

**AKTIVASI ZEOLIT ALAM MENGGUNAKAN ASAM SULFAT  
SEBAGAI KATALIS REAKSI ESTERIFIKASI PEMBUATAN  
TRIASETIN**

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



**Oleh:  
Reza Nugraha Atmaja  
10630016**

**STATE ISLAMIC UNIVERSITY  
SUNAN KALIJAGA  
PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA  
YOGYAKARTA  
2017**

## **SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR**

Hal: Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp.: -

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

*Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

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

Nama : Reza Nugraha Atmaja

NIM : 10630016

Judul Skripsi : Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebagai Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin

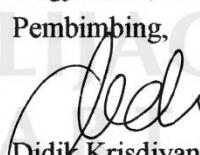
sudah dapat diajukan kembali kepada Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

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

*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 28 Juli 2017

Pembimbing,

  
Didik Krisdiyanto, M.Sc.

NIP.:19811111 201101 1 007

## NOTA DINAS KONSULTAN

Hal: Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Kepada

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

*Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

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

Nama : Reza Nugraha Atmaja

NIM : 10630016

Judul Skripsi : Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebagai  
Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapan terima kasih.

*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 28 Juli 2017

Konsultan,

  
Khamidinal, S.Si., M.Si.

NIP.: 19691104 200003 1 002

## NOTA DINAS KONSULTAN

Hal: Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

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

*Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

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

Nama : Reza Nugraha Atmaja  
NIM : 10630016  
Judul Skripsi : Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebgai  
Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terima kasih.  
*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 28 Juli 2017

Konsultan,

  
Irwan Nugraha, S.Si., M.Sc.

NIP.: 19820329 201101 1 005

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Reza Nugraha Atmaja

NIM : 10630016

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “ Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebagai Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin” merupakan hasil penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 28 Juli 2017



# PENGESAHAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR



KEMENTERIAN AGAMA  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
Jl. Marsda Adisucipto Telp. (0274) 540971 Fax. (0274) 519739 Yogyakarta 55281

## PENGESAHAN TUGAS AKHIR

Nomor : B-1493/Un.02/DST/PP.00 9/08/2017

Tugas Akhir dengan judul : Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebagai Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin

yang dipersiapkan dan disusun oleh:

Nama : REZA NUGRAHA ATMAJA  
Nomor Induk Mahasiswa : 10630016  
Telah diujikan pada : Kamis, 10 Agustus 2017  
Nilai ujian Tugas Akhir : A

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

TIM UJIAN TUGAS AKHIR

Ketua Sidang

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

Pengaji I

Pengaji II

Khamidinal, S.Si., M.Sc  
NIP. 19691104 200003 1 002

Irwan Nugraha, S.Si., M.Sc.  
NIP. 19820329 201101 1 005

Yogyakarta, 10 Agustus 2017

UIN Sunan Kalijaga



## **HALAMAN MOTTO**

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

(Evelyn Underhill)

Belajarlah dimanapun kita berada karena ilmu dapat datang dari mana  
saja

(Reza)



## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Dengan penuh rasa syukur dan bangga, karya kecil ini  
kupersembahkan 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 "**Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan Asam Sulfat Sebagai Katalis Reaksi Esterifikasi Pembuatan Triasetin**" 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. Dr. Murtono, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Dr. Maya Rahmayanti, S.Si.,M.Si. selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
3. Didik Krisdiyanto,S.Si., M.Sc sebagai pembimbing skripsi yang secara ikhlas dan sabar telah meluangkan waktunya untuk membimbing, mengarahkan dan memotivasi penyusun dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.
4. Dr. Susy Yunita Prabawaty, S.Si.,M.Si.selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
5. Seluruh dosen yang telah memberikan ilmunya kepada penyusun dengan sabar dan ikhlas.

6. Seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu sehingga penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
7. Orang tuaku tercinta Bapak dan Ibu. 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 yang selalu memberikan semangat dan keceriaan. Kalian adalah penyemangat dalam hidupku. Serta seluruh keluarga besar yang telah senantiasa mendukung dan mendoakan akan kelancaran studiku.
8. Orang yang dari awal setia dan tidak bosan-bosan memberikan semangat, doa, nasehat serta menemani disaat-saat dalam keadaan suka maupun duka.
9. Teman-teman di kelas kimia angkatan 2010 UIN Sunan Kalijaga atas saran dan bantuannya.
10. 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, April 2017

Reza Nugraha Atmaja  
10630016

## DAFTAR ISI

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR .....	ii
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN.....	v
PENGESAHAN SKRIPSI/ TUGAS AKHIR .....	vi
HALAMAN MOTTO .....	vii
HALAMAN PERSEMPAHAN .....	viii
KATA PENGANTAR .....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
ABSTRAK .....	xvi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Batasan Masalah .....	4
C. Rumusan Masalah.....	5
D. Tujuan Penelitian .....	5
E. Manfaat Penelitian .....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI.....	7
A. Tinjauan Pustaka .....	7
B. Landasan Teori.....	9
C. Hipotesis.....	28
D. Rancangan Penelitian .....	28
BAB III METODE PENELITIAN.....	30
A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	30
B. Alat-alat Penelitian.....	30
C. Bahan-bahan Penelitian.....	30
D. Cara Kerja Penelitian .....	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
A. Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Teraktivasi Asam Sulfat.....	33
B. Analisis Hasil Esterifikasi Gliserol dengan Anhidrida Asam Asetat Menggunakan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi Asam Sulfat.....	44
C. Efektivitas Katalis Silika Sulfat .....	47
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	50
A. Kesimpulan .....	50

B. Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA .....	52
LAMPIRAN .....	55



## **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2. 1 Reaksi esterifikasi dengan katalis asam .....	16
Gambar 2. 2 Mekanisme reaksi esterifikasi .....	17
Gambar 2. 3 Reaksi transesterifikasi biodiesel .....	17
Gambar 2. 4 Reaksi esterifikasi pembentukan triasetin .....	18
Gambar 4. 1 Hasil spektra zeolit alam dan zeolit alam teraktivasi asam sulfat.....	34
Gambar 4. 2 Difrakrogram sinar x zeolit alam dan zeolit alam teraktivasi asam sulfat.....	38
Gambar 4. 3 Pertukaran ion antara proton H dari mineral asam atau ammonium klorida dengan kation natrium .....	43
Gambar 4. 4 Kromatogram produk reaksi esterifikasi .....	44
Gambar 4. 5 Spektra MS dari triasetin.....	45
Gambar 4. 6 Rumus struktur kimia triasetin .....	45
Gambar 4. 7 Fregmentasi triasetin .....	46
Gambar 4. 8 Mekanisme reaksi esterifikasi pembentukan monoasetin .....	46
Gambar 4. 9 Diagram efektivitas katalis terhadap konversi gliserol .....	48
Gambar 4. 10 Diagam selektivitas triasetin .....	49



## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Jenis Zeolit Alam .....	11
Tabel 2.2 Daerah vibrasi inframerah struktur kerangka zeolit.....	21
Tabel 4. 1 Interpertasi spektra FTIR zeolit alam.....	35
Tabel 4. 2 Interpretasi puncak difraksi pada zeolit alam .....	39
Tabel 4. 3 Interpretasi puncak difraksi pada zeolit alam teraktivasi asam sulfat	39
Tabel 4. 4 Keasamaan Katalis.....	41



## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1 Perhitungan Keasaman Katalis .....	55
Lampiran 2 Perhitungan Nilai Konvesi Gliserol.....	56
Lampiran 3 Perhitungan Nilai Selektivitas Triasetin .....	59
Lampiran 4 Spektra FT-IR Katalis.....	60
Lampiran 5 Hasil kromatogram GC dari esterifikasi sintesis triasetin ...	62
Lampiran 6 Hasil kromatogram GC-MS dari esterifikasi sintesis triasetin.....	63
Lampiran 7JCPDS.....	65



# **AKTIVASI ZEOLIT ALAM MENGGUNAKAN ASAM SULFAT SEBAGAI KATALIS REAKSI ESTERIFIKASI PEMBUATAN TRIASETIN**

**Reza Nugraha Atmaja**

**10630016**

## **ABSTRAK**

Telah di sintesis katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) untuk reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrat. Reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrat tersebut dilakukan untuk mengkonversi gliserol menjadi triasetin. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), mengetahui potensi zeolit alam jika digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi untuk mengkonversi gliserol pada sintesis triasetin serta mengetahui selektivitas sintesis triasetin dari reaksi esterifikasi menggunakan gliserol dan asam asetat anhidrat dengan katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ). Percobaan ini dilakukan dengan perbandingan gliserol : asam asetat anhidrat sebesar 1 : 6 menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dengan berat katalis 5% dari berat gliserol, reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrat dilakukan selama 4 jam dan pada suhu reaksi  $115^\circ C$ .

