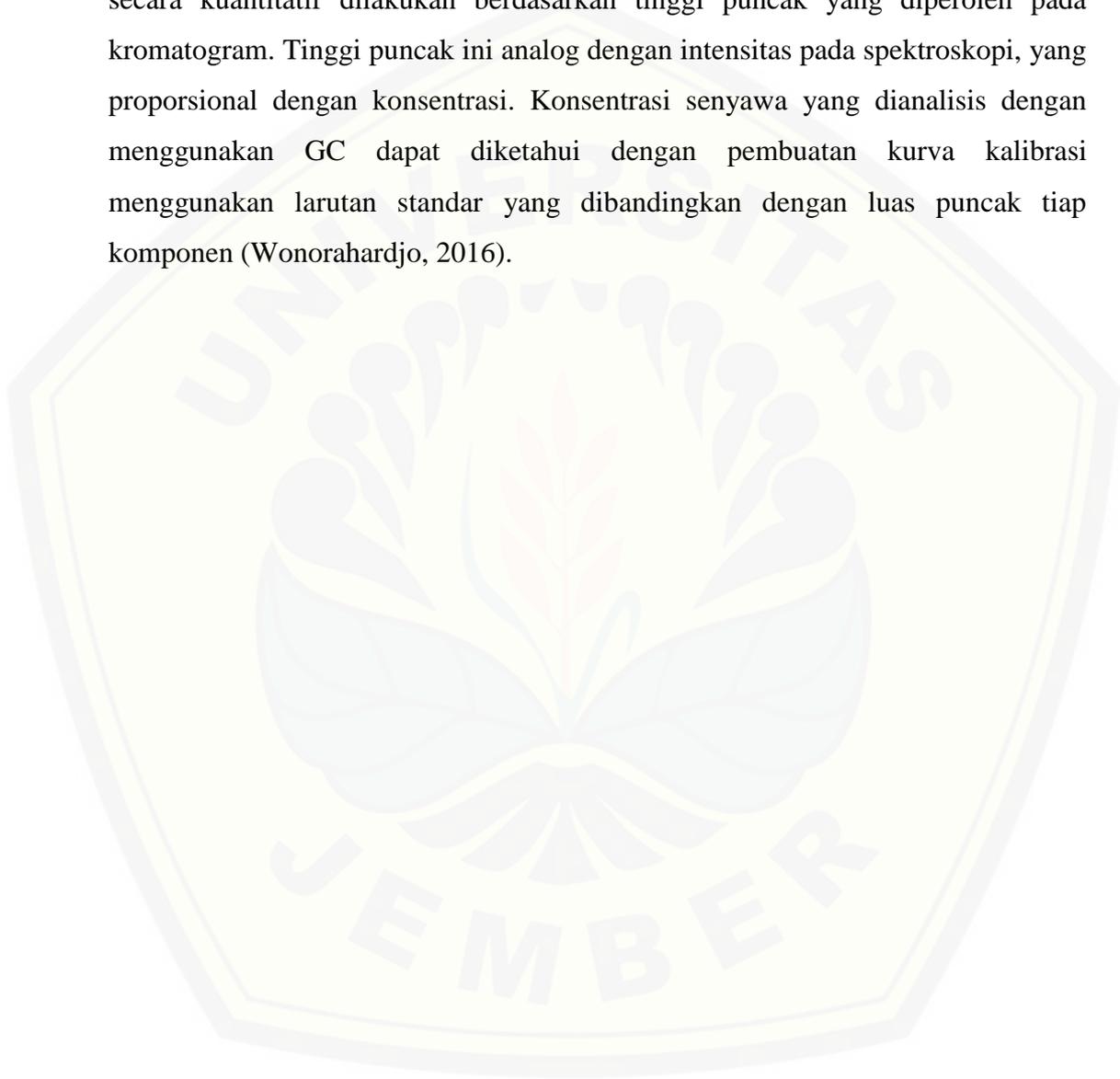
Salah satu tehnik yang paling sering digunakan untuk menentukan suatu senyawa yang ada di dalam sampel adalah GC (*Gass Chromatography*). GC merupakan tehnik pemisahan untuk memisahkan campuran menjadi senyawa penyusunnya. Kromatografi gas sangat digemari karena sangat praktis dan cepat. Fase gerak dari kromatografi gas berupa gas inert (biasanya berupa He, N_2 , H_2 , Ar) sehingga hanya berfungsi sebagai pembawa. Seluruh rancangan alat harus dalam keadaan tertutup karena fasa geraknya berupa gas (Wonorahardjo, 2016). Sebuah sistem kromatografi gas terdiri dari

1. Gas pembawa (carrier) yang bersifat murni yang berfungsi sebagai pembawa sampel di dalam GC
2. Inlet, sebagai penguap untuk sampel yang berbentuk cair
3. Kolom tempat terjadinya pemisahan
4. Detektor yang akan memberi respon dari senyawa yang sedang diukur untuk mengubahnya menjadi output elektrik

(Agilent Technologies, 2002)

GC digunakan untuk mengidentifikasi komponen dan mengukur konsentrasinya dengan memunculkan waktu pemisahan atau biasa disebut dengan *Retention time*. Waktu pemisahan dapat diperoleh dengan melewati campuran yang diuapkan atau gas melalui tabung yang mengandung bahan yang dapat menghambat beberapa komponen lebih lama dibanding dengan komponen yang lain. Pemisahan komponen akan menghasilkan waktu. Setelah terdeteksi, hasil kromatogram akan digambarkan dengan beberapa puncak, dimana masing masing puncak mewakili komponen yang berbeda dari campuran asli. *Retention time* dapat digunakan untuk mengidentifikasi setiap komponen, dimana ukuran puncak (tinggi atau luas area menunjukkan konsentrasi dari senyawa yang diidentifikasi (Agilent Technologies, 2002).

Terdapat dua jenis analisis yang sering dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas, yakni analisis secara kualitatif dan analisis secara kuantitatif. Analisis secara kualitatif didasarkan pada beberapa parameter retensi seperti volume retensi dan waktu retensi dari senyawa yang dianalisis, sedangkan analisis secara kuantitatif dilakukan berdasarkan tinggi puncak yang diperoleh pada kromatogram. Tinggi puncak ini analog dengan intensitas pada spektroskopi, yang proporsional dengan konsentrasi. Konsentrasi senyawa yang dianalisis dengan menggunakan GC dapat diketahui dengan pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar yang dibandingkan dengan luas puncak tiap komponen (Wonorahardjo, 2016).



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Kegiatan penelitian ini dilakukan dalam 2 tahap yaitu analisis katalis hasil sintesis dengan *Fourier Transform-Infra Red* (FTIR) Piridin dan uji aktifitas katalis serta analisis jenis senyawa dari filtrat hasil katalisis dengan menggunakan *Gass Chromaography* (GC). Tahap analisis katalis dengan FT-IR dilakukan di Laboratorium Terpadu FMIPA Institut Teknologi Sepuluh November. Uji aktifitas dan analisis jenis senyawa dari filtrat hasil katalisis dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember. Waktu pelaksanaan penelitian adalah terhitung November 2018 sampai Juni 2019.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

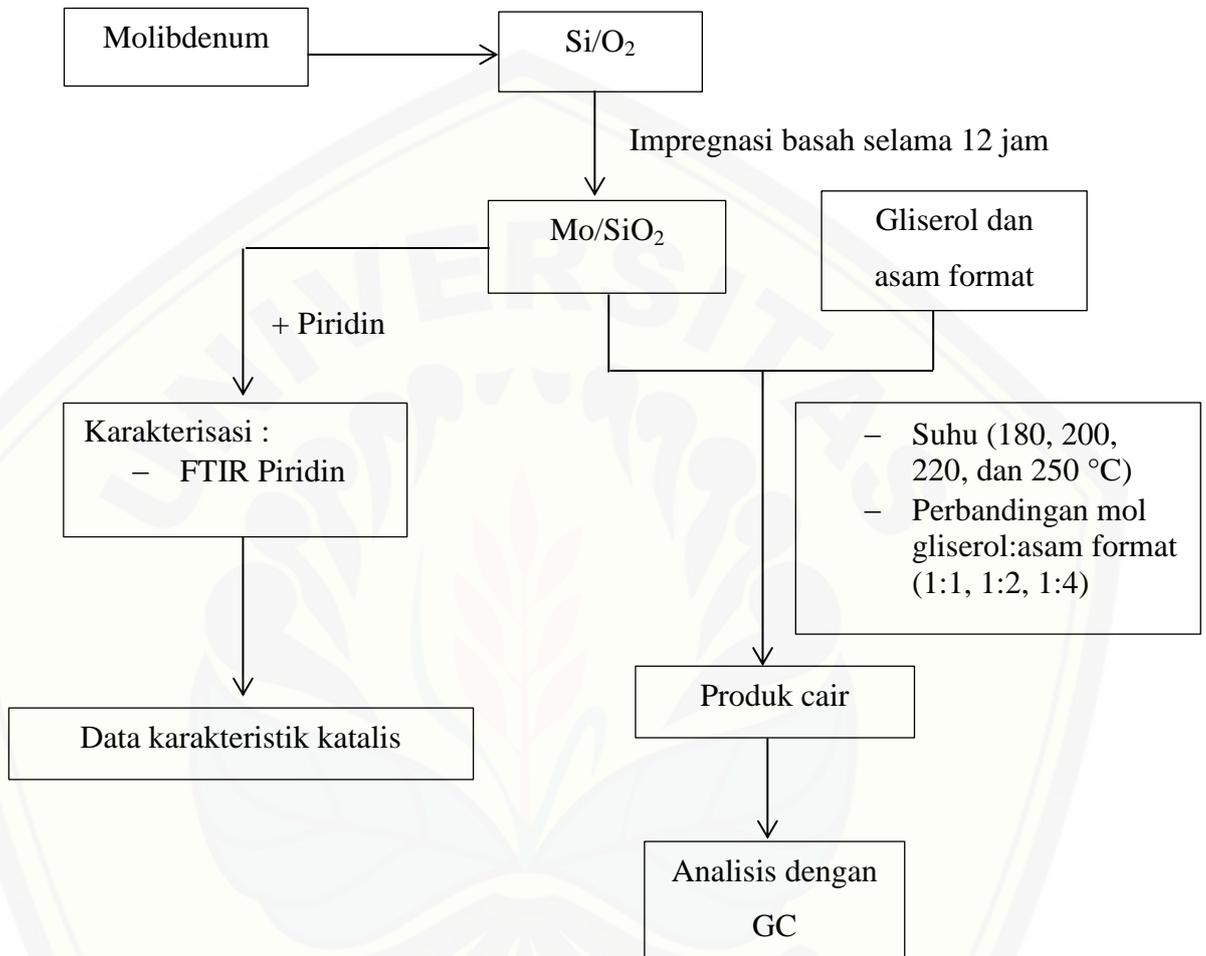
Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi pipet mohr 1 mL, 5mL, dan 10 mL; gelas ukur 10 dan 25 mL; labu ukur 10 mL; gelas beaker 100mL; *Stainless steel Autoclave reactor* hidrotermal 100 mL; cawa porselen, oven, neraca analitik merk OHAUS, *furnace*, *magnetic stirrer*, *ball pipet*, FTIR Shimadzu dan GC *Thermo Trace* 1310.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan memiliki *grade* pro analisis. Bahan yang digunakan diantaranya adalah Ammonium heptamolybdate tetrahydrate (AHM) $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$, Silika (SiO_2), Gliserol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ /1,2,3-propanatriol) 85%, 1,2-Propanadiol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$) 99%, 1,3-Propanadiol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$) 98%, Asam format (CH_2O_2) 100%, Metanol (CH_3OH) 99%, Akuades (H_2O), Piridin ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$) 99,5%, 1-Propanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) 99,5%, 2-Propanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) 99,8%, Etilen glikol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) 99%.

3.3 Diagram Alir Penelitian

Rancangan penelitian yang akan dilakukan diuraikan dalam Gambar



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

3.4 Rancangan Eksperimen

3.4.1 Sintesis katalis 10% Mo/SiO₂

Sebanyak 0,184 gram serbuk AHM dilarutkan dengan 10 mL akuades sambil diaduk menggunakan batang pengaduk. Kemudian ditambahkan 0,9 gram serbuk SiO₂ ke dalam larutan AHM. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama 12 jam. Campuran dikeringkan pada suhu 110 °C selama 5 jam untuk menghilangkan sisa air yang masih terkandung. Padatan dikalsinasi dengan suhu 500 °C selama 5 jam..

3.4.2 Karakterisasi Katalis Mo/SiO₂ dengan FT-IR Piridin

Penentuan sisi keasaman dari katalis Mo/SiO₂ dengan menggunakan FTIR piridin. Sifat dari situs asam diselidiki menggunakan piridin sebagai molekul *probe*. Sampel katalis Mo/SiO₂ ditetesi piridin kemudian dipanaskan dan diulang sebanyak 3 kali. Kemudian katalis didiamkan selama 10 menit pada suhu ruang. Keasaman katalis ditentukan dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 1400-1600 cm⁻¹.

3.4.3 Proses Katalisis

Katalis Mo/SiO₂ yang sudah disintesis sebelumnya, diuji aktivitas katalisisnya dengan menggunakan metode basah (*wet catalysist*) yang dikembangkan dari prosedur yang pernah dilakukan oleh (Gandarias dkk., 2010). Gliserol dimasukkan ke dalam reaktor *autoclave stainless steel*. Kemudian ditambahkan penyedia hidrogen berupa asam format dengan perbandingan mol yang divariasi (perbandingan mol gliserol:asam format = 1:1, 1:2, dan 1:4).

Katalis 10%Mo/SiO₂ sebanyak 1,0 gram yang sudah dipanaskan kemudian dimasukkan ke dalam campuran. Reaktor *autoclave* secepatnya ditutup rapat dan dipanaskan dalam oven dengan suhu katalisis 180, 200, dan 220, dan 250 °C dengan waktu katalisis 7 jam. Setelah proses pemanasan selesai, reaktor didinginkan sampai pada suhu kamar. Hasil cairan yang diperoleh dari berbagai variasi selanjutnya dianalisis dan diidentifikasi komponen kimianya dengan menggunakan GC. Parameter pengukuran yang dilakukan adalah menggunakan kolom polar TR-Wax dengan volume sampel 1 µL, kecepatan aliran 0,05

$\mu\text{L}/\text{menit}$, suhu kolom 50-250 °C dengan kenaikan suhu 5°/menit, suhu injektor dan detektor (FID) 300 °C, gas pembawa N_2 . Konversi dan selektivitas katalis dalam mengubah gliserol menjadi turunannya melalui reaksi hidrogenolisis dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Konversi} = \frac{\text{mol gliserol (awal)} - \text{mol gliserol (akhir)}}{\text{mol gliserol (awal)}} \times 100\% \quad \dots(3.1)$$

$$\text{Selektifitas} = \frac{\text{mol 1,3-PDO dalam produk cair hasil}}{\text{mol gliserol terkonversi}} \times 100\% \quad \dots(3.2)$$

Untuk menjelaskan besar konversi gliserol dan selektifitasnya terhadap 1,3-PDO, dilakukan injeksi larutan standar berupa metanol, gliserol dan 1,3-PDO pada berbagai variasi konsentrasi, 1,2-PDO, etilen glikol, 1-propanol, dan 2-propanol.

3.4.4. Tabulasi data sampel yang akan dilakukan karakterisasi selama penelitian

Tabel 3.1 Sampel yang akan dikarakterisasi pada hasil penelitian

Suhu (°C)	Mol gliserol : asam format	Karakterisasi GC
180	1:1	√
200	1:1	√
220	1:1	√
250	1:1	√
	1:1	√
Suhu Optimum (220)	1:2	√
	1:4	√

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka kesimpulan yang diperoleh yaitu :

1. Konversi gliserol semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu dimana konversi tertinggi diperoleh pada suhu 250 °C dengan konversi sebesar 59,291 %. Namun, selektivitas 1,3-PDO tertinggi diperoleh pada suhu 220 °C. Hal ini disebabkan karena pada suhu 250 °C mulai terbentuk produk lain selain 1,3-PDO.
2. Semakin besar mol asam format yang ditambahkan, maka konversi yang diperoleh semakin kecil. Nilai konversi tertinggi diperoleh pada perbandingan 1:1 dengan konversi sebesar 40,378 % dan selektivitas tertinggi pada perbandingan 1:4 dengan selektivitas 1,3-PDO sebesar 1,101%.

5.2 Saran

Saran pada penelitian ini yaitu perlu dilakukannya perbaikan terhadap desain dari autoclave supaya tidak terjadi kebocoran. Selain itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai penggunaan variasi waktu yang berbeda baik lebih panjang atau lebih pendek. Hal ini dilakukan guna mengetahui pengaruh variasi waktu terhadap besar konversi gliserol dan selektivitas 1,3-PDO.

DAFTAR PUSTAKA

- Agilent Technologies. 2002. *Fundamental of Gas Chromatography*. USA: Agilent Technologies.
- Boddien, A., F. Gärtner, D. Mellmann, P. Sponholz, H. Junge, G. Laurency, dan M. Beller. 2011. Hydrogen storage in formic acid – amine adducts. *CHIMIA*. 65(4):214–218.
- Dam, J. ten, K. Djanashvili, F. Kapteijn, dan U. Hanefeld. 2013. Pt/al₂o₃ catalyzed 1,3-propanediol formation from glycerol using tungsten additives. *ChemCatChem*. 5:497–505.
- Dasari, M. A., P. P. Kiatsimkul, W. R. Sutterlin, dan G. J. Suppes. 2005. Low-pressure hydrogenolysis of glycerol to propylene glycol. *Applied Catalysis A: General*. 281(1–2):225–231.
- Demirel, S., K. Lehnert, M. Lucas, dan P. Claus. 2007. Use of renewables for the production of chemicals: glycerol oxidation over carbon supported gold catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*. 70(1–4):637–643.
- Feng, J., C. Yang, D. Zhang, J. Wang, H. Fu, H. Chen, dan X. Li. 2009. Applied catalysis a: general catalytic transfer hydrogenolysis of a -methylbenzyl alcohol using palladium catalysts and formic acid. *Applied Catalysis A: General*. 354:38–43.
- Gandarias, I., P. L. Arias, J. Requies, M. B. Güemez, dan J. L. G. Fierro. 2010. Hydrogenolysis of glycerol to propanediols over a pt/asa catalyst: the role of acid and metal sites on product selectivity and the reaction mechanism. *Applied Catalysis B: Environmental*. 97(1–2):248–256.
- Gandarias, I., J. Requies, P. L. Arias, U. Armbruster, dan A. Martin. 2012. Liquid-phase glycerol hydrogenolysis by formic acid over ni – cu / al₂o₃ catalysts. *Journal of Catalysis*. 290:79–89.
- Isahak, W. N. R. W., J. M. Jahim, M. Ismail, N. F. Nasir, M. M. Ba-Abbad, dan M. A. Yarmo. 2016. Purification of crude glycerol from industrial waste :

experimental and simulation studies waste: experimental and simulation studies. *Engineering Science and Technology*. 11(August):1056–2072.

Layman, K. A., M. M. Ivey, dan J. C. Hemminger. 2003. Pyridine adsorption and acid/base complex formation on ultrathin films of γ - Al_2O_3 on $\text{NiAl}(100)$. *The Journal of Physical Chemistry B*. 107(33):8538–8546.

Len, C. dan R. Luque. 2014. Continuous flow transformations of glycerol to valuable products: an overview. *Sustainable Chemical Processes*. 2(1):1.

Liu, Y., X. Ma, S. Wang, dan J. Gong. 2007. The nature of surface acidity and reactivity of $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ and $\text{MoO}_3/\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ for transesterification of dimethyl oxalate with phenol: a comparative investigation. *Applied Catalysis B: Environmental*. 77(1–2):125–134.

Loges, B., A. Boddien, F. Garter, H. Junge, dan M. Beller. 2010. Catalytic generation of hydrogen from formic acid and its derivatives: useful hydrogen storage materials. *Top Catal*. 902–914.

