



**VARIASI KONSENTRASI NH_4Cl DALAM PROSES AKTIVASI
ZEOLIT DAN KOMPOSISI KATALIS TERHADAP PROSES
ESTERIFIKASI GLISEROL MENJADI TRIASETIN**

SKRIPSI

Oleh

**Desy Puspitasari
NIM 141810301013**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2018**



**VARIASI KONSENTRASI NH_4Cl DALAM PROSES AKTIVASI
ZEOLIT DAN KOMPOSISI KATALIS TERHADAP PROSES
ESTERIFIKASI GLISEROL MENJADI TRIASETIN**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Desy Puspitasari
NIM 141810301013

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2018

PERSEMBAHAN

Dengan menyebut nama Allah SWT, skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Kedua orang tua tercinta, Ayahanda Imam Yulianto dan Ibunda Sulasmini yang senantiasa memberikan motivasi, kasih sayang, menjadi penyemangat, serta inspirasi dalam perjalanan hidupku. Terimakasih tidak pernah lelah mengingatkan untuk selalu dekat dengan Allah;
2. Adik tersayang, Mochamad Edo Dwi Prasetyo dan Ashilla Zahra Yuan yang senantiasa memberikan dorongan semangat dalam perjalanan hidupku;
3. Keluarga terkasih Mbah Putri Ngatmini, Mbah Kakung Sudarsono, Mamah, Pakde Suprpto, Mbak Yuli dan Mas Anwar, dan untuk sosok yang tak tergantikan dan belum sempat saya bahagiakan Mbah Putri Yuni Suprpti dan Mbah Kakung Suwarno;
4. Guru-guru di TK Dharma Wanita Puger, SDN 01 Puger, SMPN 1 Puger, SMAN 1 Kencong yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dengan baik dan sabar;
5. Almamater tercinta, jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTO

“Sesuatu yang belum dikerjakan seringkali tampak mustahil, kita baru yakin kalau kita telah berhasil melakukannya dengan baik” *)

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu atau urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain), dan hanya kepada Tuhanmu engkau berharap” **)

(terjemahan Surat *Asy-Syarhayat* 6-8)

*) Evelin Underhill

***) ‘Ajjaj, H.M.S. 1999. *Washiyyati min WashayaAr-Rasul*. Jombang: Al Maktabah Hasyim. Terjemahan oleh Eva Musyafa. 2003. 55 Wasiat Rasulullah SAW. Jakarta: Penerbit Cendekia.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Desy Puspitasari

NIM : 141810301013

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Variasi Konsentrasi NH_4Cl Dalam Proses Aktivasi Zeolit Dan Komposisi Katalis Terhadap Proses Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 14 Desember 2018

Yang menyatakan,

DesyPuspitasari
NIM 141810301013

SKRIPSI

**VARIASI KONSENTRASI NH_4Cl DALAM PROSES AKTIVASI
ZEOLIT DAN KOMPOSISI KATALIS TERHADAP PROSES
ESTERIFIKASI GLISEROL MENJADI TRIASETIN**

Oleh

Desy Puspitasari
NIM 141810301013

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Novita Andarini, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Variasi Konsentrasi NH_4Cl Dalam Proses Aktivasi Zeolit Dan Komposisi Katalis Terhadap Proses Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin” karya Desy Puspitasari telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP 1972111122000032001

Anggota II,

Tanti Hariyati, S.Si., M.Si
NIP 198010292005012002

Anggota I,

Ika Oktavianawati, S.Si.,M.Sc.
NIP198010012003122001

Anggota III,

Ahmad Sjaifulah, M.Sc., Ph.D
NIP19591009186021001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember,

Drs. Sujito, Ph.D
NIP 196102041987111001

RINGKASAN

Variasi Konsentrasi NH_4Cl Dalam Proses Aktivasi Zeolit Dan Komposisi Katalis Terhadap Proses Esterifikasi Gliserol Menjadi Triasetin; Desy Puspitasari; 141810301013; 2018; 106 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Produksi Biodiesel yang meningkat tiap tahunnya menyebabkan peningkatan jumlah produk samping berupa *crude* gliserol. Peningkatan *crude* gliserol tidak diimbangi dengan diversifikasi produk dan pemanfaatannya hanya berupa proses pemurnian, dan dirasa kurang menguntungkan karena harga gliserol cukup rendah di pasaran. Masalah ini dapat diatasi dengan mengolah gliserol menjadi turunannya berupa triasetin menggunakan metode esterifikasi gliserol dan asam asetat dengan bantuan zeolit yang diaktivasi secara fisik maupun kimia sebagai katalis. Aktivasi secara kimia dilakukan dengan proses pengasaman menggunakan larutan NH_4Cl dan aktivasi secara fisik dengan kalsinasi. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui pengaruh NH_4Cl terhadap kristalinitas dan konversi gliserol, serta pengaruh komposisi katalis terhadap konversi gliserol dan selektivitas katalis terhadap triasetin.

Variabel yang dianalisis adalah karakterisasi katalis berupa kristalinitas dan keasaman, sedangkan *crude* gliserol dan gliserol hasil pemurnian dengan beberapa tahapan dikarakterisasi berupa sifat fisik massa jenis, viskositas dan kadar air. Gliserol pemurnian dan asam asetat diesterifikasi, dilakukan penambahan katalis dengan variasi konsentrasi NH_4Cl 0,1;0,2;0,3;0,4M dan hasil optimumnya digunakan pada esterifikasi selanjutnya dengan variasi komposisi katalis 2%,3%,4%,5%.

Hasil analisis menunjukkan bahwa kualitas *crude* gliserol setelah mengalami pemurnian meningkat baik dari massa jenis, viskositas dan kadar air. Variasi konsentrasi NH_4Cl 0,1; 0,2; 0,3; 0,4M pada proses aktivasi zeolit katalis juga meningkatkan keasaman dari 0,351 menjadi 1,756 mmol/gram. Konsentrasi NH_4Cl tidak berpengaruh terhadap kristalinitas zeolit katalis melainkan hanya

berpengaruh terhadap nilai keasaman. Konsentrasi NH_4Cl yang meningkat menyebabkan nilai keasaman yang meningkat pula. Peningkatan konsentrasi NH_4Cl mempengaruhi hasil konversi gliserol. Semakin tinggi konsentrasi NH_4Cl menghasilkan nilai konversi gliserol meningkat dan hasil paling tinggi adalah konsentrasi 0,4M mencapai 80,99%. Variasi komposisi katalis juga berpengaruh terhadap nilai konversi gliserol. Hasil paling optimum terdapat pada konversi gliserol pada esterifikasi menggunakan katalis konsentrasi NH_4Cl 0,4M dan komposisi katalis 4% sebesar 90,10%, dan nilai konversi pada komposisi 5% mengalami penurunan dikarenakan peningkatan jumlah air yang terbentuk yang menghambat difusi reaktan ke sisi aktif katalisator serta selektivitas katalis terhadap triasetin menghasilkan nilai yang lebih rendah dibandingkan dengan produk lainnya berupa monoasetin.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Variasi Konsentrasi NH_4Cl Dalam Proses Aktivasi Zeolit Dan Komposisi Katalis Terhadap proses Esterifikasi gliserol Menjadi Triasetin”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember
3. Novita Andarini, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah memberi bimbingan, arahan, motivasi, dalam kesempurnaan skripsi;
4. Tanti Hariyati, S.Si., M.Si. dan Ahmad Sjaifulah, M.Sc, Ph.D., selaku Dosen Penguji yang telah berkenan untuk menguji skripsi ini dan memberikan nasehat, koreksi, kritik dan saran untuk pengembangan diri dan menyempurnakan penyusunan skripsi;
5. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
6. Pak Slamet dan Pak Arif (Analisis PT Eterindo) yang telah membantu dalam penelitian ini;
7. Seluruh dosen, staff, dan karyawan jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas yang telah memberikan dukungan selama pengerjaan skripsi ini;
8. Sahabatku terkasih, Zakina Romadona, Suci Nurjannah., Vidya Wahyu Pratiwi, Mbak Nur Aini Hariyo Wati, Mas Firnanda Denny dan Cyntya Maya

Parahita, Wenny Farida Ulfa terimakasih atas doa, bantuan, semangat, dan menjadi bagian dari perjalananku;

9. Ferry Fernando yang telah memberikan semangat, motivasi dan dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Teman-teman “Kos Al-Farobi”, Ijul, Hanifa, Anisa, Mbak Yuli, Yuyun, tante kos, om kos, kak arin, adik mila, terimakasih untuk dorongan semangatnya.
11. Keluarga Besar Majesty, atas kekeluargaan, persaudaraan, motivasi, perhatian dan pengalaman yang telah diberikan.
12. Semua pihak yang turut membantu yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Desember 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN BIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Biodiesel	6
2.2 Gliserol	7
2.2.1 Sifat Fisik Gliserol	7
2.2.2 Manfaat Gliserol	8
2.3 Esterifikasi	8
2.3.1 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Esterifikasi.....	9
2.3.2 Esterifikasi Gliserol	10
2.4 Triasetin	11

2.4.1 Manfaat Triasetin.....	12
2.5 Katalis	13
2.5.1 Penggolongan Katalis	13
2.6 Zeolit	15
2.6.1 Zeolit Alam	17
2.6.2 Mordenit.....	18
2.7 Aktivasi Zeolit	19
2.8 X-Ray Diffraction (XRD)	22
2.9 Gas Chromatography-Mass (GC-MS)	24
2.10 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)	25
BAB 3. METODE PENELITIAN	26
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.3.1 Alat.....	26
3.3.2 Bahan	26
3.3 Diagram Penelitian	27
3.4 Prosedur Penelitian	28
3.4.1 Preparasi Larutan	28
a. Larutan HCl 6N dan 0,5N	28
b. Larutan NH ₄ Cl 0,1;0,2;0,3;0,4M	28
c. Larutan NaOH 0,1N	28
d. Larutan Asam Oksalat 0,1M	28
e. Larutan Asam Phospat 5%	28
f. Larutan Etanol 95%	29
g. Larutan Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O	29
3.4.2 Standarisasi Larutan.....	29
a. Standarisasi Larutan NaOH dengan Asam Oksalat.....	29
b. Standarisasi Larutan HCl dengan NaOH	29
3.4.3 Preparasi Zeolit (<i>Natural Zeolit/NZ</i>).....	30
3.4.4 Aktivasi Zeolit	30

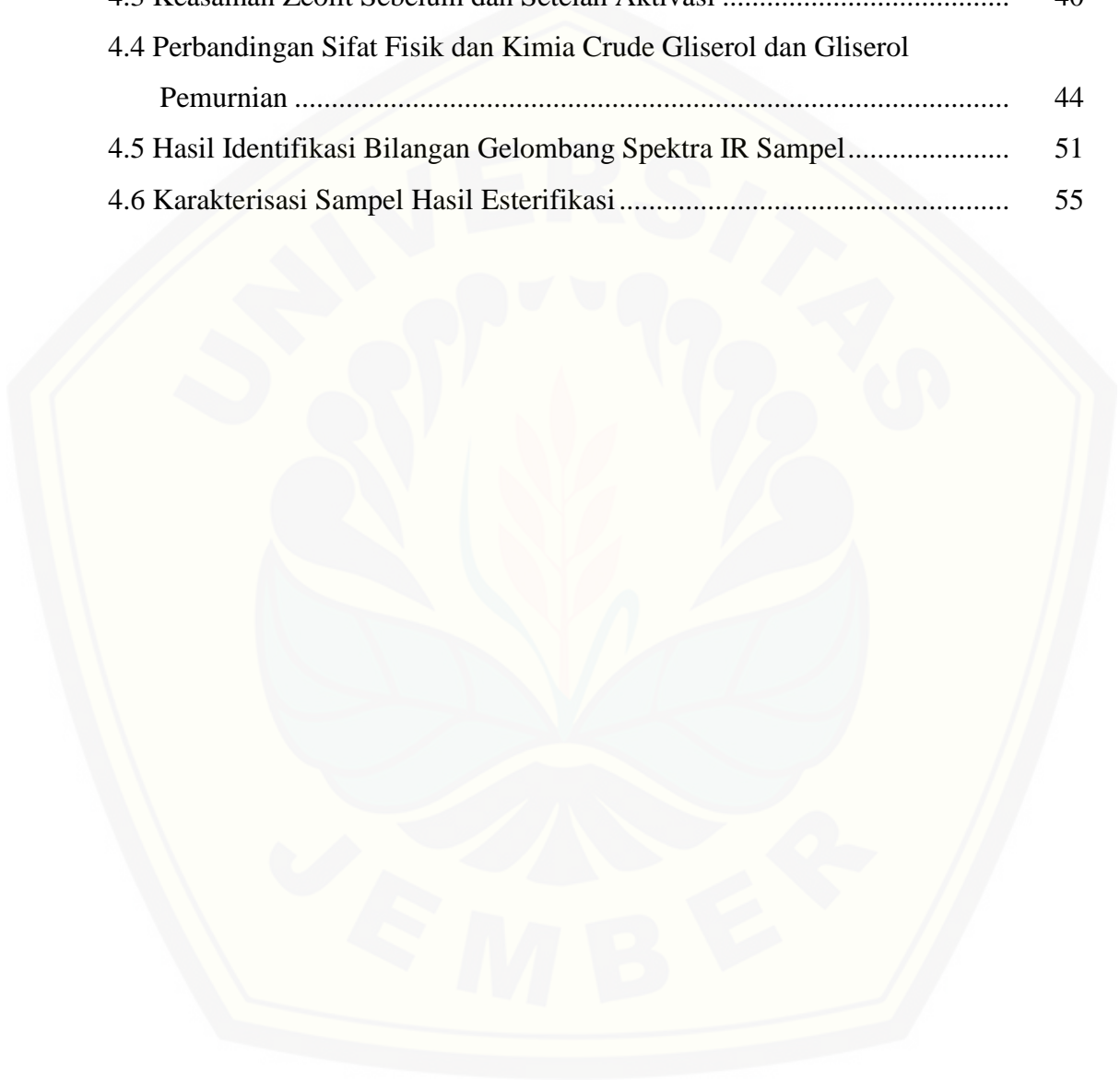
3.4.5 Karakterisasi Zeolit	30
a. Penentuan Keasaman.....	30
b. Karakterisasi XRD	31
3.4.6 Pembuatan Adsorben Zeolit (ZAAH).....	31
3.4.7 Pemurnian Gliserol	32
a. Analisis Massa Jenis.....	32
b. Analisis Kadar Air.....	32
c. Analisis Kekentalan (Viskositas)	33
3.4.8 Esterifikasi Gliserol	34
3.4.9 Analisa Konversi Gliserol.....	34
a. Asam Total	34
b. Asam Bebas.....	35
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	36
4.1 Kristalinitas Zeolit dan Konversi Gliserol Variasi Konsentrasi	
NH₄Cl	36
4.1.1 Kristalinitas Zeolit Pada Variasi Konsentrasi NH ₄ Cl.....	36
4.1.2 Konversi Gliserol Pada Variasi Konsentrasi NH ₄ Cl.....	42
4.2 Konversi Gliserol Pada Variasi Komposisi katalis	49
4.3 Selektivitas Katalis Terhadap Triasetin (Hasil Konversi	
Gliserol Optimum) dengan analisis GC-MS Zeolit	52
BAB 5. PENUTUP.....	56
5.1 Kesimpulan.....	56
5.2 Saran	56
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN.....	63

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Skema Reaksi Transesterifikasi	6
2.2 Struktur Kimia Gliserol.....	7
2.3 Reaksi Esterifikasi	9
2.4 Reaksi Esterifikasi Gliserol.....	11
2.5 Struktur Kimia Triasetin	11
2.6 Diagram Profil Energi Penggunaan Katalis	13
2.7 Struktur zeolit	17
2.8 Struktur Mordenit.....	19
2.9 Proses Pertukaran Ion Amonium dengan Kation pada Zeolit.....	21
2.10 Skema Alat Difraksi Sinar-X	24
2.11 Instrumentasi Kromatografi Gas-Spekrometer Massa.....	25
3.1 Viskometer <i>Ostwald</i>	33
4.1 Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Katalis	36
4.2 Mekanisme Reaksi Zeolit dengan NH_4Cl	39
4.3 Hasil Keasaman Variasi Konsentrasi NH_4Cl	41
4.4 Reaksi Pembentukan Garam Kalium dan Asam Bebas	42
4.5 Perubahan Warna Gliserol pada Berbagai perlakuan.....	43
4.6 Hasil Analisis GC-MS Gliserol Pemurnian	45
4.7 Hasil Analisa FTIR Gliserol Pemurnian dan Standartnya	46
4.8 Reaksi Esterifikasi Gliserol	47
4.9 Hasil Konversi Gliserol pada Katalis tanpa aktivasi dan Katalis Aktivasi Variasi Konsentrasi NH_4Cl	48
4.10 Hasil Konversi Gliserol Variasi Komposisi Katalis.....	49
4.11 Hasil Analisa FTIR Sampel Hasil Esterifikasi	51
4.12 Hasil Analisa Sampel dengan Katalis Menggunakan GC-MS.....	53
4.13 Hasil Analisa Sampel tanpa Katalis Menggunakan GC-MS.....	53
4.14 Perbedaan Letak Ester Pada Senyawa Monoasetin.....	54
4.15 Tampilan Fisik Sampel Hasil Esterifikasi.....	54

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Sudut 2theta sampel dan 2 theta standart	37
4.2 Data Kristalinitas Relatif XRD Zeolit.....	38
4.3 Keasaman Zeolit Sebelum dan Setelah Aktivasi	40
4.4 Perbandingan Sifat Fisik dan Kimia Crude Gliserol dan Gliserol Pemurnian	44
4.5 Hasil Identifikasi Bilangan Gelombang Spektra IR Sampel.....	51
4.6 Karakterisasi Sampel Hasil Esterifikasi	55



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan HCl 6N	63
3.2 Pembuatan Larutan HCl 0,5N	64
3.3 Pembuatan Larutan NH ₄ Cl	64
3.3.1 Larutan NH ₄ Cl 0,1M	64
3.3.2 Larutan NH ₄ Cl 0,2M	65
3.3.3 Larutan NH ₄ Cl 0,3M	65
3.3.4 Larutan NH ₄ Cl 0,4M	65
3.4 Pembuatan Larutan NaOH 0,1N	65
3.5 Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1M	65
3.6 Pembuatan Larutan Etanol 95%	65
3.7 Pembuatan Larutan Asam Phospat 5%	66
3.8 Pembuatan Larutan Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	66
3.9 Standarisasi NaOH	66
3.10 Standarisasi HCl	67
4.1 Perhitungan Keasaman Zeolit	68
4.2 Perhitungan Massa Jenis	68
4.3 Perhitungan Kadar Air	70
4.4 Perhitungan Kekentalan	71
4.5 Perhitungan Persentase Kenaikan Kristalinitas	72
4.6 Perhitungan Konversi Gliserol	72
4.7 Perhitungan Sifat Fisik Sampel Esterifikasi	76
4.8 Hasil XRD Zeolit Konsentrasi NH ₄ Cl 0,4M	77
4.9 Hasil XRD Zeolit Konsentrasi NH ₄ Cl 0,3M	79
4.10 Hasil XRD Zeolit Konsentrasi NH ₄ Cl 0,2M	81
4.11 Hasil XRD Zeolit Konsentrasi NH ₄ Cl 0,1M	83
4.12 Hasil XRD Zeolit NZ	85
4.13 Hasil GC-MS Gliserol Pemurnian	87
4.14 Hasil GC-MS Sampel Menggunakan Zeolit	89

4.15 Hasil GC-MS Sampel Tanpa Zeolit 90



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Biodiesel merupakan salah satu jenis sumber energi alternatif terbarukan dan termasuk kedalam suatu metil ester yang dapat diproduksi dari minyak tumbuhan atau lemak hewan yang dapat digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel (Dharsono dan Oktari, 2010). Produksi biodiesel setiap tahunnya mengalami peningkatan hingga mencapai 2.798.701 kilo liter pada tahun 2017. Peningkatan produksi tersebut menyebabkan semakin meningkatnya limbah (hasil samping) biodiesel berupa *crude* gliserol (Kementrian ESDM, 2017). Peningkatan jumlah *crude* gliserol tidak diimbangi dengan diversifikasi produk dan pemanfaatannya hanya berupa proses pemurnian. Aziz dkk (2014) telah melakukan penelitian berupa pemurnian *crude* gliserol dengan beberapa tahapan yaitu pengasaman, adsorpsi, evaporasi dan distilasi didapatkan kadar gliserol sebesar 76,43%.

Proses pemurnian gliserol dirasa kurang menguntungkan, hal ini dikarenakan harga gliserol yang masih cukup rendah di pasaran. Oleh karena itu perlu adanya pengolahan gliserol menjadi bahan lain atau menjadi produk yang lebih bernilai ekonomi. Salah satu cara yang dapat ditempuh adalah dengan mengolah gliserol untuk dikonversi menjadi turunannya. Produk turunan gliserol dapat berupa gliserol trihepanoat, gliserol monostearat, monogliserida oleat, gliserol triasetat/triasetin (Pathak, 2010). Triasetin merupakan triester dari gliserol yang dapat digunakan sebagai bahan aroma pada makanan, pelarut pada parfum, *plastisizer* untuk resin selulosa serta sebagai bahan tambahan untuk mengurangi ketukan pada mesin mobil atau *knocking* (Nuryoto dkk., 2010).

Triasetin dapat diperoleh dengan menggunakan metode esterifikasi gliserol. Esterifikasi lebih mengacu pada reaksi asam karboksilat dengan alkohol untuk menghasilkan ester yang lebih bernilai tinggi (Ketaren, 2008). Reaksi esterifikasi yang terjadi antara gliserol dengan asam asetat merupakan reaksi yang berjalan lambat. Reaksi yang berjalan lambat dapat diatasi dengan menggunakan katalis, salah satunya merupakan katalis heterogen. Penggunaan katalis heterogen

memiliki banyak keunggulan antara lain yaitu hasil konversi dari reaksi esterifikasi gliserol menjadi triasetin yang lebih besar, katalis heterogen tidak sulit dipisahkan dengan produk pada tahap akhir, tidak menambah beban pada unit pengolahan limbah, dan penggunaan katalis heterogen tidak menyebabkan korosi pada peralatan yang digunakan. Keunggulan tersebut menjadi acuan pada penelitian ini untuk menggunakan katalis heterogen berupa zeolit. Zeolit merupakan mineral aluminasilikat berpori yang didalamnya terdapat ion-ion dan molekul air yang bergerak bebas (Smith, 1992). Penggunaan zeolit alam sebagai katalis dilakukan oleh Silaban dkk (2015) dalam proses esterifikasi gliserol dengan asam asetat dan diperoleh konversi gliserol menjadi triasetin sebesar 85,21%. Penelitian yang sama yaitu pembuatan triasetin oleh Yulvianti dkk (2016) menghasilkan konversi sebesar 89,90% dengan menggunakan zeolit alam Bayah.

Zeolit alam pada umumnya memiliki aktivitas katalitik yang rendah, stabilitas termal yang tidak terlalu tinggi, dan ukuran porinya tidak seragam, oleh karena itu perlu diaktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan sebagai katalis (Handoko, 2002). Aktivasi zeolit merupakan cara untuk meningkatkan kualitas zeolit yaitu dengan meningkatkan keasaman pada inti aktif zeolit alam. Tahap aktivasi zeolit yang optimal dapat dilakukan dengan pengasaman menggunakan larutan NH_4Cl . Penambahan NH_4Cl menyebabkan pertukaran kation yang terdapat dalam zeolit alam dengan H^+ , sehingga tingkat keasaman dari zeolit dapat semakin bertambah (Ertan, 2005). Penambahan larutan asam juga akan mengubah zeolit alam (NZA) menjadi H-NZA seperti yang dilakukan oleh Kurniasari (2005) yaitu melakukan aktivasi zeolit dengan pengasaman menggunakan larutan asam NH_4Cl 0,1M dan menghasilkan peningkatan keasaman dari 5,41 mmol/g menjadi 5,93 mmol/g. Ristanti (2015) juga melakukan penelitian yang sama dan menghasilkan peningkatan keasaman dari 2,78 mmol/g menjadi 3,11 mmol/g.

Aktivasi zeolit dengan pengasaman berpengaruh terhadap kristanilitas zeolit dan dapat dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan

kristalin berupa zeolit untuk mengetahui kisi dan tipe struktur kristalnya (Smallman dan Ngan, 2014). Karakterisasi menggunakan XRD terhadap zeolit alam yang telah diaktivasi dengan larutan asam NH_4Cl pada penelitian oleh Setiadi dan Pertiwi (2007) menghasilkan peningkatan persentase kristanilitas dari 44,1% menjadi 50,8%, sehingga pada penelitian digunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk karakterisasi zeolit sebagai katalis yang digunakan dalam konversi gliserol.

Konversi gliserol yang maksimum selain dipengaruhi oleh perlakuan aktivasi juga dipengaruhi oleh konsentrasi katalis zeolit itu sendiri. Ernawati dkk (2015) telah mereaksikan gliserol dengan asam asetat dengan perbandingan reaktan 1:7 dengan komposisi katalis zeolit alam 4% menghasilkan konversi gliserol menjadi triasetin sebesar 82,89%. Penelitian serupa dilakukan oleh Sari dkk (2015) pada kondisi perbandingan reaktan 1:7, suhu yang digunakan adalah 100°C dan ukuran katalisnya sebesar 100 mesh dengan komposisi katalis zeolit alam Yogyakarta 3% diperoleh konversi gliserol menjadi triasetin sebesar 90,02%. Penambahan katalis zeolit alam sebesar 3% pada proses esterifikasi antara gliserol dengan asam asetat juga dilakukan oleh Yulivianti dkk (2016) pada kondisi perbandingan reaktan 1:3, suhu yang digunakan adalah 100°C menghasilkan konversi gliserol menjadi triasetin sebesar 89,90% dengan selektivitas triasetin sebesar 0,64%.

Berdasarkan uraian diatas maka perlu dilakukan penelitian mengenai variasi konsentrasi NH_4Cl pada aktivasi zeolit dan komposisi katalis zeolit alam terhadap proses esterifikasi gliserol menjadi triasetin. Gliserol yang digunakan adalah *crude* gliserol dari PT. Eterindo Nusa Graha Gresik yang dimurnikan terlebih dahulu sebelum diesterifikasi.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang terdapat dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimanakah pengaruh konsentrasi NH_4Cl pada proses pengasaman katalis terhadap kristalinitas zeolit dan konversi gliserol?
2. Bagaimanakah pengaruh komposisi katalis terhadap konversi gliserol yang dihasilkan?
3. Bagaimanakah selektivitas katalis terhadap triasetin (hasil konversi gliserol optimum)?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang terdapat dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Katalis yang digunakan adalah zeolit alam Klaten.
2. *Crude* gliserol diambil dari PT. Eterindo Nusa Graha Gresik.
3. *Crude* gliserol dimurnikan dengan ZAAH (zeolit diaktivasi dengan HF, HCl dan NH_4Cl).
4. Konversi gliserol adalah persentase banyaknya gliserol yang dapat bereaksi dengan asam asetat.

1.4 Tujuan

Adapun tujuan yang terdapat dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari pengaruh konsentrasi NH_4Cl pada proses pengasaman katalis terhadap kristalinitas zeolit dan konversi gliserol.
2. Mempelajari pengaruh komposisi katalis terhadap konversi gliserol yang dihasilkan.
3. Mengetahui selektivitas triasetin pada proses konversi gliserol menggunakan katalis zeolit optimum.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang terdapat dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Meningkatkan nilai guna gliserol yang telah dikonversi menjadi triasetin.

2. Meminimalisir tingkat pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh limbah industri biodiesel berupa gliserol.
3. Memperoleh teknik pengkonversian gliserol menjadi triasetin dengan menggunakan katalis berupa zeolit yang diaktivasi dengan NH_4Cl .

