

**REAKSI ESTERIFIKASI ASAM p-HIDROKSI BENZOAT DENGAN  
GLISEROL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM**

**LILA MUZDALIFAH**

**0305030344**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**DEPOK**

**2009**

**REAKSI ESTERIFIKASI ASAM p-HIDROKSI BENZOAT DENGAN  
GLISEROL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh:**

**LILA MUZDALIFAH**

**0305030344**



**DEPOK**

**2009**

SKRIPSI : REAKSI ESTERIFIKASI ASAM p-HIDROKSI BENZOAT  
DENGAN GLISEROL MENGGUNAKAN KATALIS ASAM

NAMA : LILA MUZDALIFAH

NPM : 0305030344

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JULI 2009

Dr.rer.nat. WIDAYANTI WIBOWO

PEMBIMBING I

Prof. Dr. SOLEH KOSELA, M.Sc

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana : .....

Penguji I : .....

Penguji II : .....

Penguji III : .....

## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan Kehadirat Allah SWT yang telah memberikan segala rahmat, hidayah, dan kemudahan-Nya yang senantiasa dicurahkan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan tepat pada waktunya dengan hasil sebaik-baiknya. Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan bagi semesta alam.

Penulis mengucapkan terima kasih yang begitu dalam kepada orang-orang yang sangat berarti, yaitu kepada:

1. Kedua orang tuaku, ayah dan mama tercinta yang selalu mendoakan, memberi semangat dan nasihat kepada anakmu ini dengan tiada henti. Untuk kakak dan adikku atas dukungannya yang diberikan serta untuk keluarga besar Bpk. H.A. Zainuddin dan keluarga besar Bpk. Satiri atas doanya agar penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Ibu Dr. Widayanti Wibowo dan Bpk. Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc selaku pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, dorongan semangat dan bantuan selama penulis menyelesaikan tugas akhirnya walaupun penulis banyak melakukan kesalahan.
3. Bpk. Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku Pembimbing Akademik dan Ketua Departemen Kimia UI dan Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si selaku koordinator

penelitian yang telah memberikan bantuannya kepada penulis.

4. Seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan ilmu dan wawasan yang tak ternilai selama ini.
5. Pak Hedi, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema dan Mba Tri atas alat dan bahan kimianya. Pak Tris, Pak Sukiri, Pak Min, Ibu Sri Hartati LIPI, Pak Wisnu BATAN, Pak Hayyun, Ibu Morina, staf TU, K' Ray, K' Izul, K'Irwan'04 dan K'Hanum'04, K'Irwan'03 dan K'Iman atas bantuannya selama penelitian.
6. Rekan satu tim katalis: Norma, Ana, Rilian, K'Dila dan K'Nisa serta untuk teman-teman seperjuangan penelitian: Lu'lu, Melina, Lusi, Lumita, Dita, Mutia, Alti, Santi, Susi, Purnama, Dian N., Samira, Danang, Ronggo, Ramdan, Farouk, Yusni, Cicil, Ria, Destia, Emil, Nuhi, Andri, K'Muris, K' Ana, K' Ratih'04, K' Bibah, K'Fajriah, K' Ratih, K' Marni, K' Fevi dan Mbak Lina atas semangat, bantuan dan doanya .
7. Temen-temen 'Akazyas' (Anggi, Gaya, Camel, Meta, Shabrina, dll), Sepit, Eli, Syarief, Nisa, Hani dan semua anak Kimia'05, semoga persahabatan kita tidak akan pernah putus serta teman-teman Kimia'04, 2006 dan 2007.

Penulis menyadari skripsi ini masih jauh dari sempurna karena keterbatasan pengetahuan penulis sehingga perlu disempurnakan oleh mahasiswa/i departemen kimia yang akan datang. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Depok, Juli 2009

Penulis

## ABSTRAK

Reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat termasuk reaksi penting karena produknya digunakan sebagai bahan pengawet kosmetik dan obat. Reaksi esterifikasi membutuhkan energi aktivasi yang tinggi sehingga dibutuhkan katalis. Katalis yang biasa digunakan adalah katalis homogen. Namun, katalis homogen menimbulkan masalah dalam proses pemisahan produk dan tidak ramah lingkungan. Pada penelitian ini, dilakukan reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol menggunakan katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  sebagai katalis heterogen dan dibandingkan dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  disintesis dari tawas yang mempunyai harga ekonomis. Katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, XRF dan BET. Produk esterifikasi dianalisis menggunakan uji KLT dan FT-IR. Dari hasil esterifikasi, untuk katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dengan pelarut aseton selama 24 jam menghasilkan 2 bercak ester dengan % konversi ester total sebesar 55,74%, sedangkan katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  diperoleh 2 bercak ester dengan % konversi ester total 92,08% setelah 6 jam reaksi dengan pelarut DMSO.

Kata kunci: asam p-hidroksi benzoat, esterifikasi, gliserol,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat,  $\gamma$ -

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

xiii+80 hlm; Gambar; Tabel; Lampiran

Bibliografi : 27 (1980-2008)

# DAFTAR ISI

	Halaman
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	i
<b>ABSTRAK</b> .....	iii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	v
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Perumusan Masalah .....	3
1.3. Tujuan Penelitian .....	3
1.4. Hipotesis .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1. Katalis.....	5
2.1.1. Parameter Katalis .....	7
2.1.2. Katalis Heterogen.....	7
2.2. Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	9
2.2.1. Gamma Alumina (γ-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	11
2.2.2. Pembuatan Gamma Alumina (γ-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	12
2.2.3. Keasaman dan Kebasaan Alumina .....	13

2.3.	Asam p-Hidroksi Benzoat .....	14
2.4.	Gliserol .....	15
2.5.	Asam Sulfat .....	16
2.6.	Esterifikasi .....	17
2.7.	Karakterisasi Katalis .....	18
2.7.1.	Difraksi Sinar-X .....	18
2.7.2.	Metode BET .....	20
2.7.2.	Fluoresensi Sinar-X .....	22
2.8.	Karakterisasi Hasil Reaksi Esterifikasi .....	23
2.9.1.	Kromatografi Lapis Tipis .....	23
2.9.1.	Spektroskopi Infra Merah .....	26
<b>BAB III.</b>	<b>METODE PENELITIAN</b> .....	<b>29</b>
3.1.	Alat dan Bahan .....	29
3.1.1.	Alat .....	29
3.1.2.	Bahan .....	30
3.2.	Prosedur kerja .....	31
3.2.1.	Pembuatan Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	31
3.2.1	Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol .....	31
<b>BAB IV.</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>33</b>
4.1.	Pembuatan Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	33
4.2.	Karakterisasi Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	35
4.2.1.	Analisis Difraksi Sinar-X (XRD) .....	35



4.2.2. Analisis Fluoresensi Sinar-X (XRF) .....	37
4.2.3. Analisis BET .....	38
4.3. Uji Daya Katalitik $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> Melalui Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol .....	39
4.4. Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi .....	40
4.4.1. Analisis Kromatografi Lapis Tipis .....	40
4.4.2. Analisis FT-IR .....	47
4.5. Mekanisme Reaksi.....	49
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	<b>53</b>
5.1. Kesimpulan .....	53
5.2. Saran .....	54
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>55</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>59</b>