Ma, X., J. Gong, S. Wang, N. Gao, D. Wang, X. Yang, dan F. He. 2004. Reactivity and surface properties of silica supported molybdenum oxide catalysts for the transesterification of dimethyl oxalate with phenol. *Catalysis Communication*. 5:101–106.

Nakagawa, Y., Y. Shinmi, S. Koso, dan K. Tomishige. 2010. Direct hydrogenolysis of glycerol into 1,3-propanediol over rhenium-modified iridium catalyst. *Journal of Catalysis*. 272(2):191–194.

Nakagawa, Y., M. Tamura, dan K. Tomishige. 2014. Catalytic materials for the hydrogenolysis of glycerol to 1,3-propanediol. *Journal of Materials Chemistry A*. 2(19):6688–6702.

Nakagawa, Y. dan K. Tomishige. 2011. Catalysis science & technology heterogeneous catalysis of the glycerol hydrogenolysis. 179–190.

Pagliaro, M. dan M. Rossi. 2010. *RSC Green Chemistry*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.

- Pavia, D. L., G. M. Lampman, dan G. S. Kriz. 2001. *Introduction to Spectroscopy*. Edisi Third Edit. USA.
- Priya, S. S., P. Bhanuchander, V. P. Kumar, D. K. Dumbre, S. R. Periasamy, S. K. Bhargava, M. Lakshmi Kantam, dan K. V. R. Chary. 2016. Platinum supported on h-mordenite: a highly efficient catalyst for selective hydrogenolysis of glycerol to 1,3-propanediol. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*. 4(3):1212–1222.
- Prnewswire. 2018. No Title. <https://www.prnewswire.com/news-releases/13-propanediol-market-worth-6212-million-by-2021-287634261.html> [Diakses pada October 16, 2018].
- Science Lab. 2018. Material Safety Data Sheet Formic Acid. <http://www.fishersci.in/msds/cinnamicacid.pdf> [Diakses pada October 21, 2018].
- Shozi, Mzamo L., V. D. B. C. Dasireddy, S. Singh, P. Mohlala, D. J. Morgan, dan H. B. Friedrich. 2016. Hydrogenolysis of glycerol to monoalcohols over supported mo and w catalysts. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*. 4(10):5752–5760.
- Silverstein, R. M., F. X. Webster, dan D. J. Kiemle. 2005. *Spectrometric Identification Of Organic Compounds*. Edisi Edisi ke-7. New York: John Wiley & Sons.
- Sjaifullah, A. 1997. *Kimia Dsar*. Jember: UNEJ Press.
- Trisunaryanti, W. 2018a. *Material Katalis Dan Karakternya*. Yogyakarta: UGM Press.
- Trisunaryanti, W. 2018b. *Dari Sampah Plastik Menjadi Bensin Dan Solar*. Yogyakarta: UGM Press.
- Trisunaryanti, W., E. Triwahyuni, dan S. Sudiono. 2005. Preparasi, modifikasi dan karakterisasi katalis ni-mo/zeolit alam dan mo-ni/zeolit alam. *Jurnal Teknoin*. 10(4):269–282.

Watanabe, M., T. Iida, Y. Aizawa, T. M. Aida, dan H. Inomata. 2007. Acrolein synthesis from glycerol in hot-compressed water. *Bioresource Technology*. 98(6):1285–1290.

Wibisono, Y. 2017. *Biomaterial Dan Bioproduk*. Malang: UB Press.

Wonorahardjo, S. 2016. *Metode-Metode Pemisahan Kimia*. Malang: Indeks.

Xia, S., L. Zheng, L. Wang, P. Chen, dan Z. Hou. 2013. Hydrogen-free synthesis of 1,2-propanediol from glycerol over cu–mg–al catalysts. *RSC Advances*. 3:16569–16576.

Yuan, J., S. Li, L. Yu, Y. Liu, dan Y. Cao. 2013. Efficient catalytic hydrogenolysis of glycerol using formic acid as hydrogen source. *Cuihua Xuebao/Chinese Journal of Catalysis*. 34(11):2066–2074.

Zhou, C. C., J. N. Beltramini, Y. Fan, dan G. Q. M. Lu. 2008. Chemoselective catalytic conversion of glycerol as a biorenewable source to valuable commodity chemicals. *Chemical Society Reviews*. 37:527–549.

LAMPIRAN

Lampiran 3.1 Perhitungan Preparasi Bahan

3.1.1 Pembuatan AHM 10% dalam 1 gram Mo/SiO₂

Diketahui Mr AHM = 1235,86 g/mol

Ar Mo = 95,95 g/mol

10% AHM = 100 mg Mo dan 900 mg SiO₂

$$10\% \text{ AHM} = \frac{\text{Mr AHM}}{7 \text{ Ar Mo}} \times 100 \text{ mg}$$

$$10\% \text{ AHM} = \frac{1235,86 \text{ g/mol}}{7 \times 671,65 \text{ g/mol}} \times 100 \text{ mg}$$

10% AHM = 184,004 mg

3.1.2 Perhitungan konsentrasi asam format

Diketahui Konsentrasi = 100%

ρ = 1,22 g/cm³

Mr = 46,03 g/mol

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 1,22 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 100\%}{46,03 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 26,5 M

3.1.3 Perhitungan konsentrasi gliserol

Diketahui Konsentrasi = 85%

ρ = 1,26 g/cm³

Mr = 92,09 g/mol

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 1,26 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 85\%}{92,09 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$M = 11,63 \text{ M}$$

3.1.4 Perhitungan perbandingan gliserol dan asam format

1:1 (0,1 mol gliserol : 0,1 mol asam format)

- 0,1 mol gliserol

$$M = \frac{n}{V} \times 1000$$

$$V = \frac{n}{M} \times 1000$$

$$V = \frac{0,1 \text{ mol}}{11,63 \text{ M}} \times 1000$$

$$V = 8,6 \text{ mL}$$

- 0,1 mol asam format

$$M = \frac{n}{V} \times 1000$$

$$V = \frac{n}{M} \times 1000$$

$$V = \frac{0,1 \text{ mol}}{26,5 \text{ M}} \times 1000$$

$$V = 3,77 \text{ mL}$$

4.1.1 1:2 (0,1 mol gliserol : 0,2 mol asam format)

- 0,2 mol asam format

$$M = \frac{n}{V} \times 1000$$

$$V = \frac{n}{M} \times 1000$$

$$V = \frac{0,2 \text{ mol}}{26,5 \text{ M}} \times 1000$$

$$V = 7,54 \text{ mL}$$

4.1.2 1:4 (0,1 mol gliserol : 0,4 mol asam format)

- 0,1 mol asam format

$$M = \frac{n}{V} \times 1000$$

$$V = \frac{n}{M} \times 1000$$

$$V = \frac{0,4 \text{ mol}}{26,5 \text{ M}} \times 1000$$

$$V = 15,09 \text{ mL}$$

3.1.5 Perhitungan pembuatan larutan standar 2-propanol 1M

$$\begin{aligned} \text{Diketahui} \quad \text{Konsentrasi} &= 99,8\% \\ \rho &= 0,786 \text{ g/cm}^3 \\ \text{Mr} &= 60,1 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 0,786 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 99,8\%}{60,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 13,05 M, lalu diencerkan dengan menggunakan rumus:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$13,05 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{13,05 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,77 \text{ mL}$$

3.1.6 Perhitungan pembuatan larutan standar 1-propanol 1M

$$\begin{aligned} \text{Diketahui} \quad \text{Konsentrasi} &= 99,5\% \\ \rho &= 0,803 \text{ g/cm}^3 \\ \text{Mr} &= 60,1 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 0,803 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 99,5\%}{60,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 13,29 M, lalu diencerkan dengan menggunakan rumus:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$13,29 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{13,29 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,75 \text{ mL}$$

3.1.7 Perhitungan pembuatan larutan standar etilen glikol 1M

Diketahui	Konsentrasi	= 99%
	ρ	= 1,11 g/cm ³
	Mr	= 62,07 g/mol

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 1,11 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 99\%}{62,07 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 17,7 M, lalu diencerkan dengan menggunakan rumus:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$17,7 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{17,7 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,56 \text{ mL}$$

3.1.8 Perhitungan pembuatan larutan standar 1,2-PDO 1M

Diketahui	Konsentrasi	= 99%
	ρ	= 1,04 g/cm ³
	Mr	= 76,09 g/mol

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1000 \times 1,04 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 99\%}{76,09 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 13,53 M, lalu diencerkan dengan menggunakan rumus:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$13,53 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{13,53 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,74 \text{ mL}$$

3.1.9 Perhitungan pembuatan larutan standar gliserol

$$M_1V_1 = M_2V_2$$

a. 10 M dari larutan induk 11,63 M

$$11,63 \text{ M} \times V_1 = 10 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{11,63 \text{ M}}$$

$$V_1 = 8,6 \text{ mL}$$

b. 8 M dari larutan induk 11,63

$$11,63 \text{ M} \times V_1 = 8 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{8 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{11,63 \text{ M}}$$

$$V_1 = 6,88 \text{ mL}$$

c. 6 M dari larutan induk 11,63

$$11,63 \text{ M} \times V_1 = 6 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{6 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{11,63 \text{ M}}$$

$$V_1 = 5,16 \text{ mL}$$

d. 4 M dari larutan induk 11,63 M

$$11,63 \text{ M} \times V_1 = 4 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{4 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{11,63 \text{ M}}$$

$$V_1 = 3,44 \text{ mL}$$

e. 2 M dari larutan 10 M

$$10 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{10 \text{ M}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

f. 1 M dari larutan 10 M

$$10 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{10 \text{ M}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

3.1.10 Perhitungan pembuatan larutan standar 1,3-PDO

Diketahui Konsentrasi = 98%

ρ = 1,05 g/cm³

 Mr = 76,09 g/mol

$$M = \frac{1000 \times \rho \times \text{konsentrasi}}{Mr}$$

$$M = \frac{1000 \times 1,05 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \times 98\%}{76,09 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

M = 13,5 M, lalu diencerkan dengan menggunakan rumus:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

a. 10 M dari larutan induk 13,5 M

$$13,5 \text{ M} \times V_1 = 10 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{13,5 \text{ M}}$$

$$V_1 = 7,4 \text{ mL}$$

b. 1 M dari larutan 10 M

$$10 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{10 \text{ M}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

c. 0,5 M dari larutan 1 M

$$1 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{1 \text{ M}}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

d. 0,1 M dari larutan 1 M

$$1 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{1 \text{ M}}$$

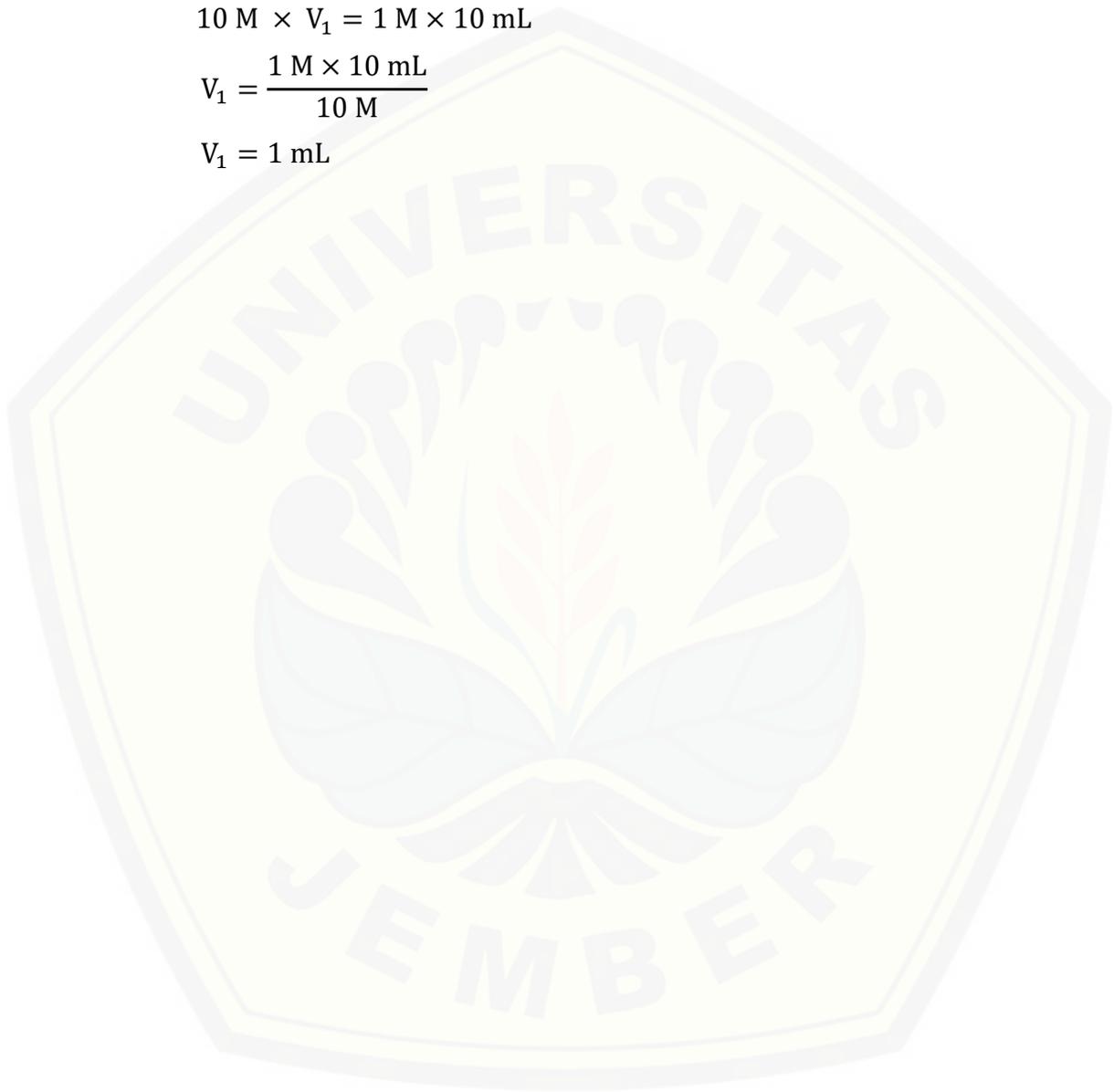
$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

e. 0,05 M dari larutan 10 M

$$10 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{10 \text{ M}}$$

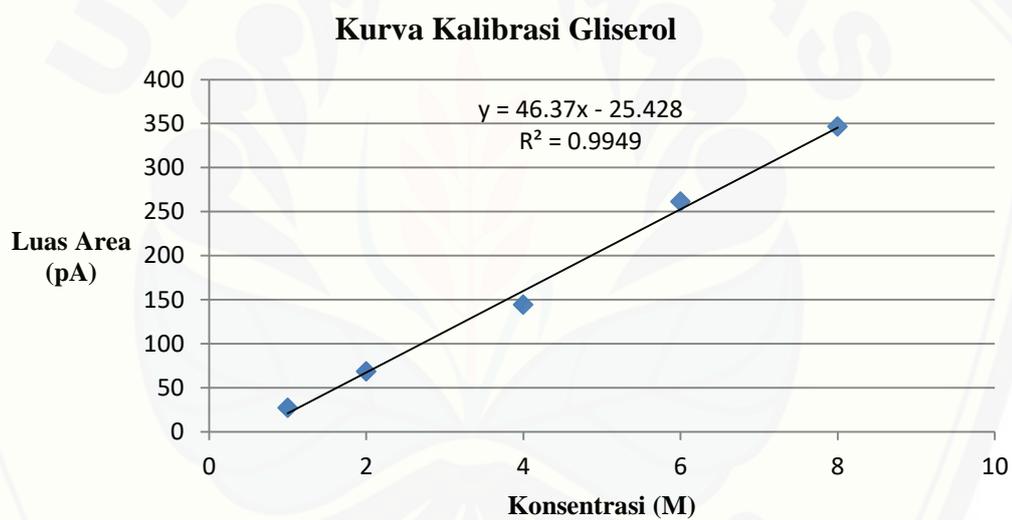
$$V_1 = 1 \text{ mL}$$



Lampiran 3.2 Kurva Standar

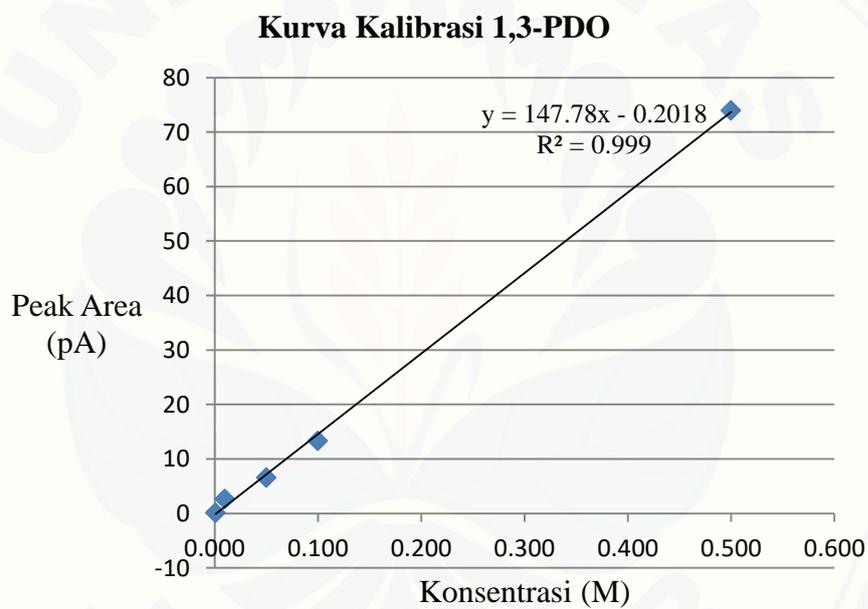
3.2.1 Kurva standar gliserol

Konsentrasi (M)	Peak Area (pA)
1	26.822
2	68.367
4	144.053
6	261.039
8	346.344



3.2.2 Kurva standar 1,3-PDO

Konsentrasi (M)	Peak Area (pA)
0.001	0.145
0.010	2.630
0.050	6.595
0.100	13.336
0.500	73.970



Lampiran 4.1 Perhitungan konversi gliserol pada variasi suhu

Suhu	Pengulangan	Peak Area	Konsentrasi	Volume Hasil	Mol gliserol akhir	Mol awal	Gliserol Konversi	Konversi Gliserol (%)	Rata-rata	SD
180 °C	1	320.158	7.453	10.5	0.0783	0.1	0.022	21.746	21.631	3.985
	2	338.510	7.849	10.5	0.0824	0.1	0.018	17.590		
	3	303.324	7.090	10.5	0.0744	0.1	0.026	25.558		
200 °C	1	298.450	6.985	9.6	0.0671	0.1	0.033	32.947	29.830	2.821
	2	317.086	7.387	9.6	0.0709	0.1	0.029	29.089		
	3	324.986	7.557	9.6	0.0725	0.1	0.027	27.454		
220 °C	1	264.157	6.245	9.4	0.0587	0.1	0.041	41.296	40.378	1.134
	2	274.940	6.478	9.4	0.0609	0.1	0.039	39.110		
	3	266.955	6.305	9.4	0.0593	0.1	0.041	40.729		
250 °C	1	246.597	5.866	6	0.0352	0.1	0.065	64.802	59.291	4.873
	2	318.072	7.408	6	0.0444	0.1	0.056	55.553		
	3	302.895	7.081	6	0.0425	0.1	0.058	57.517		

Merujuk pada Lampiran 3.2 kurva kalibrasi gliserol, diperoleh persamaan garis $y = 46,37x - 25,428$

