

Perbedaan Aktivitas Katalitik S-ZrO₂, S-ZA, dan S-ZrO₂/ZA dalam Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah

Amma A'isyah[✉], F. Widhi Mahatmanti, dan Nuni Widiarti

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima September 2018

Disetujui Oktober 2018

Dipublikasikan November 2018

Keywords:

*zirconia
zeolite
sulfated
esterification
used cooking oil*

Abstrak

Zeolit dan zirkonia (ZrO₂) merupakan salah satu kekayaan mineral yang dimiliki Indonesia. Zeolit dan zirkonia mempunyai banyak aplikasi salah satunya sebagai katalis. Pada penelitian ini dibuat katalis zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi untuk proses esterifikasi minyak jelantah. Katalis tersebut diuji perbedaan aktivitas katalitiknya pada reaksi esterifikasi minyak jelantah. Karakterisasi yang dilakukan pada katalis meliputi analisis kristalinitas dengan XRD, gugus fungsi dengan FT-IR, luas permukaan dengan BET dan keasaman dengan gravimetri. Hasil penelitian menunjukkan katalis zeolit tersulfatasi memiliki luas permukaan yaitu 90,870 m²/g, katalis zeolit zirkonia tersulfatasi 64,429 m²/g dan zirkonia tersulfatasi 28,197 m²/g. Uji keasaman katalis diperoleh zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki keasaman sebesar 4,0298; zirkonia tersulfatasi 3,8772, dan zeolit tersulfatasi 3,6895. Uji aktivitas katalitik dilakukan pada reaksi esterifikasi minyak jelantah dengan metanol. Reaksi ini dilakukan pada suhu 65°C selama 120 menit dengan konsentrasi katalis sebesar 2% (b/v) dan rasio minyak terhadap methanol yaitu 1:6. Hasil uji katalitik diperoleh persen relatif esterifikasi dengan zirkonia tersulfatasi sebesar 27,27%, zeolit tersulfatasi sebesar 27,54% dan zeolit zirkonia tersulfatasi sebesar 30,99%. Hasil analisis luas permukaan, keasaman katalis dan uji katalitik katalis diperoleh katalis zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan katalis lainnya.

Abstract

Zeolite and zirconia (ZrO₂) is one of the mineral wealth owned in Indonesia. Zeolites and zirconia have many applications one of them as a catalyst. In this experiment, was prepared sulfated zirconia catalysts, sulfated zeolites and sulfated zirconia zeolite for process esterification of used cooking oil. The catalyst tested the difference of its catalytic activity in the esterification reaction of used cooking oil. Characterization was performed on the catalyst includes crystallinity analysis with XRD, functional groups with FT-IR, surface area with BET and acidity with gravimetry. The results showed that the sulfated zeolite catalyst had surface area of 90.870 m²/g, sulfated zirconia zeolite 64.429 m²/g and sulfated zirconia 28.197 m²/g. The acidity test of the catalyst was obtained by sulfated zirconia zeolite has an acidity of 4,0298, sulfated zirconia 3.8772, and sulfated zeolite 3.6895. The catalytic activity test is carried out by the reaction esterification of used cooking oil with methanol. This reaction was carried out at a temperature 65°C for 120 minutes with a catalyst concentration of 2% and ratio oil to methanol 1: 6. The result of catalytic test obtained relative percent esterification with sulfated zirconia equal to 27.27%, sulfated zeolite of 27.54% and sulfated zirconia zeolite 30.99%. The results of surface area analysis, catalyst acidity and catalytic catalyst test obtained sulfated zirconia zeolite catalyst have better activity than other catalysts.

Pendahuluan

Zirkonia (ZrO_2) merupakan salah satu kekayaan mineral yang dimiliki oleh Indonesia. Zirkonia (ZrO_2) memiliki banyak keunggulan diantaranya konduktivitas listrik dan konduktivitas termal serta ekspansi termal sangat rendah. Aplikasi zirkonia sangat luas baik dalam bidang industri maupun medis, misalnya SOFC, keramik, biomaterial maupun katalis. Aplikasi zirkonia sebagai katalis telah banyak diteliti. Rustamaji *et al.*, (2011) dalam penelitiannya, menggunakan zirkonia tersulfatasi sebagai katalis reaksi alkoholisis minyak jarak pagar menjadi biodiesel dan diperoleh konversi sebesar 79,65%. Zirkonia dapat dimodifikasi dengan asam sulfat membentuk katalisator dengan sifat keasaman tinggi yang disebut sebagai zirkonia tersulfatasi. Zirkonia tersulfatasi (*Sulfated Zirconia*) adalah katalis asam heterogen yang potensial dalam pengembangan katalis ramah lingkungan dan dapat digunakan untuk isomerisasi alkana pada temperatur rendah serta transformasi senyawa organik lainnya karena sifat asamnya yang kuat (Saravanan, 2014).