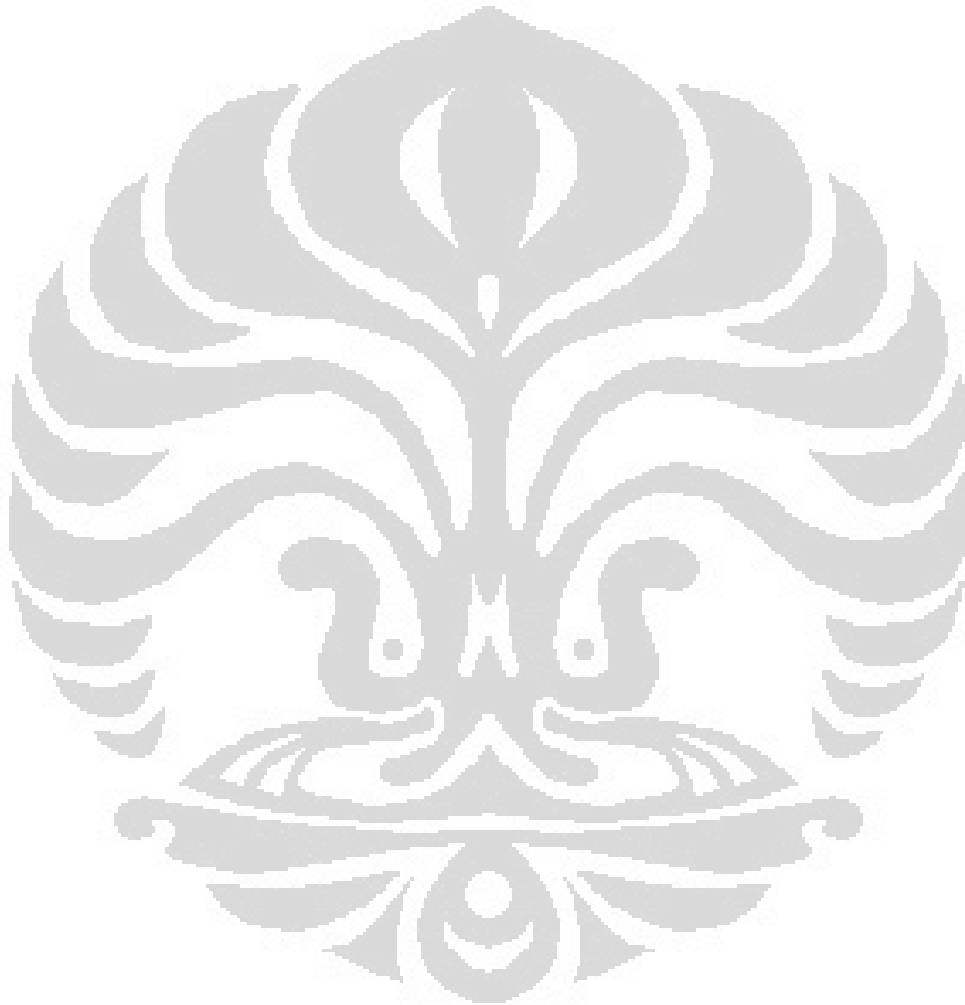
## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Data analisis difraksi sinar-X katalis .....	36
Tabel 4.2. Data analisis XRF.....	38
Tabel 4.3. Data hasil esterifikasi dengan variasi waktu reaksi katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ .....	44
Tabel 4.4. Data hasil esterifikasi tanpa katalis.....	46
Tabel 4.5. Identifikasi gugus fungsi spektrum FT-IR ester dengan katalis $\text{H}_2\text{SO}_4$ pekat .....	47
Tabel 4.6. Identifikasi gugus fungsi spektrum FT-IR ester dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ .....	48

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Kurva hubungan katalis dengan energi aktivasi .....	5
Gambar 2.2.	Skema siklus reaksi katalitik .....	8
Gambar 2.3.	Hubungan di antara beberapa bentuk alumina .....	13
Gambar 2.4.	Sisi asam dan sisi basa alumina .....	14
Gambar 2.5.	Sruktur asam p-hidroksi benzoat .....	15
Gambar 2.6.	Struktur gliserol .....	16
Gambar 2.7.	Mekanisme reaksi esterifikasi .....	18
Gambar 2.8.	Difraksi sinar-X pada suatu kristal .....	19
Gambar 2.9.	Proses terbentuknya sinar-X karakteristik .....	23
Gambar 2.10.	Skema kromatografi lapis tipis.....	24
Gambar 4.1.	Difrakrogram katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ ..	36
Gambar 4.2.	Spektrum XRF katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ .....	37
Gambar 4.3.	Hasil KLT reaksi esterifikasi menggunakan pelarut aseton .....	42
Gambar 4.4.	Hubungan % konversi produk ester dengan waktu reaksi..	44
Gambar 4.5.	Perbandingan % konversi ester total antara katalis $\gamma\text{-}$ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ dengan tanpa katalis .....	46

Gambar 4.6. Mekanisme reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol katalis $H_2SO_4$ pekat .....	50
Gambar 4.7. Mekanisme reaksi esterifikasi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol katalis $\gamma-Al_2O_3/SO_4$ .....	52



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir prosedur kerja .....	59
Lampiran 2. Data difraksi sinar-X standar .....	62
Lampiran 3. Difraktogram dan data difraksi sinar-X katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	63
Lampiran 4. Hasil pengukuran BET .....	64
Lampiran 5. Spektrum XRF katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	65
Lampiran 6. Hasil uji KLT hasil reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol .....	66
Lampiran 7. Cara perhitungan % konversi produk ester.....	75
Lampiran 8. Spektrum FT-IR asam p-hidroksi benzoat standar.....	76
Lampiran 9. Spektrum FT-IR hasil reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol .....	77
Lampiran 10. Spektrum FT-IR katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> .....	79
Lampiran 11. Alat yang digunakan pada penelitian .....	80

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi yang penting, karena produk senyawa ester banyak digunakan untuk aplikasi farmasi, industri makanan/minuman dan industri parfum. Salah satunya adalah ester asam p-hidroksi benzoat yang digunakan sebagai bahan pengawet kosmetik dan obat.

Ester dapat disintesis dengan cara mereaksikan asam karboksilat dengan alkohol yang dikenal dengan reaksi esterifikasi.<sup>[1]</sup> Pada dasarnya reaksi esterifikasi memiliki energi aktivasi yang tinggi dan membutuhkan waktu yang lama untuk mencapai kesetimbangannya. Proses esterifikasi dapat berlangsung dengan ataupun tanpa katalis. Tanpa katalis, reaksi berlangsung sangat lambat sehingga kesetimbangan dicapai selama beberapa hari. Untuk itu proses esterifikasi dilakukan dengan penambahan katalis baik itu katalis homogen maupun katalis heterogen.

Katalis merupakan zat lain selain reaktan dan produk yang ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk meningkatkan laju reaksi kimia mencapai keadaan kesetimbangan kimianya. Katalis dapat mempercepat laju reaksi dengan cara menyediakan suatu jalur reaksi alternatif yang memiliki energi aktivasi lebih rendah sehingga reaksi menjadi lebih cepat.

Katalis homogen yang umum digunakan dalam proses esterifikasi adalah asam mineral anorganik seperti asam sulfat pekat dan asam klorida. Berdasarkan penelitian sebelumnya, katalis ini sudah terbukti dapat membantu reaksi esterifikasi, seperti yang dilakukan oleh Intan Nurulita<sup>(2)</sup> dan Ridwan Ali<sup>(3)</sup>. Namun proses pemisahan katalis dengan produk reaksi sukar dilakukan karena produk dan katalis memiliki fasa yang sama. Oleh karena itu, saat ini banyak dikembangkan pemakaian katalis heterogen.

Keuntungan reaksi esterifikasi menggunakan katalis heterogen antara lain, pemisahan katalis dengan produk akan lebih mudah karena katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda, yaitu katalis berfasa padat dan produk berfasa cair. Selain itu, penggunaan katalis heterogen juga memiliki dampak limbah yang lebih kecil terhadap lingkungan karena katalis heterogen dapat digunakan kembali setelah diregenerasi.

Salah satu katalis heterogen yang telah luas digunakan yaitu  $\gamma$ -alumina yang termasuk jenis alumina transisi. Alumina diaplikasikan sebagai katalis atau pendukung katalis karena stabil pada temperatur yang relatif tinggi, memiliki sisi aktif asam dan basa, mudah dibuat dengan luas permukaan yang tinggi dan struktur pori yang bervariasi. Selain itu,  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dapat dimodifikasi dengan cara proses impregnasi atau kopresipitasi boehmit dalam asam sulfat. Perlakuan ini dapat menambah kekuatan sisi asamnya sehingga dapat meningkatkan aktivitas katalis.<sup>[4]</sup>  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  tersulfat dikenal sebagai katalis superasam dan telah digunakan sebagai katalis pada berbagai reaksi seperti isomerisasi, oksidasi, dehidrasi dan dehidrogenasi.

Menurut Anton A. Kiss<sup>[5]</sup>, katalis asam padatan oksida logam tersulfat dapat mengkatalisis reaksi esterifikasi asam dodekanoat dan menghasilkan biodiesel dengan konversi yang baik.

Berdasarkan hal tersebut, pada penelitian ini akan dilakukan uji reaksi katalisis heterogen  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  untuk reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol yang memiliki 3 gugus hidroksil. Selain itu, dilakukan proses esterifikasi dengan menggunakan katalis homogen yaitu asam sulfat sebagai pembanding. Karakterisasi katalis dilakukan dengan analisis XRD, XRF dan uji BET. Hasil reaksi dianalisis menggunakan FT-IR dan kromatografi lapis tipis.

## 1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian ini akan dilakukan reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol yang memiliki 3 gugus hidroksil menggunakan katalis heterogen ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ ) dan dibandingkan dengan katalis homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat). Pelarut yang digunakan adalah aseton pada suhu rendah dan DMSO pada suhu tinggi.