Hasil analisa menggunakan FT-IR dan XRD terhadap katalis menunjukkan bahwa katalis yang di sintesis berupa zeolit alam teraktivasi asam berjenis mordenit. Sedangkan hasil analisa terhadap produk esterifikasi menggunakan GC-MS menunjukkan adanya produk triasetin. Penggunaan zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) sebagai katalis dapat mengkonversi gliserol sebesar 76 %, sedangkan untuk katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dapat memberikan nilai selektifitas triasetin sebesar 100%. Pengaruh keasaman katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 2N, 4N dan 6N tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap nilai konversi.

Kata kunci: Gliserol, triasetin, asam asetat anhidrat, konversi gliserol dan selektivitas triasetin

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

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

Zeolit alam Indonesia merupakan komoditi yang sangat melimpah dan sampai saat ini terus diupayakan pemanfaatannya pada berbagai bidang. Zeolit merupakan material berpori dan memiliki beberapa kandungan mineral dominan ( $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$ ). Zeolit memiliki bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan ke segala arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar (Sutarti dan Rachmawati, 1994).

Zeolit alam mempunyai cukup banyak pori-pori yaitu 30% lebih dari volumenya. Namun zeolit alam tanpa dimodifikasi (diaktivasi) terlebih dahulu, bila dimanfaatkan memberikan hasil yang kurang maksimal. Untuk meningkatkan kemampuan zeolit alam maka perlu dilakukan aktivasi secara kimia dengan menggunakan larutan basa ataupun asam. Hal ini telah didukung oleh beberapa hasil penelitian, yakni Kumar, dkk. (1995), telah melakukan modifikasi (aktivasi) tanah lempung dengan asam mineral asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Hasilnya dapat meningkatkan beberapa sifat fisik dan kimianya seperti keasaman permukaan dan porositasnya sehingga lebih efektif sebagai adsorben ataupun katalis.

Penelitian yang dilakukan Widjanarko dkk. (2003), menunjukkan bahwa aktivasi alofan dengan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan natriun hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) dapat meningkatkan luas permukaan dan keasaman alofan. Mengingat alofan merupakan material berpori dan memiliki beberapa kandungan mineral dominan

( $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) yang sama dengan zeolit dan tanah lempung, maka kemungkinan juga kapasitas zeolit alam sebagai adsorben dan katalis dapat ditingkatkan dengan aktivasi larutan asam kuat atau basa kuat. Untuk itu pada penelitian ini akan dilakukan aktivasi zeolit alam dengan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), yang selanjutnya diaplikasikan sebagai katalis pada proses esterifikasi gliserol menggunakan anhidrida asam asetat untuk mensintesis triasetin gliserol.

Gliserol merupakan produk samping dari biodiesel dari proses transesterifikasi untuk memperoleh metil ester. Pada tahun 2015 dihasilkan gliserol 150.000 kilo liter kemudian target tahun 2025 akan menjadi tiga kali lipat dari tahun 2010 yaitu 470.000 kilo liter. Peningkatan jumlah gliserol yang tidak diiringi dengan diversifikasi dari produk gliserol tidak akan menambah nilai jual dari gliserol tersebut. Untuk ini perlu adanya pengolahan gliserol menjadi menjadi produk lain yang lebih bernilai ekonomi. Sebagai produk samping industri biodisel, 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 triasetin. Kegunaan triasetin sangat banyak baik untuk keperluan bahan makanan maupun non makanan. Untuk bahan makanan, triasetin dapat digunakan sebagai bahan aroma pada permen (gula-gula), minuman dari susu, minuman ringan dan permen karet. Sedangkan untuk bahan non makanan triasetin dapat digunakan untuk pelarut pada parfum, tinta cetak, pelarut pada aroma, plastisizer untuk resin selulosa, polimer dan ko-polimer (Nuryoto dkk., 2010).

Triasetin dibuat dari proses esterifikasi antara gliserol dan asam asetat dengan bantuan katalis. Selain produk triasetin, produk lain yang terbentuk pada proses esterifikasi gliserol dengan asam asetat adalah mono asetin gliserol dan diasetin gliserol. Silva dkk (2010) telah melakukan penelitian untuk membandingkan reaksi esterifikasi gliserol antara menggunakan asam asetat dan asam asetat anhidrat. Dalam penelitiannya dijelaskan untuk kondisi yang sama (katalis niobium phosphate, rasio 4 : 1), esterifikasi gliserol menggunakan asam asetat anhidrat memberikan selektivitas yang tinggi terhadap triasetin (100% pada 80 menit) dibandingkan dengan asam asetat (7% pada 120 menit). Selain itu, pada penelitian Silva ini juga memberikan informasi mengenai pengaruh penggunaan beberapa katalis yang digunakan dalam reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat anhidrat dan asam asetat.

Terkait penelitian sebelumnya mengenai reaksi esterifikasi dengan asam asetat secara umum menggunakan katalis heterogen (Balaraju dkk, 2010; Khayoon dan Hameed, 2011). Oleh karena itu penelitian selanjutnya mencoba menggunakan katalis homogen seperti yang dilakukan oleh widayat dkk (2013), dengan menggunakan katalis asam sulfat karena unggul dalam sifat higroskopiknya yang dapat menyerap air, sehingga reaksi esterifikasi berjalan kearah produk. 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%. 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/ situs aktif (dalam hal ini dopan berupa asam sulfat). Penelitian ini material penyangga yang dipilih adalah zeolit alam karena zeolit merupakan material berpori yang penggunaannya sangat luas. Penggunaan katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) akan digunakan dalam reaksi esterifikasi gliserol menggunakan asam asetat anhidrat.

## B. Batasan Masalah

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

1. Zeolit alam yang digunakan untuk membuat katalis zeolit asam berasal dari Wonosari Gunung Kidul.
2. Aktivasi zeolit alam dengan larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 2N, 4N dan 6N.
3. Uji aktivitas katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dilakukan dengan cara uji terhadap konversi gliserol dari reaksi esterifikasi gliserol menggunakan asam asetat anhidrat.
4. Karakterisasi gugus fungsional zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) menggunakan Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FT-IR), kristalinitas zeolit alam teraktivasi asam sulfat menggunakan X-ray Diffraction (XRD) dan keasaman menggunakan metode gravimetri.
5. Penelitian ini mengkaji tentang pengaruh jumlah asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dalam katalis zeolit sulfat dan waktu preaksian terhadap konversi gliserol terhadap proses sintesis triasetin dari gliserol.

### C. Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana karakteristik gugus fungsional, jenis mineral dan keasamaan zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ )?
2. Bagaimana zeolit alam teraktivasi asam sulfat jika digunakan sebagai katalis dalam sintesis triasetin dari gliserol?
3. Bagaimanakah pengaruh jumlah asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dalam katalis zeolit asam terhadap konversi gliserol dari reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat anhidrat?

