



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : LPPM UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
Jl. Brigjen. H. Hasan Basry,
Kayutangi, 70124,
Banjarmasin

Untuk Invensi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN 1,4-PENTANADIOL DARI
FURFURAL, FURFURIL ALKOHOL, METIL-FURAN, DAN 5-
HIDROKSI-2-PENTANON

Inventor : Rodiansono, S.Si, M.Si, PhD
Maria Dewi Astuti, S.Si M.Si

Tanggal Penerimaan : 15 November 2018

Nomor Paten : IDP000074386

Tanggal Pemberian : 25 Januari 2021

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 22 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. Menteri Hukum Dan Hak Asasi Manusia
Direktur Jenderal Kekayaan Intelektual
u.b.

Direktur Paten, Desain Tata Letak
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang


Dra. Dede Mia Yusanti, MLS.
NIP. 196407051992032001

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000074386 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 25 Januari 2021

(51) Klasifikasi IPC⁸ : C 07C 31/20(2006.01)
// (C 07C 31:20)

(21) No. Permohonan Paten : PID201809348

(22) Tanggal Penerimaan: 15 November 2018

(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 24 Mei 2019

(56) Dokumen Perbandingan:
JP6399455B2
US20070100162
CA2549458

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
LPPM UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
Jl. Brigjen. H. Hasan Basry,
Kayutangi, 70124,
Banjarmasin

(72) Nama Inventor :
Rodiansono,S.Si,M.Si,PhD, ID
Maria Dewi Astuti,S.Si M.Si, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Yuristiana Y., S.T.

Jumlah Klaim : 4

(54) Judul Invensi : PROSES PEMBUATAN 1,4-PENTANADIOL DARI FURFURAL, FURFURIL ALKOHOL, METIL-FURAN, DAN 5-HIDROKSI-2-PENTANON

(57) Abstrak :

Invensi ini berkaitan dengan proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfural alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi hidrogenasi/hidrogenolisis menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy dibuat dengan metode sederhana. Katalis dua logam Ni-Sn alloy yang digunakan adalah Ni₃Sn₂, Ni₃Sn₂ terembankan, Ni₃Sn, dan Ni₃Sn terembankan. Persen konversi konversi furfural, furfural alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon mencapai 100% dan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol paling tinggi mencapai 99% yang dapat pada dicapai pada temperatur reaksi 120-180°C dalam pelarut etanol/H₂O, tekanan awal gas hidrogen 0,5-4,0 MPa (5-40 bar) dan waktu reaksi 2-24 jam.

Deskripsi

PROSES PEMBUATAN 1,4-PENTANADIOL DARI FURFURAL, FURFURIL ALKOHOL, METIL-FURAN, DAN 5-HIDROKSI-2-PENTANON

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berkaitan dengan proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam nikel-timah (Ni-Sn) alloy struktur ruah (*bulky*) dan terembankan (*supported*). Reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon dilakukan dalam reaktor statis (*batch*) dari *stainless steel* dengan tabung gelas di dalamnya dan dilengkapi pengukur tekanan gas, menggunakan pelarut air dan etanol dengan perbandingan tertentu, pada rentang suhu reaksi 100-180°C, tekanan awal gas H₂ 1,0-5,0 MPa (10-50 bar), dan waktu reaksi 1-24 jam.

20

Latar Belakang Invensi

Sudah diketahui bahwa senyawa terminal diol atom karbon 5 (C5) seperti 1,2-pentanadiol dan 1,5-pentanadiol dapat dibuat dari senyawa turunan biomassa seperti asam levulinat, furfural, metil-furan, furfuril alkohol, dan tetrahidrofurfuril alkohol [(a) L. E. Schniepp, H. H. Geller, *J. Am. Chem. Soc.*, 1945, **67**, 54, (b) H. Adkins, R. Connor, *J. Am. Chem. Soc.*, 1931, **53**, 1091. (c) L. E. Schniepp, H. H. Geller, *J. Am. Chem. Soc.*, 1946, **68**, 1646. (d) W. Xu, H. Wang, X. Liu, J. Ren, Y. Wang, G. Lu, *Chem. Commun.*, 2011, **47**, 3924. (e) R. Hill, H. Adkins, *J. Am. Chem. Soc.*, 1938, **60**, 1033. (f) K. Folkers, H. Adkins, *J. Am. Chem. Soc.*, 1932, **54**, 1138. (g) R. V. Christian Jr, H. D. Brown, R. H. M. Hixon, *J.*

Am. Chem. Soc., 1947, **69**, 1961].

Diantara laporan yang telah dipublikasikan (paten dan jurnal), hanya satu paten yang melaporkan pembuatan senyawa polihidroksi (1,2,5-pentanatriol atau 1,4,5-pentanatriol dan
5 1,4-pentanadiol dari furfural dan furfural alkohol menggunakan katalis Ni dalam pelarut alkohol atau air (G. J. Leuck, F. N. Peters, Jr., (Evanston, J. Pokorny (Chicago), USPO 2,097,493 (Nov.2, 1937)). Laporan lain adalah pembuatan 1,4-pentanadiol dari metil-furan (L. E. Schniepp, H. H. Geller,
10 R. W. Von Korff, *J. Am. Chem. Soc.*, 1947, **69**, 672).

