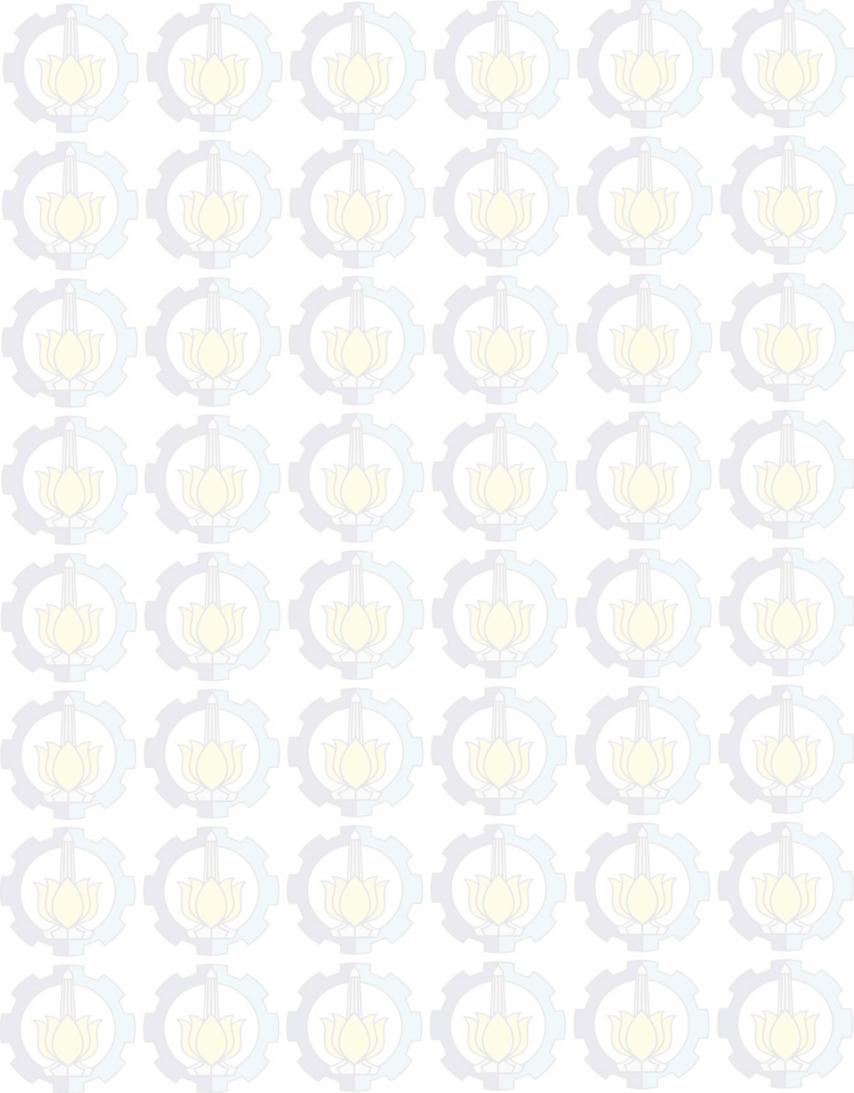


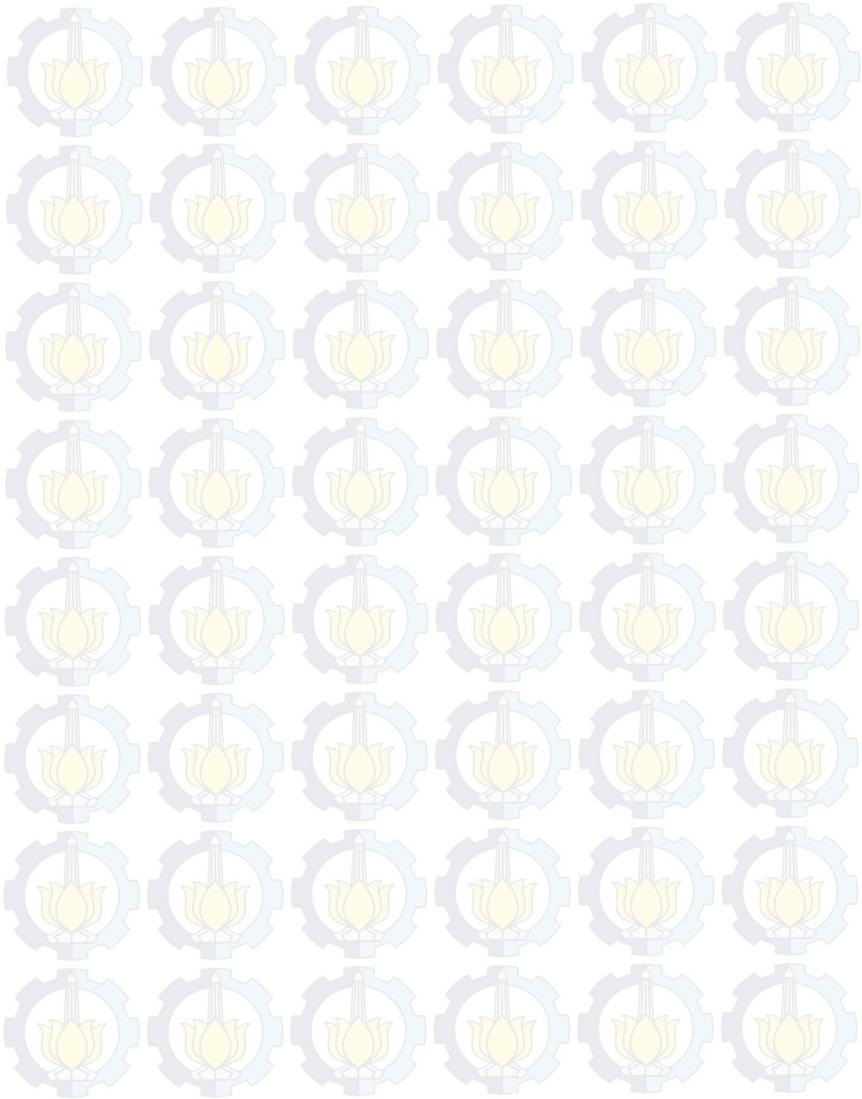
DAFTAR ISI

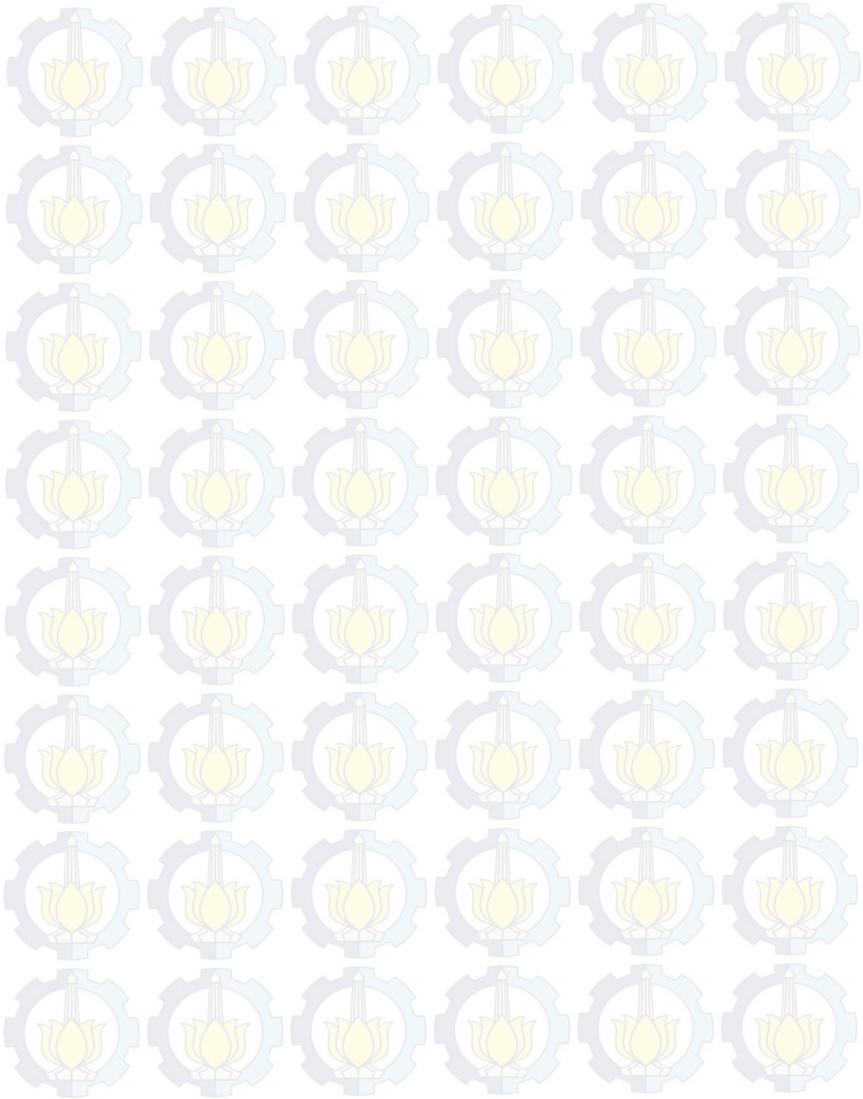
LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I.....	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Katalis.....	5
2.1.1 Katalis Homogen.....	5
2.1.2 Katalis Heterogen.....	6
2.1.3 <i>Doping</i> Katalis.....	7
2.2 Teori Asam Basa.....	8
2.2.1 Teori Asam Basa Brønsted- Lowry.....	9
2.2.2 Teori Asam Basa Lewis.....	10

2.3 Seng (Zn).....	11
2.3.1 Keberadaan, Isolasi dan Sifat Unsur.....	11
2.3.2 Senyawaan Seng (Zn).....	11
2.4 Reaksi Antara Trimetilhidrokuinon (TMHQ) dan Isofitol.....	12
2.4 Metode Sol- Gel.....	16
2.5 Tinjauan Instrumen.....	18
2.5.1 XRD.....	18
2.5.2 Penentuan Ikatan dalam Sampel dengan Metode Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FT-IR).....	20
2.5.3 Penentuan Keasaman Katalis dengan Metode Adsorpsi Piridin-FTIR.....	21
2.5.4 Pengukuran Luas Permukaan dengan Metode Adsorpsi Gas N ₂	23
2.5.5 Spektrofotometer UV-Vis.....	25
BAB III.....	29
METODOLOGI PENELITIAN.....	29
3.1. Alat dan Bahan.....	29
3.1.1 Alat.....	29
3.1.2 Bahan.....	29
3.2. Sintesis Katalis Mg _{1-x} Zn _x F _{0,66} (OH) _{1,34}	30
3.3 Karakterisasi Katalis.....	30
3.3.1 Karakterisasi Struktur Kristal dengan Difraksi Sinar-X.....	30

3.3.2 Analisis ikatan dalam katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dengan metode FTIR.....	31
3.3.3 Penentuan Keasaman Katalis Padatan dengan Metode Adsorpsi Piridin-FTIR.....	31
3.3.4 Pengukuran Luas Permukaan katalis dengan Adsorpsi N_2	31
3.4. Uji Katalis pada Reaksi antara TMHQ dan Isofitol.....	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
4.1 Hasil Sintesis Katalis $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$	35
4.2 Hasil Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$	37
4.3 Hasil Karakterisasi Difraksi Sinar-X.....	39
4.4 Hasil Analisis Ikatan Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dengan Metode FTIR.....	41
4.5 Hasil Penentuan Keasaman Katalis dengan Metode FTIR-Piridin 43	
4.6 Hasil Pengukuran Luas Permukaan Katalis dengan Metode Adsorpsi Gas N_2	46
4.7 Hasil Aktivitas, Yield dan Selektivitas.....	47
BAB V.....	53
KESIMPULAN.....	53
5.1 Kesimpulan.....	53
5.2 Saran.....	53
DAFTAR PUSTAKA.....	55
LAMPIRAN.....	65







DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A : SKEMA KERJA

1. Preparasi Katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$65
2. Preparasi Katalis $\text{Mg}_{1x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$66
3. Uji Katalisis pada Reaksi antara TMHQ dan Isofitol67

LAMPIRAN B : DATA BASE PDF

1. MgF_268
2. MgO68
3. ZnO69

LAMPIRAN C : LUAS PERMUKAAN (S_{BET})

1. Katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$70
2. Katalis $\text{Mg}_{0,975}\text{Zn}_{0,025}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$71
3. Katalis $\text{Mg}_{0,95}\text{Zn}_{0,05}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$72
4. Katalis $\text{Mg}_{0,925}\text{Zn}_{0,075}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$73
5. Katalis $\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$74
6. Katalis $\text{Mg}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$75

LAMPIRAN D: PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM

1. Panjang Gelombang Maksimum α - tokoferol dalam n-heksan76
2. Panjang Gelombang Maksimum dalam Benzofuran Metanol.....76

3. Panjang Gelombang Maksimum TMHQ dalam Metanol.....	77
4. Kromatogram UV-Vis Benzofuran hasil katalisis dalam metanol.....	77

LAMPIRAN E : KURVA KALIBRASI

1. Kurva Kalibrasi Benzofuran dalam Metanol.....	78
2. Kurva Kalibrasi TMHQ dalam Metanol.....	79

LAMPIRAN F : PERHITUNGAN

1. Konversi atau Aktivitas.....	80
2. <i>Yield</i> dan Selektivitas.....	80

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

Katalis didefinisikan sebagai zat atau senyawa yang dapat mempercepat reaksi tanpa turut bereaksi oleh Oswald pada tahun 1901. Setelah adanya bukti- bukti katalis dan reaktan ternyata berinteraksi sebelum suatu reaksi berlangsung, maka definisi Oswald perlu di sempurnakan. Definisi katalis secara umum adalah senyawa yang dapat menurunkan energi aktivasi dan mempercepat laju reaksi kimia tanpa terlibat dalam reaksi secara permanen, sehingga pada akhir reaksi katalis tidak tergabung dengan senyawa produk reaksi (Augustine, 1996).

Katalis memiliki peran penting dalam industri kimia, penanganan gas buang dan reaksi kimia lainnya (Saito, 1996). Pada proses industri, beberapa reaksi yang berbeda terjadi pada saat yang bersamaan. Tanpa adanya katalis, produk yang dihasilkan dari reaksi adalah produk yang diinginkan dan produk samping yang tidak diinginkan, tetapi dengan adanya katalis cenderung dihasilkan produk dominan yang diinginkan dibanding produk samping. Sintesis katalis baik organik maupun anorganik perlu dikembangkan dan dimodifikasi, sehingga kegunaannya dapat ditingkatkan dan efek samping terhadap lingkungan dapat dikurangi seminimal mungkin (Rutjes dkk., 2009).

Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan menjadi dua yaitu katalis homogen dan katalis heterogen.

2.1.1 Katalis Homogen

Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa sama dengan zat yang dikatalisis, biasanya dalam fasa cair. Katalis homogen dapat digunakan pada suhu dan tekanan rendah serta spesifik untuk reaksi tertentu (Cox, 2004). Katalis homogen

biasanya sangat sensitif terhadap suhu, udara dan kelembaban serta sangat sulit dipisahkan dari produk hasil reaksinya (Ertl dan Knözinger, 1991).

Katalis homogen yang pernah digunakan adalah katalis yang bersifat asam Lewis dan asam Brønsted atau kombinasi dari keduanya, misalnya ZnCl_2/HCl , BF_3 , AlCl_3 dan $\text{FeCl}_2/\text{Fe}/\text{HCl}$. Katalis homogen memiliki beberapa kelemahan yaitu pemisahan katalis dengan produk sulit dilakukan karena keduanya memiliki fasa yang sama (Nguyen dkk., 2012), bersifat korosif sehingga pembuangan limbah dari hasil reaksi dapat mengakibatkan pencemaran lingkungan, katalis tidak dapat digunakan kembali (Hinze dkk., 2009). Dampak lain dari penggunaan katalis homogen adalah laju reaksi menjadi lambat (Atadashi dkk., 2013). Katalis homogen memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu untuk menutupi kekurangan katalis homogen tersebut maka digunakan katalis heterogen.

2.1.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fasa berbeda dengan reaktan dalam reaksi yang dikatalisis. . Katalis heterogen yang berlangsung adalah fasa padat-gas dan fasa padat-cair. Katalis heterogen umumnya menggunakan padatan yang mempunyai luas permukaan besar. Adsorpsi reaktan pada permukaan katalis merupakan tahap awal, luas permukaan yang besar agar efisiensi katalis yang baik diperoleh. Katalis heterogen biasanya digunakan pada suhu dan tekanan tinggi. Dalam dunia industri, katalis heterogen digunakan karena proses reaksi dapat berlangsung lebih cepat dan biaya produksi yang relatif rendah (Saito, 1996).

Katalis heterogen lebih banyak digunakan karena mudah dipisahkan dari produk, dapat didaur ulang dan digunakan kembali (Nguyen dkk., 2012). Selain itu, katalis heterogen juga lebih stabil pada suhu yang relatif tinggi sehingga apabila diperlukan, reaksi atau regenerasi katalis dapat dilakukan pada suhu tinggi (Gates, 1992).

Mekanisme yang terjadi pada katalis heterogen yaitu proses adsorpsi dan desorpsi pada sisi aktif katalis. Sebelum digunakan katalis biasanya diaktivasi terlebih dahulu. Proses adsorpsi akan membawa molekul reaktan pada sisi aktif katalis yang akan mengubah sifat dari reaktan membentuk suatu intermediet tertentu dan selanjutnya produk dilepaskan dari permukaan melalui proses desorpsi. Kemudian produk reaksi akan kembali ke fasa cair atau gas sehingga permukaan katalis dapat kembali aktif seperti semula (Whyman, 1994).

