

Inovasi Pembangunan

Jurnal Kelitbangan

■ Volume 05 Nomor 02, Agustus 2017



BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN DAERAH
PROVINSI LAMPUNG

INOVASI PEMBANGUNAN	VOLUME 05	NOMOR 02	HALAMAN 91 - 183	BANDARLAMPUNG 2017	ISSN 2354-5704
------------------------	--------------	-------------	---------------------	-----------------------	-------------------

Inovasi Pembangunan

Jurnal Kelitbangan

- Volume 05 Nomor 02, Agustus 2017

Pengarah:

- Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Daerah Provinsi Lampung
- Sekretaris Badan Penelitian dan Pengembangan Daerah Provinsi Lampung
- Kepala Bidang Ilmu Pengetahuan dan Teknologi
- Kepala Bidang Pemerintahan dan Sosial Budaya
- Kepala Bidang Ekonomi dan Pembangunan
- Kepala Bidang Penguatan Inovasi Daerah

Redaksi Pelaksana :

- Achmad Zoelkarnaen R
- Tabrani
- Reza Laksana S
- Haryo Wicaksono
- Halijatus Sakdiyah

Mitra Bestari :

- Ir. SAIFUL HIKAM, M.Sc., Ph.D. (Budidaya Pertanian)
- Dr. SITI AMINAH, M.TP. (Ilmu Pemerintahan)
- Dr. V. SAPTARINI, S.H., M.M. (Forum CSR Lampung)
- RONNY HASUDUNGAN PURBA, Ph.D. (Teknik Sipil)

Penerbit :

Bidang Iptek Balitbangda Provinsi Lampung
Jl. Kantor Pos No. 2 Kel Gunung Mas Telukbetung Bandar Lampung
Telepon/Faksimili (0721) 5605759
Email : balitbangdaprovinsilampung@gmail.com
Website : www.balitbangda.lampungprov.go.id

Inovasi Pembangunan

Jurnal Kelitbangan

- Volume 05 Nomor 02, Agustus 2017



**BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN DAERAH
PROVINSI LAMPUNG**

INOVASI PEMBANGUNAN	VOLUME 05	NOMOR 02	HALAMAN 91-183	BANDARLAMPUNG 2017	ISSN 2354-5704
--------------------------------	----------------------	---------------------	---------------------------	-------------------------------	---------------------------

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat-Nya sehingga Jurnal Inovasi Pembangunan edisi Agustus 2017 ini dapat terbit tepat waktu.

Terbitan ketigabelas ini merupakan bukti besarnya perhatian Pemerintah Daerah Provinsi Lampung terhadap perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi di Provinsi Lampung. Diharapkan keberadaan jurnal ini bisa menjadi wadah berbagai tulisan terkait inovasi yang bermanfaat bagi pembangunan di Provinsi Lampung.

Konsistensi keberadaan jurnal ini tak lepas dari kerja keras Tim Mitra Bestari yang selalu memberikan masukan perbaikan agar sebuah artikel layak diterbitkan, peran redaksi pelaksana dan para penulis yang menjadikan keberadaan jurnal ini sebagai media untuk mendiseminasikan hasil-hasil penelitian yang bermanfaat bagi kita semua.

Akhirnya, kami selalu mengharapkan adanya kritik dan saran dari berbagai pihak untuk perbaikan dan penyempurnaan jurnal ini.

Randar Lampung, Agustus 2017

Dewan Redaksi

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
EDITORIAL	iii

FRAKSI KLOOROFORM EKSTRAK BUAH MENTIMUN (<i>Cucumis sativus</i> L.) SEBAGAI ANTI BAKTERI TERHADAP <i>Staphylococcus epidermidis</i> Pratika Viogenta, Samsuar, Ahmad Ferry Yeriza Utama	91
---	----

EVALUASI "SEKOLAH GRATIS" SMA/SMK DI KOTA BANDAR LAMPUNG RIDWAN SAIFUDDIN	98
---	----

PENENTUAN KONSENTRASI AKTIVATOR ASAM SULFAT TERBAIK PADA PRETREATMENT ZEOLIT ALAM LAMPUNG (ZAL) SEBAGAI KATALISATOR UNTUK REAKSI ESTERIFIKASI GLISEROL DAN ASAM ASEAT MENJADI TRIASETIN Achmad Ariyadi dan Simparmin Br. Ginting	112
--	-----

REFLEKSI KETERAMPILAN MANAJERIAL, KOMUNIKASI INTERPERSONAL DAN BUDAYA MUTU BERFOKUS PADA ORGANIZATIONAL CITIZENSHIP BEHAVIOR (PERILAKU ANGGOTA ORGANISASI) Ganjar Winata,	121
---	-----

PRODUKSI BAHAN BAKAR MINYAK (BIO OIL) DARI SAMPAH KOTA BANDARLAMPUNG DENGAN METODE PIROLISIS SEBAGAI SOLUSI TERBAIK DALAM MANAJEMEN PENGELOLAAN SAMPAH DAN DIVERSIFIKASI ENERGI Indra Mamad Gandidi, Ali Mustofa, Andicha Aulia Putra dan Reno Raines	137
---	-----

BATAS TOLERANSI LAJU ALIR DARI MIKROALGA (<i>Nannochloropsis oculata</i> dan <i>Botryococcus braunii</i>) DENGAN KONSENTRASI CO₂ KONSTAN DALAM FOTOBIOREAKTOR Agus Rivaldy Kurnia, Elida Purba, dan Sakha Abdussalam	146
---	-----