Penemuan terbaru yang melaporkan pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural menggunakan katalis Ru terembankan pada karbon mesoporos (CMK-3) (Ru/CMK-3) dalam kondisi tekanan hidrogen (H₂) dan karbondioksida (CO₂) dalam pelarut air dengan
15 maksimal hasil 1,4-pentanadiol sebesar 90% (F. Liu, Q. Liu, J. Xu, L. Li, Y.-T. Cui, R. Lang, L. Li, Y. Su, S. Miao, H. Sun, B. Qiao, A. Wang, F. Jerome, T. Zhang, *Green Chem.*, 2018, 20,1770-1776.

Konversi katalitik furfural, furfural alkohol, dan
20 tetrahidrofurfural alkohol menjadi senyawa terminal-diol melalui reaksi hidrogenasi/hidrogenolisis menggunakan katalis heterogen logam tunggal atau dua logam transisi telah dilaporkan seperti CuCrO₄ [R. V. Christian Jr, H. D. Brown, R. H. M. Hixon, *J. Am. Chem. Soc.*, 1947, **69**, 1961], Pt/Co₂AlO₄
25 [W. Xu, H. Wang, X. Liu, J. Ren, Y. Wang, G. Lu, *Chem. Commun.*, 2011, **47**, 3924], Rh-ReO_x/Mo_x [S. Koso, I. Furikado, A. Shimao, T. Miyazawa, K. Kunimori, K. Tomishihe, *Chem. Commun.*, 2009,2035], Pt(1%mol)/HT (hidroksi apatit) [T. Mizugaki, T. Yamakawa, Y. Nagatsu, Z. Maeno, T. Mitsudome, K.
30 Jitsukawa, K. Kaneda, *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2014, 2, 2243-2247], Cu-Co-Al logam oksida tereduksi [T.P. Sulmonetti, B. Hu, S. Lee, P.K. Agrawal, C.W. Jones, *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2017, 5, 8959-8969], Rh-Ir alloy termodifikasi Re [S.

- Liu, Y. Amada, M. Tamura, Y. Nakagawa, K. Tomishige, *Catal. Sci. Technol.*, 2014, 4, 2535-2549], Cu-Mg₃AlO_{4.5} katalis dua-fungsional [H. Liu, Z. Huang, F. Zhao, F. Cui, X. Li, C. Xia, J. Chen, *Catal. Sci. Technol.*, 2016, 6, 668-671], CuO dua
- 5 logam [D. Götz, M. Lucas, P. Claus, *Catalysts* 2017, 7, 50], Rh-ReO_x/SiO₂ (Rh/Re = 0.5) [S. Koso, I. Furikado, A. Shimao, T. Miyazawa, K. Kunimori, K. Tomishige, *Chem. Commun.*, 2009, 2035-2037], Ir-MoO_x/SiO₂ [Z. Wang, B. Pholjaroen, M. Li, W. Dong, N. Li, A. Wang, X. Wang, Y. Cong, T. Zhang, *J. Energy*
- 10 *Chem.* 2014, 23, 427-434], Cu-Al₂O₃ [H. Liu, Z. Huang, H. Kang, C. Xia, J. Chen, *Chinese J. Catal.*, 2016, 37, 700-710], Ru/MnO_x [B. Zhang, Y. Zhu, G. Ding, H. Zheng, Y. Li, *Green Chem.*, 2012, 14, 3402 -3409], Pd(0.66wt%-Ir-ReO_x/SiO₂) [S. Liu, Y. Amada, M. Tamura, Y. Nakagawa, K. Tomishige, *Green*
- 15 *Chem.*, 2014, 16, 617-626], Ru terembankan [D. Götz, M. Lucas, P. Claus, *React. Chem. Eng.*, 2016, 1, 161-164], Ir/SiO₂ termodifikasi Vanadium [B. Pholjaroen, N. Li, Y. Huang, L. Li, A. Wang, T. Zhang, *Catalysis Today* 245 (2015) 93-99], Pt/CeO₂ [R. Ma, X.P. Wu, T. Tong, Z.J. Shao, Y. Wang, X. Liu,
- 20 Q. Xia, X.Q. Gong, *ACS Catal.* 2017, 7, 333-337], Ni-Y₂O₃ [H.W. Wijaya, T. Kojima, T. Hara, N. Ichikuni, S. Shimazu, *ChemCatChem* 2017, 9, 1-7], Ni-M (M= Y, La) [H.W. Wijaya, T. Kojima, T. Hara, N. Ichikuni, S. Shimazu, *Chem. Lett.* 2017, 46, 744-746], Ni-Y₂O₃ termodifikasi Ru [H.W. Wijaya, T. Hara,
- 25 N. Ichikuni, S. Shimazu, *Chem. Lett.* 2018, 47, 103-106].

