

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe₃O₄/ZEOLIT
ALAM TERSULFONASI SEBAGAI KATALIS DALAM REAKSI
ESTERIFIKASI GLISEROL MENJADI TRIASETIN**

**Skripsi
Untuk memenuhi sebagian persyaratan
mencapai derajat Sarjana Kimia**



**Oleh:
Dewi Rachmawati
19106030040**

**STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA**

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

2024

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-208/Un.02/DST/PP.00.9/01/2024

Tugas Akhir dengan judul : Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe3O4/Zeolit Alam Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin

yang dipersiapkan dan disusun oleh:

Nama	:	DEWI RACHMAWATI
Nomor Induk Mahasiswa	:	19106030040
Telah diujikan pada	:	Kamis, 25 Januari 2024
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
SIGNED

Valid ID: 65b85c3aad4c0

Pengaji I

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si.
SIGNED

Valid ID: 65b7429a35a69

Pengaji II

Endaruji Sediyadi, M.Sc.
SIGNED

Valid ID: 65b897a711875



Yogyakarta, 25 Januari 2024
UIN Sunan Kalijaga
Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

Prof. Dr. Dra. Hj. Khurul Wardati, M.Si.
SIGNED

Valid ID: 65b8b3b8537ca

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga



FM-UINSK-BM-05-03/R0

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	:	Dewi Rachmawati
NIM	:	19106030040
Judul Skripsi	:	Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄ /Zeolit Alam Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin

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 dimunaqasyahkan. Atas perhatiannya kami ucapan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 12 Januari 2024

Pembimbing



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

NOTA DINAS PEMBIMBINGAN



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga



FM-UINSK-BM-05-03/RO

NOTA DINAS KONSULTASI

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	:	Dewi Rachmawati
NIM	:	19106030040
Judul Skripsi	:	Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄ /Zeolit Alam Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin

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

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

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 29 Januari 2024

Konsultan

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si.
 NIP. 19760621 199903 2 005

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Dewi Rachmawati
NIM : 19106030040
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul “**Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄/Zeolit Alam Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin**” merupakan hasil penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjana di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 13 Januari 2024



Dewi Rachmawati
NIM 19106030040

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil' alamin, puji dan syukur senantiasa dihaturkan kepada Allah Swt atas segala limpahan nikmat dan hidayah-Nya sehingga skripsi yang berjudul “Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄/Zeolit Alam Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin” dapat diselesaikan sebagai salah satu persyaratan memperoleh derajat Sarjana Kimia. Sholawat serta salam selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad Saw. Semoga kelak mendapatkan syafaat Beliau di *yaumul qiyamah*.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah memberikan arahan, dorongan, semangat dan bantuan sehingga tahap demi tahap penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan. Ucapan terima kasih tersebut secara khusus disampaikan kepada:

1. Ibu Prof. Dr. Dra. Hj. Khurul Wardati, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
2. Ibu Dr. Imelda Fajriati, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
3. Bapak Didik Krisdiyanto, S.Si., M.Sc. selaku dosen pembimbing skripsi yang telah ikhlas meluangkan waktunya dalam memberikan masukan, nasihat, bimbingan sekaligus pengarahan dengan penuh kesabaran selama menyelesaikan penyusunan skripsi ini
4. Seluruh Dosen Program Studi Kimia dan Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu sehingga penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar
5. Segenap Pranata Laboratorium Pendidikan (PLP) Laboratorium Kimia Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu dan memberikan pengarahan selama melakukan penelitian
6. Kedua orang tua penulis, Ibu Maria Mustikawati dan Bapak Badiyanto S.Kom., M.Kom. yang tidak pernah berhenti mendoakan dan memberikan dukungan baik moril maupun materil yang tak ternilai harganya kepada penulis selama proses menuntut ilmu hingga penyelesaian skripsi ini
7. Ibu dr. Dyah Murni Hastuti, Sp.KJ, M.Kes. yang telah menjadi perantara penulis melalui pengobatan rutin tiap bulan dalam menghadapi dinamika kehidupan dewasa awal penuh tantangan dan tekanan sepanjang proses penyelesaian skripsi ini
8. Teman-teman di laboratorium penelitian kimia UIN Sunan Kalijaga atas saran, dukungan dan bantuannya selama proses penelitian
9. Teman-teman “Ekuivalen 19” Kimia Angkatan 2019 UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta atas semangat dan bantuannya selama proses penelitian hingga penyelesaian skripsi ini
10. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu atas segala bantuannya dalam penyelesaian skripsi ini

Semoga amal baik dan segala bantuan yang telah diberikan kepada penulis mendapatkan balasan yang sesuai dari Allah Swt. Penulis menyadari masih terdapat ketidaksempurnaan dalam penulisan tugas akhir ini baik dari segi bahasa, isi, maupun sistematika penulisannya. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan. Akhir kata, penulis menyampaikan permohonan maaf atas segala kekurangan dari penulis. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan secara umum dan kimia secara khusus. *Aamiin.*

