

**MODIFIKASI ZEOLIT ALAM DENGAN ZIRCONIUM
OXYDECHLORIDE PRODUK PSTA-BATAN DAN UJI KATALITIKNYA
UNTUK SINTESIS SENYAWA TURUNAN GLISEROL**

**Skripsi
Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan
Mencapai derajat Sarjana Kimia**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2018**

**MODIFIKASI ZEOLIT ALAM DENGAN ZIRCONIUM
OXYDECHLORIDE PRODUK PSTA-BATAN DAN UJI KATALITIKNYA
UNTUK SINTESIS SENYAWA TURUNAN GLISEROL**

**Skripsi
Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan
Mencapai derajat Sarjana Kimia**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2018**



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 wr. wb.

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

Nama : Ida Farida

NIM : 13630045

Judul Skripsi : Modifikasi Zeolit Alam dengan *Zirconium Oxydechloride*

Produk PSTA-BATAN dan Uji Katalitiknya Untuk
Sintesis Senyawa Turunan Gliserol.

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 diatas dapat segera dimunaqasyahkan. Atas perhatiannya kami menyampaikan terimakasih.

Wassalamu 'alaikum wr.wb.

Yogyakarta, 9 Februari 2018

Pembimbing

Didik Krisdiyanto, S.Si., 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 wr. wb.

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

Nama : Ida Farida

NIM : 13630045

Judul Skripsi : Modifikasi Zeolit Alam dengan *Zirconium Oxydechloride*
Produk PSTA-BATAN dan Uji Katalitiknya Untuk
Sintesis Senyawa Turunan Gliserol

Sudah dapat diajukan 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.

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 5 Maret 2018

Konsultan

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



NOTA DINAS KONSULTAN

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

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 : Ida Farida

NIM : 13630045

Judul Skripsi : Modifikasi Zeolit Alam dengan Zirconium Oxydechloride Produk PSTA-BATAN dan Uji Katalitiknya Untuk Sintesis Senyawa Turunan Gliserol

Sudah dapat diajukan 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.

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 5 Maret 2018

Konsultan

Pedy Artsanti, S.Si., M.Sc
NIP. 19720306 000000 2 301

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Ida Farida

NIM : 13630045

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Skripsi : **Modifikasi Zeolit Alam dengan Zirconium Oxydechloride**

**Produk PSTA-BATAN dan Uji Katalitiknya Untuk
Sintesis Senyawa Turunan Gliserol**

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 perguruanlain, kecuali pada bagian tertentu yang saya ambil sebagai acuan dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila terbukti ini tidak benar, sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya.

Yogyakarta, 5 Maret 2018



Ida Farida
NIM : 13630045



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-1225/Un.02/DST/PP.00.9/03/2018

Tugas Akhir dengan judul : Modifikasi Zeolit Alam dengan Zirconium Oxydechloride Produk PTSA-BATAN dan Uji Katalitiknya untuk Sintesis Senyawa Turunan Gliserol

yang dipersiapkan dan disusun oleh:

Nama : IDA FARIDA
Nomor Induk Mahasiswa : 13630045
Telah diujikan pada : Jumat, 23 Februari 2018
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

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

Pengaji II

Pedy Artsanti, S.Si. , M.Sc.
NIP. 19720306 000000 2 301

Yogyakarta, 23 Februari 2018

UIN Sunan Kalijaga

Fakultas Sains dan Teknologi

DEKAN

Dr. Muftono, M.Si.
NIP. 19691212 200003 1 001



MOTTO

*“Katakanlah : sekiranya lautan menjadi tinta untuk (menulis) kalimat-kalimat
Tuhanku, sungguh habislah lautan itu sebelum habis (ditulis) kalimat-kalimat
Tuhanku, meskipun kami datangkan tambahan sebanyak itu (pula).”*

(QS. Al-Kahfi, 109)

“quality is more important than quantity.

One home is run much than two doubles.” (Steve Jobs)

*“Everyone has his own way of looking at the future. So, don’t judge someone from
their choices. Cause you don’t know what they want from their choices.”*

(Ida Farida)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini saya dedikasikan

Untuk Ibu dan Bapak

Yang telah memberikan dukungan kepada anaknya untuk terus belajar

Dan

Untuk Almamater Program Studi Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi



KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, segala puji bagi Allah Tuhan semesta alam yang telah memberikan kesempatan dan kekuatan sehingga skripsi yang berjudul “Modifikasi Zeolit Alam dengan *Zirconium Oxydechloride* Produk PSTABATAN dan Uji Katalitiknya Untuk Sintesis Senyawa Turunan Gliserol” dapat diselesaikan sebagai salah satu persyaratan mencapai derajat Sarjana Kimia.

Penyusun dalam hal ini mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan 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. Susy Yunita Prabawati, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama berlangsungnya studi.
3. Bapak Irwan Nugraha, M.Sc., selaku Dosen Penasihat Akademik yang dengan ikhlas dan sabar membimbing, mengarahkan dan memotivasi serta meluangkan waktunya dalam segala proses yang berhubungan dengan akademik.
4. Bapak Didik Krisdiyanto, M.Sc., selaku Pembimbing skripsi yang telah memberikan arahan dalam menyusun dan menyelesaikan skripsi ini.
5. Segenap Dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang sudah memberikan ilmu yang sangat bermanfaat.
6. Bapak Wijayanto, Ibu Isnini dan Pak Indra selaku Laboran Laboratorium Kimia UIN Sunan Kalijaga yang telah membantu selama proses penelitian.
7. Bapak dan ibu serta seluruh keluarga besar saya yang telah memberikan dukungan baik itu materil maupun moril dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Mbak firda, mbak beta, mita dan afidah yang bukan hanya sekedar teman belajar tetapi juga teman bermain dan tempat berkeluh kesah.

9. Teman-teman kimia angkatan 2013 yang telah memberikan rasa persaudaraan sebagai keluarga sehingga penulis dapat menyelesaikan studi yang dijalankan.
10. Seluruh keluarga besar Himpunan Mahasiswa Program Studi (HMPS) Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
11. Kakak-kakak lintas angkatan yang telah memberikan pembelajaran selama proses penelitian berlangsung.
12. Seluruh anggota kos astri bintang 9 dan rekan kerja di ayumi cafe yang selalu memberikan semangat dan selalu mendengarkan keluh kesah penulis sehingga skripsi yang dikerjakan dapat diselesaikan dengan baik.
13. Kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi.

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

Yogyakarta, 9 Februari 2018

Ida Farida
13630045

DAFTAR ISI

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	ii
NOTA DINAS KONSULTAN	iii
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI.....	v
PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	vi
MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
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.....	10
1. Zeolit Alam	10
2. Gliserol dan konversi gliserol	16
3. Reaksi esterifikasi	17
4. Spektrofotometri Inframerah	19
5. <i>X-Ray Difraction (XRD)</i>	20
6. Gas Kromatografi-Spektrskopi Massa.....	21
BAB III METODE PENELIATIAN.....	24
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	24
B. Alat-alat Penelitian.....	24
C. Bahan Penelitian	24
D. Cara Kerja Penelitian	25
1. Perlakuan Awal Zeolit Alam	25
2. Aktivasi Zeolit Alam	25
3. Impregnasi Zr Pada Zeolit Alam Teraktivasi	26
4. Sintesis Triacetin Secara Esterifikasi dengan Katalis ZA/Zr. ..	26
5. Penambahan Tahap Asetilasi Untuk Menaikkan Selektifitas Terhadap Triasetin	27
E. Teknik Analisis Data.....	27
1. Karakterisasi Terhadap Material Katalis	27
2. Uji Aktivitas Katalis	28

3. Menghitung selektivitas Triacetin atau <i>Triacetyl Glycerol</i> (TAG).....	28
4. Analisa Produk Triacetin	28
 BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	29
A. Karakterisasi Katalis ZA/Zr	29
1. Karakterisasi Katalis ZA/Zr Menggunakan FTIR	29
2. Karakterisasi Katalis ZA/Zr Menggunakan XRD	31
3. Uji Keasaman Katalis ZA/Zr	34
B. Karakterisasi Senyawa Hasil Esterifikasi	35
1. Karakterisasi Senyawa Hasil Esterifikasi Menggunakan FTIR.....	35
2. Karakterisasi Senyawa Hasil Esterifikasi Menggunakan GC-MS.....	37
C. Uji Katalitik ZA/Zr untuk Sintesis Senyawa Turunan Gliserol....	39
1. Konversi Gliserol	39
2. Selektivitas Senyawa Turunan Gliserol	41
3. Pengaruh Penambahan Anhidrida Asam Asetat Pada Proses Asetilasi	42
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	45
A. Kesimpulan	45
B. Saran	46
 DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	51

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Mekanisme reaksi Dealuminasi.....	13
Gambar 2.2	Mekanisme Dealuminasi dengan Perlakuan Hidrotermal	14
Gambar 2.3	Mekanisme Pertukaran ion H ⁺	14
Gambar 2.4	Mekanisme Reaksi Esterifikasi	16
Gambar 2.5	Reaksi Esterifikasi	17
Gambar 2.6	Reaksi Pembentukan Biodisel dan Gliserol	17
Gambar 2.7	Reaksi Esterifikasi Pembentukan Senyawa Turunan Gliserol	18
Gambar 2.8	Reaksi Asetilasi Pembentukan Triacetin	19
Gambar 4.1	Hasil Spektra FTIR ZA/Zr-0 dan ZA/Zr-5	30
Gambar 4.2	Difraktogram ZA/Zr 0 dan ZA/Zr-5	32
Gambar 4.3	Spektra FTIR Senyawa Hasil Esterifikasi	35
Gambar 4.4	Reaksi Pembentukan Senyawa Turunan Gliserol.....	36
Gambar 4.5	Kromatogram Hasil Esterifikasi	38
Gambar 4.6	Spektra Massa Diacetin	38
Gambar 4.7	Spektra Massa Triacetin	38
Gambar 4.8	Diagram Selektivitas Senyawa Turunan Gliserol Hasil Esterifikasi menggunakan Katalis ZA/Zr-5	41
Gambar 4.9	Diagram Selektivitas Senyawa Turunan Gliserol Setelah Reaksi Asetilasi menggunakan katalis ZA/Zr-5	42

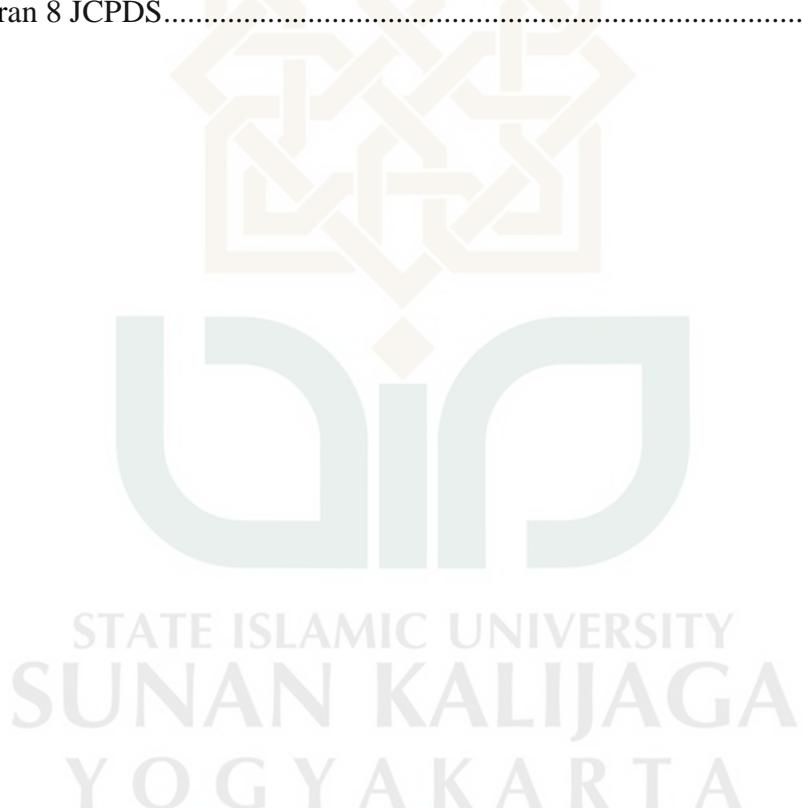
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Tabel Beberapa Penelitian Tentang Triasetin	7
Tabel 2.2	Perbandingan Karakteristik H/ZA dan ZA/Zr.....	9
Tabel 4.1	Interpretasi Spektra FTIR Zeolit	30
Tabel 4.2	Interpretasi puncak difraksi pada ZA/Zr-0 dan ZA/Zr-5	33
Tabel 4.3	Keasaman Katalis ZA/Zr.....	34
Tabel 4.4	Hasil Interpretasi Spektra Inframerah Produk Esterifikasi Gliserol.....	36
Tabel 4.5	Konversi Gliserol	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Keasaman Katalis	51
Lampiran 2 Perhitungan Presentase Konversi Gliserol	52
Lampiran 3 Perhitungan Presentase Selektivitas Produk Esterifikasi.....	53
Lampiran 4 Spektra FTIR Katalis ZA/Zr	54
Lampiran 5 Difraktogram XRD katalis ZA/Zr	59
Lampiran 6 Hasil Kromatogram GC dari sintesis Triacetin	61
Lampiran 7 Hasil GC-MS dari Esterifikasi Gliserol.....	65
Lampiran 8 JCPDS.....	68



ABSTRAK
MODIFIKASI ZEOLIT ALAM DENGAN ZIRCONIUM
OXYDECHLORIDE PRODUK PSTA-BATAN DAN UJI
KATALITIKNYA UNTUK SINTESIS SENYAWA TURUNAN
GLISEROL

Oleh:
Ida Farida
13630045

Pembimbing
Didik Krisdiyanto, M.Sc.