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

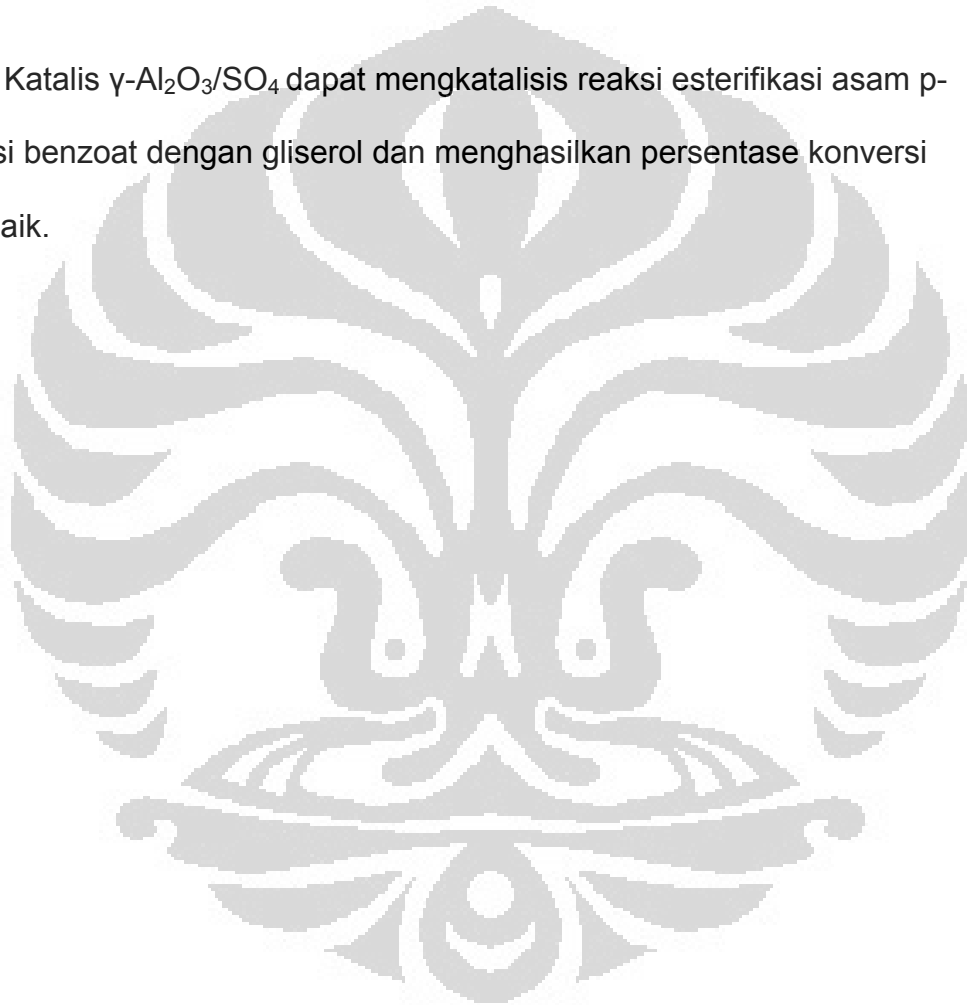
1. Mensintesis katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dan karakterisasi katalis.



2. Menguji aktivitas katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hasil sintesis melalui reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol dan membandingkannya dengan katalis homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat).

#### 1.4 Hipotesis

Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dapat mengkatalisis reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol dan menghasilkan persentase konversi yang baik.

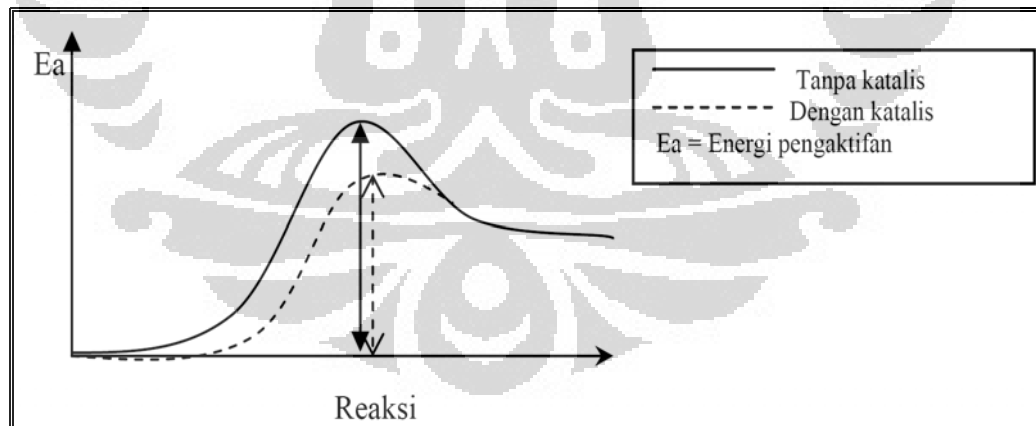


## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Katalis

Katalis adalah zat lain selain reaktan dan produk yang ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk meningkatkan laju reaksi kimia mencapai keadaan kesetimbangan kimianya. Katalis bereaksi dengan reaktan menghasilkan intermediet reaktif dan selanjutnya menghasilkan produk reaksi. Katalis dapat mempercepat laju reaksi dengan cara menyediakan suatu jalur reaksi alternatif yang memiliki energi aktivasi lebih rendah sehingga reaksi menjadi lebih cepat.<sup>[6]</sup> Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan reaksi untuk menghasilkan produk.<sup>[7]</sup>



**Gambar 2.1.** Kurva hubungan antara katalis dengan energi aktifasi

Katalis juga mampu memperbesar terjadinya tumbukan efektif antara molekul reaktan. Hal itu disebabkan molekul-molekul reaktan akan teradsorpsi pada permukaan aktif katalis sehingga kemungkinan terjadi tumbukan antar molekul-molekul reaktan akan semakin besar. Katalis dapat mempengaruhi faktor-faktor kinetik, seperti laju reaksi, energi reaksi dan keadaan intermediet.<sup>[6]</sup>

Berdasarkan fasanya, katalis dapat dibagi menjadi dua, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen.<sup>[8]</sup> Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan substrat, sedangkan katalis heterogen adalah katalis dengan fasa yang berbeda dengan reaktan. Keuntungan katalis heterogen adalah kemudahan dalam pemisahan antara katalis dan produk yang terbentuk.

Karakterisasi reaksi katalis:<sup>[9]</sup>

1. Katalis tidak berubah selama reaksi
2. Katalis tidak mengubah harga konstanta kesetimbangan
3. Katalis tidak dapat memulai reaksi
4. Katalis bersifat spesifik
5. Katalis hanya dibutuhkan dalam jumlah sedikit

### 2.1.1 Parameter Katalis

Parameter-parameter yang harus diperhatikan untuk menilai baik atau tidaknya suatu katalis adalah:<sup>[10]</sup>

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mempercepat konversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis memilih satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu ketahanan katalis terhadap kondisi reaksi katalisis. Kestabilan katalis antara lain katalis harus tahan terhadap suhu tinggi.
4. Dapat diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

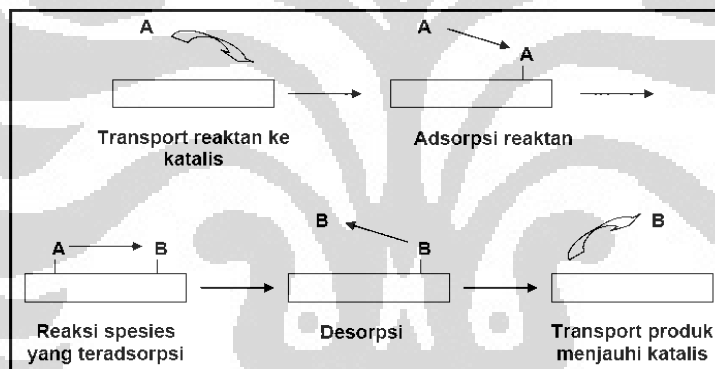
### 2.1.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berada dalam fasa yang berbeda dengan reaktan. Reaksi katalisis ini biasanya menggunakan katalis dari fasa padat yang akan berinteraksi dengan reaktan yang berbeda fasa (cair atau gas) sehingga interaksi yang mungkin terjadi berupa padat-gas atau padat-cair.<sup>[11]</sup>

Suatu proses katalis heterogen lebih kompleks karena katalis tidak dapat terdistribusi secara uniform dalam bentuk medium reaksi. Untuk sistem ini dibutuhkan beberapa tahap siklus katalisis, yaitu :

- 1) Transport reaktan pada permukaan katalis.
- 2) Interaksi antara reaktan dengan katalis (adsorpsi).
- 3) Reaksi antara spesi-spesi teradsorpsi untuk menghasilkan produk.
- 4) Desorpsi produk dari permukaan katalis.
- 5) Transport produk menjauhi katalis.

