

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN BEBAS PLAGIASI	iii
HALAMAN MOTTO DAN PERSEMBAHAN	iv
PRAKATA	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
INTISARI	xii
ABSTRACT	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Tujuan Penelitian	4
I.3 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN PERUMUSAN HIPOTESIS	5
II.1 Tinjauan Pustaka	5
II.1.1 Zirkonia sebagai katalis asam dan basa	5
II.1.2 Reaksi esterifikasi dan transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel	7
II.2 Perumusan Hipotesis dan Rancangan Penelitian	10
II.2.1 Perumusan hipotesis 1	10
II.2.2 Perumusan hipotesis 2	11
II.2.3 Perumusan hipotesis 3	11
II.2.4 Perumusan hipotesis 4	12
II.2.5 Perumusan hipotesis 5	12
II.2.6 Perumusan hipotesis 6	13
II.2.7 Perumusan hipotesis 7	14
II.2.8 Rancangan penelitian	14
BAB III METODE PENELITIAN	19
III.1 Bahan Penelitian	19
III.2 Alat Penelitian	19
III.3 Prosedur Penelitian	19
III.3.1 Sintesis dan karakterisasi katalis asam padat SO_4/ZrO_2	19
III.3.2 Uji keasaman	20
III.3.3 Sintesis dan karakterisasi katalis basa padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$	21
III.3.4 Uji kebasaan	21
III.3.5 Preparasi LGCPO	22
III.3.6 Reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam padat SO_4/ZrO_2	22
III.3.7 Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
IV.1 Sintesis dan Karakterisasi Katalis Asam Padat SO_4/ZrO_2	25
IV.2 Aplikasi Katalis Asam Padat SO_4/ZrO_2 untuk Reaksi Esterifikasi	36
IV.2.1 Variasi %berat katalis	37
IV.2.2 Variasi rasio mol LGCPO:metanol	38

IV.2.3 Variasi waktu reaksi	40
IV.3 Sintesis dan Karakterisasi Katalis Basa Padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$	42
IV.4 Aplikasi Katalis Basa Padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ untuk Reaksi Transesterifikasi	50
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	64
V.1 Kesimpulan	64
V.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Bentuk struktur kristal ZrO_2 dalam fasa (a) kubik, (b) tetragonal, dan (c) monoklinik (Hannink <i>et al.</i> , 2004)	5
Gambar II.2	Kesetimbangan situs asam Brønsted dan Lewis pada katalis zirkonia tersulfatasi (Jin <i>et al.</i> , 1986)	6
Gambar II.3	Mekanisme reaksi esterifikasi menggunakan katalis zirkonia tersulfatasi (Saravanan <i>et al.</i> , 2012)	8
Gambar II.4	Reaksi transesterifikasi	10
Gambar IV.1	Spektra IR katalis (a) ZrO_2 dan 0,5 M SO_4/ZrO_2 pada variasi temperatur hidrotermal (b) 60 °C, (c) 100 °C, dan (d) 140 °C	26
Gambar IV.2	Spektra IR katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 60 °C pada variasi waktu hidrotermal (a) 6 jam, (b) 12 jam, (c) 18 jam, dan (d) 24 jam	28
Gambar IV.3	Spektra IR katalis SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada variasi konsentrasi H_2SO_4 (a) 0,3 M, (b) 0,5 M, dan (c) 0,7 M	29
Gambar IV.4	Spektra IR katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada variasi temperatur kalsinasi (a) 400, (b) 500, (c) 600, (d) 700, dan (e) 800 °C	31
Gambar IV.5	Difraktogram katalis (a) ZrO_2 , (b) 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada temperatur kalsinasi (c) 400, (d) 500, (e) 600, (f) 700, dan (g) 800 °C	33
Gambar IV.6	Citra SEM katalis ZrO_2 pada perbesaran (a) 1000 kali dan (b) 5.000 kali	34
Gambar IV.7	Citra SEM katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada perbesaran (a) 1000 kali dan (b) 10.000 kali	34
Gambar IV.8	Skema hidrolisis trigliserida	36
Gambar IV.9	Grafik hubungan antara %berat katalis dengan %FFA LGCPO	37
Gambar IV.10	Grafik hubungan antara rasio mol LGCPO:metanol dengan %FFA	39
Gambar IV.11	Grafik hubungan antara waktu reaksi dengan %FFA	40
Gambar IV.12	Persentase FFA (a) LGCPO, pada reaksi esterifikasi (b) tanpa katalis, (c) menggunakan katalis ZrO_2 , dan (d) 0,7 M SO_4/ZrO_2 -500 60 °C; 24 jam	41
Gambar IV.13	Spektra IR katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi temperatur hidrotermal (a) 60, (b) 100, dan (c) 140 °C	43
Gambar IV.14	Spektra IR katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C pada variasi waktu hidrotermal (a) 6 jam, (b) 12 jam, (c) 18 jam, dan (d) 24 jam	44
Gambar IV.15	Spektra IR katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada variasi konsentrasi NaOH (a) 1 M, (b) 2 M, (c) 3 M, dan (d) 4M	46

