

**PEMBUATAN KATALIS SILIKA SULFAT DARI ABU SEKAM  
PADI DAN UJI KATALITIKNYA TERHADAP REAKSI  
ESTERIFIKASI GLISEROL MENGGUNAKAN ANHIDRIDARA  
ASAM ASETAT UNTUK MENSINTESIS *TRIACETIN***

**Skripsi  
Untuk memenuhi sebagian persyaratan  
mencapai derajat Sarjana S-1**



**Oleh:  
Moh. Noor Salman  
10630038**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA  
YOGYAKARTA  
2015**



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Surat Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp :-

Kepada  
Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta  
di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Moh. Noor Salman

NIM : 10630035

Judul Skripsi : Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Program Studi Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 7 Januari 2015

Pembimbing

Khamidinal, M.Si  
NIP. 19691104 200003 1 002



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Surat Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir  
Lamp :-

Kepada  
Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta  
di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Moh. Noor Salman  
NIM : 10630035  
Judul Skripsi : Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Program Studi Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapan terima kasih.

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 7 Januari 2015

Pembimbing

Didik Krisdiyanto, S.Si., M.Sc  
NIP. 19811111 2011 01 1 007



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Nota Dinas Konsultan Skripsi

Lamp :-

Kepada  
Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta  
di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Moh Noor Salman

NIM : 10630038

Judul Skripsi : Pembuatan Katalis Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji  
Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan  
Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang kimia.

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 2 Februari 2015

Konsultan

Didik Krisdiyanto, M.Sc



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Nota Dinas Konsultan Skripsi

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta  
di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Moh Noor Salman  
NIM : 10630038  
Judul Skripsi : Pembuatan Katalis Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang kimia.

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 2 Februari 2015

Konsultan

Pedy Artsanti, M.Sc

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Moh. Noor Salman  
NIM : 10630038  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Skripsi : Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*.

Menyatakan dengan sesungguhnya, bahwa skripsi saya ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri, dan sepanjang pengetahuan saya tidak berisi materi yang telah dipublikasikan atau telah ditulis oleh orang lain atau telah digunakan sebagai persyaratan penyelesaian studi perguruan lain, kecuali pada bagian tertentu yang saya ambil sebagai acuan. Apabila terbukti ini tidak benar, sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya.

Yogyakarta, 7 januari 2015

Yang Menyatakan



Moh. Noor Salman  
NIM: 10630038

**PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/383/2015

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis *Triacetin*

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :

Nama : Moh Noor Salman

NIM : 10630038

Telah dimunaqasyahkan pada : 22 Januari 2015

Nilai Munaqasyah : A

Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

**TIM MUNAQASYAH :**

Ketua Sidang

Khamidinal, M.Si  
NIP.19691104 200003 1 002

Pengaji I

  
Didik Krisdiyanto, M.Sc  
NIP.19811111 201101 1 007

Pengaji II

  
Pedy Artsanti, M.Sc

Yogyakarta, 2 Februari 2015

UIN Sunan Kalijaga  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Plt. Dekan



## **HALAMAN MOTTO**

*Sesuatu yang belum dikerjakan, seringkali tampak mustahil,  
kita baru yakin kalau kita telah berhasil melakukannya dengan baik.*

*(Evelyn Underhill)*

*Barang siapa yang keluar dalam menuntut ilmu maka ia adalah seperti  
berperang di jalan Allah hingga pulang.*

*(H.R.Tirmidzi)*

Yang berat bukan mengerjakan skripsi, tapi memulai skripsi.  
Mulailah, maka baru kau tau seberapa perubahan telah terjadi pada  
skripsimu.

*(Salman)*

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Dengan penuh rasa syukur dan bangga, karya kecil ini  
kupersembahkan teruntuk orang-orang spesial dalam hidupku:  
Ibu, Bapak, Adik, Saudara, Sahabat, Calon pendamping yang  
tak pernah lelah mendukung studiku.  
Dan untuk semua yang tak pernah lelah mencari ilmu.

Serta untuk almamater tercinta  
Program Studi Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi *Rabbul 'alamin* yang telah memberi kesempatan dan kekuatan sehingga skripsi yang berjudul “**Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi Gliserol Menggunakan Anhidrida Asam Asetat untuk Mensintesis Triacetin**” ini dapat diselesaikan sebagai salah satu persyaratan mencapai derajat Sarjana Kimia.

Penyusun mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan do'a, dorongan, semangat, dan ide-ide kreatif sehingga tahap demi tahap penyusunan skripsi ini telah selesai. Ucapan terima kasih tersebut secara khusus disampaikan kepada:

1. Prof. Drs. Akh. Minhaji, MA., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Maya Rahmayanti, S. Si. M.Si. selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
3. Khamidinal, M.Si sebagai pembimbing skripsi I dan Didik Krisdiyanto,S.Si.. M.Sc sebagai pembimbing skripsi II yang secaraikhlas dan sabar telah meluangkan waktunya untuk membimbing, mengarahkan, dan memotivasi penyusun dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.
4. Esti Wahyu Widowati, M.Si., M. Biotech. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
5. Bapak Wijayanto, S.Si., Indra Nafiyanto, S.Si., dan Isni Gustanti, S.Si., selaku laboran Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga

Yogyakarta, yang selalu membantu dan mengarahkan selama melakukan penelitian.

6. Seluruh dosen yang telah memberikan ilmunya kepada penyusun dengan sabar dan ikhlas.
7. Seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu sehingga penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
8. Orang tuaku tercinta Bapak Agus Rif'an dan Ibu Hanik Salamah. Terima kasih yang setulus-tulusnya atas kasih sayang, cinta, doa, bimbingan, semangat dan pengorbanan yang telah engkau berikan untuk dapat tersusunnya skripsi ini. Adik-adikku tersayang Nur Laila Syarifah dan Fitria Naila Ulfa, yang selalu memberikan semangat dan keceriaan. Kalian adalah penyemangat dalam hidupku. Serta seluruh keluarga besar yang telah senantiasa mendukung dan mendoakan akan kelancaran studiku.
9. Mutabi'atul Huda Az Zahro Mahdiyah, orang yang dari awal setia dan tidak bosan-bosan memberikan semangat, doa, nasehat serta menemani disaat-saat dalam keadaan suka maupun duka.
10. Teman-teman di kelas kimia angkatan 2010 serta teman-teman laboratorium penelitian kimia UIN Sunan Kalijaga atas saran dan bantuannya.
11. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu atas bantuannya dalam penyelesaian skripsi ini.

Demi kesempurnaan skripsi ini, kritik dan saran sangat penulis harapkan.  
Penulis berharap skripsi ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan  
secara umum dan kimia secara khusus.

Yogyakarta, 7 Januari 2015

Moh. Noor Salman  
10630038

## DAFTAR ISI

<b>SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR.....</b>	ii
<b>SURAT PERNYATAAN KEASLIAN .....</b>	vi
<b>PENGESAHAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR .....</b>	vii
<b>HALAMAN MOTTO .....</b>	viii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	ix
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	x
<b>DAFTAR ISI.....</b>	xiii
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	xvii
<b>DAFTARLAMPIRAN.....</b>	xviii
<b>ABSTRAK .....</b>	xix
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Batasan Masalah .....	4
C. Rumusan Masalah.....	5
D. Tujuan Penelitian .....	6
E. Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI .....</b>	8
A. Tinjauan Pustaka.....	8
B. Landasan teori .....	12
C. Hipotesis.....	34
D. Rancangan Penelitian.....	35

<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	37
A.    Waktu dan Tempat Penelitian .....	37
B.    Alat-alat Penelitian.....	37
C.    Bahan-bahan Penelitian.....	37
D.    Cara Kerja Penelitian .....	38
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	42
A.    Karakterisasi Katalis Silika Gel dan Silika Sulfat Hasil Sintesis....	42
B.    Analisis Hasil Esterifikasi Gliserol dengan Anhidrida Asam Asetat Menggunakan Katalis Silika Sulfat .....	50
C.    Efektivitas Katalis Silika Sulfat .....	56
D.    Pengaruh Penambahan Kembali Anhidrida Asam Asetat.....	58
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	60
A.    Kesimpulan .....	60
B.    Saran.....	61
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	62
<b>LAMPIRAN.....</b>	65

## **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1 Reaksi sintesis TAG menggunakan tahap esterifikasi dan asetilasi .....	9
Gambar 2.2 Struktur kimia Silika gel .....	17
Gambar 2.3 Reaksi pembentukan biodiesel dan gliserol (Valter dkk, 2008)..	24
Gambar 2.4 Reaksi sintesis triasetin dari gliserol dengan asam asetat .....	27
Gambar 2.5 Reaksi sintesis triasetin dari gliserol dengan anhidrida asam asetat .....	27
Gambar 2.6 Gambar Skematik Berkas Sinar-X yang Memantul dari Bidang Kristal .....	30
Gambar 4.7 Hasil spektra FT-IR dari (a) silika sekam padi , (b) silika gel, (c) silika sulfat, (d) silika sulfat-amonia.....	42
Gambar 4.8 Mekanisme reaksi pembentukan Natrium silikat .....	44
Gambar 4.9 Mekanisme reaksi pembentukan gugus siloksan .....	45
Gambar 4.10 Mekanisme reaksi pembentukan silika sulfat.....	45
Gambar 4.11 Difraktogram dari silika gel (A), dan silika sulfat (B). ....	47
Gambar 4.12 Hasil spektra FT-IR <i>triacetin</i> .....	50
Gambar 4.13 Reaksi esterifikasi gliserol dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis asam .....	51
Gambar 4.14 Mekanisme reaksi esterifikasi pembentukan monoasetat/ <i>monoacetin</i> .....	51
Gambar 4.15 Kromatogram produk reaksi esterifikasi .....	53