Tahap 1 dan 5 merupakan suatu tahap transport fisik, tahap 2 dan 4 adalah interaksi antara substrat dengan katalis yang melibatkan perubahan kimia, sedangkan tahap 3 terjadi penurunan energi aktivasi reaksi.<sup>[6]</sup>



**Gambar 2.2.** Skema siklus reaksi katalitik

Umumnya katalis padat terdiri dari 3 komponen utama, yaitu pusat aktif, pendukung dan promotor. Pusat aktif merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi, pendukung merupakan tempat terdistribusi pusat aktif dan berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi fasa aktif serta promotor berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas dan

selektifitas katalis. Pusat aktif dari katalis bisa menjadi tidak aktif (terdeaktivasi) atau teracuni karena beberapa sebab seperti kehadiran CO, CO<sub>2</sub> dan senyawa-senyawa sulfur serta temperatur operasi yang terlalu tinggi.<sup>[8]</sup>

Sistem katalis heterogen telah luas digunakan dalam bidang industri karena katalis heterogen mempunyai beberapa keuntungan, antara lain :

1. Dapat digunakan pada temperatur tinggi sehingga dapat dioperasikan pada berbagai kondisi.
2. Tidak diperlukan tahap panjang untuk memisahkan produk dengan katalis.<sup>[12]</sup>
3. Aktivitas dan selektivitas katalis tinggi.
4. Dapat digunakan secara berulang.<sup>[13]</sup>
5. Pembuangan katalis tidak menyebabkan pencemaran lingkungan.

Reaksi kimia yang spesifik dari katalis heterogen berhubungan dengan struktur dan reaktivitas permukaan suatu padatan. Dengan mengetahui struktur dan reaktivitas permukaan katalis, maka dapat diperkirakan kemampuan katalitiknya untuk suatu reaksi tertentu.

## 2.2 Alumina

Alumina merupakan salah satu bentuk oksida aluminium dengan rumus kimia, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Secara alami, aluminium oksida terdapat dalam bentuk

stabil kristal korundum. Aluminium oksida atau alumina, merupakan komponen utama dalam bauksit bijih aluminium.<sup>[14]</sup>

Alumina sering digunakan dalam industri sebagai adsorben, katalis, dan pendukung katalis. Hal ini dikarenakan alumina mempunyai sifat yang keras, relatif stabil terhadap suhu tinggi, memiliki titik leleh yang tinggi, konduktivitas listrik yang rendah, struktur pori-porinya besar dan harganya cukup murah.

Selain sebagai katalis, alumina juga dipakai sebagai zat padat pendukung. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fasa aktif katalis dengan terjadinya dispersi pada permukaan pendukungnya. Luas permukaan padatan katalis yang besar sangat diperlukan dalam reaksi katalitik. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis.

Alumina dapat dibuat dengan bermacam-macam ukuran pori. Sifat alumina sangat bervariasi tergantung pada proses pembuatannya.<sup>[15]</sup> Dalam bentuk aktif, alumina ini mempunyai permukaan polar sehingga dapat mengadsorpsi senyawa-senyawa polar. Sifat yang dimilikinya dapat berubah-ubah sesuai dengan keadaan suhu dan pH.

Berdasarkan strukturnya, alumina dikelompokkan menjadi dua, yaitu:

- Alumina stabil ( $\alpha$ -alumina / korundum)

Alumina ini mempunyai struktur heksagonal dan merupakan produk akhir dari proses dekomposisi termal dan hidrotermal dari aluminium hidroksida pada suhu di atas 1200°C.

- Alumina metastabil (alumina transisi / alumina aktif)

Alumina aktif merupakan hasil dehidrasi termal aluminium hidroksida pada rentang suhu 250-800°C. Alumina aktif sering digunakan sebagai adsorben, katalis dan zat pendukung katalis. Berdasarkan kisaran suhu pemanasannya, alumina aktif dikelompokkan menjadi dua, yaitu:

- a. Kelompok  $\gamma$ , meliputi  $\chi$ -,  $\eta$ -, dan  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dihasilkan dari pemanasan boehmite dengan suhu dibawah 700°C.
- b. Kelompok  $\delta$  meliputi  $\kappa$ -,  $\theta$ -, dan  $\delta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diperoleh dari hasil pemanasan boehmite pada suhu 900-1000°C.

### 2.2.1 $\gamma$ -Alumina ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

$\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan alumina transisi dan berbentuk padatan amorphous.  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mempunyai luas permukaan besar (sekitar 200-350 m<sup>2</sup>/g), volume pori yang besar (0,5-1 cm<sup>3</sup>/g), diameter pori sedang (3-12 nm) dan relatif stabil pada berbagai kisaran suhu pada reaksi katalisis. Oleh karena itu, jenis alumina ini telah luas digunakan sebagai adsorben dan katalis.  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terbentuk melalui pemanasan Al(OH)<sub>3</sub> pada suhu 500-800°C.



Pemanasan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  menyebabkan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.<sup>[15]</sup>

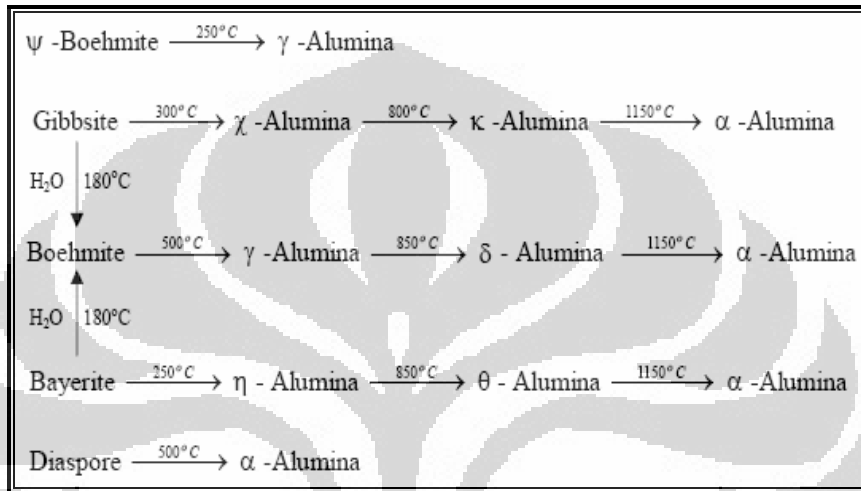
### 2.2.2 Pembuatan $\gamma$ -Alumina

Tahap yang penting dalam pembuatan alumina adalah pengendapan aluminium hidroksida ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) yang merupakan titik awal dari pembuatan berbagai jenis alumina.  $\text{Al}(\text{OH})_3$  larut dalam asam kuat dan basa kuat, tetapi pada kisaran pH tertentu (netral) terjadi pengendapan hidroksida menghasilkan sol dan berubah menjadi gel.

Pembuatan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung  $\text{Al}^{3+}$  seperti aluminium sulfat. Penambahan basa akan meningkatkan pH larutan dan menyebabkan terbentuknya endapan  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pH karena penambahan basa.

Pada  $3 < \text{pH} < 7$ , endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite ( $\text{AlO}(\text{OH})$ ) dan dengan pemanasan lebih tinggi dari  $500^\circ\text{C}$  akan membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  amorf. Jika endapan terbentuk pada pH 6 - 8 maka akan membentuk endapan gel dari kristal boehmite. Bila boehmite di-aging pada suhu  $40^\circ\text{C}$  akan berubah menjadi bayerite  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Bayerite yang mengalami proses *aging* lebih lanjut pada suhu  $80^\circ\text{C}$  akan menghasilkan boehmite yang lebih kristalin. Setelah di-aging, disaring, dicuci dan dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$ , boehmite ini akan membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

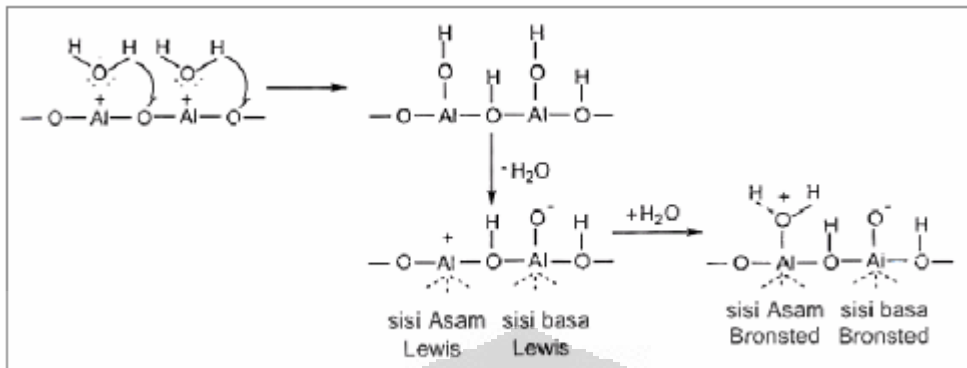
Sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  juga dapat dilakukan dengan pengendapan larutan basa  $\text{AlO}_2^-$  dengan penambahan asam. Hubungan beberapa bentuk alumina dapat dilihat pada gambar sebagai berikut:



**Gambar 2.3.** Hubungan di antara beberapa bentuk alumina<sup>[15]</sup>

### 2.2.3 Keasaman dan Kebasaan Alumina

Sifat  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebagai katalis sangat dipengaruhi oleh keasaman dan kebasaan struktur permukaannya. Pada permukaan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang heterogen terdapat sisi adsorpsi asam dan sisi adsorpsi basa.