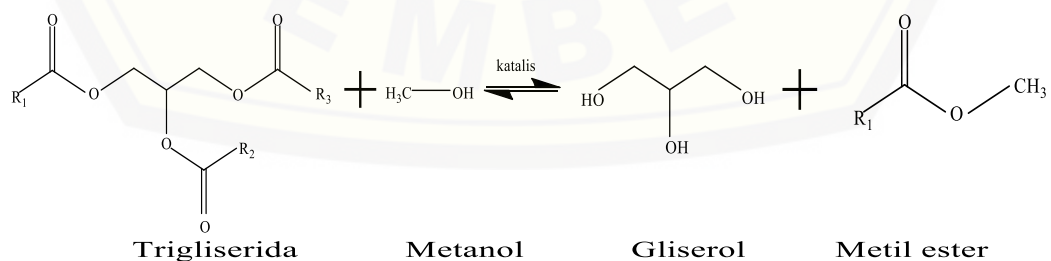


BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan mono alkil ester yang berasal dari asam lemak rantai panjang (trigliserida) yang terdapat pada minyak nabati ataupun lemak hewani sebagai salah satu sumber energi yang dapat diperbaharui dan digunakan untuk bahan bakar mesin diesel (Ejikeme, 2010). Biodiesel dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif pengganti minyak bumi karena memiliki kemiripan karakteristik dengan bahan bakar petrodiesel. Petrodiesel memiliki kekurangan jika dibandingkan dengan biodiesel, antara lain menyebabkan polusi udara berupa asap hitam yang mengandung partikulat dan gas yang berbahaya sehingga dapat membahayakan kesehatan manusia. Hal tersebut dapat ditanggulangi dengan penggunaan biodiesel yang memiliki karakteristik sebagai berikut, yaitu bersifat *biodegradable* yang tinggi, tidak beracun, dapat diperbarui dan tidak menghasilkan emisi dalam bentuk oksida, nitrogen, timbal, sulfur dan sebagainya (Noiroj, 2009).

Pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan reaksi transesterifikasi antara trigliserida dengan alkohol seperti metanol atau etanol. Reaksi ini berjalan secara lambat, oleh karena itu banyak digunakan bantuan katalis dalam proses pembuatan biodiesel. Katalis yang digunakan dapat berupa katalis homogen ataupun heterogen. Secara umum reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema Reaksi Transesterifikasi (Ejikeme, 2010).

Reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel (metil ester) menghasilkan produk samping berupa gliserol dalam keadaan *crude*. Crude gliserol tersebut dapat

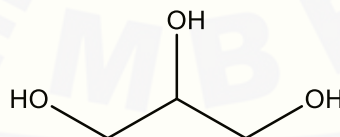
memiliki volume sebanyak 10% dari total volume produk biodiesel dalam sekali proses pembuatan (Ejikeme, 2010).

2.2 Gliserol

Gliserol diidentifikasi pertama kali oleh Scheele pada tahun 1770 yang diperoleh dari proses memanaskan minyak zaitun (*olive oil*). Scheel melakukan penelitian yang sama terhadap beberapa sumber minyak nabati lainnya dan lemak hewani seperti *lard* pada tahun 1784 dan hasil temuannya ini dengan sebutan “*The Sweet Principle of Fats*”. Nama gliserol baru dikenal setelah tahun 1811. Nama ini diberikan oleh Chevreul (orang yang melanjutkan penelitian Scheele) yang diambil dari bahasa Yunani (*Greek*) yaitu dari kata *glyceros* yang berarti manis. Tahun 1836, Pelouze menemukan formula dari gliserol dan pada tahun 1883 Berthlot dan Luce mempublikasikan formula struktur gliserol (Quispe, 2013).

2.2.1 Sifat Fisik dan Sifat Kimia Gliserol

Gliserol adalah senyawa anorganik dan memiliki rumus kimia $C_3H_8O_3$. Gliserol merupakan golongan senyawa alkohol yang terdiri dari rantai tiga karbon dengan gugus hidroksil menempel pada masing-masing karbon. Senyawa ini termasuk dalam senyawa polar karena memiliki beberapa gugus OH. Gliserol atau 1,2,3-propanatriol memiliki struktur kimia ditunjukkan pada gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur Kimia Gliserol (Tan *etal*, 2013).

Gliserol tidak beracun untuk manusia dan tidak mencemari lingkungan. Secara fisik, gliserol tidak berwarna (bening), tidak berbau, higroskopis dan memiliki rasa manis. Titik didih dari gliserol $290^{\circ}C$ dan titik leleh berada pada suhu $18^{\circ}C$. Berat molekul dari gliserol adalah sebesar $92,09$ g/mol dengan massa jenis sebesar $1,261$ g/cm² dan memiliki nilai kekentalan sebesar 350 cP. Tiga gugus hidroksil

dalam gliserol menentukan kelarutannya. Gliserol bersifat polar dapat larut dalam air dan alkohol, sedikit larut dalam eter dan dioksan, dan tidak larut dalam hidrokarbon (Tan *etal*, 2013). Pemakaian kata gliserol banyak disamakan dengan istilah gliserin, akan tetapi sebenarnya kedua istilah tersebut berbeda. Pemakaian kata gliserol biasa digunakan pada kemurnian rendah dan masih memiliki banyak pengotor (biasanya dalam bentuk *crude*) sedangkan pemakaian kata gliserin biasa digunakan untuk kemurnian yang lebih tinggi (Quispe, 2013).

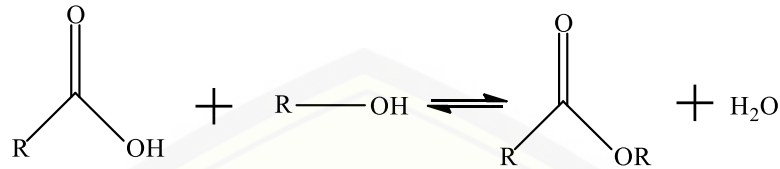
2.2.2 Manfaat Gliserol

Gliserol merupakan produk samping hasil esterifikasi yang memiliki berbagai macam manfaat pada banyak bidang dalam kehidupan sehari-hari. Manfaat gliserol pada bidang kosmetik adalah sebagai *emollient*, yang berfungsi sebagai pelembab untuk mengurangi kulit bersisik dan memperbaiki penampilan kulit. Manfaat lainnya yaitu dibidang kesehatan, gliserol memiliki fungsi sebagai *humectant*. Gliserol biasanya juga digunakan sebagai campuran dalam pembuatan polimer yang memberikan sifat *plasticizer* dan *stabilizer* dalam bidang Industri polimer dan pada bidang dalam industri makanan dan minuman, gliserol dapat digunakan sebagai pelarut, pemanis dan bahan pengawet (Tan *et al*, 2013).

2.3 Esterifikasi

Esterifikasi merupakan reaksi pembentukan ester dengan cara merefluks sebuah asam karboksilat bersama sebuah alkohol dengan katalis asam. Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi ionik yang merupakan gabungan dari reaksi adisi dan reaksi penataan ulang eliminasi. Reaksi ini merupakan reaksi yang berlangsung secara reversibel. Pembentukan ester melalui asilasi langsung asam karboksilat terhadap alkohol, seperti pada esterifikasi Fischer lebih disukai dibanding dengan asilasi dengan anhidrida asam atau asil klorida (sensitif terhadap kelembapan). Kelemahan utama asilasi langsung adalah konstanta kesetimbangan kimia yang rendah. Hal ini dapat diatasi dengan penambahan

banyak asam karboksilat. Selain menghasilkan ester, pada esterifikasi juga menghasilkan air. Pemisahan air dapat dilakukan melalui distilasi Dean-Strak atau penggunaan saringan molekul. Reaksi yang terjadi seperti pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi Esterifikasi (Fessenden dan Fessenden, 1986)

Reaksi pada gambar 2.3 merupakan reaksi kesetimbangan endoterm, sehingga dibutuhkan perlakuan pemanasan untuk mempercepat reaksi esterifikasi seperti diatas. Reaksi ini juga bersifat lambat dalam kondisi normal, oleh karena itu diperlukan katalis (Fessenden dan Fessenden, 1986).

2.3.1 Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Esterifikasi

Faktor-faktor yang berpengaruh pada reaksi esterifikasi antara lain :

a. Waktu Reaksi

Waktu reaksi sangat berpengaruh dalam proses reaksi esterifikasi. Semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan akan dapat menyebabkan kontak antar zat menjadi semakin besar. Hal tersebut akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena hasil yang didapat tidak akan meningkat.

b. Pengadukan

Perlakuan pengadukan akan berpengaruh pada peningkatan frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga mempercepat reaksi dan reaksi terjadi sempurna. Semakin besar tumbukan maka akan semakin besar pula harga konstanta kecepatan reaksi, sehingga dalam hal ini pengadukan sangat penting apalagi untuk larutan yang *immiscible*. Sesuai dengan persamaan Archenius :

$$k = A e^{(-E_a/RT)} \dots\dots\dots (2.1)$$

dimana :

T = Suhu absolut (°C)

R = Konstanta gas umum (J/K mol)

E = Tenaga aktivasi (KJ/mol)

A = Faktor tumbukan (t^{-1})

k = Konstanta kecepatan reaksi (t^{-1})

c. Katalisator

Katalisator berfungsi untuk mengurangi energi aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu harga konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Pada reaksi esterifikasi yang sudah dilakukan biasanya menggunakan konsentrasi katalis antara 1-4 % berat sampai 10 % berat campuran pereaksi.

d. Suhu Reaksi

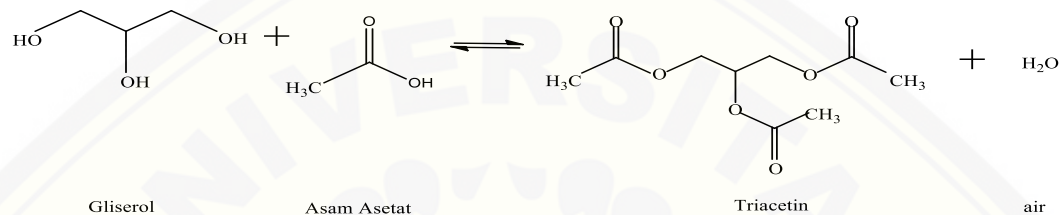
Suhu reaksi sangat mempengaruhi proses esterifikasi yang dilakukan. Semakin tinggi suhu yang dioperasikan maka semakin banyak konversi yang dihasilkan, hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius. Bila suhu naik maka akan semakin banyak tumbukan, katalis akan bekerja secara maksimum sehingga harga k akan semakin besar dan menyebabkan reaksi berjalan cepat dan hasil konversi makin besar.

(Krik, 1978).

2.3.2 Esterifikasi Gliserol

Proses esterifikasi gliserol merupakan salah satu metode yang banyak digunakan untuk memproduksi produk turunan gliserol. Reaksi esterifikasi dapat menghasilkan bermacam-macam ester yang mempunyai banyak kegunaan dan bernilai lebih tinggi berupa gliserol trihepanoat, gliserol monostearat, mono gliserida oleat, gliserol triasetat atau triasetin. Produk dari konversi gliserol ini bersifat ramah lingkungan dan terbarukan karena bukan merupakan turunan dari minyak bumi. Konversi gliserol biasanya juga dapat dilakukan dengan cara lain selain esterifikasi gliserol yaitu dengan oksidasi gliserol, dan reduksi gliserol (Prasetyo dkk., 2012).

Menurut Ferrerai (2009), proses esterifikasi gliserol dilakukan dengan mereaksikan gliserol dengan asam organik maupun asam anorganik dan akan menghasilkan gliserol ester, dari golongan asam organik misalnya asam karboksilat bisa dihasilkan gliserol asetat, gliserol benzoat, gliserol karbonat, dan lain-lain. Proses oksidasi gliserol biasanya dilakukan untuk mendapatkan berbagai produk yang mengandung asam glikolat, asam oksalat, asam formiat. Reaksi esterifikasi gliserol yang terjadi ditunjukkan pada gambar 2.4.

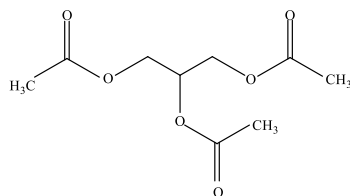


Gambar 2.4 Reaksi Esterifikasi Gliserol (Ferrerai, 2009)

Esterifikasi gliserol dengan asam asetat dapat menjadi alternatif baik untuk pemanfaatan gliserol sebagai hasil samping dari biodiesel. Produk asetilasi gliserol dengan menggunakan jumlah asam asetat dengan perbandingan 1:3 hingga berlebih akan menghasilkan triasetin sesuai dengan gambar diatas, dan untuk perbandingan 1:1 akan menghasilkan monoasetin serta perbandingan 1:2 menghasilkan diasetin. Triasetin sendiri berfungsi pada bahan kosmetik. Monoasetin dan diasetin memiliki aplikasi dalam kriogenik dan sebagai bahan baku untuk produksi biodegradable poliester (Ferrerai, 2009).

2.4 Triasetin

Triasetin (*1,2,3-propanatriyl triacetate*) dengan rumus kimia $C_9H_{14}O_6$. Senyawa ini merupakan triester dari gliserol dan asam asetat. Struktur kimia dari triasetin ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Struktur Kimia Triasetin (OECD,2002).

Triasetin memiliki berat molekul sebesar 218,21 gram/mol. Triasetin memiliki penampilan fisik seperti cairan yang berminyak dengan warna bening, tidak berbau. Selain itu, triasetin dapat larut dalam pelarut lain berupa aseton, benzena dan masih banyak lainnya. Titik lebur yang dimiliki oleh senyawa ini adalah sebesar -78°C dengan titik didihnya sebesar 259°C (OECD, 2002). Triasetin dapat dihasilkan dari proses esterifikasi gliserol dengan asam asetat. Selain dengan menggunakan proses esterifikasi, triasetin juga dapat diperoleh dengan beberapa proses atau cara lain. Senyawa triasetin dapat diproduksi dengan menggunakan beberapa metode sebagai berikut:

- a. Reaksi Interesterifikasi
- b. Reaksi Interesterifikasi Enzimatis

Adapun keempat proses diatas dalam pembuatan triasetin memiliki mekanisme dan produk samping yang berbeda-beda (Wepoh, 2015).

2.4.1 Manfaat Triasetin

Triasetin merupakan produk turunan dari senyawa gliserol yang memiliki banyak kegunaan baik pada makanan maupun untuk non makanan, antara lain :

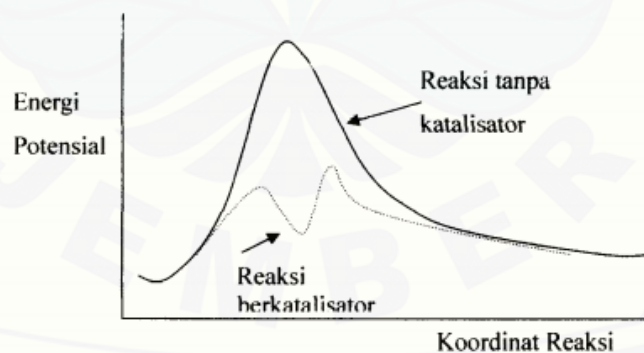
1. Triasetin dapat dimanfaatkan dalam bidang makanan sebagai bahan aroma dalam permen, minuman dari susu, minuman ringan dan permen karet.
2. Triasetin dapat dimanfaatkan dalam bidang non makanan yaitu dapat digunakan sebagai pelarut pada parfum dan tinta cetak
3. Triasetin dapat dimanfaatkan sebagai *plasticizer* untuk resin selulosa, polimer dan co-polimer
4. Triasetin dapat digunakan bahan aditif bahan bakar untuk mengurangi *knocking* pada mesin (menaikkan nilai oktan)
5. Triasetin untuk juga sebagai zat aditif untuk biodiesel untuk memperbaiki sifat dingin dan viskositas pada biodiesel tersebut
6. Triasetin juga banyak digunakan oleh pabrik rokok besar sebagai bahan aditif pada pembuatan rokok itu sendiri

(Nuryoto dkk., 2010).

2.5 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa kimia yang menyebabkan reaksi menjadi lebih cepat untuk mencapai kesetimbangan tanpa mengalami perubahan kimiawi diakhir reaksi. Katalis tidak mengubah nilai kesetimbangan dan katalis hanya berperan dalam menurunkan energi aktivasi. Energi aktivasi reaksi merupakan banyaknya energi minimum yang dibutuhkan agar reaksi dapat berlangsung. Penurunan energi aktivasi yang terjadi menyebabkan energi minimum yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukan berkurang sehingga terjadinya reaksi berjalan cepat (Gates, 1992).

Prinsip kerja pemakaian katalis pada suatu reaksi adalah katalis yang digunakan tetap ikut dalam jalannya reaksi, tetapi pada kondisi akhir, katalis akan terbentuk kembali dalam bentuk yang sama. Katalis memberikan mekanisme reaksi alternatif dengan energi pengaktifan yang lebih rendah dibandingkan dengan reaksi tanpa katalis, sehingga dengan adanya katalis akan dapat meningkatkan laju reaksi. Gambar 2.5 memperlihatkan diagram profil energi dari reaksi tanpa dan dengan katalis. Entalpi reaksi kedua jenis mekanisme tersebut tidaklah berbeda karena keadaan awal dan keadaan akhir reaksi dengan atau tanpa katalis adalah sama (Gates, 1992).



Gambar 2.6 Diagram Profil Energi Penggunaan Katalis (Gates, 1992).

2.5.1 Penggolongan Katalis

Katalis dapat dibedakan menjadi tiga, yaitu berupa katalis enzim, homogen dan heterogen.

a. Katalis Enzim

Enzim adalah molekul protein ukuran koloidal, merupakan katalis diantara homogen dan heterogen. Enzim merupakan *driving force* untuk reaksi biokimia, karakterisasinya adalah efisiensi dan selektivitas.

b. Katalis Homogen

Katalis homogen berada fasa yang sama seperti reaktan dan produk. Reaksi sangat spesifik dengan *yield* produk yang diinginkan yang tinggi. Kelemahannya adalah hanya dapat digunakan pada skala laboratorium, sulit dilakukan secara komersial, operasi pada fasa cair dibatasi kondisi suhu dan tekanan, sehingga peralatan menjadi lebih kompleks dan perlu pemisahan antara produk dengan katalis dengan biaya yang mahal dan cukup rumit. Oleh karena itu katalis homogen dibatasi pada industri bahan-bahan kimia tertentu, obat-obatan dan makanan. Katalis homogen dapat digunakan dalam tahapan konversi gliserol menjadi triasetin seperti yang dilakukan oleh widayat (2013) pada penelitian konversi gliserol menjadi triasetin dengan menggunakan katalis homogen berupa asam sulfat menghasilkan konversi gliserol sebesar 67,63%.

c. Katalis Heterogen

Katalis heterogen secara umum berbentuk padat dan banyak digunakan pada reaktan berwujud cair atau gas. Katalis heterogen paling luas digunakan dalam bidang industri, dikarenakan sistem katalis heterogen memiliki beberapa keuntungan bila dibandingkan dengan sistem katalis homogen. Keuntungan katalis heterogen antara lain selektivitas produk yang diinginkan dapat ditingkatkan dengan adanya pori yang terdapat pada katalis heterogen, dapat digunakan pada suhu tinggi sehingga dapat dioperasikan pada berbagai kondisi, aktivitas intrinsik dari *active site* dapat dimodifikasi oleh struktur padat, komposisi kimia pada permukaan dapat digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi komponen tertentu, katalis heterogen dapat dipisahkan dari produk dengan penyaringan dan dapat digunakan kembali, mudah digunakan karena tidak memerlukan tahap yang panjang untuk memisahkan dari sistem yang dikatalisisnya. Contoh penggunaan katalis heterogen berupa zeolit alam Bandung dilakukan pada konversi gliserol menjadi triasetin oleh Sari dkk (2015)

menggunakan katalis zeolit alam Yogyakarta dengan konversi sebesar 90,02% (Farnetti dkk, 2009).

Katalis sangat berperan penting pada laju reaksi yang terjadi. Laju reaksi menggunakan katalisator bergantung pada aktivitas katalitiknya, semakin tinggi aktivitas katalitiknya, maka laju reaksinya menjadi semakin cepat. Adapun beberapa faktor yang mempengaruhi aktivitas katalitik, yaitu :

- a. Konsentrasi dan luas permukaan katalisator
- b. Kespesifikan terhadap katalisator tertentu
- c. Bentuk geometri atau orientasi permukaan katalisator
- d. Promotor sebagai pengaktif kerja katalitik dari katalisator
- e. Inhibitor sebagai zat yang menghambat kerja katalisator

(Hettema, 2012).

Penelitian pengaruh konsentrasi terhadap aktivitas katalitik suatu katalis telah dilakukan oleh Ernawati dkk (2015) pada proses esterifikasi gliserol menjadi triasetin dengan katalis berupa zeolit alam menggunakan variasi sebesar 2%, 4%, 6% dan didapatkan konversi gliserol terbesar pada konsentrasi katalis sebesar 4%.

2.6 Zeolit

Zeolit berasal dari kata *zeinlithos* yang berarti batuan berbuih. Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak dan mudah kering. Zeolit merupakan kristal alumina silikat yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga yang didalamnya berisi ion-ion logam biasanya golongan logam alkali, dan molekul air yang bergerak bebas. Zeolit merupakan suatu kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Mineral ini biasanya dijumpai mengisi celah-celah ataupun rekahan dari batuan tersebut. Selain itu zeolit juga merupakan endapan dari aktivitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika (Smith, 1992).

Zeolit yang memiliki struktur berongga, biasanya rongga tersebut diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan, memiliki ukuran pori yang tertentu dan sifat fisika kimia yang penting. Sifat fisika kimia tersebut dapat berupa

kemampuan zeolit sebagai penyerap dan penukar ion yang sangat selektif dan zeolit mempunyai aktivitas katalis yang spesifik dan selektif. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekul, penukar ion, penyerap bahan dan katalisator. Sifat-sifat zeolit diatas dapat digolongkan sebagai berikut :

a. Adsorpsi dan Difusi

Zeolit dapat bersifat sebagai penyerap atau adsorpsi dan difusi zeolit karena zeolit memiliki adanya perbedaan kanal-kanal dan rongga-rongga yang terdapat pada struktur zeolit tersebut. Alumina silika tidak hanya berguna sebagai penyaring molekul, tetapi juga dapat menunjukkan selektivitas permukaan yang tinggi.

b. Dehidrasi

Sifat dehidrasi dari zeolit akan berpengaruh terhadap sifat adsorbsinya. Zeolit dapat melepaskan molekul air dalam rongga permukaan yang menyebabkan medan listrik meluas kedalam rongga utama dan akan efektif terinteraksi dengan molekul yang akan diadsorpsi. Jumlah molekul air sesuai dengan jumlah pori-pori atau volume ruang hampa yang terbentuk bila unit sel kristal zeolit tersebut dipanaskan.

c. Penukar Ion

Sifat serapan zeolit dipengaruhi oleh muatan kation yang terkoordinasi pada atom oksigen kerangka. Pada zeolit terhidrasi penuh, kation-kation yang bebas bergerak dapat diganti dengan kation-kation lain.

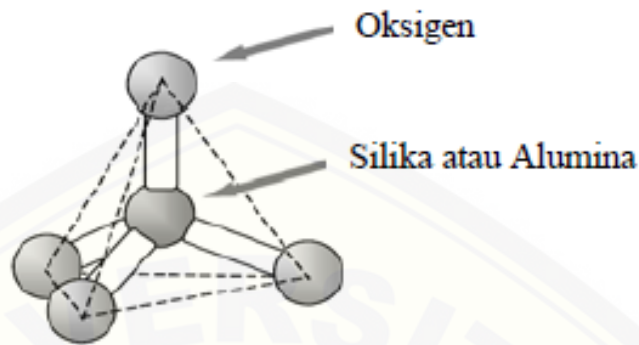
d. Aktivitas Katalis

Zeolit merupakan katalisator yang baik karena mempunyai pori-pori yang besar dengan permukaan yang maksimum. Aplikasi zeolit lainnya yang tidak kalah pentingnya adalah sebagai katalis heterogen. Katalis zeolit berbeda dengan jenis padatan lainnya karena situs aktif katalitik terdistribusi secara seragam pada sebagian besar padatannya dan pada strukturnya terdapat ruang-ruang kosong dan kanal-kanal yang mudah dicapai oleh molekul-molekul reaktan tertentu

(Sutarti dan Rahmawati, 1994).

Struktur zeolit biasanya merupakan suatu polimer anorganik yang memiliki bentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah ion Si^{4+} atau Al^{3+} dengan

atom O (oksigen) berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Struktur Zeolit (Haag, 1984).

Menurut Hamdan (1992), zeolit yang banyak dimanfaatkan pada umumnya memiliki rumus empiris $M_x/n \cdot \{(AlO_2)_x \cdot (SiO_2)_y\} \cdot PH_2O$.

dimana :

- n = valensi dari kation logam
- M = kation bermuatan positif n yang dapat dipertukarkan
- X = Jumlah Al
- Y = Jumlah Si
- P = Jumlah air kristal
- Y/x = 1 sampai dengan 6
- P/x = 1 sampai dengan 4
- { } = kerangka alumina silika

2.6.1 Zeolit Alam

Zeolit yang dimanfaatkan dalam berbagai penelitian dapat berupa zeolit sintetis ataupun zeolit alam. Zeolit alam merupakan zeolit yang ditambang langsung dari alam. Hal tersebut menyebabkan harganya jauh lebih murah daripada zeolit sintesis. Zeolit alam biasanya ditemukan dalam bentuk batuan atau serpihan yang berada dipermukaan maupun berada didalam kedalaman, sehingga mineral zeolit telah bercampur dengan mineral lainnya. Zeolit memiliki jumlah mineral yang banyak tetapi distribusinya tidak merata, seperti klipnotilit,

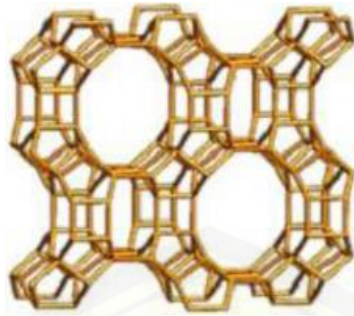
mordenit, phillipst, chabazit dan laumontit. Zeolit alam dibedakan menjadi dua kelompok, yaitu :

- a. Zeolit yang terdapat di antara celah–celah batuan atau di antara lapisan batuan. Zeolit dengan jenis ini biasanya terdiri dari beberapa jenis mineral zeolit bersama–sama dengan mineral lain seperti kalsit, kwarsa, renit, klorit, fluorit dan mineral sulfida.
- b. Zeolit yang berupa batuan, hanya sedikit jenis zeolit yang berbentuk batuan, diantaranya adalah klipnotilolit, analsim, laumontit, mordenit, filipsit, erionit, kabasit, dan heulandit.
(Lestari, 2010).

Zeolit alam memiliki kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg, dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor tersebut mengurangi aktivitas dari zeolit. Zeolit alam dapat diperbaiki karakternya sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu terhadap zeolit yang akan digunakan. Salah satu kelebihan dari zeolit adalah memiliki luas permukaan dan keasaman yang mudah dimodifikasi (Lestari, 2010).

2.6.2 Mordenit

Zeolit mordenit merupakan salah satu contoh dari zeolit alam. Modernit adalah mineral zeolit yang terjadi secara alami yang mempunyai rasio Si/Al mendekati 10. Mordenit memiliki komposisi $\text{Na}_8\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan memiliki struktur kristal ortorombik. Modernit memiliki keistimewaan berupa permukaan oval cincin 12 dengan ukuran 0,67 x 0,7 nm, dekat dengan permukaan terdapat cincin 8 dengan diameter 0,39 nm. Tiap kerangka atom berada di sebelah rongga cincin 12 dan 8. Struktur tersebut menyebabkan semua atom aluminium dan amonium atau situs asam berada pada dinding rongga dan dapat dicapai oleh reaktan (Augustin, 1996).



Gambar 2.8 Struktur Modernit (Meier, 1961)

2.7 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam yang akan digunakan biasanya diberi perlakuan aktivasi terlebih dahulu. Pengaktifan zeolit dimaksudkan sebagai suatu usaha untuk memodifikasi keadaan pada struktur kerangka atau non kerangka zeolit sehingga diperoleh sifat fisika kimia zeolit yang diinginkan. Pengaktifan pada zeolit alam memberikan efek pencucian atau penghilangan komponen pengotor (*impurities*) dari mineral zeolit. Pengaruh pengaktifan zeolit, yaitu dapat memurnikan zeolit dari komponen pengotor, menghilangkan jenis kation logam tertentu dan molekul air yang terdapat dalam rongga, atau memperbesar volume pori, sehingga memiliki kapasitas yang lebih tinggi. Oleh sebab itu, zeolit alam perlu diaktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan untuk meningkatkan daya kerjanya.