Gambar 4.16 Spektra MS dari <i>triacetin</i> .....	54
Gambar 4.17 Rumus struktur kimia <i>triacetin</i> .....	55
Gambar 4.18 Fregmentasi <i>Triacetin</i> .....	55
Gambar 4.19 Diagram efektivitas katalis terhadap konversi gliserol .....	56
Gambar 4.20 Diagam selektivitas <i>triacetin</i> teradap variasisis .....	58
Gambar 4.21 Grafik kenaikan selektivitas akibat penambahan kembali anhidrida asam asetat.....	59

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Beberapa penelitian tentang <i>triacetin</i> .....	8
Tabel 2.2 Komposisi Abu Sekam Padi (Folleto dkk, 2006) .....	12
Tabel 2.3 Pengaruh temperatur terhadap warna abu sekam padi.....	15
Tabel 2.4 Pengaruh perlakuan dengan asam terhadap warna abu sekam padi	16
Tabel 2.5 Sifat permukaan material silika sulfat.....	20
Tabel 4.6 Hasil interpretasi spektra inframerah silika gel (spektra B).....	43
Tabel 4.7 Keasaman Katalis.....	49
Tabel 4.8 hasil interpretasi data spektra inframerah dari aster <i>Triacetin</i> .....	52
Tabel 4. 9 Hasil analisa kromatogram GC reaksi esterifikasi .....	54

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1 Perhitungan Keasaman Katalis .....	65
Lampiran 2 Perhitungan Nilai Konvesi Gliserol.....	66
Lampiran 3 Perhitungan Nilai Selektivitas <i>Triacetin</i> .....	69
Lampiran 4 Spektra FT-IR Katalis.....	71
Lampiran 5 Spektra FT-IR Produk Reaksi Esterifikasi .....	72
Lampiran 6 Kromatogram Produk Reaksi Esteifikasi menggunakan katalis SS-20 .....	73
Lampiran 7 <i>JCPDS SiO<sub>2</sub></i> .....	77
Lampiran 8 <i>JCPDS NaCl</i> .....	78
Lampiran 9 Hasil XRD Katalis SS-0 .....	79
Lampiran 10 Hasil XRD Katalis SS-20 .....	80
Lampiran 11 Dokumentasi Penelitian.....	81

**PEMBUATAN KATALIS SILIKA SULFAT DARI ABU SEKAM PADI DAN  
UJI KATALITIKNYA TERHADAP REAKSI ESTERIFIKASI GLISEROL  
MENGGUNAKAN ANHIDRIDIDA ASAM ASETAT UNTUK MENSINTESIS  
*TRIACETIN***

**Moh. Noor Salman**

**10630038**

**ABSTRAK**

Telah disintesis katalis silika sulfat dari abu sekam padi sebagai katalis untuk reaksi esterifikasi gliserol dengan anhidrida asam asetat. Reaksi tersebut dilakukan untuk mengkonversi Gliserol menjadi *triacetin*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh keasaman katalis, waktu pereaksian dan penambahan kembali anhidrida asam asetat setelah reaksi esterifikasi, terhadap konversi gliserol dan nilai selektivitas *triacetin*.

Percobaan ini dilakukan dengan perbandingan gliserol: anhidrida asam asetat sebesar 1: 4,75 menggunakan katalis silika sulfat dari sekam padi dengan berat katalis 5% dari berat gliserol, waktu pereaksian selama 4 jam dan pada suhu reaksi 115° C. Hasil analisa kualitatif menggunakan FT-IR dan XRD terhadap katalis menunjukkan bahwa katalis yang disintesis berupa silika sulfat yang berbentuk amorf. Sedangkan hasil analisa kualitatif terhadap produk esterifikasi menggunakan FT-IR dan GC-MS menunjukkan adanya produk *triacetin*. Penggunaan silika sulfat sebagai katalis dapat mengkonversi gliserol sebesar 77 %, sedangkan untuk katalis SS-20 dapat memberikan nilai selektifitas *triacetin* sebesar 98%. Pengaruh keasaman katalis tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap nilai konversi. Namun semakin lama waktu pereaksian, maka akan meningkatkan nilai konversi dan selektivitas. Dan penambahan kembali anhidrida asam asetat terbukti dapat meningkatkan nilai selektivitas hingga 100%.

Kata kunci: Gliserol, *triacetin*, anhidrida asam asetat, esterifikasi, konversi gliserol dan selektivitas *triacetin*.

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang diproduksi melalui proses transesterifikasi dan menghasilkan produk samping gliserol (Valter dkk, 2008). Berdasarkan Peraturan Presiden No. 5/ 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional menyebutkan bahwa kuota bahan bakar nabati (BBN) jenis biodiesel pada tahun 2011-2015 sebesar 3 persen dari konsumsi energi nasional atau setara dengan 1,5 juta kilo liter. Padahal kapasitas produksi biodiesel dalam negeri baru mencapai 680 ribu kilo liter. Jadi, target produksi biodiesel di Indonesia masih kurang 820 ribu kilo liter. (Budiman, 2012). Dengan melihat semakin banyaknya biodiesel yang akan diproduksi, maka akan menyebabkan semakin banyak pula terbentuk produk samping berupa gliserol.

Sebagai produk samping industri biodiesel, gliserol belum banyak diolah sehingga nilai jualnya masih rendah. Oleh karena itu perlu pengolahan terhadap gliserol agar dapat menjadi produk yang lebih bernilai jual tinggi dan lebih banyak manfaatnya. Diantaranya adalah dengan membuat turunan gliserol melalui proses esterifikasi. Salah satu produk esterifikasi gliserol adalah *Triacetyl Glycerol* (TAG) atau *triacetin* (Ari dkk, 2012). Kegunaan *triacetin* sangat banyak diantaranya sebagai zat tambahan makanan seperti penambah aroma, *plastisizer*, pelarut, bahan aditif bahan bakar untuk mengurangi *knocking* pada mesin (menaikkan nilai oktan), serta dapat digunakan juga sebagai zat aditif untuk biodiesel (Widayat dkk, 2013).

*Tri acetil Glicerol* (TAG) atau *triacetin* dibuat dari proses esterifikasi antara gliserol dan asam asetat dengan bantuan katalis. Selain produk triasetat,, produk lain yang terbentuk pada proses esterifikasi gliserol dengan asam asetat adalah *Mono Acetyl Gliserol(MAG)/ monoacetin* dan *DiAcetyl Gliserol (DAG)/ diacetin*. Namun, dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Xiaoyuan dkk (2009) memungkinkan kita untuk dapat meningkatkan selektifitas terhadap triasetat meningkat hingga 100%. Hal itu dilakukan dengan cara menggunakan dua tahap reaksi yaitu reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat, dan tahap selanjutnya adalah reaksi asetilasi menggunakan anhidrida asam asetat.

Leonardo dkk (2010) telah melakukan penelitian untuk membandingkan reaksi esterifikasi gliserol antara menggunakan asam asetat dan anhidrida asam asetat. Dalam penelitiannya dijelaskan untuk kondisi yang sama (katalis *nobium phosphate*, rasio 4:1), esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat memberikan selektivitas yang tinggi terhadap *Tiacetin* (100 % pada 80 menit) dibandingkan dengan asam asetat (7% pada 120 menit). Selain itu, pada penelitian Leonardo ini juga memberikan informasi mengenai pengaruh penggunaan beberapa katalis yang digunakan dalam reaksi esterifikasi menggunakan anhidrida asam asetat maupun asam asetat. Dan penggunaan katalis silika sulfat belum pernah digunakan sebelumnya dalam reaksi esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat.

Peneliti-peneliti terkait sebelumnya mengenai reaksi esterifikasi dengan asam asetat secara umum menggunakan katalis heterogen (Xiaoyuan dkk, 2009; Leonardo dkk, 2010; Ferreira dkk, 2011; Maria dkk, 2013). Oleh karena itu

penelitian selanjutnya mencoba menggunakan katalis homogen seperti yang dilakukan oleh widayat dkk (2013), dia menggunakan katalis asam sulfat karena unggul dalam sifat higroskopiknya yang dapat menyerap air, sehingga reaksi esterifikasi berjalan kearah produk. Dan dari hasil penelitian ini dengan menggunakan pereaksi gliserol dan asam asetat 1:7 suhu 120° C, waktu 50 menit didapatkan nilai konversi sebesar 67,6% dan selektivitas sebesar 25%. Namun, penggunaan katalis homogen mempunyai kelemahan yaitu katalis sulit untuk dipisahkan dengan produk setelah reaksi.

Solusi yang dapat dilakukan diantaranya dengan menggunakan bantuan material penyangga untuk tempat substitusi dopan/inti aktif (dalam hal ini dopan berupa asam sulfat). Pada Penelitian ini material penyangga yang dipilih adalah silika yang diisolasi dari sekam padi, karena pada abu sekam padi mempunyai kandungan silika yang cukup melimpah yaitu 94,4 % (Folleto dkk, 2006). Sehingga katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah katalis silika yang dimodifikasi dengan asam sulfat (katalis silika sulfat).