– Konsentrasi gliserol

$$y + 25,428 = 46,37x$$

$$\frac{y + 25,428}{46,37} = x$$

$$\frac{320,158 + 25,428}{46,37} = x$$

$$x = 7,453 \text{ M}$$

- Mol akhir gliserol

$$n = \frac{M \times \text{Volume larutan}_{\text{akhir}}}{1000}$$

$$n = \frac{7,453 \text{ M} \times 10,5 \text{ mL}}{1000}$$

$$n = 0,0783 \text{ mol}$$

- Konversi gliserol

$$\text{Konversi} = \frac{\text{mol gliserol awal} - \text{mol gliserol akhir}}{\text{mol gliserol awal}} \times 100\%$$

$$\text{Konversi} = \frac{0,1 \text{ mol} - 0,0783 \text{ mol}}{0,1 \text{ mol}} \times 100\%$$

$$\text{Konversi} = 21,746\%$$

- Rata-rata konversi gliserol

$$\% \text{ konversi rata - rata} = \frac{\text{konversi pengulangan (1 + 2 + 3)}}{3}$$

$$\% \text{ konversi rata - rata} = \frac{(21,746 + 17,590 + 25,558)}{3}$$

$$\% \text{ konversi rata - rata} = 21,631$$

Lampiran 4.2 Perhitungan selektivitas 1,3-PDO pada variasi suhu

Suhu	Pengulangan	Peak Area	Konsentrasi	Volume Hasil	Mol 1,3-PDO produk	Mol gliserol terkonversi	Selektivitas 1,3-PDO (%)	Rata-rata	SD
180 °C	1	0.000	0.001	10.5	0.00001	0.0217	0.066	0.068	0.013
	2	0.000	0.001	10.5	0.00001	0.0176	0.082		
	3	0.000	0.001	10.5	0.00001	0.0256	0.056		
200 °C	1	0.683	0.006	9.6	0.00006	0.0329	0.174	0.199	0.022
	2	0.726	0.006	9.6	0.00006	0.0291	0.207		
	3	0.711	0.006	9.6	0.00006	0.0275	0.216		
220 °C	1	4.353	0.031	9.4	0.00029	0.0413	0.702	0.616	0.079
	2	3.157	0.023	9.4	0.00021	0.0391	0.546		
	3	3.645	0.026	9.4	0.00024	0.0407	0.601		
250 °C	1	2.377	0.017	6	0.00010	0.0648	0.162	0.261	0.094
	2	4.569	0.032	6	0.00019	0.0556	0.349		
	3	3.644	0.026	6	0.00016	0.0575	0.271		

Merujuk pada Lampiran 3.2 kurva kalibrasi 1,3-PDO, diperoleh persamaan garis $y = 147,78x - 0,2018$

- Konsentrasi 1,3-PDO

$$y = 147.78x - 0.2018$$

$$\frac{y + 0,2018}{147,78} = x$$

$$\frac{0,000 + 0,2018}{147,78} = x$$

$$x = 0,001 \text{ M}$$

- Mol akhir 1,3-PDO

$$n = \frac{M \times \text{Volume larutan}_{\text{akhir}}}{1000}$$

$$n = \frac{0,001 \text{ M} \times 10,5 \text{ mL}}{1000}$$

$$n = 0,00001 \text{ mol}$$

- Selektivitas 1,3-PDO

$$\text{Selektivitas} = \frac{\text{mol 1,3 - PDO dalam produk}}{\text{mol gliserol terkonversi}} \times 100\%$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{0,00001 \text{ mol}}{0,0217 \text{ mol}} \times 100\%$$

$$\text{Selektivitas} = 0,066\%$$

– Rata-rata selektivitas 1,3-PDO

$$\% \text{ Selektivitas rata - rata} = \frac{\text{selektivitas pengulangan (1 + 2 + 3)}}{3}$$

$$\% \text{ Selektivitas rata - rata} = \frac{(0,066 + 0,082 + 0,056)}{3}$$

$$\% \text{ Selektivitas rata - rata} = 0,068\%$$

Lampiran 4.3 Perhitungan konversi gliserol pada variasi perbandingan mol

$n_{\text{gliserol}}:n_{\text{asam format}}$	Pengulangan	Peak Area	Konsentrasi	Volume Hasil	Mol gliserol akhir	Mol awal	Gliserol Konversi	Konversi Gliserol (%)	Rata-rata	SD
1:1	1	264.157	6.245	9.4	0.0587	0.1	0.041	41.296	40.378	1.134
	2	274.940	6.478	9.4	0.0609	0.1	0.039	39.110		
	3	266.955	6.305	9.4	0.0593	0.1	0.041	40.729		
1:2	1	240.257	5.730	11.0	0.0630	0.1	0.037	36.974	34.019	2.775
	2	254.414	6.035	11.0	0.0664	0.1	0.034	33.615		
	3	263.462	6.230	11.0	0.0685	0.1	0.031	31.469		
1:4	1	198.953	4.839	18.0	0.0871	0.1	0.013	12.899	15.512	2.313
	2	190.106	4.648	18.0	0.0837	0.1	0.016	16.334		
	3	187.612	4.594	18.0	0.0827	0.1	0.017	17.302		

Lampiran 4.4 Perhitungan selektivitas 1,3-PDO pada variasi perbandingan mol

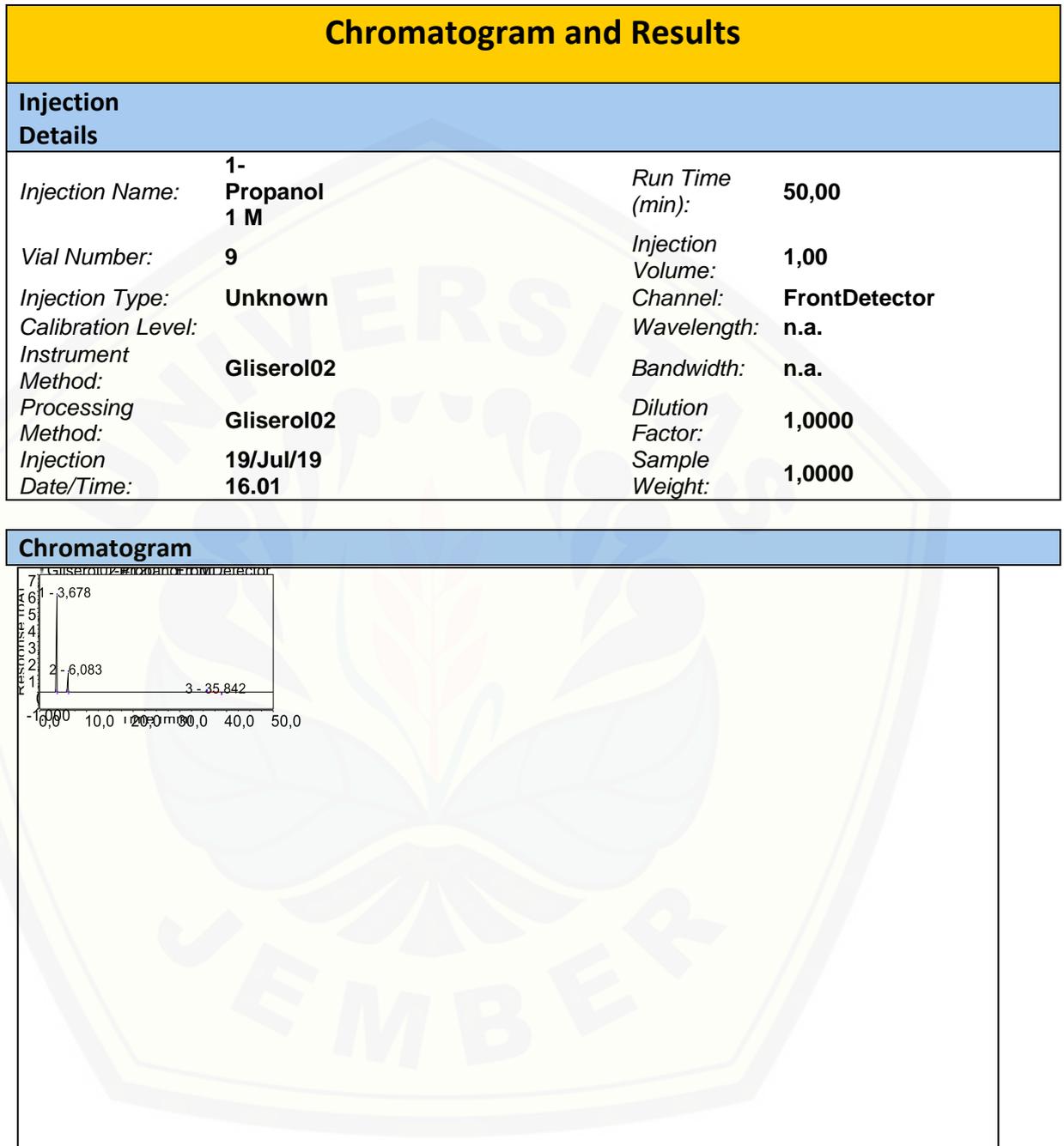
$n_{\text{gliserol}}:n_{\text{asam}}$ format	Pengulangan	Peak Area	Konsentrasi	Volume Hasil	Mol 1,3-PDO produk	mol gliserol terkonversi	Selektivitas (%)	Rata- rata	SD
1:1	1	4.353	0.031	9.4	0.0003	0.0413	0.702	0.616	0.079
	2	3.157	0.023	9.4	0.0002	0.0391	0.546		
	3	3.645	0.026	9.4	0.0002	0.0407	0.601		
1:2	1	1.600	0.012	11.0	0.0001	0.0370	0.363	0.387	0.042
	2	1.439	0.011	11.0	0.0001	0.0336	0.363		
	3	1.638	0.012	11.0	0.0001	0.0315	0.435		
1:4	1	1.391	0.011	18.0	0.0002	0.0129	1.504	1.101	0.350
	2	1.018	0.008	18.0	0.0001	0.0163	0.910		
	3	1.059	0.009	18.0	0.0002	0.0173	0.888		

Lampiran 4.5 FT-IR Piridin 10%Mo/SiO₂



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	44.749	7.523	403.14	393.49	3.065	0.3
2	466.79	35.898	3.315	515.01	457.14	22.603	1.145
3	601.81	50.077	0.421	611.45	596.02	4.601	0.031
4	669.32	52.083	0.12	671.25	663.53	2.182	0.01
5	752.26	52.481	0.756	753.84	725.26	10.664	0.107
6	798.56	47.783	7.255	869.92	763.84	29.707	2.935
7	908.5	51.789	4.362	927.79	869.92	15.06	0.833
8	952.87	51.767	1.737	968.3	927.79	11.237	0.315
9	976.01	52.486	0.502	989.52	968.3	5.884	0.051
10	1101.39	24.199	18.022	1188.19	991.44	98.114	24.636
11	1193.98	33.152	0.508	1379.15	1190.12	68.01	0.103
12	1541.18	54.177	0.092	1545.03	1537.32	2.051	0.003
13	1647.26	47.032	0.435	1705.13	1643.41	18.851	0.125
14	2042.68	54.902	0.104	2048.47	2038.83	2.507	0.003
15	2854.74	54.209	0.111	2860.53	2804.59	14.658	-0.016
16	2931.9	53.131	0.039	2941.54	2928.04	3.704	0.002
17	3448.84	31.122	0.287	3452.7	3444.98	3.896	0.016

Lampiran 4.6 Kromatogram larutan standar 1-Propanol



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,678	988,522	5702,040	83,69	83,54	n.a.
2		6,083	188,904	1115,616	15,99	16,34	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
3		35,842	3,801	8,002	0,32	0,12	n.a.
n.a.	Gliserol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total:			1181,228	6825,657	100,00	100,00	



Lampiran 4.7 Kromatogram larutan standar 2-Propanol

Chromatogram and Results			
Injection Details			
<i>Injection Name:</i>	2-Propanol 1 M	<i>Run Time (min):</i>	50,00
<i>Vial Number:</i>	8	<i>Injection Volume:</i>	1,00
<i>Injection Type:</i>	Unknown	<i>Channel:</i>	FrontDetector
<i>Calibration Level:</i>		<i>Wavelength:</i>	n.a.
<i>Instrument Method:</i>	Gliserol02	<i>Bandwidth:</i>	n.a.
<i>Processing Method:</i>	Gliserol02	<i>Dilution Factor:</i>	1,0000
<i>Injection Date/Time:</i>	19/Jul/19 15.04	<i>Sample Weight:</i>	1,0000

Chromatogram



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,660	880,312	5487,047	86,98	71,02	n.a.
2		3,920	131,747	2239,282	13,02	28,98	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
n.a.	Gliserol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total:			1012,059	7726,329	100,00	100,00	

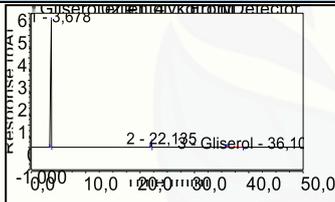


Lampiran 4.8 Kromatogram larutan standar etilen glikol

Chromatogram and Results

Injection Details			
<i>Injection Name:</i>	etilen glykol 1 M	<i>Run Time (min):</i>	50,00
<i>Vial Number:</i>	53	<i>Injection Volume:</i>	1,00
<i>Injection Type:</i>	Unknown	<i>Channel:</i>	FrontDetector
<i>Calibration Level:</i>		<i>Wavelength:</i>	n.a.
<i>Instrument Method:</i>	Gliserol02	<i>Bandwidth:</i>	n.a.
<i>Processing Method:</i>	Gliserol02	<i>Dilution Factor:</i>	1,0000
<i>Injection Date/Time:</i>	18/Jul/19 14.10	<i>Sample Weight:</i>	1,0000

Chromatogram



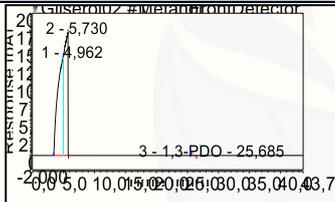
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,678	966,007	5643,856	96,90	96,45	n.a.
2		22,135	27,586	204,558	2,77	3,50	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
3	Gliserol	36,107	3,360	3,387	0,34	0,06	0,6390
Total:			996,953	5851,800	100,00	100,00	

Lampiran 4.9 Kromatogram larutan standar metanol

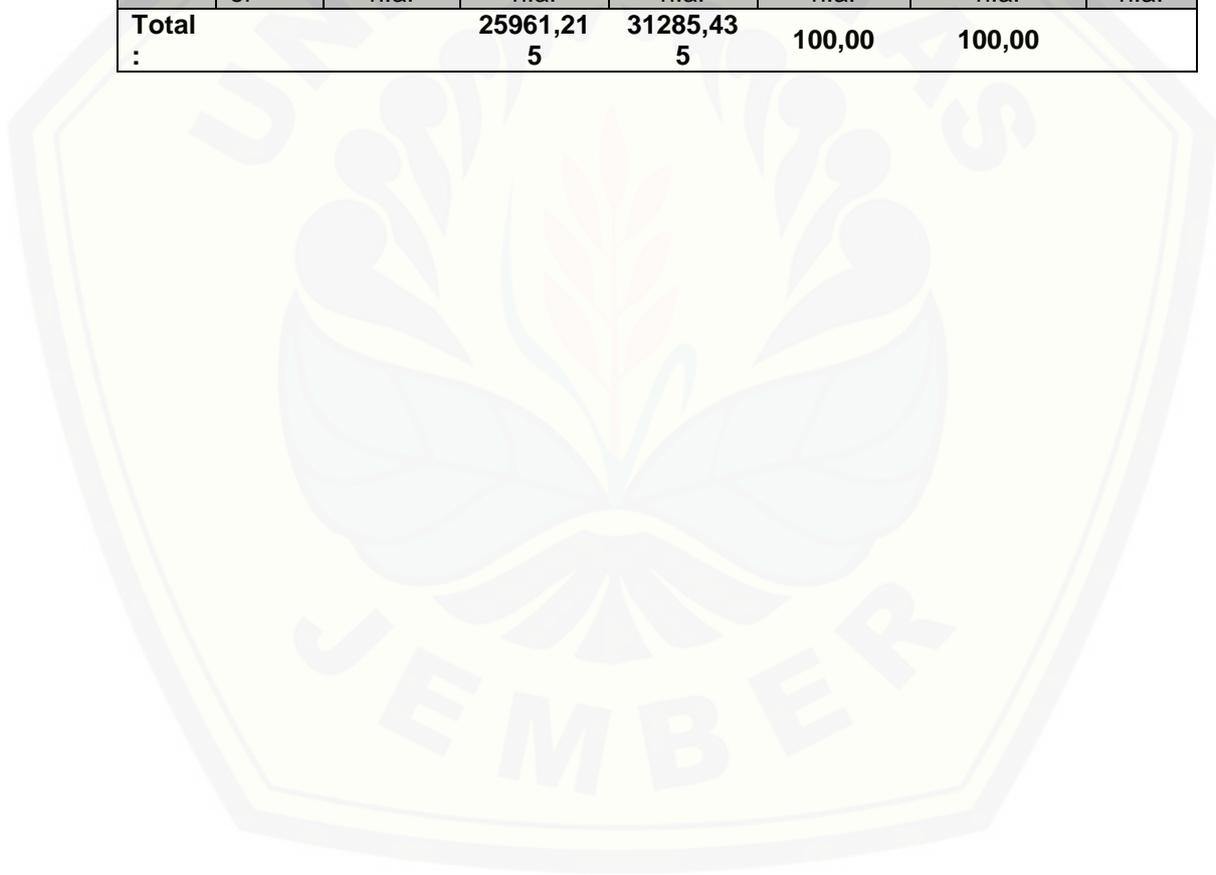
Chromatogram and Results

Injection Details			
Injection Name:	Metanol	Run Time (min):	43,67
Vial Number:	1	Injection Volume:	1,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	Gliserol 02	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Gliserol 02	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	19/Jun/1 9 09.30	Sample Weight:	1,0000