Zeolit merupakan mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga, yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam. Zeolit dikenal sebagai material yang memiliki banyak kegunaan. Zeolit banyak diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion, dan sebagai katalis. (Lestari, 2010). Penggunaan zeolit sebagai katalis dalam proses esterifikasi juga telah diteliti seperti dalam penelitian Nuryoto (2016). Pada penelitian Noryoto (2016) zeolit alam modernit dimodifikasi untuk meningkatkan pori dari zeolit. Peningkatan pori zeolit alam dapat dilakukan dengan metode pengasaman dan pemanasan.

Pada penelitian ini akan dilakukan preparasi katalis zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfatasi, dan zeolit-zirkonia tersulfatasi sebagai katalis pada reaksi esterifikasi minyak jelantah. Katalis-katalis tersebut akan dibandingkan efektivitasnya dalam proses esterifikasi minyak jelantah. Minyak goreng bekas atau minyak jelantah dapat digunakan sebagai bahan baku dalam proses pembuatan biodiesel. Minyak jelantah mengandung FFA (*Free Fatty Acid*) yang dihasilkan dari reaksi oksidasi dan hidrolisis saat proses penggorengan. Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah langsung dengan reaksi transesterifikasi dapat menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan. Hal ini disebabkan adanya reaksi FFA pada minyak jelantah dengan basa logam akan membentuk sabun. Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk menghilangkan asam lemak bebas adalah mereaksikan asam lemak bebas dengan alkohol dengan bantuan katalis asam. Reaksi ini dikenal dengan reaksi esterifikasi (Aziz *et al.*, 2011).

Metode

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, *magnetic stirrer hotplate*, neraca analitik, *furnace tube furnace 79400*, seperangkat alat refluks, *X-Ray Diffraction Phillips Expert*, FT-IR *Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S*, *Surface Area Analyzer (SAA) Quantacrome NovaWin*, dan kromatografi gas *Agilent 6890 Series*. Zirkonium tetraklorida ($ZrCl_4$), metanol, ammonia (NH_4OH), kalium hidroksida (KOH), asam sulfat (H_2SO_4) dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, minyak jelantah, zeolit alam Malang, aquades, aquademin, indikator pH, dan phenolpatelin (indicator PP).

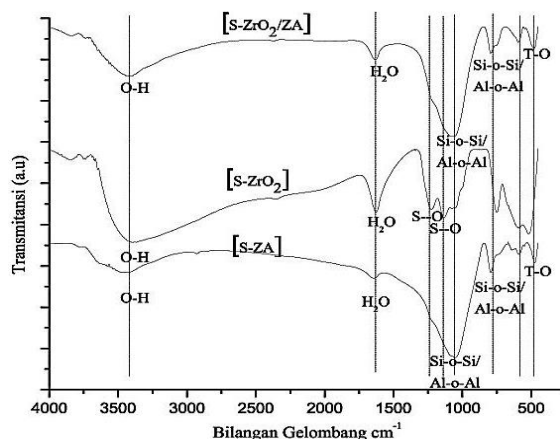
Pada penelitian ini dibuat 3 buah katalis yaitu zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi. Preparasi zirkonia tersulfatasi dilakukan dengan melarutkan zirkonium tetraklorida ($ZrCl_4$) sebanyak 5 g dilarutkan dalam aquademin 180 mL. Amonia cair (NH_4OH) ditambahkan perlahan-lahan dalam larutan $ZrCl_4$ sampai diperoleh pH antara 9-10. $Zr(OH)_4$ diperoleh dalam bentuk gel diaduk dengan stirrer selama 24 jam (Alibeik, 2013). Gel $Zr(OH)_4$ dicuci dengan aquademin untuk menghilangkan ion klorida. Gel yang bebas Cl dikeringkan dengan oven pada temperatur $110^\circ C$ selama 12 jam. Padatan yang diperoleh dari hasil pengovenan ditambahkan H_2SO_4 dengan konsentrasi 1 N dan diaduk dengan stirrer selama 1,5 jam. Padatan hasil sulfatasi dicuci dan dioven selama 30 menit. Padatan yang diperoleh dikalsinasi pada suhu $600^\circ C$ selama 4 jam dan dikarakterisasi (Saravanan, 2014). Katalis diberi label S- ZrO_2 (*Sulfated Zirconia*). Preparasi zeolit tersulfatasi dilakukan dengan menghaluskan zeolit Malang dan diayak menggunakan ayakan ukuran 100 *mesh*. Zeolit hasil pengayakan dimodifikasi menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) (Nuryoto *et al.*, 2016) dengan perbandingan 1 g zeolit alam Malang/15 mL larutan asam sulfat 1 N. Campuran zeolit dan asam sulfat diaduk dengan stirrer selama 1,5 jam. Zeolit hasil pengasaman dicuci dengan aquademin sampai didapatkan pH netral. Zeolit dikalsinasi pada $600^\circ C$ selama 4 jam dan dikarakterisasi. Katalis diberi label S-ZA (*Sulfated Zeolite*). Preparasi zeolit-zirkonia tersulfatasi dilakukan dengan proses pencampuran (*mixing*) dari kedua katalis yang telah dibuat sebelumnya yaitu katalis zirkonia tersulfatasi dengan zeolit tersulfat. Pencampuran kedua katalis dilakukan