Penelitian mengenai modifikasi zeolit alam dengan *zirconium oxydechloride* produk PSTA-BATAN dan aplikasinya untuk sintesis senyawa turunan gliserol telah dilakukan dengan 4 tahap, yaitu aktivasi zeolit alam, impregnasi logam Zr kedalam zeolit alam aktif, aplikasi katalis ZA/Zr untuk sintesis senyawa turunan gliserol menggunakan asam asetat (tahap esterifikasi) dan reaksi asetilasi menggunakan anhidrida asam asetat. Tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh impregnasi Zr pada katalis zeolit alam aktif dan uji katalitiknya untuk sintesis senyawa turunan gliserol yang meliputi pengaruh waktu terhadap konversi gliserol dan selektivitas senyawa turunan gliserol, serta pengaruh penambahan anhidrida asam asetat (tahap asetilasi) terhadap selektivitas *triacetin*.

Katalis yang digunakan yaitu zeolit alam aktif terimpregnasi Zr dengan variasi 0%; 5%; dan 10% (b/b) dari zeolit. Hasil analisa menggunakan FT-IR dan XRD terhadap katalis menunjukkan bahwa katalis yang di sintesis berupa zeolit alam teraktivasi asam berjenis mordenit. Adanya logam Zr yang terembang kedalam katalis zeolit alam aktif ditunjukkan munculnya puncak difraksi pada $2\theta = 22,09$ dan $2\theta = 35,55$. Sedangkan hasil analisa terhadap produk esterifikasi menggunakan FTIR dan GC-MS menunjukkan adanya gugus ester serta adanya senyawa *diacetin* dan *triacetin* yang terbentuk. Konversi terbesar diberikan oleh katalis ZA/Zr-5 yaitu sebesar 46,41%. Adanya penambahan anhidrida asam asetat tidak memberikan dampak yang signifikan terhadap selektivitas *triacetin*.

Kata Kunci : zeolit alam aktif, impregnasi, zirconium, gliserol, asam asetat, anhidrida asam asetat, konversi gliserol, selektivitas, *diacetin*, *triacetin*.

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar belakang

Gliserol merupakan produk samping dari proses pembuatan biodisel secara transesterifikasi yang dihasilkan kurang lebih 10% dari total volume produk biodisel (Khayoon dkk, 2011). Jika semakin banyak biodisel yang akan diproduksi, maka akan menyebabkan semakin banyak pula terbentuk produk samping berupa gliserol.

Proses esterifikasi gliserol adalah salah satu metode yang banyak digunakan untuk memproduksi produk turunan gliserol. Dalam reaksi esterifikasi dihasilkan bermacam-macam ester yang mempunyai banyak kegunaan dan bernilai lebih tinggi. Produk dari konversi gliserol ini bersifat ramah lingkungan dan terbarukan karena bukan merupakan turunan dari minyak bumi (Ari, 2012). Sebagai produk samping 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. Salah satunya adalah dengan membuat turunan gliserol melalui proses esterifikasi menggunakan katalis berupa asam.

Produk esterifikasi gliserol dengan asam asetat yaitu berupa *MonoAcetyl Gliserol* (MAG), *DiAcetyl Gliserol* (DAG), dan *TriAcetyl Gliserol* (TAG). Untuk meningkatkan nilai ekonomis gliserol hasil samping industri biodiesel, gliserol dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk pembuatan bahan kimia lainnya.

Salah satu peluang pemanfaatan gliserol yang cukup menjanjikan adalah sebagai bahan baku gliserol monoacetin dan diacetin telah diterapkan dalam industri kriogenik dan bahan baku poliester sebagai plastik *biodegradable*, triacetin diterapkan secara luas untuk farmasi, kosmetik dan bahan bakar aditif.

Dalam reaksi esterifikasi, katalis yang digunakan yaitu berupa asam. Katalis homogen telah banyak digunakan dalam industri dan menimbulkan dampak negatif berupa sejumlah besar limbah asam, yang juga memiliki kelemahan yaitu sulit dipisahkan dengan produknya. Dalam upaya menggantikan katalis asam konvensional, dapat dilakukan dengan menggunakan katalis heterogen dengan menggunakan bantuan material penyangga.

Zeolit merupakan material yang sering digunakan sebagai material penyangga dalam pemanfaatannya sebagai katalis. Upaya yang dilakukan untuk memaksimalkan kerja dari zeolit yang dimanfaatkan sebagai katalis yakni dengan aktivasi dan memodifikasi zeolit dengan bahan pengembang logam aktif atau yang biasa disebut dengan impregnasi.

Impregnasi logam dalam zeolit alam telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Suharto dkk (2007) telah melakukan pengembangan logam Cr, Ni dan Ti pada zeolit alam Bengkulu secara impregnasi. Hasil impregnasi logam pada zeolit alam Bengkulu dapat meningkatkan luas permukaan dan keasaman, yaitu 110,83; 98,97; 109,03 m²/g dan keasaman 3,426; 3,372; 3,355 mmol NH₃/g zeolit secara berturut-turut dari yang semula luas permukaan dan keasaman zeolit alam Bengkulu 97,26 m²/g dan 1,537 mmol NH₃/g zeolit. Handayani dkk (2015) membandingkan karakteristik dari katalis zeolit alam teraktivasi dengan

Zr⁴⁺/Zeolit Alam menunjukkan bahwa adanya penambahan logam Zr dalam zeolit alam aktif dapat meningkatkan keasaman dan luas permukaan. Keasaman dan luas permukaan zeolit alam meningkat dari 2,76 mmol NH₃/g zeolit menjadi 6,64 mmol NH₃/g zeolit dan 3,010 m²/g menjadi 3,100 m²/g setelah dilakukan impregnasi logam Zr.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Nirmala sari dkk (2015) mendapatkan hasil konversi tertinggi sebesar 90,02 %, dengan mereaksikan gliserol dan asam asetat dengan perbandingan 1:7 menggunakan katalis zeolit alam aktif. Kemudian, Xiaoyuan dkk (2009) memungkinkan kita untuk dapat meningkatkan selektivitas terhadap Triacetin meningkat hingga 100%. Hal itu dilakukan dengan cara menggunakan dua tahap reaksi yaitu reaksi esterifikasi dan tahap selanjutnya adalah reaksi asetilasi.

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi katalis zeolit alam dengan Zirkonium dan uji katalitiknya untuk sintesis senyawa gliserol dengan asam asetat menggunakan reaksi esterifikasi. Pengembangan logam pada zeolit bertujuan untuk meningkatkan keasaman dari katalis. Pemakaian pengembangan akan memberikan dasar yang stabil sehingga dapat memperpanjang waktu pakai katalis dan luas permukaan pengembangan yang besar sehingga meningkatkan dispersi logam. Logam Zr yang akan digunakan pada penelitian ini yaitu ZrOCl₂.8H₂O yang didapatkan dari ekstrak pasir Zirkon yang diproduksi oleh PSTA-BATAN. Reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat dilakukan dengan perbandingan volume 1:7, variasi katalis yang digunakan yaitu ZA/Zr-0, ZA/Zr-5 dan ZA/Zr-10.

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 Gunung Kidul.
2. Uji aktivitas katalis ZA/Zr dilakukan dengan reaksi esterifikasi gliserol menggunakan asam asetat untuk menentukan konversi dan selektivitas produk turunan gliserol.
3. Karakterisasi keasaman katalis ZA/Zr menggunakan basa amoniak, gugus fungsional menggunakan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) dan kristalinitas Zeolit menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD).
4. Penelitian ini mengkaji tentang pengaruh jumlah *Zirconium* dalam katalis zeolit dan waktu pereaksian terhadap konversi, serta uji gugus fungsional ester hasil pereaksian menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) untuk mengetahui massa molekul relatif produk hasil esterifikasi.
5. Penelitian ini mengkaji pengaruh waktu terhadap selektivitas gliserol menggunakan *Gas Chromatography* (GC).
6. Penelitian ini mengkaji tentang mengkaji pengaruh penambahan asam asetat anhidrat (tahap asetilasi) terhadap proses sintesis *Tri Acetyl Glycerol* (TAG) dari gliserol.

C. Rumusan masalah

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

1. Bagaimana pengaruh penambahan Zr kedalam zeolit alam aktif terhadap karakteristik gugus fungsional, jenis mineral dan keasamaan dari katalis ZA/Zr?
2. Bagaimanakah pengaruh jumlah Zr dalam katalis Zeolit Alam terakivasi terhadap konversi gliserol dari reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat?
3. Bagaimanakah pengaruh waktu terhadap konversi gliserol dan selektivitas senyawa turunan gliserol dari reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat?
4. Bagaimana pengaruh penambahan asam asetat anhidrat pada tahap asetilasi terhadap hasil sintesis senyawa turunan gliserol?

D. Tujuan penelitian

Penelitian ini mempunyai beberapa tujuan, antara lain :

1. Mengetahui pengaruh penambahan Zr kedalam zeolit alam aktif terhadap karakteristik gugus fungsional, jenis mineral dan keasamaan dari katalis ZA/Zr.
2. Mengetahui pengaruh jumlah Zr dalam katalis Zeolit Alam terakivasi terhadap konversi gliserol dari reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat.
3. Mengetahui pengaruh waktu terhadap konversi gliserol dan selektivitas senyawa turunan gliserol dari reaksi esterifikasi menggunakan asam asetat.

4. Mengetahui pengaruh penambahan asam asetat anhidrat pada tahap asetilasi terhadap hasil sintesis senyawa turunan gliserol.

E. Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan beberapa manfaat di antaranya:

1. Memberikan informasi dan referensi tentang pemanfaatan zirconium sebagai logam pengembang bagi katalis zeolit alam aktif, serta memberi informasi tentang aplikasinya sintesis senyawa turunan gliserol.
2. Menaikkan nilai guna dan nilai ekonomi Zeolit alam dan mengurangi masalah penumpukan gliserol sebagai produk samping biodiesel, serta dapat meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomi gliserol dengan mengubahnya menjadi senyawa turunan gliserol.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

1. Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometri infra merah (FT-IR) menunjukkan bahwa spektra zeolit alam teraktivasi tidak mengalami perubahan setelah dilakukan impregnasi. Pengaruh penambahan Zr terhadap keasaman katalis menunjukkan kenaikan dimana untuk ZA/Zr-0, ZA/Zr-5, ZA/Zr-10 berturut-turut adalah 4,52 mmol NH₃/gram zeolit, 5,88 mmol NH₃/gram zeolit dan 6,79 mmol NH₃/gram zeolit. Sedangkan hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa katalis ZA/Zr-0 dan ZA/Zr-5 cenderung terdapat difraksi karakteristik untuk mineral mordenit, serta adanya logam Zr yang teremban kedalam zeolit ditunjukkan dengan munculnya puncak difraksi pada $2\theta = 22,09$ dan $2\theta = 35,55$.
2. Adanya penambahan logam Zr pada zeolit menyebabkan kenaikan nilai konversi gliserol pada katalis ZA/Zr-5, dan penurunan nilai konversi gliserol pada katalis ZA/Zr-10. Pada katalis ZA/Zr-10 menghasilkan nilai konversi yang lebih sedikit dibandingkan ZA/Zr-0, ini disebabkan karena adanya penambahan Zr yang semakin tinggi akan membuat katalis lebih cepat mengalami deaktivasi/perusakan.
3. Nilai konversi gliserol dan selektivitas *Tri Acetyl Glycerol* (TAG) akan semakin meningkat dengan semakin lama waktu pereaksian.