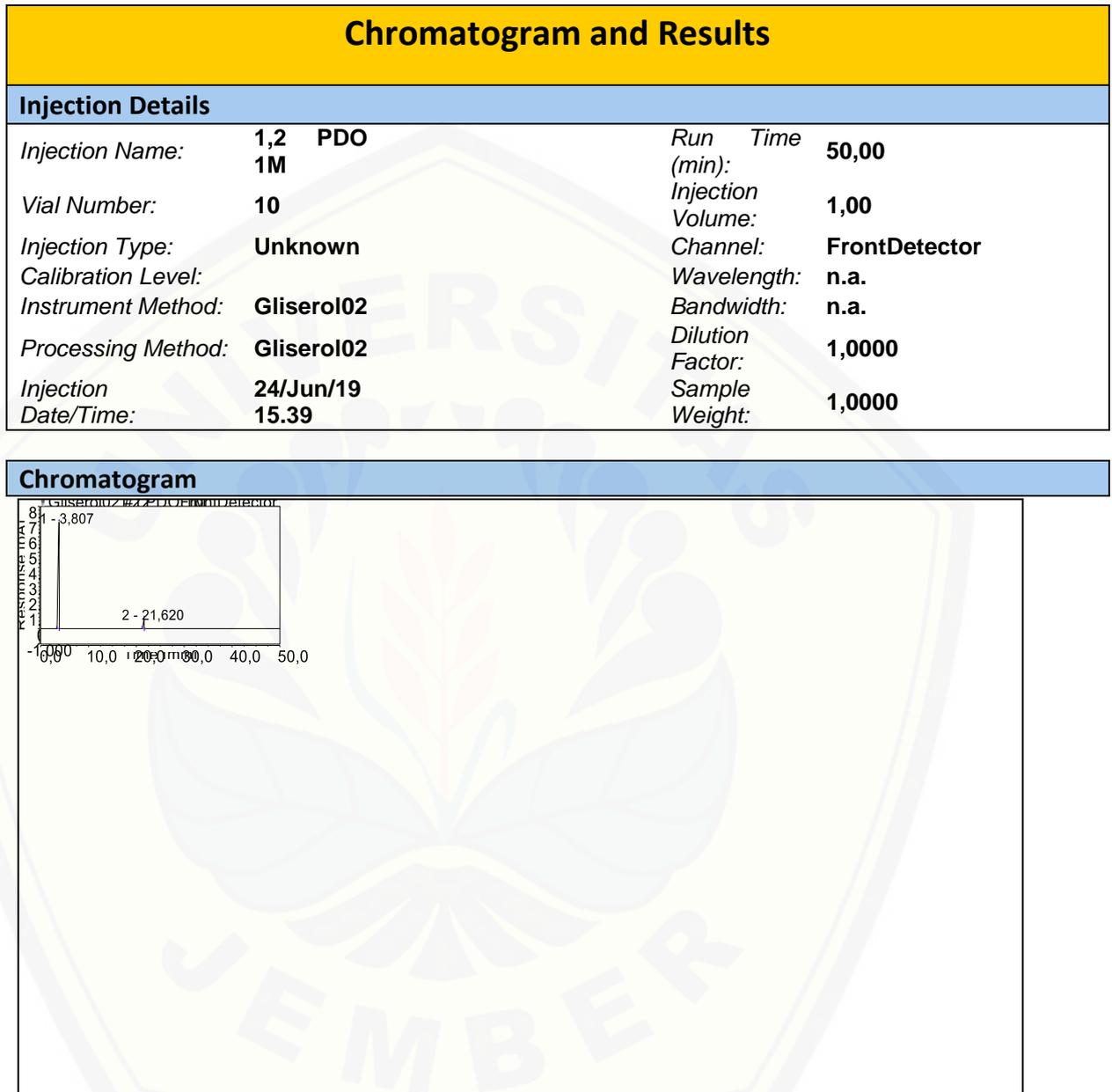
Chromatogram



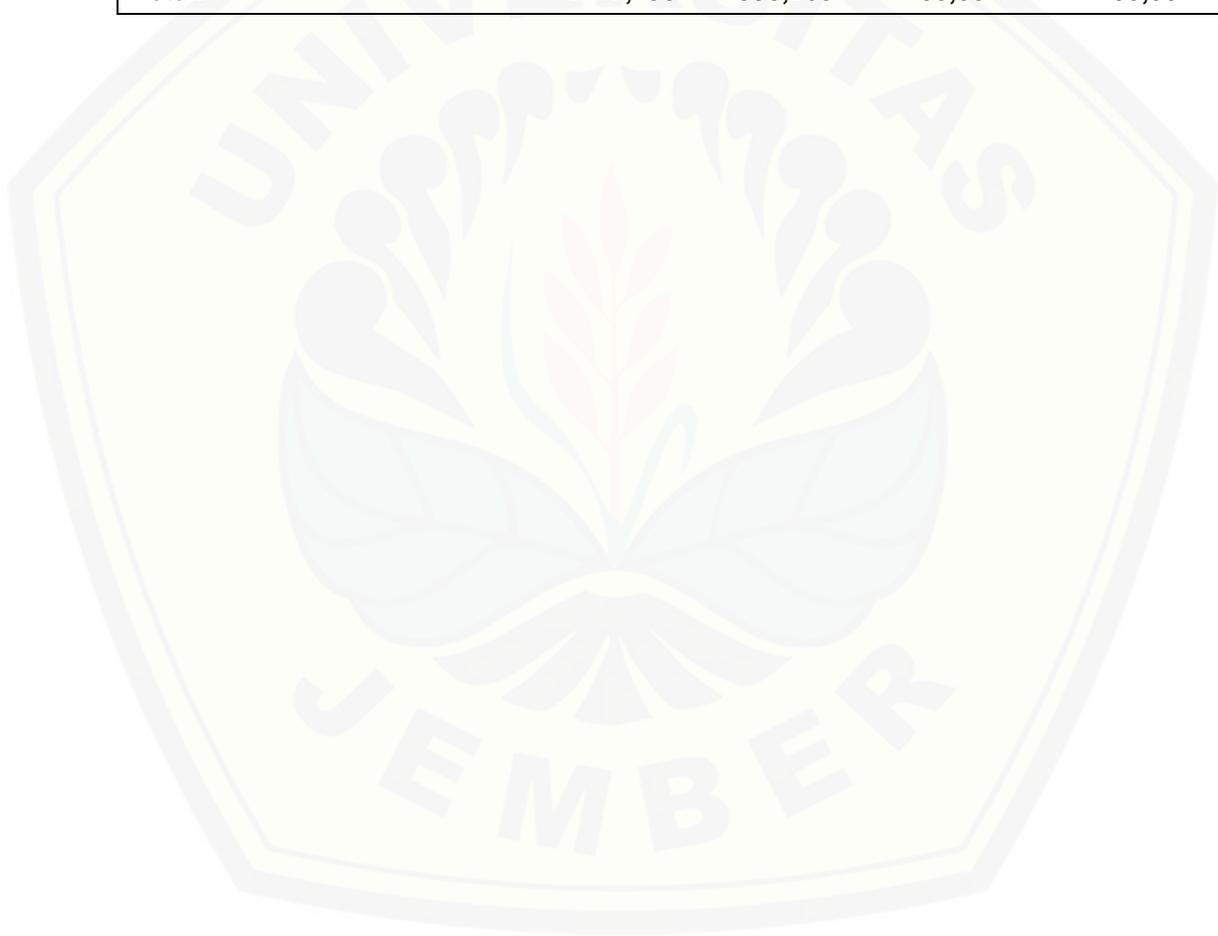
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		4,962	14232,612	13936,516	54,82	44,55	n.a.
2		5,730	11725,244	17304,752	45,16	55,31	n.a.
3	1,3-PDO	25,685	3,358	44,167	0,01	0,14	n.a.
n.a.	Gliserol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total			25961,215	31285,435	100,00	100,00	



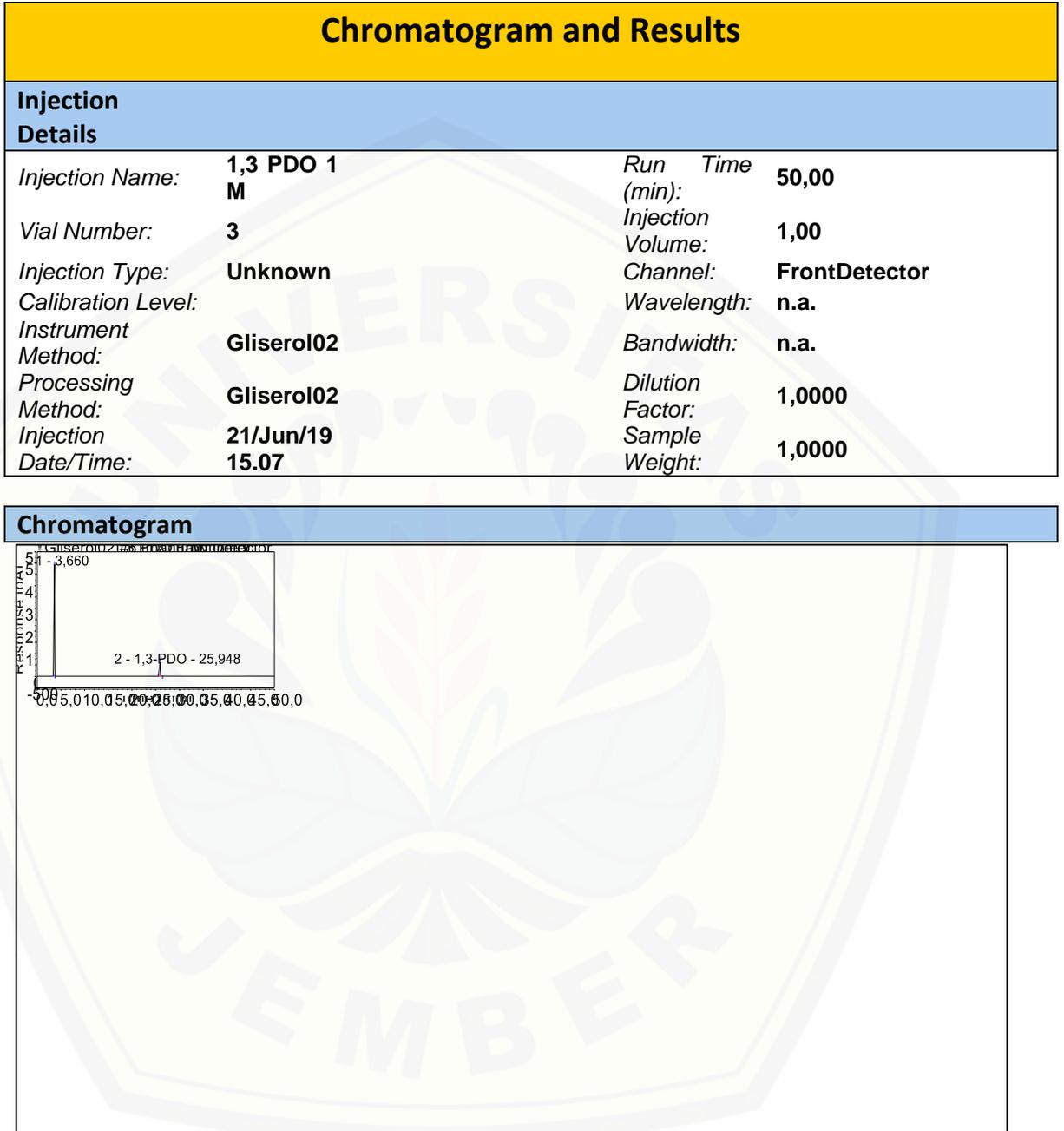
Lampiran 4.10 Kromatogram larutan standar 1,2-PDO



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,807	1613,459	6943,912	92,33	91,39	n.a.
2	1,3-PDO Gliserol	21,620	134,030	654,253	7,67	8,61	n.a.
n.a.		n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
n.a.		n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total:			1747,490	7598,165	100,00	100,00	



Lampiran 4.11 Kromatogram larutan standar 1,3-PDO



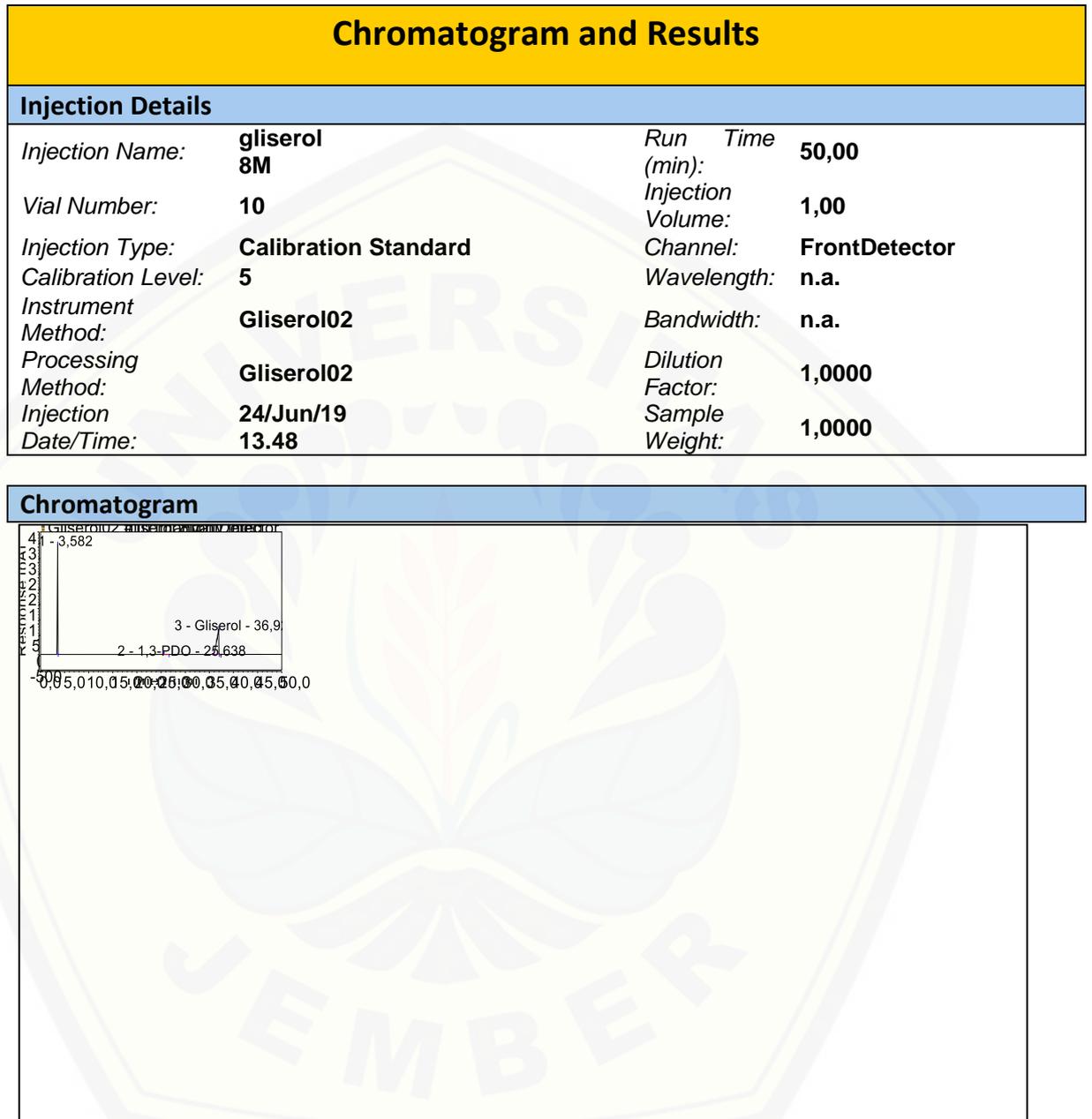
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,660	678,182	4931,514	84,08	88,93	n.a.
2	1,3-PDO	25,948	128,401	613,883	15,92	11,07	n.a.
n.a.	Gliserol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total:			806,584	5545,397	100,00	100,00	



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		4,962	14232,612	13936,516	54,82	44,55	n.a.
2		5,730	11725,244	17304,752	45,16	55,31	n.a.
3	1,3-PDO	25,685	3,358	44,167	0,01	0,14	n.a.
n.a.	Gliserol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
Total:			25961,215	31285,435	100,00	100,00	



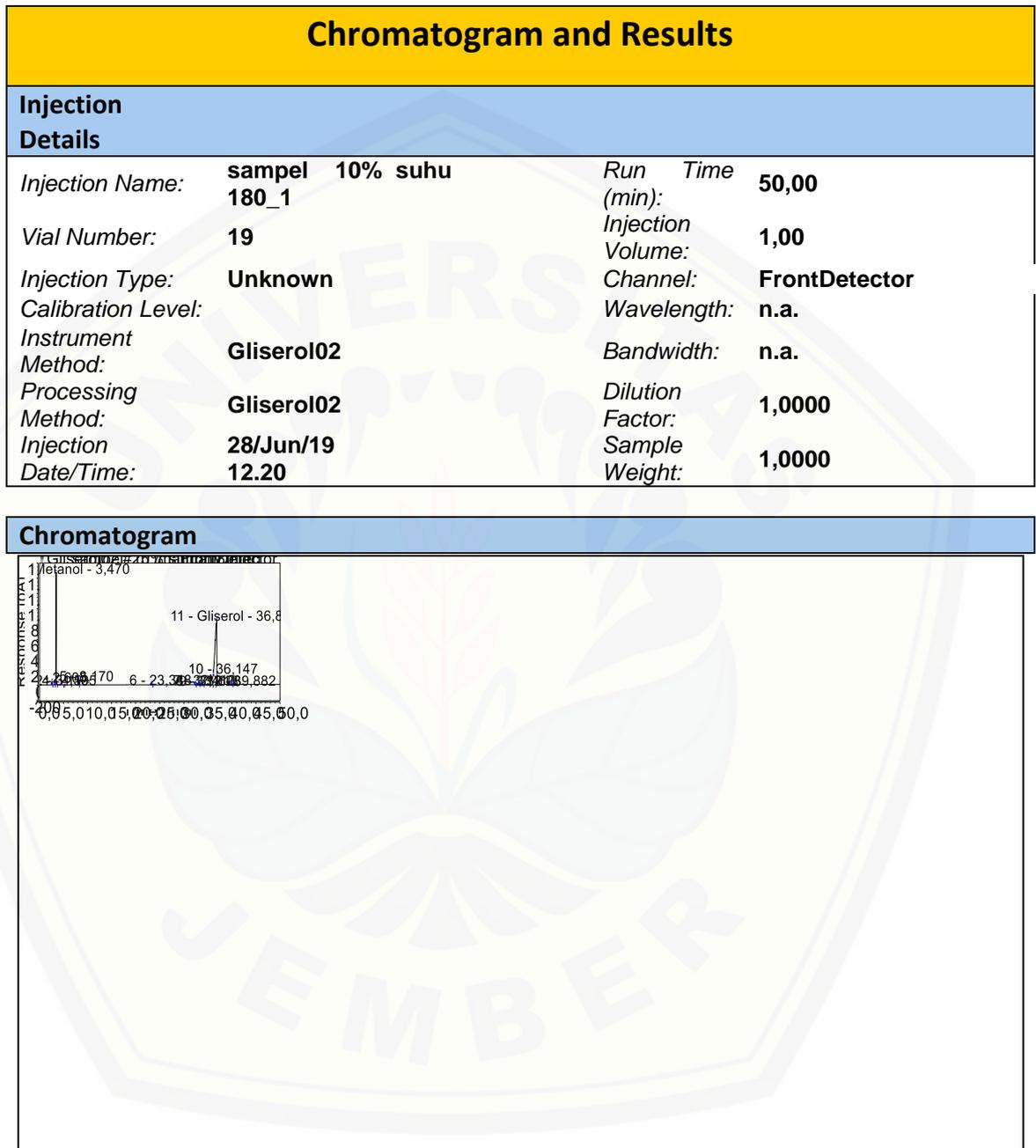
Lampiran 4.13 Kromatogram larutan standar gliserol



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
n.a.	Metanol	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1		3,582	337,043	3569,211	47,16	81,24	n.a.
2	1,3-PDO	25,638	0,656	3,235	0,09	0,07	n.a.
3	Gliserol	36,928	376,962	821,098	52,75	18,69	7,8949
Total:			714,660	4393,543	100,00	100,00	

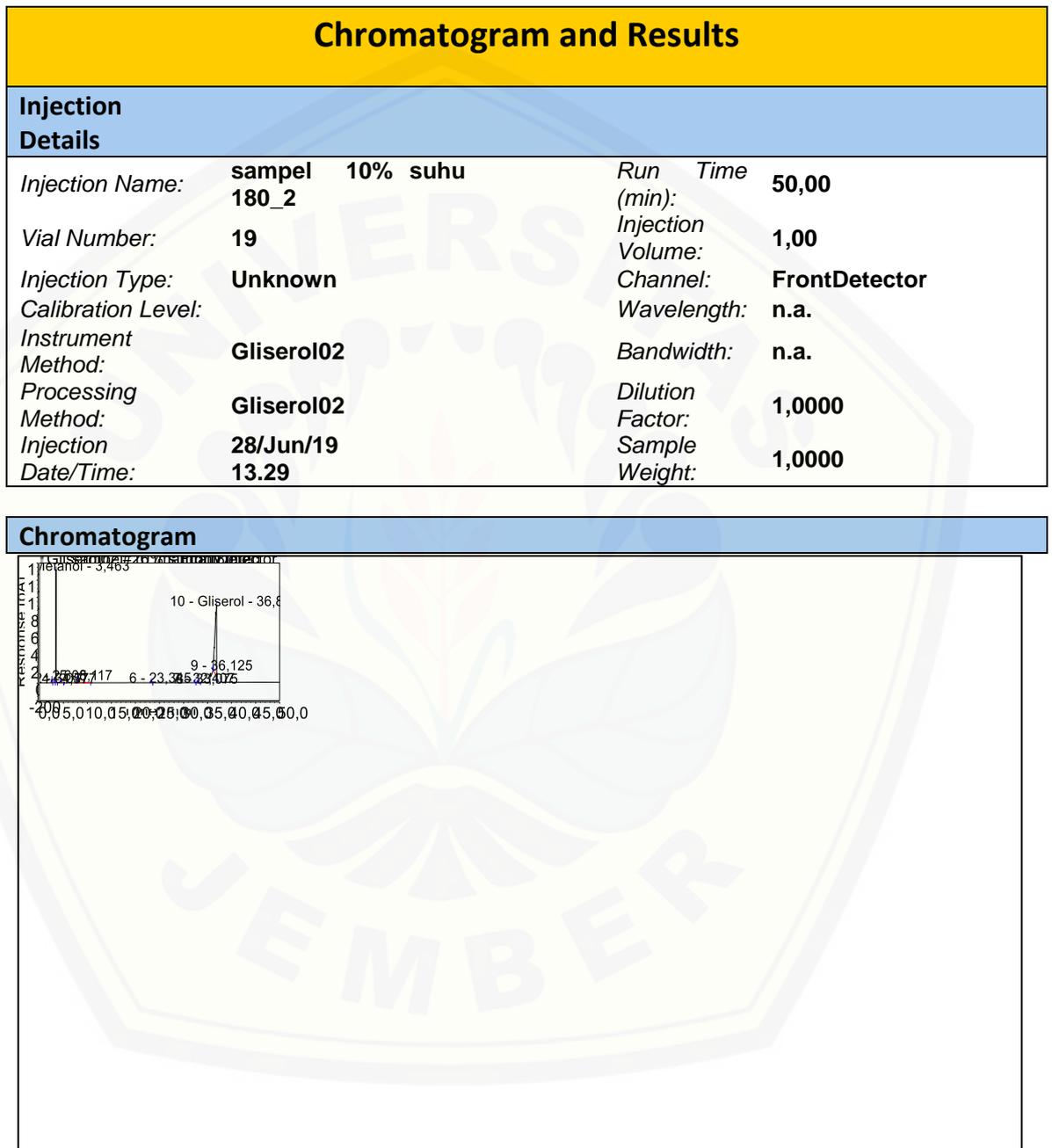


Lampiran 4.14 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)