Yogyakarta, 22 Desember 2023

Penulis



HALAMAN MOTTO

“Boleh jadi kamu tidak menyenangi sesuatu, padahal itu baik bagimu, dan boleh jadi kamu menyukai sesuatu, padahal itu tidak baik bagimu. Allah mengetahui sedang kamu tidak mengetahui. Dan kamu tidak dapat menghendaki kecuali apabila dikehendaki Allah, Tuhan seluruh alam”

(Q.S. Al-Baqarah ayat 216; Q.S. At-Takwir ayat 29)

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya”

(Q.S. Al-Baqarah ayat 286)

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”

(Q.S. Al-Insyirah ayat 6)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini didedikasikan
untuk almamater Program Studi Kimia
UIN Sunan Kalijaga



DAFTAR ISI

PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	ii
SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	iv
NOTA DINAS PEMBIMBINGAN	iv
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI.....	v
KATA PENGANTAR	vi
HALAMAN MOTTO	viii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Batasan Masalah.....	5
C. Rumusan Masalah	6
D. Tujuan Penelitian	6
E. Manfaat Penelitian	7
BAB II.....	8
TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI	8
A. Tinjauan Pustaka	8
B. Landasan Teori.....	13
C. Kerangka Berpikir dan Hipotesis Penelitian	24
BAB III	27
METODE PENELITIAN.....	27
A. Waktu dan Tempat Penelitian	27
B. Alat dan Bahan Penelitian.....	27
C. Prosedur Kerja Penelitian.....	28
BAB IV	31
HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
A. Karakterisasi Katalis	31
B. Pengaruh Variasi Waktu Reaksi dan Persen Massa Katalis Terhadap Selektivitas Triasetin	43
C. Analisis Senyawa Hasil Esterifikasi Menggunakan GC-MS	46
BAB V.....	51
KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Mekanisme reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida	19
Gambar 2.2 Struktur kimia triasetin	20
Gambar 4.1 Hasil spektra FTIR zeolit alam	33
Gambar 4.2 Hasil spektra FTIR zeolit alam tersulfonasi	34
Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR nanopartikel Fe ₃ O ₄ /zeolit alam tersulfonasi	36
Gambar 4.4 Difraktogram XRD (a) zeolit alam (b) zeolit alam tersulfonasi	38
Gambar 4.5 Difraktogram XRD nanopartikel Fe ₃ O ₄ /zeolit alam tersulfonasi	40
Gambar 4.6 Grafik hubungan antara waktu reaksi dan % selektivitas triasetin pada persen massa katalis 3% (0,0378 g)	44
Gambar 4.7 Tahapan reaksi esterifikasi pembentukan senyawa triasetin	45
Gambar 4.8 Grafik hubungan antara massa katalis dan % selektivitas triasetin pada waktu reaksi 30 menit	45
Gambar 4.9 Kromatogram GC-MS hasil esterifikasi	47
Gambar 4.10 Spektra MS (Spektrometri Massa) triasetin	48
Gambar 4.11 Usulan pola fragmentasi triasetin	49
Gambar 4.12 Mekanisme reaksi esterifikasi gliserol menjadi trasetin	50



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Aplikasi gliserol di berbagai industri	14
Tabel 2.2. Sifat-sifat fisika triasetin	20
Tabel 4.1 Interpretasi nilai puncak 2θ pada zeolit alam tersulfonasi	39
Tabel 4.2 Hasil uji keasaman katalis.....	42



ABSTRAK

Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Zeolit Alam}$ Tersulfonasi Sebagai Katalis Dalam Reaksi Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin

Oleh:
Dewi Rachmawati
19106030040

Pembimbing:
Didik Krisdiyanto, S.Si., M.Sc.

Telah dilakukan penelitian tentang preparasi dan karakterisasi nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit alam}$ tersulfonasi sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi gliserol menjadi triasetin. Penelitian ini bertujuan untuk mengkarakterisasi katalis nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit alam}$ tersulfonasi menggunakan FTIR, XRD, dan uji keasaman metode gravimetri (adsorpsi uap ammonia) serta mempelajari pengaruh variasi massa katalis dan waktu reaksi terhadap nilai selektivitas triasetin dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida. Pembuatan katalis nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit alam}$ tersulfonasi dilakukan melalui tiga tahapan, yaitu preparasi zeolit alam, aktivasi zeolit tersulfonasi dan pengembangan Fe_3O_4 pada zeolit tersulfonasi secara kopresipitasi. Selanjutnya katalis diujikan aktivitas katalitiknya dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida menjadi triasetin pada variasi massa 3%, 5%, dan 7% selama variasi waktu 30, 45, 60, 75, dan 90 menit. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya empat pita serapan utama yakni 1049,28; 1219,01; 794,67; dan 447,49 cm^{-1} untuk zeolit alam tersulfonasi dan 570,93 cm^{-1} untuk ikatan Fe-O magnetit. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa zeolit alam tersulfonasi didominasi oleh mineral mordenit pada $2\theta = 10,22^\circ; 20,15^\circ$ dan $22,88^\circ$ dan terkonfirmasi adanya senyawa Fe_3O_4 pada $2\theta = 30,58^\circ; 35,96^\circ; 43,81^\circ; 53,08^\circ; 57,6^\circ$ dan $63,26^\circ$ dengan bidang kristalografi berbentuk kubik. Hasil uji keasaman metode gravimetri menunjukkan bahwa pengembangan senyawa Fe_3O_4 pada zeolit alam tersulfonasi menurunkan nilai keasaman total. Uji aktivitas katalis dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida memberikan informasi bahwa tren nilai selektivitas triasetin cenderung akan meningkat seiring dengan kenaikan massa katalis dan lama waktu pereaksian.