Penelitian tentang aplikasi katalis heterogen pada beberapa reaksi kimia sudah mulai berkembang seperti zeolit, ZSM-5, Amberlyst, Nafion, MOF, MgF_2 dan masih banyak lagi. Aplikasi dari katalis heterogen ini seperti untuk sintesis Biodiesel, sintesis α -tokoferol, reaksi asetilasi gliserol dan lainnya (Schager dan Bonrath, 2000). Salah satu cara untuk meningkatkan aktivitas katalis yaitu dengan *doping* logam pada katalis tertentu, seperti yang dilaporkan oleh Kazufumi dkk., (2008) mengenai *doping* Zn^{2+} pada MgO sebagai katalis asam Lewis.

2.1.3 *Doping* Katalis

Doping adalah salah satu proses yang biasa digunakan untuk preparasi katalis. *Doping* katalis dipreparasi dengan cara penambahan secara berurutan antara logam dan prekursor lain yang digunakan dalam sintesis katalis dengan jangka waktu tertentu. Padatan yang terbentuk dikeringkan agar pelarutnya hilang dan pada tahap terakhir, katalis diaktivasi dengan dilakukan kalsinasi atau reduksi. Proses *doping* dapat memberikan fasa aktif katalis sebagai suatu fasa padatan baru (Campanati, 2003). Proses *doping* bertujuan untuk mengubah atau memperbaiki sifat suatu material. Menurut Kemnitz dkk., (2002) salah satu alternatif untuk meningkatkan keasaman adalah *doping* dengan logam lain. Misalnya *doping* logam terhadap senyawa logam Fluorida dapat meningkatkan keasaman Lewis. Stabilitas yang lebih tinggi dapat diperoleh melalui *doping*, sehingga

aktivitas dan selektivitasnya bertahan lebih lama (Ertl and Knözinger, 1991).

Penelitian mengenai *doping* telah dilakukan oleh Kazufumi dkk. (2008), yaitu menambahkan logam Cu/Zn/Al pada katalis MgO untuk mengetahui *doping* logam yang efektif pada katalis tersebut. Metode *doping* yang dilakukan oleh Xu dkk. (2004) melaporkan bahwa ion logam yang *didoping* ke dalam permukaan TiO_2 . Ion logam yang digunakan yaitu ion Zn berperan sebagai pusat pemisahan muatan pada permukaan TiO_2 yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik. Selain itu, penelitian lain yang dilakukan oleh El-Shobaki dkk. (2003) menyebutkan bahwa proses *doping* tidak mengubah mekanisme reaksi katalitik tetapi cukup menaikkan konsentrasi dari sisi aktif katalis tanpa mengubah sifat dasarnya.

Selain *doping*, faktor yang penting pada beberapa reaksi yaitu keasaman katalis. Keasaman katalis berasal dari sisi asam Lewis atau sisi asam Brønsted.

2.2 Teori Asam Basa

Definisi Asam-Basa telah berkembang sepanjang waktu. Teori asam-basa menjelaskan tentang definisi suatu sifat senyawa asam dan basa yang memiliki banyak pengertian tersendiri mengenai konsep asam-basa yang ada dan tidak dapat dikatakan bahwa teori tersebut tidak benar. Semua definisi asam-basa yang pernah dikemukakan dapat saling melengkapi satu sama lain (Huheey, 1983).

2.2.1 Teori Asam Basa Brønsted- Lowry

Pada tahun 1923 diusulkan teori asam basa oleh Brønsted dan Lowry, yakni asam didefinisikan sebagai molekul atau spesi yang menghasilkan proton H^+ , sedangkan basa adalah molekul atau spesi yang menerima proton H^+ . Brønsted dan Lowry mengemukakan bahwa reaksi asam dan basa dapat dipandang

sebagai reaksi transfer proton. Menurut teori ini suatu molekul atau spesi dapat berperan sebagai asam ataupun basa tergantung dari seberapa mudah ia melepas atau menerima proton (Manku, 1989). Skema dari teori asam basa Brønsted- Lowry sebagai berikut :



dimana A adalah asam dan B adalah basa atau asam konjugasi/pasangan basa. Reaksi Asam dan basa brønsted dapat digunakan pada reaksi pertukaran proton antara dua asam konjugat/pasangan basa. Misalnya reaksi pada asam asetat dengan air sebagai basa :



(Laurence. 2010)

Dalam teori asam basa Brønsted- Lowry, basa tidak hanya sebagai penerima proton H^+ , tetapi juga menghasilkan OH^- . Pada contoh diatas H_2O berperan sebagai basa karena menerima proton H^+ dari CH_3COOH dan menghasilkan ion oksonium, H_3O^+ . Air dapat berupa asam atau basa bergantung pada ko-reaktannya (Saito, 1996).

Kelemahan dari teori asam basa Brønsted- Lowry yaitu tidak dapat memperlihatkan sifat asam atau basa suatu molekul atau spesi bila tidak terdapat proton yang terlibat dalam reaksi tersebut (Susetyo, 1987).

2.2.2 Teori Asam Basa Lewis

Teori asam basa Lewis dikemukakan oleh Gilbert N. Lewis tahun 1923. Asam lewis adalah spesi yang tidak memiliki kelompok elektron sehingga dapat menerima pasangan elektron yang memungkinkan membentuk ikatan koordinasi. Sebaliknya basa lewis adalah spesi yang memiliki pasangan elektron sehingga dapat memberikan elektronnya agar terbentuk ikatan

koordinasi (Jensen, 1980). Skema dari teori asam basa Lewis sebagai berikut :



pada reaksi ini pasangan elektron dari basa membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan elektron dari asam. Misalnya pada reaksi berikut :



BF_3 adalah asam lewis karena atom boron memiliki 3 elektron valensi dan dapat menerima pasangan elektron dari atom nitrogen pada ammonia (Laurence. 2010).

Suatu katalis yang akan digunakan bergantung dari keasamannya, termasuk Lewis dan Brønsted karena dari keasaman dapat diketahui kekuatan asam permukaan katalis. Sifat permukaan katalis tergantung dari metode sintesis katalis. Metode pembuatan katalis pada penelitian ini menggunakan metode sol gel karena mudah untuk dilakukan dan diperoleh homogenitas yang tinggi.

2.3 Seng (Zn)

2.3.1 Keberadaan, Isolasi dan Sifat Unsur

Seng mempunyai kelimpahan relatif rendah secara alamiah (dengan keberadaan sebesar 10^{-6} dari kerak bumi), namun telah lama dikenal karena mudah diperoleh bijihnya. Seng terdapat secara luas dengan sumber utamanya berasal dari sphalerite, $(ZnFe)S$ yang biasanya terdapat bersama gelena, PbS . Sehingga logam seng harus dipisahkan dengan Pb . Cara pemisahan dan isolasi melibatkan pengapungan dan pemanggangan untuk mendapatkan Zn dalam tungku pemanas. Seng merupakan logam putih, mengkilap namun mudah ternoda.

Seng larut dalam basa kuat karena kemampuannya membentuk ion zinkat (ZnO_2^{2-}):



Seng mudah bereaksi apabila dipanaskan menghasilkan oksida. Seng seringkali digunakan sebagai zat pereduksi (Cotton, 1989).

2.3.2 Senyawaan Seng (Zn)

Senyawaan seng ada 3 macam yaitu senyawaan biner, sulfida dan halida. Senyawaan biner seng berupa ZnO , yang dibentuk dengan pembakaran diudara atau dengan pirolisis karbonat/nitratnya. Seng oksida biasanya putih dan berubah menjadi kuning apabila dipanaskan. Hidroksidanya di endapkan dari larutan garamnya dengan penambahan basa. Zn(OH)_2 mudah larut dalam basa alkali berlebih menghasilkan ion zinkat dan padatan zinkat seperti NaZn(OH)_3 dan $\text{Na}_2[\text{Zn(OH)}_4]$ dapat dikristalkan dari larutan pekat. Zn hidroksida mudah larut dalam amonia kuat berlebih membentuk kompleks amin, misalnya $[\text{Zn(NH}_3)_4]^{2+}$. Senyawaan seng yang lain adalah dengan ion sulfida yaitu membentuk seng sulfida (ZnS). ZnS ini diperoleh dari interaksi langsung dan pengendapan oleh H_2S . Senyawaan seng yang terakhir yaitu senyawaan seng dengan golongan halida. Diantaranya membentuk rutil (ZnF_2), yang bersifat larut sebagian dalam air (Cotton, 1989).

2.4 Reaksi Antara Trimetilhidrokuinon (TMHQ) dan Isofitol

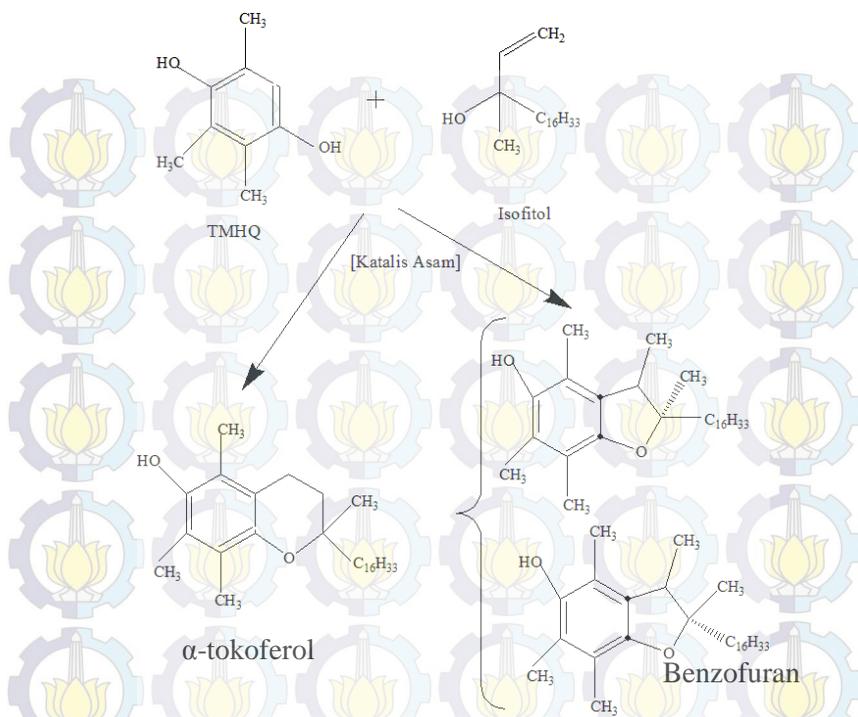
Reaksi antara TMHQ dan isofitol mempunyai prinsip yang sama seperti reaksi alkilasi Friedel-Craft. Reaksi ini merupakan reaksi substitusi gugus alkil pada inti aromatik (Carey, 2000). Reaksi antara TMHQ dan isofitol hanya

dikatakan mirip reaksi alkilasi Friedel-Craft karena ada beberapa perbedaan diantar kedua reaksi tersebut, yaitu :

- Pada reaksi Friedel-Craft terjadi pemutusan alkil halida sehingga terbentuk produk samping berupa HX, sedangkan pada reaksi antara TMHQ dan isofitol terjadi pembentukan ikatan baru dari nukleofil yang merupakan alkohol yaitu isofitol (Bonrath dan Netscher, 2005)
- Pada reaksi Alkilasi Friedel-Craft terbentuk intermediet karbokation sebagai elektrofил, sedangkan pada reaksi antara TMHQ dan isofitol terjadi protonasi gugus OH dari trimetilhidrokuinon yang tersubstitusi pada cincin benzen (Careey, 2000).
- Pada alkilasi Friedel-Craft terjadi substitusi elektrofilik lebih dari satu kali atau disebut polialkilasi, sehingga seringkali pada reaksi ini terdapat dua jenis produk minoritas dan mayoritas dimana produk mayoritas merupakan hasil polialkilasi. Sedangkan pada reaksi antara TMHQ dan isofitol hanya terjadi satu kali substitusi elektrofilik karena cincin aromatik dari trimetilhidroquinon telah tersubstitusi seluruhnya (Careey, 2000).

Ada beberapa persamaan antara reaksi sintesis α -tokoferol dan reaksi alkilasi Friedel-Craft, yaitu keduanya melibatkan katalis asam Lewis yang berfungsi untuk meningkatkan kecepatan reaksi , pada kedua reaksi tersebut juga terjadi pembentukan ikatan baru C-C pada cincin aromatik (Careey, 2000). Reaksi antara TMHQ dan isofitol ditunjukkan pada Gambar 2.1.

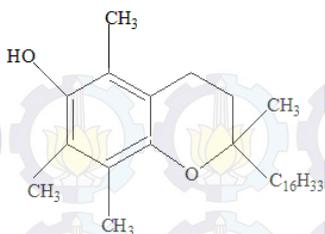
Reaksi antara TMHQ dan isofitol dengan katalis asam Lewis menghasilkan produk α -tokoferol dan benzofuran (Bonrath dan Netscher, 2005).



Gambar 2.1 Reaksi antara TMHQ dan isofitol (Bonrath dkk., 2007).

α -tokoferol

α -tokoferol merupakan salah satu senyawa golongan kromanol dengan rantai karbon tak jenuh. Sumber α -tokoferol alami berasal dari minyak tumbuh-tumbuhan, biji bunga matahari, sayuran hijau, kacang-kacangan, buah palm (Watson, 1998). Struktur α -tokoferol ditunjukkan pada Gambar 2.2. Ada empat tokoferol dan empat tokotrienol (ditandai dengan α -, β -, γ -, δ -) yang dapat disintesis oleh tumbuhan secara alami sebagai bahan makanan manusia. Bentuk yang paling aktif adalah α -tokoferol yang menjadi kebutuhan vitamin E bagi manusia (Zingg, 2007). Struktur α -tokoferol ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur senyawa α -tokoferol (Bonrath dkk., 2007)

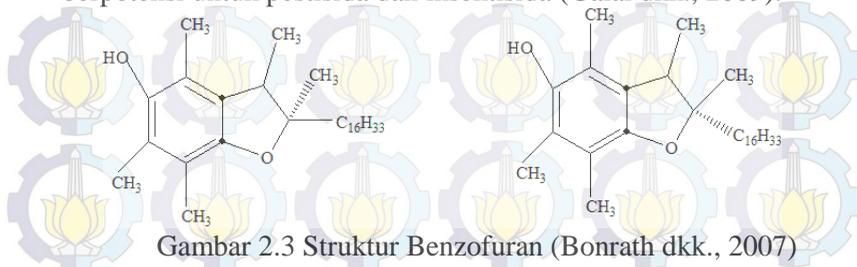
Senyawa α -tokoferol memiliki aktivitas antioksidan tinggi dan larut dalam lemak. Aktivitas antioksidan pada α -tokoferol disebabkan adanya perpindahan hidroksi fenolat pada radikal bebas peroksil dari asam lemak tak jenuh ganda yang telah mengalami peroksidasi. Radikal bebas fenoksi yang terbentuk kemudian bereaksi dengan radikal bebas peroksil, sehingga α -tokoferol tidak mudah terikat pada reaksi oksidasi yang bolak-balik (reversible), cincin kromana dan rantai samping akan teroksidasi menjadi produk non-radikal bebas (Chen dkk., 2013). Kemampuan antiradikal bebas menyebabkan α -tokoferol digunakan industri kosmetik dan perawatan kulit (Thiele dan Ekanayake, 2007). Kegunaan paling utama dari α -tokoferol adalah sebagai antioksidan dalam mencegah oksidasi dan peroksidasi unit asam pati lemak jenuh dan fosfolipid (poedjiadi, 1994).

Kekurangan α -tokoferol dapat menyebabkan tubuh tidak bertenaga, deposit lemak yang tidak normal di otot, perubahan degenerasi di hati dan otot, kulit kering, peningkatan resiko kanker, penyakit jantung dan penuaan dini (Hariyatmi, 2004).

Benzofuran

Reaksi antara TMHQ dan isofitol selain menghasilkan produk α -tokoferol juga menghasilkan benzofuran. Struktur benzofuran sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.3. Senyawa ini termasuk bioaktif yang dimanfaatkan untuk industri farmasi, koagulan darah, antimikrobal, antitumor, dan anti-inflamatori (Liu dkk., 2012). Benzofuran dapat ditemukan pada tumbuh-

tumbuhan. Beberapa turunan benzofuran banyak diteliti karena berpotensi untuk pestisida dan insektisida (Galal dkk., 2009).