dengan perbandingan berat 1:1. Katalis yang telah dicampur selanjutnya ditumbuk (dihaluskan) agar campuran benar-benar homogen. Katalis diberi label S-ZrO₂/ZA.

Proses esterifikasi minyak jelantah dilakukan dengan memasukkan minyak jelantah dan metanol dengan perbandingan mol 1: 6 ke dalam labu leher tiga. Proses esterifikasi akan dilakukan sebanyak tiga kali dengan katalis yang berbeda-beda yaitu: katalisator zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfat, dan katalisator zeolit-zirkonia tersulfatasi. Berat katalis yang akan ditambahkan pada campuran minyak dan methanol yaitu sebesar 2% berat katalis terhadap berat minyak jelantah. Reaksi esterifikasi dijalankan pada suhu 65 °C selama 120 menit (Sukmawati, 2016). Produk yang masih berupa campuran metil ester, methanol dan air dipisahkan dengan corong pisah.

Hasil dan Pembahasan

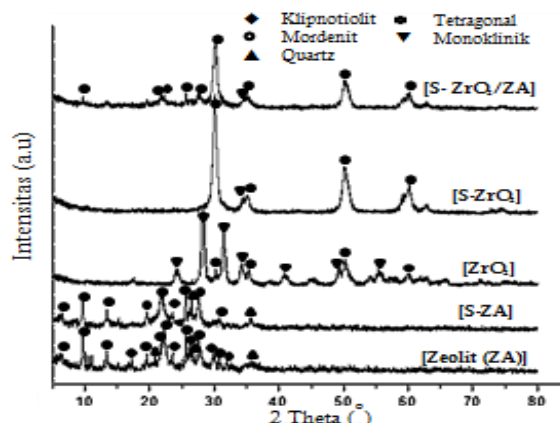
Spektrofotometri IR digunakan untuk menganalisis gugus fungsi suatu senyawa. Pada penelitian ini spektrofotometri IR digunakan untuk menentukan gugus yang terdapat pada masing-masing katalis terutama gugus sulfat. Hasil spektrum IR masing-masing katalis disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum IR zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi

Berdasarkan Gambar 1 diketahui masing-masing katalis memiliki serapan O-H pada bilangan gelombang 3750-300 cm⁻¹ dan 1660-1620 cm⁻¹. Ciri khas ikatan sulfat juga terlihat pada bilangan gelombang 1052 cm⁻¹ untuk zeolit tersulfatasi, 1226 cm⁻¹ dan 1135 cm⁻¹ untuk zirkonia tersulfatasi, serta 1059 cm⁻¹ untuk zeolit zirkonia tersulfatasi. Spektra khusus S-ZrO₂ yang berikatan kovalen seharusnya terdapat pada daerah 1400 cm⁻¹, tidak adanya pita S=O kovalen pada 1400 cm⁻¹ mengkonfirmasi sifat ionik parsial dan keadaan terhidrasi gugus sulfat pada permukaan zirkonia (Savaranan *et al.*, 2015). Ikatan sulfat pada zeolit tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi tidak terlalu terlihat hal ini dikarenakan pada bilangan gelombang 1250-900 cm⁻¹ juga terdapat serapan vibrasi asimetris Si-O-Si/Al-O-Al. Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan infra merah yang khas di sekitar bilangan gelombang 1250-900 cm⁻¹ karena pada daerah ini memuat vibrasi fundamental kerangka tertrahedral (SiO₄/AlO₄) yang merupakan satuan-satuan pembangun kerangka zeolit (Zahro *et al.*, 2014). Spektrofotometri IR hanya bisa menunjukkan gugus-gugus untuk senyawa organik sedangkan untuk senyawa anorganik hanya senyawa tertentu saja, sehingga keberadaan Zr tidak bisa terdeteksi dengan spektrofotometri IR (Prabakaran *et al.*, 2005). Hal ini yang menjadikan penampakan spektrum IR zeolit zirkonia tersulfatasi hampir mirip dengan zeolit tersulfatasi.

Pada penelitian ini struktur kristalinitas masing-masing katalis diuji dengan difraksi sinar-X dan hasil difaktogram masing-masing katalis disajikan pada Gambar 2. Dari Gambar 2 menunjukkan difaktogram zeolit alam dengan zeolit tersulfatasi memiliki puncak khas mineral mordenit yang mendominasi keduanya. Zeolit sebelum disulfatasi memiliki puncak-puncak 2θ mineral klipnotiolit cukup banyak dibandingkan zeolit tersulfatasi. Difaktogram zeolit, zeolit tersulfatasi, dan zeolit zirkonia tersulfatasi yang diperoleh dianalisis dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) yang disajikan pada Tabel 1.



Gambar 2. Hasil uji XRD zeolit (ZA); zeolit tersulfatasi (S-ZA); zirkonia (ZrO_2); zirkonia tersulfatasi (S- ZrO_2) dan zeolit zirkonia tersulfatasi (S- ZrO_2/ZA)

Tabel 1. Analisis difaktogram zeolit alam dan zeolit tersulfatasi berdasarkan JCPDS

Komponen	2θ		Intensitas [%]	2θ		Intensitas [%]
	JCPDS	Zeolit		S-Zeolit		
<i>Mordenit</i>	22,25	22,21	100,00	22,21	75,96	
JCPDS no 6-239	25,61	25,62	94,81	25,60	100,00	
	27,79	27,64	74,12	27,70	88,67	
<i>Klipnotiolit</i>	23,84	23,57	36,08	23,62	34,18	
JCPDS no 17-0143	31,93	31,98	25,64			
<i>Quartz</i>						
JCPDS no 5-0490	26,68	26,60	48,90	26,58	71	

Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui bahwa zeolit alam (ZA) memiliki komposisi mineral jenis *klinoptiolit*, *mordenit* dan *quartz* (kuwarsa). Zeolit sebelum disulfatasi memiliki puncak 2θ mineral *klinoptiolit* cukup banyak dibandingkan zeolit tersulfatasi. Zeolit setelah disulfatasi (zeolit tersulfatasi) puncak mineral jenis *klinoptiolit*, kuwarsa berkurang dan didominasi dengan jenis *mordenit*. Sulfatasi yang dilakukan pada zeolit menyebabkan perubahan struktur zeolit dari *klinoptiolit* menjadi *mordenit*. Hasil ini sesuai dengan penelitian Wahidatun *et al.*, 2015 yang menyatakan penambahan H_2SO_4 pada zeolit menyebabkan perubahan struktur zeolit dari *klinoptiolit* menjadi *mordenit* disebabkan proses dealuminasi. Proses dealuminasi akan mengakibatkan berkurangnya komposisi Al-O pada penyusun mineral zeolit alam. Berkurangnya komposisi kation Al maka rasio Si/Al pada zeolit berubah yang sebelumnya *klinoptiolit* dengan rumus molekul $[Na_{1,84}K_{1,76}Mg_{0,2}Ca_{1,24}(H_2O)_{21,36}][Si_{29,84}Al_{6,16}O_{72}]$ menjadi *mordenit* dengan rumus molekul $[Na_8(H_2O)_{24}][Si_{40}Al_8O_{96}]$ dimana rasio Si/Alnya meningkat.