Kata Kunci: zeolit alam, $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit alam}$ tersulfonasi, esterifikasi, gliserol, triasetin, asam asetat anhidrida

SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

ABSTRACT

Preparation and characterization of Fe_3O_4 nanoparticles/sulfonated natural zeolite as catalyst in the esterification reaction of glycerol to triacetin

by:
Dewi Rachmawati
19106030040

Supervisor:
Didik Krisdiyanto, S.Si., M.Sc.

Research has been conducted on the preparation and characterization of sulfonated Fe_3O_4 /zeolite nanoparticles as catalysts in the esterification reaction of glycerol to triacetin. This research aims to characterize Fe_3O_4 nanoparticles/sulfonated natural zeolite catalyst using FTIR, XRD, and gravimetric method acidity test (ammonia vapor adsorption) and study the effect of catalyst mass variation and reaction time on the selectivity value of triacetin in the esterification reaction of glycerol with acetic acid anhydride. The preparation of Fe_3O_4 nanoparticles/sulfonated natural zeolite was carried out through three steps, namely preparation of natural zeolite, activation of sulfonated zeolite and Fe_3O_4 loading on sulfonated zeolite by coprecipitation. Furthermore, the catalyst was tested for its catalytic activity in the esterification reaction of glycerol with acetic acid anhydride to triacetin at mass variations of 3%, 5%, and 7% for time variations of 30, 45, 60, 75, and 90 minutes. The results of characterization using FTIR showed the presence of four main absorption bands namely 1049.28; 1219.01; 794.67; and 447.49 cm^{-1} for sulfonated natural zeolite and 570.93 cm^{-1} for magnetite Fe-O bond. Characterization results using XRD showed that sulfonated natural zeolite was dominated by mordenite mineral at $2\theta = 10.22^\circ$; 20.15° and 22.88° and confirmed the presence of Fe_3O_4 compound at $2\theta = 30.58^\circ$; 35.96° ; 43.81° ; 53.08° ; 57.6° and 63.26° with cubic crystallographic plane. The results of the gravimetric method acidity test showed that the Fe_3O_4 compound loading on sulfonated natural zeolite decreased the total acidity value. The catalyst activity test in the esterification reaction of glycerol with acetic acid anhydride provided information that the trend of triacetin selectivity value tends to increase along with the increase in catalyst mass and reaction time.

Key words: natural zeolite, Fe_3O_4 /sulfonated natural zeolite, esterification, glycerol, triacetin, acetic acid anhydride

**STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA**

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Gliserol merupakan produk samping dari proses produksi biodiesel secara transesterifikasi yang selama produksinya diperoleh sekitar 10% dari total volume produk biodiesel. Semakin meningkatnya produksi biodiesel maka akan menyebabkan meningkatnya jumlah gliserol yang dihasilkan sebagai produk samping (Cahyono et al., 2016). Saat ini, kelimpahan gliserol sebagai produk samping masih belum banyak diolah sehingga nilai jualnya masih rendah. Menurut Abida et al., (2020), gliserol sebagai produk samping dalam industri biodiesel secara global telah mengalami penurunan nilai jual dari tahun 2006 hingga 2018.

Pada tahun 2006 nilai jual gliserol sebesar 30-32 sen per liter sedangkan pada tahun 2018 nilai jualnya telah turun menjadi 18-20 sen per liter. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengolahan terhadap gliserol agar dapat menjadi produk bernilai jual tinggi dan manfaat yang lebih banyak. Salah satunya melalui proses esterifikasi gliserol untuk menghasilkan produk turunan gliserol.