### D. Tujuan Penelitian

Penelitian ini mempunyai beberapa tujuan, antara lain :

1. Mengetahui karakteristik gugus fungsional, jenis mineral dan keasamaan zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ).
2. Mengetahui zeolit alam teraktivasi asam sulfat jika digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi untuk mengkonversi gliserol pada sintesis triasetin.
3. Mengetahui selektivitas sintesis triasetin dari reaksi esterifikasi menggunakan gliserol dan asam asetat anhidrat dengan katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ).

## E. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan beberapa manfaat di antaranya:

### 1. Bagi Mahasiswa

Memberikan informasi dan referensi tentang pemanfaatan zeolit alam sebagai bahan dasar pembuatan katalis zeolit asam, serta memberi informasi tentang tahap esterifikasi menggunakan asam asetat anhidrat dalam sintesis triasetin.

### 2. Bagi Akademik

Menambah referensi di bidang penelitian kimia khususnya tentang pemanfaatan zeolit alam sebagai bahan dasar pembuatan katalis zeolit asam, serta tentang tahap esterifikasi menggunakan asam asetat anhidrat dalam sintesis triasetin.

### 3. Bagi Masyarakat

Menaikkan nilai guna zeolit alam dan mengurangi masalah penumpukan gliserol sebagai produk samping biodiesel, serta dapat meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomi gliserol dengan mengubahnya menjadi triasetin.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

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

1. Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotoetri infra merah (FT-IR) menunjukan bahwa zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) mengalami dealuminasi pada padatan zeolit yang menyebabkan terjadi pengurangan Al-O pada kerangka zeolit alam. Hal ini membuktikan bahwa padatan zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) lebih bersih dari pengotor.

Hasil karaterisasi dengan difraksi sinar x (XRD) menunjukkan bahwa zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) cenderung terdapat difraksi karakteristik untuk mineral mordenit.

zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 2N, 4N dan 6N menunjukkan kenaikan jumlah keasamaan menjadi 4,5248; 5,3476 dan 6,0852 mmol/gram.

2. Katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) cukup efektif sebagai katalis reaksi esterifikasi gliserol, karena pada reaksi tersebut dapat mengkonversi gliserol sekitar 76 %.
- 3.Katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dapat menghasilkan nilai selektivitas sekitar 100 % pada sintesis triasetin dari esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrat.

## B. Saran

Saran yang perlu dilakukan untuk mengembangkan penelitian ini adalah perlu dilakukannya pembandingan antara reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrat dan dengan menggunakan asam asetat untuk katalis yang sama yaitu zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ). Selain itu perlu pula dilakukan penelitian tentang pengaruh zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) terhadap kinetika reaksi dari reaksi esterifikasi tersebut.



## DAFTAR PUSTAKA

- Aji, S.B dkk. 2009. *X-Ray Diffractometer*. Surakarta: Jurusan Teknik Kimia.
- 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.
- Appleby, D. 2003. *The impact of biodiesel production on the glycerine market*.Oral prezentation of Procter & Gamble at American Oil Chemist Society, Champain, Illinois.
- Balaraju. M, P. Nikhitha, K. Jagadeeswaraiah, K. Srilatha, P.S. Sai Prasad, N. Lingaiah., 2010. *Acetylation of Glycerol to Synthesize Bioadditives over niobic acid Supported*.
- Barrault, J., Pouilloux, Y., Clacens, J. M., Vanhove, C., Bancquart, S. 2002. Catalysis and fine chemistry,*Catalysis Today* ,75, 177–181.
- Beiser, Arthur. 1995. *Concepts of Modern Physics*. 3rd Edition. Jakarta: Erlangga.
- Budiman, A., 2012, *Seminar Nasional “Perkembangan Riset dan Teknologi di Bidang Industri”*, UGM.
- Chang, R. .2010. *Chemistry, Tenth Edition*, Published by McGraw-Hill,.Pp 594 - 599
- Chatwall,G. 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*.Bombay :Himalaya Publishing House
- Cheetam, D., A., 1992, *Solid State Compound*, Oxford university press, 234-237
- Day. R.A.JR dan Underwood. L.U. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi keenam. Jakarta : Erlangga
- Diantariani, N.P., 2010, *Peningkatan Potensi Batu Padas Ladgenstone Sebagai Adsorben Ion Logam Berat Cr(III) Dalam Air Melalui Aktivitas Asam dan Basa*, FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran.
- Dyer, A., 1988, *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*, John Wiley and Sons Ltd., Chichester, England
- Endang Tri wahyuni. 2003. *Hand Out Metode Difraksi Sinar-X*. Yogyakarta: Laboratorium Kimia Analitik. FMIPA; Universitas Gajah Mada
- Ertan, A., and Ozkan, 2005, *CO<sub>2</sub> and N<sub>2</sub> Adsorption on the Acid (HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) Treated Zeolites*. Adsorption, Vol 11, 151-156
- Fatimah, I. 2013. *Kinetika Kimia*. Edisi Pertama. Yogyakarta : Graha Ilmu
- Fessenden, R.J.J.S.F. (1986) ‘Organic Chemistry’, third edition, California: Wadsworth Inc., California.

- Folleto, E.L., Ederson, G., Leonardo, H. O., Sergio, J., 2006, *Conversion of Rice Hull Ash Into Sodium Silicate. Material Research, vol 9, No 3,335 – 338*, Brazil.
- Frenzer, G and Maier, W. F. 2006. Amorphorous Porous Mixed Oxides : Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts.*Annual Review of Materials Reseach*. 36. pp 281-331.
- Hamdan, H., 1992, *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*, Universiti Teknologi Malaysia, Penang
- Harmita. 2006. *Analisis Fisika Kimia*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA-UI
- Khadijeh. B., Ghoreishidan 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.; Hameed, B. H., *Acetylation of glycerol to biofuel additives over sulfated activated carbon catalyst*, *BioresourceTechnology*, 2011, 102(19), 9229–9235.
- Khopkar. S.M. 2003. *Konsep-Konsep Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press
- Kumar, P., Jasra, RV., and Bhat, TSG, 1995, *Evolution of Porosity and Surface Acidity in Montmorillonite Clay on AcidActivation*, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 34 (4): 1440-1448
- Liao. Xiaoyuan, Yulei Zhu, Sheng-Guang Wang, Hongmei Chen, Yongwang Li., 2010. *Theoretical Elucidation of acetylating Glycerol With Acetic Acid and Acetic Anhydride*.
- Madejova, J. 2003. Review: *FTIR Techniques in Clay Mineral Studies, Vibrational Spectroscopy*. 31, 1-10
- Moffat, J. B. 1990. *Theoretical Aspects of Heterogeneouse Catalysis*. New York: Van Nostrand Reinhold.
- Nasikin. M dan Susanto. B.H . 2010. *Katalis Heterogen*. Edisi Pertama. Jakarta: UI-Press
- Nurjanto, P., 2011, *Sintesis Silika Gel dari Pelepas Pohon Salak Pondoh dengan Metode Sol-Gel Menggunakan NaOH dan HCl*, Skripsi, Yogyakarta : Fak. Saintek UIN Sunan Kalijaga.
- Nuryoto, Sulistyo,H., Rahayu S.S., Sutijan., 2010. *Uji Performa Katalisator Resin Penukar Ion Untuk Pengolahan Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menjadi Triacetin*. Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses 2010.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Setiadi dan Pertiwi, A., 2007, *Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi senyawa ABE menjadi Hidrokarbon*, *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS*, ISSN : 0216-4183, 1-4