Q-TEST (QURAN TEST): SEBUAH SISTEM TES KOMPETENSI MEMBACA AL- QURAN Bairus Salim	156
--	-----

APLIKASI EDIBLE FILM DARI RUMPUT LAUT <i>Eucheumma cottonii</i> – Pati Sorgum DENGAN PLASTICIZER GLISEROL DAN FILLER CaCO₃ SEBAGAI BAHAN PEMBUAT CANGKANG KAPSUL Fakih Aulia Rakhman dan Yuli Darni	172
--	-----

EDITORIAL

Jurnal Inovasi Pembangunan terbit mulai dari volume 01 tahun 2013 ketika itu masih di bawah Bappeda Provinsi Lampung pada Bidang Penelitian dan Pembangunan terdaftar dengan nama Jurnal Inovasi Pembangunan, kemudian sejak diberlakukannya Peraturan Daerah Provinsi Lampung Nomor 3 Tahun 2014 Badan Penelitian dan Pengembangan Inovasi Daerah Provinsi Lampung terbentuk yaitu pada tanggal 8 Agustus 2014, Bidang Publikasi dan Informasi salah satu tugas pokoknya adalah mengelola jurnal dan judul jurnal berubah dari **Jurnal Inovasi Pembangunan** menjadi **Jurnal Inovasi dan Pembangunan**. Selanjutnya berdasarkan Peraturan Daerah Nomor 8 tahun 2016 Badan Penelitian dan Pembangunan Inovasi Daerah (Balitbangnovda) Provinsi Lampung kembali berubah menjadi Badan Penelitian dan Pembangunan Daerah (Balitbangda) Provinsi Lampung, Bidang Ilmu Pengetahuan dan Teknologi membawahi Sub Bidang Data Diseminasi dan Publikasi Kelitbangan sebagai pengelola jurnal dan nama jurnal kembali diubah menjadi **Jurnal Inovasi Pembangunan**.

Jurnal Inovasi dan Pembangunan Volume 05 Nomor 02 ini berisi delapan karya ilmiah hasil pengkajian dengan tema yang berbeda-beda. Dimulai dari karya inovasi teknologi ekstrak buah mentimun sebagai anti bakteri, pemanfaatan zeolit alam Lampung sebagai katalisator untuk reaksi esterifikasi gliserol dan asam asetat menjadi triacetin, refleksi keterampilan manajerial, komunikasi interpersonal dan budaya mutu berfokus pada perilaku anggota organisasi, produksi bahan bakar minyak dari sampah kota dengan metode pirolisis, kemampuan mikroalga didalam penyerapan CO₂, sistem tes kompetensi membaca al-Quran, dan aplikasi edible film dari rumput laut dan pati sorgum sebagai bahan pembuat cangkang kapsul.

Pratika Viogenta, Samsuar, Ahmad Ferry, dan Yeriza Utama yang menguji "Fraksi Kloroform Ekstrak Buah Mentimun (*Cucumis sativus* L.) sebagai Antibakteri terhadap *Staphylococcus epidermidis*" menyimpulkan bahwa uji daya antibakteri fraksi kloroform ekstrak buah mentimun terhadap bakteri *Staphylococcus epidermidis* menunjukkan zona hambat pada konsentrasi 5, 10, 15, 20, dan 25 % dengan diameter masing-masing 5.86, 6.5, 7.05, 7.43, dan 9.92 mm. Konsentrasi hambat minimum fraksi kloroform ekstrak buah mentimun terhadap *S. epidermidis* terdapat pada konsentrasi 3 %.

Ridwan Saifuddin yang melakukan “Evaluasi “Sekolah Gratis” SMA/SMK di Kota Bandar Lampung” menyimpulkan adanya dampak positif dan negatif terhadap satuan pendidikan di Kota Bandar Lampung. Dampak positif, khususnya dalam mensukseskan program wajib belajar, angka partisipasi sekolah, pemberantasan buta aksara, serta memberikan tantangan kepada (kepala) sekolah dan para guru dalam menghadapi peserta didik yang memiliki kemampuan akademik dan non akademik beragam. Dampak negatifnya disebabkan oleh belum siapnya sekolah, baik menyangkut ketersediaan sarana-prasarana pendidikan, SDM guru dan tenaga kependidikan, serta kapasitas keuangan sekolah, untuk melaksanakan proses pembelajaran yang mengakomodasi tingkat keragaman siswa yang tinggi, khususnya dalam hal kemampuan akademik.

Achmad Ariyadi dan Simparmin Br. Ginting yang melakukan “Penentuan Konsentrasi Aktivator Asam Sulfat terbaik pada pretreatment zeolit alam lampung (ZAL) sebagai Katalisator untuk reaksi esterifikasi gliserol dan asam asetat menjadi triacetin” menyimpulkan bahwa konversi tertinggi dan terbaik didapatkan pada katalis pretreated zeolit 0,2 N asam sulfat dengan konversi sebesar 11,75 %, semakin meningkat konsentrasi aktivator asam sulfat, semakin meningkat juga rasio SiO₂/Al₂O₃ zeolit, dan perlakuan aktivasi pada zeolit tidak menimbulkan perubahan struktur yang signifikan

Ganjar Winata melakukan studi terhadap “Refleksi Keterampilan Manajerial, Komunikasi Interpersonal dan Budaya Mutu Berfokus pada Perilaku Anggota Organisasi (*Organizational Citizenship Behavior*)” dan menyimpulkan bahwa keterampilan manajerial, komunikasi interpersonal dan budaya mutu mempunyai pengaruh positif langsung terhadap perilaku 65,1 % anggota organisasi, dan keterampilan manajerial mempunyai pengaruh positif langsung terhadap 49,28 % budaya mutu. Dengan demikian, peningkatan perilaku anggota organisasi dilaksanakan dengan memperbaiki keterampilan manajerial, komunikasi interpersonal, dan budaya mutu.