Produk turunan gliserol hasil esterifikasi dengan asam asetat melibatkan terbentuknya monoasetin, diasetin dan triasetin. Triasetin memiliki banyak manfaat dalam industri makanan, minuman maupun industri lainnya. Triasetin dalam industri makanan dimanfaatkan sebagai humektan, penambah rasa pada permen dan pengemulsi sementara dalam industri minuman sebagai penambah rasa pada *soft drinks* dan *milk drinks*. Manfaat triasetin di luar industri makanan meliputi sebagai pelarut dalam parfum, tinta cetak, *plasticizers* untuk resin selulosa, agen pelembut,

pelembab dalam *lotion* dan bahan bakar aditif biodiesel untuk meningkatkan angka setana dan agen *anti-knocking* (Kale, 2018; Krisdiyanto et al., 2023). Akan tetapi, produksi triasetin masih terbatas padahal senyawa triasetin bersifat ramah lingkungan dan terbarukan karena tidak berasal dari turunan produk petroleum melainkan turunan minyak bumi. Triasetin dapat diproduksi melalui reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam asetat menggunakan katalis asam.

Reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat dapat menghasilkan senyawa ester berupa turunan gliserol yang lebih bernilai tinggi. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi yang berjalan lambat sehingga diperlukan katalis. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi esterifikasi gliserol adalah katalis homogen seperti asam sulfat (H_2SO_4), asam fosfat (H_3PO_4), asam nitrat (HNO_3) dan asam klorida (HCl) (Gideon et al., 2021). Penggunaan katalis homogen lebih sering digunakan karena dapat memperoleh tingkat konversi gliserol dan hasil turunan gliserol yang lebih tinggi. Namun, katalis homogen memiliki kekurangan seperti memerlukan konsumsi asam asetat dan konsentrasi katalis yang terlalu besar, penggunaan suhu reaksi yang lebih tinggi, waktu reaksi yang lebih lama sehingga mengonsumsi daya listrik yang lebih tinggi, menghasilkan jumlah limbah yang besar sehingga menimbulkan masalah pembuangan limbah dan sulit dipisahkan dari produk (Zada et al., 2022).

Upaya untuk mengatasi kelemahan katalis homogen maka dapat digunakan katalis heterogen sebagai alternatif. Hal ini dikarenakan katalis heterogen dianggap kurang beracun, sangat selektif, produk mudah dipisahkan, relatif lebih *sustainable*, dan ramah lingkungan. Keuntungan ini kemudian memberikan kesempatan dalam

hal memodifikasi luas permukaan dan densitas asam, serta katalis heterogen dapat digunakan kembali sehingga membantu industri untuk mensintesis asetin (Zada et al., 2022). Oleh sebab itu, katalis heterogen perlu bantuan material penyangga untuk memaksimalkan kinerjanya.

Zeolit alam merupakan kristal berongga berbentuk tetrahedral dengan jaringan silika alumina tiga dimensi $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom oksigen di dalam struktur relatif teratur dengan rongga yang terisi oleh logam alkali atau alkali tanah sebagai penyeimbang muatannya (D. Y. Lestari, 2010; Yulvianti et al., 2016). Zeolit alam dapat diaplikasikan sebagai katalis, adsorben, penukar ion dan aplikasi lainnya (D. Y. Lestari, 2010; S. Lestari et al., 2019). Zeolit alam sering digunakan sebagai material pengembangan untuk tempat logam-logam aktif katalis teremban. Logam-logam yang diembankan ke dalam zeolit menyebabkan luas permukaan relatif besar sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat. Akan tetapi, zeolit alam memiliki beberapa kelemahan seperti aktivitas katalitik yang rendah, stabilitas termal yang tidak terlalu tinggi, ukuran pori-pori yang tidak seragam, mengandung banyak pengotor (Na, K, Ca, Mg, dan Fe) dan kristalinitasnya yang kurang baik (Gideon et al., 2021; D. Y. Lestari, 2010). Oleh sebab itu, perlu dilakukan aktivasi dan modifikasi untuk meningkatkan karakter zeolit alam terutama aktivitas katalitiknya.

Zeolit alam dapat diaktivasi dengan menambahkan gugus asam, salah satunya yakni dengan penambahan gugus SO_3H . Gugus SO_3H secara efektif mampu digabungkan dalam kerangka zeolit dan membentuk situs asam kuat sehingga dapat meningkatkan sisi aktif permukaan zeolit untuk meningkatkan sifat katalitiknya

(Cheng et al., 2018; Kalhor et al., 2019). Selain itu, keasamaan, tekstur dan morfologi permukaan katalis juga memiliki peran penting dalam proses esterifikasi gliserol dengan asam asetat (Liu et al., 2019). Dalla Costa et al. (2017) telah berhasil menggunakan gugus SO₃H yang berasal dari propil-sulfonat untuk memodifikasi silika mesopori SBA-15 sebagai katalis dalam esterifikasi gliserol menjadi triasetin. Hasil yang diperoleh yakni katalis tersebut mampu mengkonversi gliserol sebesar 96% dan memiliki selektivitas di- dan tri-asetin sebesar 87% selama 2,5 jam. Akan tetapi, seiring dengan perkembangan teknologi, penggunaan katalis heterogen ternyata menimbulkan masalah saat pemisahan dengan produk karena perlu melewati proses sentrifugasi dan filtrasi yang menghabiskan banyak waktu dan energi (Abida et al., 2020). Oleh karena itu, modifikasi katalis heterogen terus dikembangkan salah satunya dengan memberikan sifat kemagnetan.