- Setyawan P.H.D., 2002, *Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis, Jurnal Ilmu Dasar, Vol. 3 No.2, Juli 2002.*
- Sherrington, D. C., and A. P. Kybett, 2001, *Supported Catalysts and Their Application, Royal Society of Chemistry. London, 61-65*
- Shigemoto, N, Sugiyama, S, Hayashi, H, and Miyaura, K. 1995. *Characterization of Na-X, Na-A and Coal Fly Ash Zeolite and Their Amorphous Precursors by IR, MAS NMR and XPS, J. Mater. Sci. 30, 5777-5782*
- Silva. Leonardo N, Valter L.C, Goncalves, Claudio J.A. Mota., 2010. *Catalytic Acetylation of Glycerol With Acetic Anhydride.*
- Smith, K., 1992, *Solid Support and Catalyst in Organic Synthesis*, Ellis Horwood PTR, Prentice Hall, London.
- Sumar Hendayana. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang; IKIP Semarang Press
- Sunardi, S.P. (2006) '116 Unsur Kimia Deskripsi dan Pemanfaatannya', Yrama Widya.
- Sutarti, M. dan M. Rachmawati, 1994, *Zeolit: Tinjauan Literatur*, Jakarta: Pusat dokumentasi dan dan Informasi LIPI.
- Suyartono & Husaini, 1991, *Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia yang Dilakukan P3TM Periode 1980-1991*. Bandung: Pusat Penelitian Pengembangan Teknologi Mineral
- Tomiyama, S., Takahashi, R., Sato, S., Sodesawa, T., Yoshida, S. 2003. Preparation of Ni/SiO<sub>2</sub> Catalyst with High Thermal Stability for CO<sub>2</sub>-reforming of CH<sub>4</sub>. *Applied Catalyst A: General*. 241. pp. 349-361.
- 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.
- Widayat, Hantoro Satriadi, Abdullah, Ika Windrianto K. Handono. 2013. *Proses Produksi Triasetat dari Gliserol dengan Katalis Asam Sulfat*.
- Widjonarko, DM., Pranoto., dan Cristina, Y., 2003, *Pengaktifan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan NaOH Terhadap Luas Permukaan dan Keasaman Alofan, Alchemy*
- Xiaoyuan Liao, Yulei Zhu, Sheng-Guan Wang, Yongwang Li. 2009. *Producing Triacetylglycerol with Glycerol by Two Steps : Esterification and Acetylation*.
- Yuanita, D., 2009, *Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat Menjadi Stearil Alkohol Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Alam*, Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY.
- 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 (W0) (gr)	m.cawan+zeolit (W1) (gr)	m.cawan+zeolit+ammonia (W2) (gr)	Keasaman (mmol/gr)
ZA	28,54	28,83	28,85	4,0567
ZAA 2N	23,52	23,78	23,80	4,5248
ZAA 4N	25,88	26,10	26,12	5,3476
ZAA 6N	27,47	27,76	27,79	6,0852

#### 2. Perhitungan Keasaman Katalis

$$W \text{ NH}_3 \text{ (Keasaman Katalis)} = \frac{(W_2 - W_1)}{(W_1 - W_0) \times M_r \text{NH}_3} \times 1000 \text{ mmol/gram}$$

##### a. Katalis ZA

$$W \text{ NH}_3 \text{ (Keasaman katalis)} = \frac{(28,85 - 28,83)}{(28,83 - 28,54) \times 17} \times 1000 = 4,0567 \text{ mmol/gram}$$

##### b. Katalis ZAA 2N

$$W \text{ NH}_3 \text{ (Keasaman katalis)} = \frac{(23,80 - 23,78)}{(23,78 - 23,52) \times 17} \times 1000 = 4,5248 \text{ mmol/gram}$$

##### c. Katalis ZAA 4N

$$W \text{ NH}_3 \text{ (Keasaman katalis)} = \frac{(26,12 - 26,10)}{(26,10 - 25,88) \times 17} \times 1000 = 5,3476 \text{ mmol/gram}$$

##### d. Katalis ZAA 6N

$$W \text{ NH}_3 \text{ (Keasaman katalis)} = \frac{(27,79 - 27,76)}{(27,76 - 27,47) \times 17} \times 1000 = 6,0852 \text{ mmol/gram}$$

## Lampiran 2 Perhitungan Nilai Konvesi Gliserol

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

Katalis	Volume NaOH 1 M (mL)		Rata-rata (mL)	Mol NaOH(mol)
	Tit 1	Tit 2		
ZAA 2N	8,9	9,1	9	0,009
ZAA 4N	9,3	9,1	9,2	0,0092
ZAA 6N	10,1	10,2	10,15	0,01015

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

Jika massa awal Gliserol adalah 5 mL, maka :

$$\text{Mol awal Gliserol} = \frac{\text{MassaGliserol}}{\text{MrGliserol}} = \frac{5\text{mL} \times 1,26}{92 \text{ g/mol}} = 0,0685 \text{ mol}$$

Jika massa awal Anh. Asam asetat adalah 30 mL, maka :

$$\text{Mol awal Anh As. Asetat} = \frac{\text{Massaanh.as.asetat}}{\text{Mranh.as.asetat}} = \frac{30\text{mL} \times 1,08}{102,08 \text{ g/mol}} = 0,317 \text{ mol}$$

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



Jika mol Anh. Asam Asetat sisa =  $\frac{1}{2}$  mol NaOH, jika jumlah mol sisa dari spesies 3 anh. Asam asetat dan 3 asam asetat (produk samping) :

Reaksi 2 (Reaksi Esterifikasi):

Katalis ZAA 2N

	Gliserol	+	3Anh.Asam asetat	$\longrightarrow$	Triasetat	+	3Asam Asetat
Awal :	0,0685 mol		0,317 mol		---		---
Bereaksi :	0,05208 mol		0,156 mol		0,0165 mol		0,156mol
Setimbang:	0,0165 mol		0,0045 mol		0,0165 mol		

Maka mol gliserol yang bereaksi adalah 0,05208 mol.

Katalis ZAA 4N

	Gliserol	+	3Anh.Asam Asetat	$\longrightarrow$	Triasetat	+	3Asam Asetat
Awal :	0,0685 mol		0,317 mol		---		---
Bereaksi :	0,05206 mol		0,1562 mol		0,01643 mol		0,1562 mol
Setimbang:	0,01643 mol		0,0046 mol		0,01643 mol		

Maka mol gliserol yang bereaksi adalah 0,052066 mol.

Katalis ZAA 6N

	Gliserol	+	3Anh.Asam Asetat	$\longrightarrow$	Triasetat	+	3 Asam Asetat
Awal :	0,0685 mol		0,317 mol		---		---
Bereaksi :	0,051987 mol		0,15596 mol		0,01651 mol		0,15696 mol
Setimbang:	0,01651 mol		0,005075 mol		0,01651 mol		

Maka mol gliserol yang bereaksi adalah 0,051987 mol.