Indra Mamad Gandidi, Ali Mustofa, Andicha Aulia Putra, dan Reni Raines melakukan studi tentang “Produksi Bahan Bakar Minyak (*Bio Oil*) dari Sampah Kota Bandar Lampung dengan Metode Pirolisis sebagai Solusi Terbaik dalam Manajemen Pengelolaan Sampah dan Diversifikasi Energi” dan menyimpulkan bahwa dari total sampah kering 344 ton/hari, kota Bandar Lampung dapat menghasilkan bahan bakar cair sekitar 68.8 ton/hari atau setara dengan 86.000 l/hari. Dengan harga jual bahan bakar cair hasil pirolisis Rp3000/l,

maka *return* yang bisa diperoleh sekitar Rp258000000/hari. Bila mesin pirolisis ini dioperasikan pada tingkat kelurahan, BEP tercapai dalam waktu 8.5 bulan.

Agus Rivaldy Kurnia, Elida Purba, dan Sakha Abdussalam menguji "Batas Tolcransi Laju Alir dari Mikroalga *Nannochloropsis oculata* dan *Botryococcus braunii* dengan Konsentrasi CO₂ Konstan dalam Fotobioreaktor" dan menyimpulkan bahwa laju alir optimum untuk *Nannochloropsis oculata* adalah pada laju alir 2 l/menit menghasilkan persentase penyerapan CO₂ sebesar 71,54 % tetapi belum diperoleh titik toleransi laju alir maksimum. Sedangkan laju alir optimum untuk *Botryococcus braunii* adalah 1 l/menit menghasilkan persentase penyerapan CO₂ sebesar 70,16 %. Titik toleransi maksimum laju alir umpan untuk *Botryococcus braunii* adalah 1 l/menit pada konsentrasi CO₂ 33 %.

Bairus Salim melakukan "Q-Test (Quran Test): Sebuah Sistem Tes Kompetensi Membaca Al-Quran" dengan komponen-komponen spesifikasi materi tes yang terdiri dari makhray dan sifat huruf, tajwid, gharib, dan fasahah, bentuk tes yang mencakup tes tulis dan praktek, penguji, dan perlengkapan tes yang dilakukan di SMA Negeri 1 Metro kelas XI IPA 5. Dari 23 peserta didik muslim yang melaksanakan tes kompetensi membaca Al-Quran didapatkan hasil sebanyak 7 peserta didik (30 %) mendapatkan nilai Baik, 11 peserta didik (48 %) mendapat nilai Cukup, dan 5 peserta didik (22 %) mendapat nilai Kurang.

Fakih Aulia Rakhman dan Yuli Darni yang membuat "Aplikasi Edible Film dari Rumput Laut *Eucheumma cottoni*-Pati Sorgum dengan *Plasticizer* Gliserol dan *Filler* CaCO₃ sebagai Bahan Pembuat Cangkang Kapsul" mendapatkan bahwa komposisi terbaik pati dan rumput laut 60:40 dengan CaCO₃ 0,4 % yang dibuktikan dengan kuat tarik 11,12 Mpa, perpanjangan 3,14 %, dan modulus Young 353,11 Mpa dengan kadar air 11,39 % dan kadar abu 5,66 %.

**PENENTUAN KONSENTRASI AKTIVATOR ASAM SULFAT TERBAIK PADA
PRETREATMENT ZEOLIT ALAM LAMPUNG (ZAL) SEBAGAI KATALISATOR
UNTUK REAKSI ESTERIFIKASI GLISEROL DAN ASAM ASETAT MENJADI
TRIACETIN**

***THE DETERMINATION OF THE BEST SULPHURIC ACID CONCENTRATION AT
PRETREATMENT STAGE ON LAMPUNG NATURAL ZEOLIT (ZAL) AS THE CATALYST
FOR GLICEROL AND ACETIC ACID ESTERIFICATION REACTION TO FORM
TRIACETIN***

Achmad Ariyadi dan Simparmin Br. Ginting

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Ir. Sumantri Brojonegoro No.1, Gedung Meneng, Bandar Lampung, Lampung 35141

E-mail: Ariyadi3@gmail.com. Telp. 081278722344

Abstrak

Telah dilakukan penelitian untuk memperoleh konsentrasi aktivator asam sulfat terbaik pada tahapan pretreatment Zeolit Alam Lampung sebagai katalisator pada reaksi esterifikasi gliserol dan asam asetat membentuk triacetin. Proses pretreatment yang dilakukan adalah aktivasi secara kimia dimana zeolit direndam dalam asam sulfat dengan konsentrasi 0,2 ; 0,3 dan 0,4 N. Zeolit hasil aktivasi dianalisis rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan analisis XRF. Kemudian ketiga pretreated zeolit dengan variasi konsentrasi aktivator tersebut diuji kinerjanya sebagai katalis pada reaksi pembentukan triacetin dari gliserol dan asam asetat dengan waktu reaksi 90 menit dan dilakukan pengambilan sampel setiap 15 menit lalu dibandingkan dengan reaksi menggunakan katalis zeolit tanpa aktivasi serta reaksi tanpa katalis. Konversi tertinggi dan terbaik didapatkan pada katalis pretreated zeolit 0,2 N asam sulfat dengan konversi sebesar 11,75 %. Analisis XRF memberikan hasil bahwa semakin meningkat konsentrasi aktivator asam sulfat, semakin meningkat juga rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ zeolit. Analisis FTIR menunjukkan perlakuan aktivasi pada zeolit tidak menimbulkan perubahan struktur yang signifikan.