Nanopartikel magnetik (MNPs) dapat disintesis dari material logam seperti oksida besi. Nanopartikel oksida besi meliputi magnetit dan maghemit yang umumnya digunakan untuk mencegah terjadinya aglomerasi dalam material pengembang anorganik. Hal ini dikarenakan keunggulannya seperti magnetisasi saturasi yang tinggi, biokompatibilitas yang sangat baik dan bersifat superparamagnetik (Jiang et al., 2011). Pengembangan lapisan nanopartikel oksida besi pada zeolit secara kopresipitasi dapat memberikan dasar yang stabil sehingga dapat memperpanjang masa pakai katalis dan meningkatkan dispersi logam karena luas permukaan zeolit yang besar (Farida & Krisdiyanto, 2019). Selain itu, *recovery* nanopartikel zeolit magnetit dari media cair setelah proses sintesis dapat dengan mudah ditarik oleh medan magnet eksternal. Pengembangan nanopartikel magnetik

pada zeolit pernah dilakukan oleh Rosyidah & Suyanta (2021). Peneliti tersebut berhasil membuat nanopartikel magnetik jenis magnetit dari proses kopresipitasi dengan zeolit alam dengan variasi waktu kontak lalu diaplikasikan sebagai adsorben Ni (II) dengan variasi waktu adsorpsi. Hasil yang diperoleh adalah sintesis zeolit magnetit mampu menghasilkan sifat kemagnetan terbaik pada waktu kontak 1 menit dan adsorpsi Ni (II) oleh komposit zeolit magnetit secara optimal terjadi pada waktu adsorpsi 100 menit.

Berdasarkan pemaparan di atas, katalis zeolit tersulfonasi telah digunakan dalam pembuatan triasetin dan katalis zeolit magnetit telah digunakan sebagai adsorben. Namun, belum ada yang menggunakan katalis modifikasi nanopartikel magnetit/zeolit alam tersulfonasi melalui metode kopresipitasi. Perlakuan variasi massa katalis dan waktu reaksi esterifikasi gliserol pada sintesis triasetin menggunakan katalis modifikasi nanopartikel magnetit/zeolit tersulfonasi menggunakan bahan alam berupa zeolit alam diharapkan mampu menghasilkan selektivitas triasetin yang baik.

B. Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari Wonosari, Gunung Kidul
2. Zeolit alam diaktivasi dengan penambahan gugus asam sulfonat (-SO₃H) dan dimodifikasi dengan memberinya sifat kemagnetan
3. Karakterisasi gugus fungsi komposit nanopartikel Fe₃O₄/zeolit alam tersulfonasi menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red*

(FTIR), tipe dan kristalinitas katalis nanopartikel magnetit/zeolit alam tersulfonasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan keasaman katalis nanopartikel magnetit/zeolit alam tersulfonasi menggunakan metode gravimetri (adsorpsi uap amonia)

4. Senyawa triasetin dianalisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS)
5. Variasi massa katalis yang digunakan dalam sintesis triasetin adalah 3%, 5%, 7% terhadap berat gliserol (0,0378 g; 0,0630 g; dan 0,0882 g).
6. Variasi waktu reaksi sintesis triasetin yang digunakan adalah 30, 45, 60, 75 dan 90 menit

C. Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan pada latar belakang, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah karakteristik katalis nanopartikel Fe_3O_4 /zeolit alam tersulfonasi berdasarkan FTIR, XRD, dan uji keasaman?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa katalis dan waktu reaksi terhadap nilai selektivitas triasetin dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida?

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Mengkarakterisasi katalis nanopartikel Fe_3O_4 /zeolit alam tersulfonasi menggunakan FTIR, XRD dan uji keasaman metode gravimetri (adsorpsi uap amonia)

2. Mempelajari pengaruh variasi massa katalis dan waktu reaksi terhadap nilai selektivitas triasetin dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida

E. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Menambah khazanah ilmu mengenai metode sintesis dan penggunaan katalis nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit}$ alam tersulfonasi dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat anhidrida untuk mensintesis triasetin
2. Memberikan informasi mengenai variabel yang berpengaruh dalam sintesis triasetin melalui reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam asetat anhidrida menggunakan katalis nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit}$ alam tersulfonasi