## B. Batasan Masalah

Beberapa batasan perlu diberikan agar permasalahan yang akan dibahas menjadi terarah, batasan tersebut adalah sebagai berikut:

1. Sumber silika yang digunakan untuk membuat katalis silika sulfat berasal dari sekam padi untuk pembakaran batu bata di daerah Jambidan, Bantul, Yogyakarta.
2. Metode yang digunakan untuk isolasi silika adalah metode termal dengan ditambah perlakuan awal perendaman kedalam larutan asam.
3. Uji aktivitas katalis silika sulfat dilakukan dengan cara uji terhadap konversi gliserol dan selektivitas terhadap *triacetin* dari reaksi esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat.
4. Karakterisasi gugus fungsional katalis silika sulfat menggunakan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR), kristalinitas silika gel menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) dan keasaman menggunakan metode gravimetri.
5. Sintesis *Triacetin* pada penelitian ini dilakukan dengan dua tahap yaitu tahap esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat dan tahap penambahan kembali anhidrida asam asetat setelah poses esterifikasi.
6. Penelitian ini mengkaji tentang pengaruh jumlah asam sulfat dalam katalis silika sulfat dan waktu pereaksian terhadap konversi gliserol, serta mengkaji pengaruh penambahan kembali asam asetat anhidrat terhadap proses sintesis *Triacetin* dari gliserol

### C. Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan pada latar belakang di atas, maka masalah-masalah tersebut dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik katalis silika sulfat hasil sintesis dari abu sekam padi.
2. Bagaimana silika sulfat dari abu sekam padi jika digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi untuk mengkonversi gliserol dan sintesis *Triacetin*.
3. Bagaimanakah pengaruh jumlah asam sulfat dalam katalis silika sulfat terhadap konversi gliserol pada reaksi esterifikasi menggunakan anhidrida asam asetat.
4. Bagaimana pengaruh variasi waktu pereaksian terhadap konversi gliserol dan selektivitas *triacetin* pada reaksi esterifikasi menggunakan anhidrida asam asetat.
5. Bagaimana pengaruh penambahan kembali anhidrida asam asetat setelah proses esterifikasi terhadap selektivitas *triacetin*.

## D. Tujuan Penelitian

Penelitian ini mempunyai beberapa tujuan, antara lain:

1. Mengetahui karakteristik katalis silika sulfat hasil sintesis dari abu sekam padi.
2. Mengetahui potensi silika dari abu sekam padi jika digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi untuk mengkonversi gliserol dan sintesis *Triacetin*.
3. Mengetahui pengaruh jumlah asam sulfat dalam katalis silika sulfat terhadap konversi gliserol pada reaksi esterifikasi menggunakan anhidrida asam asetat.
4. Mengetahui pengaruh variasi waktu pereaksian terhadap konversi gliserol dan selektivitas *triacetin* pada reaksi esterifikasi menggunakan anhidrida asam asetat.
5. Mengetahui pengaruh penambahan kembali anhidrida asam asetat setelah proses esterifikasi terhadap selektivitas *triacetin*.

## E. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan beberapa manfaat di antaranya:

### 1. Bagi Mahasiswa

Memberikan informasi dan referensi tentang pemanfaatan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan katalis silika sulfat, serta memberi informasi tentang reaksi esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat dalam sintesis *triacetin*.

## 2. Bagi Akademik

Menambah referensi di bidang penelitian kimia khususnya tentang pemanfaatan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan katalis silika sulfat, serta tentang reaksi esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat dalam sintesis *triacetin*.

## 3. Bagi Masyarakat

Menaikkan nilai guna dan nilai ekonomi sekam padi dengan isolasi silika dan mengurangi masalah penumpukan gliserol sebagai produk samping biodiesel, serta dapat meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomi gliserol dengan mengubahnya menjadi *triacetin*

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang diperoleh dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Katalis silika sulfat hasil sintesis dari sekam padi menghasilkan ciri yang sama dengan karakteristik silika sulfat. Hal ini dibuktikan dengan karaterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) yang menunjukkan bahwa silika sulfat hasil sintesis memiliki serapan pada bilangan gelombang  $3448,72\text{ cm}^{-1}$ ,  $1635,64\text{ cm}^{-1}$ ,  $1095,57\text{ cm}^{-1}$ ,  $948,98\text{ cm}^{-1}$ ,  $794,87\text{ cm}^{-1}$  dan  $439,71\text{ cm}^{-1}$ . Serapan tersebut secara berturut-turut menunjukkan vibrasi dari rentang (ulur) gugus –OH dari Si-OH, bengkokan (tekuk) gugus –OH dari Si-OH, rentang asimetri gugus Si-O dari Si-O-Si, rentang gugus Si-O , rentang simetri gugus Si-O<sup>-</sup> dari Si-O-Si dan bengkokan gugus Si-O dari Si-O-Si. Hasil karaterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa katalis silika gel dan silika sulfat hasil sintesis mempunyai struktur amorf.
2. Katalis Silika Sulfat hasil sintesis dari sekam padi cukup efektif sebagai katalis reaksi esterifikasi gliserol, karena pada reaksi tersebut dapat mengkonversi gliserol sekitar 77 %. Dan untuk katalis SS-20 dapat menghasilkan nilai selektivitas sekitar 98 %.
3. Penambahan asam sulfat pada katalis silika gel (SS-0, SS-10, SS-20 dan SS-30) tidak begitu memberikan pengaruh yang signifikan pada konversi gliserol

yang dihasilkan, karena pada penelitian ini pengaruh penambahan asam sulfat hanya memberi perubahan sekitar 0,1 %.

4. Pengaruh waktu pada konversi gliserol dan selektivitas *triacetin* memberikan dampak bahwa semakin lama waktu reaksi, maka nilai konversi gliserol dan selektivitas *triacetin* semakin besar.
5. Penambahan kembali anhidrida asam asetat setelah 4 jam reaksi esterifikasi, terbukti dapat meningkatkan nilai selektivitas *triacetin* hingga 100 %.

## B. Saran

Saran yang perlu dilakukan untuk mengembangkan penelitian ini adalah perlu dilakukannya pembandingan antara reaksi esterifikasi gliserol dengan anhidrida asam asetat dan dengan menggunakan asam asetat untuk katalis yang sama yaitu katalis silika sulfat. Selain itu perlu pula dilakukan penelitian tentang pengaruh katalis silika sulfat terhadap kinetika reaksi dari reaksi esterifikasi tersebut.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alex. 2005. Kinetika Adsorpsi Logam Zn(II) dan Cd(II) Pada Bahan Hibrida Merkapto-silika dari Abu Sekam Padi. *Skripsi*. FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Ari, E.P, Anggra W dan Widayat. 2012. Potensi Gliserol Dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*. Vol 1. hal 26-31.
- Beiser, A. 1995. *Concepts of Modern Physics*. Edisi Ketiga. Jakarta: Erlangga.
- Budiman, A. 2012. *Seminar Nasional Perkembangan Riset dan Teknologi di Bidang Industri*. Yogyakarta. 21/5/2012.
- Chakraverty. A, Mishra. P, and Banerjee. D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Materials Science*. Vol. 23. hal. 21-24.
- Chandra. A, Miryanti. A, Budyanto. L dan Pramudita. A. 2012. Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi. *Skripsi*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat. Universitas Katolik Parahyangan : Bandung.
- Chandrasekhar. S, Pramada dan Jisha Majeed. 2006. Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash. *Journal of Materials Science*. Vol. 41. hal. 7926-7933.
- Chang, R. 2004. *Kimia Dasar: Konsep-Konsep Inti*. Edisi Ketiga. Jilid kedua. Jakarta: Erlangga.
- Day. R.A.JR dan Underwood. L.U. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi keenam. Jakarta : Erlangga
- Dwi. R. M, Nuryono dan Eko. S. K. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia*. No. 2. Vol.4. Hal. 150-167.
- Ferreira. P, I.M. Fonseca, A.M. Ramos, J. Vital dan J.E. Castanheiro. 2011. Acetylation of Glycerol Over Heteropolyacids Supported On Activated Carbon. *Catalysis Communication*. Vol 12. Hal. 573-576.
- Fatimah, I. 2013. *Kinetika Kimia*. Edisi Pertama. Yogyakarta : Graha Ilmu
- Fessenden dan Fessenden. 1982. *Kimia Organik*. Edisi ketiga. Jilid kedua. Jakarta : Erlangga.

- Folleto, E.L., Ederson, G., Leonardo, H. O dan Sergio, J. 2006. Conversion of Rice Hull Ash Into Sodium Silicate. *Material Research.* No. 3. Vol. 9. Hal. 335 – 338.
- Inbae,K., Jaesung. K., dan Doohwan. L. 2014. A comparative study on catalytic properties of solid acid catalysts for glycerol acetylation at low temperatures. *Apiled Catalysis B: Environmental.* Vol. 148-149. Vol. 295-303.
- Jal. S.P.K. Patel dan B.K. Mishra. 2004. Chemical modification of silica surface by immobilization of functional groups for extractive concentration of metal ions. *Talanta.* Vol. 62. Hal. 1005-1028.
- Kalapathy. U, A. Proctor., J. Shultz. 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Bioresource Technology.* Vol. 73. Hal. 257-262.
- Khabib. I. 2013. Studi Deaktivasi dan Regenerasi Katalis Ni/Za pada Reaksi Perengkahan Polipropilena. *Skripsi.* Fakultas matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang : Semarang.
- Khadijeh. B., Ghoreishi dan Mohd. A.Y. 2013. Sol-gel Sulfated Silica as a Catalyst for Glycerol Acetylation with Acetic Acid. *Journal of Science and Technology.* Hal. 65-78.
- Khayoon. M. S dan Hameed. B. H. 2011. Acetylation of glycerol to biofuel additives over sulfated activated carbon catalyst, *Bioresource Technology.* Vol.102. Hal. 9229-9235.
- Khopkar. S.M. 2003. *Konsep-Konsep Kimia Analitik.* Jakarta: UI-Press
- Kirk, R.E and Othmer. 1984 *Encyclopedia of Chemical Technology.* Edisi Keempat. Vol. 21. New York : John Wiley and Sons, Inc.
- Leonardo N. Silva, Valter L.C. Gonçalves dan Claudio J.A. Mota. 2010. Catalytic acetylation of glycerol with acetic anhydride. *Catalysis Communications.* Vol. 11. Hal. 1036-1039.
- Maria, L. T., Valeria L. P., Leonarda, F. L dan Anna, M.V. 2013. Screening of different solid acid catalysts for glycerol acetylation. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical.* Vol. 367. Hal. 69-76.
- Nasikin. M dan Susanto. B.H . 2010. *Katalis Heterogen.* Edisi Pertama. Jakarta: UI-Press..
- Nuryono dan Narsito. 2005. Effect of Concentration on Characters of Silica Gel Synthesized from Sodium Silicate. *Indo. J. Chem.*No 1. Vol. 5. Hal. 69-76.
- Nuryoto, Sulistyo,H., Rahayu S.S., Sutijan., 2011. Kinetika Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Asam Asetat Menggunakan Katalisator Indion 225 Na. *Jurnal Rekayasa Proses.* No. 2. Vol. 5. Hal. 35-39.