Aktivasi zeolit dapat dibagi menjadi dua, yaitu aktivasi zeolit secara fisik dan aktivasi zeolit secara kimia. Aktivasi secara fisik diawali dengan penggerusan hingga ukuran tertentu, dilanjutkan dengan penyaringan untuk mendapatkan ukuran zeolit yang homogen, pencucian dengan akuades dan dengan pemanasan tinggi. Aktivasi secara fisik ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik dan air (Hamdan, 1992).

Aktivasi secara kimia dapat dilakukan untuk menghilangkan pengotor anorganik dan untuk memodifikasi bentuk, komposisi, dan struktur alumina silika dengan cara :

a. Kalsinasi

Kalsinasi merupakan suatu proses pemanasan dengan menggunakan suhu tinggi. Penggunaan suhu tinggi bertujuan untuk mengeluarkan air atau garam pengotor yang terperangkap dalam rongga-rongga kristal zeolit. Pemakaian panas terlalu tinggi menyebabkan terjadinya pelepasan aluminium dari struktur kerangka tetrahedral zeolit. Kalsinasi juga dilakukan untuk mendapatkan H-zeolit.

b. Pertukaran Ion

Zeolit memiliki struktur kristal yang berpori sehingga didalam zeolit dapat terjadi pertukaran ion. Proses ini memiliki tujuan untuk memodifikasi pori zeolit dengan kation monovalen yang mempunyai ukuran yang berbeda-beda atau menurunkan sejumlah kation dengan penukaran kation yang memiliki nilai valensi tinggi. Pengaruh dari modifikasi ini adalah sebagai penyaringan molekular (*Molecular sieving*)

c. Dealuminasi

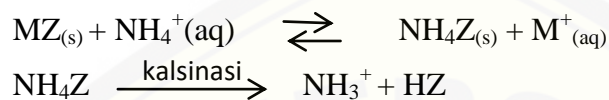
Zeolit dengan kandungan aluminium yang tinggi kurang stabil pada temperatur tinggi. Zeolit dengan kandungan aluminium yang optimum dapat diperoleh dengan metode ini. Dealuminasi dapat dilakukan dengan perlakuan asam ataupun hidrotermal. Perlakuan hidrotermal merupakan perlakuan yang dilakukan dengan mengalirkan uap air pada temperatur kalsinasi dengan tujuan untuk membuka pori-pori zeolit, meningkatkan stabilitas struktur, mengurangi kerapatan situs asam pada zeolit sehingga aktivitasnya dapat meningkat dan mengurangi kadar Si/Al dalam struktur zeolit

d. Pengasaman

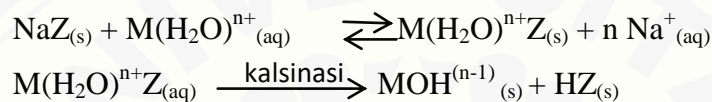
Aktivasi dengan pengasaman bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Proses aktivasi dengan asam menyebabkan zeolit mengalami dealuminasi dan dekationisasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation dalam kerangka zeolit. Proses aktivasi dengan asam dapat meningkatkan kristalinitas, keasaman dan luas permukaan (Khairinal, 2000).

Aktivasi zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam bronsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk dari pertukaran dengan amonium atau kation polivalen diikuti dengan kalsinasi (Drey, 1988). Mekanisme pembentukan asam bronsted melalui pertukaran dengan amonium atau ion polivalen dalam sebagai berikut :

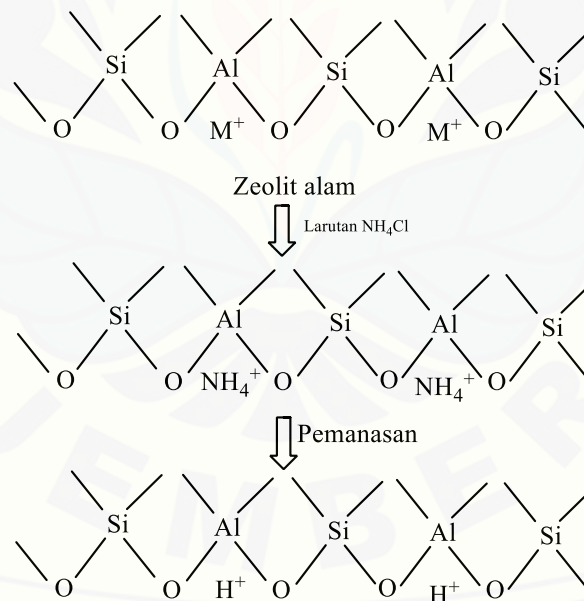
- 1). Pertukaran dengan ion amonium



- 2). Pertukaran dengan ion polivalen



Bentuk terprotonasi dari zeolit (H-Zeolit) mengandung gugus hidroksil dimana proton berhubungan dengan muatan negatif kerangka oksigen dalam tetrahedral alumina seperti ditunjukkan pada gambar 2.6.



Gambar 2.9 Proses Pertukaran Ion Amonium dengan Kation pada Zeolit
(Banon dan Suharto, 2008)

Zeolit yang diaktivasi mengalami proses pertukaran ion dengan ion ammonium. Pertukaran ion ini bertujuan untuk membentuk zeolit NH_4^+ . Pertukaran mula-mula terjadi antara kation-kation dalam zeolit dengan NH_4^+ dari ammonium klorida (NH_4Cl). Pertukaran ion antara kation-kation dalam zeolit

dengan NH_4^+ bertujuan untuk mengganti semua kation didalam zeolit karena didalam zeolit masih terdapat kation alkali atau alkali tanah seperti Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} yang berperan sebagai penyeimbang zeolit yang dapat dipertukarkan dengan kation lain sehingga semua kation-kation tersebut akan tertukar menjadi NH_4^+ . Menurut selektivitasnya NH_4^+ mempunyai nilai selektivitas yang tinggi $\text{NH}_4 > \text{Ag} > \text{Ba} > \text{Na} > \text{Sr} > \text{Ca} > \text{Li} > \text{Cu}$ (Budi dkk., 2013).

Aktivasi zeolit dengan menggunakan NH_4Cl 0,1M telah dilakukan oleh Kurniasari (2005) menghasilkan peningkatan keasaman dari 5,41 mmol/g menjadi 5,93 mmol/g dan Ristanti (2015) melakukan penelitian yang sama dan menghasilkan peningkatan keasaman dari 2,78 mmol/g menjadi 3,11 mmol/g. Hasil ini termasuk pada hasil yang cukup tinggi jika dibandingkan pada penelitian yang dilakukan oleh Ernawati (2015) hanya menghasilkan peningkatan keasaman dari 0,449 mmol/g menjadi 0,72 mmol/g

2.8X-Ray Diffraction (XRD)

Penghamburan sinar-X pada XRD oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan. Hamburan sinar ini dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembak dengan elektron-elektron kecepatan tinggi dalam tabung vakum. Elektron tersebut mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menghasilkan radiasi dengan jarak panjang gelombang kontinu yang disebut Bremsstrahlung (Callister dan William, 2009).

Prinsip yang digunakan pada jenis metode karakterisasi ini adalah difraksi gelombang sinar X yang mengalami scattering setelah mengalami tumbukan dengan atom kristal. Hasil dari pola difraksi tersebut menunjukkan struktur kristal sampel yang dinalisis atau dikarakterisasi. Struktur kristal yang dihasilkan tersebut dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan fase dari kristalnya. Metode yang digunakan adalah memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi 2θ . Intesitas akan mengalami peningkatan pada nilai 2θ . Intensitas yang tinggi tersebut akan membentuk puncak-puncak dalam grafik. Puncak yang

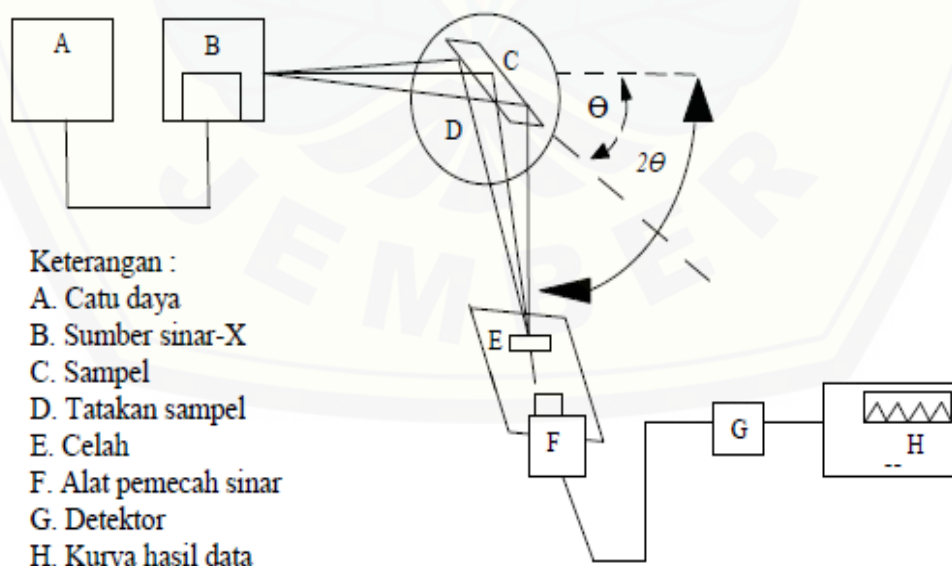
mengalami pelebaran menunjukkan bahwa material yang sedang dikarakterisasi benar-benar amorf, butirannya sangat kecil dan bagus. Lebarnya puncak pada grafik yang dihasilkan dapat dilakukan perhitungan pada ukuran kristal dengan menggunakan persamaan *Scherrer* :

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots (2)$$

D merupakan diameter ukuran kristal, β merupakan lebar puncak setengah maksimum atau *Full Width Half Maximum* (FWHM) dalam derajat. θ adalah sudut difraksi dan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (Theivasanthi dan Alagar, 2008). Ketika sinar-X menumbuk sampel dan terdifraksi, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg, yaitu :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(3)$$

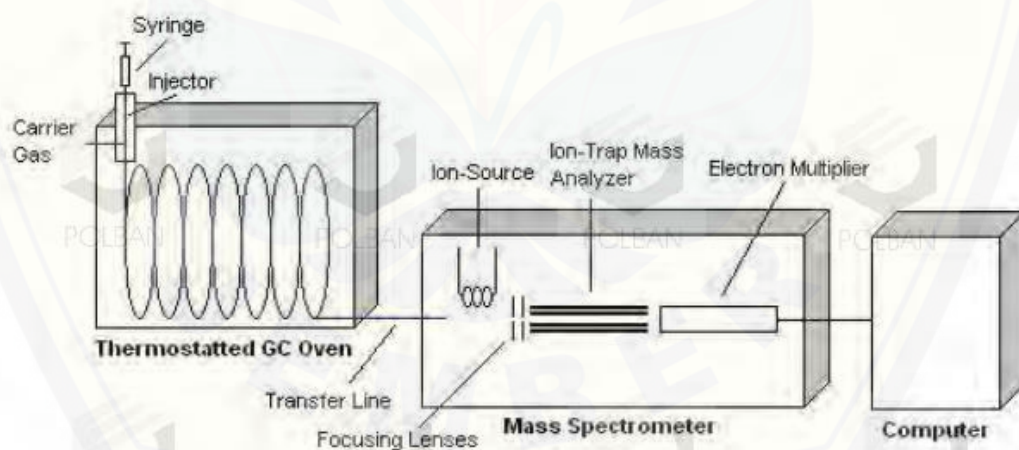
n yakni bilangan bulat dan merupakan tingkat difraksi sinar-X, λ yakni panjang gelombang yang dihasilkan oleh katoda yang digunakan, seperti Cu $K\alpha = 1,5414 \text{ \AA}$, sedangkan d merupakan jarak antara batas lapisan permukaan, dan θ sendiri merupakan sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal yang dikarakterisasi (Callister dan William, 2009).



Gambar 2.10 Skema Alat Difraksi Sinar-X (Callister dan William, 2009).

2.9 Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Gas Chromatography (GC) merupakan suatu metode pemisahan dan pendektasian semua jenis senyawa yang memiliki sifat mudah menguap serta digunakan untuk analisis kuantitatif dan kualitatif senyawa yang terdapat dalam campuran. *Mass Spectrometer* (MS) adalah suatu metode instrumental yang digunakan untuk identifikasi dan menentukan struktur dari komponen sampel dengan cara menunjukkan massa relatif dari molekul komponen dan massa relatif hasil pecahannya. *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* merupakan gabungan metode analisis antara GC dan MS. GC akan berfungsi sebagai sarana pemisah dan MS akan berfungsi sebagai detektor. Kemampuan dan aturan pemisahan akan mengikuti aturan GC sedangkan untuk aturan fragmentasi dan pola spektrum massa akan mengikuti aturan MS, dengan adanya penggabungan kedua alat tersebut, maka GC-MS mampu memisahkan komponen-komponen dalam suatu analit sekaligus menentukan jenis komponen tersebut melalui spektrum massanya (Gandjar dan Rohman, 2009).



Gambar 2.11 Instrumentasi Kromatografi Gas-Spektrometer Massa

(Gandjar dan Rohman, 2009)

Prinsip kerja GC-MS adalah sampel yang berupa cairan diinjeksikan ke dalam injektor kemudian diuapkan, uap tersebut dibawa gas pembawa menuju kolom untuk proses pemisahan dan masing-masing komponen yang telah terpisah akan melalui ruang pengion sehingga terjadi pengionan. Fragment-fragment ion yang dihasilkan akan ditangkap oleh detektor dan dihasilkan spektrum massa.

2.10 *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra-Red atau biasadisingkat dengan FTIR merupakan metode karakterisasi untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau *Raman Scattering* dari sampel padat, cair maupun gas. Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis-jenis vibrasi antar atom dan menganalisa senyawa organik dan organik serta analisa kualitatif, kuantitatif dengan melihat besar absorpsi suatu senyawa pada panjang gelombang tertentu (Hindrayawati, 2010).

Prinsip kerja yang terdapat pada FTIR berupa *infrared* yang melewati celah menuju kesampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang diberikan pada sampel. Gelombang *infrared* ada yang diserap oleh sampel dan ada yang ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar *infrared* lolos ke detektor dan sinyal yang terukur dilanjutkan menuju komputer (Thermo, 2001).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam serta laboratorium Teknologi Terapan Patrang Teknik Mesin Universitas Jember. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Jurusan Teknik dan Metalurgi Institut Teknologi Surabaya dan analisis *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada dan laboratorium Biosain Politeknik Negeri Jember. Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Fakultas Farmasi Universitas Jember. Waktu Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret sampai Agustus.

3.2 Alat dan Bahan

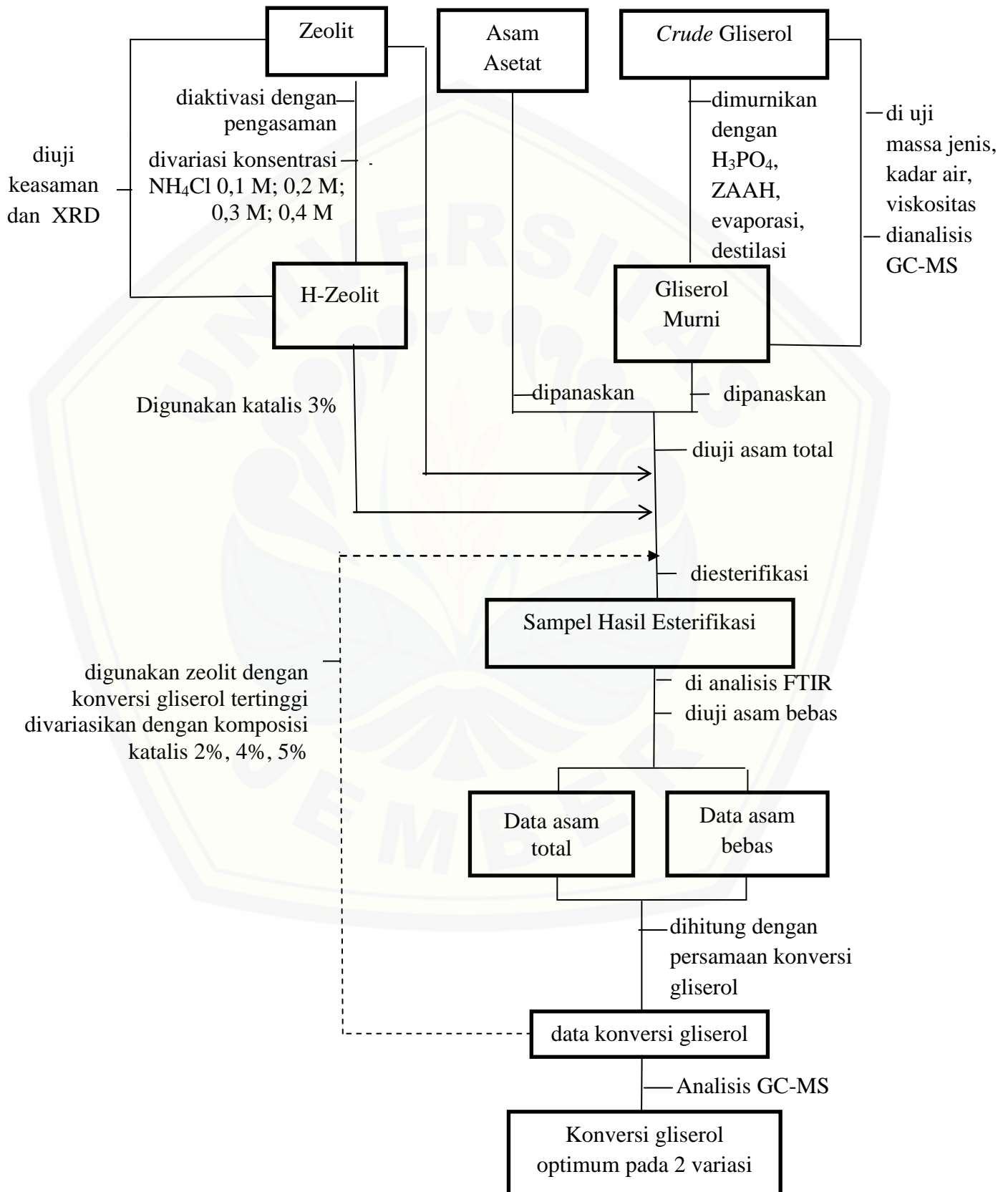
3.2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah sebagai berikut labu leher tiga, kondensor termometer, *magnetic stirrer*, ayakan 100 mesh, oven, peralatan gelas, set alat refluks, XRD, FTIR, GC-MS, *rotary evaporator*, destilator, buret dan statif, neraca analitik Ohaus, kertas saring, kertas indikator pH universal, piknometer, viskometer dan botol semprot

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah crude gliserol dan zeolit alam (Mordenit). Bahan kimia yang digunakan adalah HCl 37%, H₃PO₄, akuades, NH₄Cl, gas amonia, ZAAH, asam asetat 99%, etanol 95%, Na₂B₄O₇·10H₂O, indikator fenolftalein, asam oksalat, dan NaOH.

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Larutan

a. Larutan HCl 6N dan 0,5N

Tahapan untuk membuat HCl 6 N adalah labu 250 ml diisi dengan akuades sebanyak 10 ml, lalu ditambahkan 124,4 ml HCl pekat secara perlahan-lahan dialirkan melalui dinding labu. Tahapan selanjutnya digojog sebentar dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Tahapan untuk membuat HCl 0,5 N adalah mengisi labu ukur ukuran 500ml dengan akuades sebanyak 20 ml, lalu ditambahkan 20,7 ml HCl pekat secara perlahan-lahan dialirkan melalui dinding labu. Selanjutnya digojog sebentar dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

b. Larutan NH_4Cl 0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M

NH_4Cl ditimbang sebanyak 1,338g; 2,675g; 4,013g; 5,35g. Selanjutnya masing-masing NH_4Cl dimasukkan dalam 4 gelas beaker 100 ml, tambahkan akuades sebanyak 50 ml. Tahap berikutnya diaduk hingga NH_4Cl larut semua dan dipindahkan larutan tersebut kedalam 4 labu ukur berbeda dengan volume 250 ml, ditambahkan akuades sampai tanda batas serta digojog hingga homogen.

c. Larutan NaOH 0,1N

Tahapan awal ditimbang NaOH sebanyak 2 gram. Selanjutnya dimasukkan dalam gelas beaker 100 ml, ditambahkan sedikit akuades untuk melarutkannya, setelah larut semua dan dipindahkan ke dalam labu ukur dengan volume 500 ml, ditambahkan akuades sampai tanda batas lalu digojog hingga homogen.

d. Larutan Asam Oksalat 0,1M

Asam oksalat ditimbang sebanyak 1.26 gram, dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan 25-30 mL akuades, kemudian diaduk hingga larut. Selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, dan bilas dengan sedikit akuades, lalu masukkan air bilasan tersebut ke dalam labu ukur, ditambahkan akuades hingga tanda batas, dan dikocok hingga homogen.

e. Larutan Asam Phospat 5%

Asam phospat sebanyak 5,7 ml dimasukkan dalam labu ukur 100 ml, selanjutnya digojog sebentar dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

f. Larutan Etanol 95%

Tahapan untuk membuat larutan etanol 95% adalah mengisi labu ukur 250 ml dengan 247,4 ml larutan etanol 96%. Tahapan berikutnya ditambahkan akuades hingga tanda batas.

g. Larutan boraks

Tahapan awal ditimbang $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1,91 gram dimasukkan dalam gelas beaker 25 ml, ditambahkan sedikit akuades untuk melarutkannya, setelah larut semua dan dipindahkan ke dalam labu ukur dengan volume 50 ml, ditambahkan akuades sampai tanda batas lalu digojog hingga homogen.

3.4.2 Standarisasi Larutan

a. Standarisasi Larutan NaOH dengan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,1M.

Tahap awal dibilas buret yang sudah bersih dengan sedikit larutan NaOH yang telah dibuat (yang akan distandarisasi). Lalu isi buret dengan NaOH. Larutan Asam Oksalat dipipet sebanyak 15ml, lalu masukkan kedalam erlenmeyer kemudian ditambahkan 3 tetes indikator phenolphtalein dan dititrasasi dengan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna dari bening menjadi merah muda pudar. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali

$$\text{Konsentrasi NaOH} = \frac{\text{Volume } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times \text{Konsentrasi } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{Volume NaOH}} \dots\dots\dots(3.1)$$

(Irwanto, 2014).

b. Standarisasi Larutan HCl dengan larutan boraks 0,5 M.

Buret dibilas bersih dan dibilas dengan sedikit larutan HCl yang telah dibuat, kemudian isi buret dengan larutan HCl yang akan distandarisasi. Selanjutnya dipipet 15mL larutan boraks yang telah dibuat sebelumnya dan dimasukkan kedalam erlenmeyer. Lalu ditambahkan 3 tetes indkator MO dan dititrasasi dengan larutan HCl hingga berubah warna dari kuning menjadi merah muda. Tahapan berikutnya diulangi percobaan yang sama sebanyak 3 kali.

$$\text{Konsentrasi HCl} = \frac{\text{Volume boraks} \times \text{Konsentrasi boraks}}{\text{Volume HCl}} \dots\dots\dots(3.2)$$

(Irwanto, 2014).

3.4.3 Preparasi Zeolit (Natural Zeolit)

Zeolit alam Klaten dicuci dengan akuades dan dikeringkan, dilakukan pengerusan dan penyaringan dengan ukuran sebesar ≥ 100 mesh. Zeolit yang digunakan adalah yang lolos penyaringan.

3.4.4 Aktivasi Zeolit

Zeolit direfluks asam klorida 6 N dengan perbandingan volume 1:2 pada suhu 90°C selama 30 menit setelah itu dicuci dengan aquades sampai pH air larutan sama dengan pH aquades. Selanjutnya dikalsinasi untuk aktivasi zeolit alam menggunakan *furnace* pada suhu 500°C selama 3 jam terbentuk sampel katalis NZA dan didiamkan hingga sampel dingin. Tahap selanjutnya sampel katalis NZA dtambahkan NH_4Cl sebanyak 250ml dengan variasi konsentrasi 0,1M, 0,2M, 0,3M, 0,4M. Tahap berikutnya dipanaskan pada temperatur 90°C selama 3 jam setiap hari dan dilakukan selama 1 minggu dan digojoj setiap satu jam selama pemanasan. Selanjutnya NZA disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH 6, dikeringkan dalam oven pada temperatur $120\text{-}130^{\circ}\text{C}$, setelah dingin NZA tersebut dihaluskan dan diletakkan dalam cawan porselin dan dikalsinasi selama 4 jam di dalam *furnace* dengan suhu 500°C dan diperoleh katalis H-NZA (Kurniasari, 2005).

3.4.5 Karakterisasi Zeolit

a. Penentuan Keasaman

Penentuan keasaman dilakukan secara gravimetri dengan prinsip adsorpsi gas amonia (NH_3) yaitu sampel sebanyak 1 gram dalam kaca arloji dipanaskan pada temperatur 120°C selama 2 jam. Selanjutnya didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga berat (W) tetap dalam gram. Tahap selanjutnya sampel ditempatkan dalam desikator kembali dan divakumkan serta dialiri gas amonia. Sampel didinginkan selam 24 jam kemudian ditimbang hingga diperoleh berat tetap (W^1) dalam gram. Sampel kemudian diangin-anginkan selama 15 menit dan

ditimbang berulang-ulang setiap 15 menit hingga diperoleh berat yang konstan. Berat ammonia yang teradsorpsi dalam sampel ditunjukkan pada persamaan sebagai berikut :

$$\Delta W = (W^1 - W) \text{ gram} \dots\dots\dots(3.3)$$

Keasaman didefinisikan sebagai jumlah (mmol) NH_3 yang teradsorpsi untuk setiap berat, sehingga jumlah asam sampel untuk setiap gram dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Jumlah asam} = \frac{\Delta W}{BM_{\text{NH}_3} \times W} \text{ (mmol/gram)} \dots\dots\dots(3.4)$$

(Handoko *et al.*, 2009).

b. Karakterisasi XRD

Katalis H-Zeolit sebanyak 1 gram diletakkan secara merata pada sampel *holder* dan siap dianalisis. Analisis ini digunakan untuk melihat perbedaan struktur kristal katalis H-Zeolit. Ukuran kristalinitas katalis H-Zeolit dapat diketahui dengan menggunakan persamaan scherrer, yaitu sebagai berikut :

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots(3.5)$$

D merupakan diameter ukuran kristal, β merupakan lebar puncak setengah maksimum atau Full Width Half Maximum (FWHM) dalam derajat. θ adalah sudut difraksi dan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (Theivasanthi dan Alagar, 2008).

3.4.6 Pembuatan Adsorben Zeolit (ZAAH)

Zeolit direndam dengan larutan HF 1% dalam wadah plastik pada temperatur kamar selama 10 menit. Tahap selanjutnya disaring dan dicuci berulang-ulang dengan akuades hingga pH-nya netral. Zeolit kemudian direfluks dengan HCl 6M selama 120 menit pada temperatur 90°C sambil diaduk dengan stirer. Tahap selanjutnya disaring dan dicuci berulang-ulang dengan akuades hingga pHnya netral dan dikeringkan dengan oven selama 3 jam pada temperatur 130°C . Proses ini dilanjutkan proses pemanasan menggunakan larutan NH_4Cl 1M selama 90 menit pada temperatur 90°C . Pemanasan diulang selama 7 hari dan

diaduk selama 1 jam setelah proses pemanasan. Zeolit kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan dengan oven selama 3 jam pada temperatur 130°C. Tahapan selanjutnya dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500°C dalam furnace kemudian dilanjutkan dengan proses hidrotermal selama 2 jam pada suhu 500°C (Handoko *et al.*, 2009).