Kata Kunci: pretreatment, triacetin, Zeolit Alam Lampung (ZAL)

Abstract

The research has been done to obtain the best concentration of sulfuric acid activator on Lampung Natural Zeolite at the pretreatment stage as catalyst for esterification reaction of glycerol and acetic acid to form triacetin. The process of pretreatment was chemical activation where the zeolite was immersed in sulfuric acid in a concentration of 0.2; 0.3 and 0.4 N. The zeolite activation results were analyzed for the $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio with XRF analysis. Then the three pretreated zeolites with variations of the activator concentration were tested for performance as catalysts for the reaction of triacetin formation from glycerol and acetic acid with the reaction time of 90 minutes and the sampling for every 15 minutes. The samples were then compared with the reactions using zeolite catalyst without activation and the reactions without catalyst. The highest and best conversion was obtained on pretreated zeolite catalyst 0.2 N sulfuric acid with conversion of 11.75 %. The XRF analysis resulted that higher the concentration of sulfuric acid activator, higher the ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ zeolite. The FTIR analysis showed that the activation treatment on zeolite did not cause significant changes in its structures.

Keywords: pretreatment, triacetin, Lampung Natural Zeolit (ZAL)

ada tahapan
l dan asam
cara kimia
Zeolit hasil
ated zeolit
ada reaksi
n dilakukan
atalis zeolit
ada katalis
memberikan
juga rasio
enimbulkan

n Lampung
lycerol and
e the zeolite
ation results
eolites with
he reaction
tes and the
sing zeolite
ersion was
. The XRF
he ratio of
d not cause

2. Pendahuluan

Triacetin merupakan suatu senyawa yang memiliki banyak kegunaan baik dalam proses pembuatan bahan makanan maupun non makanan. Pada pembuatan makanan, *triacetin* banyak digunakan sebagai bahan aroma, sedangkan pada bahan bukan makanan, *triacetin* digunakan sebagai pelarut pada parfum, *plastisizer* untuk resin selulosa serta sebagai bahan tambahan untuk mengurangi *knocking* pada mesin mobil (Nuryoto dkk., 2010).

Triacetin dapat diperoleh dari reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam asetat. Gliserol sendiri merupakan produk samping dari reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodiesel yang jumlahnya dapat mencapai 10% dari produk utama (Ozorio dkk., 2012). Peningkatan akan kebutuhan bahan bakar alternatif akan meningkatkan produksi biodiesel yang menyebabkan produk samping gliserol juga akan meningkat, sehingga perlu dilakukan usaha pengolahan gliserol menjadi produk lain yang lebih bernilai, seperti *triacetin*.

Reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam asetat merupakan reaksi yang lambat, maka untuk mempercepat laju reaksi dapat dibantu oleh katalis baik katalis homogen maupun katalis heterogen. Penggunaan katalis homogen seperti asam sulfat memang dapat menghasilkan konversi yang tinggi, namun penggunaan asam sebagai katalis memiliki beberapa kelemahan antara lain sulit untuk dipisahkan, menambah beban pada unit pengolahan limbah, serta dapat menyebabkan korosi pada peralatan. Katalis heterogen lebih banyak dipilih karena mudah untuk dipisahkan dan dapat digunakan berulang kali.

Zeolit sebagai salah satu katalis heterogen merupakan suatu senyawa

alumina-silikat yang dapat mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi karena zeolit mampu menaikkan perbedaan lintasan molekuler dari reaksi yang terjadi (Saputra, 2006). Zeolit yang sering dipakai untuk mempercepat reaksi adalah zeolit sintesis karena dapat memberikan konversi yang tinggi. Nuryoto dkk.,(2010) mempelajari performa katalisator resin penukar ion pada reaksi pembuatan *triacetin*, konversi terbaik didapatkan sebesar 42,3 % pada suhu 100 °C. Sari dkk.,(2015) menggunakan zeolit alam Yogyakarta pada reaksi pembuatan *triacetin*, konversi terbaik yang didapatkan sebesar 90,02 % pada jumlah katalis 3 % dari asam asetat dan perbandingan mol asam asetat dengan gliserol adalah 7:1. Penggunaan katalis sintesis pada reaksi pembuatan *triacetin* dari gliserol dan asam asetat memiliki kekurangan yaitu biaya sintesis katalis yang cukup mahal.

Pada tahun 2012 data Direktorat Pengembangan Potensi Daerah (BKPM) menyatakan bahwa Lampung memiliki sumber zeolit alam 31.173.505 Ton, Cukup melimpah, hanya saja kemurniaannya dan rasio SiO_2/Al_2O_3 masih rendah sehingga diperlukan *pretreatment* khusus pada Zeolit Alam Lampung (ZAL) sebelum bisa dijadikan sebagai katalis yaitu aktivasi. Aktivasi yang biasa digunakan adalah aktivasi secara fisik seperti dengan pemanasan, secara kimia menggunakan larutan asam atau basa, dan gabungan antara aktivasi fisik-kimia. Pada aktivasi secara kimia memerlukan asam asam mineral seperti asam sulfat dengan konsentrasi tertentu ataupun menggunakan basa natrium hidroksida. Proses ini bertujuan membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Proses *pretreatment*

dengan asam mineral akan melarutkan logam-logam alkali yang menutupi rongga pori sehingga zeolit semakin berpori, selain itu permukaan zeolit menjadi lebih aktif karena pengaktifan oleh ion H^+ dalam ruang interlaminer (Buchori dan Budiyono, 2003).