Gambar 2.3 Struktur Benzofuran (Bonrath dkk., 2007)

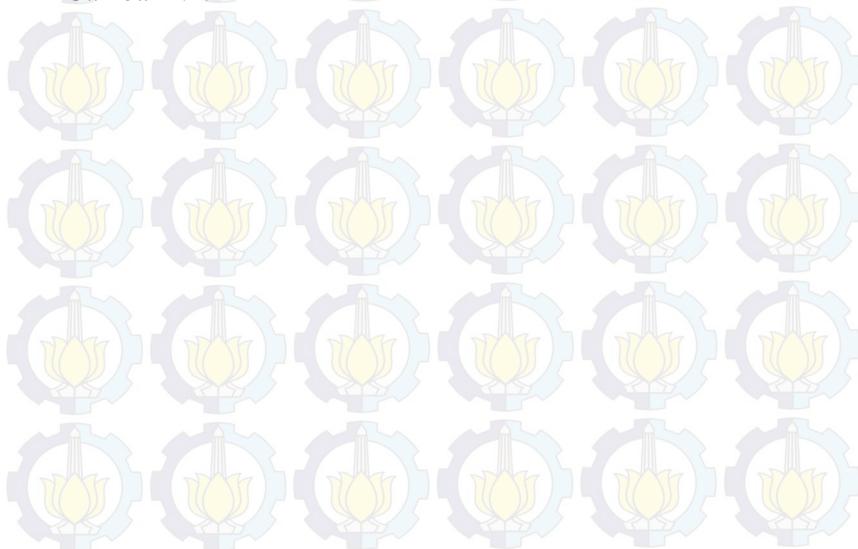
Sintesis benzofuran seperti halnya sintesis α -tokoferol sintesis ini membutuhkan katalis asam Lewis untuk mengaktifkan reaktannya. Beberapa katalis yang digunakan yaitu AlCl_3 , SnCl_4 , TiCl_4 , dan $\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_3$. Penggunaan katalis tersebut kurang efektif untuk skala industri (Kokubo dkk., 2010). Sehingga dikembangkan penelitian menggunakan katalis lain seperti KOH/EtOH , $(\text{PPh})_2\text{PdCl}_2\text{Et}_3\text{N}$, natrium asetat, asam asetat, $\text{HBF}_4\cdot\text{OEt}_2$, $\text{EtO}_2\text{CNHNH}_2/\text{SOCl}_2/\text{K}_2\text{CO}_3$. Reaksi antara senyawa TMHQ dan isofitol membutuhkan katalis yang bersifat asam (Wang dan Xu, 2004). Peranan katalis asam sebagai inisiator dalam reaksi ini sangat penting. Penggunaan katalis tersebut berperan untuk mengaktifkan reaktan awal (Sapkal dkk., 2010).

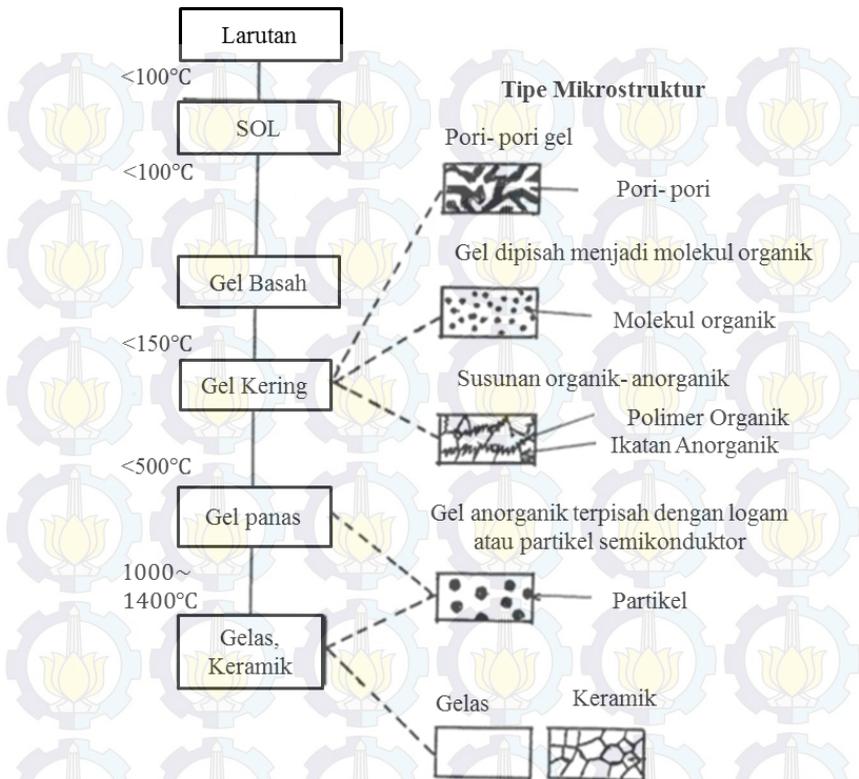
2.4 Metode Sol- Gel

Metode sol-gel didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses sol- gel terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair berupa gel. Metode sol- gel cocok untuk menghasilkan material berpori. Pelarut yang biasa digunakan untuk metode sol- gel yaitu pelarut dari golongan alkohol atau eter (Murwani, 2013). Metode ini baik untuk mengontrol bentuk, ukuran dan komposisi logam dalam bentuk nano. Aplikasi yang dapat digunakan dari material nano adalah

berupa material penyimpan energi katalis, optik dan elektronik. Pada awal 1930, Kistler membuat aerogel yang dianggap sebagai cara sederhana dari metode sol-gel yaitu silika aerogel disintesis melalui metanol dan pelarutnya ditukar dengan gel yang berasal dari water-glass (Sakka, 2013)

Pada metode sol-gel ini, larutan akan mengalami perubahan fasa menjadi sol yaitu koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya dan setelah itu menjadi gel. Awal pembentukan dari material dengan menggunakan metode sol-gel adalah membentuk logam alkoksida yang akan digunakan menjadi prekursor untuk tahap selanjutnya. Prekursor logam alkoksida dapat membuat sol terdispersi secara merata karena mengurangi terjadinya pengendapan. Bermula dari prekursor berupa alkoksida, reaksi dapat di hentikan pada tahap pembentukan sol dengan mengontrol kondisi reaksi seperti pH, jenis alkoksida, suhu, konsentrasi dan lain- lain (Rüdiger dkk., 2007). Mekanisme proses pembentukan sol-gel dapat dilihat pada Gambar 2.4.





Gambar 2.4 Proses Pembentukan Sol- Gel (Sakka, 2013)

Metode sol- gel memiliki keuntungan yang menjanjikan, karena pada umumnya sintesis sol- gel lebih mudah dalam mengontrol area permukaan, volume pori, dan distribusi ukuran pori dari suatu katalis (Sakka, 2013).

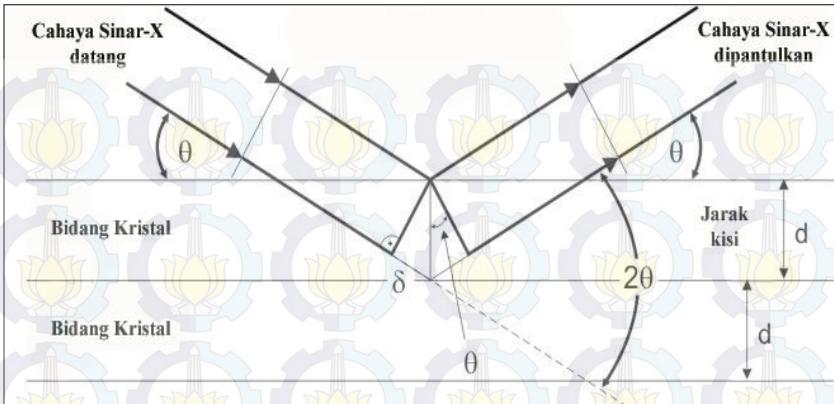
2.5 Tinjauan Instrumen

Katalis hasil sintesis kemudian dikarakterisasi. Instrument yang digunakan dalam karakterisasi katalis adalah X-ray Diffraction (XRD), FTIR- Piridin, Adsorpsi Gas N_2 , FTIR dan

untuk analisis kualitatif hasil katalis dengan kromatografi gas (GC).

2.5.1 XRD

Karakterisasi dengan metode difraksi merupakan metode analisa yang penting untuk menganalisa suatu kristal. Karakterisasi XRD berfungsi untuk menentukan struktur kristal, ukuran kristal, konstanta kisi, dan FWHM menggunakan sinar-X. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang diantara 400-800 nm (Smallman & Bishop, 1999). Prinsip yang digunakan pada instrumen ini adalah Hukum Bragg, dimana jika suatu sinar X ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut θ , sebagian dipantulkan oleh lapisan yang ada pada permukaan dan menghasilkan foton sinar X yang dibiarkan. Sebagian lainnya diteruskan menuju lapisan-lapisan atom pada kristal selanjutnya. Secara matematik Hukum Bragg dapat dikemukakan dengan cara dihubungkan panjang gelombang sinar X, jarak antar bidang dalam kristal, dan sudut difraksi (Cullity, 1956). Prinsip difraksi sinar-X yaitu sinar- X ditembakkan ke kristal, sehingga mengalami pantulan (refleksi) atau difraksi pada sudut yang berbeda-beda terhadap sinar primer. Pemantulan sudut datang sinar-X adalah spesifik dan nantinya berhubungan dengan jarak kisi dari kristal yang dianalisis. Pola difraksi akan diplot berdasarkan intensitas peak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ (Richardson, 1989). Prinsip difraksi sinar- X ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema Difraksi Radiasi Sinar-X pada kisi kristal sesuai Hukum Bragg (Skoog, 1980)

Hubungan antara panjang gelombang sinar-X (λ), sudut difraksi (2θ), dan jarak tiap bidang atomik kisi kristal (d) dapat dijelaskan dengan Hukum Bragg berikut ini :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.6)$$

dengan :

n = orde (1,2,3,...)

λ = panjang gelombang sinar (\AA)

d = jarak antar bidang kisi kristal (\AA)

θ = setengah sudut deviasi difraksi sinar

Menurut persamaan dari Hukum Bragg ini dapat diketahui jarak antar bidang kisi kristal materi yang dianalisa. Jarak bidang kisi kristal hanya dipengaruhi oleh dimensi sel unit kristal, dimana intensitas sinar yang terdifraksi merupakan fungsi posisi atom dalam sel unit (Sibilia, 1996).

Difraksi sinar-X digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur, komposisi dan keadaan polikristalin suatu materi. Difraksi sinar-X ini banyak diaplikasikan untuk identifikasi suatu senyawa (unknown) didasarkan pada puncak-

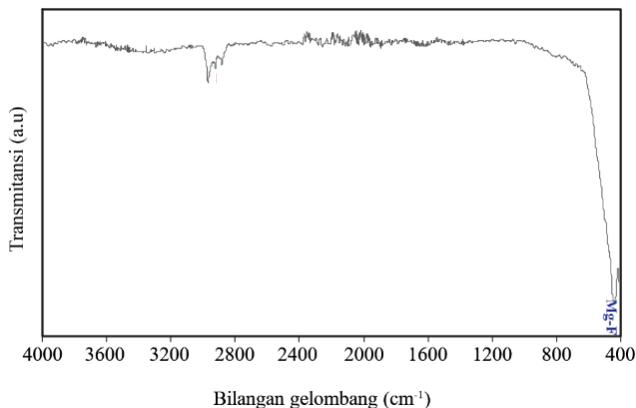
puncak (peak) kristalin. Kristalinitas material hasil sintesis dapat diperkirakan melalui perbandingan jumlah intensitas relatif puncak material dengan jumlah intensitas relatif puncak standar (Rayalu dkk., 2005), seperti ditampilkan pada Persamaan (2.7).

$$\text{Intensitas Relatif} = \frac{\text{Jumlah Int. Relatif Sampel}}{\text{Jumlah Int. Relatif Standar}} \times 100\% \quad (2.7)$$

2.5.2 Penentuan Ikatan dalam Sampel dengan Metode Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FT-IR)

Teknik Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FT-IR) dapat digunakan sebagai sarana identifikasi material yaitu menentukan gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa dan komposisi dari suatu campuran, serta membantu memberikan informasi untuk memprediksi struktur dari suatu molekul. Analisis menggunakan FT-IR memiliki keuntungan yaitu radiasi sumber sinar yang lebih tinggi, perbedaan sinyal dan noise dapat ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi (Sibilia, 1996).

Bilangan gelombang digunakan untuk menunjuk puncak-puncak yang muncul pada IR dan memiliki satuan cm^{-1} . Bilangan gelombang dapat menunjukkan hubungan puncak yang muncul dengan energi bahwa semakin tinggi bilangan gelombang maka energi pada molekul saat bervibrasi semakin besar (Pavia dkk., 2009). Contoh spektrum FT-IR beserta penentuan mode vibrasi untuk tiap puncak yang muncul dapat dilihat pada Gambar 2..



Gambar 2.6 Spektrum FT-IR MgF₂ (Saberi dkk., 2010)

2.5.3 Penentuan Keasaman Katalis dengan Metode Adsorpsi Piridin-FTIR

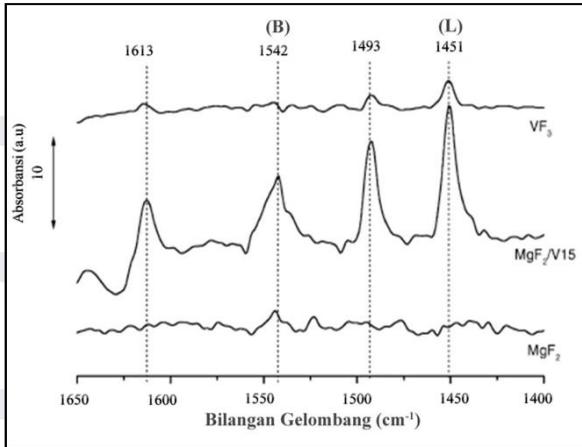
Metode analisis untuk mengkarakterisasi material-material anorganik berbeda dengan material organik, walaupun ada metode-metode tertentu yang dipergunakan untuk karakterisasi kedua material tersebut, misalnya spektroskopi infra merah (FTIR). Metode spektroskopi IR (FTIR) merupakan teknik analisis yang sering digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada dalam material anorganik maupun organik (Weller, 1994).

Penentuan keasaman dalam penelitian ini dilakukan dengan metode adsorpsi piridin-FTIR. Beberapa molekul yang dapat digunakan sebagai probe pada penentuan keasaman metode ini meliputi NH₃, piridin, CH₃CN, NO, CO, benzena dan asetonitril. Namun, molekul probe yang digunakan pada penelitian ini adalah piridin, dimana piridin ini telah digunakan secara luas untuk karakterisasi sisi asam Lewis dan Brønsted pada permukaan katalis karena piridin merupakan basa lewis. Piridin

mempunyai kelebihan yaitu lebih stabil dan selektif daripada NH_3 , lebih teradsorpsi dengan kuat daripada CO dan CH_3CN serta lebih sensitif terhadap sisi asam Lewis daripada NO (Jacobs dkk., 1997).

Piridin teradsorpsi pada permukaan sisi asam. Semakin banyak piridin yang teradsorpsi, intensitas yang dimunculkan akan semakin tinggi pula. Pada prinsipnya, karakterisasi sifat asam pada permukaan katalis dengan analisis FTIR dilakukan melalui pengukuran perubahan intensitas dan frekuensi dari molekul probe, yaitu setelah piridin diadsorpsi oleh gugus fungsi yang berhubungan pada permukaan katalis. Molekul piridin dapat berinteraksi dengan sisi asam katalis karena piridin mempunyai pasangan elektron bebas pada atom nitrogen yang tersedia untuk didonorkan ke sisi asam Lewis dari katalis, sedangkan sisi asam Brønsted terbentuk ketika terjadi donor proton dari katalis terhadap piridin. Spektra FTIR dari vibrasi spesies piridin yang teradsorb, yaitu PyL (asam Lewis) dan ion piridium PyH^+ (asam Brønsted) dapat muncul dengan jelas, sehingga sisi permukaan asam katalis dapat dibedakan dengan teknik adsorpsi piridin menggunakan analisis FTIR ini (Berhault dkk., 1998).

Pita serapan yang muncul dari interaksi piridin dengan kation logam pada bilangan gelombang di $1440\text{-}1425\text{ cm}^{-1}$ dan interaksi piridin dengan proton pada bilangan gelombang $1550\text{-}1545\text{ cm}^{-1}$ dan 1493 cm^{-1} (Layman dkk., 2003). Contoh spektra hasil adsorpsi piridin- FTIR seperti pada Gambar 2.6 menunjukkan adanya sisi asam Lewis (L) pada daerah 1451 cm^{-1} dan asam Brønsted (B) pada daerah 1542 cm^{-1} (Kemnitz dkk., 2002).



Gambar 2.7 Spektra hasil adsorpsi piridin-FTIR (Kemnitz dkk., 2002)

2.5.4 Pengukuran Luas Permukaan dengan Metode Adsorpsi Gas N_2

Metode adsorpsi gas banyak digunakan untuk analisa luas permukaan spesifik, ukuran pori, dan distribusi ukuran pori material solid. Gas yang digunakan yaitu yang bersifat hanya teradsorpsi secara fisik pada permukaan material solid dan dapat didesorpsi dengan diturunkan tekanan gas pada suhu yang sama, oleh karena itu umumnya digunakan gas nitrogen (N_2) atau untuk material dengan luas permukaan spesifik yang kecil ($<1\text{m}^2/\text{g}$) digunakan gas Krypton. Gas ini umumnya disebut dengan adsorbat. Sebelum gas dimasukkan, sampel terlebih dahulu dipanaskan dalam keadaan vakum agar kontaminan hilang seperti air dan minyak. Kemudian gas dimasukkan secara bertahap dan akan terbentuk lapisan (monolayer) diseluruh permukaan material solid pada rentang P/P_0 antara 0,05- 0,30 dengan P adalah tekanan gas dan P_0 adalah tekanan saturasi gas. Pengukuran adsorpsi isoterm gas pada suhu mendekati titik kondensasi gas adsorbat merupakan teknik konvensional dan

sederhana dalam menganalisis struktur berpori suatu permukaan padatan atau kristal yang digunakan dalam metode BET (Haber dkk., 1995).