Langkah tersebut digunakan untuk menghitung mol gliserol dan didapatkan hasil:

Katalis	Mol Anh. Asetat Sisa (mol)	Mol Gliserol yang bereaksi (mol)
ZAA 2N	0,0045	0,05208
ZAA 4N	0,0046	0,052066
ZAA 6N	0,005075	0,051987

### 3. Perhitungan Nilai Konversi Gliserol

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

a. Katalis ZAA 2N:

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,05208}{0,0685} \times 100\% = 76,03\%$$

b. Katalis ZAA 4N:

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,52066}{0,0685} \times 100\% = 76,01\%$$

c. Katalis ZAA 6N:

$$\text{Konversi Gliserol (\%)} = \frac{0,051987}{0,0685} \times 100\% = 75,766\%$$

### Lampiran 3 Perhitungan Nilai Selektivitas Triasetin

- Konsentrasi Triasetin dari produk reaksi menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) hasil instrumentasi GC

Katalis	KonsentrasiTri setin (%)	Totalkonsentrasi produk (%)	Selektivitas (%)
ZAA 2N	37,1877	37,1877	100
ZAA 4N	34,6218	34,6218	100
ZAA 6N	34,3676	34,3676	100

### 2. Perhitungan Selektivitas Triasetin (%)

$$\text{Selektivitas Trisetin (\%)} = \frac{\text{KonsentrasiProdukyangdicari}}{\text{TotalKonsentrasiProduk}}$$

a. Katalis ZAA 2N

$$\text{Selektivitas Triasetin (\%)} = \frac{37,1877}{37,1877} \times 100\% = 100\%$$

b. Katalis ZAA 4N

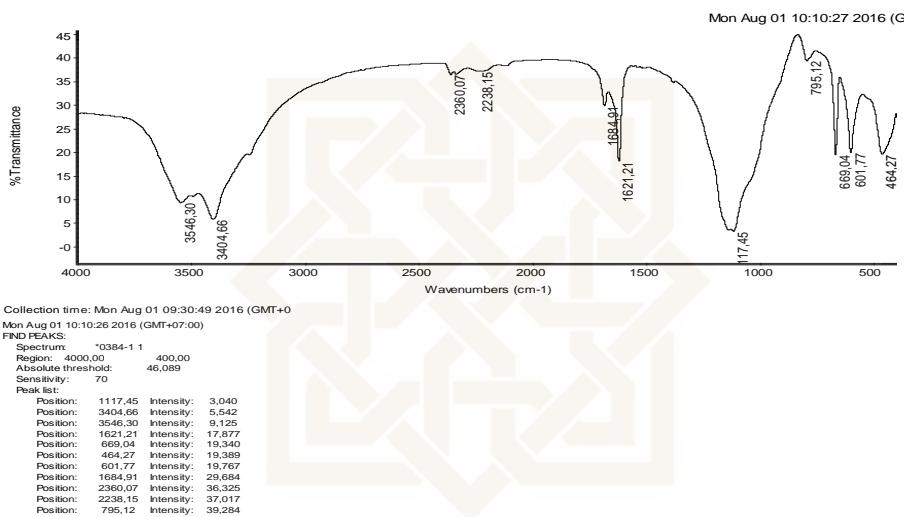
$$\text{Selektivitas Triasetin (\%)} = \frac{34,6218}{34,6218} \times 100\% = 100\%$$

c. Katalis ZAA 6N

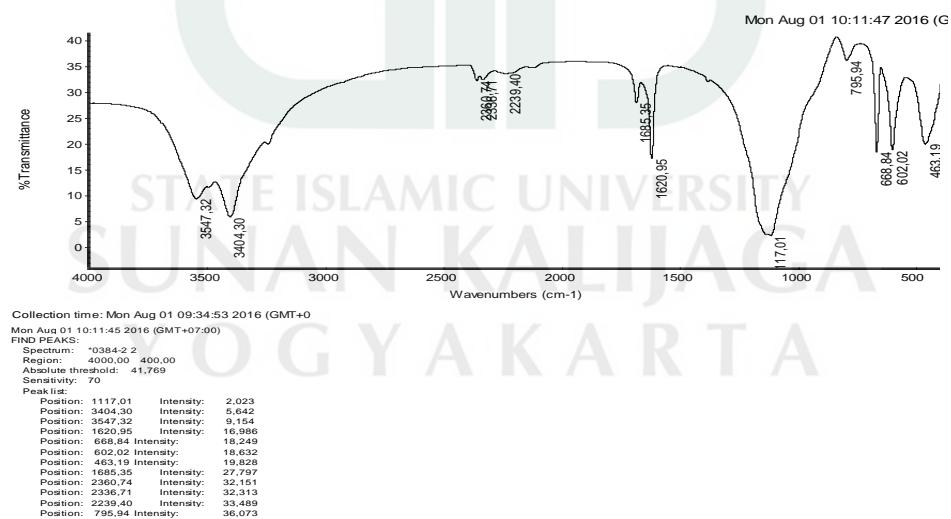
$$\text{Selektivitas Triacetin (\%)} = \frac{34,3676}{34,3676} \times 100\% = 100\%$$