Rute reaksi lain untuk mendapatkan 1,4-pentanadiol adalah melalui reaksi hidrogenasi asam levulinat (LA) atau gamma-valerolakton (GVL) menggunakan katalis heterogen logam transisi. Beberapa katalis yang telah dilaporkan seperti

30 Cu/ZrO₂-OG [X.L. Du, Q.Y. Bi, Y.M. Liu, Y. Cao, H.Y. He, K. N. Fan, *Green Chem.*, 2012, 14, 935- 939], Kombinasi katalis homogen/heterogen [H. Mehdi, V. Fabos, R. Tuba, A. Bodor, L. T. Mika, I. T. Horvath, *Top Catal* (2008) 48:49-54], katalis

skeletal CuAlZn [D. Ren, X. Wan, F. Jin, Z. Song, Y. Liu, Z. Huo, *Green Chem.*, 2016,18, 5999-6003], Cu-ZrO₂ [Y. Yang, X. Xu, W. Zou, H. Yue, G. Tian, S. Feng, *Catal. Commun.* 2016, 10, 50-53], Rh/SiO₂ termodifikasi Mo [M. Li, G. Li, N. Li, A. Wang, W. Dong, X. Wang, Yu. Cong, *Chem. Commun.*, 2014, 50, 1414-1416], Pt-Mo/Hidroksi apatit [T. Mizugaki, Y. Nagatsu, K. Togo, Z. Maeno, T. Mitsudome, K. Jitsukawa, K. Kaneda, *Green Chem.*, 2015,17, 5136-5139], Cu/MgO [X. Zhai, C. Li, X. Di, D. Yin, C. Liang, *J. Fuel Chem. Technol.*, 2017, 45, 537-546], Cu/ZnO [D. Sun, T. Saito, Y. Yamada, X. Chen, S. Sato, *App. Catal. A: General*, 2017, 542, 289-295].

Produksi senyawa terminal diol menjadi sangat penting sebagai bahan baku dalam pembuatan polimer mudah terdegradasi seperti alifatik poliester [V.V. Korshak, S.V. Vinogradova, *Russ. Chem. Bull.*, 1957,6,765-768]; [T. Yashiro, H. R. Kricheldorf, S. Huijser, *Macromol. Chem. Phys.* 2009, 210, 1607-1616]; [V. Buchholz, S. Agarwal, A. Greiner, *Macromol. Biosci.* 2016, 16, 207-213]; [M. L. Rodriguez, M. R. Toledo, J.A. L. Sanchez, *Ind. Eng. Chem. Res.* 2017, 56, 549-559]; [J. Lu, L. Wu, B.G. Li, *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2017, 5, 6159-6166]. Selain untuk bahan baku pembuatan polimer alifatik poliester, pentanadiol juga digunakan untuk bahan baku pembuatan benzena, toluena, etil-benzena, and xylene(BTEX) dan LPG-like [S. Kim, M. K. Mayeda, E. Sasmaz, J. Lauterbach, *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2015, 3, 381-385].

Tujuan invensi ini adalah menyediakan proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfural alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy yang lebih murah dibanding katalis dua logam transisi akhir lain seperti disebutkan sebelumnya. Reaksi dapat dilakukan pada temperatur relatif rendah (120-180°C), pelarut air atau campuran air/etanol dengan komposisi tertentu,

tekanan awal gas hidrogen sekitar 0,5-4,0 MPa (5-40 bar), dan waktu reaksi sekitar 2-24 jam dalam reaktor stainless-steel yang mudah dan sederhana.

5 Uraian Singkat Invensi

Sesuai invensi ini disediakan suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfural alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.

10 Sebagai contoh adalah proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural sesuai invensi ini memiliki tahapan sebagai berikut:

i) memasukkan katalis Ni-Sn alloy yang tereduksi, furfural, pelarut air/etanol, gas hidrogen (0,5-4,0 MPa (5-40 bar)) ke dalam reaktor *stainless steel* yang terdapat tabung gelas

15 dengan ukuran yang *fit* dengan diameter reaktor, ii) membilas tabung dengan gas hidrogen 30 kali dan menutupnya secara rapat dan memasukkan gas hidrogen pada suhu kamar sebanyak 0,5-4,0 MPa (5-40 bar). Reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi dilakukan dalam pemanas minyak silikon dengan pengatur suhu

20 secara digital pada 160°C, selama 12 jam. Setelah reaksi selesai, reaktor didinginkan dalam air dingin, dibuka dan campuran reaksi dipindahkan ke botol sampel untuk dianalisis dengan gas kromatografi. Untuk keperluan identifikasi produk 1,4-pentanadiol menggunakan ¹H- dan ¹³C-NMR, sampel dipisahkan

25 dengan metode ekstraksi kolom kromatografi pada silika-gel menggunakan pelarut heksana/dikloro-metana dengan perbandingan tertentu.

Uraian Singkat Gambar

30 Agar invensi dapat dijelaskan sepenuhnya, maka perwujudan invensi akan diuraikan secara terperinci dengan mengacu pada Gambar yang menyertai.