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan dari hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil karakterisasi katalis menggunakan FTIR menunjukkan terdapat empat pita serapan utama pada 1049,28; 1219,01; 794,67; dan 447,49 cm^{-1} untuk masing-masing gugus fungsi vibrasi S=O simetris, vibrasi rentangan simetris S-O, vibrasi rentangan Si-O dan ikatan S=O asimetris dan simetris serta vibrasi tekuk Si-O dan Al-O dari zeolit alam tersulfonasi. Ikatan Fe-O magnetit ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 570,93 cm^{-1} . Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa puncak difraksi pada nilai $2\theta = 30,58^\circ; 35,96^\circ; 43,81^\circ; 53,08^\circ; 57,6^\circ$ dan $63,26^\circ$ merupakan milik Fe_3O_4 dengan bidang kristalografi berbentuk kubik. Hasil pengujian keasamaan menunjukkan bahwa setelah Fe_3O_4 diembankan pada zeolit alam tersulfonasi terjadi penurunan nilai keasamaan total pada katalis.
2. Tren nilai selektivitas triasetin cenderung akan meningkat seiring dengan kenaikan massa katalis dan lama waktu pereaksian.

B. Saran

Dengan segala keterbatasan dalam penelitian yang telah dilakukan, penelitian lebih lanjut disarankan:

1. Perlu dilakukan kalsinasi pada zeolit alam tersulfonasi agar diperoleh permukaan katalis dengan pori yang lebih bersih dan meningkatkan aktivitasnya sebagai katalis
2. Perlu dilakukan metode lain untuk mensintesis magnetit sebagai pembanding agar diperoleh katalis dengan nilai keasaman total yang lebih baik
3. Perlu dilakukan penelitian tentang pengaruh katalis $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{zeolit}$ alam tersulfonasi terhadap kinetika reaksi dari reaksi esterifikasi gliserol menjadi triasetin



DAFTAR PUSTAKA

- Abida, K., Chudasama, B., & Ali, A. (2020). Development and functionalization of magnetic nanoparticles as stable and reusable catalysts for triacetin synthesis. *New Journal of Chemistry*, 44(22), 9365–9376. <https://doi.org/10.1039/d0nj00488j>
- Agusriyanti, S., & Artsanti, P. (2015). Pemanfaatan Zeolit Alam Ciamis Sebagai Pengembangan Fotokatalis TiO₂ Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamine B. *J. Sains Dasar*, 4(1), 92–99.
- A'isyah, A., Mahatmanti, F. W., & Widiarti, N. (2018). Perbedaan Aktivitas Katalitik S-ZrO₂, S-ZA, dan S-ZrO₂/ZA dalam Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(3), 285–291. <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Al Muttaqii, M., Birawidha, D. C., Isnugroho, K., Amin, M., Hendronursito, Y., Istiqomah, A. D., & Dewangga, D. P. (2019). Pengaruh Aktivasi Secara Kimia Menggunakan Larutan Asam Dan Basa Terhadap Karakteristik Zeolit Alam. *Jurnal Riset Teknologi Industri*, 13(2), 266–271.
- Anawati, F., & Suseno, A. (2012). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Berbahan Dasar Limbah Padat Industri Kertas (Dregs) dengan Penambahan Abu Sekam Padi. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 15(1), 18–23.
- Ba-Abbad, M. M., Benamour, A., Ewis, D., Mohammad, A. W., & Mahmoudi, E. (2022). Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles with Different Shapes Through a Co-Precipitation Method and Their Application. *JOM*, 74(9), 3531–3539. <https://doi.org/10.1007/s11837-022-05380-3>
- Cahyono, R. B., Mufrodi, Z., Hidayat, A., & Budiman, A. (2016). Acetylation Of Glycerol For Triacetin Production Using Zr-Natural Zeolite Catalyst. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(8). www.arpnjournals.com
- Cheng, J., Zhang, Z., Zhang, X., Liu, J., Zhou, J., & Cen, K. (2018). Sulfonated mesoporous Y zeolite with nickel to catalyze hydrocracking of microalgae biodiesel into jet fuel range hydrocarbons. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(3), 1650–1658. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.11.110>
- Chol, C. G., Dhabhai, R., Dalai, A. K., & Reaney, M. (2018). Purification of crude glycerol derived from biodiesel production process: Experimental studies and techno-economic analyses. *Fuel Processing Technology*, 178, 78–87. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.05.023>
- Dalla Costa, B. O., Decolatti, H. P., Legnoverde, M. S., & Querini, C. A. (2017). Influence of acidic properties of different solid acid catalysts for glycerol acetylation. *Catalysis Today*, 289, 222–230. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2016.09.015>

