

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BLENDING ZnO-
KOBAL(II)ASETONITRILKLORIDA DAN UJI PENDAHULUAN
AKTIFITAS KATALITIKNYA PADA REAKSI
TRANSESTERIFIKASI**

Skripsi Sarjana Kimia



**Oleh
PRIETA RAHMANDA PUTRI
BP : 0910412062**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2013**

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
INTISARI	v
ABSTRACT	vi
UCAPAN TERIMA KASIH	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Penelitian	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Katalis	3
2.2 Senyawa Logam Transisi Sebagai Katalis.....	6
2.3 Kobal (II).....	6
2.4 Amobilisasi katalis senyawa kompleks pada material support.....	7
2.5 Biodiesel.....	8
2.6 Reaksi Transesterifikasi.....	9
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	11
3.1 Tempat Penelitian	11
3.2 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi.....	11
3.3 Prosedur Kerja	11
3.3.1. Perlakuan terhadap ZnO.....	11
3.3.2. Sintesis Blending ZnO-kobal(II)asetonitrilklorida.....	12
3.3.3. Penentuan nilai metal loading ZnO-kobal(II)asetonitrilklorida....	13
3.3.4. Penentuan nilai leaching ZnO-kobal(II)asetonitrilklorida.....	13
3.3.5. Pengujian aktifitas katlitik ZnO.....	13
3.3.6. Pengujian aktifitas katalitik Co:ZnO A.....	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15
4.1 Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD)	15
4.2 Hasil karakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM).....	16
4.3 Karakterisasi katalis teramobilisasi dengan Fourier Transform-Infra Red spectroscopy (FT-IR).....	17
4.4 Analisis dengan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).....	19
4.5 Hasil uji pendahuluan dianalisis dengan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS).....	21
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	26
5.1 Kesimpulan.....	26
5.2 Saran.....	26

DAFTAR PUSTAKA.....	27
LAMPIRAN.....	30
Biodata Penulis.....	46

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Bagan reaksi menggunakan katalis dan tanpa katalis.....	3
Gambar 2.2	Reaksi Transestrifikasi Trigliserida.....	10
Gambar 4.1	Pola difraksi XRD ZnO dan Co:ZnO A.....	16
Gambar 4.2	Analisis SEM pada ZnO dan Co:ZnO A dengan perbesaran 2000x.....	17
Gambar 4.3	Hasil Pengukuran FT-IR.....	18
Gambar 4.4	Kurva kalibrasi standar kobal.....	20
Gambar 4.5	Kromatogram Metil Ester dengan katalis Co:Zn A.....	22
Gambar 4.6	Kromatogram Metil Ester dengan Katalis ZnO.....	23

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil ji Metal loading dan Metal leaching.....	21
Tabel 4.2	Uji Pendahuluan aktivitas Katalitik Katalis ZnO-MAc(M = Mn.Fe,Co,Ni).....	24

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A		
Lampiran 1	Perhitungan ukuran Kristal ZnO.....	30
Lampiran 2	Perhitungan ukuran Kristal Co:ZnO (1:100).....	31
Lampiran 3	JCPDS-ICDS ZnO.....	32
Lampiran 4	Perhitungan Jumlah CoCl ₂ dan ZnO.....	34
Lampiran 5	Perhitungan nilai metal loading.....	35
Lampiran 6	Perhitungan nilai metal leaching.....	37
Lampiran 7	Perhitungan jumlah katalis, minyak, dan methanol yang digunakan untuk uji aktivitas katalitik.....	39
Lampiran 8	Skema kerja aktivasi ZnO.....	41
Lampiran 9	Skema Kerja Skema Kerja sintesis blending ZnO-kobal(II) asetonitril klorida.....	42
Lampiran10	Skema Kerja uji leaching kobal ZnO-kobal(II) asetonitril klorida.....	43
Lampiran11	Skema kerja penentuan aktivitas katalitik ZnO.....	44
Lampiran12	Skema Kerja penentuan aktifitas katalitik Co:Zn A	45

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

Singkatan	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
XRD	X-Ray Diffraction	v
SEM	Scanning Electron Microscopy	v
FT-IR	Fourie Transform- Infra red	v
AAS	Atomic absorbtion spectroscopy	v
GC-MS	Gas chromatography-Mass spectrometry	v
FFA	Free fatty acid	1
FAME	Fatty acid methyl ester	1
TON	Turn over number	5
TONF	Turn over number Frequency	5
LAMBANG		
°C	Derajat Celcius	
±	Lebih kurang	5
Θ	Theta	11
nm	Nanometer	15
cm ⁻¹	Centimetre min 1	15
ppm	Part per million	16
mL	Mililiter	21
λ	Lamda	31
β	Betha	30
ρ	Rho	39

BAB I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Penelitian

Bahan bakar minyak memiliki peran yang penting dalam kehidupan manusia. Keberadaan bahan bakar minyak bumi tidak selamanya akan tersedia, untuk itu diperlukan suatu bahan bakar yang dapat diperbaharui seperti biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar terdiri dari campuran mono-alkil ester dari rantai panjang asam lemak, yang digunakan sebagai alternatif bagi bahan bakar dari mesin diesel. Biodiesel dapat dibuat dari sumber yang diperbarui seperti minyak sayur atau lemak. Biodiesel memiliki dampak ramah lingkungan jika dibanding pemakaian bahan bakar minyak bumi, karena dapat menghasilkan emisi gas buang yang lebih sedikit, dapat diperbarui, digunakan sekaligus sebagai pelumas mesin kendaraan dengan viskositas yang tinggi[1]. Biodiesel dapat dibuat melalui reaksi transesterifikasi, dimana trigliserida dan metanol bereaksi menjadi metil ester dan gliserol[2]. Reaksi transesterifikasi akan lebih efisien jika menggunakan katalis.