- Oscik. J. 1982. *Adsorption*. (Diterjemahkan oleh Cooper. I. L). New York: Ellis Horwood, Halsted Press.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Sastrohamidjojo, H. 2007. *Spektroskopi*. Yogyakarta : Liberty.
- Siti, S dan Susila, K. 2010. Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*. Yogyakarta. Hal. 211-216.
- Umeda, J. dan Kondoh, K. 2008. High-Purity Amorphous Silica Originated in Rice Husks via Carboxylic Acid Leaching Process. *Journal of Materials Science*. Vol. 43(22). Hal. 7084-7090.
- Valter L.C. Gonc, alves, Bianca P. Pinto, Joa˜o C. Silva dan Claudio J.A. Mota. 2008. Acetylation of glycerol catalyzed by different solid acids. *Catalysis Today*. Vol. 133-135. Hal. 673-677.
- West, A.R.. 1984. *Solid State Chemistry and its Application*. Ney York: John Willey and Sons, Ltd.
- Widayat, Hantoro Satriadi, Abdullah dan IkaWindrianto K. Handono. 2013. Proses Produksi Triasetat dari Gliserol dengan Katalis Asam Sulfat. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. No. 4. Vol. 11
- Xiaoyuan. L., Yulei. Z., Sheng.G.W dan Yongwang.L. 2009. Producing Triacetylglycerol with Glycerol by Two Steps: Esterification and Acetylation. *Fuel Processing Technology*. Vol. 90. Hal.988-993.
- Zahrul.M. 2012. Chemical Kinetics for Synthesis of Triacetin from Biodiesel Byproduct. *International Journal of Chemistry*. No. 2. Vol. 4. Hal. 101-107.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Perhitungan Keasaman Katalis

#### 1. Hasil Pengukuran Grafimetri Katalis

Katalis	m. cawan ( $W_0$ ) (gr)	m. cawan + silika ( $W_1$ ) (gr)	m. cawan + silika + ammonia ( $W_2$ ) (gr)	Keasaman (mmol/gr)
SS-0	34,85	34,98	35,02	18,1
SS-10	27,13	27,31	27,33	6,54
SS-20	23,09	23,25	23,27	7,35
SS-30	34,85	35,03	35,06	8,04

#### 2. Perhitungan Keasaman Katalis

$$W_{NH_3} (\text{Keasaman Katalis}) = \frac{(W_2 - W_1)}{(W_1 - W_0) \times Mr_{NH_3}} \times 1000 \text{ mmol/gram}$$

##### a. Katalis SS-0

$$W_{NH_3} (\text{Keasaman katalis}) = \frac{(35,02 - 34,98)}{(34,98 - 34,85) \times 17} \times 1000 = 18,1 \text{ mmol/gram}$$

##### b. Katalis SS-10

$$W_{NH_3} (\text{Keasaman katalis}) = \frac{(27,33 - 27,31)}{(27,31 - 27,13) \times 17} \times 1000 = 6,54 \text{ mmol/gram}$$

##### c. Katalis SS-20

$$W_{NH_3} (\text{Keasaman katalis}) = \frac{(23,27 - 23,25)}{(23,25 - 23,09) \times 17} \times 1000 = 7,35 \text{ mmol/gram}$$

##### d. Katalis SS-30

$$W_{NH_3} (\text{Keasaman katalis}) = \frac{(35,06 - 35,03)}{(35,03 - 34,85) \times 17} \times 1000 = 8,04 \text{ mmol/gram}$$

## Lampiran 2 Perhitungan Nilai Konvesi Gliserol

### 1. Hasil Titrasi Produk Reaksi Esterifikasi menggunakan NaOH 1M

Katalis	Waktu	Volume NaOH 1 M (mL)			Rata-rata (mL)	Mol NaOH (mol)
		Tit. 1	Tit. 2	Tit. 3		
SS-0	1 jam	9,5	9,6	-	9,55	0,00955
	2 jam	9,2	9,2	-	9,2	0,0092
	3 jam	8,9	8,8	-	8,85	0,00885
	4 jam	8,8	9,1	-	8,95	0,00895
SS-10	1 jam	10,6	10,4	10,7	10,57	0,01057
	2 jam	10	10,4	10,3	10,23	0,01023
	3 jam	7,1	7,4	7,5	7,33	0,00733
	4 jam	9	8,5	8,8	8,77	0,00877
SS-20	1 jam	10,6	10	10,2	10,27	0,01027
	2 jam	9,7	9,8	9	9,5	0,0095
	3 jam	9,7	9,6	9	9,43	0,00943
	4 jam	9,2	9,6	9,4	9,4	0,0094
SS-30	1 jam	10,2	10,8	10,1	10,37	0,01037
	2 jam	9,9	10,4	10,6	10,3	0,0103
	3 jam	10,1	10	10	10,03	0,01003
	4 jam	10,2	10,1	10	10,1	0,0101

### 2. Menghitung Mol Anh. Asam Asetat Sisa Dan Gliserol yang Bereaksi.

- Jika massa awal Gliserol adalah 4,92 g = volume 4 mL, maka :

$$\text{Mol awal Gliserol} = \frac{\text{Massa Gliserol}}{\text{Mr Gliserol}} = \frac{4,92 \text{ g}}{92 \text{ g/mol}} = 0,0535 \text{ mol}$$

- Jika massa awal Anh. Asam asetat akalah 25,92 g = volume 24 mL, maka :

$$\text{Mol awal Anh As. Asetat} = \frac{\text{Massa anh.as.asetat}}{\text{Mr anh.as.asetat}} = \frac{25,92 \text{ g}}{102,08 \text{ g/mol}} = 0,254 \text{ mol}$$

- Reaksi 1 (Reaksi antara NaOH dan Anh. Asam Asetat):



- Jika mol Anh. Asam Asetat sisa =  $\frac{1}{2}$  mol NaOH, maka mol anh. Asam asetat sisa (untuk katalis SS-0 dan 1 jam reaksi) adalah 0,004775 mol. Dan jika jumlah 0,004775 mol tersebut sisa dari spesies 3 anh. Asam asetat dan 3 asam asetat (produk samping) :

- Reaksi 2 (Reaksi Esterifikasi):

Gliserol + 3 Anh. Asam Asetat $\longrightarrow$ Triasetat + 3 Asam Asetat			
Awal : 0,0535 mol	0,254 mol	---	---
Bereaksi : 0,0415 mol	0,1245 mol	0,0415 mol	0,1245 mol
Setimbang: 0,0119 mol	0,004775	0,0415 mol	

Maka mol gliserol yang bereaksi adalah 0,0415 mol.

Langkah tersebut digunakan untuk menghitung mol gliserol untuk katalis yang lainnya. Dan didapatkan hasil:

Katalis	Waktu	Mol Anh. Asam Asetat Sisa (mol)	Mol Gliserol yang bereaksi (mol)
SS-0	1 jam	0,004775	0,041538
	2 jam	0,0046	0,041567
	3 jam	0,004425	0,041596
	4 jam	0,004475	0,041588
SS-10	1 jam	0,005285	0,041453
	2 jam	0,005115	0,041481
	3 jam	0,003665	0,041723
	4 jam	0,004385	0,041603

Katalis	Waktu	Mol Anh. Asam Asetat Sisa (mol)	Mol Gliserol yang bereaksi (mol)
SS-20	1 jam	0,005135	0,041478
	2 jam	0,00475	0,041542
	3 jam	0,004715	0,041548
	4 jam	0,0047	0,04155
SS-30	1 jam	0,005185	0,041469
	2 jam	0,00515	0,041475
	3 jam	0,005015	0,041498
	4 jam	0,00505	0,041492

### 3. Perhitungan Nilai Konversi Gliserol

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{\text{Mol Gliserol yang bereaksi}}{\text{Mol Gliserol awal}} \times 100\%$$

a. Katalis SS-0, 4 jam :

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,041588}{0,0535} \times 100\% = 77,73\%$$

b. Katalis SS-10, 4 jam :

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,041603}{0,0535} \times 100\% = 77,76\%$$

c. Katalis SS-20, 4 jam :

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,04155}{0,0535} \times 100\% = 77,66\%$$

d. Katalis SS-30, 4 jam :

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,041492}{0,0535} \times 100\% = 77,55\%$$

### Lampiran 3 Perhitungan Nilai Selektivitas *Triacetin*

1. Konsentrasi *Triacetin* dari produk reaksi menggunakan katalis SS-20 (hasil instrumentasi GC)

Waktu	Konsentrasi	Total konsentrasi	Selektivitas
	Triasetin (%)	produk (%)	(%)
1 jam	49,65	51,08	97,20
2 jam	50,54	51,49	98,15
3 jam	49,23	50,20	98,06
4 jam	49,26	50,14	98,24
4 jam, 5 menit	43,90	43,90	100
4 jam, 10 menit	43,38	43,38	100
4 jam, 15 menit	43,58	43,58	100
4 jam, 20 menit	37,94	37,94	100