3.4.7 Pemurnian Gliserol

100 gram *crude* gliserol ditambahkan asam phospat 5% hingga pH 6. Lapisan *crude* gliserol dipisahkan dan ditambahkan akuades. Perbandingan antara *crude* gliserol dengan akuades adalah 2 : 3. Tahap selanjutnya ditambahkan zeolit (ZAAH) sebanyak 5% dari total volume sampel untuk memucatkan warna pada *crude* gliserol yang digunakan. Campuran sampel dan zeolit diaduk selama 30 menit, lalu dibiarkan selama 24 jam. Selanjutnya disaring menggunakan corong *buchner*. Tahapan berikutnya sampel dimasukkan kedalam *rotary evaporator*, yang sudah diset kondisinya pada tekanan vakum dan suhu 60°C. Hasil bagian bawah *rotary evaporator* didistilasi selama 4 jam untuk meningkatkan kemurnian gliserol dan dianalisis sifat fisiknya (Aziz *et al.*, 2014).

a. Analisa Massa Jenis

Analisa massa jenis ini menggunakan piknometer. Piknometer kosong dan tutupnya dicuci dan dikeringkan. Tahap selanjutnya adalah piknometer yang telah dikeringkan ditimbang dan dinyatakan dalam A gram. Sampel dimasukkan dalam piknometer dan ditimbang, dinyatakan sebagai B gram. Adapun perhitungan analisa berat jenisnya dapat dilihat pada persamaan dibawah ini

$$\text{Massa Jenis} = \frac{B-A}{\text{Volume Piknometer}} \dots\dots\dots(3.6)$$

(Handoko *et al.*, 2009).

b. Analisa Kadar Air

Analisa kadar air ini menggunakan metode termografimetri. Kaca arloji ditimbang, kemudian sampel ditimbang sebanyak 3 gram pada kaca arloji dicatat sebagai berat awal. Kaca arloji dan sampel dimasukkan dalam oven temperatur 105°C selama 3 jam, didinginkan dalam desikator dan ditimbang sebagai

penimbangan pertama. Perlakuan tersebut diulang hingga diperoleh berat konstan, dicatat sebagai berat akhir. Adapun perhitungannya ditunjukkan pada persamaan berikut :

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\% \dots \dots \dots (3.7)$$

(Ketaren, 2008).

c. Analisa Kekentalan (Viskositas)

Analisa kekentalan ini menggunakan viskometer *Ostwald*. Viskometer dibersihkan dan dikeringkan terlebih dahulu. Gliserol sebelum dan sesudah pemurnian dimasukkan ke dalam alat melalui pipa A dan ruang r (pipa kapiler) terisi penuh. Selanjutnya cairan dihisap melalui pipa B sampai naik melewati garis M lalu cairan dibiarkan turun sampai garis N. Waktu yang dibutuhkan cairan untuk mengalir dari garis M ke N dicatat sebagai t dan dilakukan 3 kali pengulangan. Besar nilai kekentalan dapat diperoleh dari persamaan berikut :

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 \times t_1}{\rho_2 \times t_2} \dots \dots \dots (3.8)$$

Dimana :

η_1 =viskositas cairan pembanding

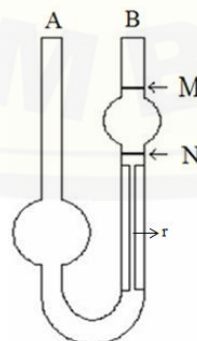
η_2 =viskositas cairan sampel

ρ_1 =tekanan cairan pembanding

ρ_2 =tekanan cairan sampel

t_1 =waktu aliran cairan pembanding

t_2 = waktu aliran cairan sampel



Gambar 3.1 Viskometer ostwald (Apriani dkk., 2013).

3.4.8 Proses Esterifikasi

Gliserol sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan dipanaskan sampai suhu 100°C. Asam asetat sebanyak 27 ml dipanaskan dalam erlenmeyer sampai suhu 100°C. Kedua larutan dicampurkan ke dalam labu leher tiga (reaktor) dan dipanaskan sampai suhu 100°C sambil diaduk. Larutan campuran diambil sebanyak 5 gram untuk dianalisis konsentrasi asam total (A_o). Tahap selanjutnya ditambahkan katalisator berupa zeolit dengan konsentrasi 3% (dari berat asam asetat) ke dalam reaktor dan dicatat waktu awal reaksi. Reaksi dihentikan setelah waktu reaksi selama 90 menit. Larutan hasil esterifikasi diambil untuk dianalisis asam bebas (A_b). Besar asam bebas dan asam total digunakan untuk mengetahui konversi gliserol tertinggi. Zeolit dengan konversi gliserol tertinggi akan divariasikan dengan konsentrasi katalis 2%, 4% dan 5% dan diesterifikasi kembali (Sari dkk., 2015). Hasil esterifikasi yang didapatkan (konversi paling optimum) didestilasi hingga bau asam asetat hampir hilang (sekitar 30 jam) dengan suhu 120°C. Tahap akhir diambil beberapa ml untuk dilakukan uji GC-MS.

3.4.9 Tahap Analisa Konversi Gliserol

a. Asam Total (A_o)

Sampel untuk A_o ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml, lalu ditambahkan larutan NaOH sebanyak 10 ml. Labu erlenmeyer disambungkan dengan kondensor dan dipanaskan perlahan sekitar 1 jam hingga bereaksi sempurna. Tahapan selanjutnya didinginkan dan ditambahkan 1 ml larutan indikator fenolftalein ke dalam labu dan dititrasi isi labu dengan HCl 0,5 N sampai warna merah muda pudar serta dicatat volume HCl yang digunakan. Perlakuan yang sama dilakukan pada blanko berupa air sebagai pengganti sampel A_o .

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (V_{HCl \text{ blanko}} - V_{HCl \text{ sampel}}) \times N_{HCl}}{\text{berat sampel}} \dots \dots \dots (3.9)$$

(SNI 7182, 2015).

b. Asam Bebas (A_b)

Sampel untuk A_b ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml, lalu ditambahkan etanol 95% sebanyak 10 ml, kemudian dipanaskan sampai mendidih sambil diaduk, setelah dingin ditambahkan 3 tetes indikator pp dan dititrasi dengan NaOH 0,1N hingga terbentuk warna merah muda pudar. Perhitungan yang digunakan seperti pada persamaan sebagai berikut

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{\text{berat sampel}} \dots\dots\dots(3.10)$$

(SNI 7182, 2015).

dan konversi gliserol didapatkan dari persamaan sebagai berikut

$$\% \text{ konversi gliserol} = \frac{\text{Asam total} - \text{Asam bebas}}{\text{Asam total}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.11)$$

(Ernawati dkk., 2015).

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Konsentrasi NH_4Cl tidak berpengaruh terhadap kristalinitas zeolit katalis melainkan hanya berpengaruh terhadap nilai keasaman. Konsentrasi NH_4Cl yang semakin meningkat menyebabkan nilai keasaman yang semakin meningkat pula. Peningkatan konsentrasi NH_4Cl mempengaruhi hasil konversi gliserol. Semakin tinggi konsentrasi NH_4Cl menghasilkan nilai konversi gliserol yang meningkat pula dan hasil paling tinggi adalah konsentrasi 0,4M mencapai 80,99%.
2. Komposisi katalis yang dipakai berpengaruh terhadap besarnya konversi gliserol. Komposisi yang semakin besar menghasilkan konversi yang semakin besar dan paling optimum terdapat pada komposisi katalis 4% sebesar 90,10%. Nilai konversi pada komposisi 5% mengalami penurunan dikarenakan peningkatan jumlah air yang terbentuk yang menghambat difusi reaktan ke sisi aktif katalisator
3. Selektivitas triasetin pada hasil analisis GC-MS sangat kecil jika dibandingkan dengan produk lainnya yang dihasilkan dalam reaksi esterifikasi gliserol yaitu berupa monoasetin.

5.2 Saran

Saran yang dapat disampaikan dalam penelitian ini adalah :

1. Perlu dikembangkan lagi metode pengasaman dengan variasi konsentrasi yang lebih tinggi untuk mencapai hasil konversi gliserol yang lebih optimum
2. Perlu dikembangkan lagi penggunaan jenis asam yang digunakan dalam proses aktivasi katalis seperti menggunakan asam lewis.

DAFTAR PUSTAKA

- Apriani, D., Gusnedi, dan Yenni, D. 2013. Studi Tentang Nilai Viskositas Madu Hutan dari Beberapa Daerah di Sumatera Barat untuk Mengetahui Kualitas Madu. *Pillar Of Physics*. 2(5) : 91-98.
- AOAC. 1995. *Official Methods of Analysis of The Association of Analytical Chemists*. Washington D.C: AOAC International.
- Augustine, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York : Marcel Dekker Inc.
- Aziz, I., Las, T., dan Shabrina, A. 2014. Pemurnian Crude Gliserol dengan Cara Pengasaman dan Adsorpsi Menggunakan Zeolit Alam Lampung. *ChemProg*. 7(3): 66-73.
- Badan Standarisasi Nasional (BSN). 2015. *Biodiesel*. 7128. Jakarta : BSN.
- Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT). 2016. *Outlook Energi Indonesia2016*. Jakarta: BPPT.
- Banon, C dan Suharto. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. 4(2) : 1-7
- Budi, E.S., A. Suseno, B. Cahyono. 2013. Modifikasi ZeolitAlam Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilammonium Klorida Sebagai Adsorben Ion Nitrat. *Chem Info*. 1(1) : 108-113.
- Callister, J. dan D. William. 2009. *Materials Science And Engineering An Introduction, 8th Edition*, New Jersey : John Wiley & Sons, Inc, Hoboken.
- Dharsono dan Oktari. 2010. *Proses Produksi Biodiesel dari Dedak dan etanoldengan Esterifikasi In Situ*.Semarang : Universitas Diponegoro.

Drey, A. 1998. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York : Willey.

Ejikeme, P.M., I. D. Anyaogu, C. L. Ejikeme N. P. Nwafor, C. A. C. Egbuonu, K. Ukogu dan J. A. Ibemesi. 2010. Catalysis in Biodiesel Production by Transesterification Processes-An Insight. *E-Journal of Chemistry*. 7(4) : 1120-1132.

Ernawati, D.Y, Z. Helwani, dan S.R. Yenti. 2015. Penggunaan Zeolit Alam Teraktivasi Sebagai Katalis Pada Proses Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin. *JOM FTEKNIK*. 2(2) : 1-8.

Ertan, A. dan F.C. Ozkan. 2005. CO₂ and N₂ Adsorption on the Acid (HCl, HNO₃, H₂SO₄ and H₃PO₄) Treated Zeolites. *Adsorption*. 5(11): 151-156.

Farnetti, E., R.D. Monte, J. Kaspar. 2009. Homogeneous and Heterogeneous Catalysis. *Inorganic And Bio-Inorganic Chemistry*. 2(1) : 1-10.

Farobie, Obie. 2009. *Pemanfaatan Gliserol Hasil Samping Produksi Biodiesel Sebagai Bahan Penolong Penghancur Semen*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.

Ferrera, P., I.M. Fonseca, A.M. Ramos, J. Vital, J.E. Castanheiro. 2009. Esterification of Glycerol with Acetic Acid Over Dodecamolybdophosphoric Acid. *Catalysis Communications*. 10(2) : 481-484.

Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Dasar Edisi Ketiga. Jilid 2*. Terjemahan oleh A.H. Pudjaatmaka. Jakarta : Erlangga.

Gates, B.C..1992. *Catalytic Chemistry, Wiley Series in Chemical Engineering*. New York : John Wiley and Son, Inc.

Gelosa, D., M. Ramaioli. dan M. G. Valante. 2003. Chromatographic Reactor : Esterification of Glycerol with Acetic Acid Using Acidic Polymeric Resins. *Ind. Eng. Chem.* 42(25) : 6536-6544.

- Haag, W.O dan R.M. Desau. 1984. Proceedings of the 8th International Congress on Catalysis. Verlag Chemi 2(4) : 305.
- Handayani, P.S. 2010. *Pembuatan Biodiesel dari Minyak Ikan dengan Gelombang Mikro*. Surakarta : FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Handoko, D. S. P. 2004. *Modifikasi Zeolit Alam dan Karakterisasinya sebagai Perengkahan Asap Cair Kayu Bengkirai*. Yogyakarta : Pasca Sarjana UGM.
- Handoko, Triyono. 2009. Peningkatan Kualitas Minyak Jelantah Menggunakan Adsorben H₅-NZA dalam Reaktor Sistem Fluida Fixed Bed. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol.10 (2) : 121-132. Yogyakarta : Pasca Sarjana UGM.
- Haas, M.J., K.M. Scott., W.N. Marmer. dan T.A. Foglia. 2004. *In situ Alkaline Transesterification : An Effective Method for the Production of Fatty Acid Esters from Vegetable Oils*. J.Am.Oil Chem. Soc. (JAOCS) 81(1) : 83–89.
- Hettema, Hinne. 2012. The Unity of Chemistry and Physics : Absolute Reaction Rate Theory. *Internasional Journal for Chemistry*. 18(2) : 145-173.
- Irwanto. 2014. Studi Pemanfaatan Kalsium Karbonat (CaCO₃) dari Serbuk Cangkang Telur Sebagai Adsorben Terhadap Ion Raksa (Hg²⁺). *Skripsi*. Medan : Universitas Sumatra Utara.
- Junaidi, Haliq Ferdian. 2016. Uji Aktivitas Dan Selektivitas Katalis Ni/H₅NZA dalam Proses Hidrorengkah Metil Ester Minyak Kelapa Sawit (Mepo) Menjadi Senyawa Hidrokarbon Fraksi Pendek. *Skripsi*. Jember : Universitas Jember.
- Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral. 2016. *Handbook of Energy & Economic Statistic of Indonesia*. Jakarta : Kementerian ESDM.
- Ketaren, S. 2008. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta : UI Press.

- Khairinal. 2000. *Dealuminasi Zeolit wonosari dengan Perlakuan Asam Dan Proses Hidrothermal*. Yogyakarta : UGM.
- Khayoon, M.S., dan Hameed, B.H. 2011. *Acetylation of Glycerol to Biofuel Additives Over Sulfated Activated Carbon Catalysts*. Elsevier Bioresource Technology Journal. 102(2) :9225-9235.
- Kirk, K.E. 1978. *Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd edition*. New York : John Willey and Sons Inc.
- Kurniasari, V. 2005. Efek Temperatur pada Proses Chemisorpsi NZA & H₅-NZA dalam Proses Peningkatan Kualitas Jelantah dengan Reaktor Fluid Fixed Bed. *Skripsi*. Jember : Universitas Jember.
- Lestari, Dewi Yuanita, 2010. *Kajian Modifikasi Dan Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara*. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta.
- Liao, X., Y. Zhu, S. Wang, Y. Li. 2009. Producing Triacetyl glycerol with Glycerol by Two step : Esterification and Aceylation. *Fuel Processing Technology*. 90(7) : 988-993.
- Meier, W.M. 1961. The Crystal Structure of Mordenit (ptilolite). *Zeitschrift fur Kristallographie*. 115(1) : 439-449.
- Noiroj, K., P. Intarapong, A. Luengnaruemitchai, dan S. Jai-In. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification From Palm Oil. *Renewable Energy*. 34(1) : 1145-1150.
- Nuryoto, H., S. Sulistyono, S. Rahayu, dan Sutijan. 2010. Uji Performa Katalisator Resin Penukar Ion Untuk Pengolahan Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menjadi Triasetin. *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*. A(10) : 1-5.
- OECD. 2002. *SIDS Initial Assessment Report*. Boston : UNEP Publications.

- Pathak, K.K., Reddy, M.N.N., Dalai, B.A.K., 2010. Catalytic Conversion of Glycerol to Value Added Liquid Products. *Elsevier Applied Catalysis General*. 372(1) : 224-238.
- Prasetyo, A.E., A. Widhi dan Widayat. 2012. Potensi Gliserol Dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*. 10(1): 26-31. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Quispe, C.A.G, C.J.R. Coronado dan J. A. Carvalho. 2013. Glycerol: Production, Consumption, Prizes, Characterization and new trends in combustion. *Renewable and Sustainable Energy*. 27 : 475-493.
- Ristanti, Raden Yuni. 2016. Peningkatan Kualitas Minyak Ikan dari Limbah Penepungan Menggunakan Adsorben zeolit H₅-NZA. *Skripsi*. Jember : Universitas Jember.
- Sari, N., Z. Helwani, dan H. Rionaldo. 2015. Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin Menggunakan Katalis Zeolit Alam. *JOM FTEKNIK*. 2(1) : 1-8.
- Setiadi dan A. Pertiwi. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKICS, ISSN : 0216-4183*. C(8) : 1-6.
- Smallman, R.E. dan A.H.W. Ngan. 2014. *Modern Physical Metallurgy Eighth Edition*. USA : Butterworth-Heinemann.
- Smith, K. 1992. *Solid Support and Catalyst in Organic Synthesis*. London : Ellis Horwood PTR.
- Silaban, D.M. Z. Helwani, dan S.R. Yenti. 2015. Esterifikasi Gliserol sebagai Produk Samping Biodiesel dengan Menggunakan Katalis Zeolit Alam Pada Variasi Suhu Reaksi dan Konsentrasi Katalis. *JOM FTEKNIK*. 2(2) : 1-7.

- Sufriyani, T. 2006. *Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak Pagar (Jatropha Curcas Oil) dengan Proses Transesterifikasi*. Surabaya : Institute Teknologi Sepuluh November.
- Sumardjo, D. 1998. *Kimia Kedokteran Undip, edisi ke-3*. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Sutarti, M dan Rahmawati. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta : Pusat Dokumentasi Dan Informasi Ilmiah LIPI.
- Theivasanthi, T., M. Alagar. 2008. *X-Ray Diffraction Studies of Copper Nanopowder*. India : Research of Department of Physics, PACR Polytechnic College.
- Tan, H. W., A.R.A. Aziz dan M.K.Aroua. 2013. Glycerol Production and its Applications Raw Material: A review. *Renewable and Sustainable Energy*. 27(3) : 118-127.
- Wepoh, heng. 2015. Synthesis Of Triacetin From Glycerol. *Skripsi*. Malaysia : Universitas Tuanku Abdul Rahman.
- Widayat, H. Satriadi, Abdullah dan I.W.K. Handono. 2013. Proses Produksi Triacetat dari Gliserol dengan Katalis Asam Sulfat. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. 11(4) : 192-198.

LAMPIRAN

3.1 Pembuatan Larutan Asam Klorida (HCl) 6N sebanyak 250ml

Diketahui : $\rho = 1,19 \text{ gram/ml}$

$$M_r = 36,5 \text{ gram/mol}$$

Kadar larutan induk HCl = 37%

$$\begin{aligned} M &= \frac{n}{V} = \frac{\frac{m}{M_r}}{\frac{m}{\rho}} \\ &= \frac{m}{M_r} \times \frac{\rho}{m} = \frac{\rho}{M_r} \\ M &= \frac{\rho}{M_r} \times 37\% \\ &= \frac{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 37\% \\ &= 0,333 \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \times 37\% \\ &= 0,012 \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \\ &= 12,06 \text{ mol/L} = 12,06\text{M} \end{aligned}$$

$$N = M \times \text{Koefisien H}^+$$

$$M \text{ HCl} = \frac{N \text{ HCl}}{\text{Koefisien H}^+}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{12,06}{1}$$

$$M \text{ HCl} = 12,06 \text{ M}$$

Karena Molaritas dan Normalitas HCl sama maka pembuatan HCl 6N sama dengan pembuatan larutan HCl 6M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$6\text{M} \times 250\text{ml} = 12,06\text{M} \times V_2$$

$$V_2 = \frac{6\text{M} \times 250\text{ml}}{12,06\text{M}}$$

$$V_2 = 124,4\text{ml}$$

3.2 Pembuatan Larutan Asam Klorida (HCl) 0,5N sebanyak 500ml

Diketahui : $\rho = 1,19$ gram/ml

$M_r = 36,5$ gram/mol

Kadar larutan induk HCl = 37%

$$M = \frac{n}{V} = \frac{\frac{m}{M_r}}{\frac{m}{\rho}}$$

$$= \frac{m}{M_r} \times \frac{\rho}{m} = \frac{\rho}{M_r}$$

$$M = \frac{\rho}{M_r} \times 37\%$$

$$= \frac{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 37\%$$

$$= 0,333 \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \times 37\%$$

$$= 0,012 \frac{\text{mol}}{\text{mL}}$$

$$= 12,06 \text{ mol/L} = 12,06\text{M}$$

$N = M \times \text{Koefisien H}^+$

$$M \text{ HCl} = \frac{N \text{ HCl}}{\text{Koefisien H}^+}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{12,06}{1}$$

$$M \text{ HCl} = 12,06 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0,5\text{M} \times 500\text{ml} = 12,06\text{M} \times V_2$$

$$V_2 = \frac{0,5\text{M} \times 500\text{ml}}{12,06\text{M}}$$

$$V_2 = 20,07\text{ml}$$

3.3 Pembuatan Larutan NH_4Cl 0,1-0,4M

$$M = \frac{g}{M_r} \times \frac{1000}{V}$$

3.3.1 Larutan NH_4Cl 0,1M

$$0,1 = \frac{g}{53,5} \times \frac{1000}{250}$$

$$g = 1,338 \text{ gram}$$

3.3.2 Larutan NH_4Cl 0,2M

$$0,2 = \frac{g}{53,5} \times \frac{1000}{250}$$

$$g = 2,675 \text{ gram}$$

3.3.3 Larutan NH_4Cl 0,3M

$$0,3 = \frac{g}{53,5} \times \frac{1000}{250}$$

$$g = 4,031 \text{ gram}$$

3.3.4 Larutan NH_4Cl 0,4M

$$0,4 = \frac{g}{53,5} \times \frac{1000}{250}$$

$$g = 5,350 \text{ gram}$$

3.4 Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0.1 N

Diketahui : $M_r = 40\text{gram/mol}$

$$M = \frac{m}{M_r} \times \frac{1000}{V}$$

$$0.1 = \frac{m}{40} \times \frac{1000}{100}$$

$$m = \frac{0,1 \times 500 \times 40}{1000}$$

$$m = 2 \text{ gram}$$

3.5 Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 M

Diketahui : $M_r = 126\text{gram/mol}$

$$M = \frac{m}{M_r} \times \frac{1000}{V}$$

$$0.1 = \frac{m}{126} \times \frac{1000}{100}$$

$$m = \frac{0,1 \times 100 \times 126}{1000}$$

$$m = 1,26 \text{ gram}$$

3.6 Pembuatan Larutan etanol 95%

Diketahui : Kadar larutan induk etanol = 96%

$$\% \text{ etanol}_1 \times V_1 = \% \text{ etanol}_2 \times V_2$$

$$95\% \times 250\text{ml} = 96\% \times V_2$$

$$V_2 = \frac{95\% \times 250\text{ml}}{96\%}$$

$$V_2 = 247,4 \text{ ml}$$

3.7 Pembuatan larutan H_3PO_4

Diketahui : Kadar larutan induk asam fospat =85%

$$\% \text{H}_3\text{PO}_{4(1)} \times V_1 = \% \text{H}_3\text{PO}_{4(2)} \times V_2$$

$$5\% \times 100\text{ml} = 85\% \times V_2$$

$$V_2 = \frac{5\% \times 100\text{ml}}{85\%}$$

$$V_2 = 5,88 \text{ ml}$$

3.8 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

Diketahui : $M_r = 382\text{gram/mol}$

$$M = \frac{m}{M_r} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,5 = \frac{m}{382} \times \frac{1000}{50}$$

$$m = \frac{0,5 \times 50 \times 382}{1000}$$

$$m = 1,91 \text{ gram}$$

3.9 Standarisasi NaOH

Ulangan	Volume (mL)	
	Asam Oksalat	NaOH
1	15	15,2
2	15	15,3
3	15	15,2
Rata-rata		15,23
Standar deviasi		0,058

$$V_{(\text{asam oksalat})} \times N_{(\text{oksalat})} = V_{(\text{NaOH})} \times N_{(\text{NaOH})}$$

$$15 \text{ mL} \times 0,1\text{N} = 15,16\text{mL} \times N_{(\text{NaOH})}$$

$$N_{(\text{NaOH})} = 0,098\text{N}$$

Perhitungan Standar Deviasi

$$\sum_{i=1}^n x_i = 15,2 + 15,3 + 15,2 = 45,7$$

$$\sum_{i=1}^n x_i^2 = (15,2)^2 + (15,3)^2 + (15,2)^2 = 696,17$$

$$(\sum_{i=1}^n x_i)^2 = (45,7)^2 = 2088,49$$

$$S^2 = \frac{(n) \cdot (\sum_{i=1}^n x_i^2) - ((\sum_{i=1}^n x_i)^2)}{(n) \cdot (n-1)}$$

$$= \frac{(3) \cdot (696,17) - (2088,49)}{(3) \cdot (3-1)} = 3,3 \times 10^{-3}$$

$$S = \sqrt{3,33 \cdot 10^{-3}} = 0,058$$

3.10 Standarisasi HCl

4 Ulangan	Volume (mL)	
	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	HCl
1	15	30
2	15	30
3	15	30,1
Rata-rata		30,3
Standar deviasi		0,058

$$V_{(\text{HCl})} \times N_{(\text{HCl})} \times e = V_{(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})} \times N_{(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})} \times e$$

$$30,3\text{mL} \times N_{(\text{HCl})} = 15\text{mL} \times 0,5\text{N} \times 2$$

$$N_{(\text{HCl})} = 0,495\text{N}$$

Perhitungan Standar Deviasi

$$\sum_{i=1}^n x_i = 30 + 30 + 30,1 = 90,1$$

$$\sum_{i=1}^n x_i^2 = (30)^2 + (30)^2 + (30,1)^2 = 2706,01$$

$$(\sum_{i=1}^n x_i)^2 = (90,1)^2 = 8118,01$$

$$S^2 = \frac{(n) \cdot (\sum_{i=1}^n x_i^2) - ((\sum_{i=1}^n x_i)^2)}{(n) \cdot (n-1)}$$

$$= \frac{(3) \cdot (2706,01) - (8118,01)}{(3) \cdot (3-1)} = 3,33 \cdot 10^{-3}$$

$$S = \sqrt{3,33 \cdot 10^{-3}} = 0,058$$

4.1 Keasaman Zeolit

Jenis Zeolit	Berat adsorben (W) g	Berat adsorben + NH ₃ (W ¹) g	Berat NH ₃ (ΔW) g (W ¹ - W)	Berat NH ₃ g/mmol	Keasaman (mmol/gram)
NZ	1,005	1,013	0,006	0,017	0,351
H-NZA (0,1)	1,007	1,070	0,063		3,680
H-NZA (0,2)	1,009	1,073	0,064		3,731
H-NZA (0,3)	1,002	1,066	0,064		3,757
H-NZA (0,4)	1,005	1,070	0,065		3,805

Keasaman katalis dihitung menggunakan persamaan :

$$\text{Keasaman (mmol/gram)} = \frac{\text{Berat NH}_3(\Delta W)}{\text{BM NH}_3 \times \text{Berat adsorben}(W)}$$

$$\text{Keasaman NZ} = \frac{0,006}{0,017 \times 1,005} = 0,351 \text{ mmol/gram}$$

$$\text{Keasaman H-NZA 0,1} = \frac{0,063}{0,017 \times 1,007} = 3,680 \text{ mmol/gram}$$

$$\text{Keasaman H-NZA 0,2} = \frac{0,064}{0,017 \times 1,009} = 3,731 \text{ mmol/gram}$$

$$\text{Keasaman H-NZA 0,3} = \frac{0,064}{0,017 \times 1,002} = 3,757 \text{ mmol/gram}$$

$$\text{Keasaman H-NZA 0,4} = \frac{0,065}{0,017 \times 1,005} = 3,805 \text{ mmol/gram}$$

4.2 Massa Jenis

a. Gliserol Pabrik PT Eterindo (Suhu pengukuran 29°C)