Pengukuran luas permukaan dengan metode adsorpsi gas N_2 biasanya digunakan pada material katalis maupun material penyimpan seperti zeolit, MOF, oksida logam, dan karbon aktif karena material tersebut membutuhkan luas permukaan yang besar (Sing dkk., 1982). Teknik ini dilakukan dengan mengukur jumlah gas yang diadsorpsi (adsorbat) oleh suatu padatan pada variasi tekanan gas dalam keadaan isothermal. Gas yang biasa digunakan adalah nitrogen yang bersifat inert (Adamson, 1990). Dari teori Brauneur -Emmet- Teller (BET) bisa diketahui jumlah molekul adsorbat yang terbentuk monolayer sesuai dengan Persamaan 2.8 :

$$\frac{P/P_0}{V_a[1-(\frac{P_0}{P})]} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C-1) P/P_0}{C V_m} \quad (2.8)$$

dimana V_a adalah volume adsorbat yang terjerap pori pada tekanan P dan temperatur absolut T (cm^3/g), V_m adalah volume adsorbat yang membentuk lapisan monolayer pada padatan (cm^3/g), P adalah tekanan uap adsorbat (atm), P_0 adalah tekanan uap murni adsorbat (atm), dan C adalah konstanta BET yang berkaitan dengan energi adsorpsi pada lapisan monolayer. Melalui plot fungsi $\frac{P/P_0}{V_a[1-(\frac{P_0}{P})]}$ dan $(\frac{P_0}{P})$, maka akan diperoleh garis lurus, V_m diperoleh dari nilai slope dan C diperoleh dari nilai intersep. Selanjutnya luas permukaan spesifik dapat dihitung melalui nilai V_m yang telah diperoleh dengan rumus :

$$S_{BET} = \frac{V_m}{22414} N \sigma 10^{-18} \quad (2.9)$$

dimana N adalah bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$) dan σ adalah luas rata-rata adsorbat pada monolayer (nm^2). Nilai σ diperoleh melalui Persamaan 2.9:

$$\sigma = 1,091 (M/Nd)^{2/3} 10^6 \quad (2.10)$$

dimana M adalah berat molekul dan d adalah densitas adsorbat (berupa cairan atau padatan). Jika dimisalkan adsorbat yang digunakan adalah gas nitrogen dan diasumsikan densitasnya

berupa cairan, maka nilai σ pada suhu 77 K dari Persamaan 2.10 bernilai sebesar $0,162 \text{ nm}^2$ (Mikhail dan Robens, 1983).

2.5.5 Spektrofotometer UV-Vis

Pada metode spektroskopi, spektrum radiasi elektromagnetik digunakan untuk analisis spesies kimia dan menelaah interaksinya dengan radiasi elektromagnetik. Spektrum adalah sinar yang diserap pada panjang gelombang tertentu. Senyawa berwarna memiliki satu atau lebih serapan di daerah spektrum tampak. Spektrum dapat di serap di daerah ultraviolet dan tampak karena adanya ikatan atau bukan ikatan. Senyawa yang memiliki gugus kromofor akan memunculkan serapan pada spektrum ultraviolet. Hal ini dikarenakan adanya ikatan rangkap karbon-karbon atau nitrogen oksigen. Puncak-puncak serapan berhubungan dengan struktur molekulnya (Hendayana, 2006).

Bila suatu energi dikenakan terhadap suatu zat, maka energi tersebut akan dapat diabsorpsi, ditransmisikan, dipantulkan ataupun dibiarkan. Energi yang diabsorpsi oleh suatu zat sebanding dengan energi yang dibutuhkan untuk memungkinkan suatu perubahan dalam atom ataupun molekul zat tersebut (Day dan Underwood, 1986).

Radiasi berkas cahaya berinteraksi dengan spesies kimia dan dapat diperoleh informasi mengenai spesies tersebut. Cara interaksi dengan suatu sampel tergantung dari sifat materi, salah satu cara interaksi ini yaitu dengan absorpsi. Jika foton yang mengenai cuplikan memiliki tenaga yang sama dengan yang dibutuhkan untuk menyebabkan terjadinya perubahan tenaga, maka serapan (absorpsi) dapat terjadi. Pada proses inilah, energi elektromagnetik ditransfer ke atom atau molekul dalam sampel, berarti partikel dipromosikan dari tingkat energi yang lebih rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi, yaitu tingkat tereksitasi (Khopkar, 2007).

Jika suatu berkas sinar melewati suatu medium homogen, sebagian dari cahaya datang (P_0) diabsorpsi sebanyak (P_a),

sebagian dapat dipantulkan (P_r) sedangkan sisanya ditransmisikan (P_t) dengan efek intensitas murni sebesar:

$$P_o = P_a + P_t + P_r \quad (2.11)$$

dimana P_o adalah intensitas radiasi yang masuk, P_a adalah intensitas cahaya yang diabsorpsi, P_r adalah intensitas cahaya yang dipantulkan, P_t adalah intensitas cahaya yang ditransmisikan. Tetapi pada prakteknya, nilai P_r kecil sekali, sehingga:

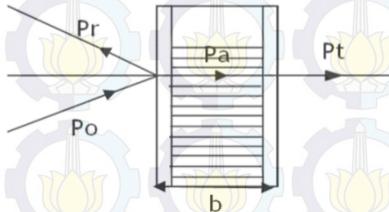
$$P_o = P_a + P_t \quad (2.12)$$

Lambert (1760) dan Beer (1852) dan juga Bouger menunjukkan hubungan berikut.

$$A = -\log T = -\log \frac{P_t}{P_o} = abc \quad (2.13)$$

dimana b adalah jarak tempuh optik, c adalah konsentrasi, a adalah absorpsivitas molar/koeffisien ekstingsi (ϵ), T adalah transmitansi dan A adalah absorbansi.

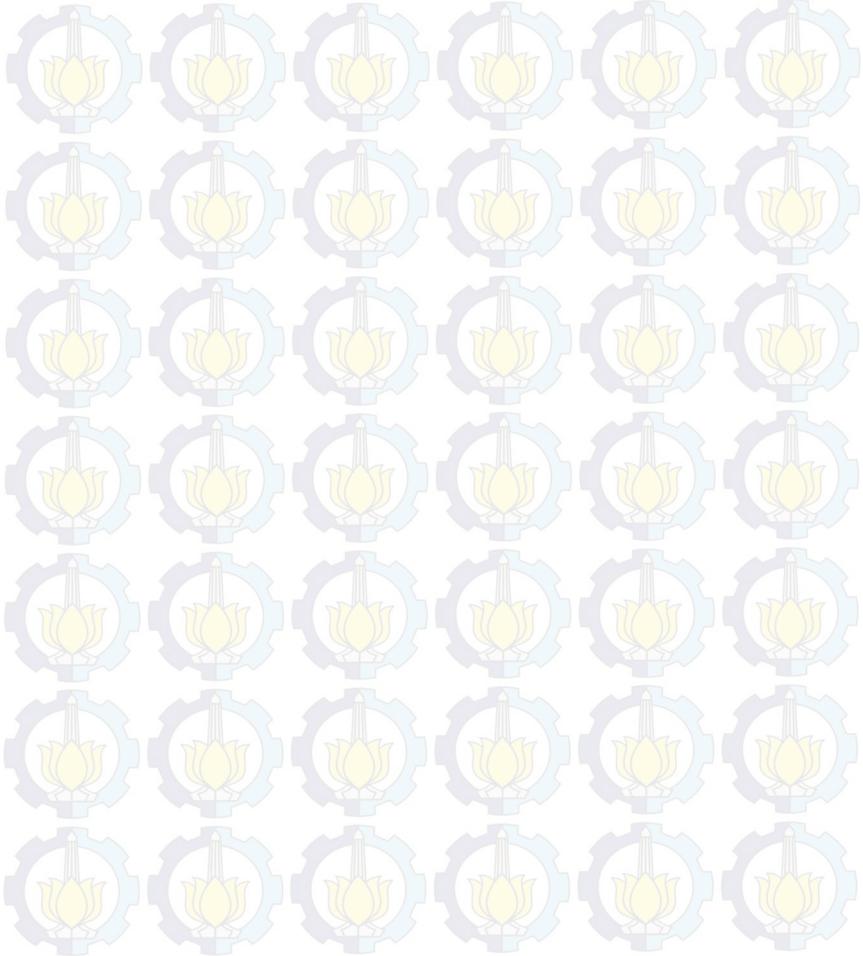
Adapun sistemnya dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.8 Sistem Hukum Lambert Beer (Pavia dkk., 2001)

Spektrum absorpsi daerah UV-Vis adalah sekitar 190 nm sampai 780 nm dan dinyatakan sebagai spektrum elektron. Suatu spektrum UV-Vis memiliki bilangan gelombang 190-780 nm. Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum ultraviolet dan visible tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektra ultraviolet dan visible dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat dengan transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Karena hal ini, maka serapan radiasi ultraviolet-visible dikenal sebagai spektroskopi elektronik.

Pengukuran absorpsi atau transmitansi dalam spektroskopi UV-Vis digunakan untuk analisis kuantitatif dan kualitatif spesies kimia. Spektroskopi absorpsi berguna untuk mengkarakterisasi gugus fungsi dalam suatu molekul dan untuk analisis kuantitatif (Khopkar, 2007).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis dengan rumus umum $Mg_{1-x}Zn_xF_y(OH)_{1-y}$ yang doping logam Zn ke dalam $MgF(OH)$. Diketahui perbandingan F dan OH 1 : 2 maka rumus tersebut dapat ditulis menjadi $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,67}(OH)_{1,34}$, dengan $x = 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100$ dan $0,150$ mol. Hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X agar diketahui struktur kristal. Ikatan yang ada dalam katalis di analisis dengan FTIR. Penentuan keasaman katalis ditentukan dengan metode FTIR piridin dan luas permukaan dari katalis diukur dengan adsorpsi nitrogen. Uji katalisis dilakukan pada reaksi antara TMHQ dan isofitol.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat-alat gelas, seperangkat alat refluks, pompa vakum, *magnetic stirrer*, dan peralatan lainnya yang terbuat dari polietilen. Instrumen yang digunakan adalah X-ray Diffraction X'pert Philips, Spektrofotometer Inframerah Fourier Transform (FTIR) Shimadzu dan N_2 adsorpsi Quantachrome[®] ASiqwin[™], Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction © 1994-

2000 Quantachrome Instruments version 2.0, Spektrofotometer Genesys 10S UV-Vis Thermo Scientific.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Zn Asetat (*Merck*, 99,9%), logam Mg (*Sigma- Aldrich*, 99,98%), HF (*Merck*, 48%), metanol (*Merck*, 99,9%), %, trimetilhidrokuinon (*Fluka*, 98%), isofitol (*Sigma-Aldrich*, 97%), piridin (*Merck*, 99,5%), gas N₂ (*purity* 99,95%), dan aquabides.

3.2. Sintesis Katalis Mg_{1-x}Zn_xF_{0,67}(OH)_{1,34}

Sintesis katalis Mg_{1-x}Zn_xF_{0,67}(OH)_{1,34} (x = 0 ; 0,025 ; 0,050; 0,075; 0,100 dan 0,0150 mol) diawali dengan pembuatan Mg(OCH₃)₂ melalui reaksi antara Mg turning dan metanol kering. Reaksi dilakukan dengan refluks pada suhu 65°C. Kemudian ditambahkan larutan induk Zn yang telah dibuat melalui pelarutan logam Zn(CH₃COO)₂ dalam metanol sesuai dengan kebutuhan dan diaduk secara merata dengan magnetik stirrer hingga terbentuk emulsi putih. HF ditambahkan kedalam emulsi putih tetes demi tetes sambil diaduk hingga terbentuk sol. Sol diaduk terus menerus pada suhu ruang hingga terbentuk gel. Gel di peram pada suhu ruang sampai terbentuk gel sempurna. Kemudian gel dikeringkan dengan vakum dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 300°C. Kemudian padatan dikarakterisasi.

3.3 Karakterisasi Katalis

3.3.1 Karakterisasi Struktur Kristal dengan Difraksi Sinar-X

Padatan yang diperoleh yaitu $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,67}(\text{OH})_{1,34}$ dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dilakukan karakterisasi serbuk ditumbuk halus dengan mortar agat. Tempat sampel juga dibersihkan dari pengotor agar tidak mengganggu pengukuran. Pengukuran dilakukan pada 2θ sebesar $20-80^\circ$ dengan interval $0,05^\circ$. Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi Cu K_α dengan panjang gelombang $1,54 \text{ \AA}$.

3.3.2 Analisis ikatan dalam katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,67}(\text{OH})_{1,34}$ dengan FTIR

Analisis FTIR dilakukan dengan membuat pelet ketebalan 2 mm dengan tekanan berat 5 ton menggunakan FTIR Shimadzu dengan bilangan gelombang $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$. Serbuk sampel $\text{MgZnF}(\text{OH})$ disiapkan melalui penggerusan dengan KBr pada perbandingan $1:99$ (sampel:KBr). Penggerusan dilakukan dengan mortar agat hingga homogen kemudian ditekan dengan tekanan berat 5 ton hingga menjadi pelet dan ditempatkan pada *pellet holder*. Pelet yang terbentuk kemudian dimasukkan pada *holder FTIR*.

3.3.3 Penentuan Keasaman Katalis Padatan dengan Metode Adsorpsi Piridin-FTIR

Keasaman katalis hasil sintesis ditentukan dengan metode adsorpsi piridin-FTIR. Katalis sebanyak 100 mg dipanaskan selama 1 jam dengan aliran nitrogen pada suhu 150 °C untuk perlakuan awal sebelum bereaksi dengan piridin. Kemudian katalis dimasukkan ke dalam pipa kaca yang di sumbat dengan glass wool pada salah satu ujungnya. Setelah itu dimasukkan piridin tetes demi tetes sebanyak 60 μL melalui ujung yang masih terbuka. Kemudian ujung tersebut disumbat lagi dengan glass wool. Setelah itu dipanaskan selama 1 jam pada suhu 150 °C dengan dialiri gas nitrogen. Kemudian katalis didiamkan pada suhu kamar. Keasaman katalis dikarakterisasi dengan FTIR pada bilangan gelombang 1300-1800 cm^{-1} .

3.3.4 Pengukuran Luas Permukaan katalis dengan Adsorpsi N_2

Pengukuran S_{BET} di ukur dengan adsorpsi nitrogen pada suhu 77 K. Padatan katalis di- *degassing* dengan N_2 pada laju alir 30 cm^3/menit pada suhu 300 °C selama 3 jam kemudian di analisis dengan *software* Quantachrome® ASiqwin™.

3.4. Uji Katalis pada Reaksi antara TMHQ dan Isofitol

Katalis yang telah disintesis dilakukan uji aktivitas dan selektivitas melalui reaksi antara TMHQ dan isofitol. Uji katalisis katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,67}(OH)_{1,34}$ pada reaksi ini dilakukan dengan variasi $x = 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100$ dan $0,0150$ mol. Uji katalisis ini dilakukan dengan memasukkan trimetilhidrokuinon sebanyak $0,0152$ g kedalam labu leher tiga, lalu dicampurkan dengan katalis sebanyak $0,004$ g. Campuran tersebut kemudian ditambah dengan metanol 5 mL, kemudian direfluks selama 30 menit pada suhu 60 °C. Larutan isofitol sebanyak 40 μ L ditambahkan dalam campuran setetes demi setetes dan direfluks selama 3 jam pada suhu 60 °C. Campuran hasil katalisis diekstraksi dari katalis dengan n-heksana. Kemudian produk hasil reaksi dipisahkan, lapisan atas diencerkan dengan n-heksana dan lapisan bawah diencerkan dengan metanol. Jumlah mol senyawa α -tokoferol, benzofuran dan sisa reaktan TMHQ dianalisis secara kuantitatif dengan spektrofotometer UV-Vis.

Analisis dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan setelah pengukuran panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) dan pembuatan kurva kalibrasi dari masing-masing standar TMHQ dan benzofuran dengan pelarut metanol dan α -tokoferol dengan pelarut n-heksana dan metanol. Persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh digunakan pada perhitungan konsentrasi α -tokoferol, TMHQ dan benzofuran hasil reaksi yang didasarkan

pada absorbansi yang terukur pada UV-Vis. Besarnya konversi, *yield* dan selektivitas dihitung sesuai dengan persamaan berikut:

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

$$\text{Yield} = \frac{\alpha\text{-tokoferol total}}{\text{TMHQ awal}} \times \text{Konversi} \quad (3.2)$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{\text{Yield}}{\text{Konversi}} \times 100\% \quad (3.3)$$

BAB IV

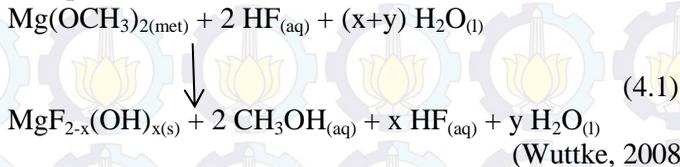
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ yang *didoping* Zn. Rumus umum yang digunakan adalah $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x=0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100$ dan $0,150$ mol). Hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X (XRD) agar diketahui struktur kristalnya. Ikatan yang terbentuk dianalisis dengan metode FT-IR. Keasaman katalis ditentukan dengan metode adsorpsi piridin-FTIR dan luas permukaan (S_{BET}) diukur dengan metode adsorpsi gas Nitrogen. Kinerja katalis diuji pada reaksi antara trimetilhidrokuinon dan isofitol. Hasil reaksi dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis.