**Gambar 2.4.** Sisi asam dan sisi basa alumina

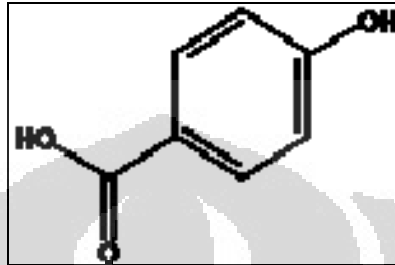
Sisi asam Lewis (sisi yang mampu menerima elektron) digambarkan sebagai koordinasi atom aluminium yang tidak lengkap dan terbentuk akibat dehidrasi pada suhu yang tinggi sehingga terbentuk anion oksigen pada permukaan aluminium sebagai sisi basa Lewisnya.

Sisi asam Brønsted (sisi yang mendonorkan proton) pada alumina digambarkan sebagai ion Al<sup>3+</sup> yang mengadsorpsi molekul H<sub>2</sub>O sehingga keelektronegatifan sisi asam Lewis akan menurun karena pasangan elektron bebas oksigen dari molekul air akan disumbangkan ke sisi asam Lewisnya dan muatan negatif oksigen yang berada pada sisi basa menjadi lebih elektronegatif.

### 2.3 Asam p-Hidroksi Benzoat

Asam p-hidroksi benzoat atau asam 4-hidroksi benzoat merupakan derivat fenolat dari asam benzoat. Senyawa dengan berat molekul 138.12 g/mol ini berbentuk padatan kristal putih yang sedikit larut dalam air dan

kloroform tetapi larut dalam alkohol, eter dan aseton.<sup>[16]</sup> Asam 4-hidroksi benzoat mengandung senyawa fenol yang mempunyai gugus karboksilat tersubstitusi pada posisi para.



**Gambar 2.5.** Struktur asam p-hidroksi benzoat

Asam 4-hidroksi benzoat diproduksi secara komersil dari kalium fenoksida dan karbon dioksida dengan reaksi Kolbe-Schmitt. Untuk skala laboratorium dilakukan melalui pemanasan natrium salisilat dengan kalium karbonat sampai suhu 240 °C diikuti dengan penambahan asam.

Asam p-hidroksi benzoat digunakan untuk preparasi antiseptik, sebagai senyawa kimia intermediet dalam pembuatan obat, industri farmasi, bahan pembuatan plastik serta untuk memproduksi paraben yang digunakan sebagai bahan pengawet di dalam kosmetik.<sup>[16]</sup>

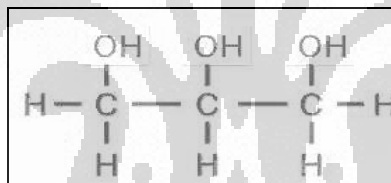
## 2.4 Gliserol<sup>[17]</sup>

Gliserol merupakan senyawa kimia yang dikenal juga dengan nama gliserin. Senyawa ini berupa cairan kental yang tidak berwarna, tidak berbau dan telah luas digunakan dalam bidang farmasi. Gliserol mempunyai

tiga buah gugus hidroksil (-OH) yang mempengaruhi kelarutannya dalam air dan bersifat higroskopis. Selain itu, gliserol digunakan sebagai zat aditif pada makanan, kosmetik, agen pelumas, bahan anti beku dan industri farmasi.

Karakteristik dari gliserol sebagai berikut:

Sinonim	: glycerin, 1,2,3-propanetriol, propanetriol, 1,2,3-trihydroxypropane, glyrol, glycerol ophthalgan, glyciterol, glycyl alcohol.
Formula Molekul	: $C_3H_8O_3$
Massa molekul relatif	: 92 g/mol
Titik leleh	: $17.8^{\circ}C$
Titik didih	: $290^{\circ}C$



**Gambar 2.6.** Struktur gliserol

## 2.5 Asam Sulfat<sup>[18]</sup>

Asam sulfat dengan rumus kimia  $H_2SO_4$  merupakan asam mineral anorganik yang larut dalam air, jernih, tidak berbau, tidak berwarna dan bersifat korosif. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan termasuk dalam berbagai reaksi kimia misalnya sebagai katalis. Kegunaan utamanya dalam pemrosesan bijih mineral, sintesis kimia, pemrosesan air limbah dan

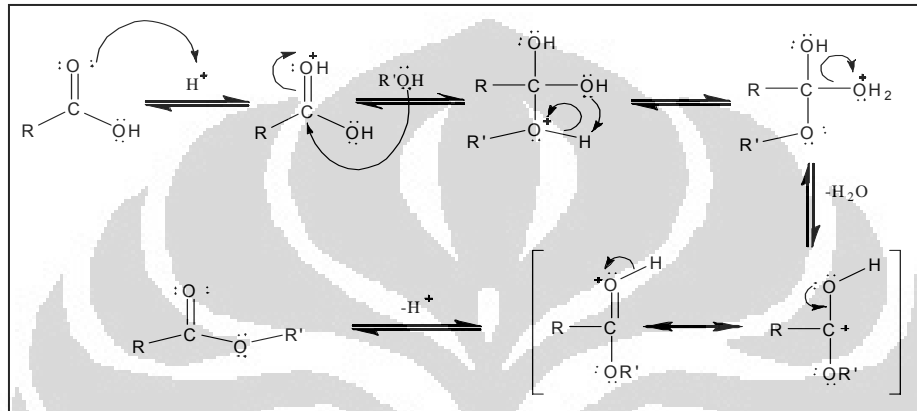
pengilangan minyak. Disebabkan asam sulfat bersifat mengeringkan, asam sulfat merupakan agen pengering yang baik dan digunakan dalam pengolahan berbagai buah-buahan kering. Penggunaan lainnya meliputi produksi bahan celup, plastik, karet, eter, lem, film, bahan ledak, obat/racun, cat, kontainer makanan, bahan pengawet kayu, sabun dan deterjen, obat-obatan, produk minyak tanah, bubur kayu dan kertas.

## 2.6 Esterifikasi

Proses pembuatan ester (esterifikasi) umumnya dilakukan dengan mereaksikan alkohol dengan asam karboksilat.<sup>[1]</sup> Reaksi berlangsung secara lambat dengan berkesetimbangan. Oleh karena itu, untuk mempercepat reaksi digunakan suatu katalis asam. Reaksi berkesetimbangan karena pada esterifikasinya dihasilkan air yang dapat menghidrolisis kembali ester yang telah terbentuk menjadi asam karboksilat pembentuknya. Meskipun reaksi ini merupakan reaksi kesetimbangan, reaksi dapat digeser ke kanan dengan beberapa cara, salah satunya dapat digunakan alkohol atau asam karboksilat berlebih.

Pembuatan ester dari fenol dan asam karboksilat berlangsung lambat sekali. Pembuatan ester dapat dilakukan dengan baik dari turunan asam, seperti anhidrida atau asil klorida. Turunan asam ini lebih reaktif dari pada asam, sehingga pembuatan ester dari alkohol dan anhidrida asam atau asil klorida dapat memberikan hasil yang baik.<sup>[19]</sup>

Pada reaksi esterifikasi, asam karboksilat mengalami protonasi dengan adanya asam sebagai katalis. Selanjutnya nukleofil menyerang karbokation tersebut. Reaksi berakhir setelah berlangsungnya pelepasan air dan eliminasi proton. Mekanisme yang terjadi:



**Gambar 2.7.** Mekanisme reaksi esterifikasi

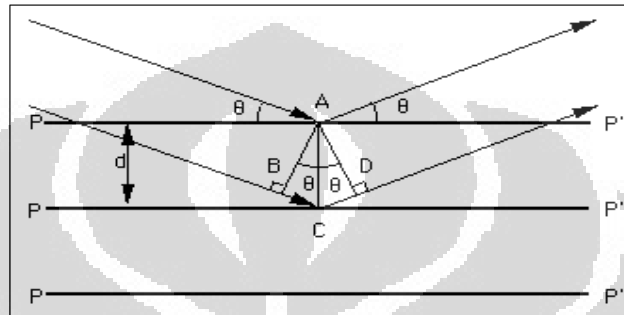
## 2.7 Karakterisasi Katalis

### 2.7.1 Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar X merupakan salah satu cara yang digunakan untuk menentukan struktur kristal suatu padatan dengan menggunakan *X-ray Diffractometer* (XRD). Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar X yang datang. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas sehingga jika disinari dengan sinar X pada analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula.