4. Penambahan anhidrida asam asetat pada proses asetilasi tidak berpengaruh signifikan terhadap selektivitas gliserol. Dimana pada 20 menit setelah tahap asetilasi, selektivitas triacetin meningkat hingga 9%, sedangkan selektivitas pada tahap esterifikasi setiap 1 jam reaksi hanya berkisar 4-6%.

B. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian tentang pengaruh ZA/Zr terhadap kinetika reaksi dari reaksi esterifikasi tersebut.
2. Perlu dilakukan penambahan waktu reaksi pada tahap asetilasi untuk menghasilkan selektivitas yang lebih besar.
3. Perlu dilakukan penelitian impregnasi logam lain pada zeolit alam aktif untuk reaksi esterifikasi gliserol menggunakan asam asetat, sebagai pembanding penelitian ini. Dan juga dilakukan reaksi asetilasi menggunakan anhidrida asam asetat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ari, E.P, Anggara W dan Widayat. 2012. Potensi Gliserol dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*. Vol 1. Hal. 26-31.
- Augustine, J.R. 1996. *Heterogeneous Catalysis for The Synthetic Chemist*. New York : Marcel Decker. Inc.
- Barrer, R.M. 1987. *Zeolites and Clay Minerals as Sorbents and Molecular Sieves*. London : Academic Press.
- Bartholomew, C.H. 2001. Mechanisms of Catalyst Deactivation. *Applied Catalyst A: General*. Hal. 17-60.
- Breck, Donald. W. (1974). *Zeolite molecular sieves : structure, chemistry, and use*. New York : John Wiley and Sons, Inc.
- Cahyono, Rochim B., Mufrodi, Zahrul., Hidayat, Arif., dan Budiman, Arief. 2016. Acetylation of glycerol for triacetin production using Zr-natural zeolite catalyst. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. Vol. 11. Hal. 5194-5197.
- Chang, R. 2004. *Kimia Dasar : Konsep-Konsep Inti*. Edisi ketiga. Jilid kedua. Jakarta : Erlangga.
- Cheetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. Oxford university press. 234-237
- Comelli, N.A., E. N. Ponzi, M. I. Ponzi. 2005 “Isomerization of α -Pinene, Limonene, α -Terpinene, and Terpinolene on Sulfated Zirconia”. *JAACS*. Vol. 82. Hal. 531-535.
- Dyer, A. 1999. *An introduction to zeolite molecular sieves*. Chiesester : John wiley and Sons Ltd.
- Fessenden dan Fessenden. 1982. *Kimia Organik*. Edisi ketiga. Jilid kedua. Jakarta : Erlangga.
- Hamdan, Halimatun. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Universiti Teknologi.Malaysia. Penang.
- Handayani, T. 2015. Pengaruh Waktu Dan Temperatur Pada Reaksi Isomerisasi α -Pinena Menggunaan Katalis Zr $^{4+}$ /Zeolit Alam. *Skripsi*. Semarang : Universitas Negeri Semarang.

- Hendayana, S. 1994. *Kimia Analisis Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Hussain, Asiah dkk., 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. Vol. 7. No. 1 (2001) 69-79.
- 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*. Vol 5. Hal. 65-78.
- Khairinal, Trisunaryanti, W. 2000. *Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan asam dan Proses Hidrotermal*. Prosiding Seminar Nasional Kimia VIII. Yogyakarta.
- Khayoon, M. S dan Hameed, B. H. 2011. Acetylation of glycerol to biofuel additives over sulfated activated carbon catalyst. *Bioresource Technology*. Hal. 9229-9235.
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
- Leniwati, M. 1999. Isomerisasi 1– Buten Menggunakan Zeolit Alam Asal Malang Jawa Timur Sebagai Katalis. *Prosiding ITB*. Vol. 31. No. 2. Hal. 42.
- Lestari, Y. D., 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia UNY*. Yogyakarta.
- Mufrodi, Zahrul., Sutijan, Rochmadi., dan Budiman, A.. 2010. Effects of Temperature and Catalyst upon Triacetin Production from Glycerol (by-Product Biodiesel Production) as Octane Booster. *Proceedings of International Conference on Advances in Renewable Energy Technologies*. Cyberjaya Malaysia.
- Noegrohati. 1996. *Prinsip Dasar dan Aplikasi Kromatografi Gas*. Yogyakarta: Laboratorium Analisa Kimia dan Fisika Pusat Universitas Gadjah Mada.
- Nurhayati, Nanik dwi., Atikasari, Atit. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Cu/Zeolit dengan Metode Presipitasi. *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia ke VII UNS*. Surakarta.
- Nuryoto, Sulistyo, H., Rahayu, S.S., dan Sutijan. 2011. Kinetika Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Asam Asetat Menggunakan Katalisator Indion 225 Na. *Jurnal Rekayasa Proses*. Vol. 5. Hal. 35-39.

- Nuryoto, Sulistyo, H., Rahayu, S.S., Sutijan. 2010. Uji Performa Katalisator Resin Penukar Ion untuk Pengolahan Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menjadi Triacetin. *Jurnal Rekayasa Proses*.
- Poerwadi, Bambang, dkk. 1998. Pemanfaatan Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben Limbah Cair dan Media Fluiditas dalam Kolom Fluidisasi. *Jurnal MIPA*. Malang : Universitas Brawijaya.
- Rianto, Lalang Budi., Amalia, Suci., dan Khalifah, Susi Nurul. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium Pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Al-Chemy*. Vol 2. Hal. 58-67.
- Sari, Nirmala., dan Helwani, Zuchra., dan Rionaldo, Hari. 2015. Esterifikasi Gliserol dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triacetin Menggunakan Katalis Zeolit Alam. *JOM F TEKNIK*. Vol. 2. Hal. 1-7.
- Salman, M. Noor. 2014. Pembuatan Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitiknya Terhadap Reaksi Esterifikasi dan Asetilasi Gliserol dengan Anhidrida Asam Asetat Untuk mensintesis Tri Acetyl Glyserol (TAG). *Skripsi*. Yogyakarta : Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga.
- Silva, Leonardo N., Goncalves, Valter L.C., dan Mota, Claudio J. A. 2010. Catalytic Acetylation of Glycerol with Acetic Anhydride. *Catalyst Communications*. Vol. 11. Hal. 1036-1039.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2007. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Penerbit Liberty.
- Suharto E. dan Banon, C. 2008. Adsorbsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Gradien Jurnal*.Vol. 4 No. 2.
- Sumarno, 2001. *Kromatografi: Teori Dasar dan Petunjuk Praktikum*. Yogyakarta: Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada.
- Sunardjo., S, Dwiretnasari., Sulistyo, Budi., Hartati, Pristi., dan Triyono. 2000. Klorinasi Pasir Zirkon Dalam Bentuk Briket. *P3PM-BATAN*. Hal. 300-304.
- Sutarti, M. dan M. Rachmawati. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat dokumentasi dan dan Informasi LIPI.
- Syamsuddin, Y., dan Husin, H. 2010. Pembuatan Katalis Padat ZrO₂/Al₂O₃ Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan Universitas Syiah Kuala*. Aceh.

- Goncalves, Valter L. C., Pinto, Bianca P., Silva, Joa~o C., dan Mota, Claudio J. A. Acetylation Glyserol. *Catalysis Today*. Vol. 133-134. Hal. 673-677.
- Viljava, T.R., R.S. Kulainen, dan A.O.I. Krouse. 2000. Effect of H₂S on Stability of Co-Mo/Al₂O₃ Catalysts during Hydrodeoxygenation. *Catalysis Today*. Hal. 83-92.
- Wahyuni, Endang Tri. 2003. *Hand Out Metode Difraksi Sinar-X*. Yogyakarta: Laboratorium Kimia Analitik. FMIPA; Universitas Gajah Mada
- Weitkamp, L. Dan Puppe, L. 1999. *Catalysis and Zeolite*. New York : Springer.
- Wijaya, Nico Aditya. 2015. Aktivitas Katalitik Zr⁴⁺/ZA dalam reaksi Isomerisasi α -pinena dan uji reusabilitasnya. *Skripsi*. Semarang : Universitas Negeri Semarang.
- Xiaoyuan. L., Yulei. Z., Sheng. G. W. dan Yongwang. L. 2009. Producing Triacetylglycerol with Glycerol by Two Step : Esterification and Acetylation. *Fuel Procecing Technology*. Vol. 90. Hal. 988-993.
- Yuanita, D. 2009. Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat menjadi Stearyl Alkohol menggunakan katalis Ni/Zeolit Alam. *Prosiding seminar Nasional Kimia*. UNY.



LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Keasaman Katalis

1. Hasil Pengukuran Grafimetri Katalis

Katalis	Massa cawan (W ₀) (gram)	Massa cawan + silika (w ₁) (gram)	Massa Cawan + silika + ammonia (W ₂) (gram)	Keasaman (mmol/gram)
ZA-Zr (0%)	28,62	28,88	28,90	4,52
ZA-Zr (5%)	25,67	25,97	26,00	5,88
ZA-Zr (10%)	27,63	27,89	28,92	6,79

2. Perhitungan keasaman katalis

$$W_{NH_3} \text{ (Keasaman Katalis)} = \frac{(w_2 - w_1)}{(w_1 - w_0) \times M_r NH_3} \times 1000 \text{ mmol/gram}$$

a. Katalis ZA-Zr (0%)

$$W_{NH_3} \text{ (Keasaman Katalis)} = \frac{(28,90 - 28,88)}{(28,88 - 28,62) \times 17} \times 1000 = 4,52 \text{ mmol/gram}$$

b. Katalis ZA-Zr (5%)

$$W_{NH_3} \text{ (Keasaman Katalis)} = \frac{(26,00 - 25,97)}{(25,97 - 25,67) \times 17} \times 1000 = 5,88 \text{ mmol/gram}$$

c. Katalis ZA-Zr (10%)

$$W_{NH_3} \text{ (Keasaman Katalis)} = \frac{(28,92 - 27,89)}{(27,89 - 27,63) \times 17} \times 1000 = 6,79 \text{ mmol/gram}$$

Lampiran 2 Perhitungan Nilai Konversi Gliserol

1. Hasil Titrasi Produk Esterifikasi Menggunakan NaOH 5M

Katalis	Waktu	Volume NaOH 1M (mL)			Rata-Rata (mL)	Mol NaOH (mol)
		Tit. 1	Tit. 2	Tit.3		
ZA-Zr (0%)	1 Jam	22,60	22,40	22,30	22,43	0,11215
	2 Jam	21,20	20,80	21,00	21,00	0,10500
	3 Jam	20,80	20,70	20,70	20,73	0,10365
	4 Jam	20,70	20,60	20,60	20,63	0,10315
ZA-Zr (5%)	1 Jam	21,90	22,00	21,90	21,93	0,10965
	2 Jam	21,50	21,20	21,20	21,30	0,10650
	3 Jam	21,00	21,10	21,00	21,03	0,10515
	4 Jam	20,10	20,20	20,30	20,20	0,10100
ZA-Zr (10%)	1 Jam	21,80	21,90	21,80	21,83	0,10915
	2 Jam	20,80	20,90	20,90	20,86	0,10430
	3 jam	20,80	20,80	20,70	20,76	0,10380
	4 Jam	20,80	20,70	20,70	20,73	0,10365

2. Menghitung Mol Asam Asetat Sisa dan Gliserol yang Bereaksi

- Jika massa awal gliserol adalah 4,9833 gram = volume 4 mL, maka :

$$\text{Mol awal gliserol} = \frac{\text{Massa Gliserol}}{\text{Mr Gliserol}} = \frac{4,9833 \text{ gram}}{92 \text{ gram/mol}} = 0,05416 \text{ mol}$$

- Jika massa awal Asam Asetat adalah 28,7894 gram = volume 28 mL, maka :

$$\text{Mol awal Asam Asetat} = \frac{\text{Massa Asam Asetat}}{\text{Mr Asam Asetat}} = \frac{28,7894 \text{ gram}}{60 \text{ gram/mol}} = 0,4794 \text{ mol}$$

- Jika untuk setiap titrasi diambil 8 mL (campuran gliserol dan asam asetat) hasil esterifikasi, maka untuk massa awal gliserol digunakan perbandingan mol dari gliserol dan asam asetat yang digunakan.
- Mol gliserol awal perhitungan = 0,01354 mol sedangkan Mol Asam asetat awal perhitungan = 0,11985 mol.
- Reaksi 1 (Reaksi antara NaOH dan Asam Asetat) :



- Jika mol Asam Asetat Sisa = 1 mol NaOH, maka mol asam asetat sisa (untuk katalis ZA-Zr (0%) dan 1 jam reaksi) adalah 0,11215 mol. Dan jika jumlah 0,11215 mol tersebut sisa dari spesies 3 asam asetat dan 3H₂O (produk samping) :

- Reaksi 2 (Reaksi Esterifikasi) :

	Gliserol	+ 3 Asam Asetat	\longrightarrow	Triasetat	+ 3H ₂ O
Awal :	0,01354 mol	0,11985 mol		-	-
Bereaksi :	0,002567 mol	0,0077 mol		0,010973 mol	0,0077 mol
Setimbang :	0,010973 mol	0,11215 mol		0,010973 mol	0,0077 mol

Maka, mol gliserol yang bereaksi adalah 0,002567 mol.