Massa kosong (gram)	Massa + gliserol (gram)	Volume Piknometer (ml)	Massa Jenis	Rata-rata	SD
27,093	39,986	10	1,289		
27,041	39,975	10	1,293	1,292	0,002
27,049	39,969	10	1,292		

$$\text{Massa Jenis} = \frac{(\text{massa piknometer+gliserol}) - (\text{massa piknometer kosong})}{\text{Volume Piknometer}}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 1} = \frac{39,986\text{g} - 27,093\text{g}}{10\text{mL}} = 1,289\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 2} = \frac{39,975\text{g} - 27,041\text{g}}{10\text{mL}} = 1,293\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 3} = \frac{39,969\text{g} - 27,049\text{g}}{10\text{mL}} = 1,292\text{g/mL}$$

$$\text{Rata - rata massa Jenis} = \frac{1,289 + 1,293 + 1,292}{3} = 1,292\text{g/mL}$$

b. Gliserol Pemurnian (Suhu pengukuran 29°C)

Massa kosong (gram)	Massa + gliserol (gram)	Volume Piknometer (ml)	Massa Jenis	Rata-rata	SD
27,072	39,518	10	1,245		
27,081	39,524	10	1,244	1,245	0,0004
27,070	39,521	10	1,245		

$$\text{Massa Jenis pengulangan 1} = \frac{39,518\text{g} - 27,072\text{g}}{10\text{mL}} = 1,245\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 2} = \frac{39,524\text{g} - 27,081\text{g}}{10\text{mL}} = 1,244\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 3} = \frac{39,521\text{g} - 27,070\text{g}}{10\text{mL}} = 1,245\text{g/mL}$$

$$\text{Rata - rata massa Jenis} = \frac{1,245 + 1,244 + 1,245}{3} = 1,245\text{g/mL}$$

c. Gliserol Murni (Suhu pengukuran 29°C)

Massa kosong (gram)	Massa + gliserol (gram)	Volume Piknometer (ml)	Massa Jenis	Rata-rata	SD
27,051	39,693	10	1,264		
27,063	39,724	10	1,266	1,265	0,001
27,055	39,701	10	1,265		

$$\text{Massa Jenis pengulangan 1} = \frac{39,693\text{g} - 27,051\text{g}}{10\text{mL}} = 1,264\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 2} = \frac{39,724\text{g} - 27,063\text{g}}{10\text{mL}} = 1,266\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 3} = \frac{39,701\text{g} - 27,055\text{g}}{10\text{mL}} = 1,265\text{g/mL}$$

$$\text{Rata - rata massa Jenis} = \frac{1,264 + 1,266 + 1,265}{3} = 1,265\text{g/mL}$$

4.3 Kadar Air

a. Gliserol Pabrik PT. Eterindo

W ₀ (gram)	W ₁ (gram)	W ₂ (gram)	Kadar air (%)	rata-rata(%)	SD
60,326	63,349	63,007	11,313		
60,335	63,375	63,014	11,875	11,513	0,032
60,332	63,363	63,019	11,349		

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 1(\%)} = \frac{63,349-63,007}{63,349-60,326} \times 100\% = 11,313\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 2(\%)} = \frac{63,375-63,014}{63,375-60,335} \times 100\% = 11,875\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 3(\%)} = \frac{63,363-63,019}{63,363-60,332} \times 100\% = 11,349\%$$

$$\text{Rata – rata kadar air} = \frac{11,313\%+11,875\%+11,349\%}{3} = 11,513\%$$

b. Gliserol Pemurnian

W ₀ (gram)	W ₁ (gram)	W ₂ (gram)	Kadar air (%)	rata-rata (%)	SD
56,459	59,790	59,749	1,23		
56,442	59,727	59,685	1,28	1,257	0,024
56,481	59,732	59,691	1,26		

$$\text{Kadar Air pengulangan 1(\%)} = \frac{59,790-59,749}{59,790-56,459} \times 100\% = 1,23\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 2(\%)} = \frac{59,727-59,685}{59,727-56,442} \times 100\% = 1,28\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 3(\%)} = \frac{59,732-59,691}{59,732-56,481} \times 100\% = 1,26\%$$

$$\text{Rata – rata kadar air} = \frac{1,23\%+1,28\%+1,26\%}{3} = 1,26\%$$

c. Gliserol Murni (Pa)

W ₀ (gram)	W ₁ (gram)	W ₂ (gram)	Kadar air (%)	rata-rata (%)	SD
43,115	46,116	46,101	0,500		
43,116	46,138	46,122	0,529	0,532	0,033
43,115	46,119	46,102	0,566		

$$\text{Kadar Air pengulangan 1(\%)} = \frac{46,116-46,101}{46,116-43,115} \times 100\% = 0,500\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 2(\%)} = \frac{46,138-46,122}{46,138-43,116} \times 100\% = 0,529\%$$

$$\text{Kadar Air pengulangan 3(\%)} = \frac{46,119-46,102}{46,119-43,115} \times 100\% = 0,532\%$$

$$\text{Rata – rata kadar air} = \frac{0,500\%+0,529\%+0,532\%}{3} = 1,26\%$$

4.4 Kekentalan

Zat	Suhu	Waktu			Rata-rata	SD
		1	2	3		
Akuades	31	7,18	7,18	7,17	7,177	0.006
Gliserol Eterindo	31	15,41	15,46	15,45	15,440	0.026
Gliserol Pemurnian	31	21,53	21,49	21,51	21,510	0.020
Gliserol Murni (Pa)	31	22,61	22,67	22,69	22,657	0.042

ρ akuades = 0,996

η akuades = 0,8904

ρ gliserol eterindo = 1,292

ρ gliserol pemurnian = 1,245

ρ gliserol murni (Pa) = 1,265

Kekentalan	Poise	Sentipoise
η Gliserol Eterindo	2,485	248,5
η Gliserol Pemurnian	3,265	326,5
η Gliserol Pemurnian	3,494	349,4

$$\eta_{akuades} = \frac{\rho_{akuades} \times t_{akuades}}{\rho_{GE} \times t_{GE}}$$

$$\eta_{GE} = \frac{\rho_{GE} \times t_{GE} \times \eta_{akuades}}{\rho_{akuades} \times t_{akuades}}$$

$$\eta_{Gliserol\ Eterindo} = \frac{1,292 \times 15,440 \times 0,8904}{0,996 \times 7,177} = 244,1\text{cP}$$

$$\eta_{Gliserol\ Pemurnian} = \frac{1,245 \times 21,723 \times 0,8904}{0,996 \times 7,177} = 330,2\text{cP}$$

$$\eta_{Gliserol\ Murni\ (Pa)} = \frac{1,265 \times 21,723 \times 0,8904}{0,996 \times 7,177} = 349,4\text{ cP}$$

Sifat Fisik	Gliserol Eterindo	Gliserol Pemurnian	Gliserol p.a. Merk
Massa Jenis (gram/ml) (29°C)	1,292	1,245	1,265
Viskositas (cP) (31°C)	248,5	326,5	349,4
Kadar Air (%)	11,513	1,257	0,532

4.5 % Kenaikan Kristalinitas Hasil XRD

Jenis Zeolit	I (6,51°)	I (9,77°)	I (13,45°)	I (19,61°)	I (25,63°)	I (27,49°)	Rata-rata % kenaikan Kristalini tas
Zeolit NZ	293	268	189	254	354	235	
Zeolit H-NZA 0,1M	310	283	231	256	415	286	
% Kenaikan Kristalinitas	5,80	5,59	22,22	0,79	17,23	21,70	12,22
Zeolit H-NZA 0,2M	317	318	241	317	470	295	
% Kenaikan Kristalinitas	8,19	18,65	27,51	24,80	32,76	25,53	22,91
Zeolit H-NZA 0,3M	339	328	286	350	483	330	
% Kenaikan Kristalinitas	15,70	22,39	51,32	37,79	36,44	40,43	34,01
Zeolit H-NZA 0,4M	349	362	353	371	590	341	
% Kenaikan Kristalinitas	19,11	35,07	86,77	46,06	66,66	45,11	49,80

4.6 Konversi Gliserol

a. Variasi Komposisi Konsentrasi Katalis

Konsentra si	Volume blanko			Rata- rata blanko	SD	Volume sampel			Rata- rata sampel	SD	Asam Total
0,1	15,3	15,3	15,2	15,27	0,058	9,5	9,5	9,5	9,50	0	230,67
0,2	15,2	15,3	15,2	15,23	0,058	9,5	9,4	9,4	9,43	0,058	232,00
0,3	15,3	15,2	15,2	15,23	0,058	9,4	9,4	9,4	9,40	0	233,33
0,4	15,4	15,4	15,4	15,40	0	9,3	9,4	9,4	9,37	0,058	241,33

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (V_{\text{blanko}} - V_{\text{sampel}}) \times N_{\text{HCl}}}{\text{berat sampel}}$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,27 - 9,50) \times 0,5}{5} = 230,67$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,23 - 9,43) \times 0,5}{5} = 232,00$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,23 - 9,40) \times 0,5}{5} = 233,33$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,40 - 9,37) \times 0,5}{5} = 241,33$$

Konsentrasi NH ₄ Cl	Volume NaOH			Rata-rata	SD	Asam bebas
0,1	56,6	56,6	56,6	56,60	0	45,28
0,2	56,6	56,5	56,6	56,57	0,058	45,25
0,3	56,7	56,7	56,7	56,70	0	45,36
0,4	57,3	57,3	57,4	57,33	0,058	45,87

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{\text{berat sampel}}$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 56,60 \times 0,1}{5} = 45,28$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 56,57 \times 0,1}{5} = 45,25$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 56,70 \times 0,1}{5} = 45,36$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 57,33 \times 0,1}{5} = 45,87$$

Konsentrasi NH ₄ Cl	Konversi	% konversi
0,1	0,8037	80,37%
0,2	0,8049	80,49%
0,3	0,8056	80,56%
0,4	0,8099	80,99%

$$\% \text{ konversi gliserol} = \frac{\text{Asam total} - \text{Asam bebas}}{\text{Asam total}} \times 100\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 0,1 = \frac{230,67 - 45,28}{230,67} \times 100\% = 80,37\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 0,2 = \frac{232,00-45,25}{232,00} \times 100\% = 80,48\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 0,3 = \frac{233,33-45,36}{233,33} \times 100\% = 80,56\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 0,4 = \frac{241,33-45,87}{241,33} \times 100\% = 80,59\%$$

b. Variasi Komposisi Katalis

Komposisi katalis	Volume HCl blako			Rata-rata blako	SD	Volume HCl sampel			Rata-rata sampel	SD	Asam Total
2%	15,2	15,3	15,3	15,27	0,058	9,6	9,5	9,6	9,57	0,058	228
3%	15,4	15,4	15,4	15,40	0	9,3	9,4	9,4	9,37	0,058	241,33
4%	15,4	15,3	15,3	15,33	0,058	9,3	9,3	9,3	9,30	0	241,33
5%	15,2	15,3	15,3	15,27	0,058	9,3	9,4	9,4	9,37	0,058	236

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,27 - 9,57) \times 0,5}{5} = 228$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,40 - 9,37) \times 0,5}{5} = 241,23$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,33 - 9,30) \times 0,5}{5} = 241,23$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,27 - 9,37) \times 0,5}{5} = 236$$

Komposisi katalis	Volume NaOH			Rata-rata	SD	Asam bebas
2%	65.8	65.7	65.8	65.77	0.058	52.61
3%	57.3	57.3	57.4	57.33	0.058	45.87
4%	30	29.7	29.9	29.87	0.153	23.89
5%	49.6	49.6	49.6	49.60	0	39.68

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 65,77 \times 0,1}{5} = 52,61$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 57,33 \times 0,1}{5} = 45,87$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 29,87 \times 0,1}{5} = 29,83$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 39,68 \times 0,1}{5} = 39,68$$

Persentase	Konversi	%
2%	0,7692	76,92%
3%	0,8099	80,99%
4%	0,9010	90,10%
5%	0,8319	83,19%

$$\% \text{ konversi gliserol } 2\% = \frac{228-52,61}{228} \times 100\% = 76,94\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 3\% = \frac{241,33-45,87}{241,33} \times 100\% = 80,99\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 4\% = \frac{241,33-23,89}{241,33} \times 100\% = 90,10\%$$

$$\% \text{ konversi gliserol } 5\% = \frac{236-39,68}{236} \times 100\% = 83,19\%$$

katalis	Volume HCl blako			Rata-rata sampel	SD	Volume HCl sampel			Rata-rata sampel	SD	Asam Total
NZ	15,1	15	15	15,03	0,058	9,7	9,6	9,6	9,63	0,058	216
Tanpa Katalis	15,3	15,1	15,2	15,20	0,058	9,6	9,6	9,6	9,60	0,058	224

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,03 - 9,63) \times 0,5}{5} = 216$$

$$\text{Asam Total} = \frac{40 \times (15,20 - 9,60) \times 0,5}{5} = 224$$

katalis	Volume NaOH			Rata-rata	SD	Asam bebas
NZ	162,5	162,3	162,5	162,43	0,115	129,95
Tanpa Katalis	168,7	168,5	168,8	168,65	0,058	134,92

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 162,43 \times 0,1}{5} = 129,95$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{40 \times 168,65 \times 0,1}{5} = 129,95$$

Katalis	Konversi	%
NZ	0,3984	39,84%
Tanpa Katalis	0,3977	39,77%

4.7 Sifat Fisik Sampel Hasil Esterifikasi

a. Massa Jenis

Massa Jenis Sampel				Rata-rata	SD
A	B	VP	Massa Jenis		
27,059	38,112	10	1,105	1,107	0,002
27,077	38,167	10	1,109		
27,062	38,127	10	1,107		

$$\text{Massa Jenis pengulangan 1} = \frac{38,112\text{g} - 27,059\text{g}}{10\text{mL}} = 1,105\text{g/mL}$$

$$\text{Massa Jenis pengulangan 2} = \frac{38,67\text{g} - 27,077\text{g}}{10\text{mL}} = 1,109\text{g/mL}$$

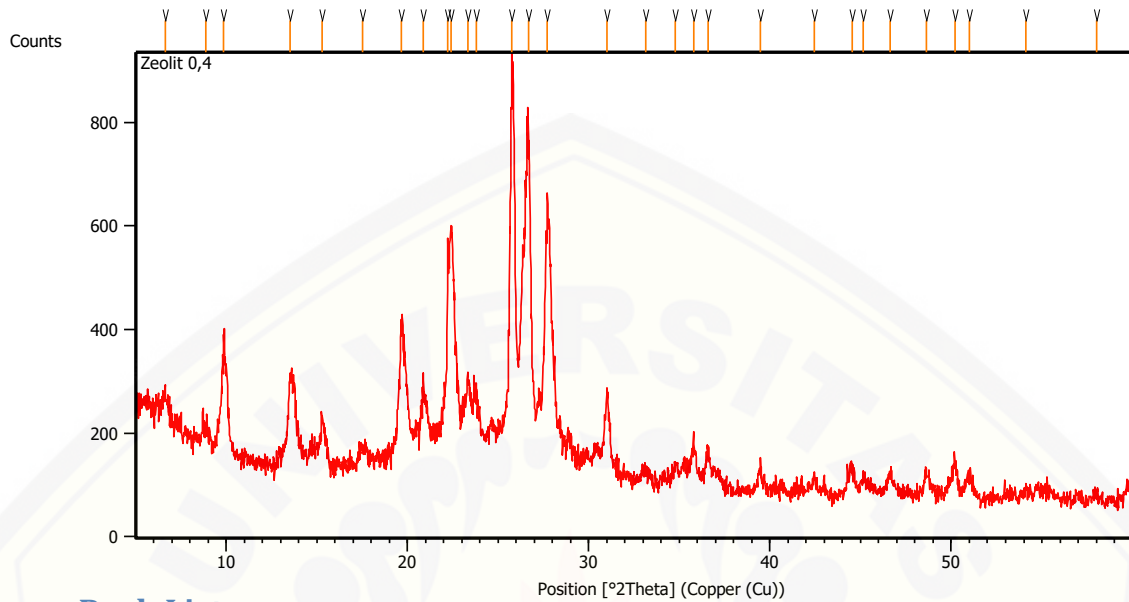
$$\text{Massa Jenis pengulangan 3} = \frac{38,27\text{g} - 27,062\text{g}}{10\text{mL}} = 1,107\text{g/mL}$$

$$\text{Rata - rata massa Jenis} = \frac{1,105 + 1,109 + 1,107}{3} = 1,107\text{g/mL}$$

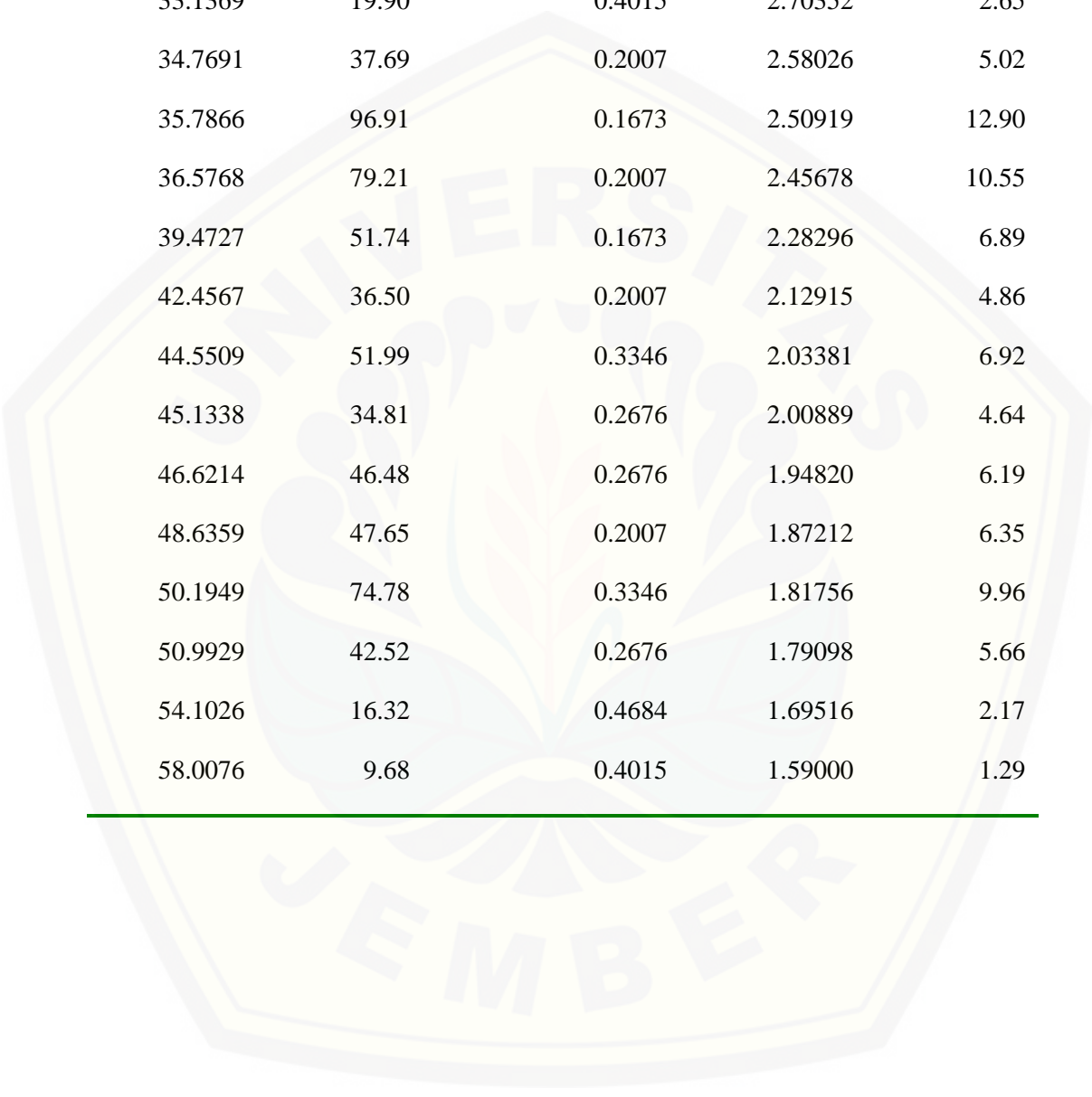
b. Viskositas

Zat	Suhu	Waktu			Rata-rata	SD
		1	2	3		
Sampel esterifikasi	26	7,34	7,27	7,24	7,283	0,051

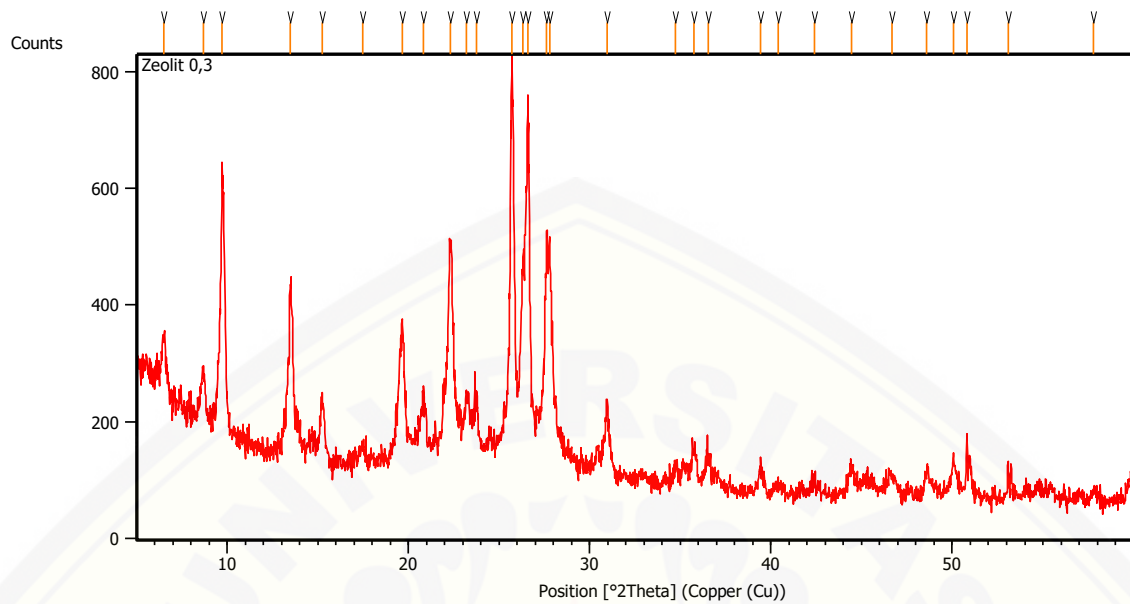
$$\eta_{\text{sampel hasil esterifikasi}} = \frac{1,107 \times 7,283 \times 0,8904}{0,996 \times 7,177} = 0,983 \text{ Poise}$$

4.8 Lampiran data XRD Zeolit Konsentrasi NH_4Cl 0,4M**Peak List:** (Bookmark 3)

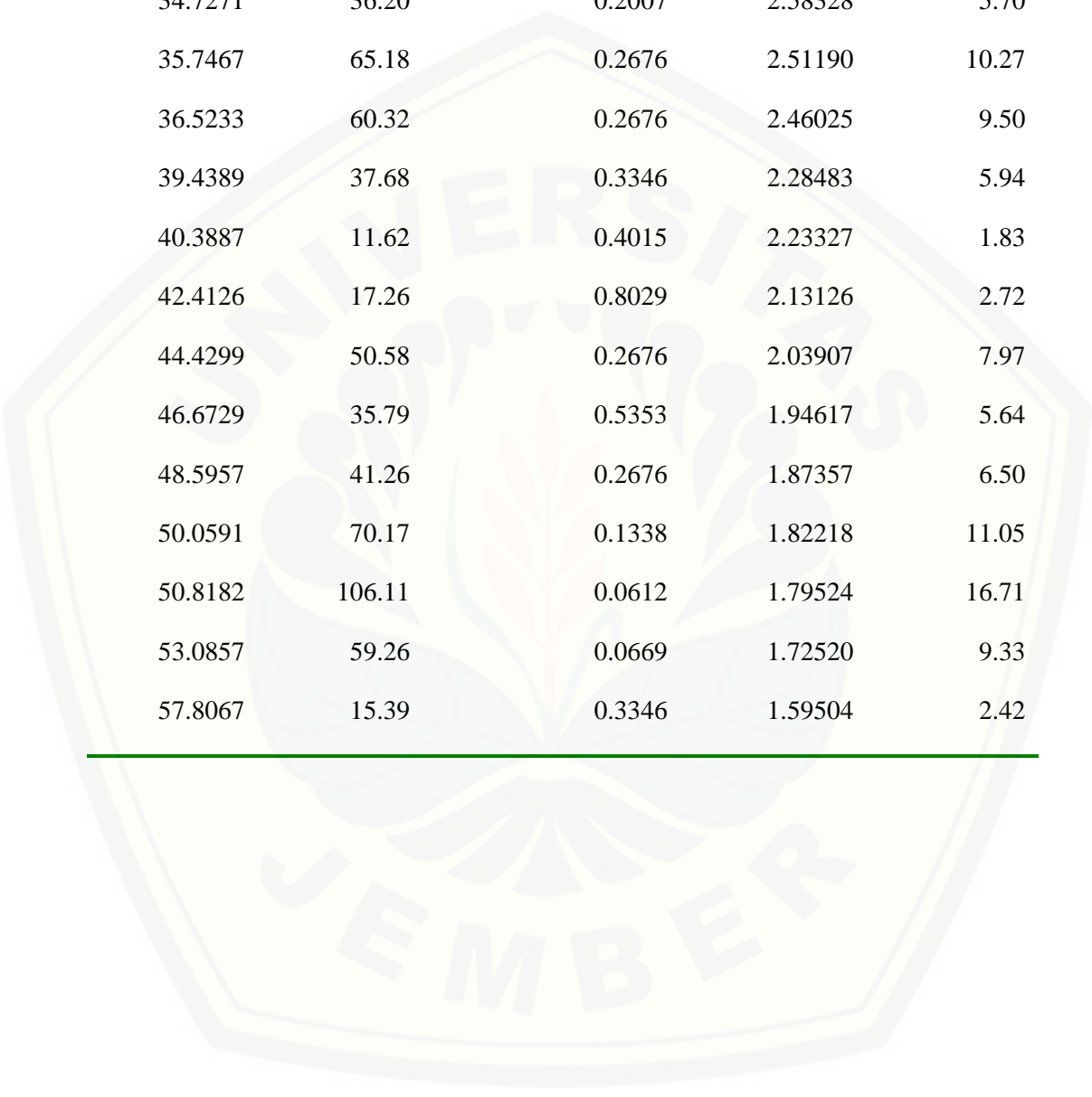
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.6243	51.88	0.3346	13.34353	6.91
8.8485	34.66	0.4015	9.99392	4.62
9.7725	182.20	0.2007	8.98671	24.26
13.4477	166.22	0.1673	6.54088	22.13
15.3028	89.12	0.1338	5.79017	11.87
17.5425	29.51	0.4015	5.05566	3.93
19.6148	269.99	0.1338	4.51230	35.95
20.8796	149.46	0.2007	4.25457	19.90
22.2132	406.15	0.0502	4.00207	54.09
22.4171	449.77	0.2007	3.96611	59.89
23.3604	150.94	0.2007	3.80967	20.10
23.8002	128.15	0.2007	3.73867	17.07
25.6317	750.93	0.0502	3.46093	100.00