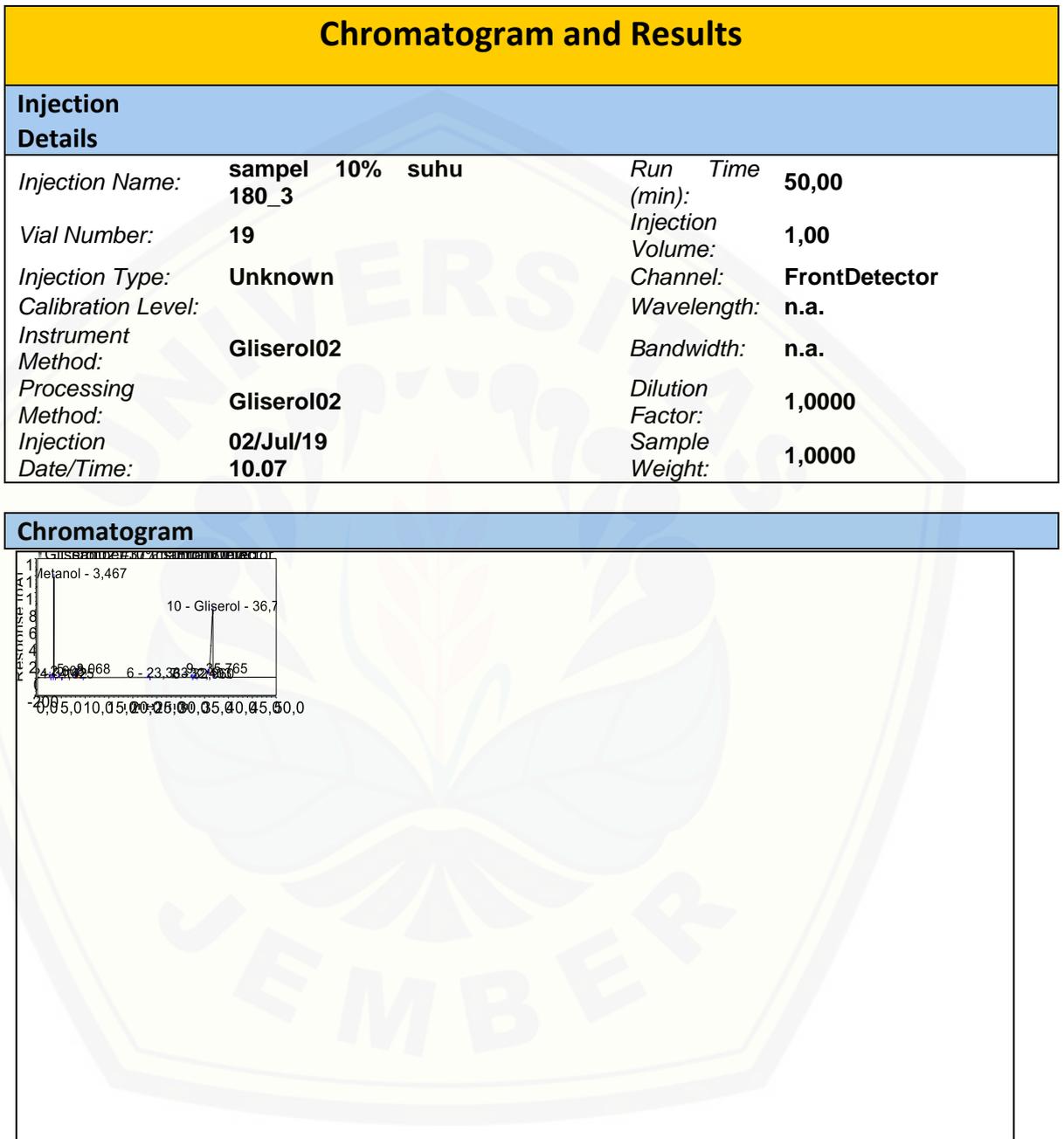
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,605	0,796	48,455	0,20	1,98	n.a.
2		3,110	1,557	12,710	0,39	0,52	n.a.
3		3,470	61,065	1467,157	15,48	59,87	n.a.
4		4,595	0,734	11,815	0,19	0,48	n.a.
5		8,170	4,477	66,433	1,14	2,71	n.a.
6		23,348	1,240	16,625	0,31	0,68	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
7		32,410	0,805	12,013	0,20	0,49	n.a.
8		33,018	1,882	4,024	0,48	0,16	n.a.
9		33,628	0,755	1,762	0,19	0,07	n.a.
10		36,147	0,337	23,038	0,09	0,94	n.a.
11	Gliserol	36,852	320,158	784,384	81,18	32,01	7,4363
12		39,882	0,553	2,074	0,14	0,08	n.a.
Total:			394,360	2450,490	100,00	100,00	

Lampiran 4.15 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)



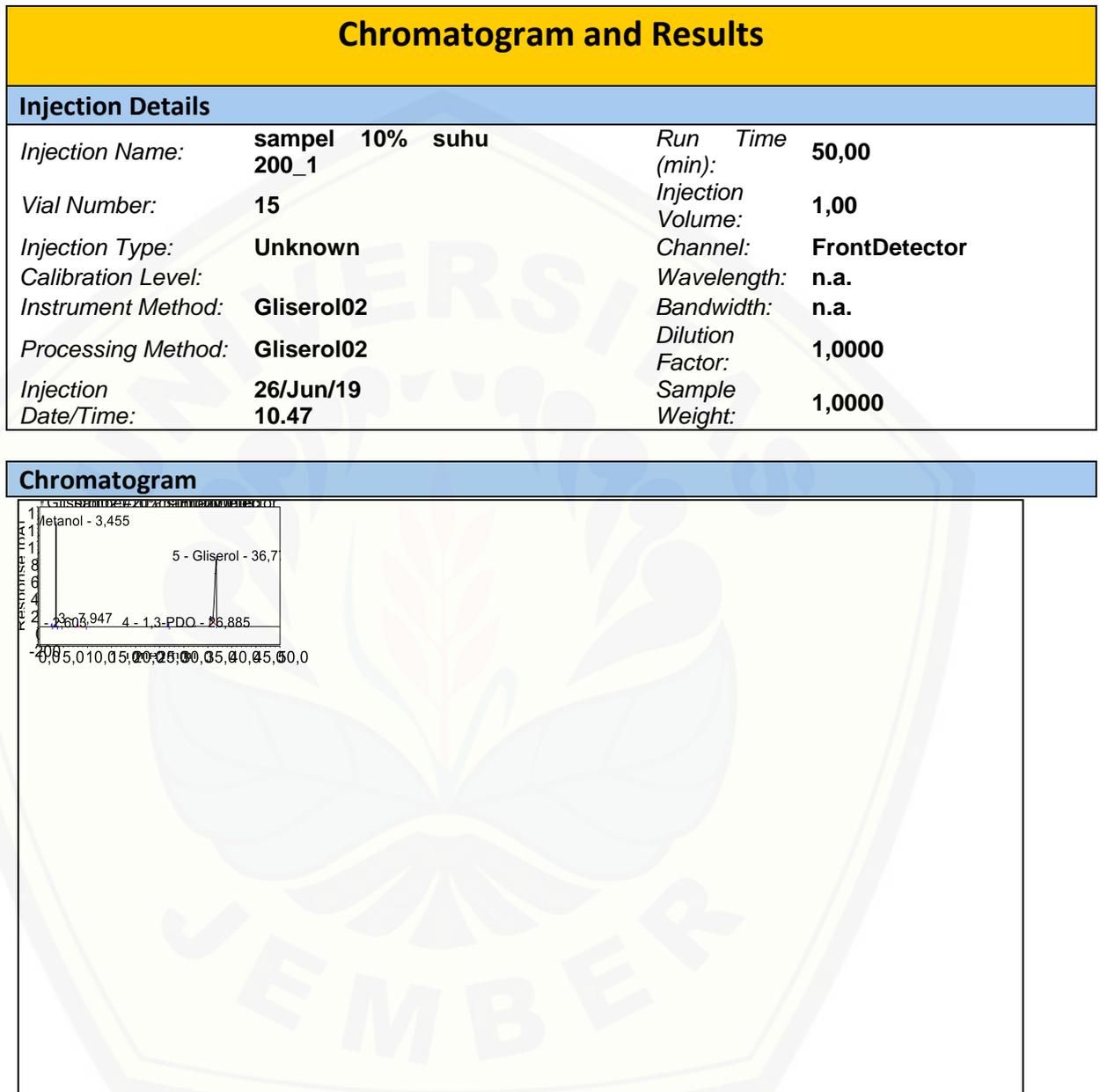
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,605	0,698	45,111	0,17	1,94	n.a.
2		3,077	1,252	12,790	0,31	0,55	n.a.
3		3,463	52,340	1318,747	13,06	56,72	n.a.
4		4,577	0,539	9,095	0,13	0,39	n.a.
5		8,117	4,557	47,231	1,14	2,03	n.a.
6		23,345	1,232	16,381	0,31	0,70	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
7	Gliserol	32,407	0,748	11,497	0,19	0,49	n.a.
8		33,075	0,730	2,633	0,18	0,11	n.a.
9		36,125	0,009	2,548	0,00	0,11	n.a.
10		36,897	338,510	859,061	84,50	36,95	7,8301
Total:			400,615	2325,094	100,00	100,00	

Lampiran 4.16 Kromatogram suhu 180 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,608	0,636	35,345	0,18	1,70	n.a.
2		3,142	1,284	8,924	0,36	0,43	n.a.
3		3,467	43,712	1177,316	12,32	56,46	n.a.
4		4,625	0,641	8,109	0,18	0,39	n.a.
5		8,068	3,604	62,051	1,02	2,98	n.a.
6		23,333	1,054	15,033	0,30	0,72	n.a.
n.a.	1,3-PDO	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
7		32,403	0,567	8,809	0,16	0,42	n.a.
8		32,960	0,855	2,430	0,24	0,12	n.a.
9		35,765	0,003	0,850	0,00	0,04	n.a.
10	Gliserol	36,752	302,324	766,340	85,24	36,75	7,0536
Total:			354,680	2085,207	100,00	100,00	

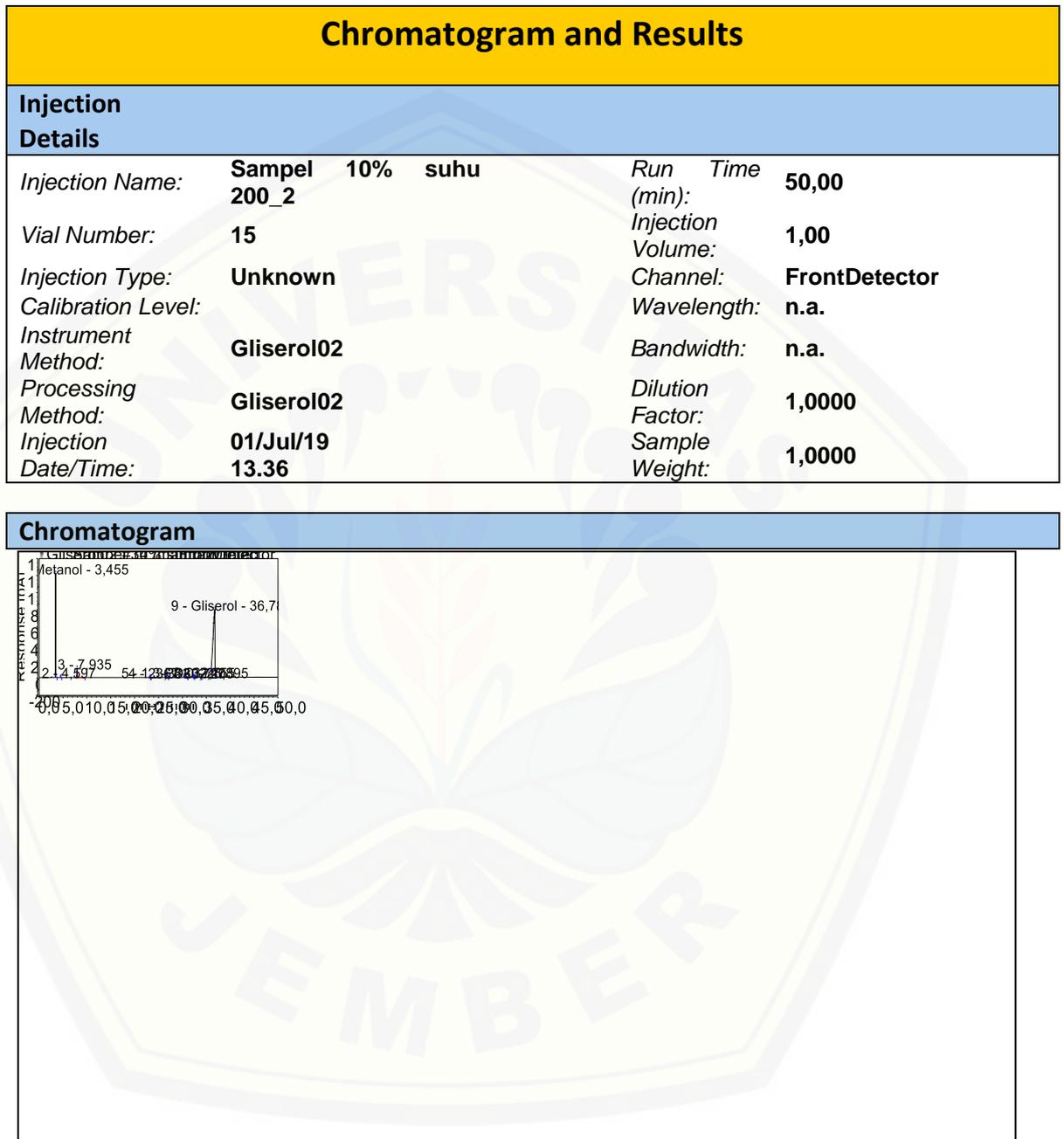
Lampiran 4.17 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,603	0,032	7,282	0,01	0,36	n.a.
2		3,455	41,580	1190,400	12,08	58,59	n.a.
3		7,947	3,507	58,740	1,02	2,89	n.a.
4	1,3-PDO	26,885	0,683	10,599	0,20	0,52	n.a.
5	Gliserol	36,772	298,450	764,703	86,70	37,64	6,9705
Total:			344,252	2031,723	100,00	100,00	

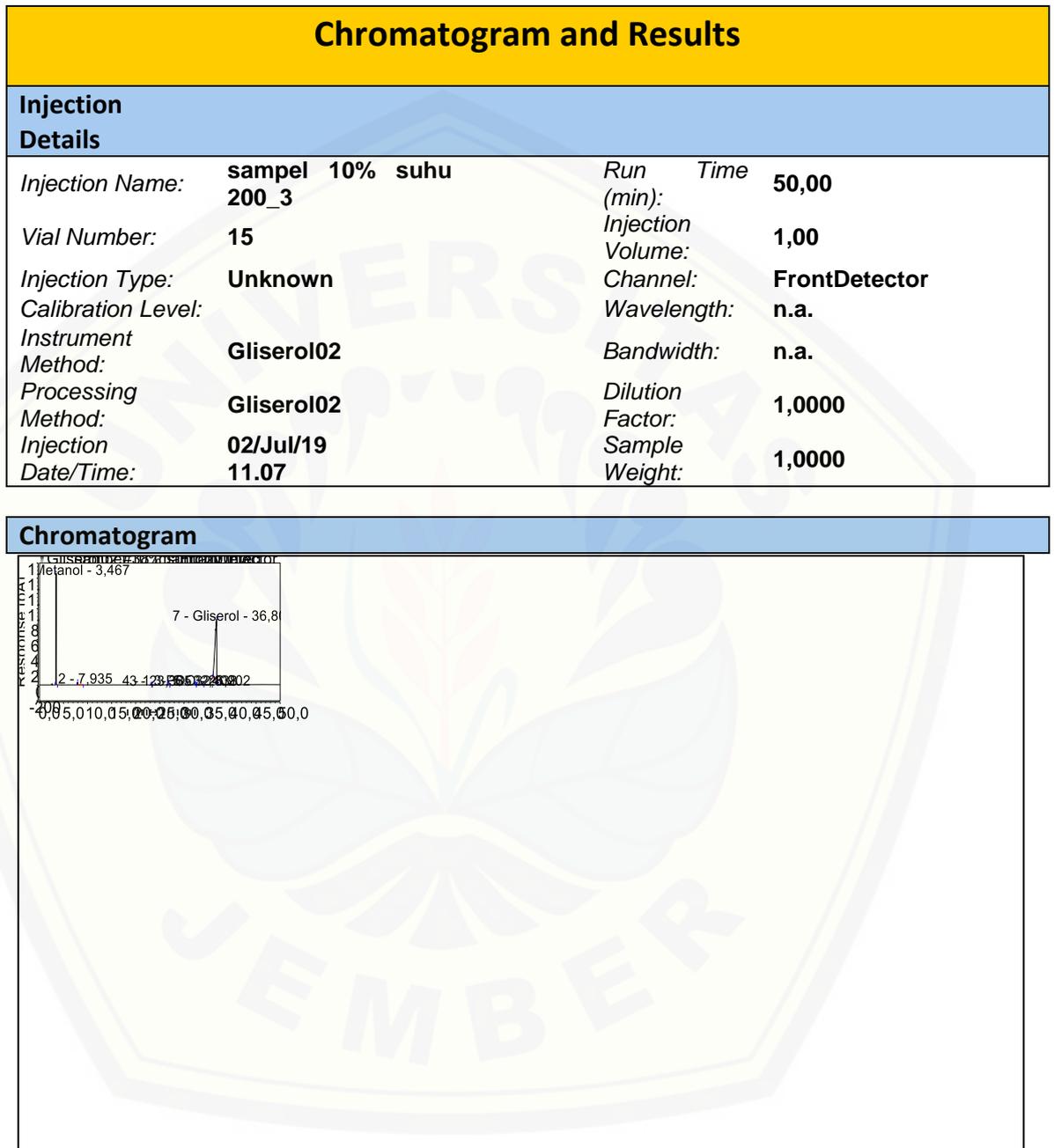


Lampiran 4.18 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time Min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	3,455	43,636	1223,077	11,66	56,73	n.a.
2		4,597	0,773	10,181	0,21	0,47	n.a.
3		7,935	6,061	111,815	1,62	5,19	n.a.
4		23,333	0,507	7,229	0,14	0,34	n.a.
5	1,3-PDO	26,895	0,730	10,709	0,19	0,50	n.a.
6		30,727	1,230	3,896	0,33	0,18	n.a.
7		32,403	0,719	10,113	0,19	0,47	n.a.
8		32,755	3,413	11,574	0,91	0,54	n.a.
9	Gliserol	36,782	317,086	767,291	84,75	35,59	7,3704
Total:			374,155	2155,886	100,00	100,00	