3. Perhitungan Nilai Konversi Gliserol

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

a. Katalis ZA/Zr-0 :

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 1 jam} = \frac{0,002567}{0,01354} \times 100\% = 18,96\%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 2 jam} = \frac{0,00495}{0,01354} \times 100\% = 36,56\%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 3 jam} = \frac{0,0054}{0,01354} \times 100\% = 39,88\%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 4 jam} = \frac{0,00567}{0,01354} \times 100\% = 41,11\%$$

b. Katalis ZA/Zr-5 :

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 1 jam} = \frac{0,0034}{0,01354} \times 100\% = 25,11\%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 2 jam} = \frac{0,00445}{0,01354} \times 100\% = 32,865\%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 3 jam} = \frac{0,0049}{0,01354} \times 100\% = 36,19 \%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 4 jam} = \frac{0,006283}{0,01354} \times 100\% = 46,41 \%$$

c. Katalis ZA/Zr-10 :

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 1 jam} = \frac{0,005183}{0,01354} \times 100\% = 28,28 \%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 2 jam} = \frac{0,00495}{0,01354} \times 100\% = 36,56 \%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 3 jam} = \frac{0,00535}{0,01354} \times 100\% = 39,51 \%$$

$$\text{Konversi Gliserol (\%), 4 jam} = \frac{0,0054}{0,01354} \times 100\% = 39,88 \%$$

Lampiran 3 Perhitungan Persentase Selektivitas Produk Esterifikasi

- Konsentrasi Produk Esterifikasi reaksi menggunakan katalis ZA/Zr-5% (hasil instrumen GC)

Waktu	Konsentrasi Diacetin (%)	Konsentrasi Triacetin (%)	Total Konsentrasi Produk (%)	Selektivitas (%)	
				Diacetin	Triacetin
1 Jam	1,510	-	1,510	100	-
2 Jam	6,249	0,409	6,658	93,86	6,13
3 Jam	12,884	1,471	14,355	89,75	10,25
4 Jam	11,130	1,917	13,047	85,31	14,69
4 Jam, 5 menit	1,970	0,447	2,417	81,51	18,49
4 Jam, 10 menit	14,480	3,968	18,548	78,07	21,39
4 Jam, 20 menit	16,781	5,042	21,823	76,90	23,10

- Perhitungan Selektivitas Produk Esterifikasi (%)

$$\text{Selektivitas} = \frac{\text{Konsentrasi Produk yang dicari}}{\text{Total Konsentrasi Produk}} \times 100 \%$$

- Katalis ZA/Zr-5, waktu 1 Jam

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{1,510}{1,510} \times 100 \% = 100 \%$$

- Katalis ZA/Zr-5, waktu 2 Jam

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{6,249}{6,658} \times 100 \% = 93,86 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{0,409}{6,658} \times 100 \% = 6,13 \%$$

- Katalis ZA/Zr-5, waktu 3 Jam

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{12,884}{14,355} \times 100 \% = 89,75 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{1,471}{14,355} \times 100 \% = 10,25 \%$$

d. Katalis ZA/Zr-5, waktu 4 Jam

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{11,130}{13,047} \times 100 \% = 85,31 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{1,917}{13,047} \times 100 \% = 14,69 \%$$

e. Katalis ZA/Zr-5, waktu 4 Jam 5 menit

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{1,970}{2,417} \times 100 \% = 81,51 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{0,447}{2,417} \times 100 \% = 18,49 \%$$

f. Katalis ZA/Zr-5, waktu 4 Jam 10 menit

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{14,480}{18,548} \times 100 \% = 78,07 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{3,968}{18,548} \times 100 \% = 21,39 \%$$

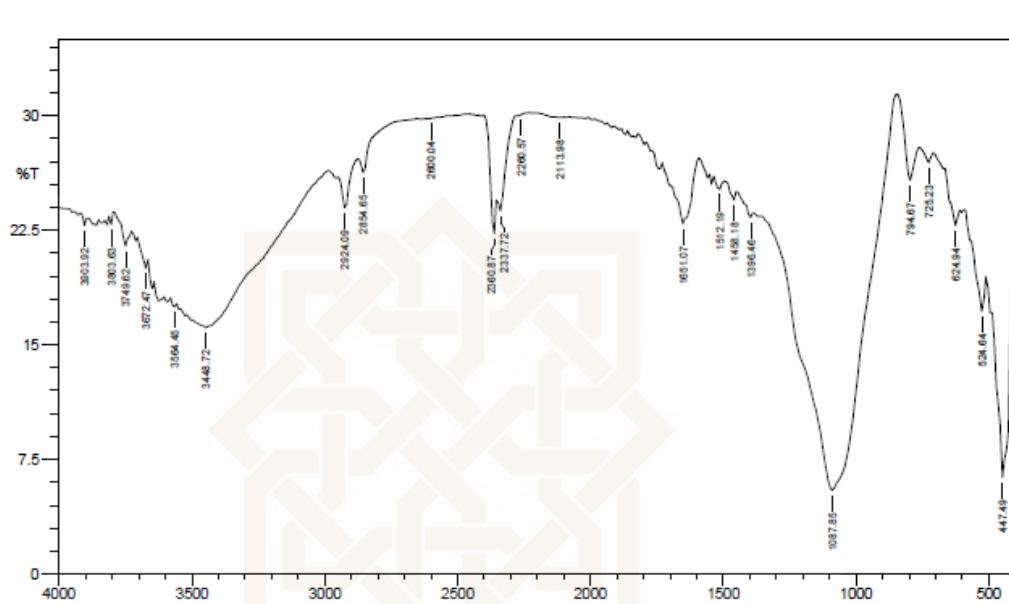
g. Katalis ZA/Zr-5, waktu 4 Jam 20 menit

$$\text{Selektivitas diacetin} = \frac{16,781}{21,823} \times 100 \% = 76,90 \%$$

$$\text{Selektivitas triacetin} = \frac{5,042}{21,823} \times 100 \% = 23,10 \%$$

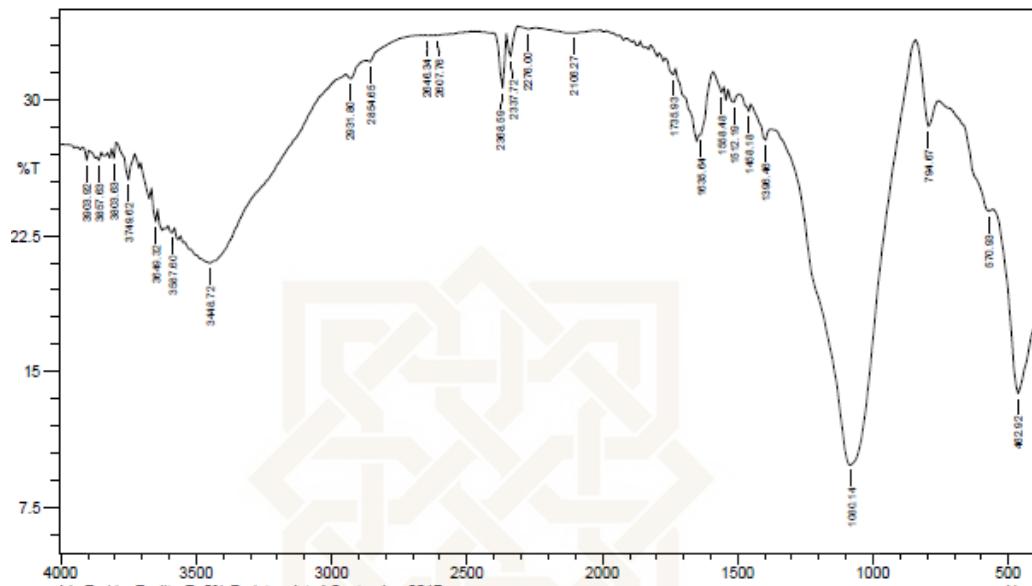
Lampiran 4 Spektra FT-IR Katalis ZA/Zr

ZA/Zr-0



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	447.49	6.313	24.145	501.49	393.48	91.573	33.35
2	524.84	17.156	3.082	594.08	509.21	58.788	2.18
3	624.94	22.823	1.55	709.8	609.51	59.672	0.322
4	725.23	26.908	0.743	763.81	709.8	30.334	0.25
5	794.67	25.763	3.558	840.98	783.81	42.951	1.981
6	1087.85	5.449	22.135	1350.17	848.68	423.931	140.13
7	1396.46	23.317	0.623	1450.47	1381.03	42.88	0.233
8	1458.18	24.481	0.643	1498.76	1450.47	27.777	0.191
9	1512.19	25.150	0.676	1535.34	1498.76	22.901	0.247
10	1651.07	22.894	4.095	1728.22	1597.06	79.356	4.738
11	2113.98	29.878	0.097	2206.57	2083.12	64.605	0.118
12	2280.57	29.982	0.051	2288.29	2237.43	16.076	0
13	2337.72	23.741	1.954	2353.16	2283.72	39.556	0.644
14	2380.87	22.28	3.118	2399.45	2353.16	27.115	0.869
15	2600.04	29.78	0.022	2607.76	2530.61	40.453	0.006
16	2854.65	26.244	1.079	2870.08	2654.05	116.279	0.292
17	2924.09	23.956	2.413	2947.23	2877.79	41.068	1.155
18	3448.72	16.118	3.215	3556.74	2985.81	397.761	18.608
19	3564.45	17.46	0.36	3579.88	3556.74	17.437	0.136
20	3672.47	20.01	0.845	3703.33	3664.75	26.297	0.373
21	3749.62	21.448	1.433	3788.19	3726.47	40.116	0.663
22	3803.63	22.844	0.712	3811.34	3795.91	9.792	0.103
23	3903.92	22.804	0.577	3919.35	3898.21	14.062	0.08