- Gambar 1** adalah diagram alir pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- 5 **Gambar 2** adalah kromatogram GC dari produk 1,4-pentanadiol dari furfural melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- Gambar 3** adalah kromatogram GC produk 1,4-pentanadiol dari furfuril alkohol melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- 10 **Gambar 4** adalah kromatogram GC produk 1,4-pentanadiol dari metil-furan melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- 15 **Gambar 5** adalah spektrum $^1\text{H-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari furfural melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- Gambar 6** adalah spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari furfural melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- 20 **Gambar 7** adalah spektrum $^1\text{H-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- Gambar 8** adalah spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.
- 25

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini berkaitan dengan suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dual logam Ni-Sn alloy yang secara umum ditampilkan pada **Gambar 1**. Tahap pertama adalah

30

Ua

memasukkan katalis Ni-Sn alloy yang tereduksi, furfural, dan pelarut air/etanol ke dalam reaktor *stainless steel* yang terdapat tabung gelas dengan ukuran yang fit dengan diameter reaktor, membilas tabung dengan gas hidrogen 30 kali (0,5 MPa (5 bar)) dan menutupnya secara rapat dan memasukkan gas hidrogen pada suhu kamar sebanyak 3,0 MPa (30 bar). Tahap kedua yaitu reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi dilakukan dalam pemanas minyak silikon dengan pengatur suhu secara digital pada 160°C, selama 12 jam.

10 Tahap ketiga yaitu setelah reaksi selesai, reaktor didinginkan dalam air dingin, dibuka dan campuran reaksi dipindahkan ke botol sampel untuk dianalisis dengan gas kromatografi. Untuk keperluan identifikasi produk 1,4-pentanadiol menggunakan ^1H - dan ^{13}C -NMR, sampel dipisahkan dengan metode ekstraksi kolom kromatografi pada silika-gel menggunakan pelarut heksana/dikloro-metana. **Gambar 2** merupakan contoh kromatogram produk 1,4-pentanadiol dari reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural. Perhitungan berdasarkan metode standar internal (decalin) diperoleh 20 persen konversi mencapai 100% dengan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol 87%.

Gambar 3 adalah kromatogram GC dari produk 1,4-pentanadiol dari furfural alkohol. Perhitungan berdasarkan metode standar internal (decalin) diperoleh persen konversi mencapai 100% dengan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol 71%.

Gambar 4 adalah kromatogram GC dari produk 1,4-pentanadiol dari metil-furan. Perhitungan berdasarkan metode standar internal (decalin) diperoleh persen konversi mencapai 100% dengan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol 64%.

30 **Gambar 5** adalah spektrum ^1H -NMR produk 1,4-pentanadiol dari furfural melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dual logam Ni-Sn alloy. **Gambar 6** adalah spektrum ^{13}C -NMR dari sampel 1,4-pentanadiol yang diperoleh

dari reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural sesuai dengan **Gambar 2** dan **Gambar 5**. Sampel hasil reaksi telah dimurnikan dengan cara ekstraksi dan pemisahan kolom kromatografi silika dengan pelarut eluen heksana/dikloro-
5 metana. **Gambar 7** adalah spektrum $^1\text{H-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy. Perhitungan berdasarkan metode standar internal (decalin) diperoleh persen konversi mencapai >99% dengan selektivitas
10 terhadap 1,4-pentanadiol 100%. **Gambar 8** adalah spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi hidrogenasi menggunakan katalis dual logam Ni-Sn alloy. Perhitungan berdasarkan metode standar internal (decalin) diperoleh persen konversi
15 mencapai 100% dengan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol 100%.

Katalis Ni-Sn alloy yang digunakan adalah struktur ruah Ni_3Sn_2 , Ni_3Sn_2 terembankan, struktur ruah Ni_3Sn , dan Ni_3Sn terembankan. Semua katalis memiliki aktivitas yang tinggi
20 dengan konversi 100% dan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol paling tinggi adalah 87% sebagaimana ditampilkan pada **Tabel 1**. Hasil kinerja katalis Ni_3Sn_2 untuk hidrogenasi furfural, furfural alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon dirangkum dalam **Tabel 2**. Efek temperatur pada reaksi
25 ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural menggunakan katalis Ni_3Sn_2 dirangkum dalam **Tabel 3**. Efek tekanan awal gas hidrogen pada hidrogenasi/hidrogenolisis furfural menggunakan katalis Ni_3Sn_2 dirangkum dalam **Tabel 4**. Efek pelarut sistem pada reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural menggunakan
30 katalis Ni_3Sn_2 dirangkum dalam **Tabel 5**.