- Ernawati, D. Y., Helwani, Z., & Yenti, S. R. (2015). Penggunaan Zeolit Alam Teraktivasi Sebagai Katalis Pada Proses Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triacetin. *JOM FTEKNIK*, 2(2), 1.
- Ertl, G., Helmuth Knözinger, & Ferdi Schüth. (2008). *Handbook of Heterogeneous Catalysis* (J. Weitkamp, Ed.; Second Edition, Vol. 1). Weinheim: Willey-VCH Verlag gmbH and Co.KGaA.
- Faricha, A., Muhammad Rivai, & Suwito. (2014). Sistem Identifikasi Gas Menggunakan Sensor surface Acoustic Wave dan Metoda Kromatografi. *JURNAL TEKNIK ITS*, 3(2), 157–162.
- Farida, I., & Krisdiyanto, D. (2019). Modifikasi Zeolit Alam Dengan Zirconium Oxydechloride Produk PSTA-BATAN Dan Uji Katalitiknya Untuk Sintesis Senyawa Turunan Gliserol. *Indonesian Journal of Materials Chemistry IJMC*, 2(2), 50–55.
- Gideon, S., Kosegeran, R., Gugule, S., & Lombok, J. Z. (2021). Sintesis Triacetin dari Gliserol dan Asam Asetat dengan Katalis Zeolite Alam Termodifikasi. *Fullerene Journ. Of Chem*, 6(2), 155–160. <https://doi.org/10.37033/fjc.v6i2.362>
- Hagen, J. (1998). *Industrial Catalysis: A Practical Approach, Second Edition*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KHaA.
- Heraldyn, E., SW, H., & Sulistiyo. (2003). Characterization And Activation Of Natural Zeolit From Ponorogo. *Indonesian Journal of Chemistry*, 3(2), 91–97.
- Jiang, W., Lai, K.-L., Hu, H., Zeng, X.-B., Lan, F., Liu, K.-X., Wu, Y., & Gu, Z.-W. (2011). The effect of $[Fe^{3+}]/[Fe^{2+}]$ molar ratio and iron salts concentration on the properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles in the water/ethanol/toluene system. *Journal of Nanoparticle Research*, 13(10), 5135–5145. <https://doi.org/10.1007/s11051-011-0495-8>
- Kalbasi, R. J., Massah, A. R., & Shafiei, A. (2011). Synthesis and characterization of BEA-SO₃H as an efficient and chemoselective acid catalyst. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 335(1–2), 51–59. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2010.11.013>
- Kale, S. (2018). *Glycerol Acetylation to Triacetin over Solid Acid Catalysts in Liquid and Gas Phase*. Institut für Chemie, Hörsaal: Universität Rostock.
- Kalhor, M., & Zarnegar, Z. (2019). Fe₃O₄/SO₃H@zeolite-Y as a novel multi-functional and magnetic nanocatalyst for clean and soft synthesis of imidazole and perimidine derivatives. *RSC Advances*, 9(34), 19333–19346. <https://doi.org/10.1039/c9ra02910a>
- Kalhor, M., Zarnegar, Z., Janghorban, F., & Mirshokraei, S. A. (2019). Fe₃O₄@zeolite-SO₃H as a magnetically bifunctional and retrievable

- nanocatalyst for green synthesis of perimidines. *Research on Chemical Intermediates*, 46(1), 821–836. <https://doi.org/10.1007/s11164-019-03992-0>
- Ke, P., Zeng, D., Wu, J., Cui, J., Li, X., & Wang, G. (2019). Preparation and Characterization of Sulfonated Magnetic SiO₂ Microspheres as the Solid Acid Catalysts for Esterification. *ACS Omega*, 4(26), 22119–22125. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b03262>
- Khopkar, S. M. (2008). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Krisdiyanto, D., Farihah, T., & Supriyati, H. (2023). Synthesis, Characterization and Activity Test of Natural Zirconium Zeolite (Zr-ZA) Catalyst in The Esterification Reaction of Glycerol with Acetic Acid Anhydride. *Biology, Medicine, & Natural Product Chemistry*, 12(1), 61–67. <https://doi.org/10.14421/biomedich.2023.121.61-67>
- Kustomo. (2020). Uji Karakterisasi dan Mapping Magnetit Nanopartikel Terlapis Asam Humat dengan Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX). *Indonesian Journal of Chemical Science*, 9(3), 148–153. <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Kusumastuti, A. (2011). Pengenalan Pola Gelombang Khas Dengan Interpolasi. *Jurnal CAUCHY*, 2(1), 7–12.
- Lanxess. (2010). *Triacetin*. https://cnnespanol.cnn.com/wp-content/uploads/2014/06/triacetin_e.pdf?docId=182496&gid=3166&pid=777
- Lestari, D. Y. (2010, October 30). Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Profesionalisme Peneliti Dan Pendidik Dalam Riset Dan Pembelajaran Yang Berkualitas Dan Berkarakter*. www.kimia.uny.ac.id
- Lestari, S., Sundaryono, A., Elvia, R., & Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP Universitas Bengkulu, P. (2019). Preparasi dan Karakterisasi Katalis Mo-Ni/HZ dengan Metode Impregnasi untuk Cracking Katalitik Minyak Limbah Cair Pengolahan Kelapa Sawit menjadi Bahan Bakar Nabati. *ALOTROP*, 3(1), 91–97.
- Liu, J., Wang, Z., Sun, Y., Jian, R., Jian, P., & Wang, D. (2019). Selective synthesis of triacetin from glycerol catalyzed by HZSM-5/MCM-41 micro/mesoporous molecular sieve. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 1073–1078. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.09.013>
- Nalle, F. C., Wahid, R., Wulandari, I. O., & Sabarudin, A. (2019). Synthesis and characterization of magnetic Fe₃O₄ nanoparticles using oleic acid as stabilizing agent. *Rasayan Journal of Chemistry*, 12(1), 14–21. <https://doi.org/10.31788/RJC.2019.1214082>