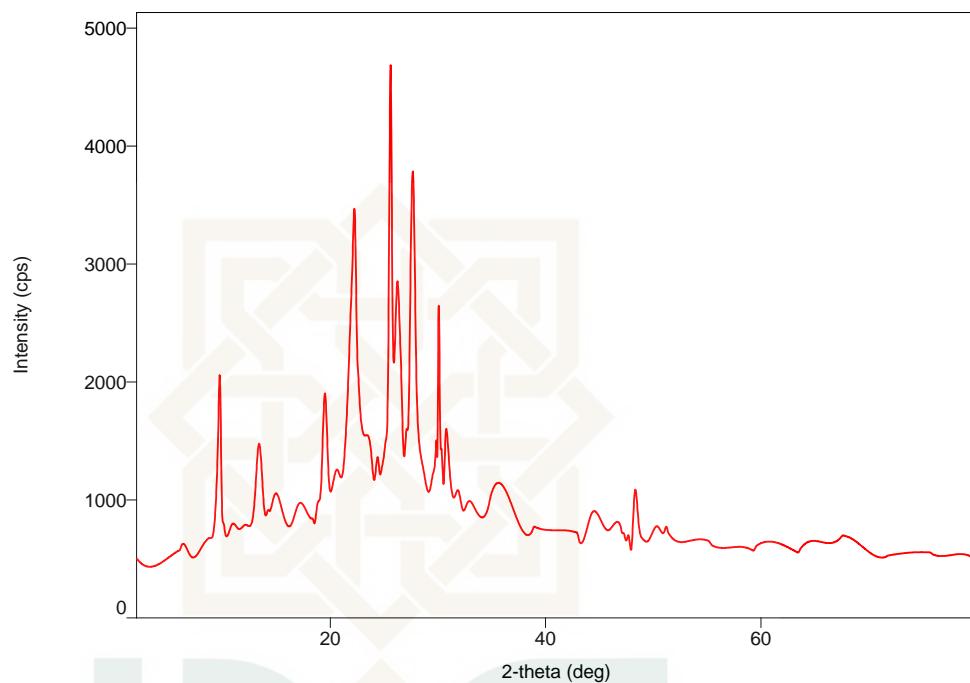
ZA/Zr-5



No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	462.92	13.797	6.822	555.5	393.48	121.68	10.919
2	570.93	23.837	0.591	758.1	555.5	113.375	-1.383
3	794.67	28.507	2.742	840.96	763.81	40.214	1.381
4	1080.14	9.849	21.185	1373.32	848.68	370.409	101.285
5	1398.46	27.757	0.897	1442.75	1381.03	33.685	0.382
6	1458.18	29.347	0.49	1496.76	1450.47	24.314	0.122
7	1512.19	29.853	0.543	1535.34	1496.76	20.119	0.182
8	1558.48	30.377	0.489	1589.34	1550.77	19.683	0.124
9	1635.64	28.049	3.411	1728.22	1597.06	69.51	3.746
10	1735.93	31.375	0.446	1766.8	1728.22	19.237	0.146
11	2108.27	33.67	0.18	2245.14	2036.83	98.224	0.287
12	2276	33.882	0.089	2306.86	2260.57	21.728	0.026
13	2337.72	32.35	1.45	2353.16	2314.58	18.471	0.339
14	2368.59	30.633	3.02	2399.45	2353.16	22.697	0.805
15	2607.76	33.525	0.042	2615.47	2507.46	51.127	0.034
16	2846.34	33.526	0.024	2669.48	2615.47	25.625	0.01
17	2854.65	32.09	0.179	2870.08	2692.63	85.35	0.03
18	2931.8	31.137	0.421	2947.23	2877.79	34.686	0.149
19	3448.72	20.961	3.103	3556.74	2954.95	359.12	13.281
20	3587.6	22.676	0.28	3603.03	3579.88	14.868	0.086
21	3649.32	23.246	1.111	3664.75	3641.6	14.395	0.276
22	3711.04	25.562	1.659	3788.19	3726.47	35.536	0.69
23	3803.63	26.744	0.728	3811.34	3795.91	8.748	0.09
24	3857.63	26.656	0.298	3865.35	3849.92	8.823	0.037
25	3903.92	26.657	0.587	3919.35	3896.21	13.136	0.075

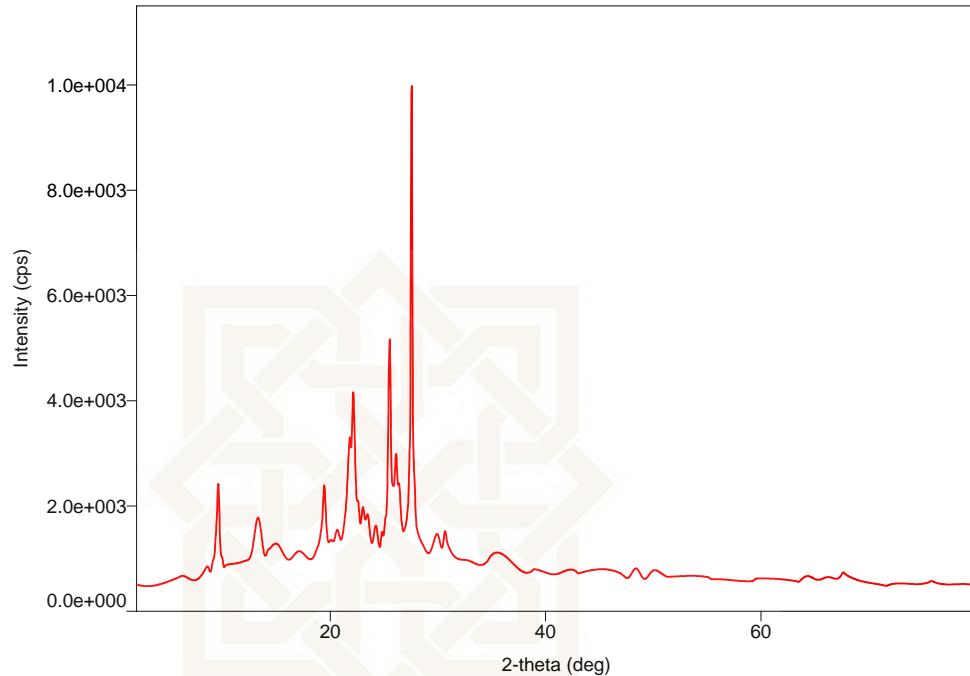
Lampiran 5 Difraktogram XRD Katalis ZA/Zr

ZA/Zr-0



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. deg)	I(cps	Int. W(deg)	Asym. factor
1	9.781(5)	9.036(5)	917(87)	0.327(16)	377(16)	0.41(6)	3.5(14)	
2	13.39(3)	6.608(15)	500(65)	0.48(4)	325(25)	0.65(13)	1.1(3)	
3	19.58(3)	4.530(8)	598(71)	0.37(3)	262(20)	0.44(9)	2.6(13)	
4	22.238(18)	3.994(3)	1374(107)	0.70(2)	1226(37)	0.89(10)	1.9(2)	
5	25.603(13)	3.4765(17)	2154(134)	0.284(12)	661(34)	0.31(3)	1.4(3)	
6	26.25(4)	3.392(5)	952(89)	0.62(4)	634(33)	0.67(10)	1.1(3)	
7	27.642(19)	3.225(2)	1616(116)	0.516(16)	904(26)	0.56(6)	0.92(12)	
8	30.069(13)	2.9695(13)	1258(102)	0.12(3)	277(14)	0.22(3)	1.0(6)	
9	30.83(2)	2.8984(19)	534(67)	0.19(3)	147(14)	0.28(6)	1.5(6)	
10	35.66(12)	2.516(8)	231(44)	1.61(11)	395(36)	1.7(5)	0.7(2)	
11	48.34(7)	1.881(2)	326(52)	0.25(5)	85(15)	0.26(9)	1.2(13)	

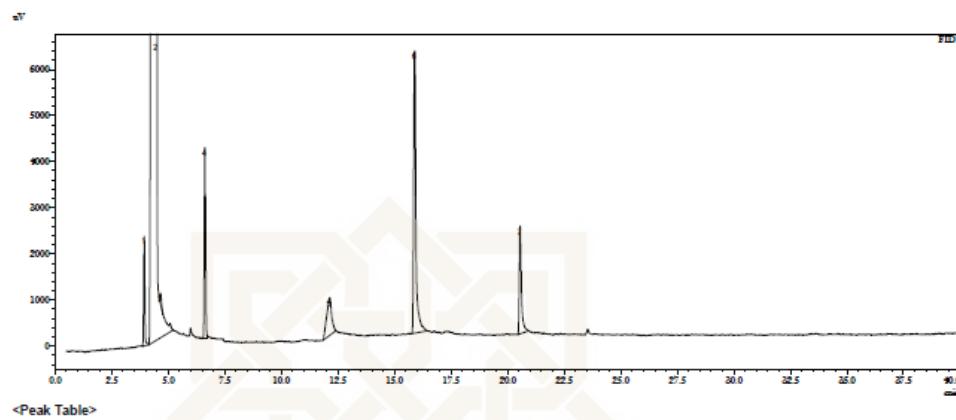
ZA/Zr-5



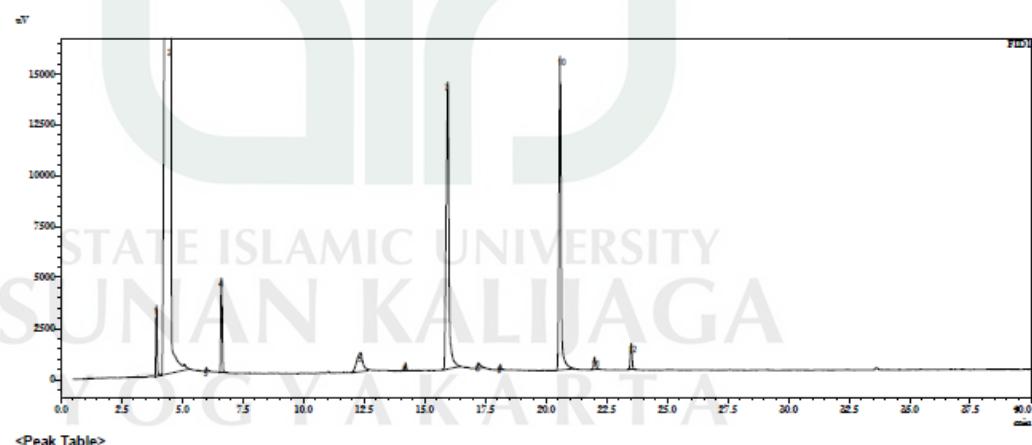
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(de g)	Int. deg)	I(cps)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	9.635(19)	9.173(18)	1036(93)	0.332(19)	462(19)	0.45(6)	2.1(6)	
2	13.330(18)	6.637(9)	639(73)	0.42(3)	368(24)	0.58(10)	2.3(4)	
3	19.47(3)	4.556(7)	684(75)	0.38(3)	285(24)	0.42(8)	1.9(7)	
4	21.84(3)	4.067(5)	1206(100)	0.39(5)	619(119)	0.51(14)	3(2)	
5	22.095(14)	4.020(3)	1617(116)	0.33(4)	813(118)	0.50(11)	0.4(3)	
6	25.513(14)	3.4885(19)	2437(143)	0.260(14)	734(62)	0.30(4)	1.5(3)	
7	26.13(5)	3.407(6)	878(86)	0.64(8)	657(51)	0.75(13)	1.1(4)	
8	27.541(8)	3.2361(9)	6777(238)	0.130(15)	1560(29)	0.230(12)	1.0(3)	
9	35.55(18)	2.523(12)	172(38)	1.44(16)	263(41)	1.5(6)	0.6(3)	

Lampiran 6 Hasil Kromatogram GC dari sintesis triacetin

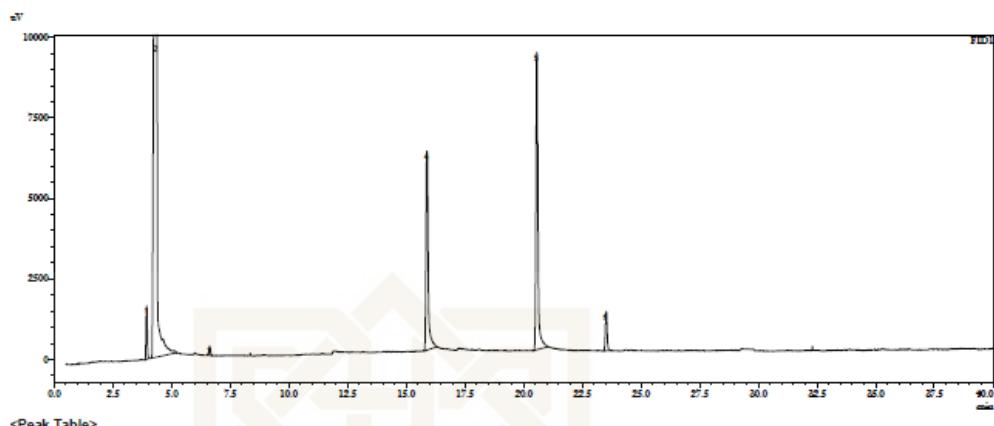
1 Jam Reaksi



2 Jam Reaksi



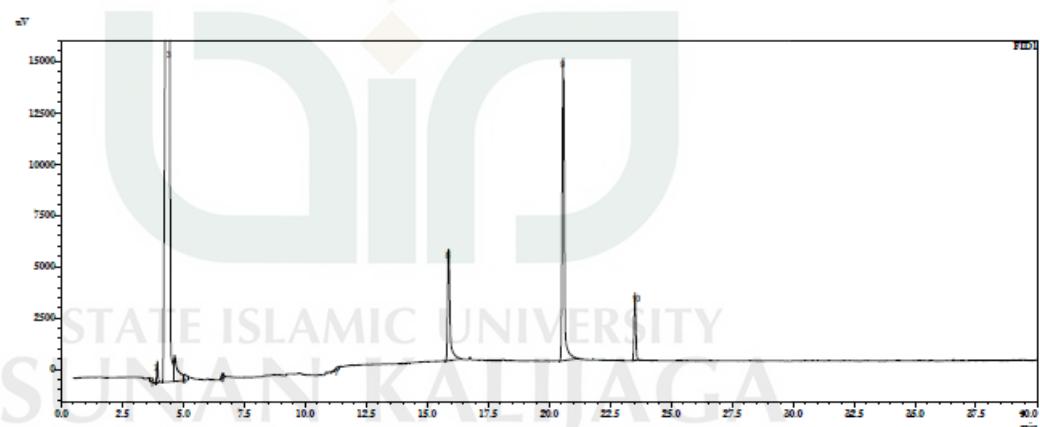
3 Jam Reaksi



<Peak Table>

FID1				
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.
1	3.940	5328	1661	1.266
2	4.369	315505	49678	74.978
3	6.629	1142	291	0.271
4	15.885	38415	6182	9.129
5	20.568	54216	9223	12.864
6	23.520	6189	1238	1.471
Total		420796	56272	