Tabel 1. Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap 1,2-, 1,4-, 1,5-pentanadiol pada variasi katalis Ni-Sn alloy

Katalis	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
Ni ₃ Sn ₂	100	87	3
Ni ₃ Sn ₂ /γ-Al ₂ O ₃	100	83	0
Ni ₃ Sn ₂ /C	100	65	0
Ni ₃ Sn	100	10	9
Ni ₃ Sn/γ-Al ₂ O ₃	100	63	9
Ni ₃ Sn/C	100	54	7

5

Tabel 2. Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap pentanadiol (1,4; 1,2; dan 1,5) pada variasi subtrat/reaktan menggunakan katalis Ni₃Sn₂ alloy

Subtrat/ Reaktan	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
Furfural	100	87	0
Furfuril alkohol	100	71	2
Metil-furan	100	64	0
5-Hidroksi-2-pentanon	100	99	0

10

Tabel 3. Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap pentanadiol (1,4; 1,2; dan 1,5) pada variasi temperatur reaksi menggunakan katalis Ni₃Sn₂ alloy

Temperatur reaksi (°C)	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
120	100	0	0
130	100	4	3
140	100	81	7
150	100	74	0
160	100	87	3
170	100	75	0
180	100	66	4

5

Tabel 4. Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap pentanadiol (1,4; 1,2; dan 1,5) pada variasi tekanan awal gas hidrogen menggunakan katalis Ni₃Sn₂ alloy

Tekanan awal gas hidrogen (bar)	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
5	5	0	0
10	100	0	30
15	100	26	7
20	100	62	19
25	100	74	9
30	100	87	3
35	100	85	0
40	100	76	0

Tabel 5. Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap pentanadiol (1,4; 1,2; dan 1,5) pada variasi sistem pelarut reaksi menggunakan katalis Ni_3Sn_2 alloy

Pelarut	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
Etanol	100	0	3
H ₂ O	100	59	13
Etanol/H ₂ O (2.5/1)	100	42	37
Etanol/H ₂ O (1.5/2.0)	100	87	3
Etanol/H ₂ O (1.0/2.5)	100	57	7
1,4-dioksana	100	0	2
1,4-dioksana/H ₂ O	100	18	8

5 **Tabel 6.** Persen konversi furfural dan selektivitas terhadap pentanadiol (1,4; 1,2; dan 1,5) pada variasi waktu reaksi menggunakan katalis Ni_3Sn_2 alloy

Waktu (jam)	Konversi (%)	Selektivitas (%)	
		1,4-pentanadiol	1,2- & 1,5-pentanadiol
2	100	0	2
4	100	44	4
6	100	54	6
8	100	66	11
10	100	74	11
12	100	87	3
14	100	85	0
16	100	78	4
18	100	71	2
24	100	71	8

Klaim

1. Suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol dari furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon
5 melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy yang memiliki tahapan sebagai berikut:
 - a) memasukan katalis Ni-Sn alloy yang tereduksi, furfural, dan pelarut air/etanol ke dalam reaktor stainless steel
10 yang terdapat tabung gelas dengan ukuran yang fit dengan diameter reaktor, membilas tabung dengan gas hidrogen 30 kali (0,5 MPa (5 bar)) dan menutupnya secara rapat dan memasukkan gas hidrogen pada suhu kamar 3,0 MPa (30 bar).
 - 15 b) reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi dilakukan dalam pemanas minyak silikon dengan pengatur suhu secara digital pada 160°C, selama 12 jam. Setelah reaksi selesai, reaktor didinginkan dalam air dingin, dibuka dan campuran reaksi dipindahkan ke botol sampel untuk
20 dianalisis dengan gas kromatografi.
 - c) untuk keperluan identifikasi produk 1,4-pentanadiol menggunakan ¹H- dan ¹³C-NMR, sampel dipisahkan dengan metode ekstraksi kolom kromatografi pada silika-gel menggunakan pelarut heksana/dikloro-metana.
25
2. Suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol sebagaimana klaim 1, dimana terdiri dari Ni₃Sn₂, Ni₃Sn₂ terembankan, Ni₃Sn, dan Ni₃Sn terembankan.
- 30 3. Suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol sebagaimana klaim 1 dan 2, dimana dapat menghasilkan persen konversi furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon

mencapai 100% dan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol paling tinggi mencapai 99%.

- 4. Suatu proses pembuatan 1,4-pentanadiol sebagaimana pada klaim 1, 2, dan 3, dimana dilakukan pada temperatur reaksi 120-180°C, dalam pelarut etanol/H₂O (1.5/2.0 rasio v/v), tekanan awal gas hidrogen 0,5-4,0 MPa (5-40 bar) dan waktu reaksi 2-24 jam.

