

**SINTESIS KATALIS ASAM PADAT  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  DAN BASA PADAT  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  SECARA HIDROTERMAL DAN APLIKASINYA UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL DARI *LOW GRADE CRUDE PALM OIL***

Sri Setyaningsih  
16/403647/PPA/05164

**INTISARI**

Katalis asam padat  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  dan basa padat  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  telah berhasil disintesis secara hidrotermal. Hidrotermal adalah metode sintesis menggunakan air sebagai pendispersi pada kondisi tekanan dan temperatur diatas titik didih normal. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan katalis asam padat dan basa padat yang memiliki total keasaman dan kebasaan tertinggi untuk konversi *Low Grade Crude Palm Oil* (LGCPO) menjadi biodiesel. Katalis diperoleh dari campuran bubuk  $\text{ZrO}_2$  dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada variasi konsentrasi (0,3; 0,5; dan 0,7 M) untuk katalis asam dan larutan  $\text{NaOH}$  pada konsentrasi (1, 2, 3, dan 4 M) untuk katalis basa berdasarkan hasil uji keasaman atau kebasaan terbaik pada variasi temperatur (60, 100, dan 140 °C) dan waktu hidrotermal (6, 12, 18, dan 24 jam). Masing-masing katalis yang memiliki total keasaman atau kebasaan tertinggi dikalsinasi pada temperatur 400, 500, 600, 700, dan 800 °C. Katalis dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, SEM-EDS, dan analisis luas permukaan.

Reaksi esterifikasi dilakukan menggunakan katalis asam pada variasi persen berat katalis (1, 3, 5, dan 7%) dengan rasio mol LGCPO:metanol (1:3, 1:6, 1:9, dan 1:12) selama 20, 40, dan 60 menit. Minyak hasil esterifikasi yang memiliki %FFA terendah digunakan dalam reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa. Senyawa hasil transesterifikasi dikarakterisasi menggunakan FTIR, GC-MS, dan  $^1\text{H-NMR}$ .

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa katalis asam padat  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  yang disintesis pada konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,7 M pada temperatur 60 °C dan waktu hidrotermal 24 jam memiliki total keasaman tertinggi sebesar 1,86 mmol  $\text{g}^{-1}$ . Aplikasi katalis asam padat 0,7 M  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  60 °C; 12 jam pada beberapa parameter reaksi esterifikasi mampu menurunkan FFA hingga 68,87%. Katalis basa padat  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  yang disintesis pada konsentrasi  $\text{NaOH}$  4 M pada temperatur 60 °C dan waktu hidrotermal 12 jam memiliki total kebasaan tertinggi sebesar 3,75 mmol  $\text{g}^{-1}$ . Berdasarkan perhitungan integrasi proton antara trigliserida dengan gugus metoksi, LGCPO terkonversi menjadi biodiesel sebesar 68,55%. Biodiesel yang terbentuk mengandung metil miristat 0,56%, metil palmitat 43,36%, metil oleat 51,51% dan metil stearat 4,57%.

Kata kunci: biodiesel, esterifikasi, katalis asam padat  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$ , katalis basa padat  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ , transesterifikasi

**SYNTHESIS OF  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  SOLID ACID AND  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  SOLID BASE CATALYST BY HYDROTHERMAL METHOD AND THEIR APPLICATION FOR BIODIESEL PRODUCTION FROM LOW GRADE CRUDE PALM OIL**

Sri Setyaningsih  
16/403647/PPA/05164

**ABSTRACT**

Solid acid  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  and solid base  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  catalysts had been successfully synthesized by hydrothermal. Hydrothermal is a synthesis method using water as a dispersant under conditions of pressure and temperature above the normal boiling point. This study aimed to obtain solid acid and solid base catalysts that have the highest total acidity and basicity for conversion of Low Grade Crude Palm Oil (LGCPO) to biodiesel. The catalyst was obtained from a mixture of  $\text{ZrO}_2$  powder with  $\text{H}_2\text{SO}_4$  solution at various concentrations (0.3; 0.5; and 0.7 M) for acid catalyst and  $\text{NaOH}$  solution at various concentrations (1, 2, 3, and 4 M) for base catalysts based on the best acidity or basicity at various temperatures (60, 100, and 140 °C) and hydrothermal time (6, 12, 18, and 24 hours). Each catalyst that had the highest total acidity or alkalinity calcined at temperatures 400, 500, 600, 700 and 800 °C. Catalysts were characterized using FTIR, XRD, SEM-EDS, and surface area analysis.

The esterification reaction was carried out using an acid catalyst on various % weight of the catalyst (1, 3, 5, and 7%) with the mol ratio of LGCPO:methanol (1: 3, 1: 6, 1: 9, and 1:12) for 20, 40 and 60 minutes. The esterified oil which had the lowest %FFA was used in the transesterification reaction using a base catalyst. Transesterification products were characterized using FTIR, GC-MS, and  $^1\text{H}$ -NMR.

The results obtained showed that the  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  solid acid catalyst which synthesized using  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.7 M at temperature 60 °C with hydrothermal time of 24 hours had the highest total acidity of 1.86 mmol  $\text{g}^{-1}$ . Application of solid acid catalyst 0.7 M  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  60 °C; 12 hours on some parameters of the esterification reaction could reduce FFA to 68.87%.  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  solid base catalyst synthesized using  $\text{NaOH}$  4 M at 60 °C with hydrothermal time of 12 hours had the highest total alkalinity of 3.75 mmol  $\text{g}^{-1}$ . Based on the calculation of proton integration between triglycerides and methoxy groups, LGCPO was converted to biodiesel by 68.55%. Biodiesel formed contains 0.56% methyl myristate, 43.36% methyl palmitate, 51.51% methyl oleate and 4.57% methyl stearate.

**Keywords:**  $\text{SO}_4/\text{ZrO}_2$  solid acid catalyst,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$  solid base catalyst, esterification, transesterification, biodiesel