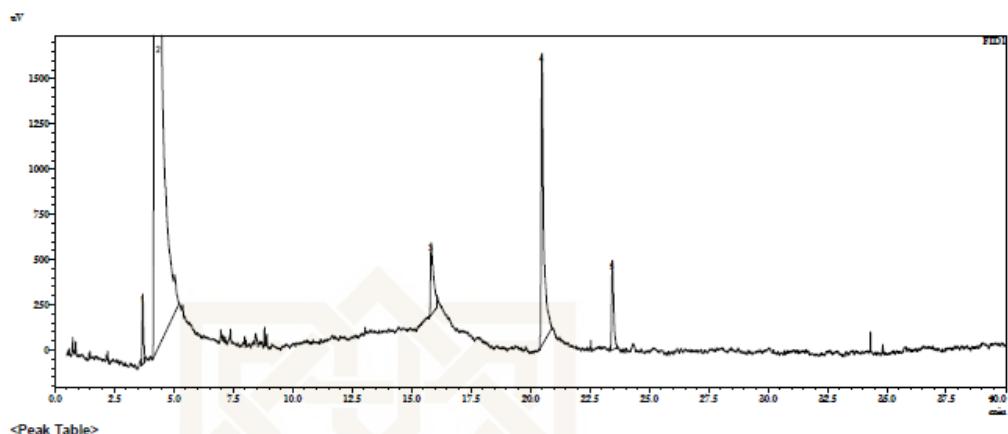
4 Jam Reaksi



<Peak Table>

FID1				
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.
1	3.729	1028	182	0.127
2	3.941	3389	1044	0.418
3	4.441	645609	86833	79.579
4	4.653	14314	1258	1.764
5	5.089	2249	284	0.277
6	6.627	1375	251	0.169
7	11.340	1417	148	0.175
8	15.886	36053	5412	4.444
9	20.584	90294	14714	11.130
10	23.521	15551	3290	1.917
Total		811280	113426	

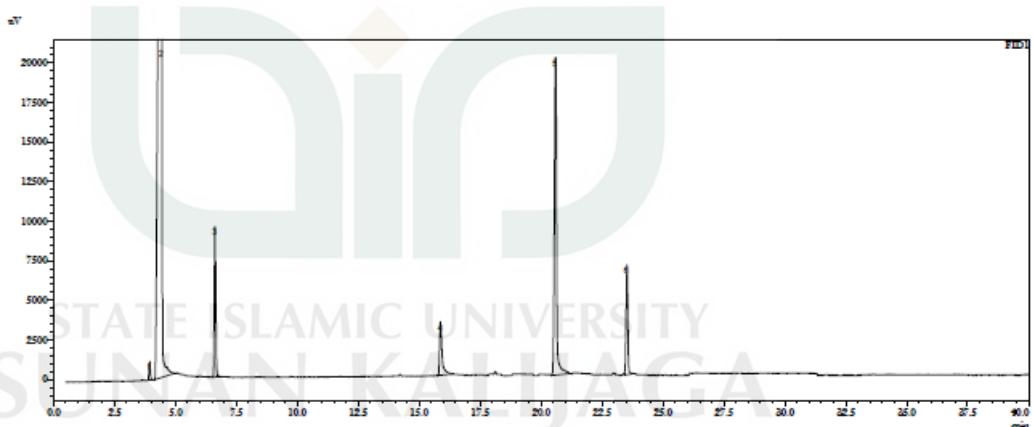
4 Jam 5 menit Reaksi



<Peak Table>

FID1				
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.
1	3.698	1593	385	0.248
2	4.398	622325	83065	96.811
3	15.834	3369	397	0.524
4	20.452	12667	1613	1.970
5	23.458	2873	493	0.447
Total		642827	85953	

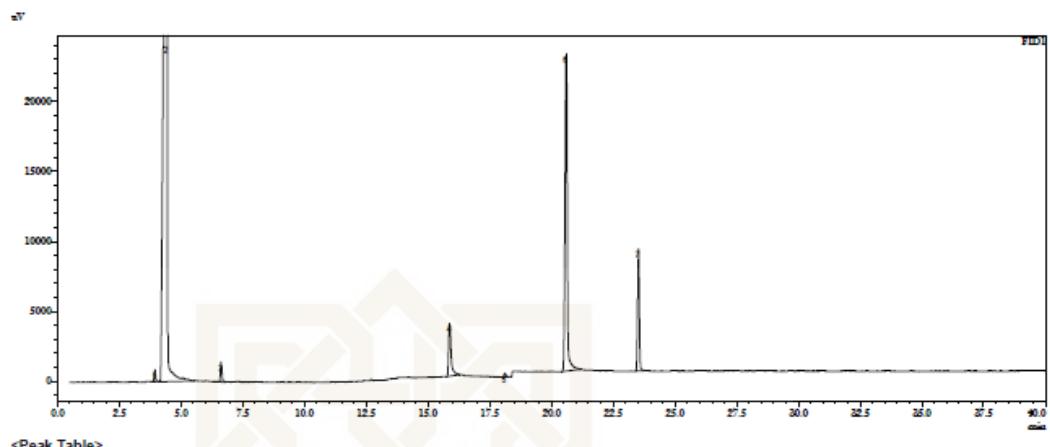
4 Jam 10 menit Reaksi



<Peak Table>

FID1				
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.
1	3.940	4154	1198	0.497
2	4.435	618033	83475	73.978
3	6.625	35539	9480	4.254
4	15.879	23598	3397	2.823
5	20.595	120969	20027	14.480
6	23.524	33146	6931	3.968
Total		835429	124497	

4 Jam 20 menit Reaksi



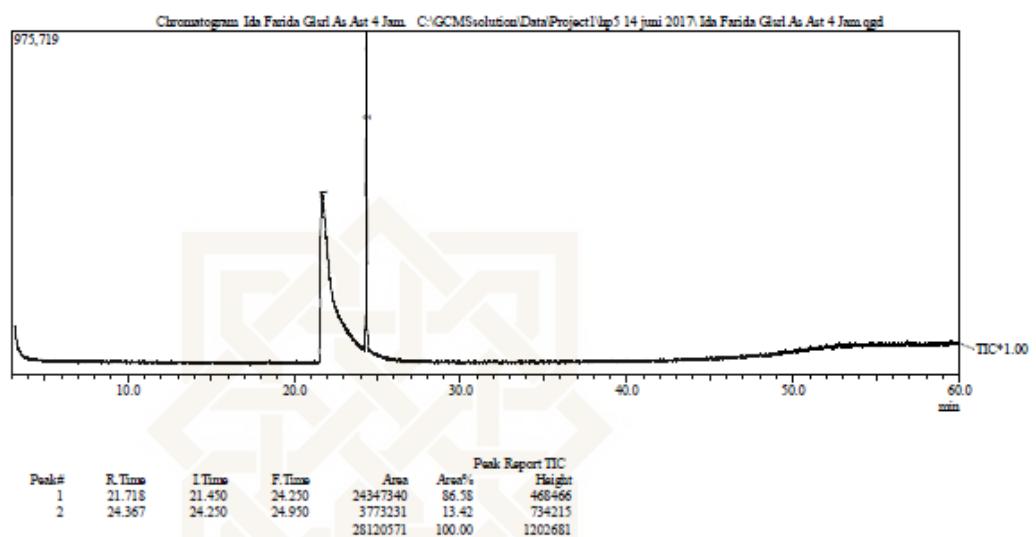
<Peak Table>

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.
1	3.941	2934	858	0.359
2	4.432	603843	81117	73.829
3	6.626	5645	1420	0.690
4	15.881	25555	3764	3.125
5	18.121	1424	263	0.174
6	20.602	137248	22634	16.781
7	23.525	41240	8713	5.042
Total		817889	118770	



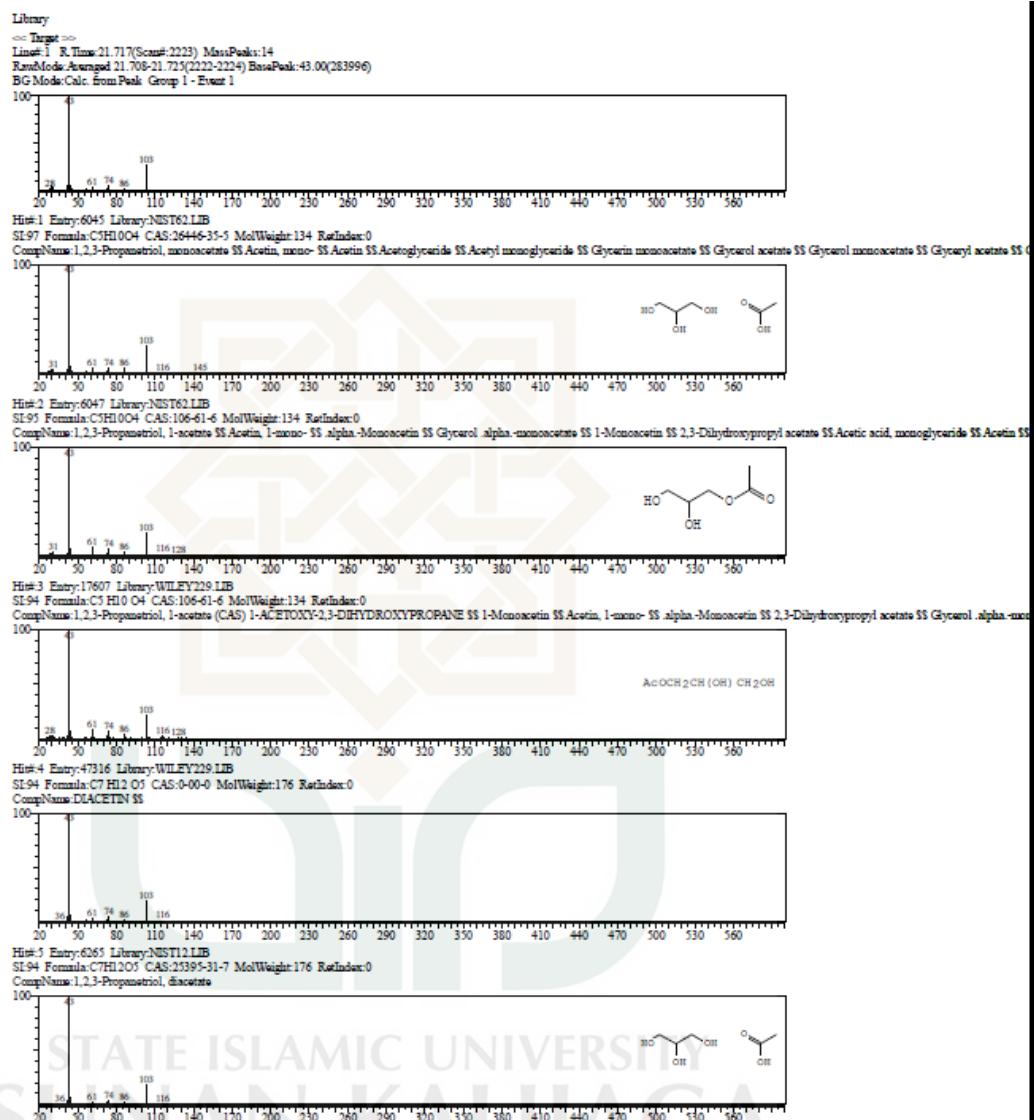
Lampiran 7 Hasil GC-MS dari Esterifikasi Gliserol