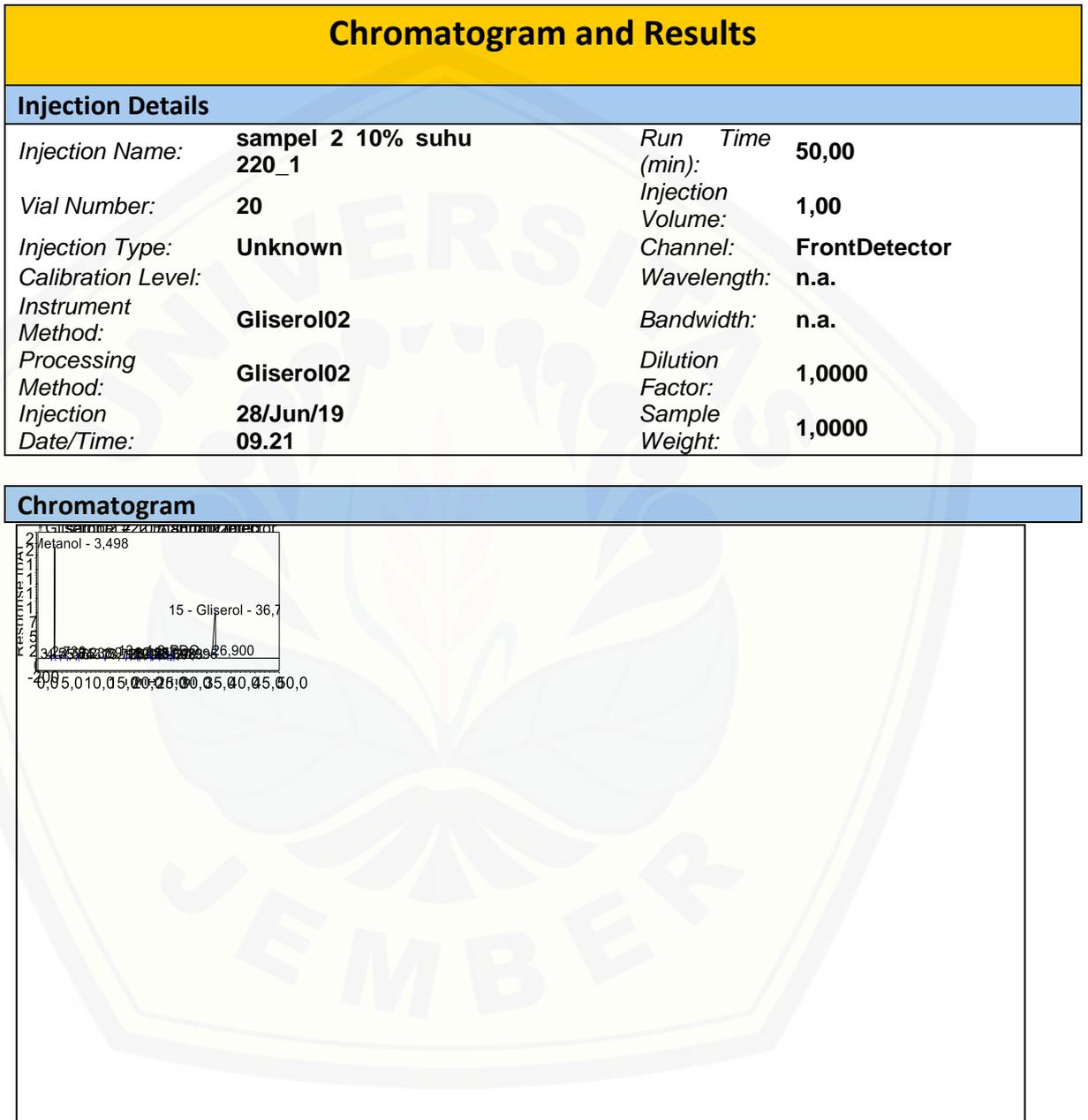
Lampiran 4.19 Kromatogram suhu 200 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time Min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	3,467	59,308	1454,674	15,15	61,98	n.a.
2		7,935	2,346	36,728	0,60	1,56	n.a.
3		23,335	0,532	7,590	0,14	0,32	n.a.
4	1,3-PDO	26,902	0,711	10,703	0,18	0,46	n.a.
5		32,402	0,568	8,424	0,15	0,36	n.a.
6		32,838	3,093	6,910	0,79	0,29	n.a.
7	Gliserol	36,803	324,986	821,869	83,00	35,02	7,5399
Total:			391,543	2346,899	100,00	100,00	



Lampiran 4.20 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)

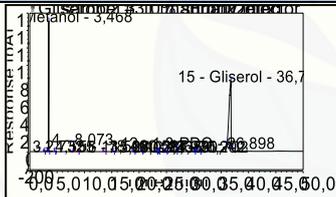


Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,730	1,884	56,812	0,49	1,90	n.a.
2		3,498	97,279	1933,009	25,27	64,73	n.a.
3		4,575	1,062	21,536	0,28	0,72	n.a.
4		5,843	0,876	15,739	0,23	0,53	n.a.
5		8,233	4,288	33,600	1,11	1,13	n.a.
6		13,725	1,038	14,696	0,27	0,49	n.a.
7		18,008	1,009	9,887	0,26	0,33	n.a.
8		19,055	2,231	24,139	0,58	0,81	n.a.
9		20,557	2,560	38,569	0,66	1,29	n.a.
10		23,347	1,275	14,742	0,33	0,49	n.a.
11		23,690	0,884	14,259	0,23	0,48	n.a.
12		24,983	1,072	13,321	0,28	0,45	n.a.
13	1,3-PDO	26,900	4,353	71,651	1,13	2,40	n.a.
14	Gliserol	27,995	1,042	16,098	0,27	0,54	n.a.
15		36,783	264,157	708,403	68,61	23,72	6,2347
Total:			385,010	2986,464	100,00	100,00	

Lampiran 4.21 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)

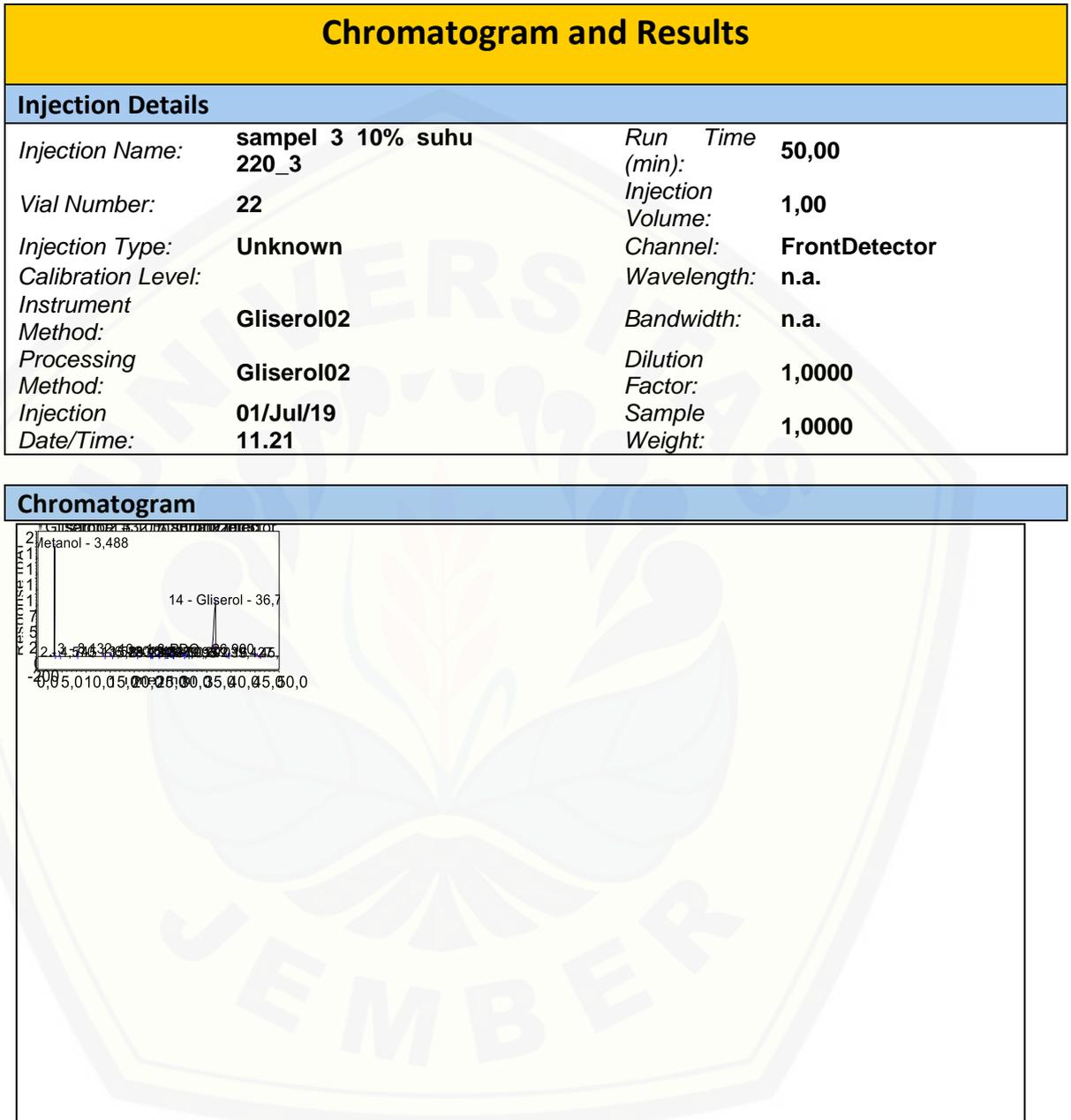
Chromatogram and Results			
Injection Details			
Injection Name:	sampel 3 10% suhu 220_2	Run Time (min):	50,00
Vial Number:	22	Injection Volume:	1,00
Injection Type:	Unknown	Channel:	FrontDetector
Calibration Level:		Wavelength:	n.a.
Instrument Method:	Gliserol02	Bandwidth:	n.a.
Processing Method:	Gliserol02	Dilution Factor:	1,0000
Injection Date/Time:	01/Jul/19 10.24	Sample Weight:	1,0000

Chromatogram



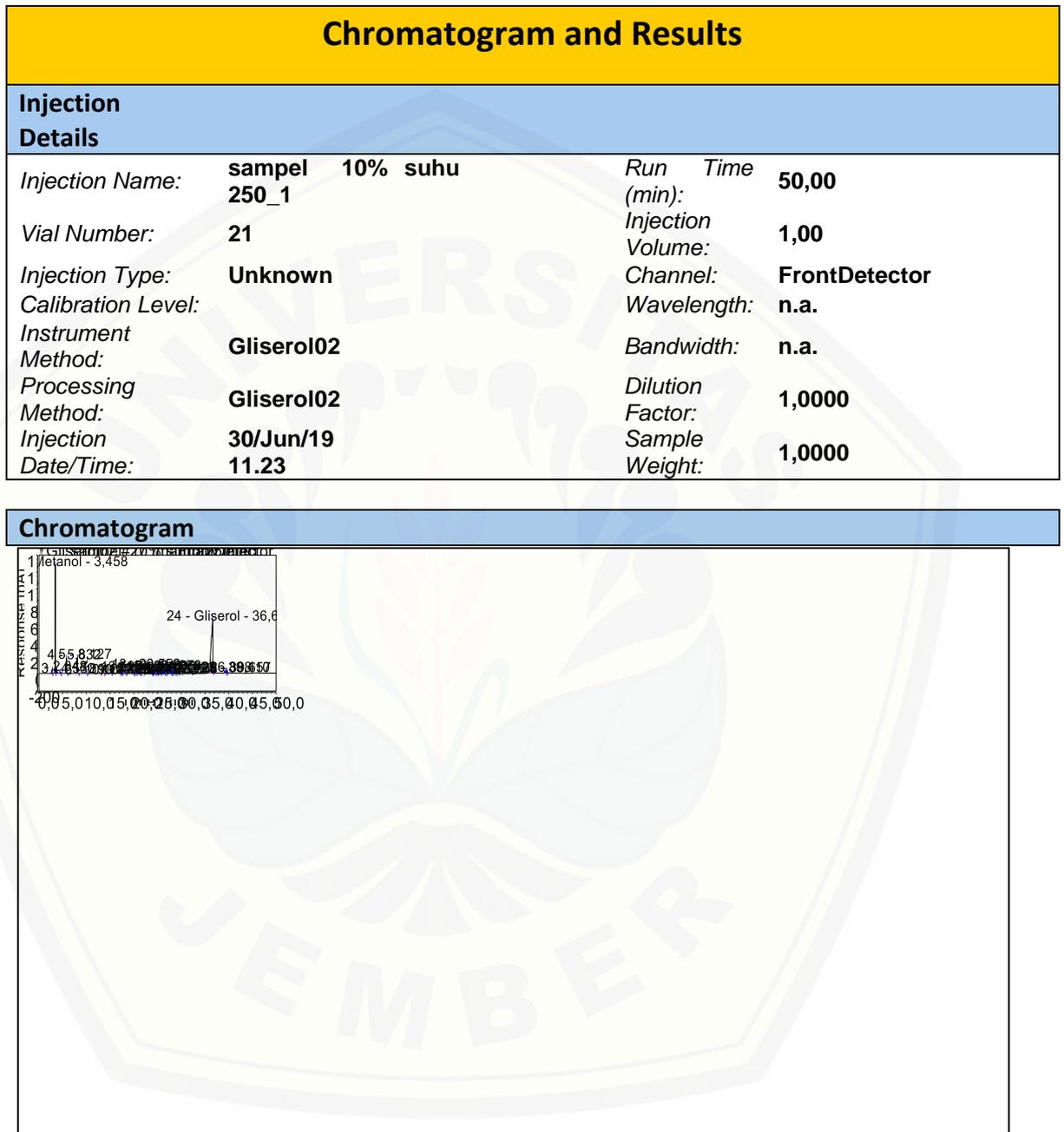
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,732	0,571	15,370	0,16	0,61	n.a.
2		3,468	62,210	1505,512	17,46	60,12	n.a.
3		4,555	0,929	13,258	0,26	0,53	n.a.
4		8,073	6,159	93,886	1,73	3,75	n.a.
5		13,538	1,101	15,893	0,31	0,63	n.a.
6		15,270	0,639	7,525	0,18	0,30	n.a.
7		19,028	0,693	4,506	0,19	0,18	n.a.
8		20,537	1,127	17,676	0,32	0,71	n.a.
9		23,335	0,572	6,603	0,16	0,26	n.a.
10		23,683	0,676	10,419	0,19	0,42	n.a.
11		24,975	0,704	9,320	0,20	0,37	n.a.
12	1,3-PDO	26,898	3,157	49,040	0,89	1,96	n.a.
13		30,202	0,655	8,305	0,18	0,33	n.a.
14	Gliserol	30,702	2,226	6,226	0,62	0,25	n.a.
15		36,798	274,940	740,818	77,15	29,58	6,4661
Total:			356,361	2504,357	100,00	100,00	

Lampiran 4.22 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)



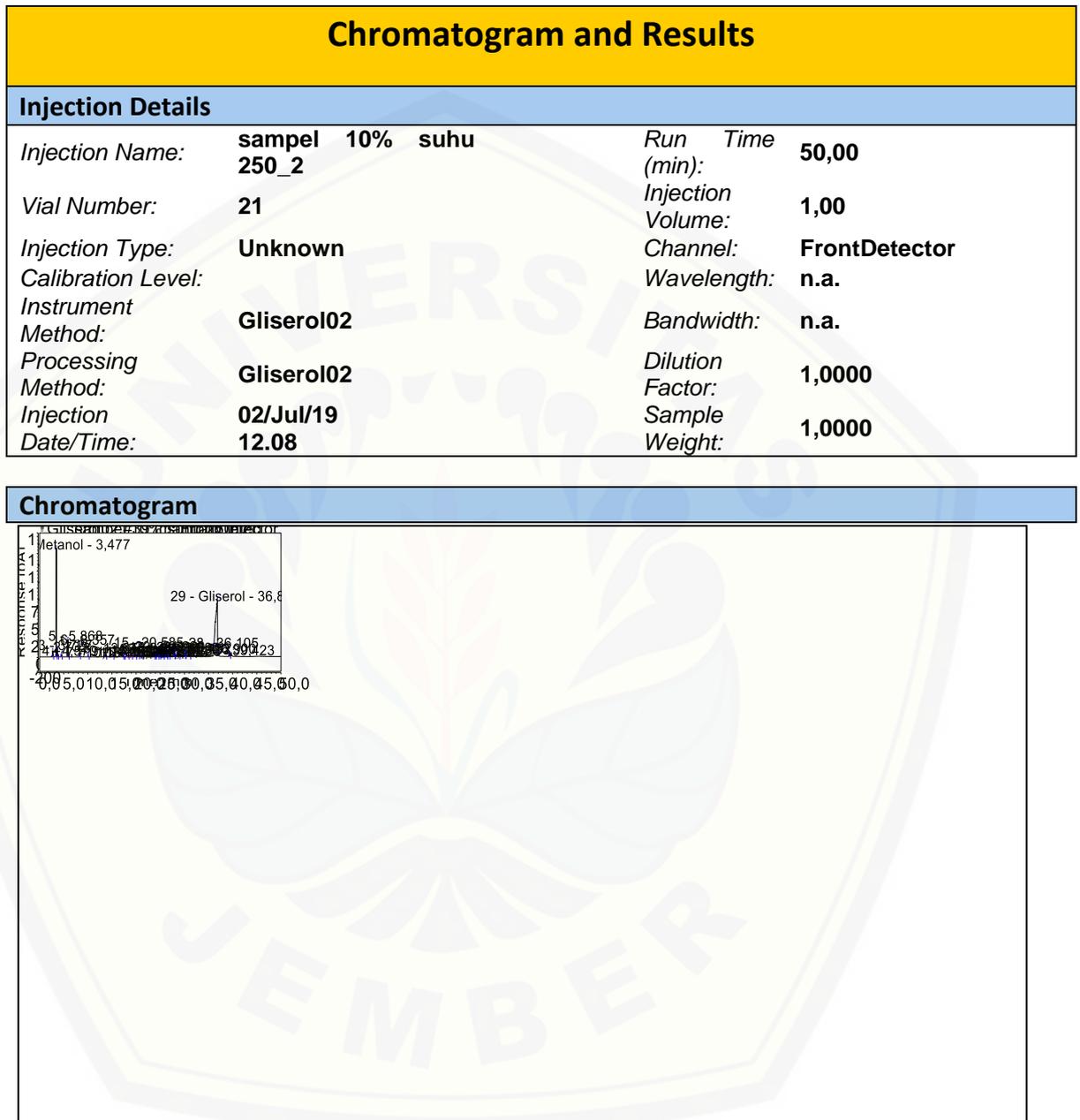
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	3,488	82,548	1750,655	22,26	64,85	n.a.
2		4,570	0,906	15,830	0,24	0,59	n.a.
3		8,132	5,224	71,631	1,41	2,65	n.a.
4		13,588	1,332	20,264	0,36	0,75	n.a.
5		15,283	0,781	8,711	0,21	0,32	n.a.
6		20,545	1,486	22,865	0,40	0,85	n.a.
7		23,340	0,733	8,727	0,20	0,32	n.a.
8		23,687	0,793	12,146	0,21	0,45	n.a.
9		24,980	0,875	11,799	0,24	0,44	n.a.
10	1,3-PDO	26,900	3,645	59,321	0,98	2,20	n.a.
11		27,993	0,659	9,732	0,18	0,36	n.a.
12		30,202	0,909	10,949	0,25	0,41	n.a.
13	Gliserol	30,670	2,677	7,638	0,72	0,28	n.a.
14		36,788	266,955	684,235	71,99	25,35	6,2948
15		39,427	0,585	3,324	0,16	0,12	n.a.
16		45,507	0,695	1,543	0,19	0,06	n.a.
Total:			370,803	2699,366	100,00	100,00	