4.1 Hasil Sintesis Katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

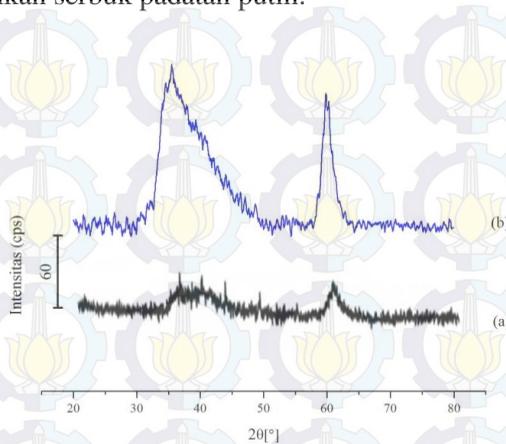
Sintesis katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Wuttke (2008) dalam sintesis $\text{MgF}(\text{OH})$. Katalis ini disintesis dengan metode sol-gel. Keuntungan yang diperoleh melalui sintesis dengan metode ini menurut Perego dan Villa (1997) adalah padatan hasil sintesis memiliki tingkat homogenitas yang lebih tinggi, volume pori dan luas permukaan yang besar, serta distribusi ukuran pori yang merata. Secara umum, sintesis sol gel terjadi melalui dua tahap, yaitu '*Pre-gelation*' terjadi pembentukan sol yang merupakan reaksi hidrolisis reaktan dalam pelarut hingga pembentukan gel dan '*Post-gelation*' yaitu pengeringan dan kalsinasi (Usboko dan Murwani, 2011). Murthy dkk. (2004) mengungkapkan bahwa dalam metode sol-gel pemilihan pelarut sangat penting karena pelarut dibutuhkan selama reaksi berlangsung pada tahap polimerisasi, dipilih pelarut yang sesuai dengan reaksi, dan tidak menyebabkan terjadinya pengurangan jumlah pelarut selama reaksi berlangsung. Murthy dkk. (2004) menggunakan alkohol

dan dietil eter sebagai pelarut. Pada penelitian ini dipilih pelarut alkohol yaitu metanol dan tidak dipilih dietil eter karena dietil eter memiliki titik didih yang lebih rendah dari (35 °C) dibandingkan dengan metanol (64,5 °C). Titik didih yang rendah menyebabkan pelarut cepat menguap pada suhu ruang. Prekursor yang digunakan pada penelitian ini adalah magnesium metoksida sebagai sumber kation Mg^{2+} . Magnesium metoksida diperoleh dari reaksi antara Mg turning dan metanol sebagai pelarut, *gelating agent* dan juga sebagai sumber metoksi. Logam Mg merupakan logam yang kurang aktif sehingga dalam penggunaannya harus di aktivasi terlebih dahulu dengan cara pemanasan. Dari reaksi tersebut dihasilkan emulsi putih. Selanjutnya ditambahkan HF sebagai sumber anion F^- sambil diaduk dengan stirrer sampai terbentuk sol yang merata. Penambahan HF menyebabkan emulsi menjadi keruh yang merupakan indikasi bahwa tahap ini mulai terbentuk sol. Pada saat penambahan HF terjadi kompetisi antara reaksi fluorisis dan hidrolisis pada logam alkoksida. Namun yang lebih dominan adalah reaksi fluorisis (Acham, 2014). Pengadukan dilakukan pada suhu ruang sampai terbentuk gel. Pada tahap ini terjadi proses gelasi membentuk gel. Reaksi sintesis sol-gel $MgF_{2-x}(OH)_x$ dapat dilihat pada Persamaan 4.1.



Proses selanjutnya adalah pemeraman (*aging*). Proses ini dilakukan agar terbentuk gel dengan jaringan yang lebih rapat dari sebelumnya. Proses *Aging* bertujuan untuk menyempurnakan pembentukan gel padat. Hasil menunjukkan bahwa terdapat dua fasa yaitu fasa atas pelarut dan fasa bawah gel yang berwarna putih. Kemudian dilakukan proses pemisahan gel dari pelarutnya dengan alat vakum hingga terbentuk gel kering (xerogel).

Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 300°C. Proses kalsinasi ini menghasilkan serbuk padatan putih.



Gambar 4.1 Difraktogram katalis : (a) MgF(OH) (Scholz dkk., 2012), (b) MgF_{0,66}(OH)_{1,34}

Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan *X-ray Diffraction* (XRD). Hasil karakterisasi berupa difraktogram dapat dilihat pada Gambar 4.1. Difraktogram padatan dicocokkan dengan difraktogram MgF(OH) yang telah disintesis pada penelitian sebelumnya oleh Scholz dkk. (2012) sebagai acuan terbentuknya MgF_{0,66}(OH)_{1,34}. Pada difraktogram padatan terlihat puncak khas pada 2θ 35,26° dan 60,26° yang juga terlihat pada difraktogram dari penelitian penelitian Scholz dkk. (2012) yang merupakan katalis MgF(OH) yang memiliki kristalinitas rendah dengan luas permukaan yang besar.

4.2 Hasil Sintesis Katalis Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}

Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis *doping* Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}. Menurut Li (2005) *doping* dapat mempengaruhi keasaman dari katalis. Sintesis katalis

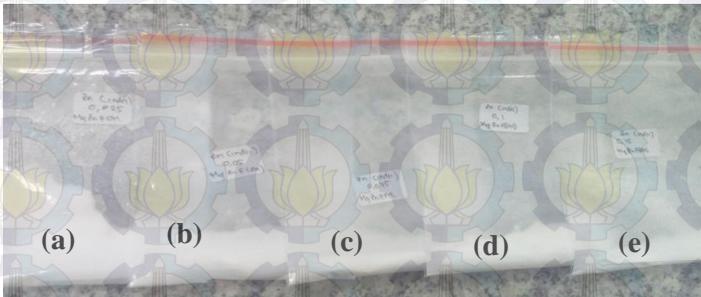
$Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ yang merupakan modifikasi metode dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Wuttke dkk. (2008). Modifikasi ini dilakukan dengan *doping* Zn ke dalam $MgF(OH)$ yang bertujuan untuk meningkatkan sisi aktif katalis. Zn dipilih sebagai *dopant* karena selain bersifat sebagai asam Lewis, juga berperan sebagai akseptor pasangan elektron (Li, 2005). Sintesis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ analog dengan sintesis $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ tetapi ditambahkan seng asetat setelah terbentuk $Mg(OCH_3)_2$. Pada tahap ini terjadi pembentukan senyawa logam alkoksida seperti yang terjadi pada $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ hanya saja sebagian molekul Mg digantikan oleh Zn.

Berikut merupakan reaksi keseluruhan yang terjadi pada pembentukan katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$:



dengan nilai $x = 0,025 ; 0,05 ; 0,075 ; 0,100$ dan $0,150$ mol.

Pengamatan secara visual setelah di kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.2 yang menunjukkan padatan berwarna putih.

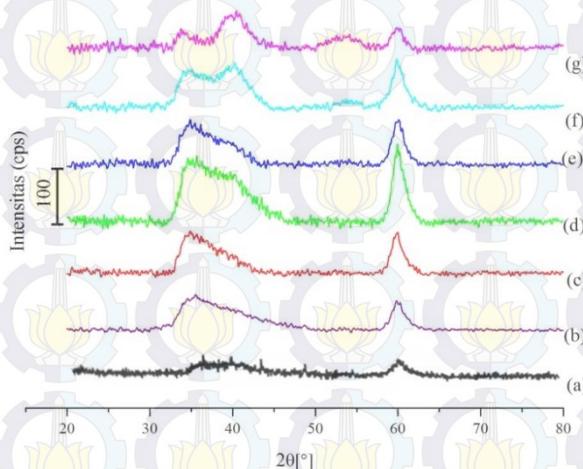


Gambar 4.2 Padatan katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dengan x :
(a) 0,025, (b) 0,05, (c) 0,075, (d) 0,1, (e) 0,15 mol.

Padatan katalis ini kemudian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan *X-ray Diffraction* (XRD).

4.3 Hasil Karakterisasi Difraksi Sinar-X

Hasil karakterisasi katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150$) dengan difraksi sinar- X menunjukkan struktur dan fasa dari $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$. Difraktogram yang diperoleh dicocokkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Scholz (2012). Seluruh hasil difraktogram padatan dapat dilihat pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Difraktogram katalis : (a) MgF(OH) (Scholz, 2012), katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dengan x : (b) 0, (c) 0,025, (d) 0,05, (e) 0,075, (f) 0,1, (g) 0,15 mol.

Hasil pencocokan masing-masing difraktogram dari $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0; 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150$) menunjukkan bahwa difraktogram sampel sama dengan difraktogram dari MgF(OH) yaitu adanya gundukan pada 2θ $34,32^\circ$ dan puncak pada 2θ $60,26^\circ$. Selain dicocokkan dengan hasil penelitian sebelumnya, seluruh difraktogram juga

dicocokkan dengan database ZnO dari *database JCPDS-Internasional Centre of diffraction* tahun 2001 dengan program PCPDFWIN yang bertujuan untuk mengetahui adanya puncak lain selain puncak $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$. Puncak ZnO sesuai dengan standar PDF 75-0576. Hasil pencocokan menunjukkan indikasi terbentuknya puncak dari ZnO yang ditandai dengan adanya gundukan pada 2θ 40,43. Semakin meningkatnya jumlah *doping* Zn, maka intensitas puncak karakteristik dari $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ semakin menurun dan mengindikasikan bahwa Zn telah terdispersi pada permukaan $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Hanna dkk. (2010) dalam sintesis superkonduktor ZnGaO dari *doping* Ga kedalam ZnO dengan variasi *doping* Ga 0,02-0,08 mol dimana intensitas semakin tinggi dengan bertambahnya konsentrasi Ga yang digunakan sedangkan beberapa puncak intensitas ZnO yang merupakan material induknya semakin turun dengan penambahan *doping* Ga.

Seluruh difraktogram juga dicocokkan dengan puncak MgO dan MgF_2 . Puncak MgO sesuai dengan standar PDF 87-0653, puncak MgF_2 dicocokkan dengan standar PDF 70-2269, tidak ditemukan adanya fase dari MgO dan MgF_2 dalam masing-masing difraktogram katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ (Presscott, 2005).

Tabel 4.1 Nilai pergeseran 2θ katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

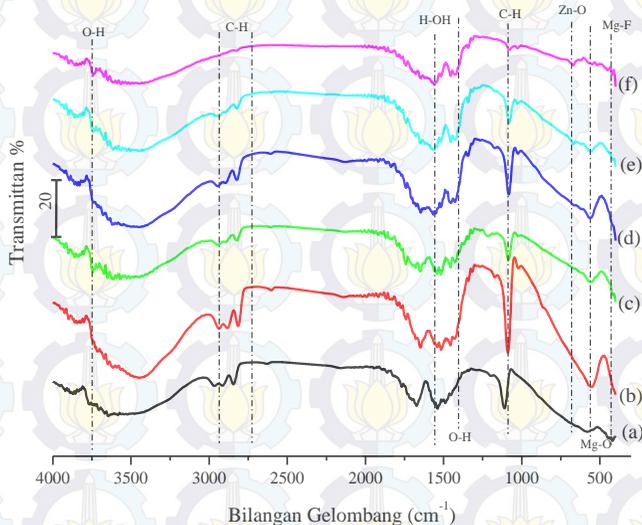
Nilai x pada katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	2θ (°)		
0	35,26	-	60,26
0,025	34,83	-	59,99
0,050	35,63	39,97	60,21
0,075	35,29	40,06	59,99
0,100	34,01	39,44	60,06
0,150	34,26	39,21	60,24

Hasil pencocokan katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0$; 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150) dengan $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

dapat dilihat adanya pergeseran nilai 2θ yang ditampilkan pada Tabel 4.1. Hal tersebut merupakan indikasi bahwa *doping* Zn telah terjadi pada katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$.

4.4 Hasil Analisis Ikatan Katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dengan Metode FTIR

Informasi mengenai jenis-jenis ikatan yang terdapat dalam katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ diperoleh melalui analisis dengan FT-IR. Spektra hasil analisis menunjukkan bahwa katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150$) memiliki puncak yang sama dengan $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dan menunjukkan pita serapan seperti pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Spektra FTIR katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ (sebelum kalsinasi) dengan x : (a) 0, (b) 0,025, (c) 0,05, (d) 0,075, (e) 0,1, (f) 0,15 mol

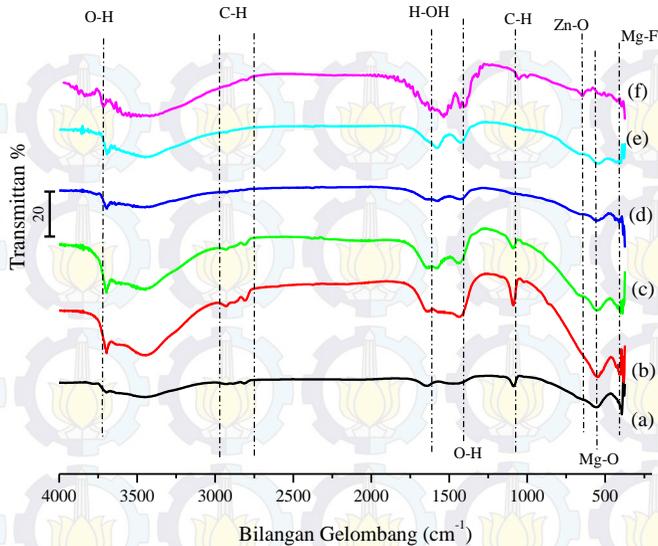
Spektra Absorpsi IR pada katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dari bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} ditunjukkan pada Gambar 4.4. Adapun lebar pita serapan pada 3750-3000 merupakan indikasi dari vibrasi O-H yang berasal dari adsorpsi molekul H_2O . Lebar

serapan pada $2930\text{-}2780\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi C–H yang intensitasnya menurun dengan bertambahnya jumlah *doping* (Scholz, 2012).

Adanya pita serapan pada 1620 cm^{-1} menunjukkan ikatan *hidroxy* atau gugus *oxy* pada senyawa *alkoxy/ hidroxy* akibat adanya vibrasi H–OH. Adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1460 cm^{-1} menunjukkan keberadaan gugus OH pada permukaan katalis yang membentuk bikarbonat (HCO_3^-) oleh adsorpsi CO_2 di udara. Serapan tajam pada bilangan gelombang 1087 cm^{-1} terdapat vibrasi C–H atau C–O yang menunjukkan adanya sedikit metoksida pada katalis. Perubahan pada spektra MgF(OH) disebabkan oleh peningkatan dari jumlah fluorin (Prescott, 2005).

Adapun pita serapan pada 650 cm^{-1} menunjukkan serapan dari Zn–O (Kwong, 2016). Adanya pita serapan tajam pada 550 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi Mg–O. Pita serapan pada 460 cm^{-1} adalah vibrasi ikatan Mg–F (Prescott, 2005). Hasil analisis IR menunjukkan tidak adanya pergeseran puncak pada katalis MgF(OH).

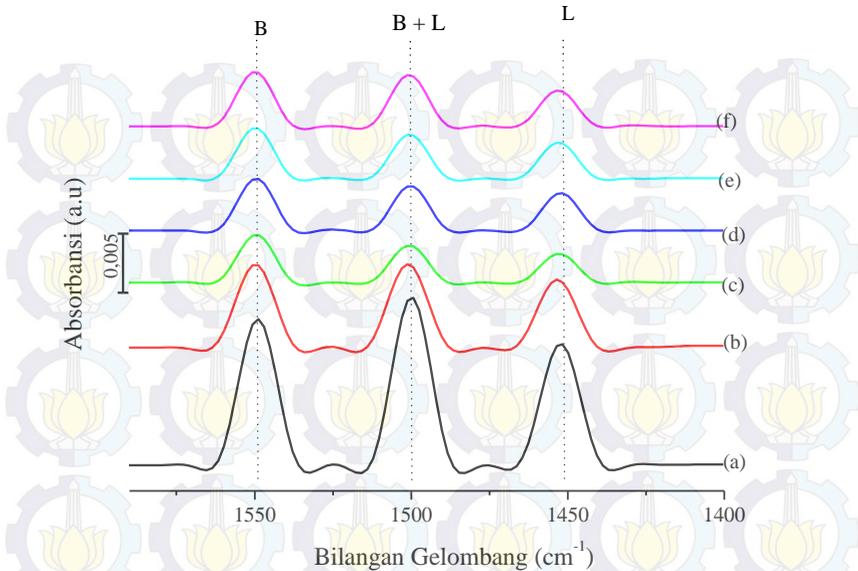
Spektra sebelum dan setelah kalsinasi hanya berbeda pada bilangan gelombang $3000\text{-}2750$ dan 1080 cm^{-1} yaitu vibrasi dari C–H yang masih menunjukkan sedikit metoksida pada katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dengan $x = 0 ; 0,025$ dan $0,05$ mol, hal ini dapat disebabkan karena adanya sedikit metoksida yang masih terjebak di dalam katalis. Pada katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dengan $x = 0,075 ; 0,1 ; 0,15$ mol, metoksidanya hilang setelah kalsinasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Spektre FTIR katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0.66}(\text{OH})_{1.34}$ (setelah kalsinasi) dengan x : (a) 0, (b) 0,025, (c) 0,05, (d) 0,075, (e) 0,1, (f) 0,15 mol

4.5 Hasil Penentuan Keasaman Katalis dengan Metode FTIR-Piridin

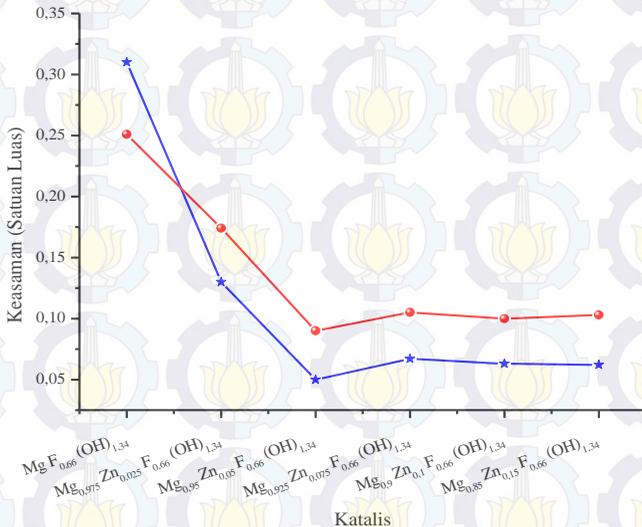
Pada penelitian ini keasaman dari katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0.66}(\text{OH})_{1.34}$ ($x = 0,025 ; 0,075 ; 0,050 ; 0,100 ; 0,150$) ditentukan dengan metode adsorpsi piridin-FTIR. Hasil penentuan keasaman katalis dapat ditunjukkan pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Profil keasaman katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dengan x: (a) 0, (b) 0,025, (c) 0,05, (d) 0,075, (e) 0,1, (f) 0,15 mol

Sisi asam Lewis dan asam Brønsted dapat dibedakan dalam spektra FTIR karena kedua sisi asam tersebut mempunyai karakteristik yang khas (Layman dkk., 2003). Pada Gambar 4.6 sisi asam lewis ditunjukkan dengan munculnya puncak absorbansi pada bilangan gelombang 1440-1450 cm^{-1} . Puncak absorbansi juga muncul pada bilangan gelombang 1550-1560 cm^{-1} berupa vibrasi $-\text{OH}$ dari H_2O di udara yang terikat secara fisik pada permukaan katalis saat penambahan piridin (Telleria, 2013). Menurut chen dkk. (2006) puncak absorbansi pada bilangan gelombang 1495-1520 cm^{-1} merupakan absorbansi dari vibrasi yang berasal asam Lewis dan asam Brønsted yang muncul pada bilangan gelombang yang hampir sama seperti yang terlihat pada Gambar 4.6. Pada katalis $\text{MgZnF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ memiliki puncak tersebut pada bilangan gelombang 1500 cm^{-1} .