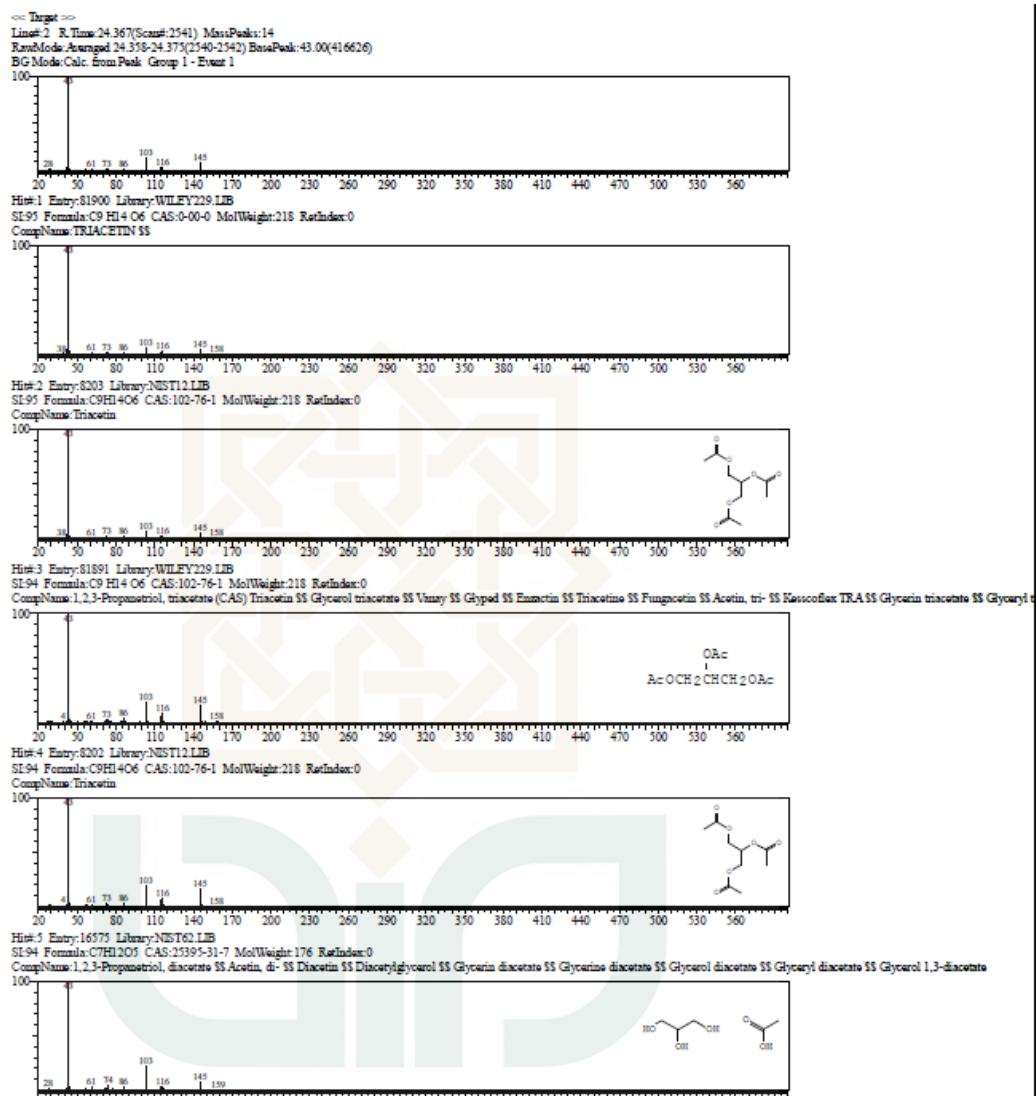
Kromatogram Senyawa hasil esterifikasi



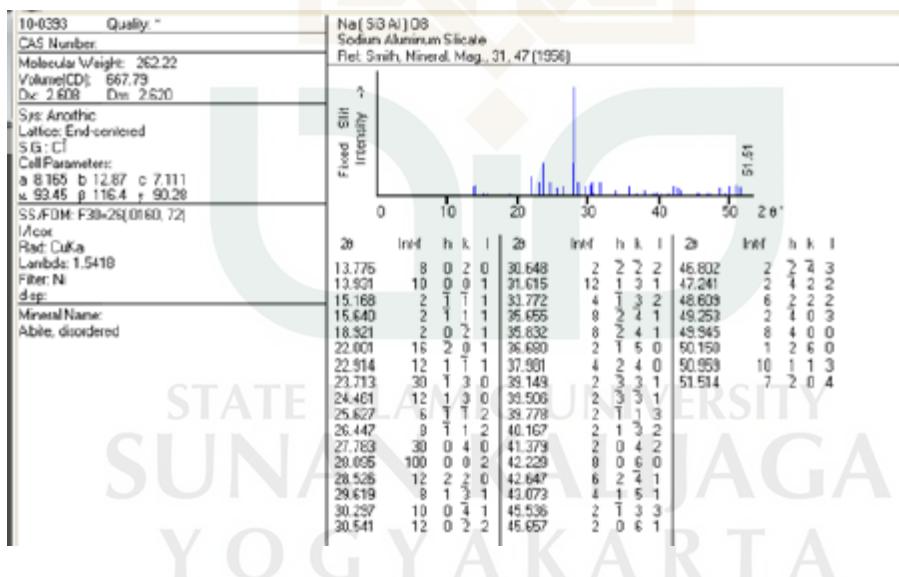
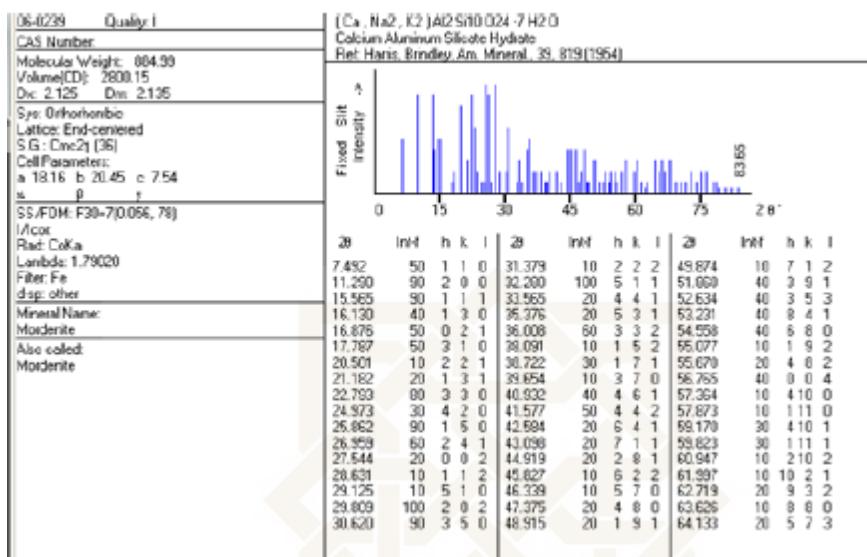
STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

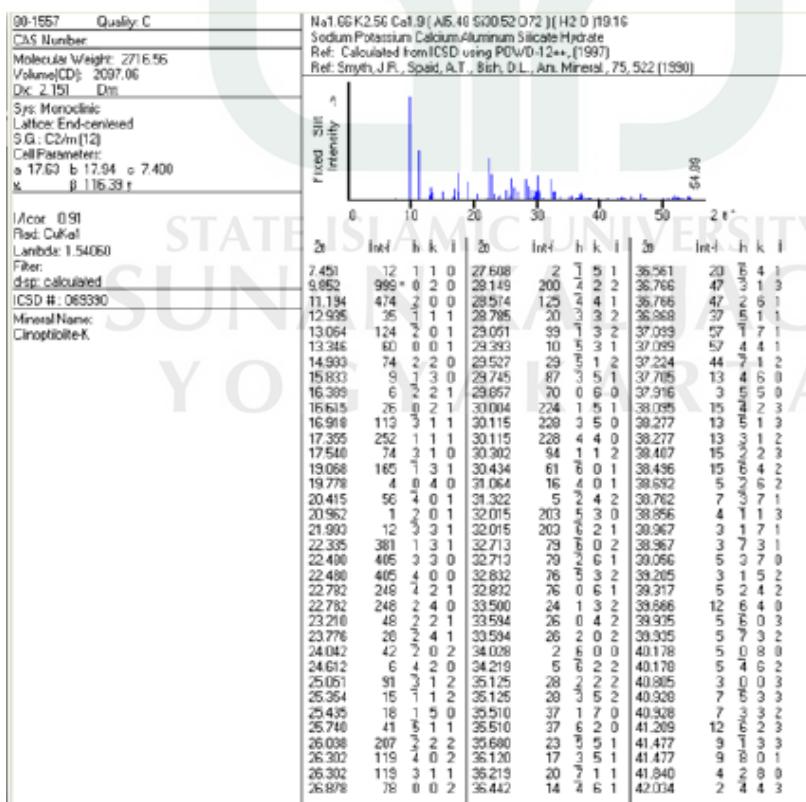
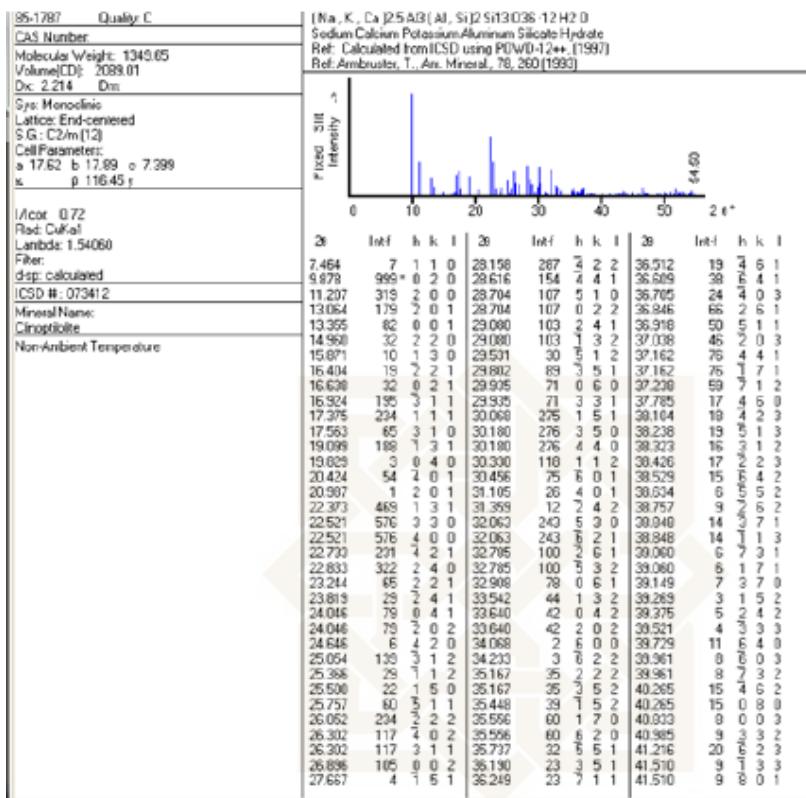
Spektra MS Senyawa hasil esterifikasi