2. Perhitungan Selektivitas *Triacetin* (%)

$$\text{Selektivitas } \textit{Triacetin} (\%) = \frac{\text{Konsentrasi Produk yang dicari}}{\text{Total Konsentrasi Produk}}$$

- a. Katalis SS-20, waktu 1 jam

$$\text{Selektivitas } \textit{Triacetin} (\%) = \frac{49,65}{51,08} \times 100\% = 97,20\%$$

- b. Katalis SS-20, waktu 2 jam

$$\text{Selektivitas } \textit{Triacetin} (\%) = \frac{50,54}{51,49} \times 100\% = 98,15\%$$

- c. Katalis SS-20, waktu 3 jam

$$\text{Selektivitas } \textit{Triacetin} (\%) = \frac{49,23}{50,20} \times 100\% = 98,06\%$$

d. Katalis SS-20, waktu 4 jam

$$\text{Selektivitas } Triacetin \text{ (\%)} = \frac{49,26}{50,14} \times 100\% = 98,24 \%$$

e. Katalis SS-20, waktu 4 jam 5 menit

$$\text{Selektivitas } Triacetin \text{ (\%)} = \frac{43,90}{43,90} \times 100\% = 100 \%$$

f. Katalis SS-20, waktu 4 jam 10 menit

$$\text{Selektivitas } Triacetin \text{ (\%)} = \frac{43,40}{43,40} \times 100\% = 100 \%$$

g. Katalis SS-20, waktu 4 jam 15 menit

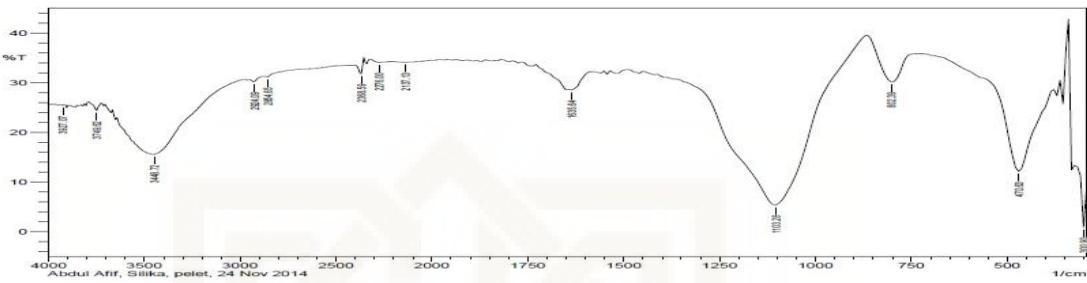
$$\text{Selektivitas } Triacetin \text{ (\%)} = \frac{43,58}{43,58} \times 100\% = 100 \%$$

h. Katalis SS-20, waktu 4 jam 20 menit

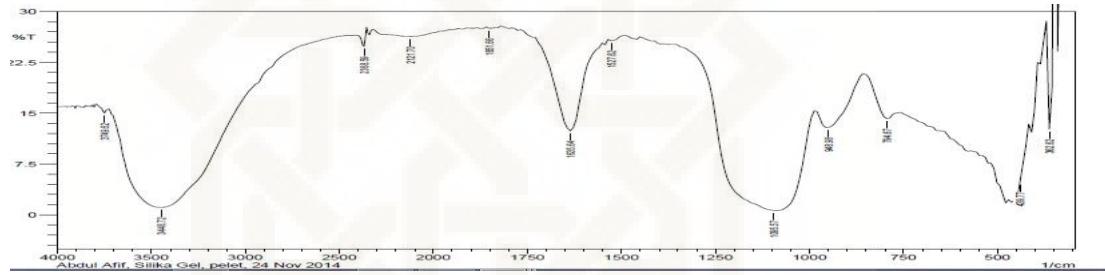
$$\text{Selektivitas } Triacetin \text{ (\%)} = \frac{37,94}{37,94} \times 100\% = 100 \%$$

## Lampiran 4 Spektra FT-IR Katalis

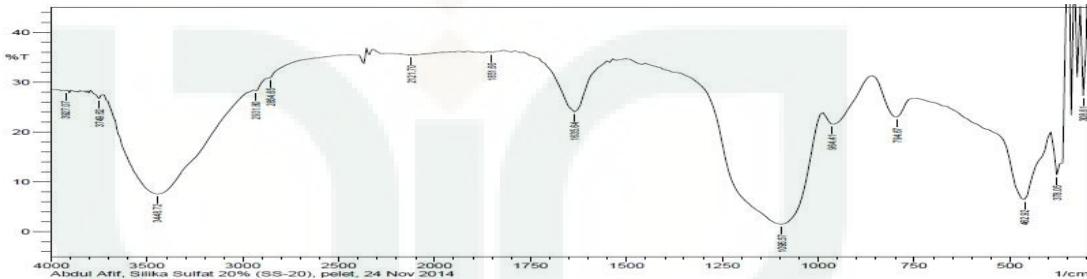
### 1. Silika



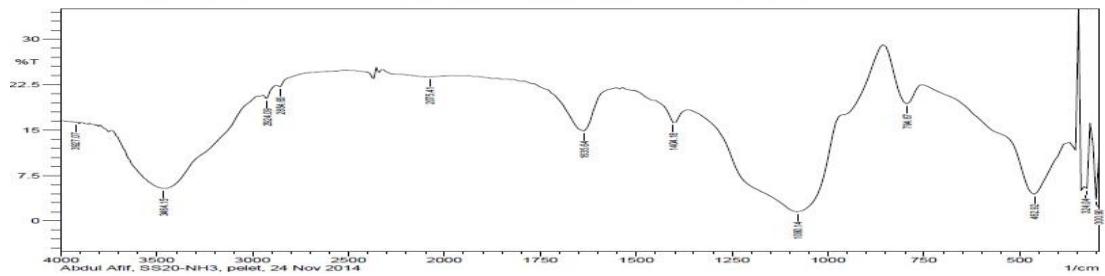
### 2. Silika Gel



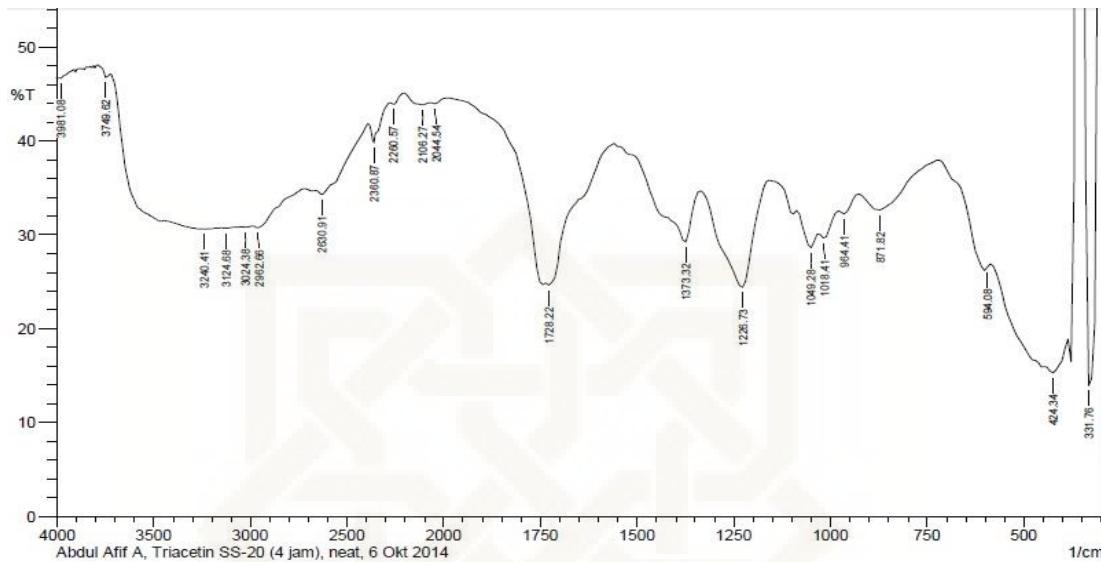
### 3. Silika Sulfat (SS-20)