Penentuan secara semi kuantitatif sisi asam Lewis dan asam Brønsted dapat diperoleh melalui integrasi luasan di bawah puncak pada spektra FTIR, pada massa katalis yang sama. Grafik keasaman katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dapat dilihat pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 Kurva aliran katalis terhadap luasan dibawah puncak pada keasaman katalis : (—) keasaman Lewis, dan (—) keasaman Brønsted

Kurva aliran katalis terhadap luas keasaman katalis pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa katalis $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ memiliki luas keasaman Lewis dan keasaman Brønsted paling besar dibandingkan dengan katalis hasil sintesis lainnya. Urutan keasaman Lewis yang dihasilkan dari masing-masing katalis dari yang terkecil adalah $Mg_{0,95}Zn_{0,05}F_{0,66}(OH)_{1,34} < Mg_{0,85}Zn_{0,15}F_{0,66}(OH)_{1,34} < Mg_{0,9}Zn_{0,1}F_{0,66}(OH)_{1,34} < Mg_{0,925}Zn_{0,075}F_{0,66}(OH)_{1,34} < MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$.

Sedangkan urutan keasaman Brønsted yang dihasilkan dari masing-masing katalis dari yang terkecil adalah

$\text{Mg}_{0,95}\text{Zn}_{0,05}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34} < \text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34} < \text{Mg}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34} < \text{Mg}_{0,925}\text{Zn}_{0,075}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34} < \text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan Zn pada katalis $\text{MgZnF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dapat mempengaruhi keasaman Lewis dan keasaman Brønsted dari katalis.

4.6 Hasil Pengukuran Luas Permukaan Katalis dengan Metode Adsorpsi Gas N_2

Luas permukaan katalis perlu diukur agar dapat diketahui pengaruh luas permukaan terhadap aktivitasnya. Banyak aktivitas katalis juga dipengaruhi oleh luas permukaan seperti yang dilaporkan oleh Lee dkk. (1997). Luas permukaan katalis (S_{BET}) dapat diukur dengan metode adsorpsi gas Nitrogen. Definisi luas permukaan adalah luas permukaan padatan per satuan massa (m^2/g).

Hasil pengukuran luas permukaan katalis (S_{BET}) $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0; 0,025; 0,075; 0,050; 0,100; 0,150$) dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Luas Permukaan Katalis

Katalis	S_{BET} (m^2/g)
$\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	26,884
$\text{Mg}_{0,975}\text{Zn}_{0,025}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	202,757
$\text{Mg}_{0,95}\text{Zn}_{0,05}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	369,603
$\text{Mg}_{0,925}\text{Zn}_{0,075}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	308,079
$\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	253,720
$\text{Mg}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	236,325

Luas permukaan katalis pada Tabel 4.2 menunjukkan penurunan luas pada $\text{Mg}_{0,925}\text{Zn}_{0,075}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$, $\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dan $\text{Mg}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$. Menurut Meng dkk. (2009) yang menyatakan adanya penambahan logam oksida ataupun logam lain mengakibatkan penurunan luas permukaan. Akan tetapi pada katalis $\text{Mg}_{0,95}\text{Zn}_{0,05}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

menunjukkan luas permukaan yang semakin besar yang diperkirakan merupakan luas sebagian dari Zn yang lebih dari kapasitas $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ yang *didoping*.

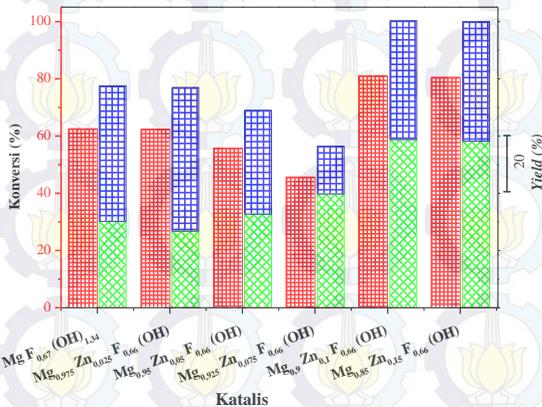
4.7 Hasil Aktivitas, Yield dan Selektivitas

Katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0; 0,025; 0,075; 0,050; 0,100; 0,150$) diuji aktivitas dan selektivitasnya melalui reaksi antara TMHQ dengan isofitol. Reaksi tersebut menghasilkan produk yang bermanfaat, yaitu α -tokoferol dan benzofuran (Bonrath dkk., 2005). α -tokoferol sebagai antioksidan yang membantu melindungi tubuh dari radikal bebas (Hillan, 2006) dan benzofuran sebagai antibakteri dan antimalaria (Ryu dkk., 2010), sehingga dalam penelitian ini kedua produk tersebut diamati, sedangkan produk reaksi yang terbentuk selain keduanya dianggap sebagai produk samping.

Reaksi diawali dengan aktivasi TMHQ bersama katalis dalam pelarut metanol karena TMHQ hanya larut dalam fasa metanol. Aktivasi ini bertujuan agar TMHQ lebih mudah bereaksi sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak (Candu dkk., 2011). Setelah itu ditambahkan isofitol secara bertahap dengan selang waktu 30 menit dalam sistem refluks. Produk yang diamati dari reaksi ini berupa cairan, yang menurut Schager dan Bonrath (2000) merupakan α -tokoferol dan benzofuran. Katalis yang mengendap pada akhir reaksi merupakan indikator bahwa katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ merupakan katalis heterogen.

Produk reaksi katalisis kemudian diukur secara kualitatif dan kuantitatif dengan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran secara kualitatif diperoleh dari absorbansi maksimum reaktan dan produk reaksi. Reaktan yang diukur panjang maksimumnya adalah TMHQ, karena data konsentrasi TMHQ diperlukan untuk perhitungan konversi. Hasil pengukuran pada TMHQ standar dalam metanol diperoleh panjang gelombang maksimum pada 352,8 nm. Sedangkan untuk produk yang dihasilkan yaitu α -tokoferol dalam heksana dan benzofuran dalam metanol

didapatkan masing-masing absorbansi maksimum pada panjang gelombang 296,5 dan 338 nm (Lampiran D). Panjang gelombang α -tokoferol ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Eitenmiller dan Lee, (2004) mengenai analisis kualitatif dengan spektrofotometer UV-Vis yang memunculkan puncak pada panjang gelombang 292 nm untuk α -tokoferol. Setelah penentuan panjang gelombang maksimum kemudian dilakukan pembuatan kurva kalibrasi masing-masing standar meliputi TMHQ, benzofuran dan α -tokoferol di dalam pelarutnya masing-masing, dari kurva kalibrasi ini diperoleh persamaan regresi linear (dapat dilihat pada Lampiran E) yang dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi reaktan dan produk, dalam hal ini TMHQ, α -tokoferol dan benzofuran. Hasil katalisis menunjukkan bahwa α -tokoferol tidak terbentuk pada uji katalisis ini. Perhitungan persentase konversi TMHQ dilakukan dengan Persamaan 3.1. Selain itu, dihitung *yield* masing-masing produk dengan Persamaan 3.2.

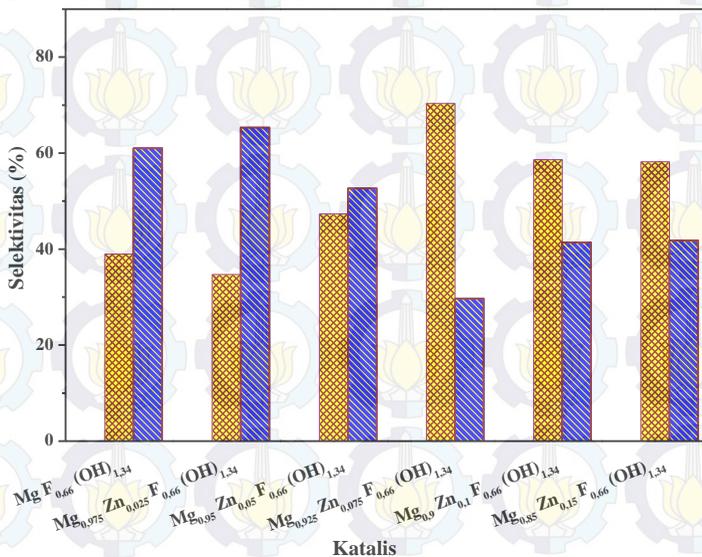


Gambar 4.8 Histogram konversi TMHQ dan komposisi produk terhadap variasi katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$; XXXX = *yield* benzofuran; XXXX = *yield* lain-lain)

Hasil perhitungan konversi dan *yield* masing-masing katalis dapat dilihat pada Lampiran F dan ditampilkan dalam bentuk histogram pada Gambar 4.8.

Konversi TMHQ terbesar diantara katalis *doping* adalah pada katalis *doping* 0,1 mol Zn, yaitu sebesar 81,08%. Selain konversi TMHQ dan *yield*, besarnya selektivitas pada masing-masing katalis juga dihitung dengan Persamaan 3.3. Hasil perhitungan selektivitas terhadap benzofuran dan produk lain ditampilkan pada Gambar 4.9.

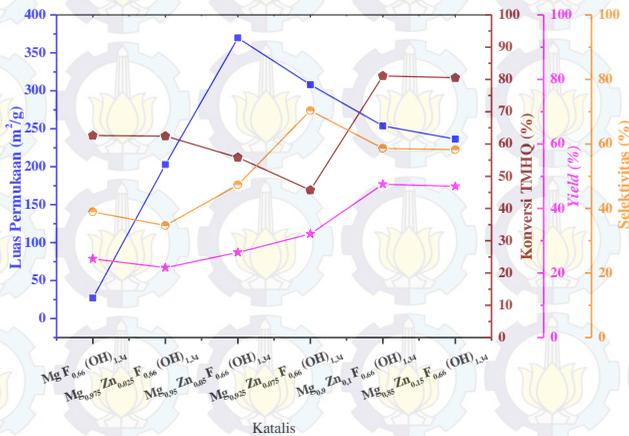
Adanya *doping* Zn pada katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ mampu meningkatkan selektivitas benzofuran yang dapat dilihat pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Selektivitas katalis terhadap produk ( = selektivitas benzofuran ;  = selektivitas produk lain)

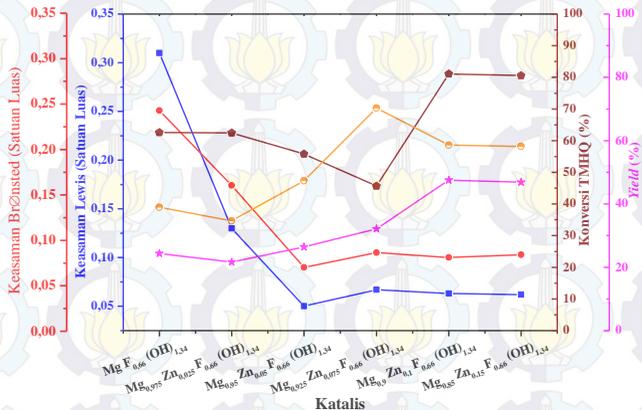
Pada penelitian ini dapat diurutkan selektivitas terhadap benzofuran dari yang terbesar yaitu *doping* 0,075 mol Zn > *doping* 0,1 mol Zn > *doping* 0,15 mol Zn > *doping* 0,05 mol Zn > tanpa katalis > *doping* 0,025 mol Zn. Urutan selektivitas katalis terhadap benzofuran memiliki kecenderungan yang sama dengan urutan *yield* benzofuran.

Apabila dikorelasikan luas permukaan katalis dan *yield* benzofuran ternyata besarnya luas permukaan katalis tidak selalu berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan, karena katalis yang memiliki luas permukaan besar belum tentu menghasilkan produk yang diinginkan dalam jumlah besar. Tetapi sisi aktif yang dapat mempengaruhi jumlah produk yang dihasilkan. Adanya sisi aktif yang banyak dan luas permukaan yang besar akan menghasilkan produk yang lebih besar (jung dkk., 2012). Hasil korelasi ini ditampilkan dalam bentuk kurva pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Kurva korelasi antara luas permukaan katalis dengan konversi TMHQ, *yield* dan selektivitas benzofuran.

Jika dikaitkan antara keasaman katalis dengan selektivitas katalis maka selektivitas terhadap benzofuran dipengaruhi oleh keasaman Lewis dan keasaman Brønsted. Keasaman Lewis dan keasaman Brønsted memiliki kecenderungan hampir sama dengan selektivitas terhadap benzofuran. Hasil korelasi ini ditampilkan pada Gambar 4.11



Gambar 4.11 Kurva korelasi antara keasaman katalis dengan konversi TMHQ, *yield* dan selektivitas benzofuran.

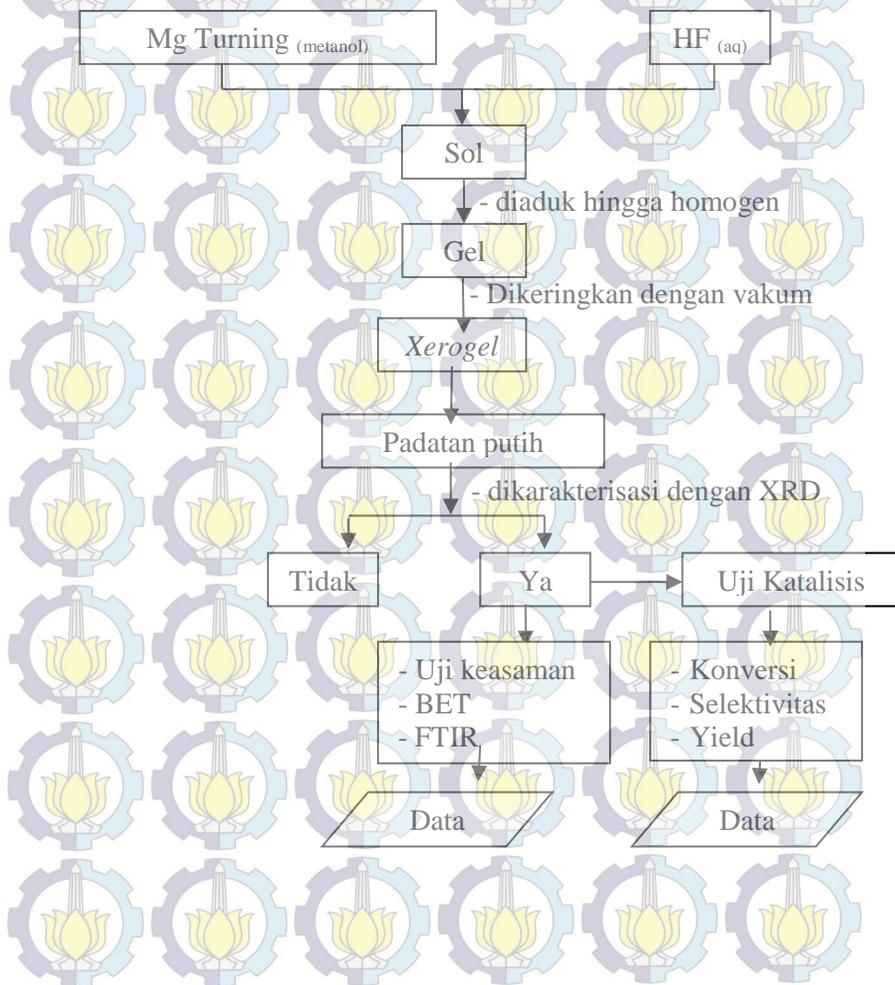
Secara keseluruhan reaksi TMHQ dan isofitol dengan katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ telah menghasilkan produk benzofuran dan produk samping. Katalis *doping* ini memiliki aktivitas tertinggi 81,08% yaitu pada katalis $Mg_{0,9}Zn_{0,1}F_{0,66}(OH)_{1,34}$. α -tokoferol tidak terbentuk pada uji katalisis ini. Dengan demikian, katalis hasil sintesis lebih selektif terhadap benzofuran dibandingkan α -tokoferol. Keasaman katalis baik Lewis maupun Brønsted berpengaruh pada selektivitas terhadap Benzofuran.