Aktivasi dengan perlakuan asam akan menyebabkan terjadinya dealuminasi dan dealkalinisasi. Murtiyati dan Ginting (2008) melakukan *pretreatment* pada ZAL yang dapat meningkatkan rasio SiO_2/Al_2O_3 dari 8,83 mol/mol menjadi 65,5 mol/mol dengan penggunaan asam sulfat sebagai aktivator. Peningkatan rasio mol SiO_2/Al_2O_3 dan luas permukaan spesifik pori dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi (Widihari, 2008) dan meningkatkan kemampuan kapasitas tukar kation. Peningkatan rasio SiO_2/Al_2O_3 juga akan berpengaruh pada peningkatan situs asam sebagai tempat terjadinya reaksi pada permukaan zeolit sehingga performa zeolit sebagai katalis menjadi semakin baik.

Penelitian tentang pembuatan *triacetin* menggunakan katalis heterogen sejauh ini masih didominasi katalis sintesis yang dari segi harga masih tergolong mahal sedangkan keberadaan ZAL yang melimpah belum dimanfaatkan secara maksimal, maka dari itu dalam penelitian ini difokuskan pada pembuatan *triacetin* dari gliserol dan asam asetat menggunakan katalis ZAL dengan variasi konsentrasi aktivator asam sulfat.

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Zeolit alam Lampung (ZAL) diperoleh dari CV. Minatama dengan ukuran 50-100 *mesh*. Asam Sulfat (H_2SO_4) 98% *p.a merck*, Gliserol dan Asam asetat (CH_3COOH) teknis merk Brataco.

2.2. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan (50 dan 100 *mesh*), labu leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor, hot plate yang dilengkapi dengan peneduk magnetik, termometer, pengambil sampel dan penampung sampel.

2.3. Jalannya Penelitian

2.3.1. Aktivasi ZAL

Metode aktivasi yang digunakan mengikuti metode aktivasi dari Murtiyati dan Ginting, 2008.

ZAL diayak menggunakan saringan sehingga didapatkan ZAL dengan ukuran antara 50 sampai 100 *mesh*. Campurkan 100 gram ZAL yang telah diayak dengan 700 ml asam sulfat 0,2 N, aduk selama 45 menit setelah itu pisahkan padatan dan filtrat dengan kertas saring. Cuci padatan dengan aquades hingga pH konstan kemudian dikalsinasi dengan suhu 225 °C selama 120 menit. Dinginkan dalam desikator.

Langkah yang sama dilakukan untuk konsentrasi asam sulfat 0,3 dan 0,4 N.

2.3.2. Reaksi Esterifikasi

Panaskan 1 gmol gliserol dalam gelas *beaker* hingga mendekati suhu reaksi. Panaskan 7 gmol asam asetat dalam labu leher tiga hingga mendekati suhu reaksi. Masukkan gliserol ke dalam labu leher tiga yang telah berisi asam asetat, panaskan hingga suhu 100 °C disertai pengadukan 1000 rpm. Ambil sampel untuk analisis kadar asam awal. Masukkan katalisator *Pretreated ZAL*.

sebanyak 3% w/w asam asetat. Reaksikan selama 90 menit dengan pengambilan sampel tiap 15 menit untuk dianalisis kadar asam bebas.

Langkah yang sama dilakukan untuk reaksi tanpa katalis, dengan ZAL tanpa aktivasi, serta ZAL dengan aktivator 0,3 dan 0,4 N asam sulfat.

2.4. Analisis Hasil

Analisis yang dilakukan adalah analisis untuk ZAL, yaitu FT-IR dan XRF, sedangkan untuk reaksi esterifikasi digunakan

analisis konversi menggunakan metode titrasi asam basa.

Analisis FT-IR untuk mengetahui struktur zeolit yang telah *dipretreatment* dengan asam melalui interpretasi gugus-gugus fungsional khusus zeolit. Analisis XRF digunakan untuk mengetahui rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada ZAL sebelum dan setelah *dipretreatment* sedangkan analisis konversi dari reaksi esterifikasi gliserol dan asam asetat menggunakan metode titrasi konsentrasi asam dengan menggunakan NaOH

3. Hasil dan Pembahasan

Tabel 1. Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari hasil analisis XRF

Perlakuan	Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Keterangan
Tidak ada perlakuan	8,497	Sebelum aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,2 N	9,033	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,3 N	9,098	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,4 N	9,130	Setelah aktivasi

Dari tabel 1, semakin tinggi konsentrasi asam sulfat yang digunakan, maka rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ semakin besar. Perbedaan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ untuk ketiga ZAL teraktivasi tidak terlalu besar, namun jika dibandingkan dengan ZAL nonaktivasi,