Katalis merupakan senyawa yang berfungsi untuk mempercepat reaksi. Dalam reaksi transesterifikasi, katalis yang biasa digunakan seperti, natrium hidroksida, kalium hidroksida, dan asam sulfat[3]. Katalis tersebut telah lama digunakan karena dapat menghasilkan metil ester yang tinggi. Katalis homogen tersebut mempunyai kelemahan yang dapat merugikan dalam industri karena sulit dipisahkan dari produknya dan bersifat korosif[4]. Selain itu katalis konvensional tersebut dapat bersifat toksik pada produk karena dapat membentuk sabun. Katalis homogen juga dipengaruhi dengan adanya FFA (*Free Fatty Acid*) dan air keberadaan air dalam katalisis reaksi transesterifikasi dapat mengurangi jumlah FAME yang dihasilkan[5]. Berbagai macam katalis telah banyak diaplikasikan dalam reaksi transesterifikasi dan memproduksi biodiesel. Baik katalis homogen ataupun katalis heterogen. Katalis heterogen lebih banyak dipilih karena mempunyai kelebihan mudah dipisahkan dari produk, disamping itu mempunyai daya *recycleability* sehingga menguntungkan dalam bidang industri. Katalis heterogen dapat berasal dari oksida-oksida logam seperti: CaO, ZrO, dan oksida logam alkali lainnya. Namun, katalis heterogen juga dapat disintesis dengan mengimobilisasi katalis homogen menjadi katalis heterogen.

Katalis garam logam transisi mempunyai kemampuan dalam mengkatalisis karena logam transisi memiliki orbital-3d, sehingga membuat logam transisi menjadi lebih mudah disusupi oleh elektron lain. Katalis garam logam transisi dapat aktif mengkatalisis seperti dalam suatu reaksi organik dengan bentuk garamnya seperti kobal klorida yang telah aktif sebagai katalis dalam sintesis α -aminonitril, reaksi fischer-Tropsch dan merubah *xylene* menjadi asam tereptalit. Katalis garam logam transisi dengan proses amobilisasi pada material pendukung banyak dilakukan seperti dalam penelitian yang telah dilakukan sebelumnya telah dilakukan modifikasi *support* material. Salah satu cara untuk meminimalkan ketahanan transfer massa dalam katalis heterogen dalam reaksi fasa cair adalah dengan mengamobilisasi katalis[6]. Material *support* Silika, Alumina, titania, magnesia, ZnO, zirkonia dan juga karbon dapat digunakan sebagai material amobilisasi[7]. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan modifikasi material pendukung serta mengamobilisasi katalis homogen dari garam logam transisi pada *support* MCM-41[8], P4PV[9], silika modifikasi dengan anilin ($C_6H_5NH_2$) dengan adanya aluminium triklorida ($AlCl_3$)[10]:[11].

ZnO dapat berfungsi sebagai katalis dan mampu mengkatalisis dalam reaksi transesterifikasi untuk menghasilkan biodiesel[12]. Selain itu, ZnO juga dapat difungsikan sebagai material *support* yang baik karena kelebihanannya mempunyai pori permukaan yang homogeny. Pada penelitian ini disintesis melalui proses *blending* $CoCl_2$ dengan ZnO dalam pelarut asetonitril dengan tujuan untuk diaplikasikan kepada reaksi transesterifikasi untuk menghasilkan biodisel.

1.2. Perumusan Masalah Penelitian

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan suatu permasalahan sebagai berikut :

1. Apakah $CoCl_2$ dapat di *blending* pada ZnO?
2. Apakah *blending* ZnO-kobal(II)asetonitril klorida cukup stabil?
3. Apakah katalis ZnO-kobal(II)asetonitril klorida menunjukkan aktifitas katalitik dalam reaksi transesterifikasi minyak nabati?

1.3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas maka tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari proses *blending* CoCl_2 dengan ZnO dalam media palut asetonitril.
2. Mempelajari kestabilan katalis *blending* CoCl_2 dengan ZnO .
3. Mengetahui aktifitas katalitik ZnO -kobal(II)asetonitril klorida pada reaksi transesterifikasi minyak nabati dan membandingkannya dengan ZnO .

1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian yang diusulkan ini diharapkan dapat menjadi landasan yang kuat bagi pengembangan berbagai jenis katalis yang dapat digunakan untuk menghasilkan sumber bahan bakar terbarukan di Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Unand.