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar

tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.<sup>[20]</sup>



**Gambar 2.8.** Difraksi sinar-X pada suatu kristal

Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi ( $d$ = jarak antar kisi) dalam struktur mineral sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg, yaitu nilai sudut difraksi  $\theta$  yang berbanding terbalik dengan nilai  $d$  (jarak antar kisi dalam kristal), sesuai dengan persamaan Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 d \sin \theta$$

dengan:  $n$ = orde difraksi

$d$ = jarak antar kisi

$\theta$ = sudut difraksi

$\lambda$  = panjang gelombang sinar x



Dari hasil pengukuran XRD didapat nilai  $d$ , sudut  $2\theta$  dan intensitasnya. Senyawa dan struktur sampel dapat diketahui dengan cara membandingkannya dengan data standar.

### 2.7.2 Metode BET<sup>[6]</sup>

Metode BET merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori dan menentukan ukuran serta volume pori-porinya. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas  $N_2$  pada padatan permukaan berpori.

Pada prosedur BET, sampel yang akan dianalisis diletakkan dalam tempat yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan ( $150^\circ\text{C}$  atau  $350\text{--}400^\circ\text{C}$ ) di bawah vakum ( $10^{-4}$  Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tempat sampel didinginkan dengan nitrogen cair dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan ke tempat itu. Setelah mencapai kesetimbangan, tekanan diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan jumlah gas  $N_2$  tertentu.

Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah  $N_2$  yang teradsorpsi. Bertambahnya secara bertahap volume  $N_2$  yang diadsorpsi pada keadaan awal menunjukkan adsorpsi monolayer dan dilanjutkan dengan adsorpsi multilayer. Volum dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan cara ekstrapolasi ke tekanan nol. Digunakan persamaan BET:

$$\frac{p}{V_{ads}(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0}$$

Keterangan :

- P = tekanan
- $V_{ads}$  = volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P
- $P_0$  = tekanan jenuh, biasanya 200-400 Torr
- $V_m$  = volume gas yang diadsorpsi pada lapisan monolayer
- C = tetapan BET (yang menunjukkan adanya interaksi adsorben-adsorbat)

Dengan mengalurkan nilai sisi kiri persamaan terhadap  $P/P_0$  diperoleh persamaan garis lurus dengan:

$$\text{slope} = S = \frac{(C-1)}{V_m C}; \text{ intercept} = I = \frac{1}{V_m C}; \text{ dan } V_m = \frac{1}{S+I} \text{ (dalam m}^2/\text{g)}$$

Total luas permukaan dari sampel :

$$SA = V_m \times N \times A_m \times 10^{-20}$$

Luas permukaan katalis setelah ditentukan dapat dibagi menjadi beberapa kriteria yaitu :

1. Rendah (*low surface area*) yaitu kurang dari 10 m<sup>2</sup>/g
2. Sedang (*moderate surface area*) yaitu antara 50 m<sup>2</sup>/g – 100 m<sup>2</sup>/g
3. Tinggi (*high surface area*) yaitu antara 200 m<sup>2</sup>/g – 500 m<sup>2</sup>/g
4. Sangat tinggi (*very high surface area*) yaitu lebih bear dari 800 m<sup>2</sup>/g

Sedangkan berdasarkan ukuran pori, menurut IUPAC distribusi pori dapat dikelompokkan menjadi:

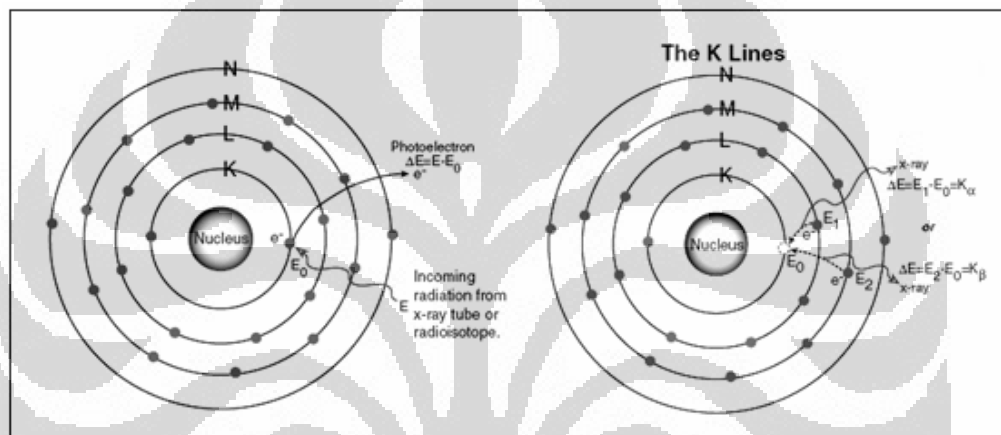
1. Mikropori (berpori kecil) dengan diameter kurang dari 2 nm
2. Mesopori (berpori sedang) dengan diameter antara 2 – 50 nm
3. Makropori (berpori besar) dengan diameter lebih dari 50 nm

### **2.7.3 Fluoresensi Sinar-X**

Metode XRF (X-Ray Fluorescence) digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Kelemahan dari metode XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa dan struktur apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material serta tidak dapat menganalisis unsur di bawah nomor atom 10.

Analisa menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Apabila terjadi eksitasi sinar X yang berasal dari tabung X-Ray atau sumber radioaktif lalu mengenai sampel, sinar X tersebut dapat diabsorpsi oleh material dan dapat terjadi efek fotolistrik, yaitu proses di mana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan cara mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit paling dalam. Selama proses ini, bila sinar-X memiliki cukup energi, yaitu bila energinya lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M atom target maka elektron dalam target keluar dari kulitnya dan menimbulkan kekosongan pada orbit yang bersangkutan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil sehingga

elektron dari kulit di atasnya pindah ke kulit yang kosong tersebut dan menghasilkan energi sinar X yang karakteristik untuk unsur tersebut. Emisi sinar X yang dihasilkan dari proses ini disebut *X-Ray Fluorescence* (XRF), yang kemudian ditangkap oleh detektor. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Jenis spektrum X-Ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda.<sup>[21]</sup>



**Gambar 2.9.** Proses terbentuknya sinar-X karakteristik<sup>[21]</sup>

## 2.8 Karakterisasi Hasil Reaksi Esterifikasi

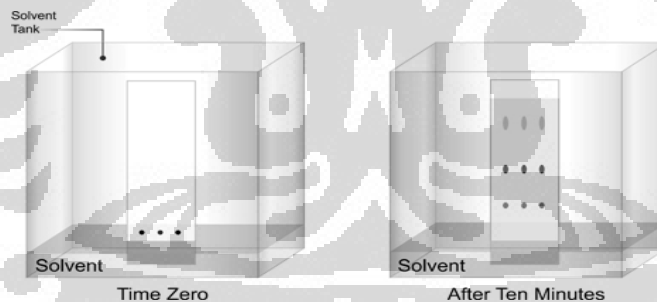
### 2.8.1 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi adalah teknik pemisahan berdasarkan perbedaan interaksi komponen-komponen dalam sampel terhadap fasa diam dan fasa gerak. Fasa diam kromatografi dibuat dalam bentuk lapisan tipis. Lapisan tipis ini berupa bahan kolom (fasa diam) yang dilipasi secara tipis dan merata pada permukaan lembaran kaca, kertas, plastik atau logam aluminium. Fasa diam yang biasa digunakan dalam KLT adalah silika dan alumina, fasa diam

lain yang digunakan ialah selulosa, resin, penukar ion dan gel. Sedangkan fasa gerak yang digunakan tergantung pada sifat kepolaran sampel yang akan dipisahkan. Kadang-kadang digunakan campuran dua atau lebih pelarut dengan tujuan untuk mendapatkan pemisahan yang lebih baik. Cara ini banyak digunakan karena adanya beberapa keuntungan diantaranya:

1. Peralatan yang digunakan sedikit
2. Pengerjaannya sederhana
3. Waktu analisis cepat
4. Pemisahannya cukup baik

Secara dasar proses pemisahan pada KLT disebabkan adanya keseimbangan yang berurutan dari komponen yang dipisahkan dalam dua fasa yaitu fasa diam dan fasa gerak.