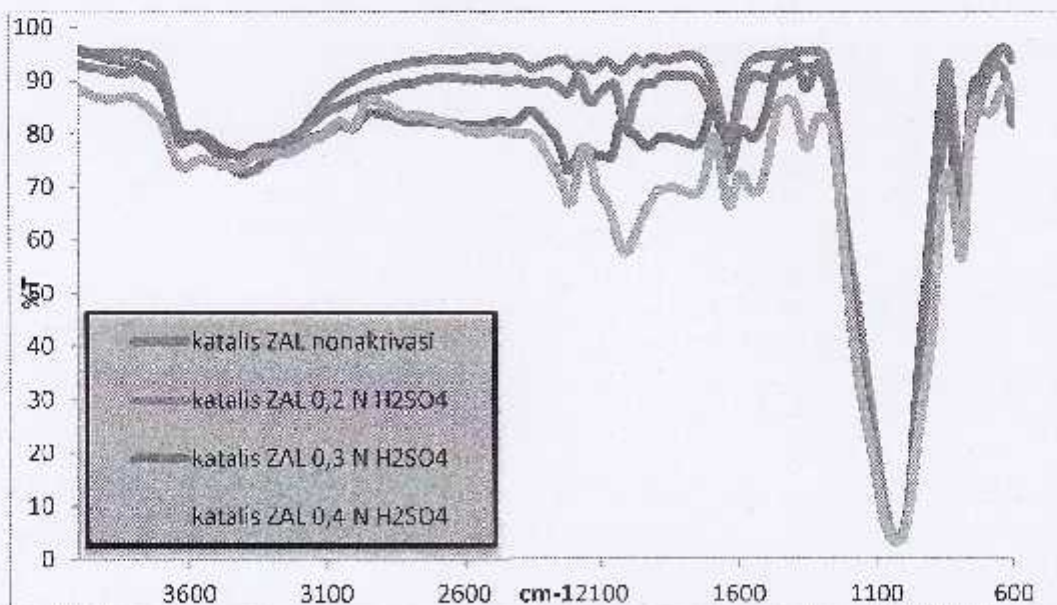
peningkatannya cukup besar. Hal ini diduga disebabkan oleh larutnya oksida Al_2O_3 yang bukan merupakan bagian dari struktur ZAL oleh asam sulfat yang memiliki sifat dapat melarutkan logam

Tabel 2. Persentase oksida besi ZAL dari hasil analisis XRF

Perlakuan	Kadar Fe_2O_3 (% berat)	Keterangan
Tidak ada perlakuan	1,157	Sebelum aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,2 N	0,988	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,3 N	0,863	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,4 N	0,83	Setelah aktivasi

Dari tabel 2 terlihat bahwa persentase oksida besi pada *pretreated* ZAL mengalami penurunan yang cukup signifikan dibandingkan dengan ZAL yang belum diaktivasi. Sehingga dari tabel 2 dapat

disimpulkan bahwa semakin tinggi konsentrasi aktivator asam sulfat, semakin berkurang kadar oksida besi pada ZAL sehingga berpengaruh pada semakin bersih dan terbukanya pori-pori ZAL.



Gambar 1. Spektrum FT-IR katalis ZAL nonaktivasi dan teraktivasi

Tabel 3. Perbandingan panjang gelombang serapan FT-IR ZAL

Perlakuan	Vibrasi ulur O-II	Vibrasi tekuk O-H	vibrasi ulur TO ₄ (Si-O atau Al-O)	Vibrasi tekuk TO jaringan eksternal	Keterangan
Tidak ada perlakuan	3397,19	1633,19	1021,41	786,95	Sebelum aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,2 N	3387,66	1632,03	1024,87	786,68	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,3 N	3615,17	1630,86	1026,53	788,39	Setelah aktivasi
Aktivasi dengan asam sulfat 0,4 N	3407,05	1633	1028,41	787,86	Setelah aktivasi

Puncak 3397,19; 3387,66; 3615,17 dan 3407,05 cm^{-1} merepresentasikan bilangan gelombang untuk serapan gugus O-H pada zeolit yang terhidrasi. Zeolit alam Wonosari dan zeolit alam Ponorogo menunjukkan serapan yang sama pada kisaran 3442,7 cm^{-1} (Herald, 2003). Serapan pada bilangan gelombang 3397,19; 3387,66; 3615,17 dan 3407,05 cm^{-1} merepresentasikan terjadinya vibrasi ulur O-II dari air yang terserap. Dan serapan pada bilangan gelombang 1633,19; 1632,03; 1630,86 dan 1633 cm^{-1} merepresentasikan terjadinya vibrasi tekuk O-H dari molekul H₂O yang teradsorb. Zeolit alam Malang memberikan hasil yang mendekati pada kisaran 1637,5 cm^{-1} (Tony Saroto, 2004). Carrado dkk, 2001 melaporkannya, pada bilangan gelombang 1635 dan 1628 cm^{-1} sedangkan Madejova, 2003 pada bilangan gelombang 3424 dan 1628 cm^{-1} .

Puncak 1021,41, 1024,87, 1026,53, 1028,41 cm^{-1} merepresentasikan terjadinya vibrasi ulur asimetris Si-O atau Al-O. Herald, 2003 mengemukakan bahwa pada zeolit alam Ponorogo dan zeolit alam Wonosari terjadi vibrasi ulur asimetris Si-O-Si atau Al-O-Al pada bilangan gelombang 1043,3 dan 1052,3 cm^{-1} . Shigemoto dkk, 1995 menyatakan

dacrah serapan ini berhubungan dengan gugus silanol (Si-O H) yang merupakan salah satu situs aktif dalam kerangka zeolit (Camel, 2003).

Puncak 786,95, 786,68, 788,39, 787,86 cm^{-1} merepresentasikan serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit, vibrasi tekuk Si-O pada kerangka zeolit. Pada zeolit alam Malang dan Ponorogo masing-masing berada pada bilangan gelombang 777,3 cm^{-1} dan 794,6 cm^{-1} .

Dari spektrum ZAL tanpa aktivasi, diperoleh puncak-puncak yang menunjukkan bahwa ZAL tersebut merupakan zeolit, karena memiliki beberapa gugus fungsional khusus yang dimiliki zeolit yaitu gugus TO₄, TO, serta gugus OH sebagai air yang terjebak.