Zirkonia memiliki struktur kristalografi yang berbeda, karakteristik ini dikenal sebagai polimorfisme. Struktur kristalografi ini yaitu monoklinik, tetragonal dan kubik. Difaktogram difraksi sinar-X dianalisis dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis XRD zirkonia (ZrO_2) dan zirkonia tersulfatasi (S- ZrO_2) dengan JCPDS

Komponen	2θ		Intensitas [%]	2θ		Intensitas [%]
	JCPDS	ZrO_2		S- ZrO_2		
Monoklinik	28,2	28,31	100,00			
JCPDS no 37-1484	31,4	31,55	65,62			
	30,2			30,11	100,00	
Tetragonal	50,6	50,20	25,78	50,19	36,50	
JCPDS no 80-0965	60,2	59,97	9,44	60,26	17,42	

Berdasarkan Tabel 2 dapat diketahui bahwa zirkonia cenderung memiliki fase monoklinik sedangkan zirkonia tersulfatasi memiliki fase tetragonal. Adanya perubahan fase dari monoklinik menjadi tetragonal ini menjadikan intensitas puncak 2θ pada difaktogram juga mengalami perubahan. Misalnya pada zirkonia intensitas puncak-puncak tertinggi terdapat pada fase monoklinik yaitu 2θ: 28,31° dan 31,55° sedangkan setelah sulfatasi intensitas puncak-puncak tertinggi terdapat pada fase tetragonal yaitu 2θ: 30,11° dan 50,19°. Hasil ini sesuai dengan penelitian Li *et al.*, 2013 yang menyatakan sulfatasi yang dilakukan

pada zirkonia memberikan pengaruh yang cukup kuat pada modifikasi fase zirkonia dari monoklinik menjadi fase tetragonal metastabil. Sulfat disini berfungsi sebagai pengarah/pendorong terbentuknya fase tetragonal pada zirkonia. Kalsinasi yang dilakukan zirkonia tanpa adanya sulfatasi biasanya mengarah pada pembentukan fase kristal monoklinik dengan ukuran kristal yang besar Hal ini dapat dilihat pada bahwa ion sulfat yang terdapat pada zirkonia menghambat pembentukan kristal zirkonia yang lebih besar dan distabilkan dalam fase tetragonal (Reddy *et al.*, 2005).

Zeolit zirkonia tersulfatasi merupakan katalis yang dibuat dengan campuran padat-padat (zirkonia tersulfatasi dengan zeolit tersulfatasi). Katalis ini diuji kristalinitasnya dengan sinar-X. Hasil uji kristalinitas zeolit zirkonia tersulfatasi analisis dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis XRD zeolit zirkonia tersulfatasi (S-ZrO₂/ZA) dengan JCPDS

Komponen	2θ		Intensitas [%]
	JCPDS	S-ZrO ₂ /ZA	
Mordenit	25,61	25,59	15,67
JCPDS no 6-239	27,79	17,58	9,13
Tetragonal	30,2	30,20	100,00
JCPDS no 80-0965	50,6	50,17	36,02
	60,2	59,19	16,37

Berdasarkan Tabel 3 dapat diketahui bahwa katalis ini memiliki kristalinitas yang sama dengan zeolit maupun zirkonia. Pada difaktogram zeolit zirkonia tersulfatasi puncak-puncak 2θ: 6,36°-27,58° menunjukkan spesifikasi khas mineral zeolit *mordenit*, sedangkan puncak-puncak 2θ: 30,20°-60,23° menunjukkan spesifikasi khas zirkonia fase tetragonal. Zeolit zirkonia tersulfatasi dibuat dengan pencampuran dua buah katalis zirkonia tersulfatasi dan zeolit tersulfatasi. Pencampuran katalis ini yang menjadikan zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki puncak khas mineral mordenit dan zirkonia fase tetragonal. Luas permukaan suatu katalis dapat ditentukan dengan metode BET. Hasil analisis luas permukaan masing-masing katalis disajikan pada Tabel 4.