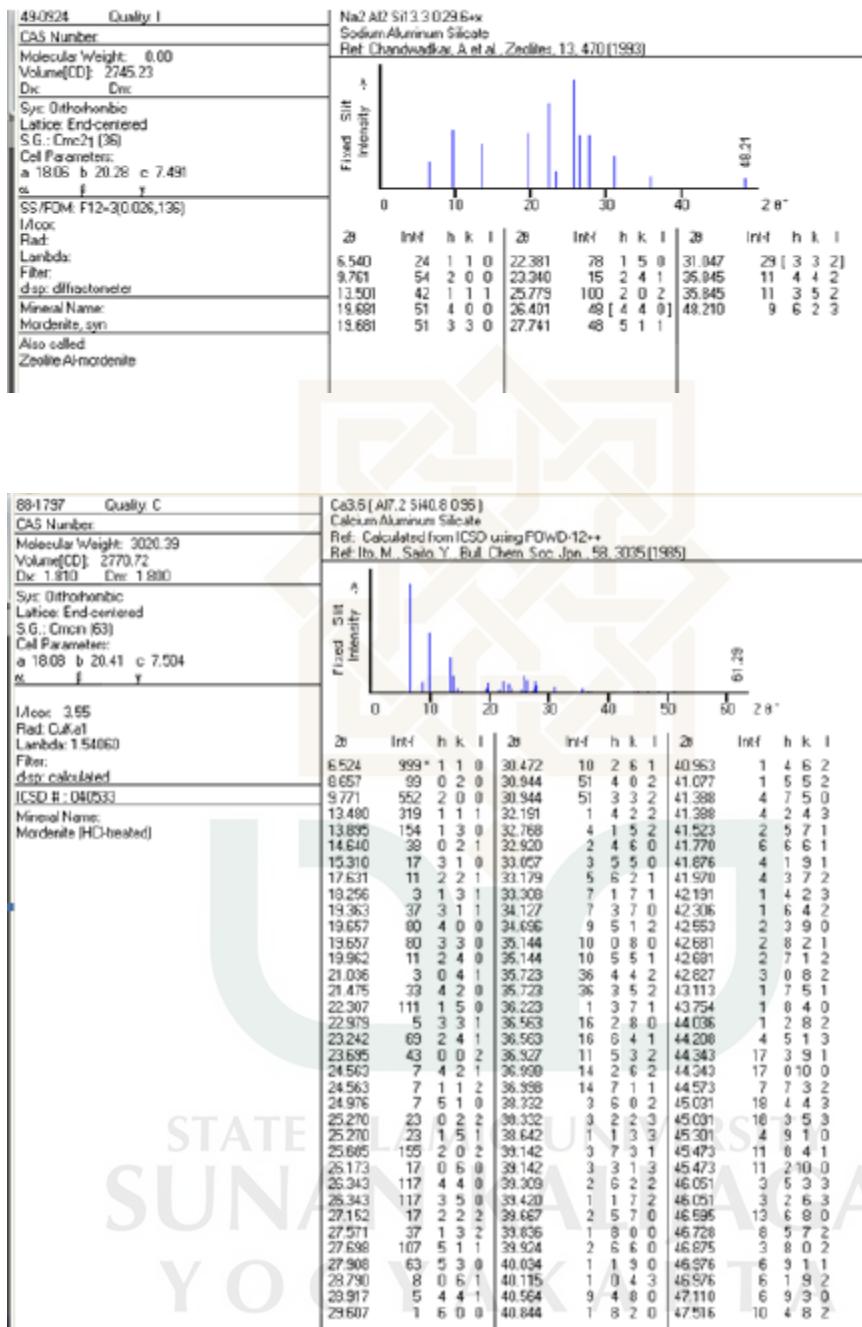


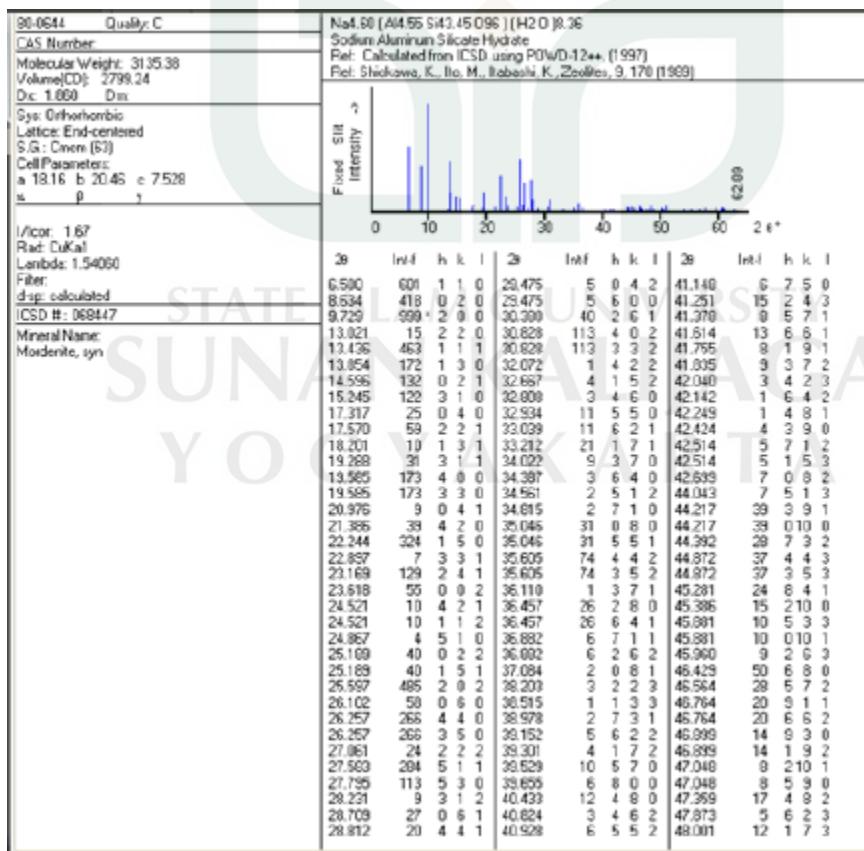
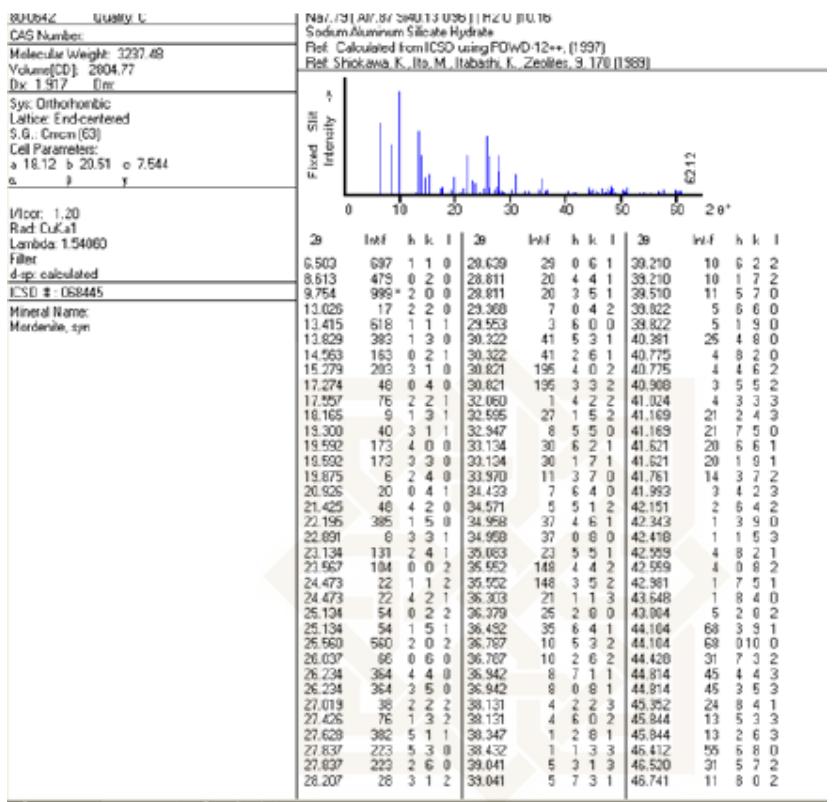


Lampiran 8 JCPDS









Zirconium Oxide Chloride Hydrate, $\text{ZrOCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Synonym

Zirconium oxychloride octahydrate

Sample

The sample was made by slow evaporation at room temperature of an aqueous solution of ZrOCl_2 .

Color

Colorless

Structure

Tetragonal, $P\bar{4}2_1c$ (114), $Z = 8$. [Clearfield and Vaughan, 1956]. The structure was refined by Mak [1968].

Lattice constants of this sample

$$a = 17.094(3) \text{ \AA}$$

$$c = 7.713(2)$$

$$c/a = 0.4512$$

Volume

$$2253.8$$

Density

$$(\text{calculated}) 1.899 \text{ g/cm}^3$$

Figure of merit

$$F_{\text{so}} = 35.2(0.015, 58)$$

Reference intensity

$$I/I_{\text{cerandum}} = 1.22(12)$$

Additional pattern

RDF card 21-1499 [Dept. of Physics, University College, Cardiff, Wales]

References

Clearfield, A. and Vaughan, P. A. (1956). *Acta Crystallogr.* **9**, 555.

Mak, T. C. W. (1968). *Can. J. Chem.* **46**, 3491.

$\text{CuK}\alpha_1 \text{ \AA} = 1.540598 \text{ \AA}; \text{ temp. } 25 \pm 1^\circ\text{C}$			
Internal standard Ag, $a = 4.08651 \text{ \AA}$			
$d(\text{\AA})$	I^{rel}	hkl	$2\theta (\text{)}^\circ$
$\sigma = \pm 4$			
12.10	100	1 1 0	7.30
8.53	15	2 0 0	10.36
7.66	4	2 1 0	11.55
7.03	65	1 0 1	12.58
6.05	10	2 2 0	14.63
5.417	11	3 1 0	16.35
4.739	1	3 2 0	18.71
4.429	7	3 1 1	20.03
4.141	8	4 1 0	21.44
4.028	52	3 3 0	22.05

$d(\text{\AA})$	I^{rel}	hkl	$2\theta (\text{)}^\circ$
$\sigma = \pm 4$			
3.857	14	0 0 2	23.04
3.828	12	4 2 0	23.22
3.679	17	1 1 2	24.17
3.4238	27	4 2 1	26.01
3.4238		4 3 0	26.01
3.356	4	3 1 0	26.54
3.192	10	3 0 2	27.93
3.173	21	5 2 0	28.10
3.126	43	4 3 1	28.53
3.021	11	4 4 0	29.54
2.936	10	5 2 1	30.42
2.848	9	6 0 0	31.39
2.810	3	6 1 0	31.82
2.740	10	5 3 1	32.65
2.6728	1	6 0 1	33.51
2.6728		5 4 0	33.51
2.661	2	6 1 1	33.91
2.558	7	4 3 2	35.05
2.547	5	6 3 0	35.21
2.525	5	5 4 1	35.53
2.451	4	5 2 2	36.64
2.4198	3	6 3 1	37.14
2.4198		7 1 0	37.14
2.378	5	4 4 2	37.80
2.345	5	3 0 3	38.36
2.327	7	7 0 1	38.66
2.321	8	3 1 3	38.76
2.291	4	6 0 2	39.30
2.267	9	6 4 1	39.73
2.259	13	3 2 3	39.88
2.2458	6	7 2 1	40.13
2.2458		7 3 0	40.13
2.205	5	4 0 3	40.90
2.189	6	6 5 0	41.21
2.155	2	7 3 1	41.88
2.133	10	6 2 3	42.34
2.124	12	6 3 2	42.52
2.119	12	7 4 0	42.63
2.053	13	6 3 3	44.97
2.047	16	5 5 2	44.20
2.014	2	6 6 0	44.98
2.007	6	7 2 2	45.14
2.000	6	6 3 0	45.30
1.987	5	7 5 0	45.62
1.933	9	5 3 3	46.98
1.925	8	7 5 1	47.17
1.854	8	7 6 0	49.10
1.834	3	9 1 1	49.66
1.811	8	8 5 0	50.34

CURRICULUM VITAE

A. Biodata Pribadi

Nama Lengkap : Ida Farida
Jenis Kelamin : Perempuan
Tempat, Tanggal Lahir : Jombang, 20 Mei 1995
Alamat Asal : Jombang, Jawa Timur
Email : farida1399@yahoo.co.id
No. HP : 08563182877



B. Latar Belakang Pendidikan Formal

Jenjang	Nama Sekolah	Tahun
TK	TK Nusa Indah	2001
SD	MI Sunan Giri	2007
SMP	MTsN Bakalan Rayung	2010
SMU	MAN Tambakberas Jombang	2013
S1	UIN Sunan Kalijaga	2018

C. Latar Belakang Pendidikan Non Formal

Pondok Pesantren Assa'idiyah 1, Tambakberas Jombang

D. Pengalaman Organisasi

- Bendahara Ribath Pondok Pesantren Putri As-sa'idiyah 1 Tambakberas Jombang
- Pengurus (Kadep. Pendidikan) Pondok Pesantren Putri As-sa'idiyah 1 Tambakberas Jombang
- Pengurus HIMA (Kadep. Organisasi dan Kepengurusan) KIMIA UIN Sunan Kalijaga

E. Pengalaman Pekerjaan

- Asisten Praktikum (Laboratorium Kimia UIN Sunan Kalijaga)
- Asisten Laboratorium (Laboratorium Kimia UIN Sunan Kalijaga)