10

15

20

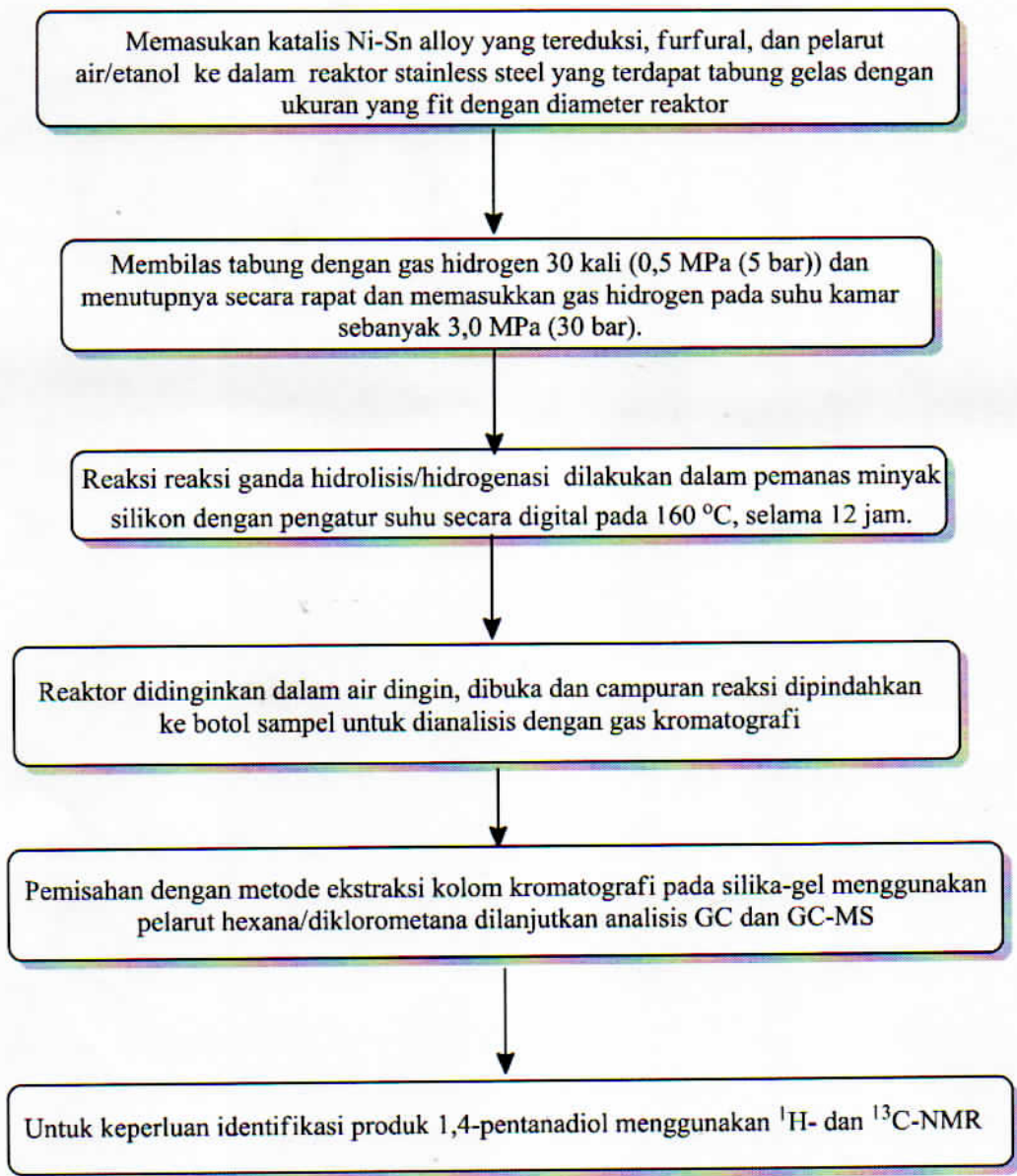
25

30

Ua

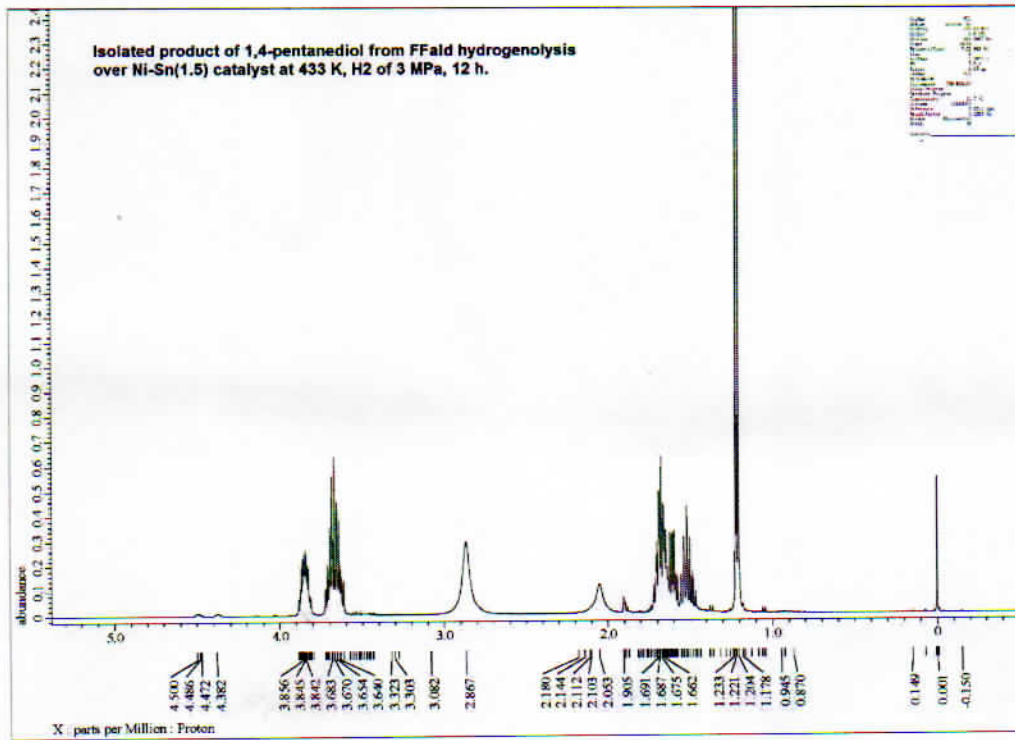
Abstrak**PROSES PEMBUATAN 1,4-PENTANADIOL DARI FURFURAL, FURFURIL
ALKOHOL, METIL-FURAN, DAN 5-HIDROKSI-2-PENTANON**