LAMPIRAN

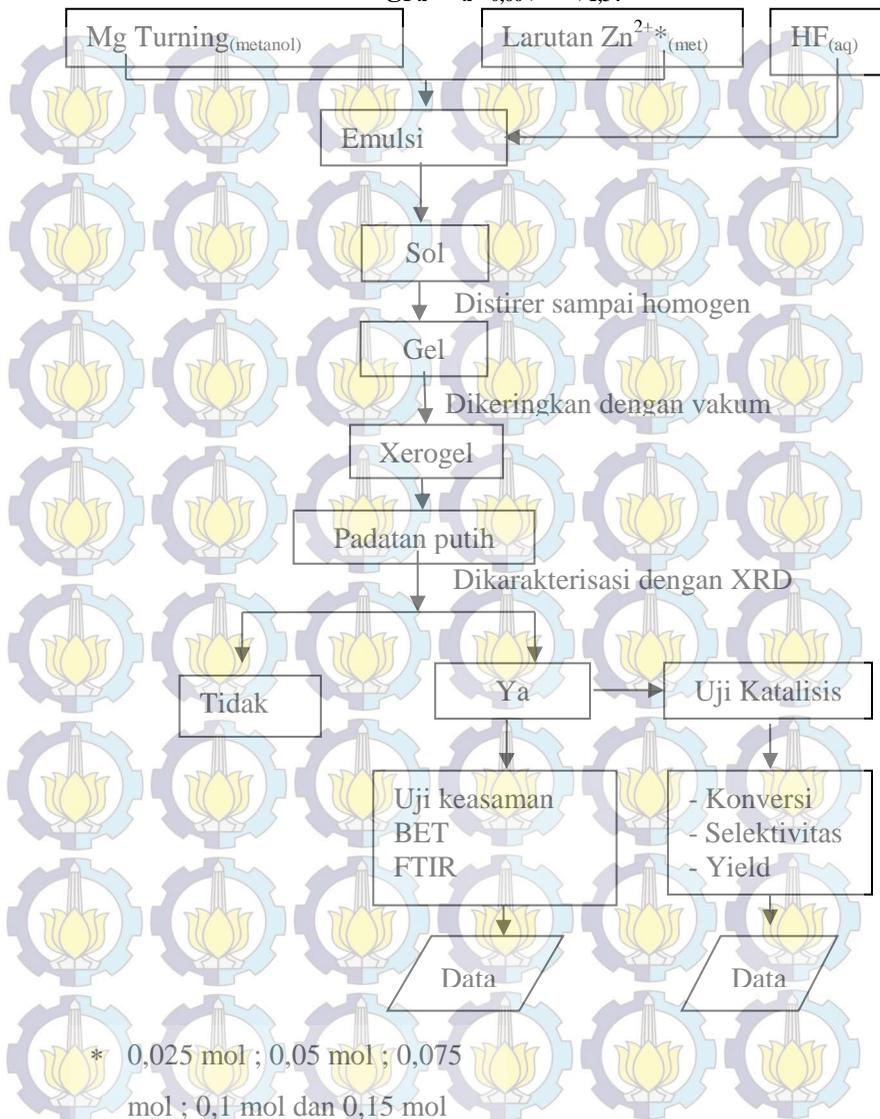
LAMPIRAN A

Skema Kerja

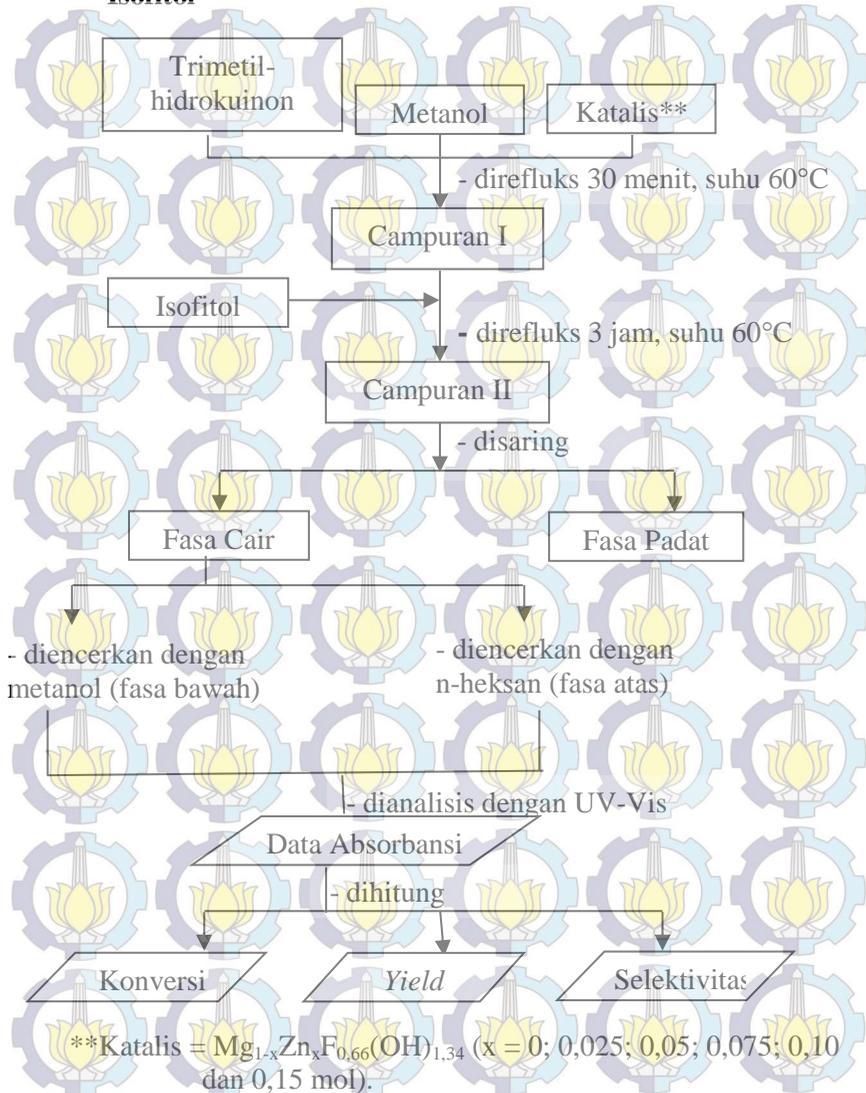
1. Sintesis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$



2. Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$



3. Uji Katalisis pada Reaksi antara Trimetilhidrokuinon dan Isofitol



LAMPIRAN B

Database JCPDS-Internasional Centre of Diffraction Data PCPDFWIN 2001

1. MgF₂

70-2289		Wavelength= 1.54060				C
MgF ₂		2 θ	Int	h	k	l
Magnesium Fluoride		27.229	999*	1	1	0
		35.254	173	1	0	1
		38.888	7	2	0	0
		40.430	767	1	1	1
		43.700	247	2	1	0
		53.489	641	2	1	1
		56.189	234	2	2	0
		60.798	144	0	0	2
		63.517	41	3	1	0
		64.811	18	2	2	1
		67.838	101	1	1	2
		68.078	311	3	0	1
		71.461	42	3	1	1
		73.757	9	3	2	0
		74.549	1	2	0	2
		77.818	40	2	1	2
		81.274	4	3	2	1
		83.483	28	4	0	0
		86.671	30	4	1	0
		87.434	80	2	2	2
		89.847	39	3	3	0
Peak height intensity, R-factor: 0.010. Single-crystal data used. PSC: LP6. Structural reference: Vidal-Valat, G et al., Acta Crystallogr., Sec. B, 35, 1584 (1979). Mwt: 62.30. Volume[CD]: 65.22.						

1999 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

2. MgO

87-0653		Wavelength= 1.54060				C
MgO		2 θ	Int	h	k	l
Magnesium Oxide		37.044	115	1	1	1
		43.038	989*	2	0	0
		62.457	443	2	2	0
		74.831	50	3	1	1
		78.889	110	2	2	2
Periclase						
Rad.: CuK α	λ : 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated			
Cut off: 17.7		Int.: Calculated	I/loop.: 3.03			
Ref: Calculated from RSD using POWD-121+, (1997)						
Ref: Schiebold, E., Z. Kristallogr., Kristallogem., Kristallphys., Kristalchem., 56, 430 (1927)						
Sys.: Cubic		S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)				
a:	4.2	b:		c:		A:
a:		b:		c:		Z:
Ref: Ibid.		mp:				
Dx:	3.613	Dm:	3.560	ICSD #: 064930		

Peak height intensity PSC: cF8. See PDF 78-0430. Mwt: 40.30. Volume[CD]: 74.06.

1999 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.02

3. ZnO

75-0576

Wavelength= 1.54060

C

ZnO	2 θ	Int	h	k	l
Zinc Oxide	31.840	561	1	0	0
	34.503	412	0	0	2
	36.337	999*	1	0	1
	47.653	215	1	0	2
	56.731	309	1	1	0
	63.016	272	1	0	3
	65.642	41	2	0	0
	68.120	227	1	1	2
	69.261	112	2	0	1
	72.759	18	0	0	4
	77.163	35	2	0	2
	81.610	18	1	0	4
	89.868	71	2	0	3

Rad.: CuK α λ : 1.54060 Filter: d-sp. Calculated
 Cut off: -17.7 Int.: Calculated I/100r.: 5.53
 Ref. Calculated from ICSD using POWD-12++ α (1997)
 Ref. Sabine, T.M., Hogg, S., Acta Crystallogr., Sec. B, 25, 2254 (1969)

Sys.: Hexagonal S.G.: P6 $_3$ mc (186)
 a: 3.2427 b: c: 5.1948 A: C: 1.6020
 α : β : γ : Z: 2 mp:
 Ref. Ibid.
 Dx: 5.713 Dm: ICSD #: 029272

Peak height intensity, R-factor: 0.047, S Zn type.
 Single-crystal data used, PSC: h 4 . Structural reference:
 Sabine, T.M., Hogg, S., Acta Crystallogr., Sec. B, 25, 2254
 (1969). Met. 81.35. Volume[CD]: 47.31.

© 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.2

LAMPIRAN C

Hasil Pengukuran Luas Permukaan Spesifik (S_{BET})

1. Kurva Isoterm $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

Quantachrome
INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

Analysis

Operator: Indra Nafiyanto
Sample ID: SAA.041.2016
Sample Desc: Mg_{0,67}(OH)_{1,34}
Sample weight: 0.1523 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 305.7 min
Cell ID: 96

Date: 2016/04/14

Filename: C:\Q\data\Physisorb\SAA041 2016.qps
Comment: terkalibrasi
Sample Volume: 0.06416 cc
Outgas Temp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/60 sec (ads/des)
End of run: 2016/04/14 19:44:56

Report

Operator: Indra Nafiyanto
Date: 4/15/2016
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.33820e-02	5.3111	8.4954e+00	2.01696e-01	7.3030	2.7681e+01
7.39200e-02	5.6876	1.1229e+01	2.26449e-01	7.6047	3.0800e+01
1.00246e-01	6.0769	1.4669e+01	2.55807e-01	7.9797	3.4466e+01
1.26083e-01	6.4092	1.8011e+01	2.77868e-01	8.2629	3.7260e+01
1.51438e-01	6.7096	2.1282e+01	2.99582e-01	8.5550	4.0002e+01
1.76588e-01	7.0101	2.4478e+01			

BET summary

Slope =	127.697
Intercept =	1.841e+00
Correlation coefficient, r =	0.999966
C constant =	70.368
Surface Area =	26.884 m ² /g

2. Kurva Isoterm $Mg_{0.975}Zn_{0.025}F_{0.66}(OH)_{1.34}$

Started: 3/28/2016 3:11:04PM
 Completed: 3/28/2016 6:20:42PM
 Report Time: 3/28/2016 6:20:42PM
 Sample Mass: 0.2100 g
 Cold Free Space: 84.6144 cm³
 Ambient Temperature: 22.00 °C
 Automatic Degas: Yes

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -195.793 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 27.3535 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 5 s
 Low Pressure Dose: None

BET Surface Area Report

BET Surface Area: 202.7577 ± 3.5972 m²/g
 Slope: 0.021392 ± 0.000375 g/cm³ STP
 Y-Intercept: 0.000078 ± 0.000068 g/cm³ STP
 C: 276.322331
 Qm: 46.5767 cm³/g STP
 Correlation Coefficient: 0.9995399
 Molecular Cross-Sectional Area: 0.1620 nm²

Relative Pressure (P/Po)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	1/[Q(Po/P - 1)]
0.064922007	45.9052	0.001512
0.108491930	50.8760	0.002392
0.165358314	55.6817	0.003558
0.217863888	59.3544	0.004693
0.270391524	62.5484	0.005925

Surface Area

Single point surface area at P/Po = 0.270391524: 198.6620 m²/g

BET Surface Area: 202.7577 m²/g

t-Plot Micropore Area: 35.0215 m²/g

t-Plot External Surface Area: 167.7362 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 126.915 m²/g

3. Kurva Isoterm $Mg_{0,95}Zn_{0,05}F_{0,66}(OH)_{1,34}$

Started: 3/29/2016 11:48:30AM
 Completed: 3/29/2016 3:24:59PM
 Report Time: 3/29/2016 3:24:59PM
 Sample Mass: 0.1800 g
 Cold Free Space: 84.2286 cm³
 Ambient Temperature: 22.00 °C
 Automatic Degas: Yes

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -195.783 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 27.3847 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 5 s
 Low Pressure Dose: None

BET Surface Area Report

BET Surface Area: 369.6032 ± 2.1492 m²/g
 Slope: 0.011587 ± 0.000067 g/cm³ STP
 Y-Intercept: 0.000191 ± 0.000012 g/cm³ STP
 C: 61.590339
 Qm: 84.9038 cm³/g STP
 Correlation Coefficient: 0.9999493
 Molecular Cross-Sectional Area: 0.1620 nm²

Relative Pressure (P/Po)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	1/[Q(Po/P - 1)]
0.061028440	72.2059	0.000900
0.120783325	86.0039	0.001597
0.163724195	94.0428	0.002082
0.215907689	102.7304	0.002680
0.269223172	110.9236	0.003321

Surface Area

Single point surface area at P/Po = 0.269223172: 352.8722 m²/g

BET Surface Area: 369.6032 m²/g

t-Plot External Surface Area: 393.2497 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 282.594 m²/g

4. Kurva Isoterm $\text{Mg}_{0.925}\text{Zn}_{0.075}\text{F}_{0.66}(\text{OH})_{1.34}$

Started: 3/29/2016 3:36:43PM
 Completed: 3/29/2016 6:44:54PM
 Report Time: 3/29/2016 6:44:54PM
 Sample Mass: 0.1800 g
 Cold Free Space: 83.0542 cm³
 Ambient Temperature: 22.00 °C
 Automatic Degas: Yes

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -195.789 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 27.3368 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 5 s
 Low Pressure Dose: None

BET Surface Area Report

BET Surface Area: 308.0795 ± 5.9303 m²/g
 Slope: 0.013587 ± 0.000268 g/cm³ STP
 Y-Intercept: 0.000543 ± 0.000048 g/cm³ STP
 C: 25.998567
 Qm: 70.7708 cm³/g STP
 Correlation Coefficient: 0.9994182
 Molecular Cross-Sectional Area: 0.1620 nm²

Relative Pressure (P/Po)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	1/[Q(Po/P - 1)]
0.062764351	49.5178	0.001352
0.121376669	62.0197	0.002227
0.162848256	69.7126	0.002790
0.214116618	78.7654	0.003459
0.265959699	87.8310	0.004125

Surface Area

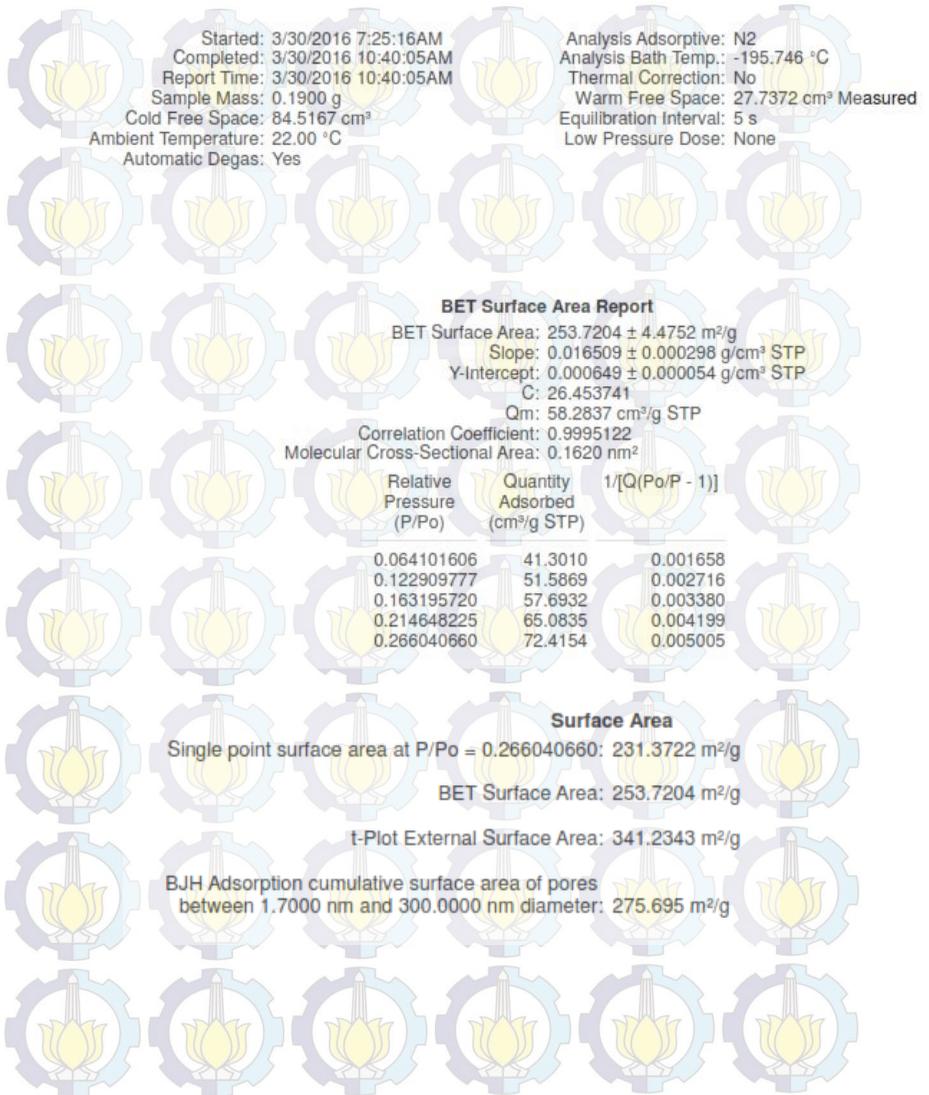
Single point surface area at P/Po = 0.265959699: 280.6572 m²/g