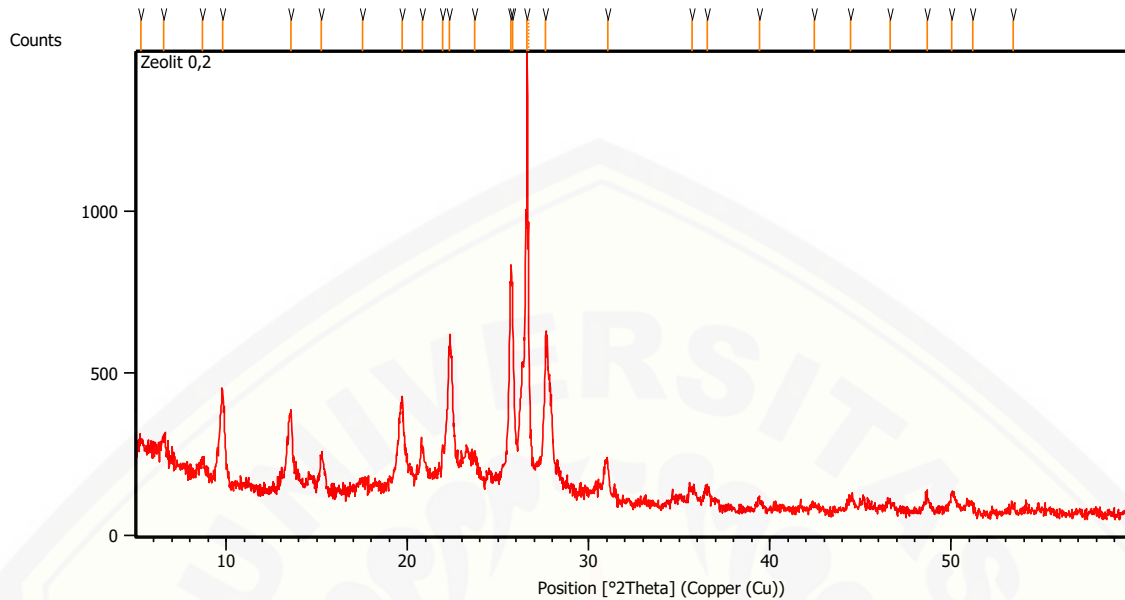
26.3195	630.23	0.2007	3.34346	83.93
29.4926	447.63	0.2342	3.22139	59.61
31.0208	145.79	0.2676	2.88294	19.41
33.1369	19.90	0.4015	2.70352	2.65
34.7691	37.69	0.2007	2.58026	5.02
35.7866	96.91	0.1673	2.50919	12.90
36.5768	79.21	0.2007	2.45678	10.55
39.4727	51.74	0.1673	2.28296	6.89
42.4567	36.50	0.2007	2.12915	4.86
44.5509	51.99	0.3346	2.03381	6.92
45.1338	34.81	0.2676	2.00889	4.64
46.6214	46.48	0.2676	1.94820	6.19
48.6359	47.65	0.2007	1.87212	6.35
50.1949	74.78	0.3346	1.81756	9.96
50.9929	42.52	0.2676	1.79098	5.66
54.1026	16.32	0.4684	1.69516	2.17
58.0076	9.68	0.4015	1.59000	1.29

4.9 Lampiran data XRD Zeolit Konsentrasi NH_4Cl 0,3M**Peak List:** (*Bookmark 3*)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.5077	87.02	0.2342	13.58235	13.71
8.6846	74.98	0.2007	10.18216	11.81
9.7727	455.18	0.0836	9.09719	71.70
13.4928	294.49	0.2007	6.56258	46.38
15.2505	99.83	0.2007	5.80991	15.72
17.4944	29.05	0.2676	5.06944	4.58
19.6132	245.17	0.2342	4.51266	38.62
20.8423	111.31	0.2007	4.26209	17.53
22.3162	370.78	0.2007	3.98382	58.40
23.1897	123.39	0.2007	3.83570	19.43
23.7633	113.17	0.2007	3.74440	17.82
25.6331	634.88	0.1338	3.46869	100.00
26.3873	328.53	0.1004	3.39033	51.75
26.5785	631.11	0.0502	3.35384	99.41



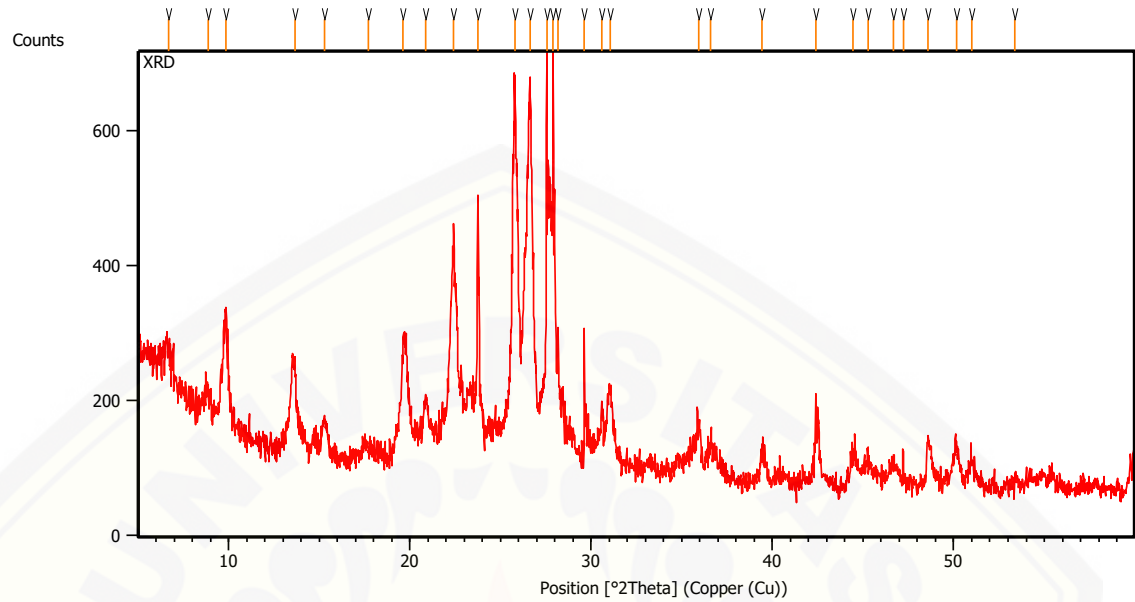
27.5009	343.24	0.1673	3.23189	54.06
29.8028	352.91	0.1338	3.20887	55.59
30.9413	125.32	0.1004	2.89017	19.74
34.7271	36.20	0.2007	2.58328	5.70
35.7467	65.18	0.2676	2.51190	10.27
36.5233	60.32	0.2676	2.46025	9.50
39.4389	37.68	0.3346	2.28483	5.94
40.3887	11.62	0.4015	2.23327	1.83
42.4126	17.26	0.8029	2.13126	2.72
44.4299	50.58	0.2676	2.03907	7.97
46.6729	35.79	0.5353	1.94617	5.64
48.5957	41.26	0.2676	1.87357	6.50
50.0591	70.17	0.1338	1.82218	11.05
50.8182	106.11	0.0612	1.79524	16.71
53.0857	59.26	0.0669	1.72520	9.33
57.8067	15.39	0.3346	1.59504	2.42

4.10 Lampiran data XRD Zeolit Konsentrasi NH_4Cl 0,2M**Peak List:** (Bookmark 3)

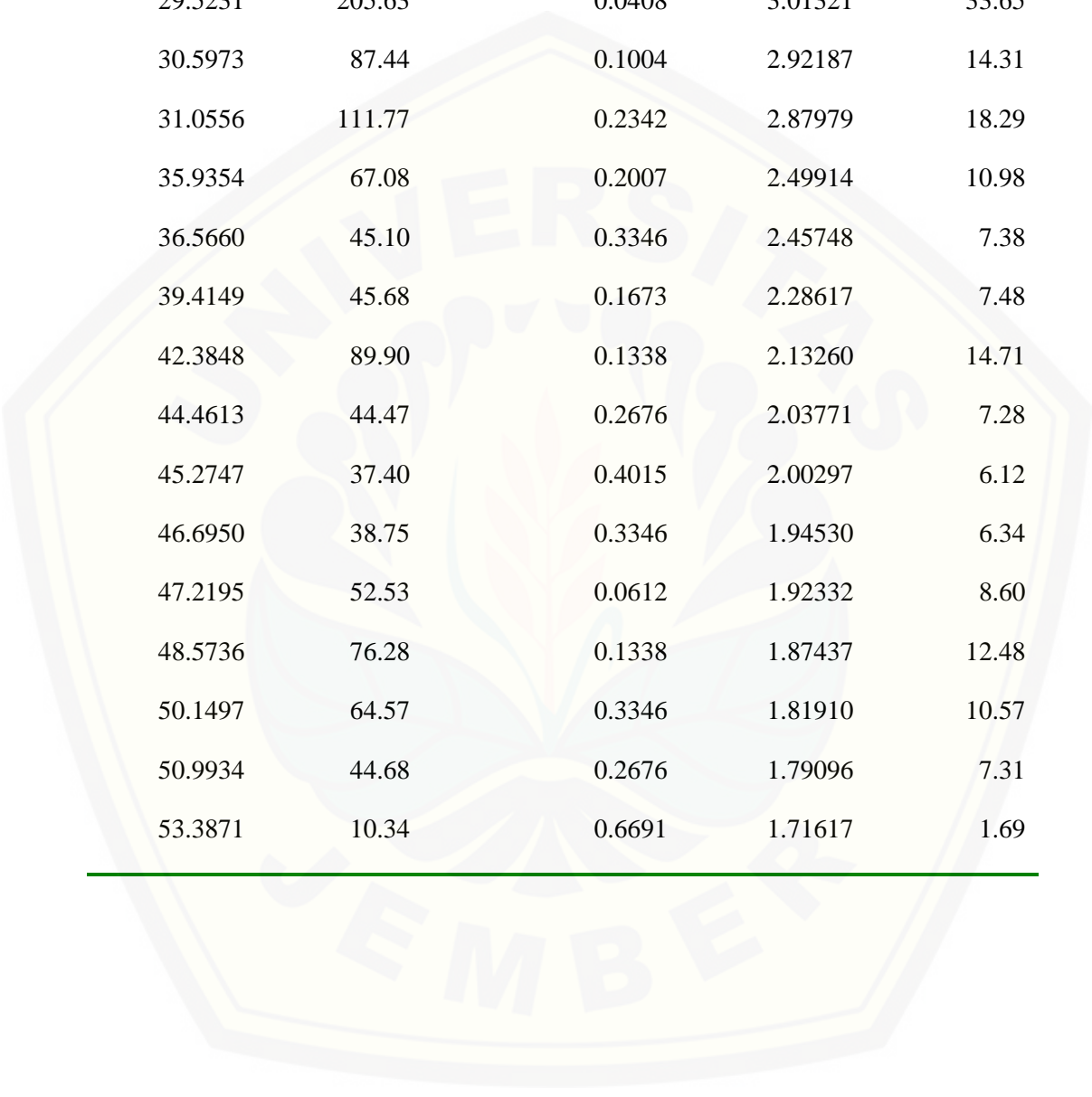
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.3090	142.79	0.2676	16.64626	10.46
6.5494	155.28	0.2676	13.49601	11.37
8.6860	77.19	0.2007	10.18045	5.65
9.8010	299.83	0.2342	9.02465	21.96
13.4493	233.01	0.2342	6.52571	17.07
15.2500	102.46	0.1673	5.81011	7.50
17.5008	31.76	0.4015	5.06761	2.33
19.6125	276.72	0.2342	4.50827	20.27
20.8117	126.99	0.1673	4.26828	9.30
21.9228	141.91	0.0836	4.05441	10.39
22.3245	443.83	0.2342	3.98235	32.51
23.7083	112.00	0.2007	3.75296	8.20
25.6980	638.92	0.1020	3.46384	46.80



25.6341	581.20	0.0836	3.45402	42.57
26.3300	1365.36	0.0408	3.34840	100.00
26.6840	754.20	0.0408	3.34635	55.24
29.4938	490.67	0.0612	3.22659	35.94
31.0457	104.58	0.3672	2.87830	7.66
35.6820	53.03	0.4080	2.51422	3.88
36.5159	62.08	0.2448	2.45870	4.55
39.4087	31.51	0.3264	2.28462	2.31
42.4498	19.58	0.4896	2.12772	1.43
44.4580	44.38	0.4080	2.03616	3.25
46.6408	29.99	0.3264	1.94582	2.20
48.6592	52.55	0.3264	1.86972	3.85
50.0458	65.23	0.2040	1.82112	4.78
51.1643	27.23	0.4896	1.78391	1.99
53.4030	19.29	0.2448	1.71428	1.41

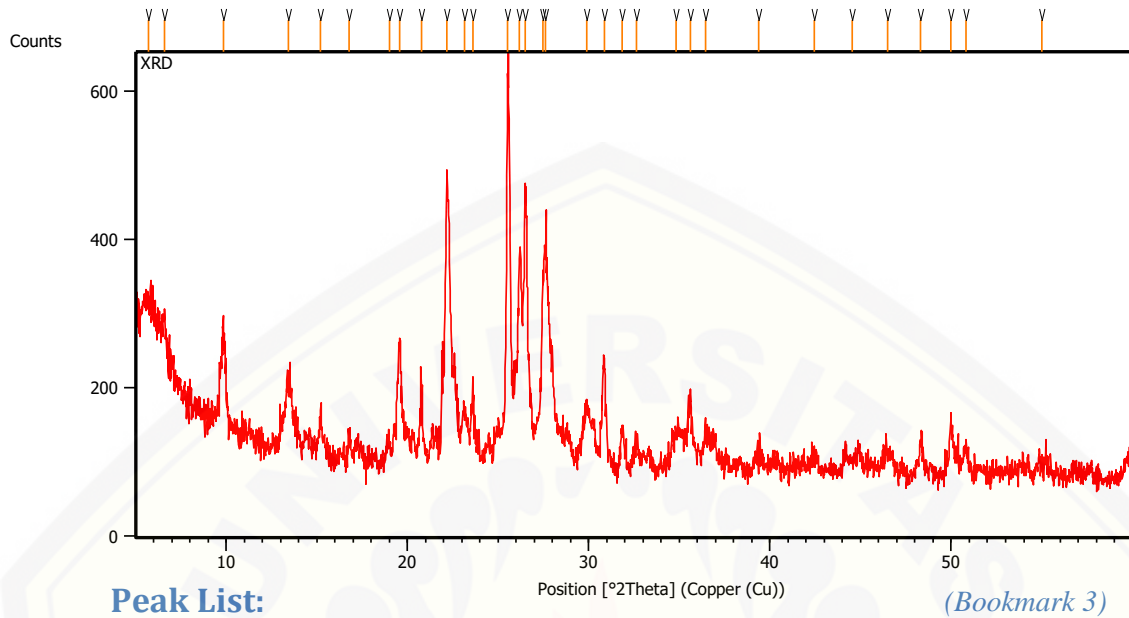
4.11 Lampiran data XRD Zeolit Konsentrasi NH_4Cl 0,1M**Peak List:** *(Bookmark 3)*

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.6840	45.97	0.5353	13.22463	7.52
8.8642	29.44	0.2676	9.97619	4.82
9.7978	168.42	0.2007	8.97280	27.56
13.4409	134.00	0.2676	6.49165	21.93
15.3068	51.28	0.2676	5.78869	8.39
17.6865	16.77	0.8029	5.01482	2.74
19.6203	166.05	0.1673	4.52471	27.18
20.8476	86.38	0.2342	4.26103	14.14
22.3890	333.74	0.2342	3.97104	54.62
23.7466	401.57	0.0669	3.74700	65.72
25.6272	573.92	0.1004	3.45361	93.93
26.3350	514.67	0.1171	3.34685	84.23



27.4919	591.41	0.0502	3.23867	96.79
27.9015	611.03	0.0335	3.19775	100.00
28.1693	209.10	0.0502	3.16795	34.22
29.5231	205.63	0.0408	3.01321	33.65
30.5973	87.44	0.1004	2.92187	14.31
31.0556	111.77	0.2342	2.87979	18.29
35.9354	67.08	0.2007	2.49914	10.98
36.5660	45.10	0.3346	2.45748	7.38
39.4149	45.68	0.1673	2.28617	7.48
42.3848	89.90	0.1338	2.13260	14.71
44.4613	44.47	0.2676	2.03771	7.28
45.2747	37.40	0.4015	2.00297	6.12
46.6950	38.75	0.3346	1.94530	6.34
47.2195	52.53	0.0612	1.92332	8.60
48.5736	76.28	0.1338	1.87437	12.48
50.1497	64.57	0.3346	1.81910	10.57
50.9934	44.68	0.2676	1.79096	7.31
53.3871	10.34	0.6691	1.71617	1.69

4.12 Lampiran data XRD Zeolit NZ



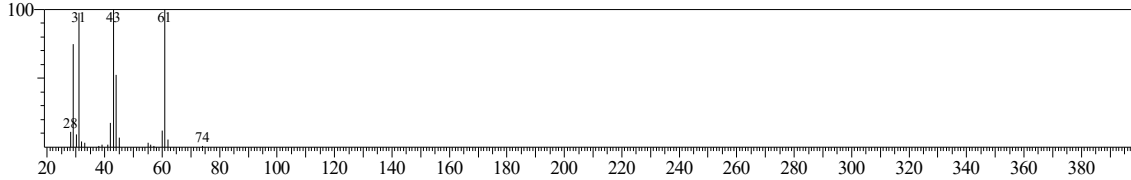
26.3777	278.88	0.1171	3.40427	55.00
26.4970	348.91	0.1004	3.36397	68.82
27.4783	252.81	0.1338	3.24602	49.86
27.6251	309.18	0.1338	3.22910	60.98
29.8861	82.13	0.2007	2.98976	16.20
30.8730	128.84	0.1506	2.89640	25.41
31.8605	47.00	0.1338	2.80886	9.27
32.6204	31.81	0.2676	2.74513	6.27
34.8246	45.08	0.2676	2.57627	8.89
35.6032	98.15	0.1673	2.52170	19.36
36.4661	48.59	0.2007	2.46398	9.58
39.3939	21.40	0.4015	2.28734	4.22
42.4651	19.72	0.4015	2.12875	3.89
44.5450	17.90	0.8029	2.03407	3.53
46.5096	27.70	0.5353	1.95262	5.46
48.3192	43.65	0.2007	1.88364	8.61
49.9640	72.84	0.1338	1.82542	14.37
50.7937	36.10	0.2676	1.79754	7.12
54.9784	14.42	0.5353	1.67021	2.84

<< Target >>

Line#:1 R.Time:22.433(Scan#:2189) MassPeaks:20

RawMode:Averaged 22.425-22.442(2188-2190) BasePeak:43.00(162743)

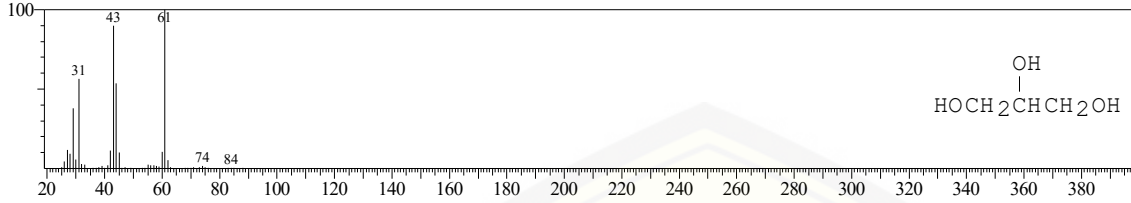
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:3655 Library:WILEY229.LIB

SE:93 Formula:C3 H8 O3 CAS:56-81-5 MolWeight:92 RetIndex:0

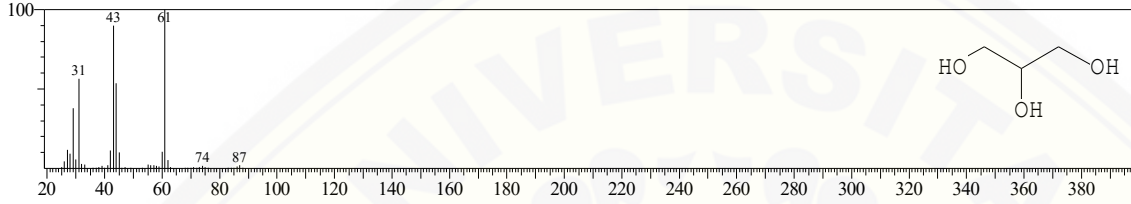
CompName:1,2,3-Propanetriol (CAS) Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysarin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$



Hit#:2 Entry:783 Library:NIST12.LIB

SE:93 Formula:C3H8O3 CAS:56-81-5 MolWeight:92 RetIndex:0

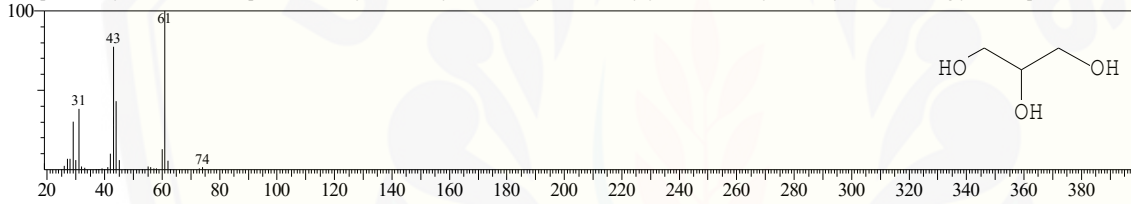
CompName:Glycerin



Hit#:3 Entry:955 Library:NIST62.LIB

SE:90 Formula:C3H8O3 CAS:56-81-5 MolWeight:92 RetIndex:0

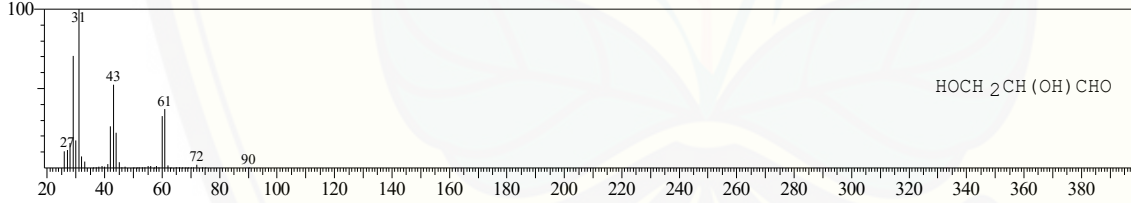
CompName:Glycerin \$\$ 1,2,3-Propanetriol \$\$ Glycerol \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Glyrol \$\$ Glysarin \$\$ Osmoglyn \$\$ Propanetriol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Synthetic glycerin \$\$ 90 Techn



Hit#:4 Entry:3493 Library:WILEY229.LIB

SE:88 Formula:C3 H6 O3 CAS:367-47-5 MolWeight:90 RetIndex:0

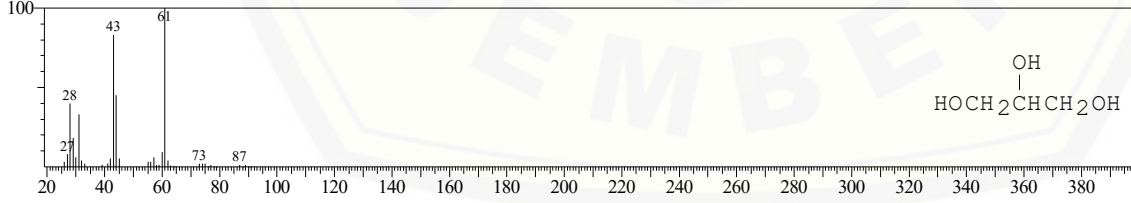
CompName:Propanal, 2,3-dihydroxy- (CAS) Glyceroaldehyde \$\$ Glyceraldehyde \$\$ Glycerinaldehyde \$\$ Glyceric aldehyde \$\$ 2,3-Dihydroxypropanal \$\$ 2,3-Dihydroxypropionaldehyde \$\$.alpha.,.beta.-Dihydroxypropi



Hit#:5 Entry:3656 Library:WILEY229.LIB

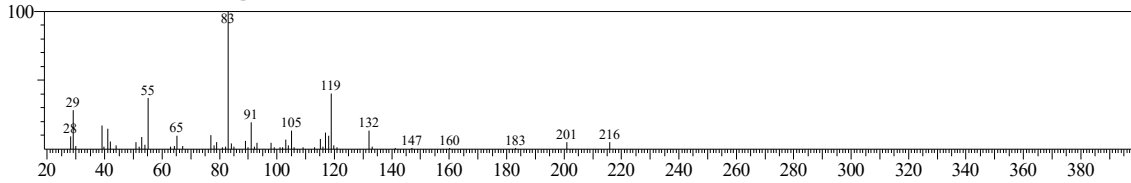
SE:87 Formula:C3 H8 O3 CAS:56-81-5 MolWeight:92 RetIndex:0

CompName:1,2,3-Propanetriol (CAS) Glycerol \$\$ Glyrol \$\$ Glycerin \$\$ Osmoglyn \$\$ Glysarin \$\$ Glycerine \$\$ Glyceritol \$\$ Glycyl alcohol \$\$ Trihydroxypropane \$\$ Propanetriol \$\$ Glycerin suppositories \$\$

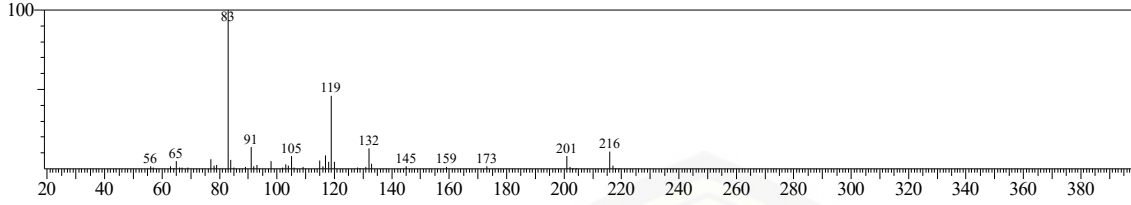


<< Target >>

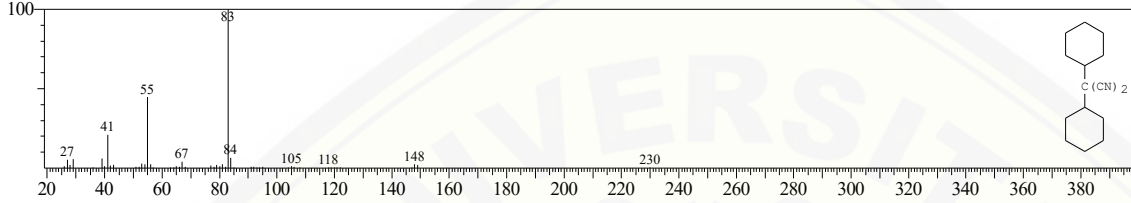
Line#:2 R.Time:33.483(Scan#:3515) MassPeaks:55
RawMode:Averaged 33.475-33.492(3514-3516) BasePeak:83.00(10299)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



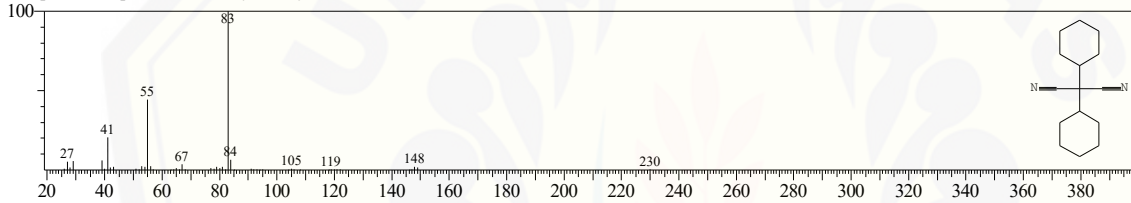
Hit#:1 Entry:82837 Library:WILEY229.LIB
SI:73 Formula:C15 H22 O CAS:82508-14-3 MolWeight:218 RetIndex:0
CompName:.BETA. TUMERONE \$\$



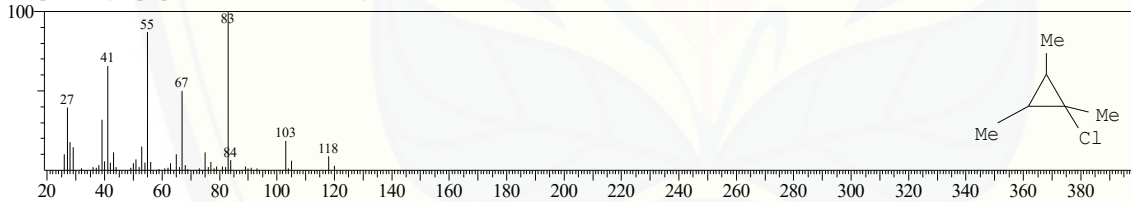
Hit#:2 Entry:93369 Library:WILEY229.LIB
SI:72 Formula:C15 H22 N2 CAS:74764-28-6 MolWeight:230 RetIndex:0
CompName:Propanedinitrile, dicyclohexyl- (CAS) DICYCLOHEXYLMALONONITRILE \$\$