5 Invensi ini berkaitan dengan proses pembuatan 1,4-
pentanadiol dari furfural, furfuril alkohol, metil-furan, dan
5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi ganda
hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn
10 alloy dibuat dengan metode sederhana. Katalis dua logam Ni-Sn
alloy yang digunakan adalah Ni_3Sn_2 , Ni_3Sn_2 terembankan, Ni_3Sn ,
dan Ni_3Sn terembankan. Persen konversi konversi furfural,
furfuril alkohol, metil-furan, dan 5-hidroksi-2-pentanon
mencapai 100% dan selektivitas terhadap 1,4-pentanadiol
15 paling tinggi mencapai 99% yang dapat pada dicapai pada
temperatur reaksi 120-180°C dalam pelarut etanol/H₂O, tekanan
awal gas hidrogen 0,5-4,0 MPa (5-40 bar) dan waktu reaksi 2-
24 jam.



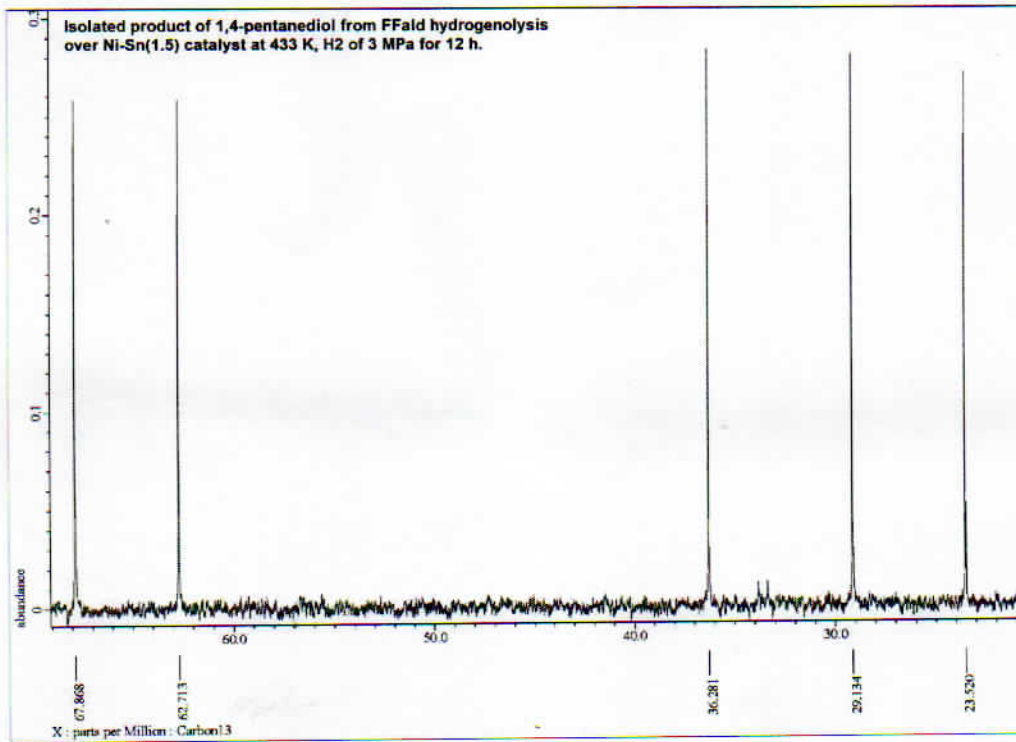
Gambar 1