- Nasution, N., & Aida Fitri. (2018). Sintesis Nanopartikel TiO₂ Fasa Rutile Dengan Metode Kopresipitasi. *FISITEK: Jurnal Ilmu Fisika Dan Teknologi*, 2(2), 18–25.
- Nda-Umar, U. I., Ramli, I., Taufiq-Yap, Y. H., & Muhamad, E. N. (2019). An overview of recent research in the conversion of glycerol into biofuels, fuel additives and other bio-based chemicals. *Catalysts*, 9(1). <https://doi.org/10.3390/catal9010015>
- Nguyen, M. D., Tran, H. V., Xu, S., & Lee, T. R. (2021). Fe₃O₄ nanoparticles: Structures, synthesis, magnetic properties, surface functionalization, and emerging applications. *Applied Sciences (Switzerland)*, 11(23). <https://doi.org/10.3390/app112311301>
- Ningsih, S. K. W. (2016). *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press.
- Pulungan, A. K. , Junifa Layla Sihombing, Wega Trisunaryanti, & Triyono. (2011). Hidrorengkah Minyak Laka Menjadi Fraksi Bahan Bakar Cair Menggunakan Katalis Zeolit Alam. *Jurnal Penelitian Saintika*, 11(2), 81–85.
- Rosyidah, A. K., & Suyanta. (2021). Sintesis dan Karakterisasi Komposit Zeolit Magnetit dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Ni(II). *Jurnal Sains Dan Terapan Kimia*, 15(1), 37–47. <https://doi.org/10.20527/jstk.v15i1.9609>
- Sari, N., Helwani, Z., & Rionaldo, D. H. (2015). Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin Menggunakan Katalis Zeolit Alam. *JOM F TEKNIK*, 2(1), 1–7.
- Savych, A., Duchenko, M., Shepeta, Y., Davidenko, A., & Polonets, O. (2021). Analysis of carbohydrates content in the plant components of antidiabetic herbal mixture by GC-MS. *Pharmacia*, 68(4), 721–730. <https://doi.org/10.3897/pharmacia.68.e69107>
- Septian, D. D., & Sugiarti, S. (2019). Modifikasi Zeolit Alam Ende dengan Garam Logam serta Potensinya Sebagai Katalis Transformasi Glukosa Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF). *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), 203–218. <https://doi.org/10.20961/alchemy.15.2.28180.203-218>
- Setiabudi, A., Hardian, R., & Mudzakir, A. (2012). *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia* (Cetakan Pertama). Bandung: UPI PRESS.
- Setyaningsih, S., & Dewanti, B. A. (2022). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Mordenit (MOR) Secara Hidrotermal Menggunakan Kaolin dan Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika. *MJoCE*, 12(1), 23–32.
- Sun, J., Tong, X., Yu, L., & Wan, J. (2016). An efficient and sustainable production of triacetin from the acetylation of glycerol using magnetic solid acid catalysts under mild conditions. *Catalysis Today*, 264, 115–122. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2015.07.011>

- Suryani, P. E., & Candra, A. D. (2019). Aplikasi Metode Aktivasi Secara Kimia Pada Zeolit Alam Sebagai Penjerap Logam dalam Proses Pemurnian Air. *SIMETRIS*, 13(2), 43–46.
- ThermoFischer. (2021). *Triacetin*. [Www.Fishersci.Com](http://www.fishersci.com).
- Wahyu, L., Setyaningsih, N., Rizkiyaningrum, U. M., & Andi, R. (2016). Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Reusability Katalis Pada Sintesis Triasetin Dengan Katalisator Lewatit. *Teknoin*, 11(8), 5194–5197.
- Yulvianti, M., Nuryoto, Muhammad Iqbal Sobari, & Sahrul Rijal. (2016). Optimalisasi Kinerja Zeolit Alam Bayah Sebagai Katalis Untuk Pembuatan Triacetin Sebagai Aditif Premium. *Jurnal TEKNIKA*, 12(1), 93–103.
- Zada, B., Kwon, M., & Kim, S.-W. (2022). Current Trends in Acetins Production: Green versus Non-Green Synthesis. *Molecules*, 27(7), 2255. <https://doi.org/10.3390/molecules27072255>