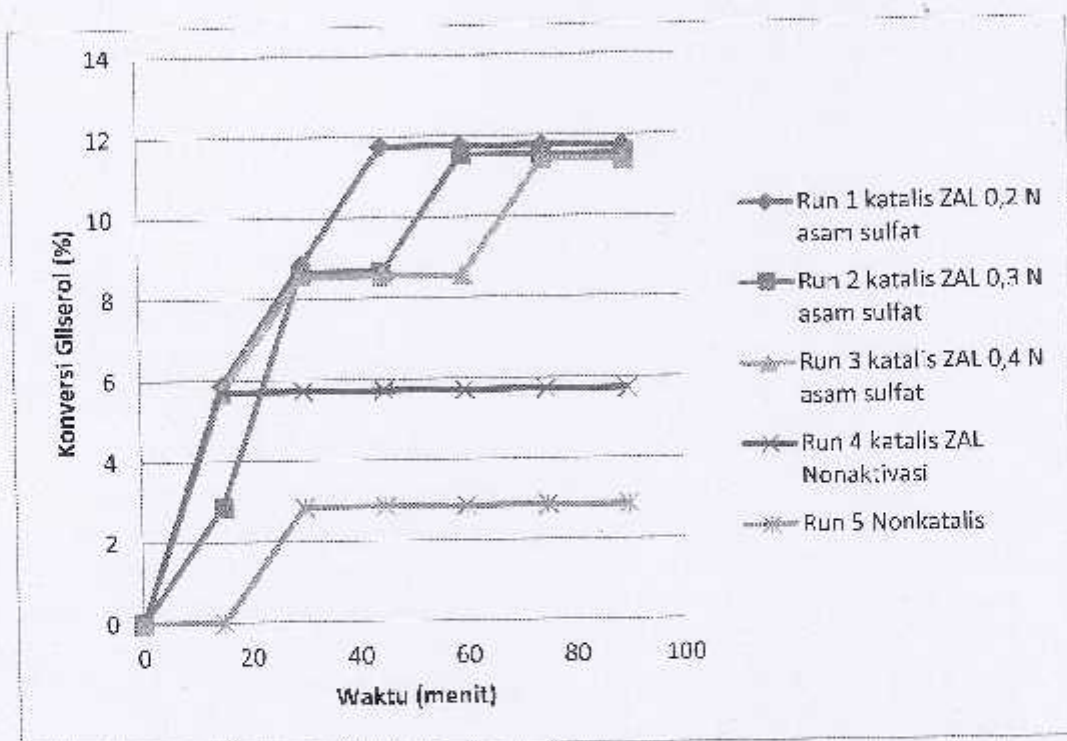
Dari gambar 1, terlihat puncak-puncak pada spektrum ZAL setelah aktivasi terlihat menjadi lebih tajam dari puncak-puncak ZAL nonaktivasi. Semakin tinggi konsentrasi asam sulfat yang digunakan, puncak-puncak serapan yang menunjukkan gugus fungsional zeolit menjadi lebih tajam. Hal ini mengindikasikan struktur ZAL yang semakin terlihat setelah proses *pretreatment* yang berfungsi membersihkan pengotor-pengotor.

tinggi semakin da ZAL in bersih ZAL.

Kenaikan bilangan gelombang yang menunjukkan vibrasi ulur TO_4 pada tabel 3 mengindikasikan terjadi pengurangan ikatan Al-O karena proses aktivasi menggunakan asam. (Herakdy, 2003) menyatakan angka 1043,3 dan 1052,3 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O-Si atau Al-O-Al pada zeolit alam Ponorogo dan zeolit alam Wonosari. Ikatan Si-O lebih kuat daripada ikatan Al-O sehingga dibutuhkan bilangan

gelombang yang lebih besar untuk melakukan vibrasi, sehingga semakin berkurang ikatan Al-O, bilangan gelombang pada rentang tersebut akan mengalami kenaikan.

Dari ketiga ZAL teraktivasi, memang tidak ada perubahan yang terlalu signifikan, namun jika dibandingkan dengan ZAL tanpa aktivasi, maka ada perbedaan yang cukup terlihat yaitu pada gugus TO_4 yang merepresentasikan ikatan Si-O dan Al-O.



Gambar 2. Hubungan waktu vs konversi Gliserol pada ketiga variasi aktivasi ZAL. Rasio Gliserol dan Asam Asetat 1 mol : 7 mol, temperatur 100 ° C, tekanan 1 atm, dengan jumlah katalis adalah 3 % berat asam asetat.

Dari data konversi yang didapatkan berdasarkan reaktan gliserol, dapat dilihat pada reaksi esterifikasi tanpa katalis, konversi berubah dari 0 % menjadi 2,8 % pada menit ke-30, dan tidak bertambah hingga menit terakhir. Sedangkan pada reaksi dengan katalis ZAL nonaktivasi, didapatkan nilai konversi mengalami peningkatan dari 0 % menjadi 5,7 % pada menit ke-15, dan konversi tidak berubah hingga menit terakhir. Sedangkan pada ketiga reaksi dengan katalis ZAL teraktivasi asam sulfat, didapatkan konversi akhirnya adalah sebesar 11,7 %;

11,5 % dan 11,4 % pada ZAL teraktivasi asam sulfat 0,2; 0,3 dan 0,4 N. Reaksi esterifikasi dengan katalis ZAL teraktivasi menghasilkan konversi yang lebih tinggi dibandingkan dengan reaksi esterifikasi tanpa menggunakan katalis, hal ini dikarenakan dalam zeolit sendiri telah tersedia situs asam bronsted maupun lewis yang berfungsi sebagai tempat terjadinya reaksi kimia.