Lampiran 4.23 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 1)



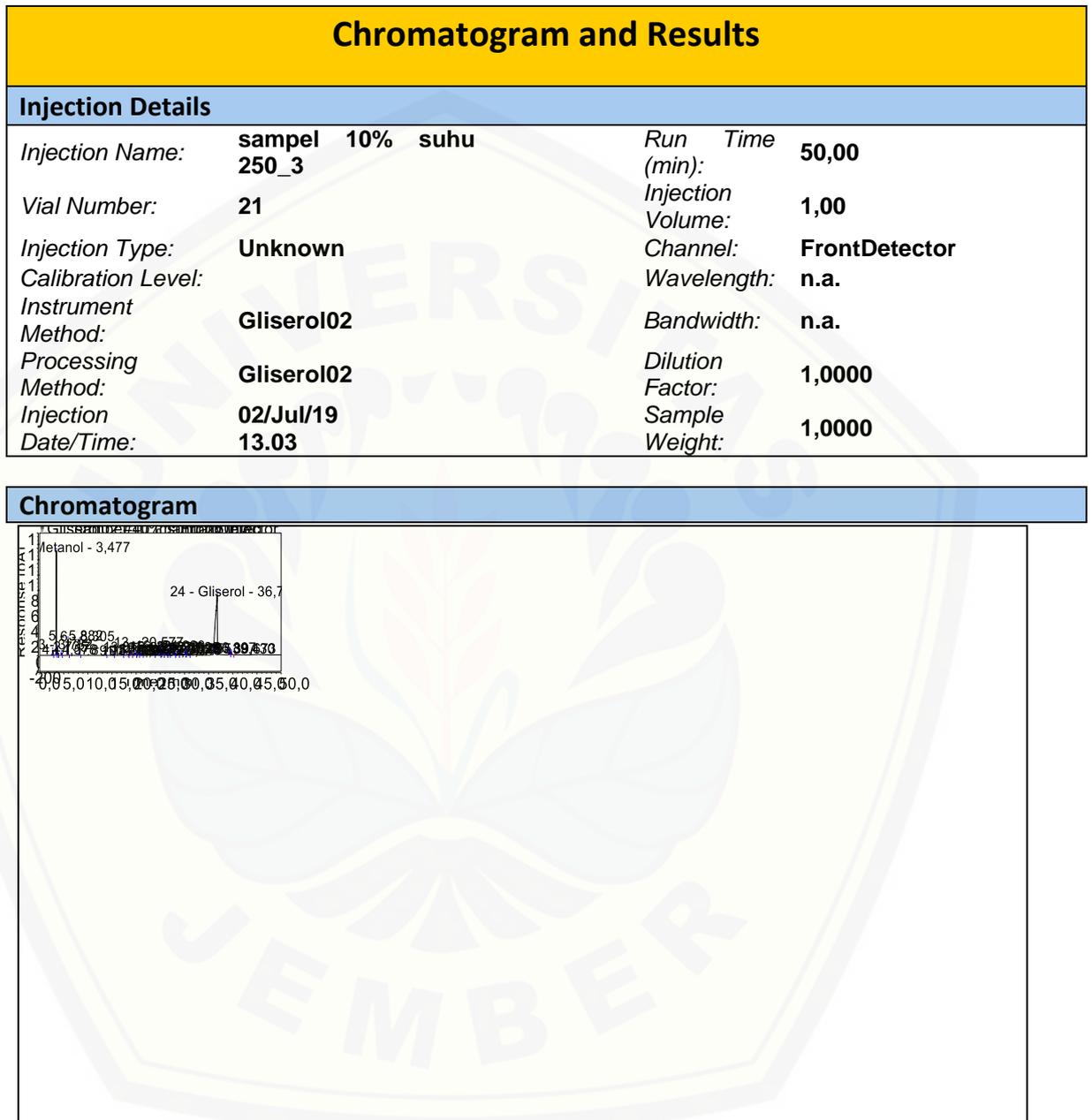
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,848	1,801	45,205	0,50	1,61	n.a.
2		3,458	48,683	1277,905	13,44	45,39	n.a.
3		4,550	0,679	20,304	0,19	0,72	n.a.
4		5,832	10,232	182,642	2,83	6,49	n.a.
5		8,127	12,477	188,119	3,45	6,68	n.a.
6		10,108	0,509	8,889	0,14	0,32	n.a.
7		13,527	2,901	42,814	0,80	1,52	n.a.
8		15,270	1,090	15,844	0,30	0,56	n.a.
9		17,012	1,501	11,611	0,41	0,41	n.a.
10		17,520	0,616	8,435	0,17	0,30	n.a.
11		18,250	0,980	7,733	0,27	0,27	n.a.
12		20,037	2,379	18,006	0,66	0,64	n.a.
13		20,552	4,527	70,990	1,25	2,52	n.a.
14		21,187	1,518	13,519	0,42	0,48	n.a.
15		23,685	3,508	51,195	0,97	1,82	n.a.
16		24,075	0,500	7,699	0,14	0,27	n.a.
17		24,553	0,741	9,940	0,20	0,35	n.a.
18		24,978	3,536	53,244	0,98	1,89	n.a.
19		25,525	1,233	11,053	0,34	0,39	n.a.
20		26,193	1,789	11,855	0,49	0,42	n.a.
21	1,3-PDO	26,888	2,376	34,018	0,66	1,21	n.a.
22		27,993	2,022	33,716	0,56	1,20	n.a.
23	Gliserol	28,308	3,334	14,021	0,92	0,50	n.a.
24		36,670	246,597	627,201	68,09	22,28	5,8579
25		39,410	5,121	26,591	1,41	0,94	n.a.
26		39,657	1,515	22,579	0,42	0,80	n.a.
Total:			362,163	2815,128	100,00	100,00	

Lampiran 4.24 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 2)



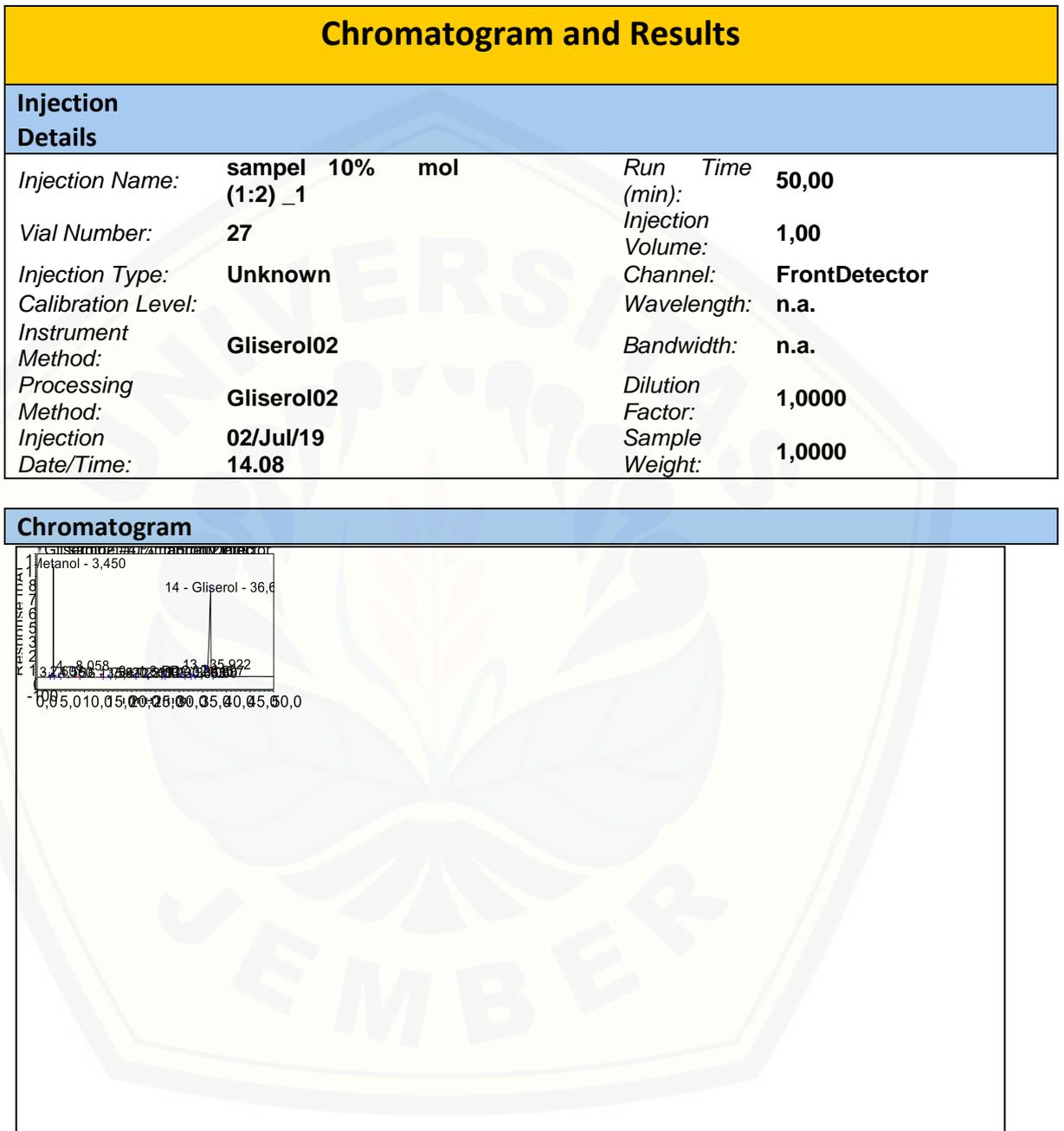
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,732	3,265	90,637	0,62	2,26	n.a.
2		3,477	69,662	1571,372	13,22	39,22	n.a.
3		3,727	4,756	117,367	0,90	2,93	n.a.
4		4,570	1,240	37,406	0,24	0,93	n.a.
5		5,868	15,933	252,891	3,02	6,31	n.a.
6		8,357	19,762	194,416	3,75	4,85	n.a.
7		10,133	0,594	14,296	0,11	0,36	n.a.
8		13,648	5,409	75,382	1,03	1,88	n.a.
9		15,297	2,098	30,815	0,40	0,77	n.a.
10		17,045	3,192	18,782	0,61	0,47	n.a.
11		17,572	1,073	13,290	0,20	0,33	n.a.
12		18,063	2,804	16,168	0,53	0,40	n.a.
13		18,945	2,412	18,557	0,46	0,46	n.a.
14		19,815	5,226	40,795	0,99	1,02	n.a.
15		20,585	10,353	156,286	1,96	3,90	n.a.
16		21,205	3,198	28,528	0,61	0,71	n.a.
17		23,700	5,962	87,523	1,13	2,18	n.a.
18		24,075	1,024	16,055	0,19	0,40	n.a.
19		24,565	1,506	20,137	0,29	0,50	n.a.
20		24,990	6,649	98,131	1,26	2,45	n.a.
21		25,532	2,337	20,731	0,44	0,52	n.a.
22		26,207	3,231	21,745	0,61	0,54	n.a.
23	1,3-PDO	26,900	4,569	64,871	0,87	1,62	n.a.
24		28,000	4,613	74,587	0,88	1,86	n.a.
25		28,325	5,625	29,444	1,07	0,73	n.a.
26		30,193	4,406	53,388	0,84	1,33	n.a.
27		30,432	11,108	65,965	2,11	1,65	n.a.
28	Gliserol	36,105	0,020	3,056	0,00	0,08	n.a.
29		36,855	318,072	737,486	60,36	18,41	7,3915
30		39,423	6,852	36,283	1,30	0,91	n.a.
Total:			526,952	4006,391	100,00	100,00	

Lampiran 4.25 Kromatogram suhu 250 °C, gliserol: asam format = 1:1 (pengulangan 3)



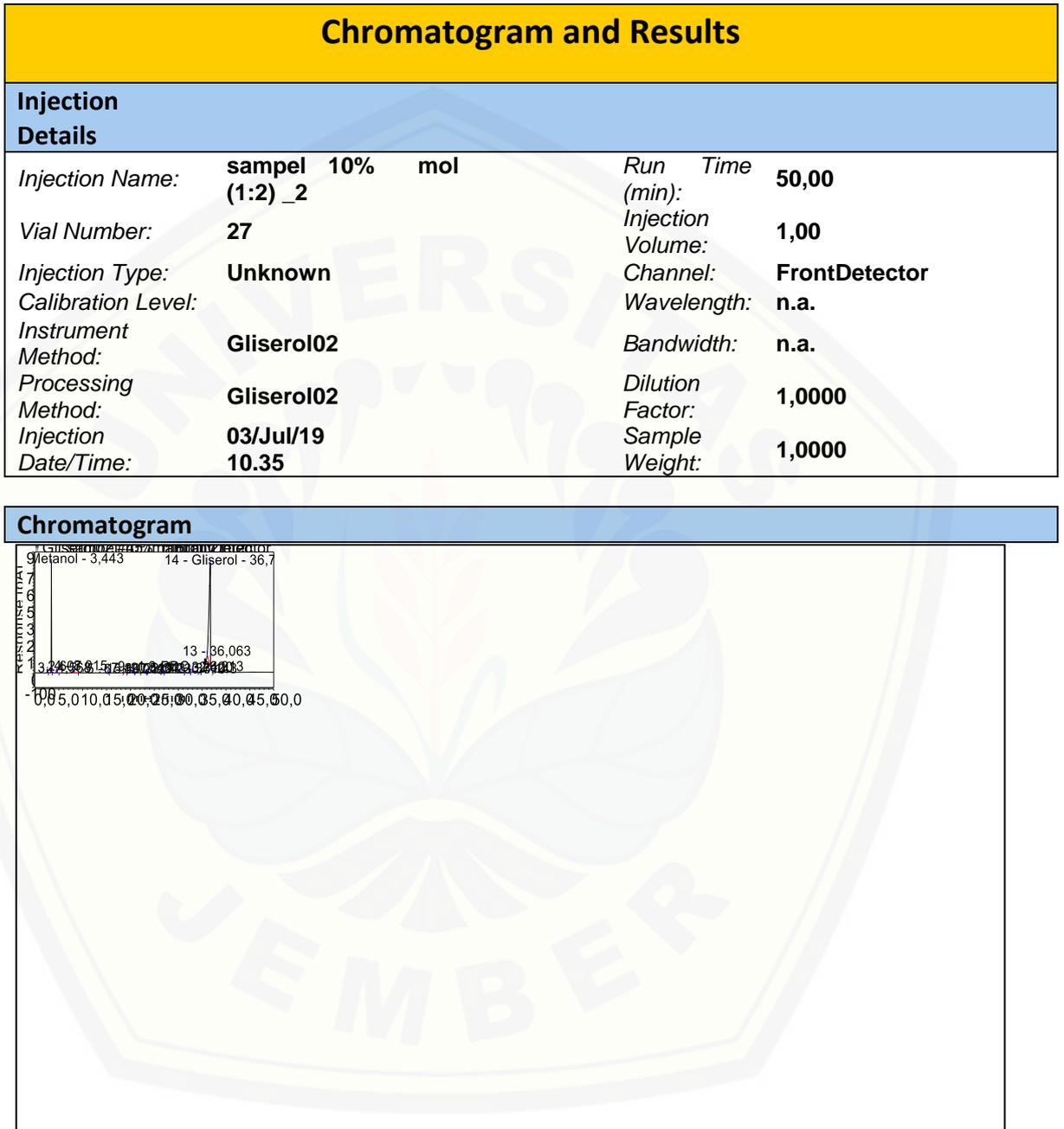
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,735	2,539	66,877	0,53	1,93	n.a.
2		3,477	55,785	1358,962	11,74	39,12	n.a.
3		3,732	3,894	95,433	0,82	2,75	n.a.
4		4,578	1,026	30,011	0,22	0,86	n.a.
5		5,882	12,968	211,032	2,73	6,07	n.a.
6		8,305	17,047	202,493	3,59	5,83	n.a.
7		13,612	4,283	62,474	0,90	1,80	n.a.
8		15,300	1,679	25,180	0,35	0,72	n.a.
9		17,038	2,455	16,424	0,52	0,47	n.a.
10		18,065	2,266	14,810	0,48	0,43	n.a.
11		18,945	1,811	14,822	0,38	0,43	n.a.
12		19,878	4,182	28,692	0,88	0,83	n.a.
13		20,577	8,124	122,762	1,71	3,53	n.a.
14		21,200	2,459	18,189	0,52	0,52	n.a.
15		23,698	4,781	69,044	1,01	1,99	n.a.
16		24,990	5,179	76,633	1,09	2,21	n.a.
17		25,547	1,794	13,038	0,38	0,38	n.a.
18		26,207	2,511	17,039	0,53	0,49	n.a.
19	1,3-PDO	26,897	3,643	52,209	0,77	1,50	n.a.
20		27,995	3,721	56,879	0,78	1,64	n.a.
21		28,345	4,850	20,417	1,02	0,59	n.a.
22		30,193	3,554	41,763	0,75	1,20	n.a.
23		30,455	8,782	40,948	1,85	1,18	n.a.
24	Gliserol	36,778	302,895	746,588	63,73	21,49	7,0659
25		39,430	7,231	34,645	1,52	1,00	n.a.
26		39,673	5,841	36,775	1,23	1,06	n.a.
Total:			475,302	3474,139	100,00	100,00	

Lampiran 4.26 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 1)