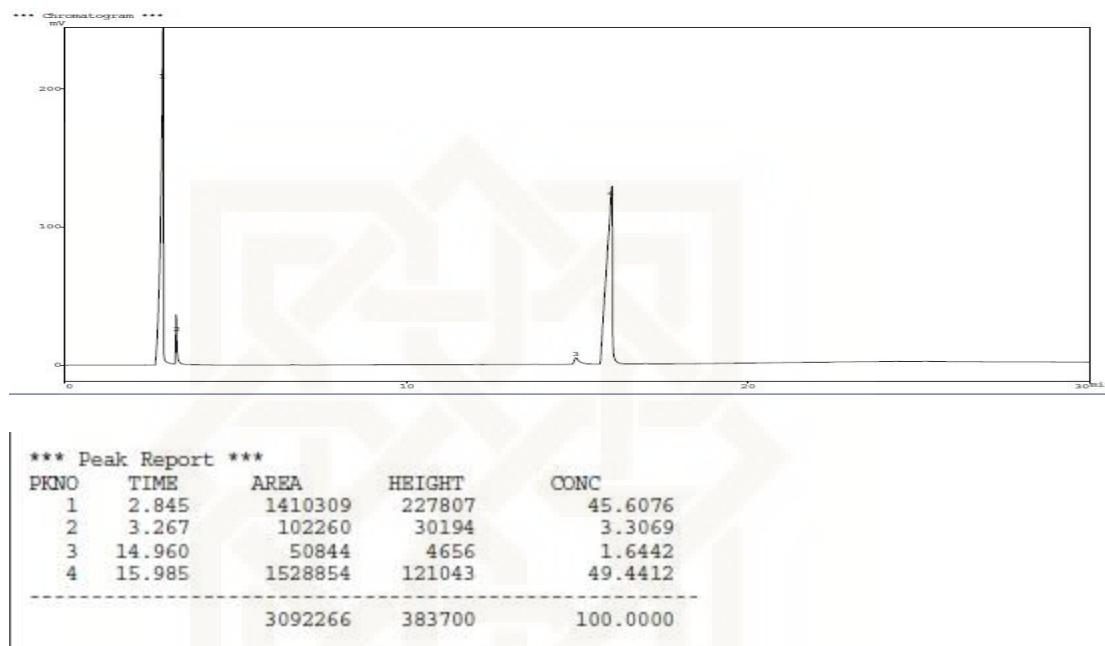
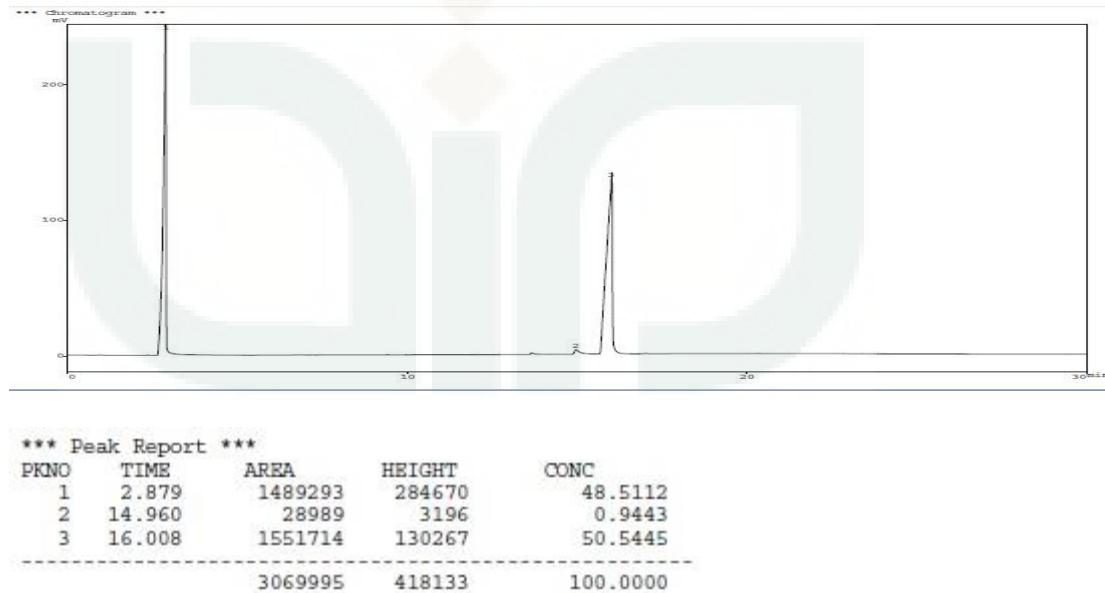
### 4. Silika Sulfat-Amonia



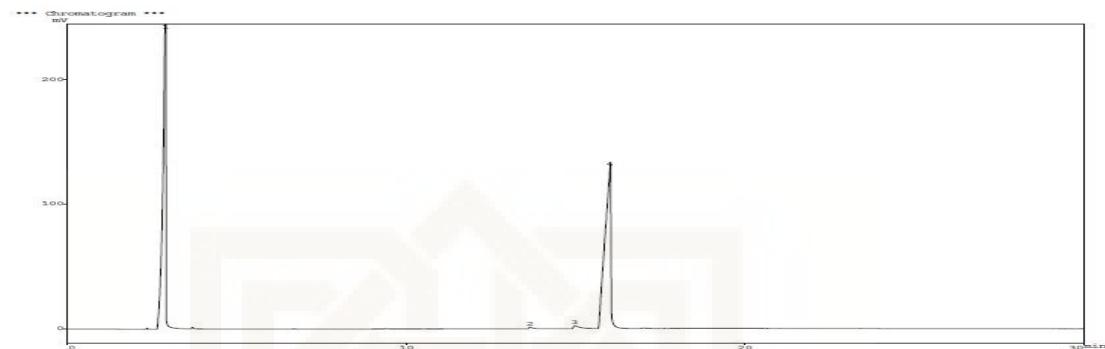
## Lampiran 5 Spektra FT-IR Produk Reaksi Esterifikasi



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	331.76	13.87	66.45	347.19	308.61	23.1	18.22
2	424.34	15.28	1.28	439.77	393.48	36.72	1.12
3	594.08	26.56	0.99	717.52	586.36	65.42	1.03
4	871.82	32.64	2.65	925.83	725.23	91.74	3.08
5	964.41	32.21	0.86	979.84	933.55	22.29	0.3
6	1018.41	29.61	0.83	1026.13	979.84	23.52	0.28
7	1049.28	28.59	2.17	1080.14	1033.85	24.46	0.86
8	1226.73	24.36	10.93	1334.74	1165	90.32	13.3
9	1373.32	29.22	6.03	1558.48	1342.46	100.67	7.22
10	1728.22	24.62	0.87	1735.93	1566.2	81.86	0.38
11	2044.54	43.96	0.19	2059.98	1990.54	24.59	0.06
12	2106.27	43.86	0.46	2206.57	2067.69	49.3	0.5
13	2260.57	43.89	0.43	2276	2214.28	21.78	0.15
14	2360.87	39.77	2.48	2384.02	2283.72	37.91	1.08
15	2630.91	34.29	1.22	2661.77	2391.73	115.62	2.76
16	2962.66	30.72	0.54	2985.81	2723.49	126.74	0.55
17	3024.38	30.79	0.06	3032.1	2993.52	19.71	0.02
18	3124.68	30.7	0.04	3147.83	3070.68	39.54	0.03
19	3240.41	30.58	0.04	3248.13	3155.54	47.56	0.03
20	3749.62	46.75	0.74	3788.19	3726.47	20.07	0.14
21	3981.08	46.67	0.21	3996.51	3919.35	25.24	0.06

**Lampiran 6 Kromatogram Produk Reaksi Esteifikasi menggunakan katalis SS-20****1. Reaksi selama 1 jam****2. Reaksi selama 2 jam**

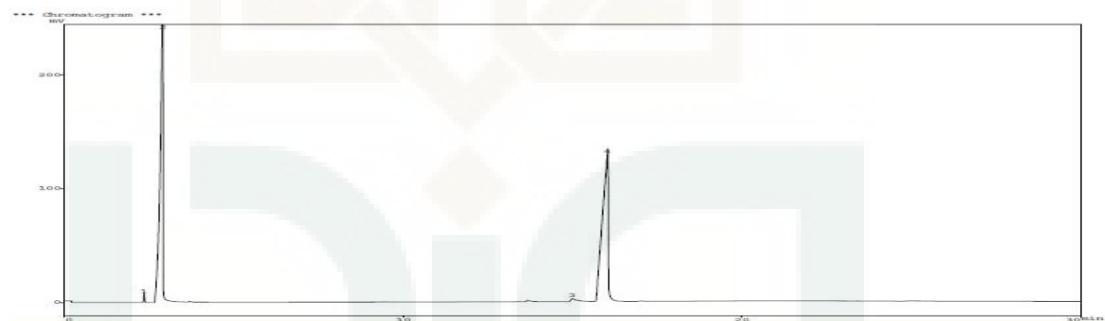
### 3. Reaksi selama 3 jam



\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.885	1615355	302313	49.8041
2	13.647	7429	1221	0.2290
3	14.980	23806	2201	0.7340
4	16.018	1596832	131857	49.2329
		3243421	437592	100.0000

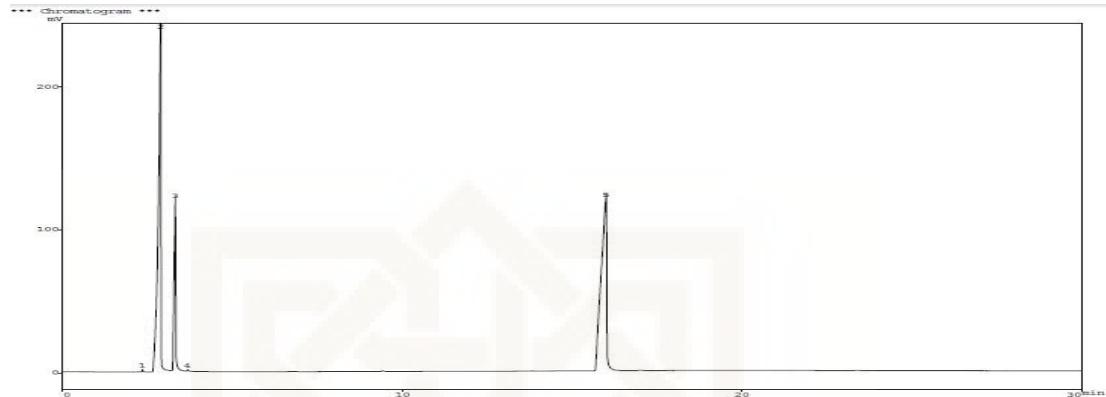
### 4. Reaksi selama 4 jam



\*\*\* Peak Report \*\*\*

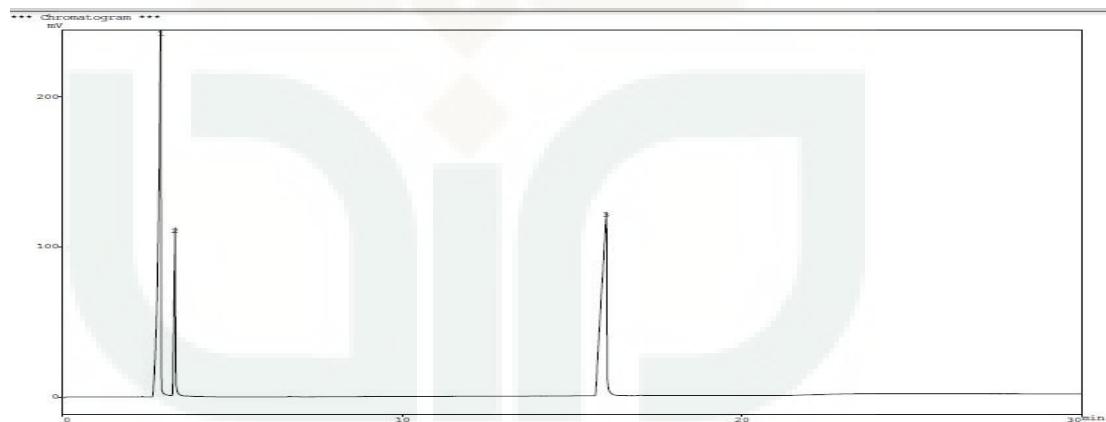
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.339	14036	8186	0.4367
2	2.892	1588238	307900	49.4219
3	14.989	28455	2414	0.8854
4	16.026	1582904	132865	49.2559
		3213633	451365	100.0000