**Gambar 2.10.** Skema kromatografi lapis tipis

Teknik pengerjaan KLT dilakukan sebagai berikut, fasa diam (pengadsorp) dilapisi pada suatu lembaran kaca atau media yang lain sebagai pendukungnya. Zat yang akan dipisahkan ditotol pada lempengan

fasa diam tersebut. Lempengan ini diletakkan tegak (agak miring) di dalam wadah dengan sedikit pelarut (fasa gerak).<sup>[22]</sup>

Pelarut naik melalui lapisan adsorben karena gaya kapiler dan campuran dalam sampel bergerak dengan kecepatan yang berbeda, tergantung kekuatan interaksinya dengan adsorben. Bila komponen campuran memiliki sifat kepolaran yang mirip dengan adsorben, maka pada akhir kromatografi akan tertahan pada plat dan sebaliknya jika sifat kepolarannya lebih mendekati fasa gerak, komponen campuran akan terelusi oleh fasa gerak sehingga memiliki nilai *retardation factor* (*Rf*) yang besar. *Retardation factor* (*Rf*) adalah nilai perbandingan jarak yang ditempuh oleh komponen campuran terhadap jarak yang ditempuh oleh eluen dalam waktu yang sama.<sup>[23]</sup>

$$Rf = \frac{\text{jarak yang ditempuh spot}}{\text{jarak yang ditempuh pelarut}}$$

Harga *Rf* dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu : jenis fasa diam, ketebalan lapisan, kadar campuran yang dipisahkan jenis pelarut yang digunakan dan jumlah zat yang ditotolkan.<sup>[22]</sup> Kromatografi lapis tipis biasanya digunakan untuk menentukan jumlah komponen dalam sampel, memonitor jalannya reaksi, menentukan efektifitas pemurnian, menentukan kondisi yang sesuai untuk kromatografi kolom dan memonitor kromatografi kolom.

Deteksi kromatogram merupakan tahap akhir yang penting dalam kromatografi. Kromatogram yang diperoleh dapat secara langsung ditentukan secara kualitatif dan kuantitatif menggunakan densitometer, yaitu *TLC Scanner*. Pengukuran densitometer dapat dilakukan berdasarkan cara absorpsi, refleksi dan transmisi. Sinar dari sumber cahaya dibentuk menjadi sinar monokromatis dengan panjang gelombang tertentu. Kemudian sinar monokromatis ini difokuskan dan diarahkan ke plat kromatografi. Sinar yang dipantulkan atau ditransmisikan oleh plat diterima oleh detektor dan dikonversi dalam bentuk puncak-puncak.<sup>[24]</sup>

### 2.8.2 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR)

Spektroskopi infra merah merupakan teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat pada suatu senyawa organik. Pada dasarnya inti-inti atom yang terikat oleh ikatan kovalen dapat mengalami getaran (vibrasi) atau osilasi. Bila suatu molekul menyerap radiasi infra merah, energi yang diserap akan menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom di dalamnya. Atom dalam molekul bervibrasi secara konstan baik berupa uluran (*stretching*) maupun tekukan (*bending*). Dengan demikian, molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi sehingga energi yang terserap ini akan dilepas kembali dalam bentuk panas bila molekul itu kembali ke keadaan dasar. Banyaknya energi yang diserap oleh suatu ikatan bergantung pada

perubahan dalam momen ikatan seperti vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Oleh sebab itu, tipe ikatan yang berbeda akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang yang berbeda pula, sehingga spektroskopi infra merah dapat digunakan untuk tujuan kualitatif yaitu untuk mengidentifikasi berbagai gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa yang diujikan.<sup>[25]</sup>

Spektrum infra merah meliputi panjang gelombang antara 2,5 – 16  $\mu\text{m}$  atau setara dengan bilangan gelombang,  $\nu = 4000 - 625 \text{ cm}^{-1}$ . Daerah antara 1300 – 1000  $\text{cm}^{-1}$  sering disebut sebagai daerah sidik jari dimana sejumlah serapan pada daerah ini merupakan karakteristik dari tiap-tiap senyawa, tetapi pada daerah ini sulit untuk menentukan gugus fungsi di dalam suatu senyawa karena terjadinya uluran dan tekukan suatu atom dalam molekulnya. Daerah yang lebih tepat untuk menentukan gugus fungsi yang spesifik dari tiap senyawa adalah daerah gugus fungsional yang berada pada bilangan gelombang 4000 hingga 1300  $\text{cm}^{-1}$ .



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

###### a. Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

1. Peralatan gelas
2. Neraca analitik
3. Kertas saring
4. Oven
5. *Furnace*
6. Penyaring *Buchner*
8. *Crucible lid*
9. *Crucible tong*

###### b. Karakterisasi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

1. Difraktometer sinar-X
2. Fluoresensi sinar-X
3. Alat uji BET (Quantachrome NovaWin2)

###### c. Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol

1. Kondensor
2. Termometer
3. Spatula
4. Labu leher dua
5. *Ring stand*
6. *Hotplate + strirrer*
7. Cawan porselen
8. Pipet Mikro
9. Corong pisah

**d. Karakterisasi asam vanilat**

1. Spektrofotometer FT-IR (Shimadzu)
2. Plat silika gel (KLT)
3. *TLC-Scanner* (CAMAG TLC Scanner 3)

**3.1.2 Bahan****a. Pembuatan Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$** 

1. Tawas /  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  (teknis)
2.  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  4%
3.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N
4.  $\text{NH}_4\text{OH}$  21%
5. Akuades

**b. Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol**

1. Asam p-hidroksi benzoat (Aldrich)
2. DMSO (Merck)
3. Gliserol
4. Aseton
5.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat
6. n-Heksana
7. anhidrat  $\text{Na}_2\text{SO}_4$
8.  $\text{NaHCO}_3$  10%
9. Etil asetat
10. Kloroform

## 3.2 Prosedur Kerja

### 3.2.1 Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  disiapkan dengan melarutkan tawas dalam aquades. Kemudian larutan tersebut ditambahkan dengan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  21% hingga pH 8-9 dan didiamkan semalaman. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci. Selanjutnya endapan dilarutkan dalam larutan  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  4% lalu disaring dan dicuci kembali. Endapan tersebut dikeringkan pada suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 16 jam. Lalu ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N (15 mL per 1 g endapan) dan endapan disaring, dicuci, dikeringkan pada suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 16 jam dan dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan analisis XRD, XRF dan uji BET.

### 3.2.2 Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol

#### a. Dengan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

Reaksi esterifikasi dilakukan dengan cara memasukkan 0,2762 g asam p-hidroksi benzoat, 0,73 g gliserol, 20 mL pelarut aseton dan 0,2 g katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  ke dalam labu bulat leher dua yang dilengkapi dengan termometer, kondensor dan *hot plate stirrer* pada suhu  $56\text{-}60^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Selain itu, juga dilakukan kondisi reaksi menggunakan 15 mL pelarut DMSO pada suhu  $170\text{-}175^\circ\text{C}$  selama 6 jam.

**b. Dengan Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Pekat**

Esterifikasi dilakukan sama dengan prosedur diatas, tetapi katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub> diganti dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat satu tetes dan dilakukan hanya dengan pelarut aseton pada suhu 56-60°C selama 24 jam.

**c. Pemurnian Hasil Reaksi**

Setelah reaksi selesai, campuran disaring untuk memisahkan katalis kemudian dicuci dengan air. Filtrat kemudian ditambahkan dengan larutan NaHCO<sub>3</sub> 10% sampai tidak terbentuk lagi CO<sub>2</sub>. Filtrat kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah yang telah berisi kloroform lalu dikocok. Campuran dicuci sebanyak 3 kali. Hal ini bertujuan agar ester yang terbentuk terpisah dari pengotor yang bersifat polar. Kemudian fasa organik dipisahkan dari fasa airnya, ditambahkan dengan anhidrat Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, lalu disaring. Setelah disaring, kemudian pelarutnya diuapkan.

**d. Uji Hasil Reaksi Esterifikasi**

Senyawa ester yang dihasilkan masing-masing diuji dengan KLT menggunakan pelarut pengembang etil asetat dan n-heksana dengan perbandingan 2:7. Setelah produk ester dilakukan pemurnian dianalisis dengan instrumentasi FT-IR.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

Pada pembuatan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  digunakan tawas/alum sebagai sumber aluminium. Penggunaan tawas diharapkan untuk mendapatkan katalis dengan bahan baku yang lebih murah. Pembuatan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dilakukan dengan teknik impregnasi boehmite dengan larutan asam sulfat. Awalnya katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dibuat dengan cara menggerus padatan tawas sampai diperoleh padatan halus. Alum yang telah halus tersebut dilarutkan dalam aquades sampai larut sempurna.

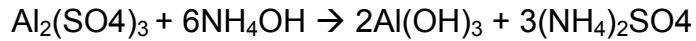
Reaksi yang terjadi:



Selanjutnya larutan tersebut ditambah dengan larutan amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) hingga diperoleh pH larutan berkisar 8-9 (pengukuran pH menggunakan pH indikator universal). Hal ini menyebabkan terbentuknya gel putih yang secara cepat menjadi semakin banyak, gel tersebut merupakan aluminium hidroksida [ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ]. Oleh karena pada penelitian ini diinginkan pembentukan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang berasal dari boehmite, maka dilakukan kontrol pH pada kisaran pH 8-9, karena pada kisaran pH ini akan terbentuk endapan gel berwarna putih dari kristal boehmite. Gel ini didiamkan semalaman agar

terbentuk endapan berupa sol aluminium hidroksida dan mempermudah dalam proses penyaringan.