Pada reaksi esterifikasi dengan katalis ZAL teraktivasi asam sulfat, mengalami kenaikan dari reaksi nonkatalis dan dengan katalis ZAL

nonaktivasi, yaitu pada kisaran 11 %. Kenaikan konversi tersebut diduga karena pori-pori serta situs aktif yang terdapat dalam ZAL telah dibersihkan dari pengotor-pengotor (oksida bebas). Sehingga menyebabkan aktivitas katalitik ZAL menjadi lebih baik.

Perubahan konversi yang tidak terlalu signifikan pada ketiga reaksi dengan katalis ZAL teraktivasi asam sulfat diduga karena perbedaan variasi asam sulfat yang digunakan tidak terlalu besar, yaitu 0,2; 0,3 dan 0,4 N sehingga perbedaan konversi yang dihasilkan juga tidak terlalu terlihat dan diperkuat dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang didapatkan dari hasil analisis XRF.

Konversi yang rendah diduga karena diameter pori ZAL yang kecil. Diameter pori ZAL yang kecil menyebabkan molekul reaktan sulit masuk ke pori ZAL, padahal luas permukaan terbesar dari zeolit adalah di *internal surface* yaitu *surface* yang dibentuk oleh pori dan rongga zeolit. Luas permukaan yang semakin besar menyebabkan aktivitas katalitik zeolit menjadi lebih tinggi, namun molekul reaktan terhambat oleh diameter pori yang kecil sehingga sulit untuk menjangkau situs-situs aktif yang berada di dalam pori. Akibatnya, aktivitas katalitik ZAL pada reaksi gliserol dan asam asetat membentuk *triacetine* menjadi kurang maksimal karena aktivitas katalitik hanya terjadi pada *external surface* ZAL.

4. Kesimpulan

Dari hasil perhitungan diperoleh :

1. ZAL dengan konsentrasi aktivator asam sulfat 0,2 N memberikan konversi gliserol terbaik yaitu 11,75 % walaupun hasil untuk konsentrasi 0,3 dan 0,4 N perbedaannya tidak signifikan.
2. *Pretreatment* pada ZAL dengan asam sulfat menyebabkan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ bertambah yang disebabkan oksida Al_2O_3 di luar struktur ZAL dibersihkan oleh proses *pretreatment*.
3. Analisis FT-IR menunjukkan bahwa ZAL sebelum dan setelah aktivasi

tidak mengalami perubahan struktur yang signifikan, yang terlihat bahwa terjadi sedikit pelarutan logam Al pada struktur zeolit dan diperkuat oleh hasil analisis XRF yang menunjukkan terjadinya pengurangan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang tidak signifikan dan juga dari hasil FT-IR yang menunjukkan bahwa terjadi kenaikan hilangan gelombang yang menunjukkan ikatan Al-O.

Daftar Pustaka

- Buchori, L., dan Budiyono. 2003. *Aktivasi Zeolit dengan Perlakuan Asam dan Kalsinasi*. Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003.
- Camel, V., 2003, Solid Phase Extraction of Trace Elements, *Spectrochim. Acta Part B*, 58: 1177-1233.
- Murtiyati dan Giating. 2008. *Penelitian Zeolit Alam*. Fakultas Teknik, Universitas Lampung
- Nuryoto, Sulistyono, H, Rahayu S. S., Sutijan., 2010. *Uji Performa Katalisator Resin Penukar Ion Untuk Pengelolaan Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menjadi Triacetin*. Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010.
- Ozorio P.L, Pianzoli R., Mota M.B.S., and Mota J.A., 2012, *Reactivity of Glycerol/Acetone Ketal (Solketal) and Glycerol/Formaldehyde Acetals toward Acid-Catalyzed Hydrolysis*, *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 23, No. 5, pp. 931-937.
- Saputra, Rodhie. 2006, *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*, 23 Januari 2006.
- Sari, N., Zuhra, H., dan Hari Ronaldo. 2015. *Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin Menggunakan Katalis Zeolit Alam*. JOM F TEKNIK Volume 2 No. 1; Universitas Riau.
- Widihati, L.A.Gede. 2008. *Adsorpsi Anion Cr (VI) oleh Batu Pasir Teraktivasi Asam dan Tersulut Fe₂O₃*. Jurnal Kimia

Jl. Bukit Jimbaran : Jurusan Kimia
FMIPA Universitas Udayana.

Shigemoto, N, Sugiyama, S, Hayashi, H, and
Miyaura, K. 1995. *Characterization MAS
NMR and XPS*, J. Mater. Sci. 30, 5777-5782

Tony Suroto. 2004. *Kajian Pengaruh
Konsentrasi Asam Klorida Terhadap
Distribusi Ukuran Pori zeolit Alam
dan Uji Kemampuan Sebagai
Adsorben Untuk Kemurnian Minyak
Daun Cengkeh*. Yogyakarta,
Universitas Gajah Mada

Madejova, J. 2003. Review: *FTIR Techniques
in Clay Mineral Studies*, Vibrational
Spectroscopy, 31, 1-10

Heraldly, E, Hisyam SW, dan Sulistiyono.
2003. *Characterization and Activation
of Natural Zeolite from Ponorogo
Indonesian J. Chem* 3 (2)

Carrado, K. A., Xu, L., Csencsits, R. and
Muntean, J. V. 2001. *Use of Organo
and Alkoxysilanes in the synthesis of
Grafted and Pristine Clays*. Chem.
Mater. 13, 3766-3773