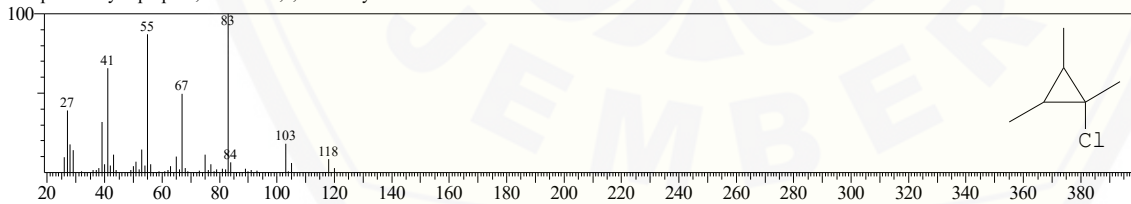
Hit#:3 Entry:30028 Library:NIST62.LIB
SI:72 Formula:C15H22N2 CAS:74764-28-6 MolWeight:230 RetIndex:0
CompName:Propanedinitrile, dicyclohexyl-



Hit#:4 Entry:11024 Library:WILEY229.LIB
SI:70 Formula:C6 H11 Cl CAS:61177-20-6 MolWeight:118 RetIndex:0
CompName:Cyclopropane, 1-chloro-1,2,3-trimethyl- (CAS)



Hit#:5 Entry:3518 Library:NIST62.LIB
SI:70 Formula:C6H11Cl CAS:61177-20-6 MolWeight:118 RetIndex:0
CompName:Cyclopropane, 1-chloro-1,2,3-trimethyl-



Analyzed by : Laboratorium Biosain
 Analyzed : 14 November 2018
 Sample Type : Triacetin (Z)
 Level # : 1
 Sample Name : Triacetin (Z)
 Sample ID : Triacetin
 IS Amount : [1]=1.000
 Sample Amount : 1.000
 Dilution Factor : 1.000
 Vial # : 1
 Injection Volume : 1.000

Method

[Comment]

==== Analytical Line 1 =====

[GC-2010]
 Column Oven Temp. :160.0 °C
 Injection Temp. :250.00 °C
 Injection Mode :Split
 Flow Control Mode :Pressure
 Pressure :100.0 kPa
 Total Flow :315.9 mL/min
 Column Flow :1.04 mL/min
 Linear Velocity :38.9 cm/sec
 Purge Flow :3.0 mL/min
 Split Ratio :300.0
 High Pressure Injection :OFF
 Carrier Gas Saver :OFF
 Splitter Hold :OFF
 Oven Temp. Program

Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	160.0	4.00
4.00	250.0	4.00

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes
 SPL1 : Yes
 MS : Yes

< Ready Check Detector(FTD) >

< Ready Check Baseline Drift >

< Ready Check Injection Flow >

SPL1 Carrier : Yes
 SPL1 Purge : Yes

< Ready Check APC Flow >

< Ready Check Detector APC Flow >

External Wait :No
 Equilibrium Time :3.0 min

[GC Program]

[GCMS-QP2010 Plus]

IonSourceTemp :280.00 °C
 Interface Temp. :250.00 °C
 Solvent Cut Time :0.00 min
 Detector Gain Mode :Relative
 Detector Gain :0.00 kV
 Threshold :1000

[MS Table]

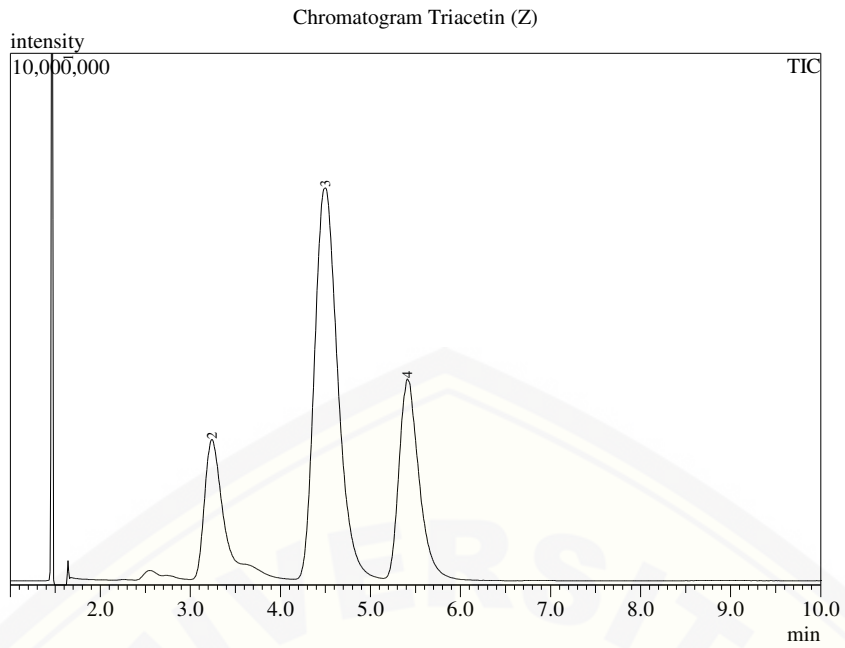
--Group 1 - Event 1--

Start Time :1.00min
 End Time :30.50min
 ACQ Mode :Scan
 Event Time :0.50sec
 Scan Speed :769
 Start m/z :30.00
 End m/z :400.00

Sample Inlet Unit :GC

[MS Program]

Use MS Program :OFF

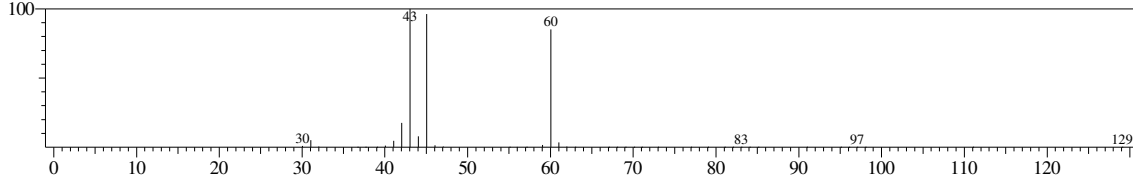


Peak#	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	1.465	17973167	7.28	15522348	53.01	Acetic acid (CAS) Ethylic acid
2	3.240	39916187	16.17	2630176	8.98	1,2,3-Propanetriol, monoacetate
3	4.499	131276045	53.17	7359047	25.13	1,2,3-Propanetriol, monoacetate
4	5.411	57736812	23.38	3769553	12.87	1,2,3-Propanetriol, triacetate (CAS) Triacetin
		246902211	100.00	29281124	100.00	

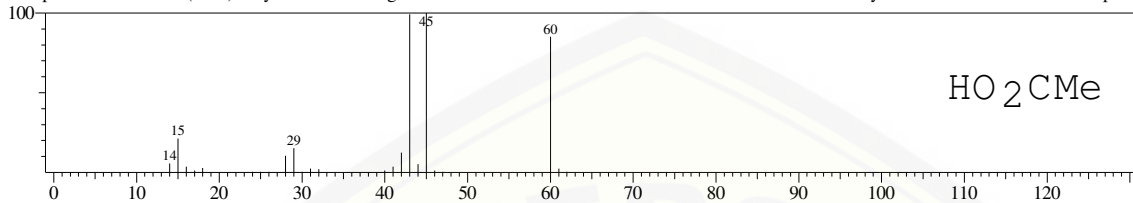
Peak Report TIC

<< Target >>

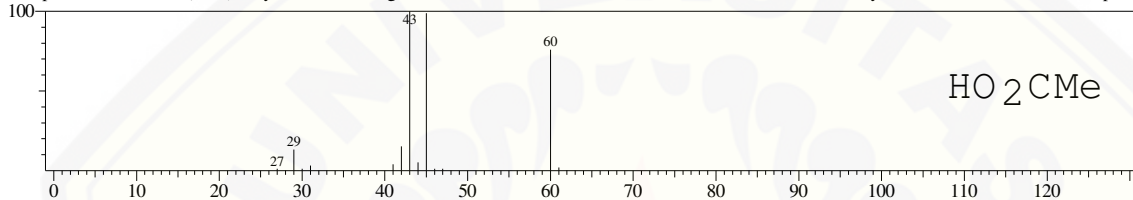
Line#:1 R.Time:1.467(Scan#:57) MassPeaks:42
 RawMode:Averaged 1.458-1.475(56-58) BasePeak:43.05(3387125)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



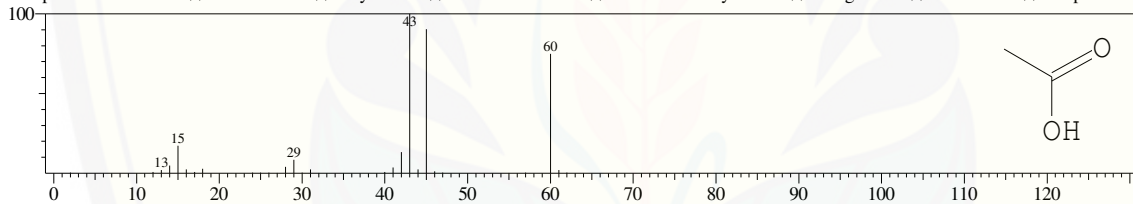
Hit#:1 Entry:625 Library:WILEY7.LIB
 SI:98 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone



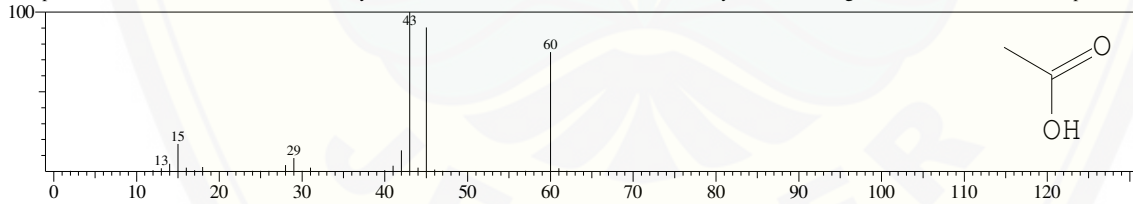
Hit#:2 Entry:630 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone



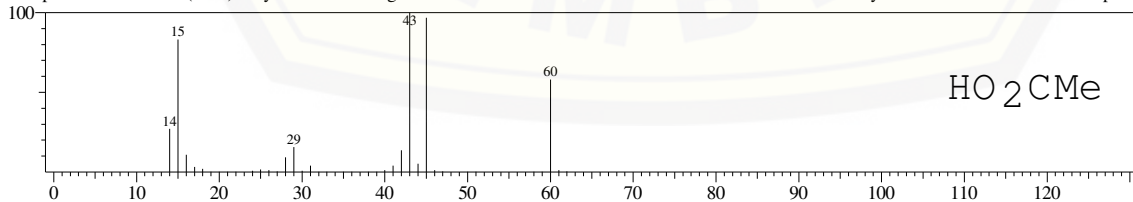
Hit#:3 Entry:133 Library:NIST05.LIB
 SI:97 Formula:C2H4O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:576
 CompName:Acetic acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Ethylic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ CH3COOH \$\$ component of



Hit#:4 Entry:134 Library:NIST08.LIB
 SI:97 Formula:C2H4O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:576
 CompName:Acetic acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Ethylic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ CH3COOH \$\$ component of

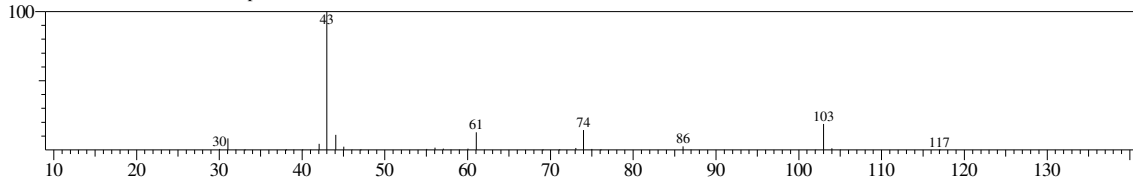


Hit#:5 Entry:627 Library:WILEY7.LIB
 SI:96 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone

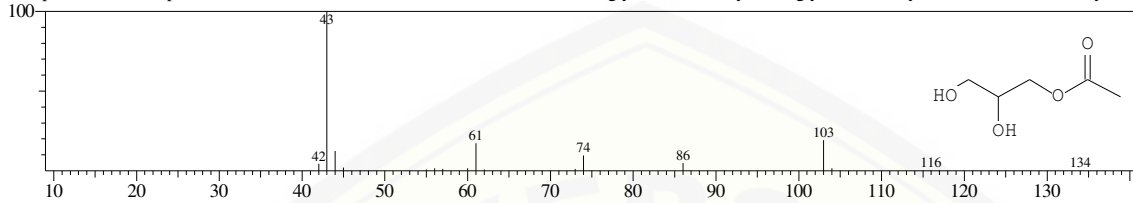


<< Target >>

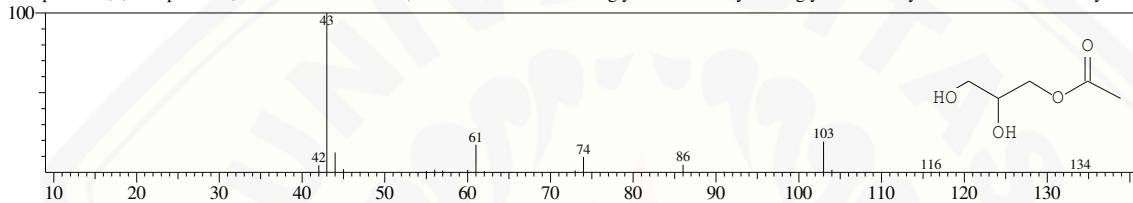
Line#:2 R.Time:3.242(Scan#:270) MassPeaks:36
 RawMode:Averaged 3.233-3.250(269-271) BasePeak:43.00(1413179)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



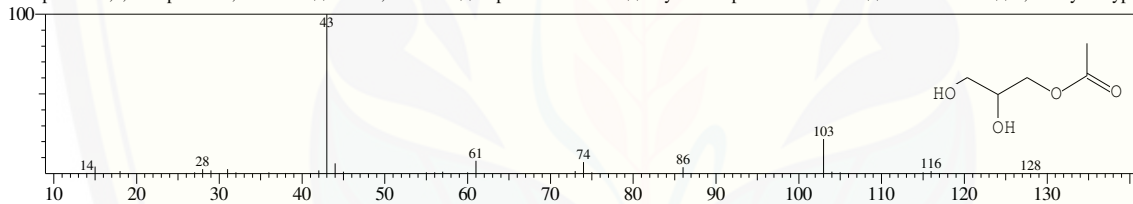
Hit#:1 Entry:8807 Library:NIST08.LIB
 SI:95 Formula:C5H10O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



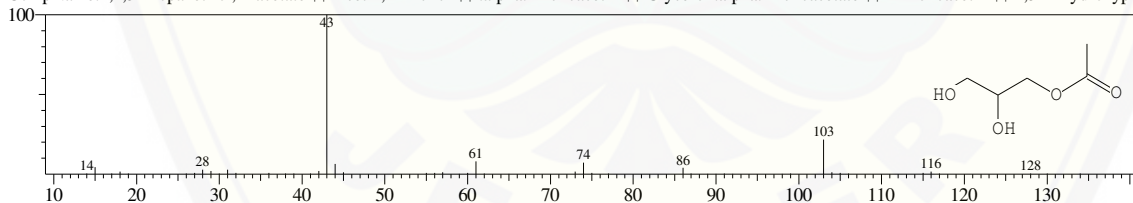
Hit#:2 Entry:8645 Library:NIST05.LIB
 SI:95 Formula:C5H10O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



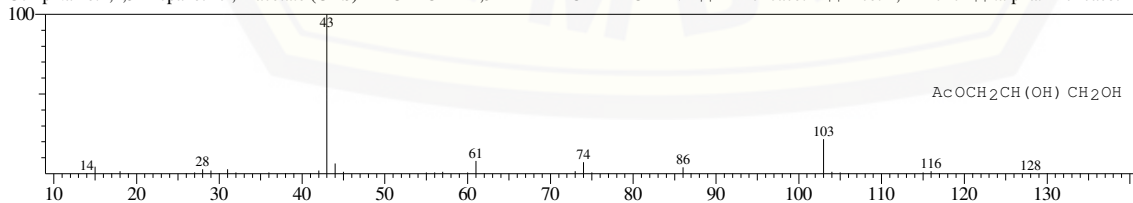
Hit#:3 Entry:8646 Library:NIST05.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr



Hit#:4 Entry:8808 Library:NIST08.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr

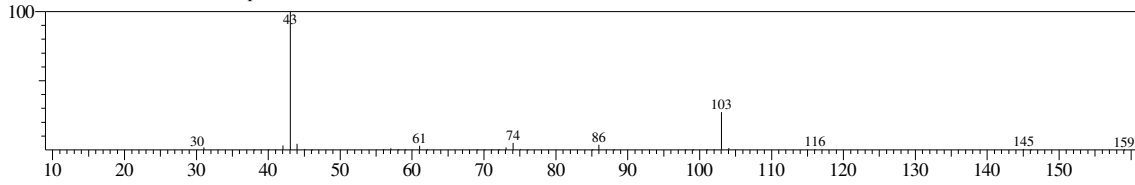


Hit#:5 Entry:23650 Library:WILEY7.LIB
 SI:93 Formula:C5 H10 O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate (CAS) 1-ACETOXY-2,3-DIHYDROXYPROPANE \$\$ 1-Monoacetin \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin

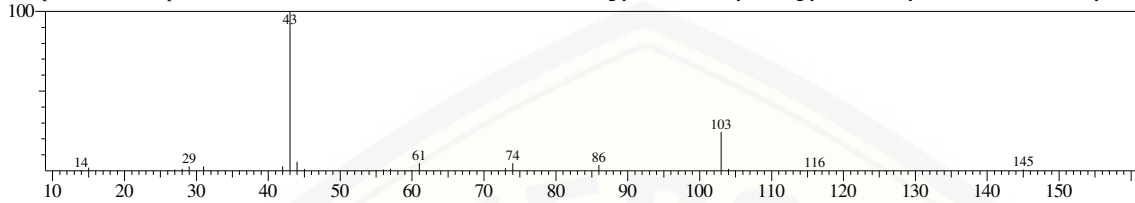


<< Target >>

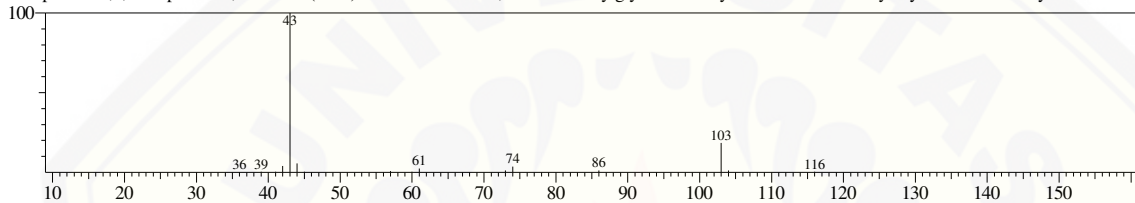
Line#:3 R.Time:4.500(Scan#:421) MassPeaks:44
 RawMode:Averaged 4.492-4.508(420-422) BasePeak:43.05(4611383)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



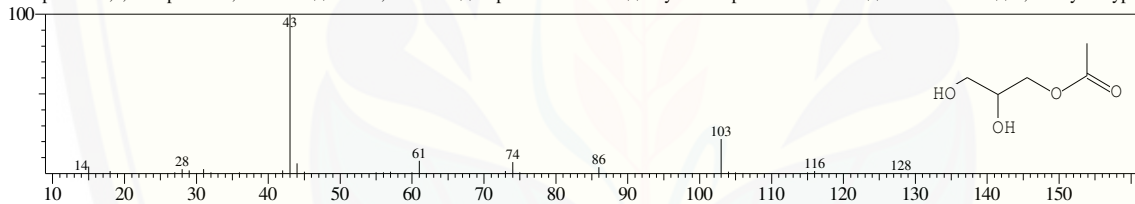
Hit#:1 Entry:24083 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C5 H10 O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



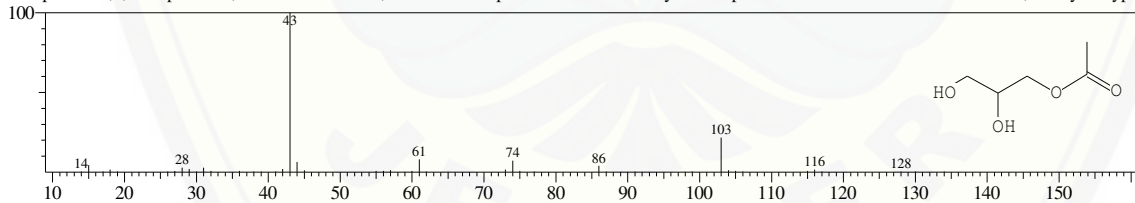
Hit#:2 Entry:67043 Library:WILEY7.LIB
 SI:95 Formula:C7 H12 O5 CAS:25395-31-7 MolWeight:176 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, diacetate (CAS) Diacetin \$\$ Acetin, di- \$\$ Diacetyl glycerol \$\$ Glycerin diacetate \$\$ Glyceryl diacetate \$\$ Glycerol diacetate



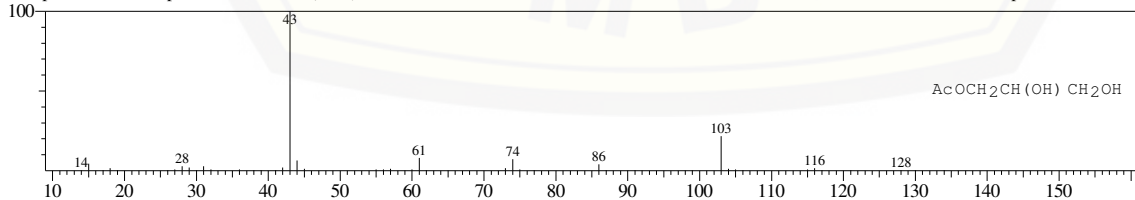
Hit#:3 Entry:8646 Library:NIST05.LIB
 SI:95 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr



Hit#:4 Entry:8808 Library:NIST08.LIB
 SI:95 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate (CAS) 1-ACETOXY-2,3-DIHYDROXYPROPANE \$\$ 1-Monoacetin \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin

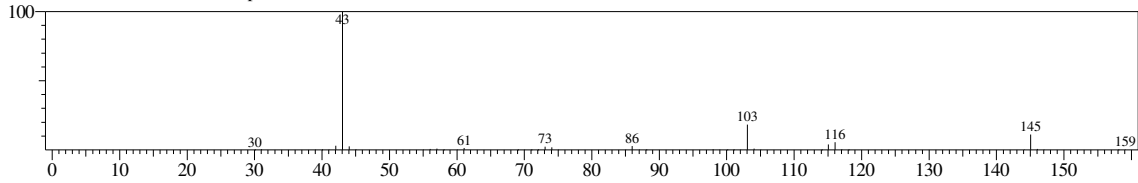


Hit#:5 Entry:23650 Library:WILEY7.LIB
 SI:95 Formula:C5 H10 O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate (CAS) 1-ACETOXY-2,3-DIHYDROXYPROPANE \$\$ 1-Monoacetin \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin

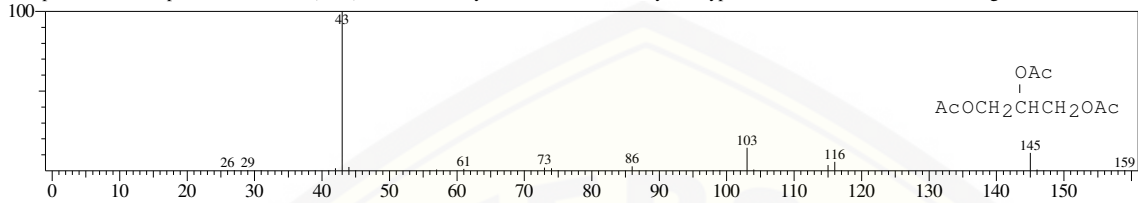


<< Target >>

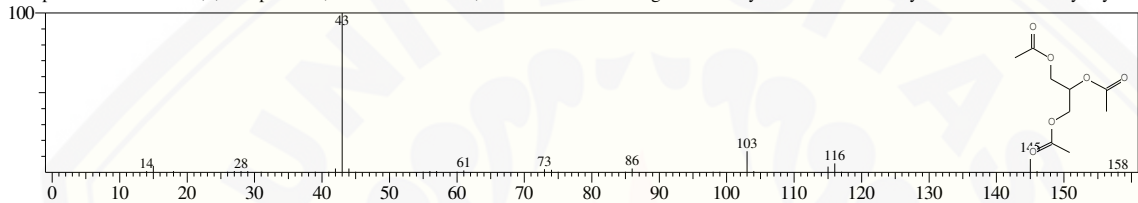
Line#:4 R.Time:5.408(Scan#:530) MassPeaks:45
 RawMode:Averaged 5.400-5.417(529-531) BasePeak:43.05(2321845)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



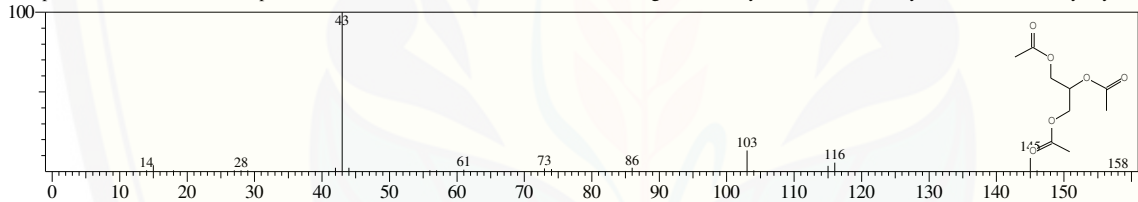
Hit#:1 Entry:118027 Library:WILEY7.LIB
 SI:99 Formula:C9H14O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, triacetate (CAS) Triacetin \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Vanay \$\$ Glyped \$\$ Enzactin \$\$ Triacetine \$\$ Fungacetin \$\$ Acetin, tr



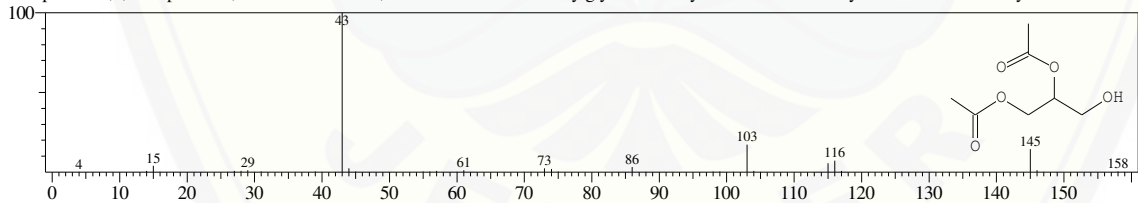
Hit#:2 Entry:51331 Library:NIST05.LIB
 SI:98 Formula:C9H14O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:1354
 CompName:Triacetin \$\$ 1,2,3-Propanetriol, triacetate \$\$ Acetin, tri- \$\$ Enzactin \$\$ Fungacetin \$\$ Glycerin triacetate \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Glyceryl tri



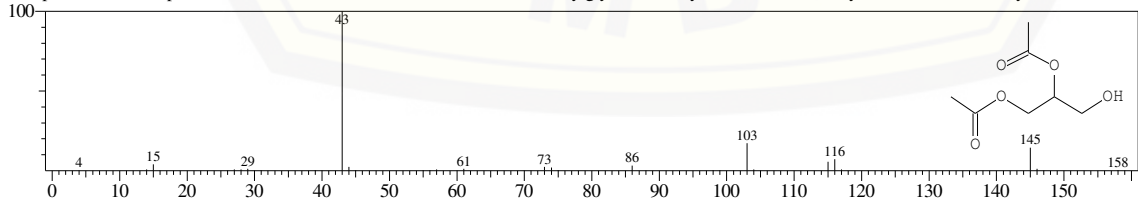
Hit#:3 Entry:54008 Library:NIST08.LIB
 SI:98 Formula:C9H14O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:1354
 CompName:Triacetin \$\$ 1,2,3-Propanetriol, triacetate \$\$ Acetin, tri- \$\$ Enzactin \$\$ Fungacetin \$\$ Glycerin triacetate \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Glyceryl tri