BET Surface Area: 308.0795 m²/g

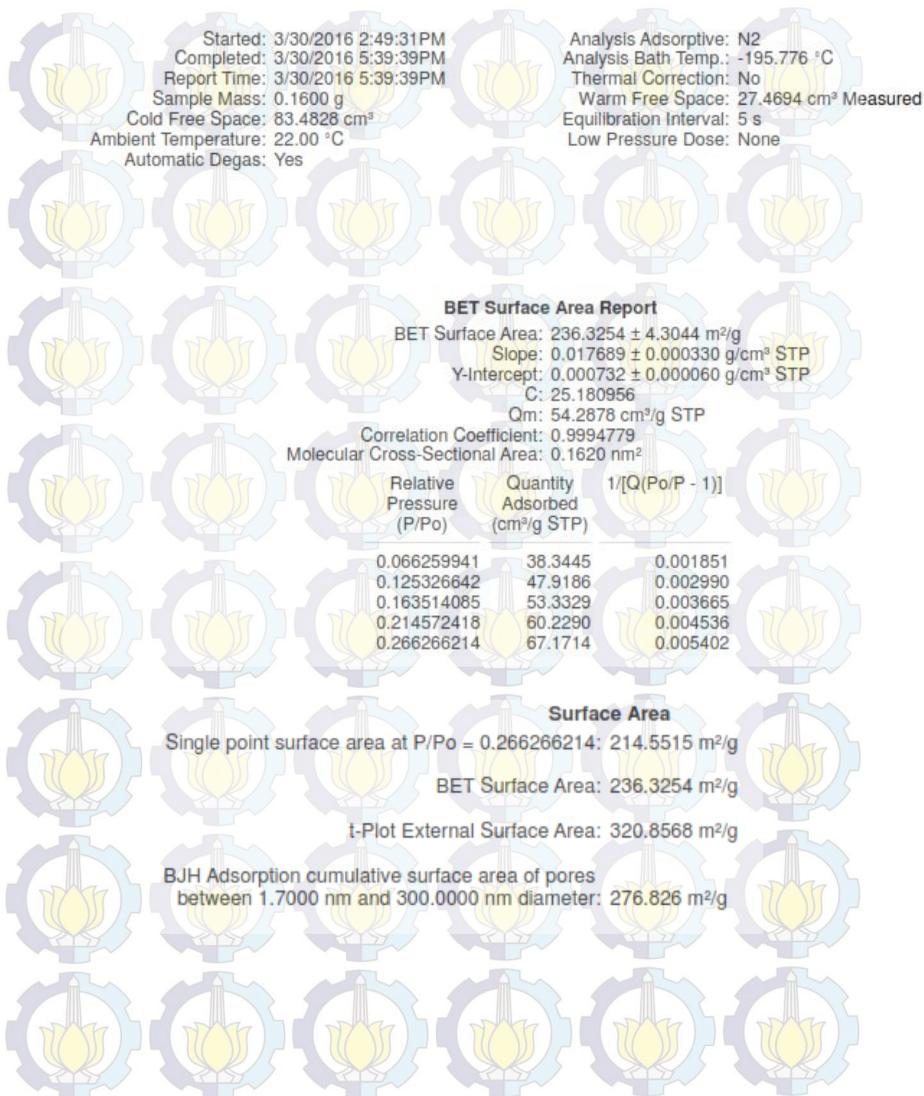
t-Plot External Surface Area: 418.3329 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 317.736 m²/g

5. Kurva Isoterm $Mg_{0,9}Zn_{0,1}F_{0,66}(OH)_{1,34}$

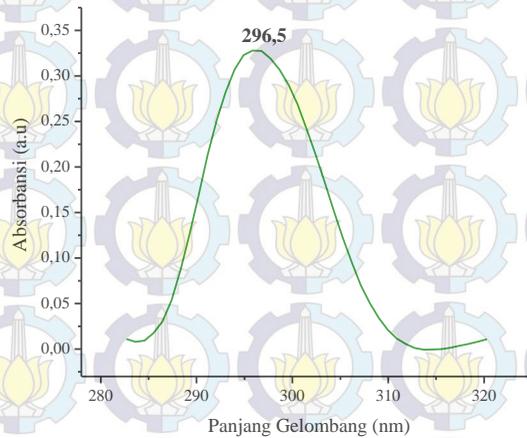


6. Kurva Isoterm $Mg_{0,85}Zn_{0,15}F_{0,66}(OH)_{1,34}$

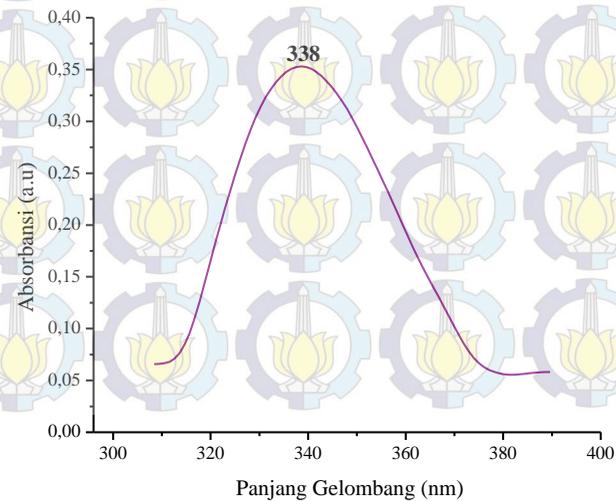


LAMPIRAN D : PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM

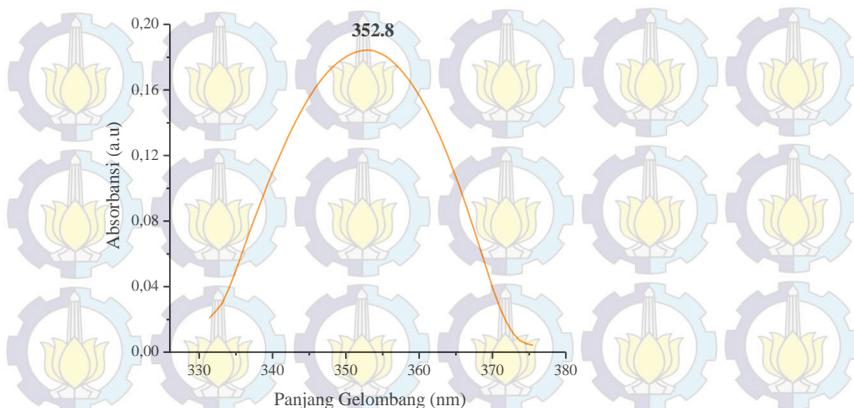
1. Panjang Gelombang Maksimum α -tokoferol dalam n-heksana



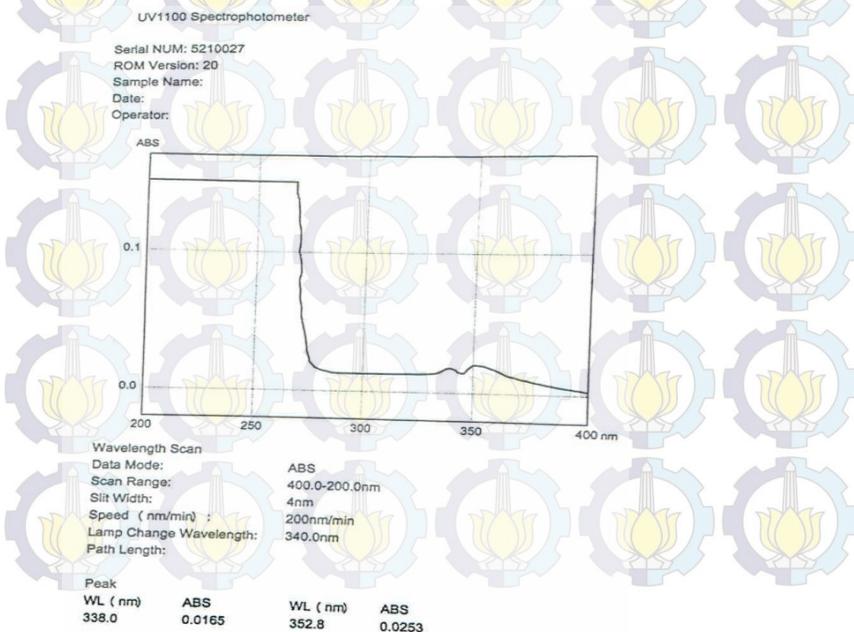
2. Panjang Gelombang Maksimum Benzofuran dalam Metanol



3. Panjang Gelombang Maksimum TMHQ dalam Metanol

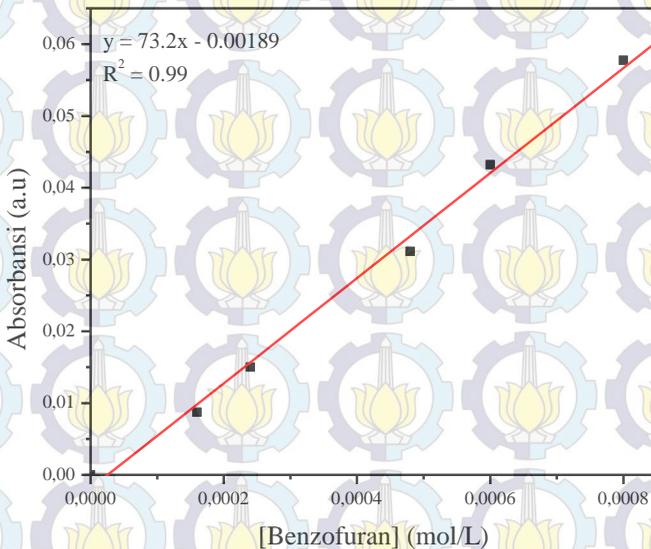


4. Kromatogram UV-Vis benzofuran hasil katalisis dalam metanol



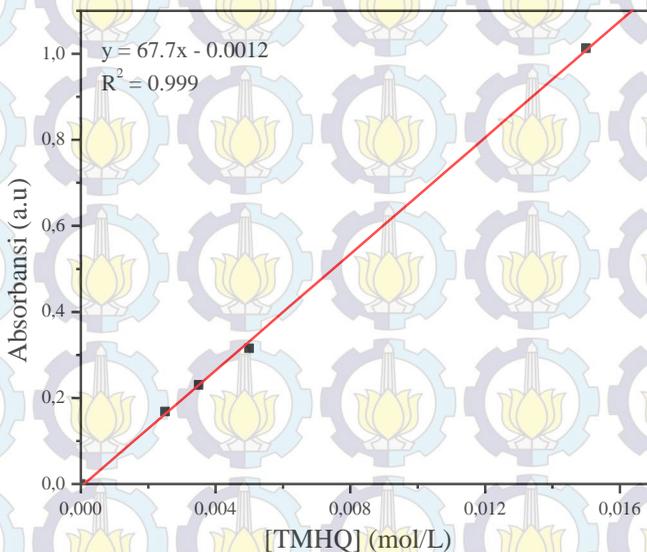
LAMPIRAN E : KURVA KALIBRASI**1. Kurva Kalibrasi Benzofuran dalam Metanol**

Konsentrasi Benzofuran (mol/L)	Absorbansi (a.u)
0	0
0,00016	0,00871
0,00024	0,015
0,00048	0,03114
0,0006	0,0432
0,0008	0,05776

**Gambar 3 Kurva Kalibrasi Benzofuran**

2. Kurva Kalibrasi TMHQ dalam Metanol

Konsentrasi TMHQ (mol/L)	Absorbansi (a.u)
0	0
0,0025	0,168
0,0035	0,23
0,005	0,315
0,015	1,013



Gambar 4 Kurva Kalibrasi TMHQ

LAMPIRAN F : PERHITUNGAN

Contoh perhitungan pada katalis $Mg_{0,975}Zn_{0,035}F_{0,66}(OH)_{1,34}$

1. Konversi atau Aktivitas

Pengukuran absorbansi TMHQ pada $\lambda = 352,8 \text{ nm}$ adalah 0,025

$$V = 10 \text{ mL} = 0,01 \text{ L}$$

TMHQ_{awal}

$$n \text{ TMHQ} = \frac{\text{massa}}{M_r} = \frac{0,152 \text{ g}}{152 \text{ mol/g}} = 0,1 \text{ mmol}$$

Persamaan regresi linear TMHQ yang diperoleh :

$$y = 67,7x - 0,0012$$

dimana :

$$y = A + Bx$$

$$x = \frac{y-A}{B} \quad \text{dengan, } x = \text{Konsentrasi (mol/L)}$$

$$y = \text{Absorbansi}$$

$$x = \frac{0,025 + 0,0012}{67,7} = 0,000387 \text{ mol/L}$$

$$\begin{aligned} \text{mol TMHQ sisa} &= 0,000387 \text{ mol/L} \times 0,01 \text{ L} \times 10 \\ &= 0,0000387 \text{ mol} \\ &= 0,0387 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Konversi atau Aktivitas} &= \frac{\text{TMHQ awal} - \text{TMHQ akhir}}{\text{TMHQ awal}} \times 100\% \\ &= \frac{0,1 - 0,0387}{0,1} \times 100\% = 61,3\% \end{aligned}$$

2. Yield dan Selektivitas

Pengukuran absorbansi benzofuran pada $\lambda = 338 \text{ nm}$ adalah 0,0142.

$$V = 10 \text{ mL} = 0,01 \text{ L}$$

Persamaan regresi linear benzofuran yang diperoleh :

$$y = 73,2x - 0,00189$$

dimana :

$$y = A + Bx$$

$$x = \frac{y-A}{B} \quad \text{dengan, } x = \text{Konsentrasi (mol/L)}$$

$$y = \text{Absorbansi}$$

$$x = \frac{0,0142 + 0,00189}{73,2} = 0,000219 \text{ mol/L}$$

$$\begin{aligned} \text{mol benzofuran} &= 0,000219 \text{ mol/L} \times 0,01 \text{ L} \times 10 \\ &= 0,0000219 \text{ mol} \\ &= 0,0219 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Yield} &= \frac{\text{Benzofuran}}{\text{TMHQ awal}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0219}{0,1} \times 100\% = 21,89\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Selektivitas} &= \frac{\text{Yield benzofuran}}{\text{Konversi}} \times 100\% \\ &= \frac{21,89}{61,48} \times 100\% = 35,61\% \end{aligned}$$

Perhitungan yang sama digunakan untuk menghitung konversi, *yield* dan selektivitas terhadap benzofuran dan produk lain-lain dengan katalis yang lain.

Tabel F.1 Persentase Konversi dan *Yield* Produk pada Reaksi antara Trimetilhidrokuinon dan Isofitol

Katalis	Konversi (%)	<i>Yield</i> (%)	
		Benzofuran	Lain-lain
MgF _{0,66} (OH) _{1,34}	62,582440	24,389828	38,192612
Mg _{0,975} Zn _{0,025} F _{0,66} (OH) _{1,34}	62,443283	21,666088	40,777195
Mg _{0,95} Zn _{0,05} F _{0,66} (OH) _{1,34}	55,802965	26,417057	29,385908
Mg _{0,925} Zn _{0,075} F _{0,66} (OH) _{1,34}	45,693346	32,132467	13,560878
Mg _{0,9} Zn _{0,1} F _{0,66} (OH) _{1,34}	81,079821	47,525754	33,554067
Mg _{0,85} Zn _{0,15} F _{0,66} (OH) _{1,34}	80,533304	46,876282	33,657022

Tabel F.2 Persentase Selektivitas Produk pada Reaksi antara Trimetilhidrokuinon dan Isofitol

Katalis	Selektivitas (%)	
	Benzofuran	Lain-Lain
$\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	38,972319	61,027681
$\text{Mg}_{0,975}\text{Zn}_{0,025}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	34,697227	65,302773
$\text{Mg}_{0,95}\text{Zn}_{0,05}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	47,339881	52,660119
$\text{Mg}_{0,925}\text{Zn}_{0,075}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	70,321984	29,678016
$\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	58,616007	41,383993
$\text{Mg}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$	58,207325	41,792675