Gambar IV.16	Spektra IR katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada variasi temperatur kalsinasi (a) 400, (b) 500, (c) 600, (d) 700, dan (e) 800 °C	47
Gambar IV.17	Difraktogram katalis (a) ZrO_2 , (b) 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada temperatur kalsinasi (c) 400, (d) 500, (e) 600, (f) 700, dan (g) 800 °C	48
Gambar IV.18	Citra SEM katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada perbesaran (a) 1000 kali dan (b) 3000 kali	49
Gambar IV.19	Spektra IR (a) LGCPO dan (b) senyawa hasil transesterifikasi	51
Gambar IV.20	Kromatogram senyawa hasil transesterifikasi	52
Gambar IV.21	Spektra massa (a) puncak KG ke-1 dan (b) <i>Library</i>	52
Gambar IV.22	Pola fragmentasi metil miristat (1)	53
Gambar IV.23	Pola fragmentasi metil miristat (2)	53
Gambar IV.24	Spektra massa (a) puncak KG ke-2 dan (b) <i>Library</i>	54
Gambar IV.25	Pola fragmentasi metil palmitat (1)	54
Gambar IV.26	Pola fragmentasi metil palmitat (2)	55
Gambar IV.27	Spektra massa (a) puncak KG ke-3 dan (b) <i>Library</i>	55
Gambar IV.28	Spektra massa (a) puncak KG ke-4 dan (b) <i>Library</i>	56
Gambar IV.29	Pola fragmentasi metil stearat (1)	57
Gambar IV.30	Pola fragmentasi metil stearat (2)	57
Gambar IV.31	Spektra ^1H -NMR LGCPO	58
Gambar IV.32	Spektra ^1H -NMR senyawa hasil transesterifikasi	59
Gambar IV.33	Presiksi mekanisme reaksi esterifikasi pasa situs asam Brønsted katalis asam padat SO_4/ZrO_2	61
Gambar IV.34	Presiksi mekanisme reaksi esterifikasi pasa situs Lewis katalis asam padat SO_4/ZrO_2	61
Gambar IV.35	Rancangan pembentukan katalis basa padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ sebagai material komposit	62
Gambar IV.36	Presiksi mekanisme reaksi transesterifikasi pasa katalis basa padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$	63

DAFTAR TABEL

Tabel IV.1	Hasil uji keasaman katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 pada variasi temperatur hidrotermal	27
Tabel IV.2	Hasil uji keasaman katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 pada variasi waktu hidrotermal	28
Tabel IV.3	Hasil uji keasaman katalis SO_4/ZrO_2 pada variasi konsentrasi H_2SO_4	30
Tabel IV.4	Hasil uji keasaman katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada variasi temperatur kalsinasi	32
Tabel IV.5	Hasil analisis komposisi unsur katalis asam menggunakan SEM-EDS	35
Tabel IV.6	Hasil analisis permukaan katalis asam	35
Tabel IV.7	Hasil uji penurunan FFA LGCPO dalam reaksi esterifikasi pada berbagai parameter	38
Tabel IV.8	Hasil uji kebasaan katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi temperatur hidrotermal	44
Tabel IV.9	Hasil uji kebasaan katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi waktu hidrotermal	45
Tabel IV.10	Hasil uji kebasaan katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi konsentrasi NaOH	46
Tabel IV.11	Hasil uji kebasaan katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada variasi temperatur kalsinasi	47
Tabel IV.12	Hasil analisis komposisi unsur katalis basa menggunakan SEM-EDS	49
Tabel IV.13	Hasil analisis permukaan katalis basa	49
Tabel IV.14	Hasil interpretasi spektra IR LGCPO dan senyawa hasil transesterifikasi	51
Tabel IV.15	Hasil interpretasi kromatogram senyawa hasil transesterifikasi	52
Tabel IV.16	Hasil perhitungan konversi metil ester	60
Tabel IV.17	Parameter dan hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa padat $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ yang disintesis menggunakan metode hidrotermal	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Karakteristik LGCPO	68
Lampiran 2	Perhitungan konversi metil ester	69
Lampiran 3	Spektra FTIR ZrO_2	69
Lampiran 4	Spektra FTIR katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 pada variasi temperatur hidrotermal	70
Lampiran 5	Spektra FTIR katalis 0,5 M SO_4/ZrO_2 60 °C pada variasi waktu hidrotermal	71
Lampiran 6	Spektra FTIR katalis SO_4/ZrO_2 pada variasi konsentrasi H_2SO_4	73
Lampiran 7	Spektra FTIR katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada variasi temperatur kalsinasi	74
Lampiran 8	Difraktogram katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam pada variasi temperatur kalsinasi	76
Lampiran 9	Data JCPDS ZrO_2 monoklinik	78
Lampiran 10	Spektra EDS dan citra dot mapping ZrO_2	81
Lampiran 11	Spektra EDS dan citra dot mapping ZrO_2 katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam	82
Lampiran 12	Hasil analisis permukaan katalis ZrO_2	84
Lampiran 13	Hasil analisis permukaan katalis 0,7 M SO_4/ZrO_2 60 °C; 24 jam	85
Lampiran 14	Spektra FTIR katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi temperatur hidrotermal	86
Lampiran 15	Spektra FTIR katalis 2 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C pada variasi waktu hidrotermal	87
Lampiran 16	Spektra FTIR katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ pada variasi konsentrasi NaOH	89
Lampiran 17	Spektra FTIR katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada variasi temperatur kalsinasi	90
Lampiran 18	Difraktogram katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam pada variasi temperatur kalsinasi	93
Lampiran 19	Spektra EDS katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam	95
Lampiran 20	Hasil analisis permukaan katalis 4 M $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ 60 °C; 12 jam	96
Lampiran 21	Spektra FTIR LGCPO	97
Lampiran 22	Spektra FTIR senyawa hasil transesterifikasi	97
Lampiran 23	Kromatogram senyawa hasil transesterifikasi	98
Lampiran 24	Spektra massa senyawa hasil transesterifikasi	98
Lampiran 25	Spektra $^1\text{H-NMR}$ LGCPO	99
Lampiran 26	Spektra $^1\text{H-NMR}$ senyawa hasil transesterifikasi	100