## Lampiran 4 Spektra FT-IR Katalis

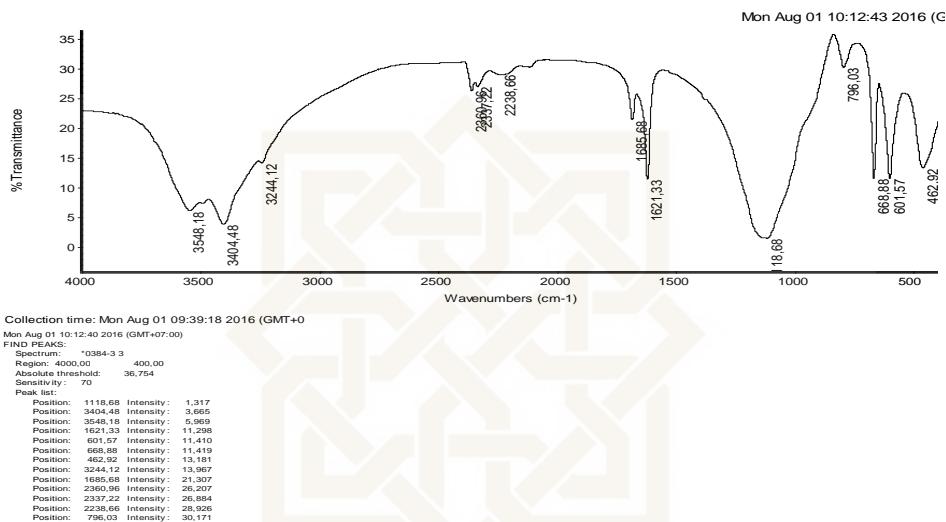
### ZAA 2N



### ZAA 4N

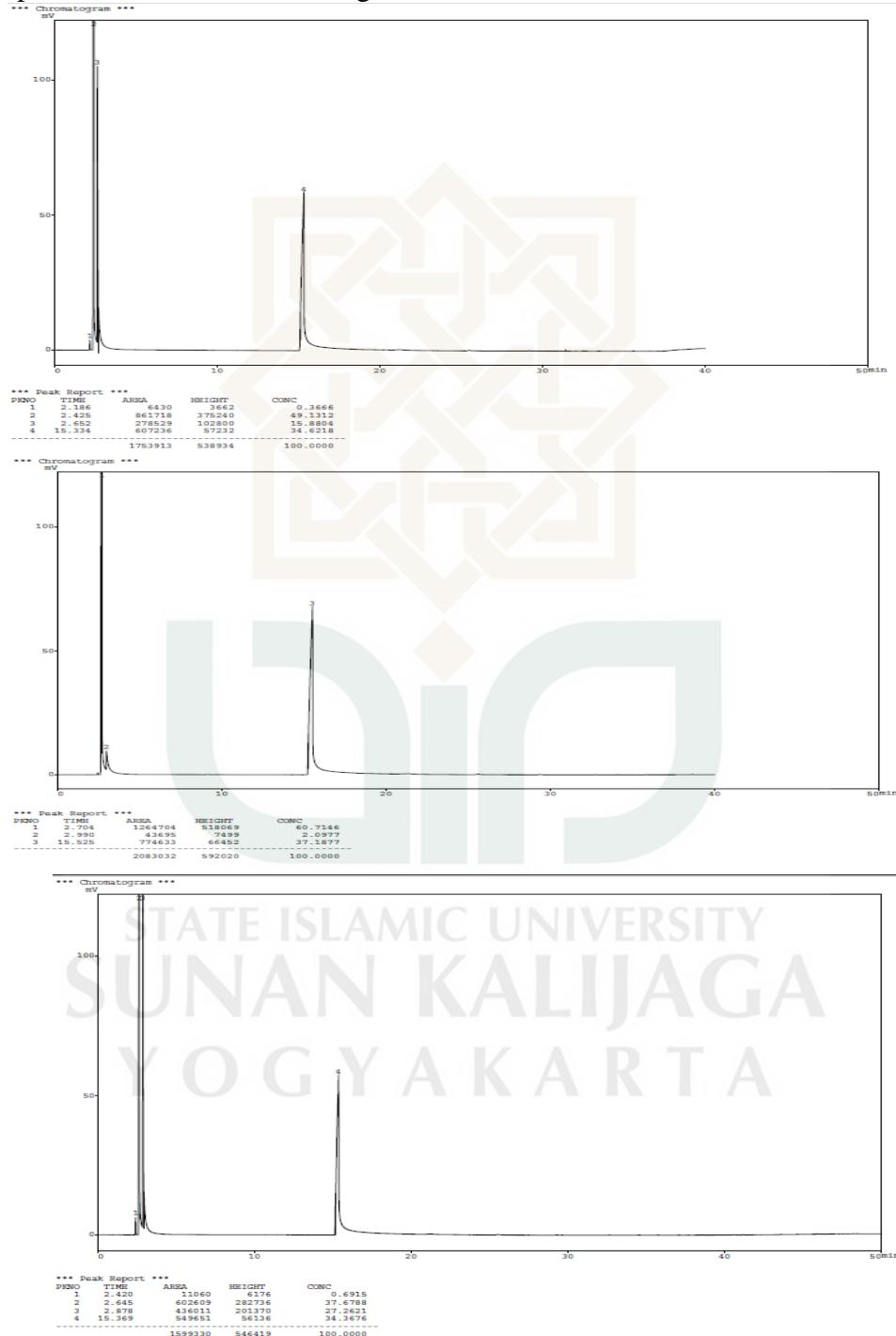


## ZAA 6N

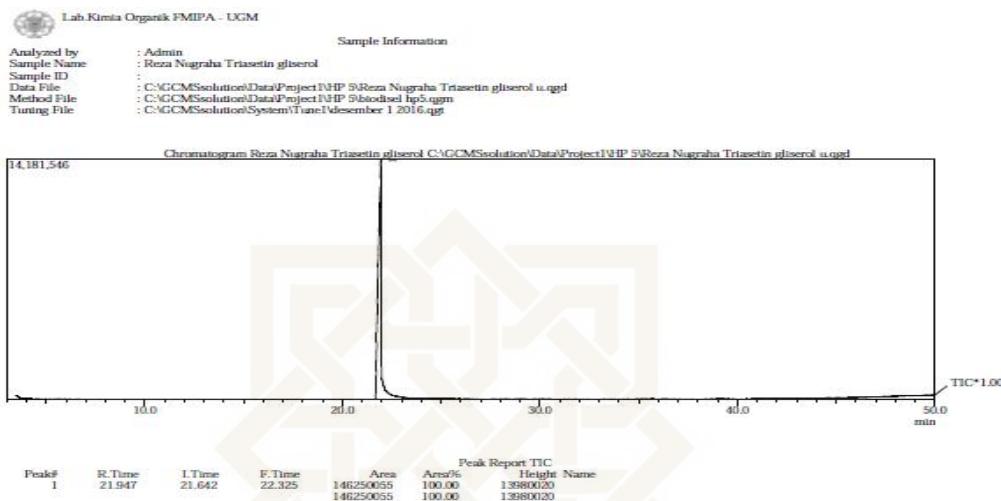


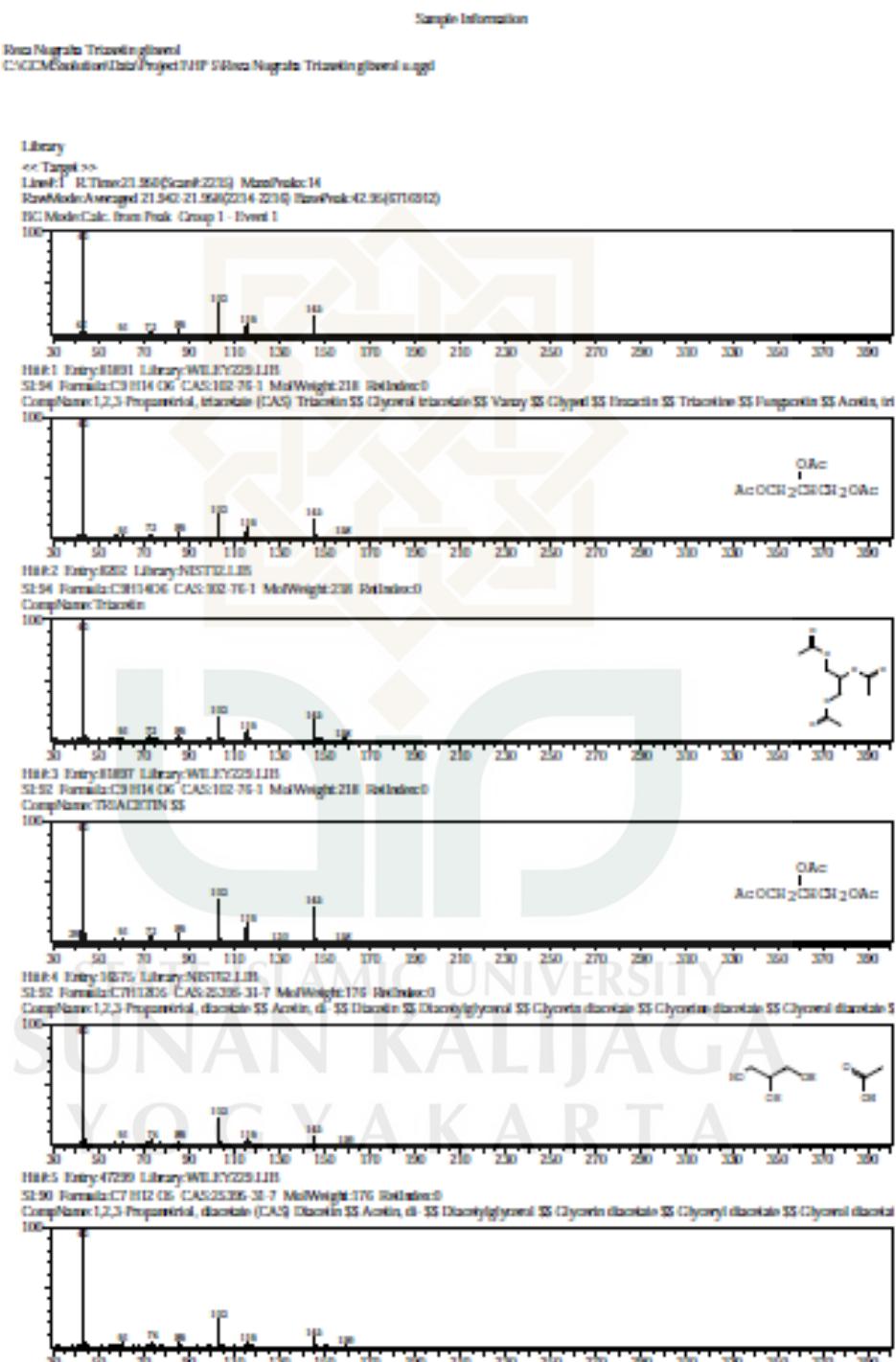
STATE ISLAMIC UNIVERSITY  