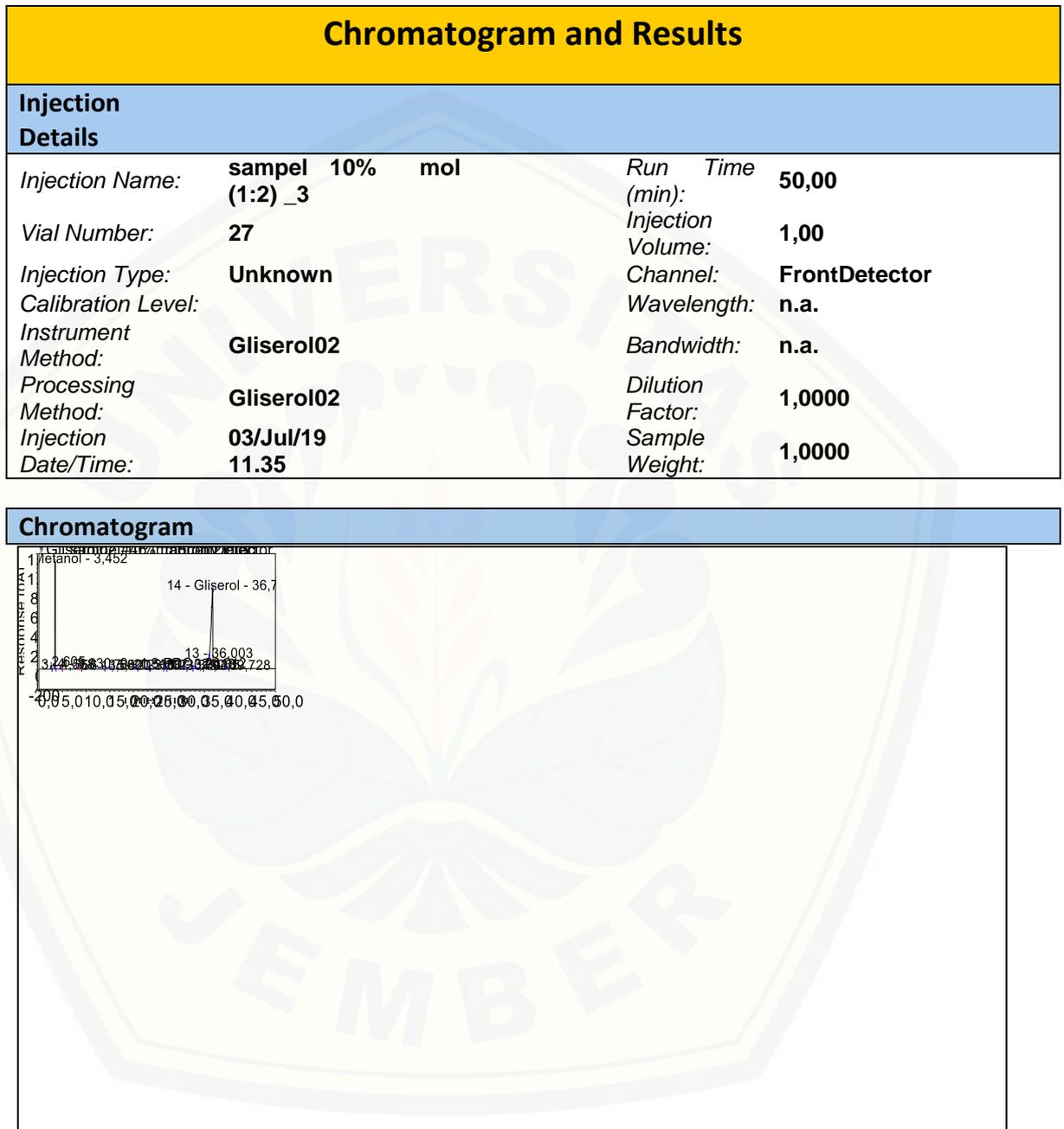
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,607	0,703	22,384	0,24	1,18	n.a.
2		3,450	32,528	976,687	11,34	51,30	n.a.
3		4,560	1,370	15,400	0,48	0,81	n.a.
4		8,058	4,061	72,025	1,42	3,78	n.a.
5		13,597	0,501	7,766	0,17	0,41	n.a.
6		15,412	0,640	6,504	0,22	0,34	n.a.
7		20,537	0,687	10,046	0,24	0,53	n.a.
8		23,333	0,604	7,292	0,21	0,38	n.a.
9	1,3-PDO	26,897	1,600	24,588	0,56	1,29	n.a.
10		30,655	1,628	4,807	0,57	0,25	n.a.
11		32,415	1,450	22,268	0,51	1,17	n.a.
12		33,080	0,912	3,227	0,32	0,17	n.a.
13	Gliserol	35,922	0,003	0,812	0,00	0,04	n.a.
14		36,692	240,257	730,174	83,73	38,35	5,7219
Total:			286,943	1903,981	100,00	100,00	

Lampiran 4.27 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 2)



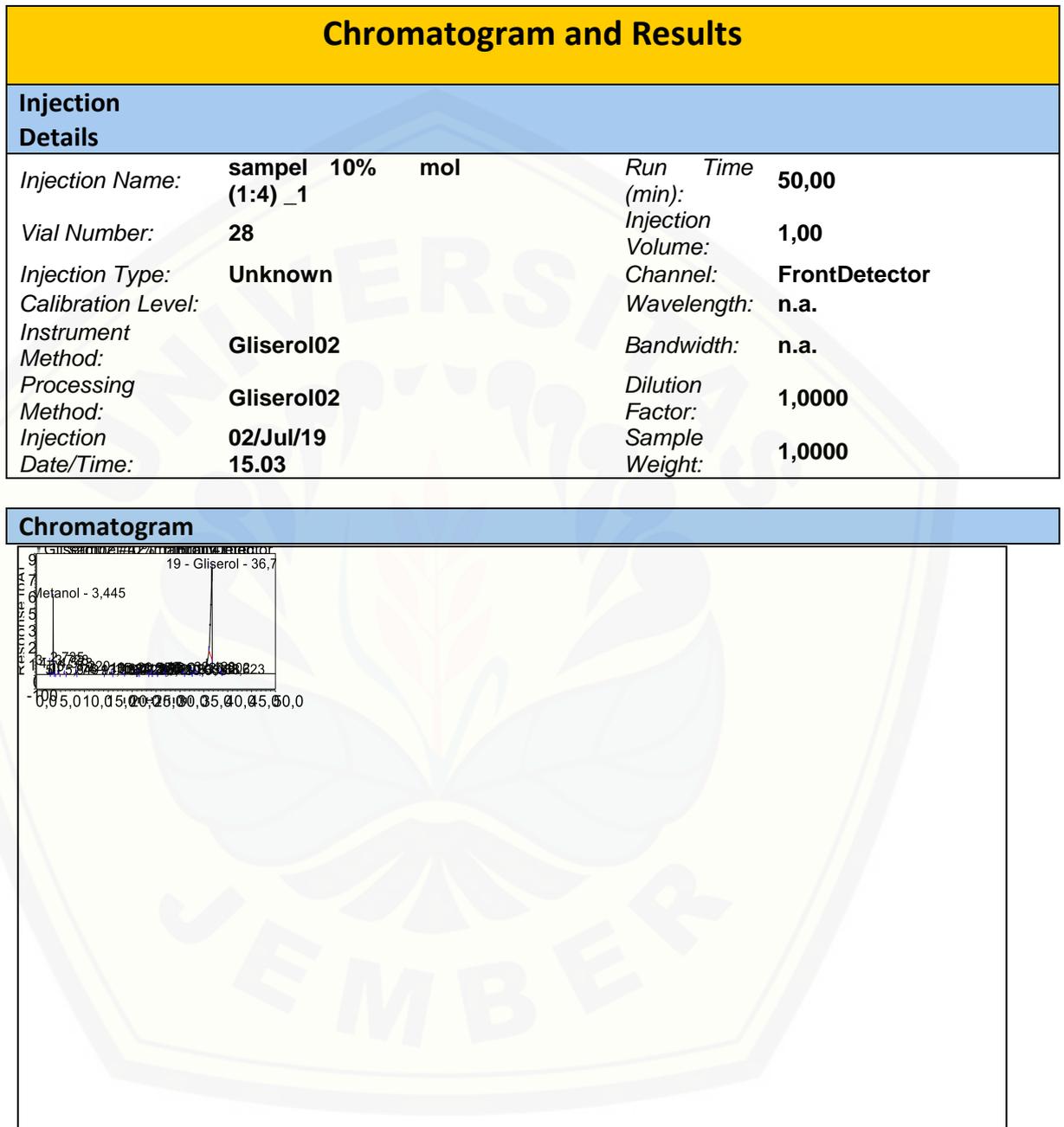
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,607	0,659	25,254	0,22	1,46	n.a.
2		3,443	26,818	818,846	9,12	47,35	n.a.
3		4,568	0,689	13,057	0,23	0,76	n.a.
4		8,015	2,095	28,917	0,71	1,67	n.a.
5		15,407	0,563	6,789	0,19	0,39	n.a.
6		19,042	0,876	3,484	0,30	0,20	n.a.
7		20,542	0,776	11,335	0,26	0,66	n.a.
8		23,343	0,630	7,683	0,21	0,44	n.a.
9	1,3-PDO	26,913	1,439	22,554	0,49	1,30	n.a.
10		30,710	1,587	4,901	0,54	0,28	n.a.
11		32,420	1,124	17,291	0,38	1,00	n.a.
12		33,143	2,536	4,748	0,86	0,27	n.a.
13		36,063	0,013	4,249	0,00	0,25	n.a.
14	Gliserol	36,737	254,414	760,084	86,47	43,96	6,0257
Total:			294,218	1729,192	100,00	100,00	

Lampiran 4.28 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:2 (pengulangan 3)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,605	0,997	43,174	0,31	2,11	n.a.
2		3,452	39,553	1108,689	12,48	54,11	n.a.
3		4,568	0,692	14,723	0,22	0,72	n.a.
4		8,030	2,033	24,733	0,64	1,21	n.a.
5		13,600	0,511	7,762	0,16	0,38	n.a.
6		15,420	0,625	7,591	0,20	0,37	n.a.
7		20,538	0,878	12,995	0,28	0,63	n.a.
8		23,337	0,710	8,698	0,22	0,42	n.a.
9	1,3-PDO	26,912	1,638	25,336	0,52	1,24	n.a.
10		30,703	1,608	5,069	0,51	0,25	n.a.
11		32,418	1,137	18,059	0,36	0,88	n.a.
12		33,205	2,689	4,891	0,85	0,24	n.a.
13	Gliserol	36,003	0,002	0,446	0,00	0,02	n.a.
14		36,748	263,462	765,148	83,10	37,34	6,2198
15		39,728	0,501	1,745	0,16	0,09	n.a.
Total:			317,037	2049,060	100,00	100,00	

Lampiran 4.29 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 1)

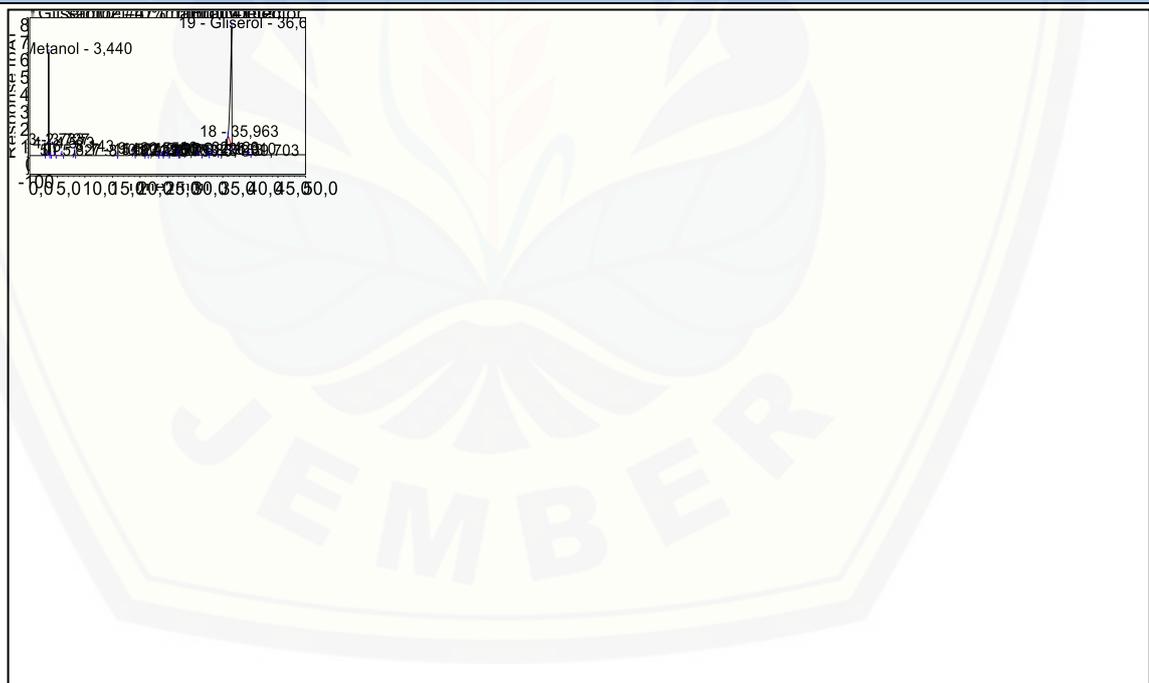


Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,735	1,986	102,050	0,81	5,98	n.a.
2		3,445	19,140	575,504	7,82	33,74	n.a.
3		3,728	2,419	80,515	0,99	4,72	n.a.
4		4,578	2,344	57,635	0,96	3,38	n.a.
5		5,840	0,619	10,477	0,25	0,61	n.a.
6		8,220	2,888	36,272	1,18	2,13	n.a.
7		13,937	0,650	9,593	0,27	0,56	n.a.
8		15,683	1,463	17,984	0,60	1,05	n.a.
9		18,073	0,865	5,487	0,35	0,32	n.a.
10		20,558	1,649	24,356	0,67	1,43	n.a.
11		21,353	1,057	15,666	0,43	0,92	n.a.
12		23,342	0,741	7,687	0,30	0,45	n.a.
13		24,080	0,700	11,104	0,29	0,65	n.a.
14		25,110	1,091	7,469	0,45	0,44	n.a.
15	1,3-PDO	26,902	1,391	21,442	0,57	1,26	n.a.
16		30,638	1,284	3,872	0,52	0,23	n.a.
17		32,428	1,673	26,743	0,68	1,57	n.a.
18	Gliserol	33,368	3,154	5,664	1,29	0,33	n.a.
19		36,708	198,953	681,656	81,33	39,96	4,8357
20		38,623	0,548	4,717	0,22	0,28	n.a.
Total:			244,614	1705,894	100,00	100,00	

Lampiran 4.30 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 2)

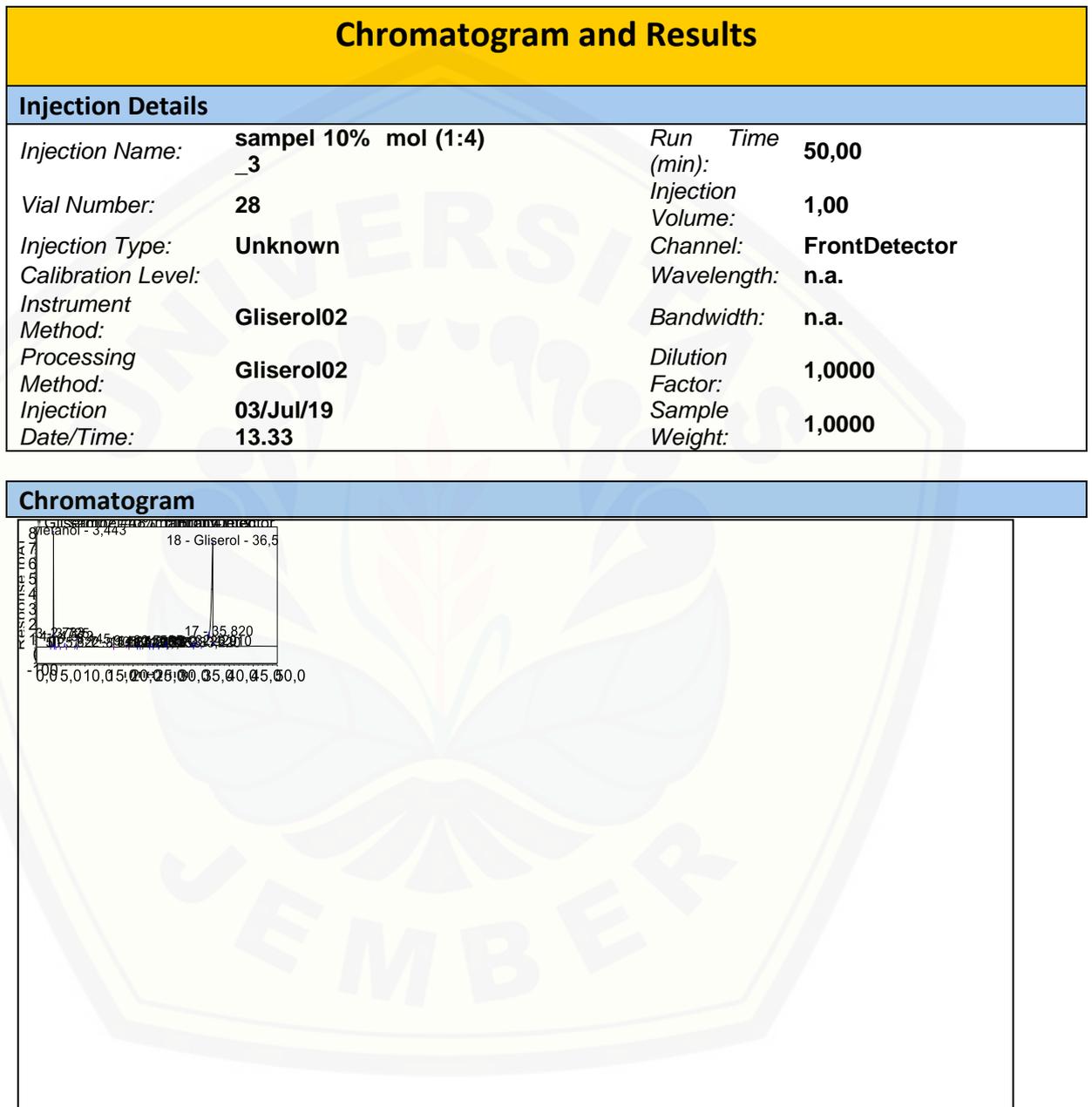
Chromatogram and Results			
Injection Details			
<i>Injection Name:</i>	sampel 10% mol (1:4)_2	<i>Run Time (min):</i>	50,00
<i>Vial Number:</i>	28	<i>Injection Volume:</i>	1,00
<i>Injection Type:</i>	Unknown	<i>Channel:</i>	FrontDetector
<i>Calibration Level:</i>		<i>Wavelength:</i>	n.a.
<i>Instrument Method:</i>	Gliserol02	<i>Bandwidth:</i>	n.a.
<i>Processing Method:</i>	Gliserol02	<i>Dilution Factor:</i>	1,0000
<i>Injection Date/Time:</i>	03/Jul/19 12.34	<i>Sample Weight:</i>	1,0000

Chromatogram



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time Min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,733	1,412	71,341	0,62	4,37	n.a.
2		3,440	18,394	592,735	8,04	36,28	n.a.
3		3,727	2,036	70,191	0,89	4,30	n.a.
4		4,573	1,924	50,988	0,84	3,12	n.a.
5		5,827	0,534	9,163	0,23	0,56	n.a.
6		8,143	2,117	32,022	0,93	1,96	n.a.
7		15,577	1,056	13,938	0,46	0,85	n.a.
8		18,942	0,575	4,302	0,25	0,26	n.a.
9		20,550	1,331	19,918	0,58	1,22	n.a.
10		21,350	0,750	11,275	0,33	0,69	n.a.
11		23,338	0,571	5,781	0,25	0,35	n.a.
12		24,075	0,520	8,075	0,23	0,49	n.a.
13		25,113	0,866	6,048	0,38	0,37	n.a.
14	1,3-PDO	26,910	1,018	15,787	0,44	0,97	n.a.
15		30,670	0,988	3,226	0,43	0,20	n.a.
16		32,423	1,310	21,142	0,57	1,29	n.a.
17		33,183	2,801	5,590	1,22	0,34	n.a.
18	Gliserol	35,963	0,003	1,531	0,00	0,09	n.a.
19		36,622	190,106	688,258	83,08	42,13	4,6459
20		39,703	0,510	2,291	0,22	0,14	n.a.
Total:			228,822	1633,602	100,00	100,00	

Lampiran 4.31 Kromatogram suhu 220 °C, gliserol: asam format = 1:4 (pengulangan 3)



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount Molar
1	Metanol	2,733	1,427	71,644	0,62	4,14	n.a.
2		3,443	24,620	748,156	10,66	43,27	n.a.
3		3,725	1,965	67,877	0,85	3,93	n.a.
4		4,572	1,965	48,952	0,85	2,83	n.a.
5		5,822	0,532	9,091	0,23	0,53	n.a.
6		8,145	2,383	31,492	1,03	1,82	n.a.
7		15,585	1,104	14,167	0,48	0,82	n.a.
8		18,940	0,573	4,298	0,25	0,25	n.a.
9		20,550	1,323	19,778	0,57	1,14	n.a.
10		21,350	0,763	11,707	0,33	0,68	n.a.
11		23,335	0,563	5,713	0,24	0,33	n.a.
12		24,073	0,504	7,816	0,22	0,45	n.a.
13		25,113	0,841	5,991	0,36	0,35	n.a.
14	1,3-PDO	26,910	1,059	16,377	0,46	0,95	n.a.
15		32,420	1,204	19,544	0,52	1,13	n.a.
16		33,220	2,494	4,768	1,08	0,28	n.a.
17	Gliserol	35,820	0,007	2,409	0,00	0,14	n.a.
18		36,572	187,612	639,159	81,24	36,97	4,5924
Total:			230,938	1728,939	100,00	100,00	