5. Setelah penambahan kembali anhidrida asam asetat 5 menit (4 jam, 5 menit)



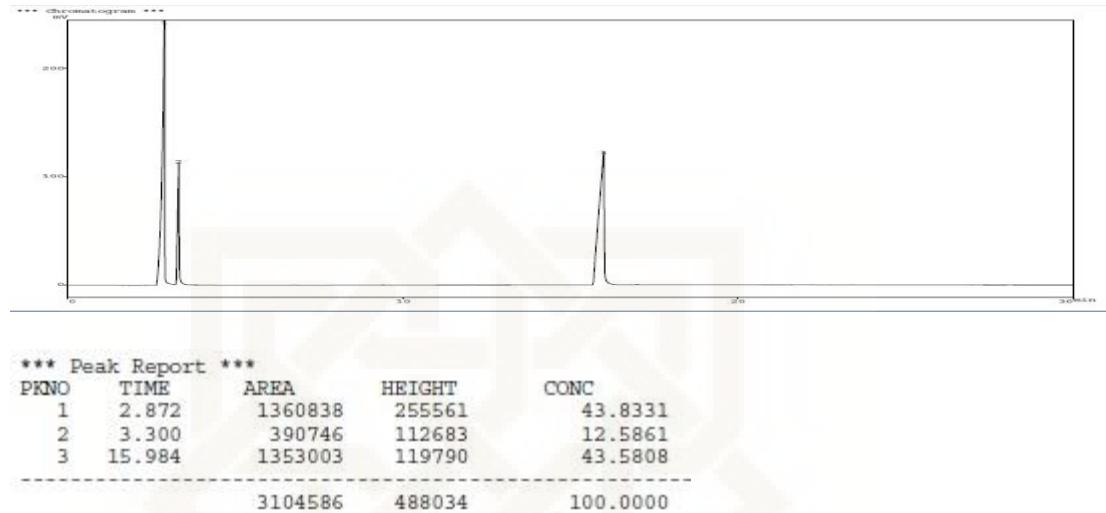
*** Peak Report ***				
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.339	2975	1747	0.0940
2	2.876	1333649	268204	42.1517
3	3.309	433580	122459	13.7039
4	3.674	4696	1236	0.1484
5	15.993	1389027	123807	43.9020
-----				
		3163928	517453	100.0000

6. Setelah penambahan kembali anhidrida asam asetat 10 menit (4 jam, 10 menit)

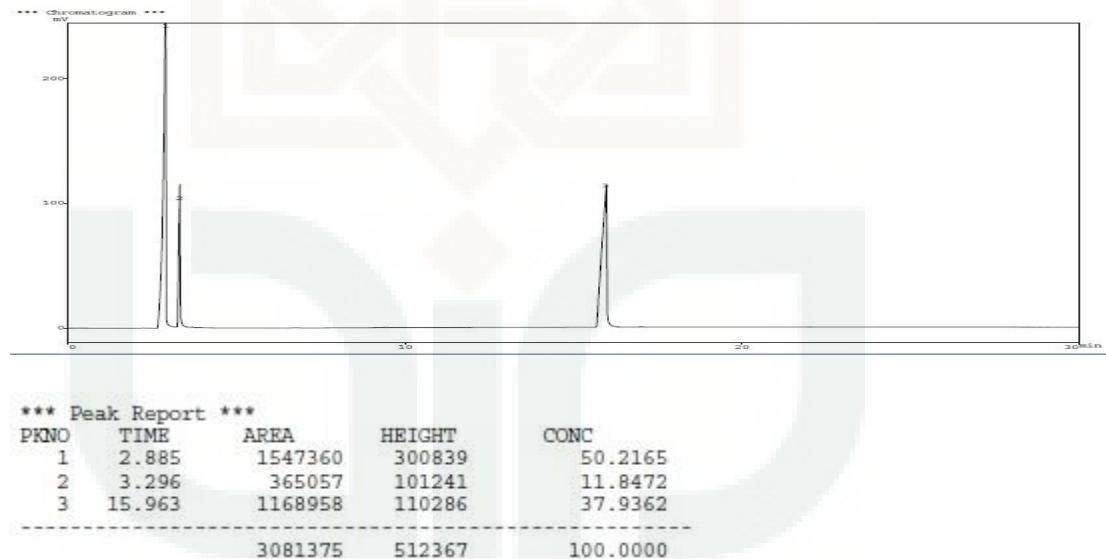


*** Peak Report ***				
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	2.877	1379837	267456	44.6890
2	3.301	368390	112295	11.9311
3	15.994	1339418	121104	43.3799
-----				
		3087645	500854	100.0000

7. Setelah penambahan kembali anhidrida asam asetat 15 menit (4 jam, 15 menit)



8. Setelah penambahan kembali anhidrida asam asetat 20 menit (4 jam, 20 menit)



Lampiran 7 JCPDS SiO<sub>2</sub>

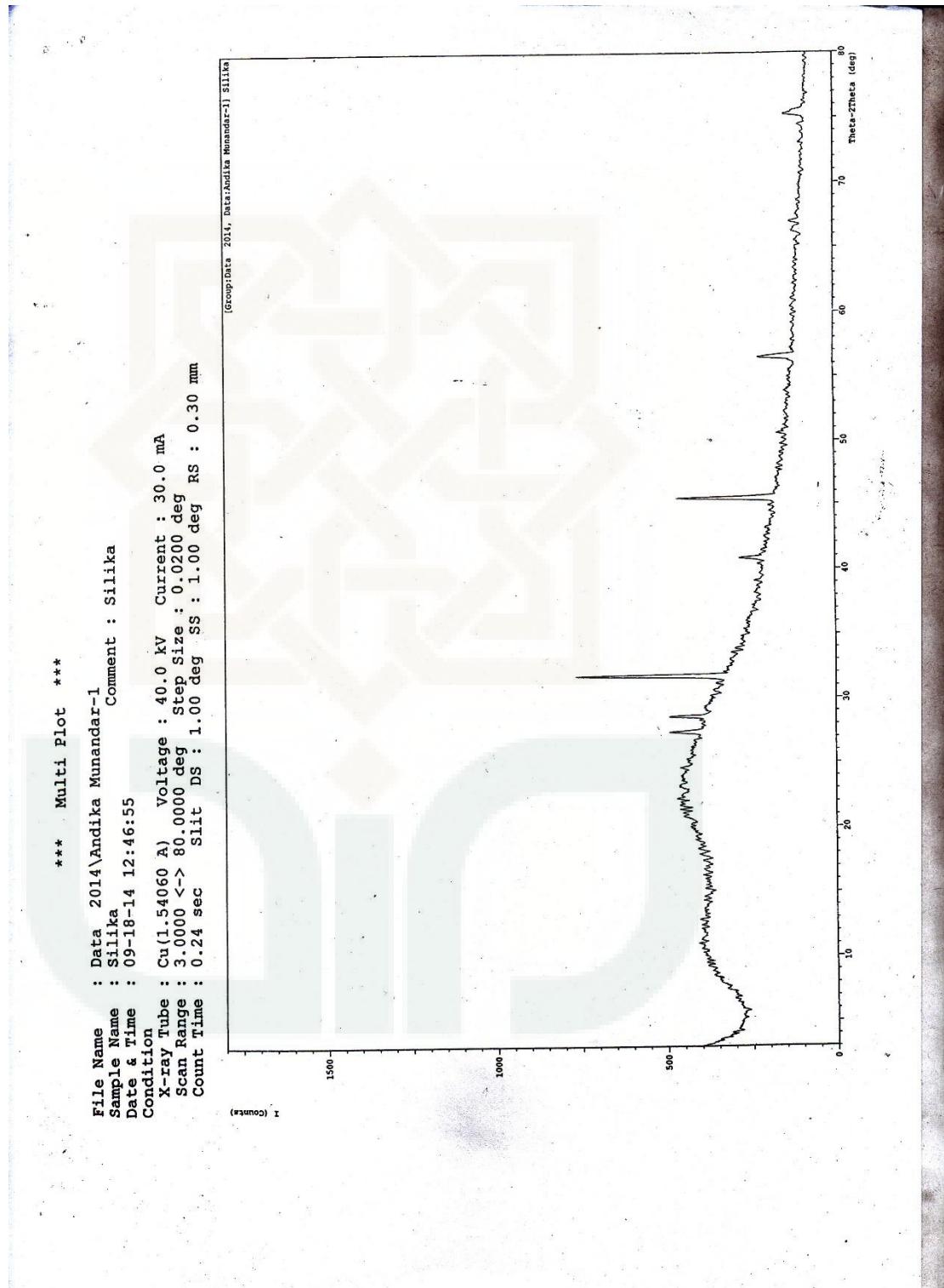
85-1780		Wavelength= 1.54060 C									
SiO <sub>2</sub>		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silicon Oxide		4.2348	228	1	0	0	1.1485	11	3	1	1
		3.3531	999*	0	1	1	1.1177	2	3	0	3
Quartz		2.4450	65	1	1	0					
		2.3034	68	1	0	2					
Rad: CuKa1; 1.54060 Filter:	d-sp: Calculated	2.2335	34	1	1	1					
Cut off: 17.7 Int: Calculated	U/cor.: 2.99	2.1174	51	2	0	0					
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)		1.9755	29	2	0	1					
Ref: Cheikowsky, J.R., Binggeli, N., Keskar, N.R., J. Alloys Compds., 197, 137 (1993)		1.8257	103	1	1	2					
		1.6798	18	0	1	3					
		1.6765	41	0	2	2					
		1.6006	2	2	1	0					
Sys: Hexagonal	S.G.: P3 <sub>2</sub> 1 (154)	1.5366	70	2	1	1					
a: 4.89	b:	c: 5.49	A:	C: 1.1227	1.4650	15	1	1	3		
a:	b:	c:	$\gamma$ :	Z: 3	1.4116	3	3	0	0		
				mp:	1.3845	56	2	0	3		
Ref: Ibid.		1.3827	54	2	1	2					
		1.3671	34	0	3	1					
		1.3056	18	1	0	4					
Dx: 2.633	Dm:	ICSD #:	073071		1.2553	19	3	0	2		
					1.2225	9	2	2	0		
					1.2048	22	1	2	3		
Peak height intensity, PSC: hP9. No R value given. At least one TF missing. Structural reference: Cheikowsky, J.R., Binggeli, N., Keskar, N.R., J. Alloys Compds., 197, 137 (1993). Mwt: 60.08. Volume(CD): 113.69.											