**SUNAN KALIJAGA**  
 YOGYAKARTA

Lampiran 5 hasil kromatogram GC dari esterifikasi sintesis triasetin

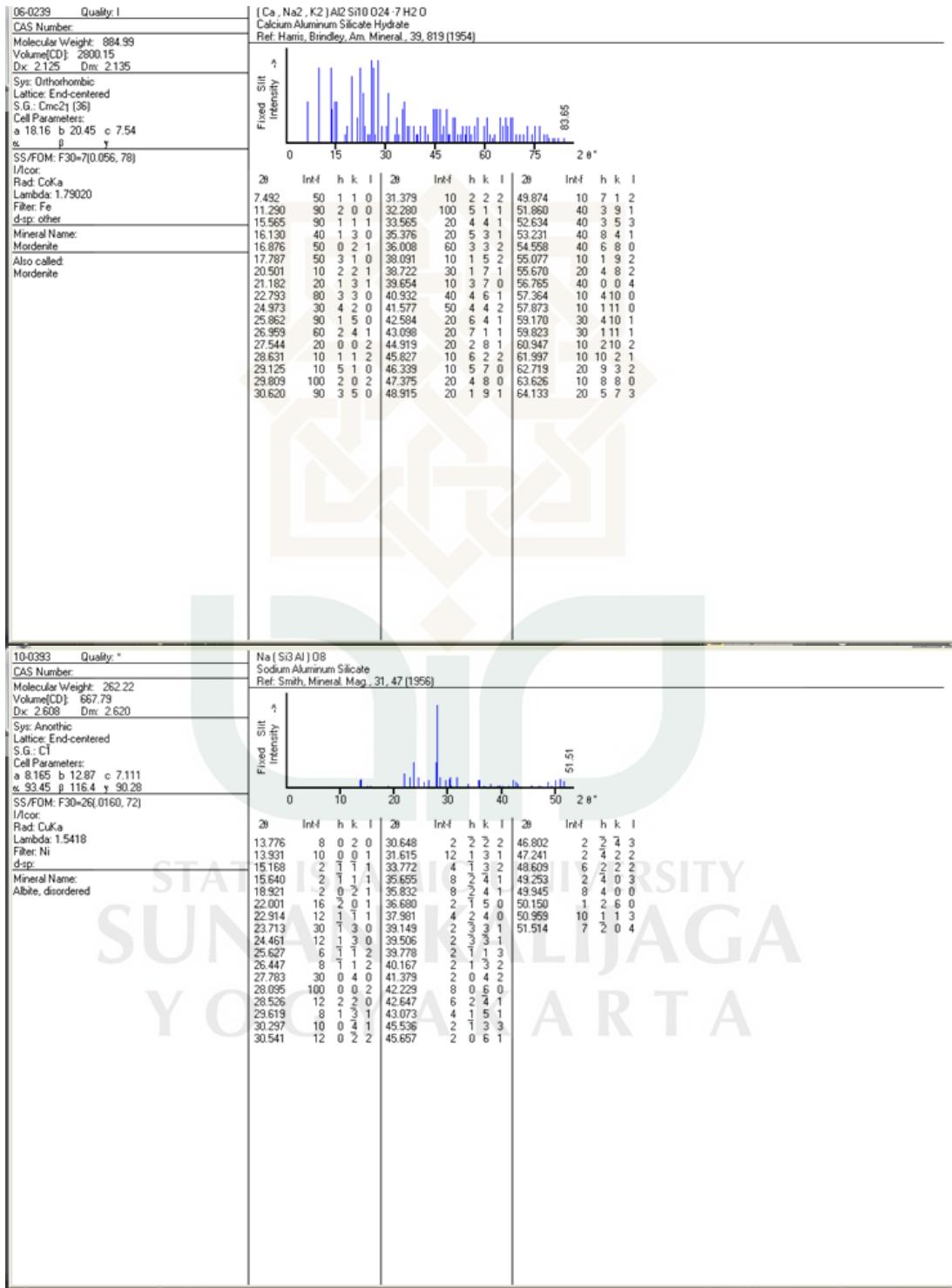


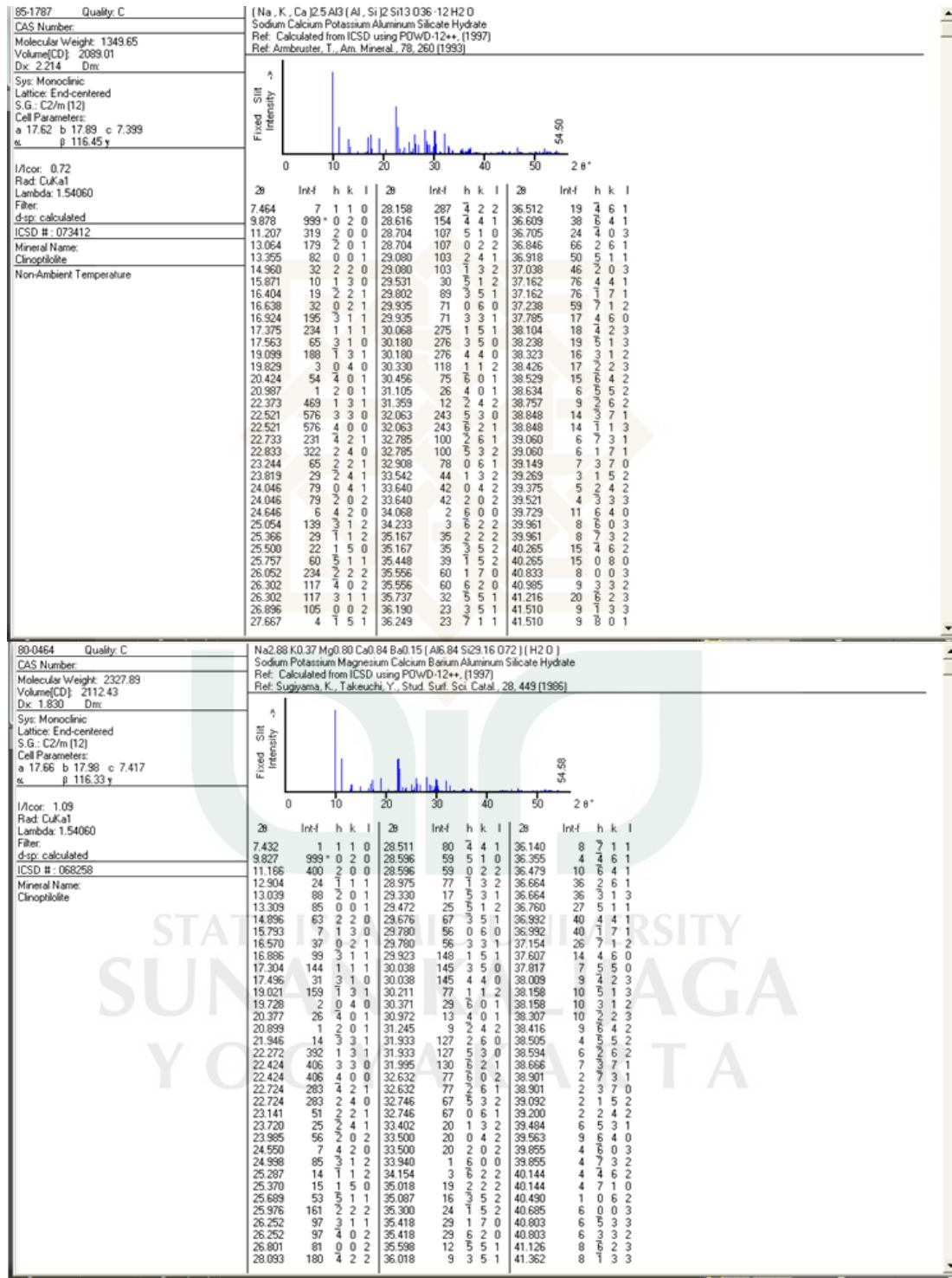
Lampiran 6 hasil kromatogram GC-MS dari esterifikasi sintesis triasetin