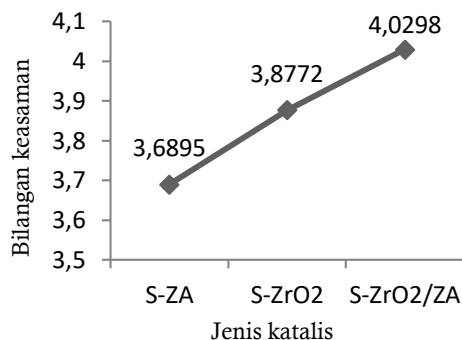
Tabel 4. Hasil analisis luas permukaan

No	Jenis katalis	Luas permukaan (m ² /g)
1.	Zirkonia tersulfatasi (S-ZrO ₂)	28,197
2.	Zeolit tersulfatasi (S-ZA)	90,876
3.	Zeolit zirkonia tersulfatasi (S-ZrO ₂ /ZA)	64,429

Berdasarkan Tabel 4. dapat diketahui bahwa zeolit tersulfatasi memiliki luas permukaan lebih besar dibandingkan katalis lainnya yaitu 90,876 m²/g. Katalis lainnya seperti zirkonia tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi hanya memiliki luas permukaan 28,197 m²/g dan 64,429 m²/g. Zeolit yang digunakan pada penelitian ini merupakan zeolit alam Malang jenis mordenit yang memiliki luas pori cukup besar. Menurut Rianto *et al.*, (2012) zeolit alam jenis mordenit yang biasanya digunakan sebagai bahan pengemban logam mempunyai ukuran pori ±7Å. Pori yang cukup besar pada zeolit ini mengakibatkan zeolit tersulfatasi mempunyai luas permukaan yang lebih besar dibandingkan katalis lainnya. Zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki luas permukaan terbesar kedua setelah zeolit tersulfatasi. Luas permukaan ini dipengaruhi oleh adanya penambahan zeolit pada katalis. Penambahan zeolit pada pembuatan katalis ini menjadikan katalis memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan zirkonia tersulfatasi. Hal ini sesuai dengan penelitian Sutijan *et al.*, 2013 yang menyatakan zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki luas permukaan spesifik lebih tinggi dibandingkan dengan zirkonia tersulfatasi. Zeolit yang terdapat pada zeolit zirkonia tersulfatasi berfungsi sebagai pengemban sehingga meningkatkan luas permukaan dari zeolit zirkonia tersulfatasi.

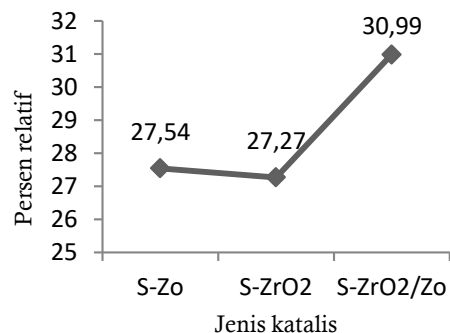
Keasaman total merupakan jumlah situs asam *Lewis* dan situs asam *Bronsted* pada katalis (Erlina *et al.*, 2013). Hasil analisis keasaman katalis dalam penelitian ini disajikan pada Gambar 3. Gambar ini menunjukkan keasaman katalis zeolit zirkonia tersulfatasi lebih tinggi daripada katalis lainnya. Katalis ini merupakan katalis padat yang bersifat super asam, dan memiliki luas permukaan spesifik lebih tinggi dibandingkan dengan zirkonia tersulfatasi (Sutijan *et al.*, 2013). Hal ini dipengaruhi oleh adanya zirkonia tersulfatasi sebagai pendonor situs asam dan adanya penambahan zeolit yang menjadikan luas permukaan katalis lebih besar. Sedangkan zeolit tersulfatasi tidak memiliki situs asam yang kuat bila dibandingkan dengan zirkonia tersulfatasi, hal ini menjadikan keasaman zeolit tersulfatasi lebih rendah daripada katalis lainnya. Keasaman katalis pada penelitian ini didasarkan pada adsorpsi gas

ammonia (NH₃) dengan metode gravimetri. Ammonia merupakan basa yang lebih kuat daripada piridin, sehingga dalam berinteraksi dengan situs asam pada katalis, ammonia teradsorb lebih kuat. Ammonia dengan ukuran molekul yang lebih kecil dapat masuk pada pori katalis dan teradsorb pada situs asam dari katalis (Majid *et al.*, 2012).