Hit#:4 Entry:28369 Library:NIST08.LIB
 SI:97 Formula:C7H12O5 CAS:25395-31-7 MolWeight:176 RetIndex:1230
 CompName:1,2,3-Propanetriol, diacetate \$\$ Acetin, di- \$\$ Diacetin \$\$ Diacetyl glycerol \$\$ Glycerin diacetate \$\$ Glycerine diacetate \$\$ Glycerol diacetate \$



Hit#:5 Entry:27469 Library:NIST05.LIB
 SI:97 Formula:C7H12O5 CAS:25395-31-7 MolWeight:176 RetIndex:1230
 CompName:1,2,3-Propanetriol, diacetate \$\$ Acetin, di- \$\$ Diacetin \$\$ Diacetyl glycerol \$\$ Glycerin diacetate \$\$ Glycerine diacetate \$\$ Glycerol diacetate \$



Analyzed by : Laboratorium Biosain
 Analyzed : 14 November 2018
 Sample Type : Triacetin (TP)
 Level # : 1
 Sample Name : Triacetin (TP)
 Sample ID : Triacetin
 IS Amount : [1]=1.000
 Sample Amount : 1.000
 Dilution Factor : 1.000
 Vial # : 1
 Injection Volume : 1.000

Method

[Comment]

==== Analytical Line 1 =====

[GC-2010]
 Column Oven Temp. :160.0 °C
 Injection Temp. :250.00 °C
 Injection Mode :Split
 Flow Control Mode :Pressure
 Pressure :100.0 kPa
 Total Flow :315.9 mL/min
 Column Flow :1.04 mL/min
 Linear Velocity :38.9 cm/sec
 Purge Flow :3.0 mL/min
 Split Ratio :300.0
 High Pressure Injection :OFF
 Carrier Gas Saver :OFF
 Splitter Hold :OFF

Oven Temp. Program	Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	-	160.0	4.00
4.00	4.00	250.0	4.00

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes
 SPL1 : Yes
 MS : Yes

< Ready Check Detector(FTD) >

< Ready Check Baseline Drift >

< Ready Check Injection Flow >

SPL1 Carrier : Yes
 SPL1 Purge : Yes

< Ready Check APC Flow >

< Ready Check Detector APC Flow >

External Wait :No
 Equilibrium Time :3.0 min

[GC Program]

[GCMS-QP2010 Plus]

IonSourceTemp :280.00 °C
 Interface Temp. :250.00 °C
 Solvent Cut Time :0.00 min
 Detector Gain Mode :Relative
 Detector Gain :0.00 kV
 Threshold :1000

[MS Table]

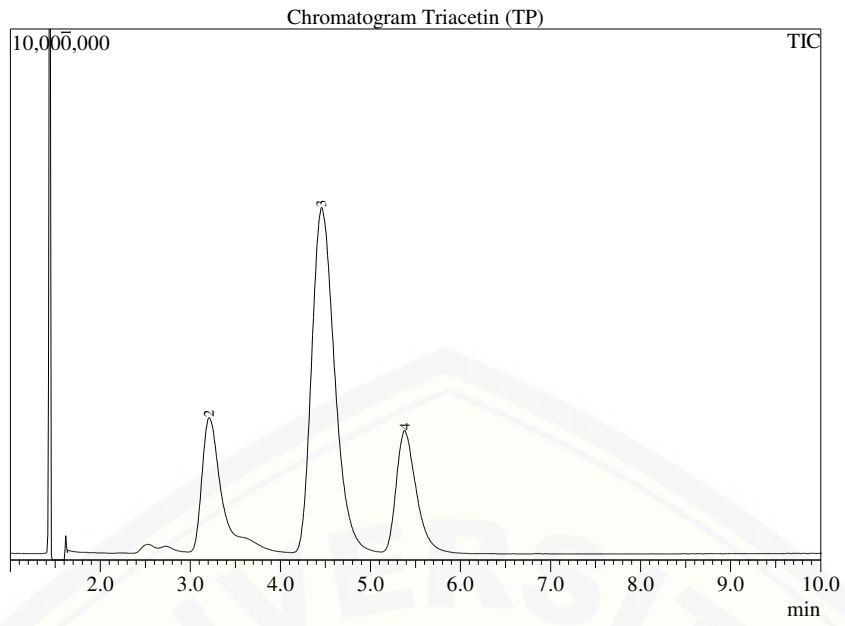
--Group 1 - Event 1--

Start Time :1.00min
 End Time :30.50min
 ACQ Mode :Scan
 Event Time :0.50sec
 Scan Speed :769
 Start m/z :30.00
 End m/z :400.00

Sample Inlet Unit :GC

[MS Program]

Use MS Program :OFF

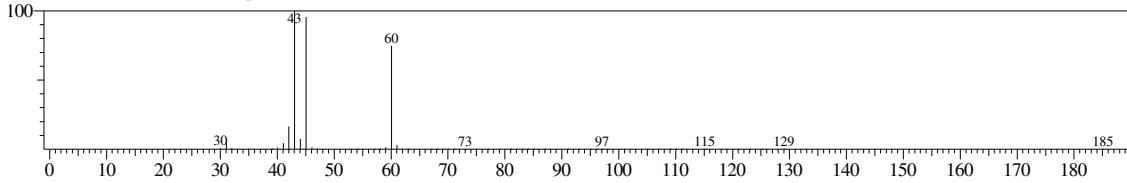


Peak#	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	1.440	18612972	8.98	15201943	57.30	Acetic acid (CAS) Ethylic acid
2	3.210	38942984	18.79	2528758	9.53	1,2,3-Propanetriol, monoacetate
3	4.459	114572246	55.28	6500343	24.50	1,2,3-Propanetriol, monoacetate
4	5.380	35129210	16.95	2300825	8.67	1,2,3-Propanetriol, triacetate (CAS) Triacetin
		207257412	100.00	26531869	100.00	

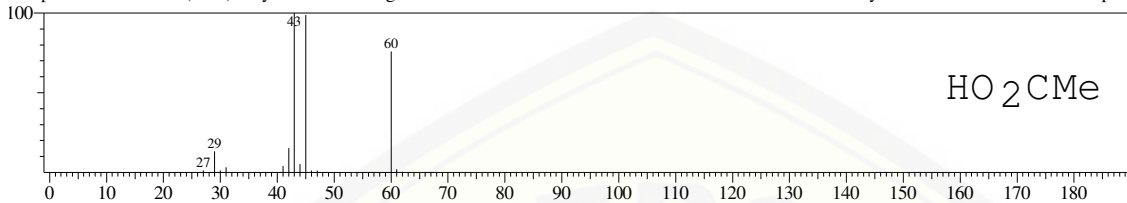
Library

<< Target >>

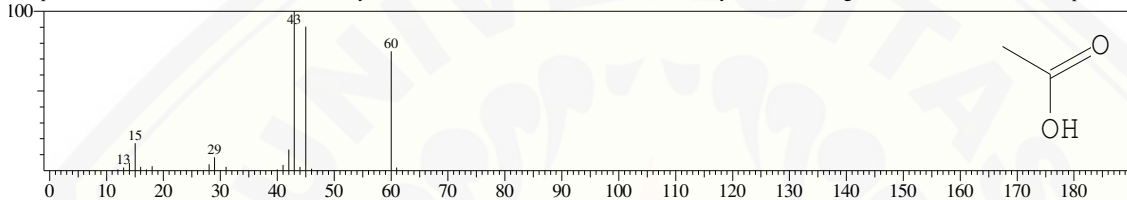
Line#:1 R.Time:1.442(Scan#:54) MassPeaks:57
 RawMode:Averaged 1.433-1.450(53-55) BasePeak:43.05(3546609)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



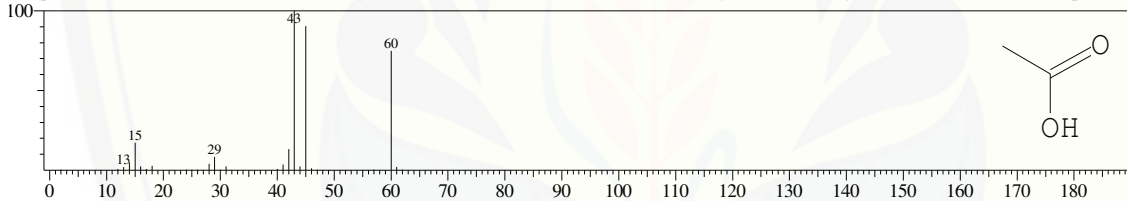
Hit#:1 Entry:630 Library:WILEY7.LIB
 SI:98 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone



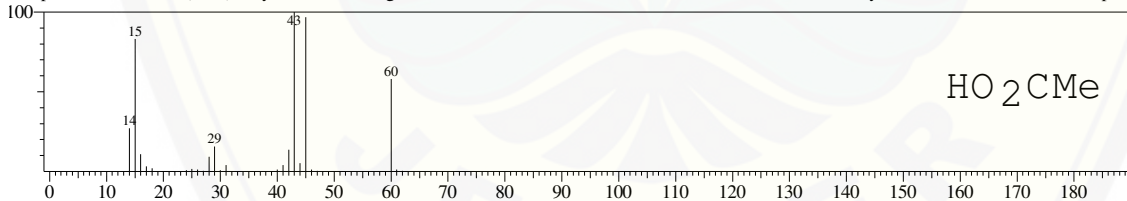
Hit#:2 Entry:134 Library:NIST08.LIB
 SI:98 Formula:C2H4O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:576
 CompName:Acetic acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Ethylic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ CH3COOH \$\$ component of



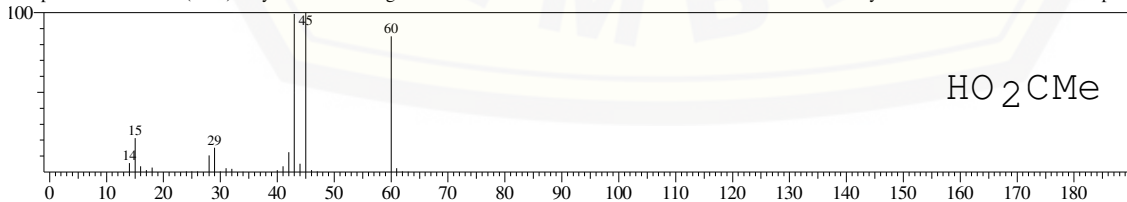
Hit#:3 Entry:133 Library:NIST05.LIB
 SI:98 Formula:C2H4O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:576
 CompName:Acetic acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Ethylic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ CH3COOH \$\$ component of



Hit#:4 Entry:627 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone

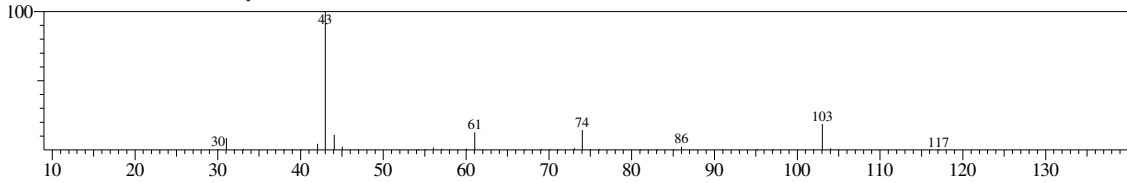


Hit#:5 Entry:625 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C2 H4 O2 CAS:64-19-7 MolWeight:60 RetIndex:0
 CompName:Acetic acid (CAS) Ethylic acid \$\$ Vinegar acid \$\$ Ethanoic acid \$\$ Glacial acetic acid \$\$ Methanecarboxylic acid \$\$ CH3COOH \$\$ compone

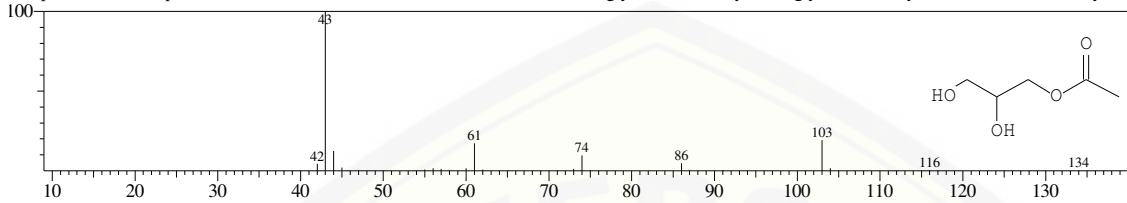


<< Target >>

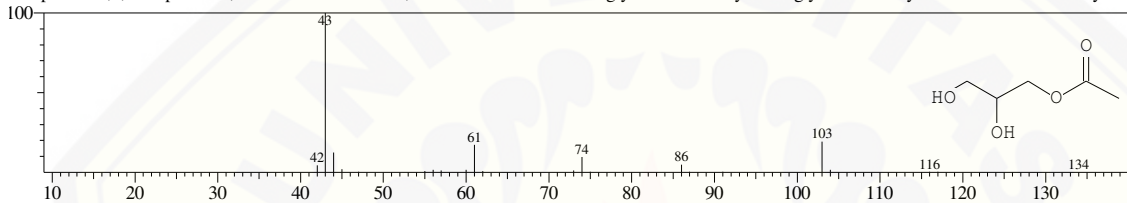
Line#:2 R.Time:3.208(Scan#:266) MassPeaks:44
 RawMode:Averaged 3.200-3.217(265-267) BasePeak:43.00(1356113)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



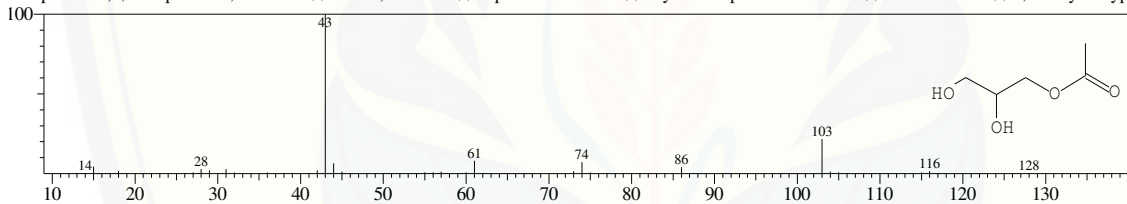
Hit#:1 Entry:8807 Library:NIST08.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



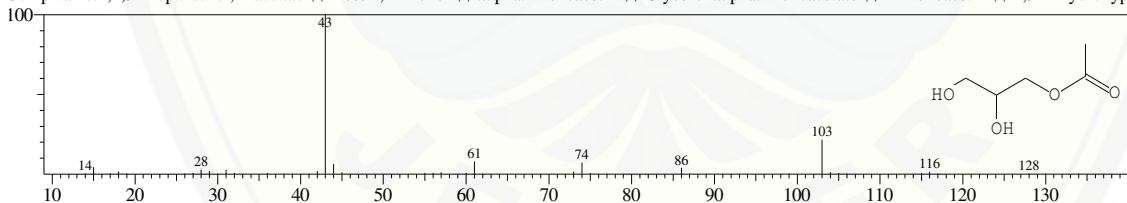
Hit#:2 Entry:8645 Library:NIST05.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



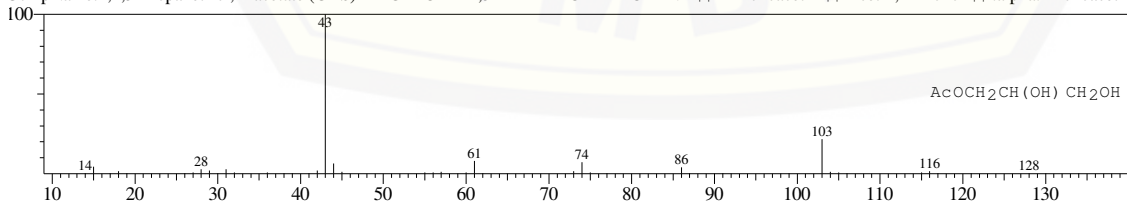
Hit#:3 Entry:8646 Library:NIST05.LIB
 SI:93 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr



Hit#:4 Entry:8808 Library:NIST08.LIB
 SI:93 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr

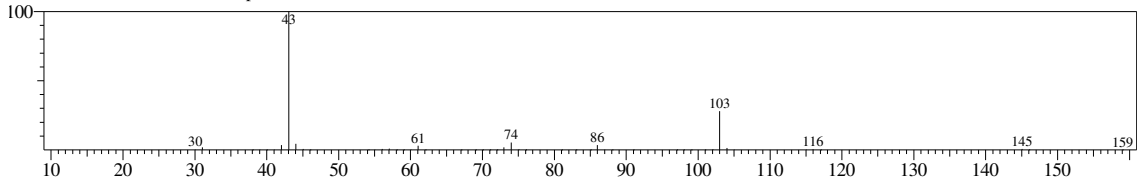


Hit#:5 Entry:23650 Library:WILEY7.LIB
 SI:93 Formula:C5 H10 O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate (CAS) 1-ACETOXY-2,3-DIHYDROXYPROPANE \$\$ 1-Monoacetin \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin

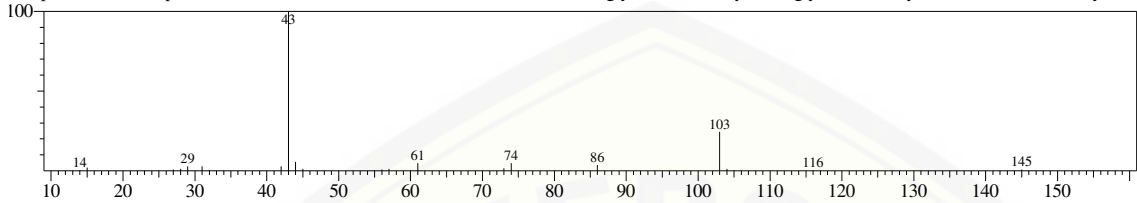


<< Target >>

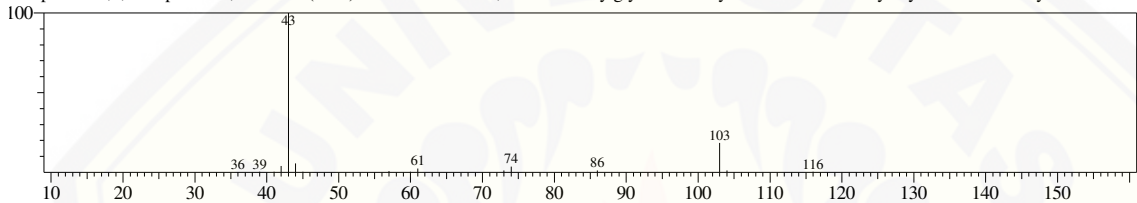
Line#:3 R.Time:4.458(Scan#:416) MassPeaks:50
 RawMode:Averaged 4.450-4.467(415-417) BasePeak:43.05(4045386)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



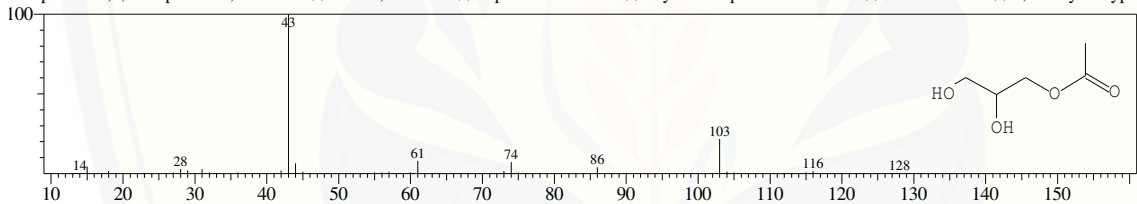
Hit#:1 Entry:24083 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C5 H10 O4 CAS:26446-35-5 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, monoacetate \$\$ Acetin, mono- \$\$ Acetin \$\$ Acetoglyceride \$\$ Acetyl monoglyceride \$\$ Glycerin monoacetate \$\$ Glycerol



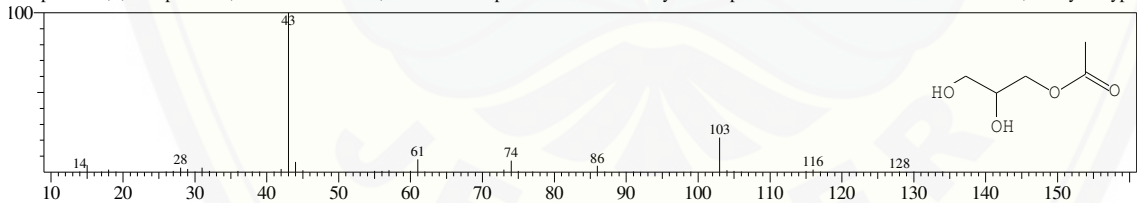
Hit#:2 Entry:67043 Library:WILEY7.LIB
 SI:95 Formula:C7 H12 O5 CAS:25395-31-7 MolWeight:176 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, diacetate (CAS) Diacetin \$\$ Acetin, di- \$\$ Diacetylglycerol \$\$ Glycerin diacetate \$\$ Glyceryl diacetate \$\$ Glycerol diaceta



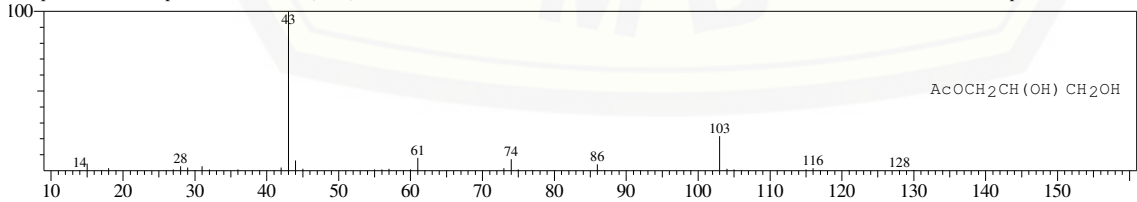
Hit#:3 Entry:8808 Library:NIST08.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr



Hit#:4 Entry:8646 Library:NIST05.LIB
 SI:94 Formula:C5H10O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:1091
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin \$\$ Glycerol .alpha.-monoacetate \$\$ 1-Monoacetin \$\$ 2,3-Dihydroxypr

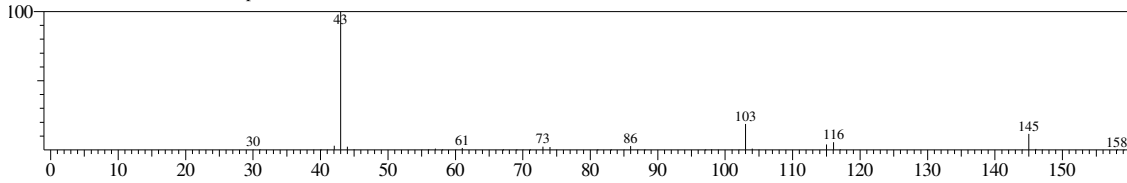


Hit#:5 Entry:23650 Library:WILEY7.LIB
 SI:94 Formula:C5 H10 O4 CAS:106-61-6 MolWeight:134 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, 1-acetate (CAS) 1-ACETOXY-2,3-DIHYDROXYPROPANE \$\$ 1-Monoacetin \$\$ Acetin, 1-mono- \$\$.alpha.-Monoacetin

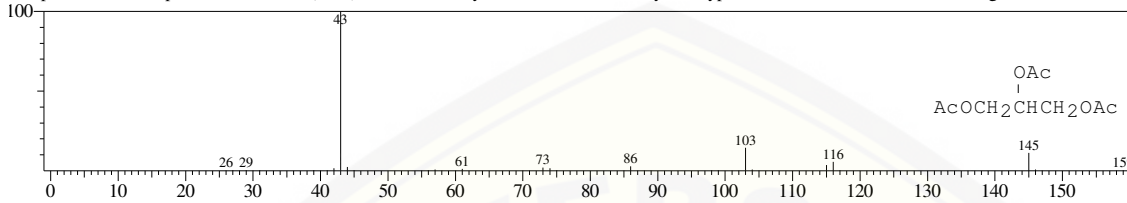


<< Target >>

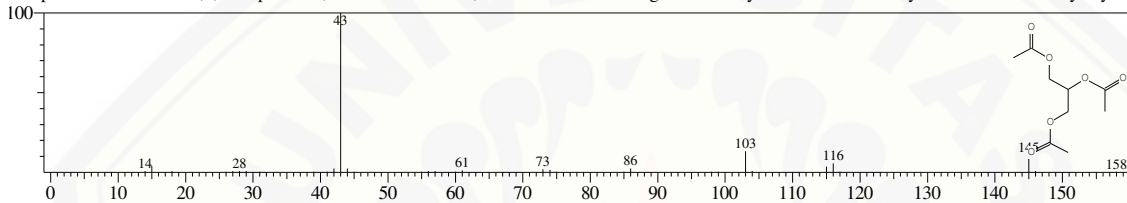
Line#:4 R.Time:5.383(Scan#:527) MassPeaks:45
 RawMode:Averaged 5.375-5.392(526-528) BasePeak:43.00(1405808)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



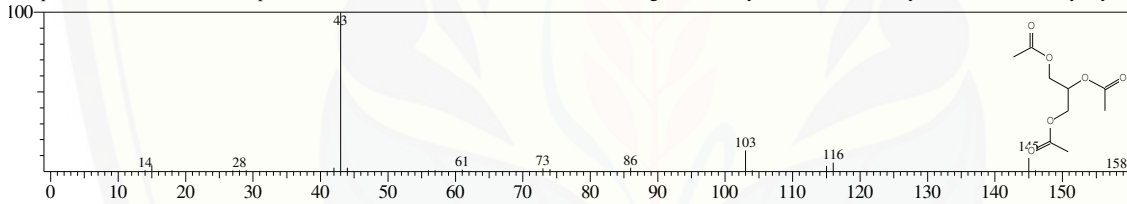
Hit#:1 Entry:118027 Library:WILEY7.LIB
 SI:98 Formula:C9 H14 O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, triacetate (CAS) Triacetin \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Vanay \$\$ Glyped \$\$ Enzactin \$\$ Triacetine \$\$ Fungacetin \$\$ Acetin, tr



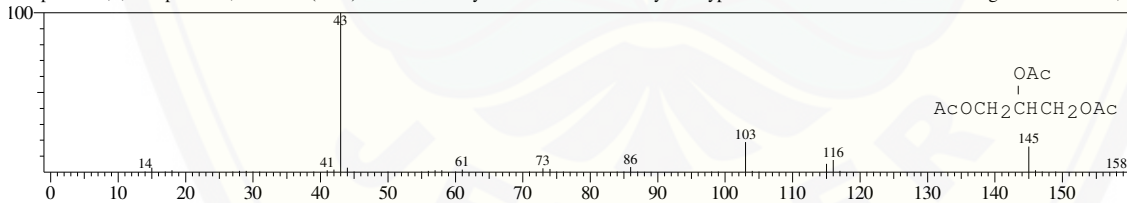
Hit#:2 Entry:51331 Library:NIST05.LIB
 SI:98 Formula:C9H14O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:1354
 CompName:Triacetin \$\$ 1,2,3-Propanetriol, triacetate \$\$ Acetin, tri- \$\$ Enzactin \$\$ Fungacetin \$\$ Glycerin triacetate \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Glyceryl tri-



Hit#:3 Entry:54008 Library:NIST08.LIB
 SI:98 Formula:C9H14O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:1354
 CompName:Triacetin \$\$ 1,2,3-Propanetriol, triacetate \$\$ Acetin, tri- \$\$ Enzactin \$\$ Fungacetin \$\$ Glycerin triacetate \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Glyceryl tri-



Hit#:4 Entry:118026 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C9 H14 O6 CAS:102-76-1 MolWeight:218 RetIndex:0
 CompName:1,2,3-Propanetriol, triacetate (CAS) Triacetin \$\$ Glycerol triacetate \$\$ Vanay \$\$ Glyped \$\$ Enzactin \$\$ Triacetine \$\$ Fungacetin \$\$ Acetin, tr



Hit#:5 Entry:28369 Library:NIST08.LIB
 SI:97 Formula:C7H12O5 CAS:25395-31-7 MolWeight:176 RetIndex:1230
 CompName:1,2,3-Propanetriol, diacetate \$\$ Acetin, di- \$\$ Diacetin \$\$ Diacetyl glycerol \$\$ Glycerin diacetate \$\$ Glycerine diacetate \$\$ Glycerol diacetate \$