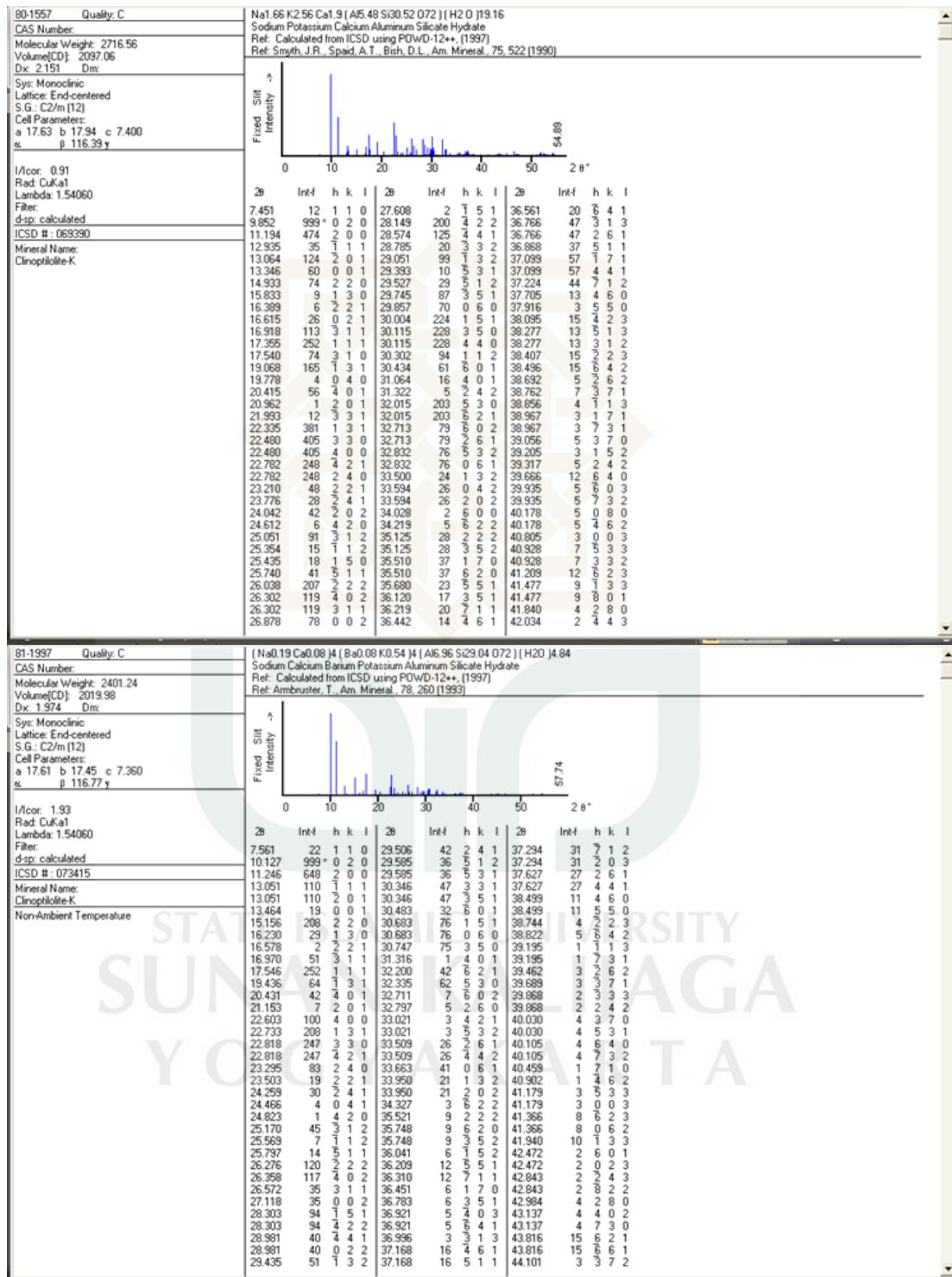


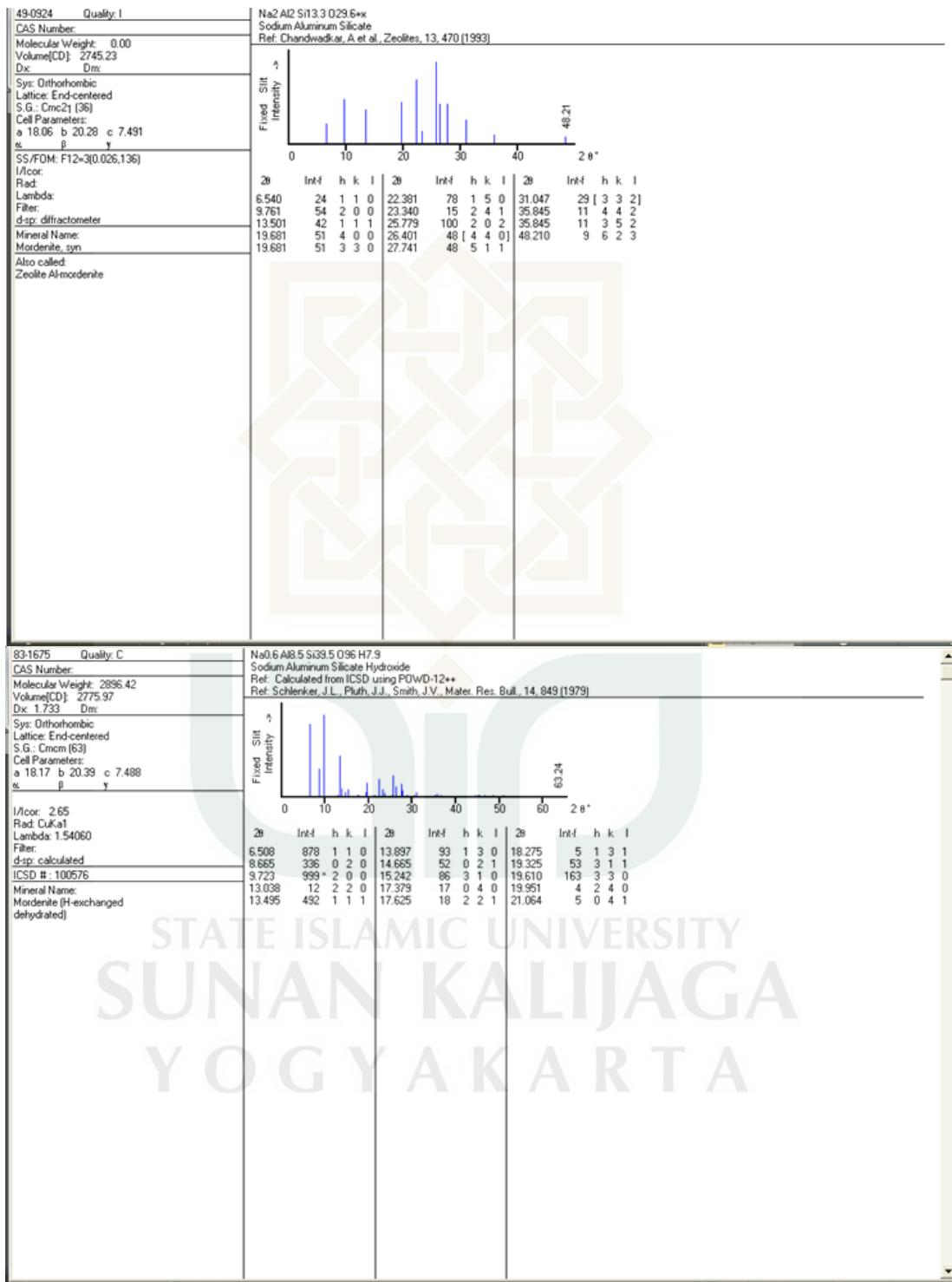


## Lampiran 7 JCPDS









STATE ISLAMIC UNIVERSITY  
SUNAN KALIJAGA  
YOGYAKARTA