## Lampiran 8 JCPDS NaCl

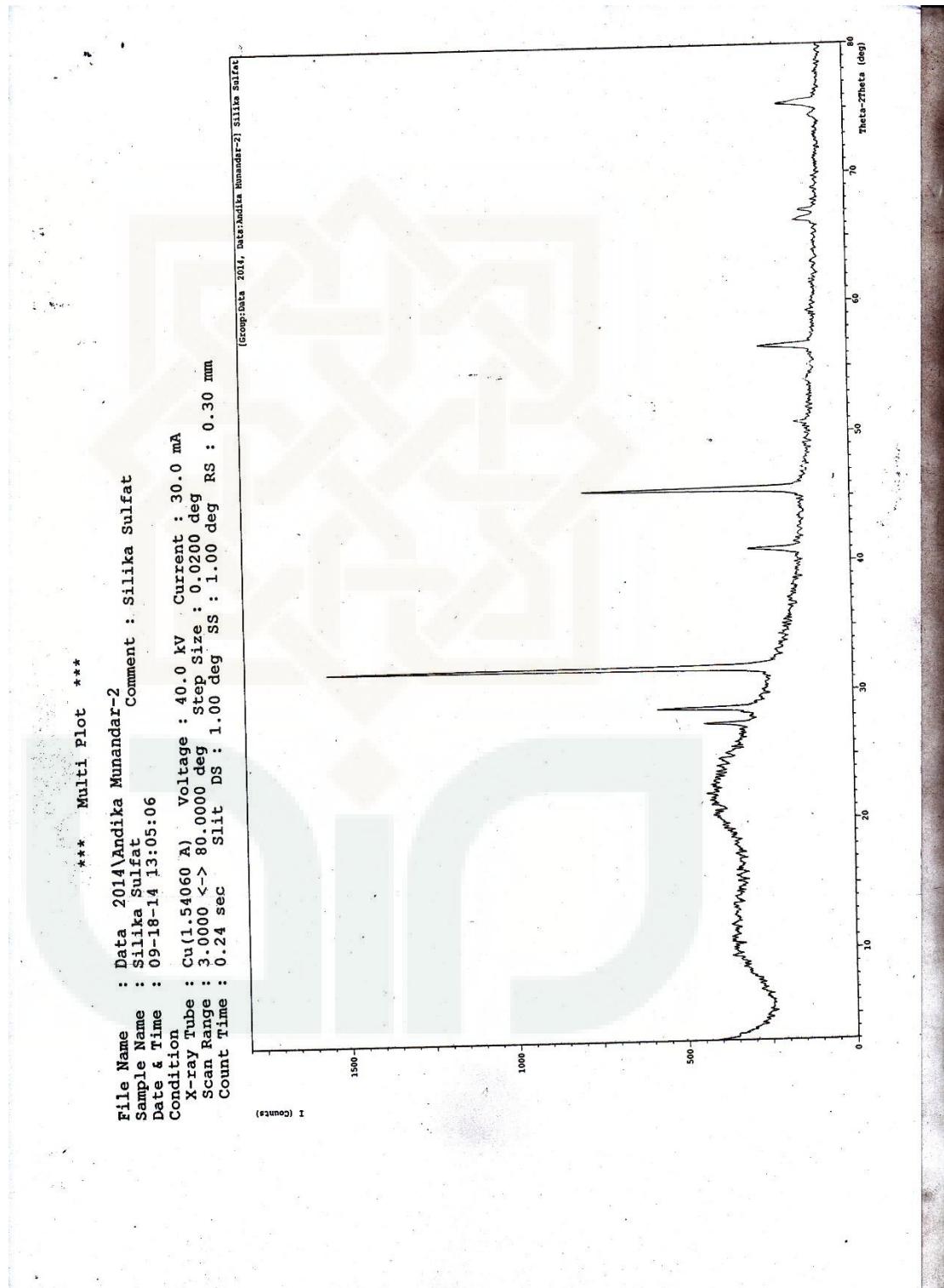
05-0628		Wavelength= 1.5405			
NaCl		d(A)	Int	h	k
Sodium Chloride		3.26	13	1	1
		2.821	100	2	0
		1.994	55	2	0
Halite, syn		1.701	2	3	1
Rad.: CuKa1λ: 1.5405	Filter: Ni	Beta	d-sp:	1.628	15
Cut off:	Int.: Diffract.		l/cor.:	1.410	6
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, II,				1.294	1
41 (1953)				1.261	11
				1.151	7
				1.085	1
				.9969	5
Sys.: Cubic		S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)		.9533	1
a: 5.6402	b:	c:	A:	.9401	5
a:	b:	c:	Z: 4	.8917	3
			mp: 804	.8601	6
Ref: Ibid.				.8503	0
				.8141	4
Dx: 2.163	Dm: 2.168	SS/POM: F <sub>17</sub> = 93)(.0108, 17 )			
ω: 1.542	η: 2V:				
Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 4					
Color: Colorless					
Pattern taken at 26 C. CAS #: 7647-14-5. An ACS reagent					
grade sample recrystallized twice from hydrochloric acid. Cl					
Na type. Halite Group, halide Subgroup. PSC: cF8. See ICSD					
18189 (PDF 72-1568). Optical data reference: Dana's					
System of Mineralogy, 7th Ed., II, 4. Structural reference:					
Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 4. Mwt: 58.44.					
Volume[CD]: 179.43.					

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

## Lampiran 9 Hasil XRD Katalis SS-0



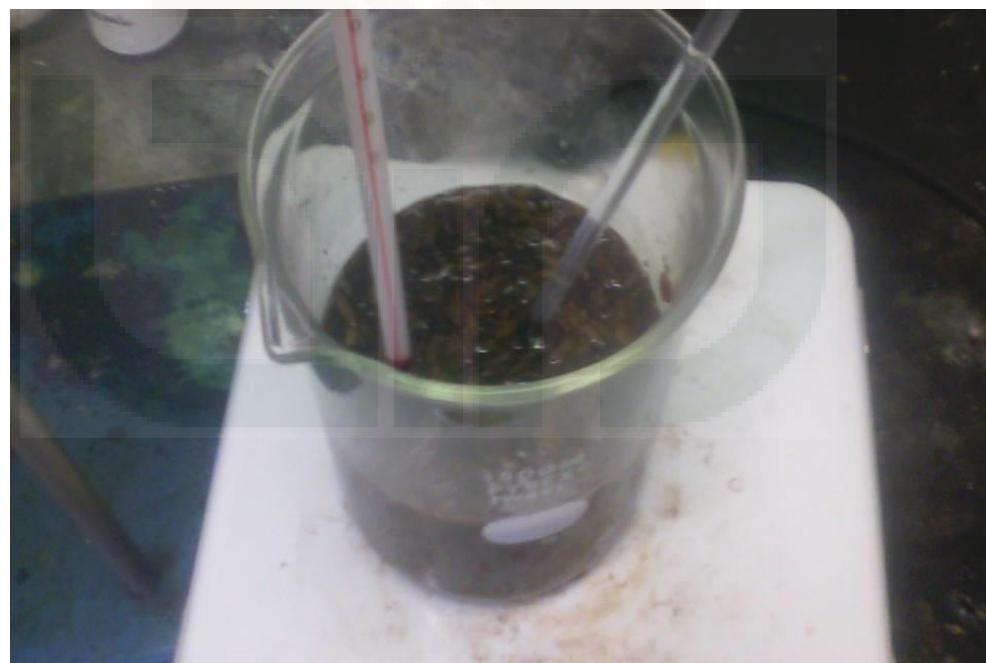
## Lampiran 10 Hasil XRD Katalis SS-20



Lampiran 11 Dokumentasi Penelitian



(a) Sekam padi setelah Proses Pencucian dengan air



(b) Proses Perendaman sekam padi dalam asam HCl



(c) Abu Sekam Padi



(d) Proses Ekstraksi Menggunakan Alat Refluks