Gambar 3. Hubungan jenis katalis dengan bilangan keasaman

Esterifikasi minyak goreng bekas dilakukan dengan variasi katalis yaitu zirkonia tersulfatasi, zeolit tersulfatasi dan zeolit zirkonia tersulfatasi. Hasil esterifikasi yang diperoleh diuji dengan GC (*Gas Chrommatography*) untuk mengetahui persen relatifnya. Persen relatif hasil esterifikasi masing-masing katalis disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan jenis katalis dengan persen relatif

Gambar 4. menunjukkan zeolit tersulfatasi memiliki persen relative hasil esterifikasi sebesar 27,54%, zirkonia tersulfatasi sebesar 27,27% dan zeolit zirkonia tersulfatasi sebesar 30,99%. Pada penelitian ini zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki persen relatif hasil esterifikasi lebih tinggi dibandingkan dengan zirkonia tersulfatasi maupun zeolit zirkonia tersulfatasi. Hal ini sesuai dengan keasaman katalis yaitu zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki keasaman lebih tinggi dibandingkan dengan katalis lainnya. Hal ini sesuai dengan penelitian Sutijan *et al.* 2013 bahwa zeolit zirkonia tersulfatasi mempunyai keasaman lebih tinggi daripada zirkonia tersulfatasi sehingga memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi pada reaksi esterifikasi.

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat diambil kesimpulan bahwa hasil preparasi menunjukkan katalis zeolit tersulfatasi memiliki luas permukaan paling besar yaitu 90,87 m²/g, dibandingkan katalis zeolit zirkonia tersulfatasi 64,429 m²/g dan zirkonia tersulfatasi 28,197 m²/g. Uji keasaman katalis diperoleh zeolit zirkonia tersulfatasi memiliki keasaman sebesar 4,0298; zirkonia tersulfatasi 3,8772; dan zeolit tersulfatasi 3,6895. Hasil esterifikasi menunjukkan bahwa zeolit zirkonia tersulfatasi lebih efektif digunakan sebagai katalis dalam proses esterifikasi. Hal ini dilihat dari hasil persen relatif esterifikasi: zirkonia tersulfatasi sebesar 27,27% ; zeolit tersulfatasi sebesar 27,54% dan zeolit zirkonia tersulfatasi sebesar 30,99%.

Daftar Pustaka

- Alibeik, M.A., & Mohammad, H. 2013. Nanosized Sulfated Zirconia As Solid Acid Catalyst For The Synthesis Of 2-Substituted Benzimidazoles. *Chemical Papers*, 67(5): 490-496
- Aziz, I., Nurbayti, S. & Ulum, B. 2011. Pembuatan Produk Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Valensi*, 2(3): 443-448

- Erlina, N.O., S. Amalia, & Susi, N.K. 2013. Preparasi, Modifikasi Dan Karakterisasi Katalis Bifungsional Sn-H-Zeolit Alam Malang. *Alchemy*, 2 (3): 154-161
- Lestari, D.Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*
- Majid, A.B., Wega, T., Yoga, P., Erna, F., Syafitri, H. & Again, N. 2012. Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalitik Zeolit Alam Indonesia pada Hidrorengkah Ban Bekas dengan Preparasi Sederhana. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Unesa* ISBN : 978-979-028-550-7
- Nuryoto, Hary, S., Wahyudi, B.S., & Indra, P. 2016. Modifikasi Zeolit Alam Mordenit sebagai Katalisator Ketalisasi dan Esterifikasi. *Reaktor*, 16(2): 72-80
- Prabakaran, K., S. Kannan, & S. Rajeswari. 2005. Development and Characterisation of Zirconia and Hydroxyapatite Composites for Orthopaedic Applications. *Trends Biomaterial and Artificial Organs*, 18(2): 114-116
- Reddy, M. Benjaram, Pavani, M. Sreekanth, P. Lakshmanan. 2005. Sulfated Zirconia as an Efficient Catalyst for Organic Synthesis and Transformation Reactions. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 237: 93-100
- Rustamaji, H., Hary, S., & Arief, B. 2011. Preparation and Characterization of Sulfated Zirconia for Biodiesel Production. *Jurnal Reaktor*, 13(4): 225-230
- Saravanan, K., Beena, T. & H.C. Bajaj. 2014. Catalytic Activity of Sulfated Zirconia Solid Acid Catalyst for Esterification of Myristic Acid with Methanol. *Indian Journal chemistry*, 53A: 799-805