Handwritten signature



Gambar 2

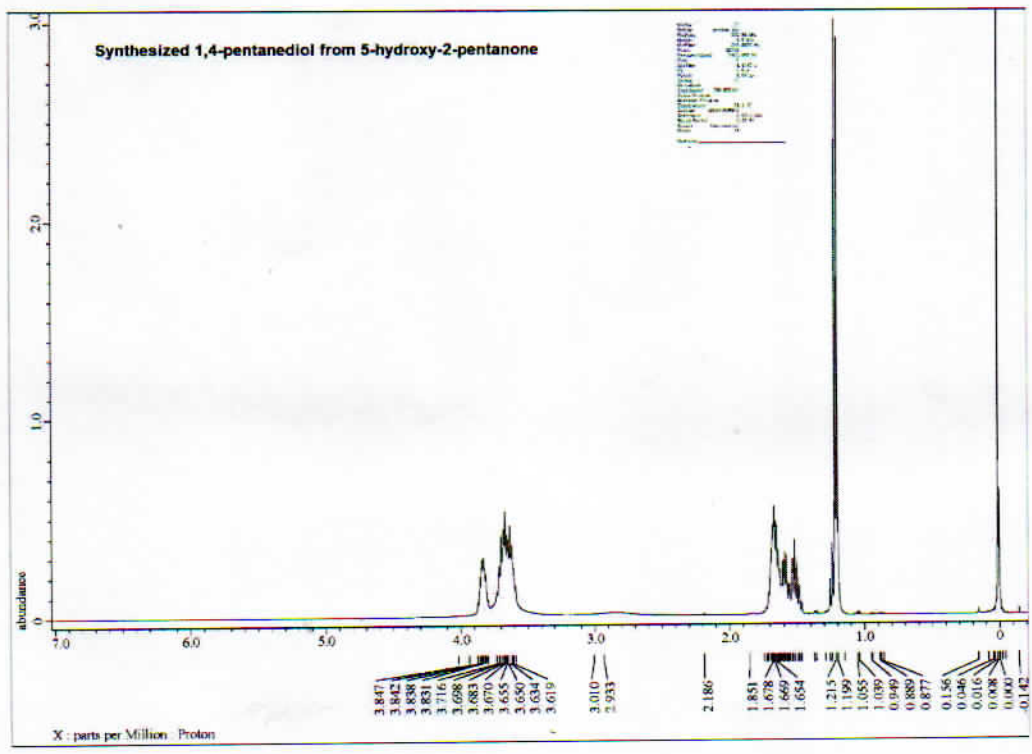
Spektrum ¹H-NMR produk 1,4-pentanadiol dari furfural melalui reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi menggunakan katalis dual logam Ni-Sn alloy.



Gambar 3

Spektrum ¹³C-NMR dari sampel 1,4-pentanadiol yang diperoleh dari reaksi ganda hidrolisis/hidrogenasi furfural.

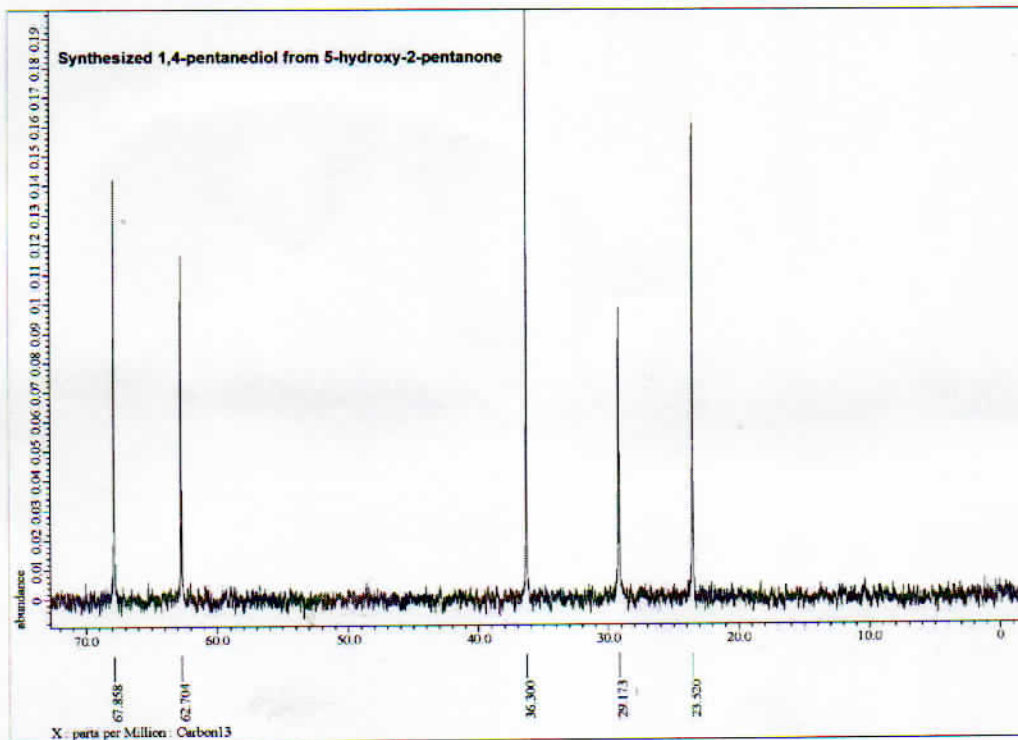
U.S.



Gambar 4

Spektrum $^1\text{H-NMR}$ produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi hidrogenasi menggunakan katalis dua logam Ni-Sn alloy.

Handwritten signature



Gambar 5

Spektrum ^{13}C -NMR produk 1,4-pentanadiol produk 1,4-pentanadiol dari 5-hidroksi-2-pentanon melalui reaksi hidrogenasi menggunakan katalis dual logam Ni-Sn alloy.

Handwritten signature