Reaksi yang terjadi:



Aluminium hidroksida yang terbentuk dicuci dengan aquades dan disaring sampai kering. Pencucian dilakukan untuk menghilangkan sisa-sisa basa yang masih ada dalam endapan serta melarutkan ion-ion yang dapat terbuang dalam air. Setelah itu, endapan disuspensikan dalam larutan  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  agar endapan yang diperoleh tidak mudah larut bila berada dalam larutan asam atau basa kuat. Selanjutnya endapan dicuci dan disaring kembali serta dikeringkan pada suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 16 jam untuk menghilangkan air yang terdapat dalam aluminium hidroksida.

Reaksi yang terjadi:



Padatan putih yang telah dikeringkan itu ditambahkan larutan 15 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N per 1 gram padatan, lalu disaring, dicuci dan dikeringkan kembali serta dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 4 jam sehingga terbentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ .

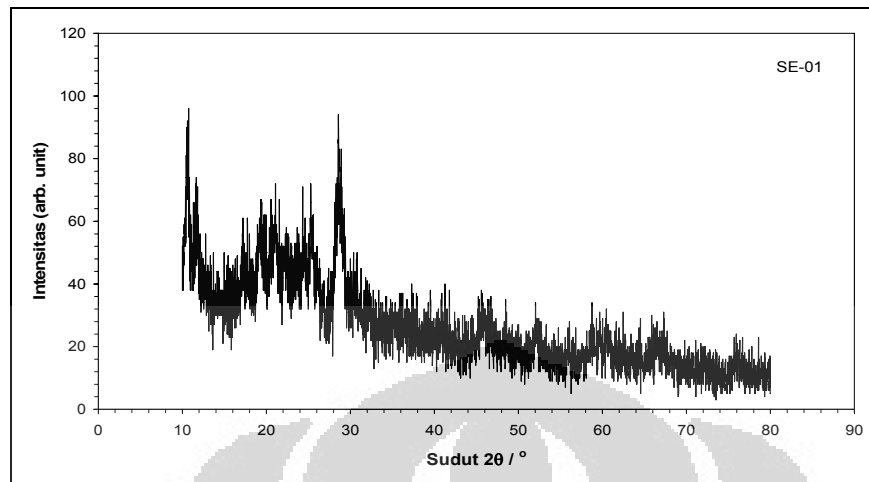
Pemilihan suhu kalsinasi sebesar  $600^\circ\text{C}$  karena diharapkan boehmite dapat membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang mempunyai luas permukaan besar, volume pori besar dan stabil pada berbagai rentang suhu reaksi katalitik. Selain itu, menurut Anton A. Kiss<sup>(4)</sup>, suhu kalsinasi  $600\text{-}700^\circ\text{C}$  merupakan suhu optimum yang mempengaruhi aktivitas katalis secara kuat. Kalsinasi

bertujuan mengeluarkan senyawa-senyawa organik yang mungkin masih terdapat dalam rongga atau pori katalis sehingga struktur pori katalis menjadi lebih terbuka dan untuk meningkatkan kekuatan fisik pellet katalis sehingga dihasilkan katalis yang lebih kristalin dan berwarna putih.

## **4.2 Karakterisasi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$**

### **4.2.1 Analisis Difraksi Sinar X (XRD)**

Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar X untuk membuktikan struktur katalisnya. Hasil pengukuran ini didapatkan nilai sudut difraksi ( $2\theta$ ), nilai jarak bidang kristal ( $d$ ) dan nilai intensitasnya. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar dari literatur untuk mengetahui apakah katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hasil sintesis sesuai atau tidak dengan literatur. Dengan melihat secara keseluruhan puncak difraktogram yang cukup tajam dan tidak melebar, dapat diketahui tingkat kristanilitasnya. Kristalinitas perlu diketahui agar memberikan informasi mengenai tingkat kesempurnaan struktur kristal katalis, sehingga dengan tingkat kristal yang baik akan memberikan reaksi katalitik yang optimum. Hasil analisis XRD dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



**Gambar 4.1.** Difraktogram katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

**Tabel 4.1.** Data analisis difraksi sinar-x katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$		$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ standar	
$2\theta$	Intensitas relatif (%)	$2\theta$	Intensitas relatif (%)
28.52	100	67.03	100
20.99	56.27	45.86	71
25.44	55.74	37.6	47
19.44	50.46	39.49	31
45.43	22.18	19.45	12

Berdasarkan data XRD di atas, terlihat bahwa terdapat 2 nilai  $2\theta$  dari katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  yaitu pada 19,44 dan 45,43, yang mempunyai kemiripan dengan nilai  $2\theta$  dari  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  standar (19,45 dan 45,86) walaupun nilai intensitasnya berbeda. Selain itu, pada difraktogram memperlihatkan puncak-puncak yang melebar. Hal ini menunjukkan katalis hasil sintesis memiliki kristalinitas yang masih rendah. Oleh karena itu, dapat disimpulkan

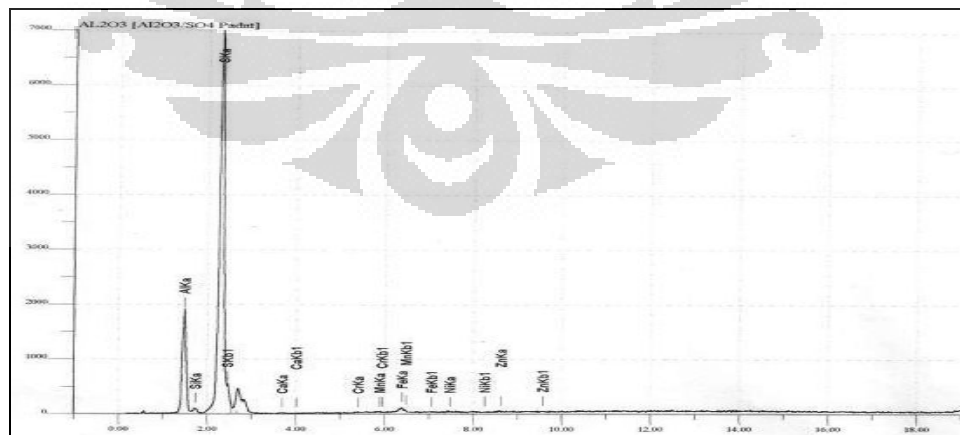


bahwa katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hasil sintesis kurang sesuai dengan standar  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Perbedaan data puncak-puncak karakteristik mungkin disebabkan oleh sol alumunium hidroksida yang tidak di-*aging* dalam proses pembuatan katalis. Proses *aging* ini bertujuan untuk menata struktur kristal agar lebih teratur sehingga akan didapatkan katalis yang lebih kristalin.

#### 4.2.2 Analisis Floresensi Sinar X

Analisis XRF digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip pengukuran XRF didasarkan pada energi emisi yang dihasilkan oleh elektron yang mengisi kekosongan elektron pada kulit lebih dalam, energi emisi untuk setiap atom ialah khas sehingga dapat digunakan untuk analisis. Spektrum hasil analisis dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan Lampiran 5.



**Gambar 4.2.** Spektrum XRF katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

**Tabel 4.2.** Data analisis XRF

% Berat			
Unsur		Senyawa	
Al	S	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S
40,4175	57,1955	60,2927	36,6757

Berdasarkan data di atas, terlihat bahwa terdapat unsur Al dalam bentuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan unsur S pada katalis hasil sintesis. Hal ini menunjukkan proses impregnasi boehmit dalam larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> telah berlangsung dengan baik dan telah terbentuk juga Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang diharapkan. Pada grafik XRF muncul beberapa puncak untuk logam lain seperti Si, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni dan Zn tetapi jumlahnya sangat kecil sehingga dapat diabaikan. Hal ini disebabkan karena logam-logam tersebut merupakan pengotor yang berasal dari bahan dasar pembuatan katalis.

#### 4.2.3 Analisis BET

Analisis BET digunakan untuk menentukan luas permukaan, ukuran dan volume pori dari suatu padatan berpori berdasarkan proses adsorpsi gas N<sub>2</sub>. Kondisi pengukuran katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub> yang dilakukan yaitu berat katalis sebesar 0,2 g dengan suhu gas N<sub>2</sub> sebesar 300°C dan proses analisis berlangsung selama 201,2 menit. Data hasil analisis BET dapat dilihat pada Lampiran 4.

Dari hasil analisis BET, dapat diketahui bahwa katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hasil sintesis memiliki luas permukaan sebesar  $4,13 \text{ m}^2/\text{g}$ , volume pori sebesar  $0,01426$  dan diameter pori sebesar  $13,14 \text{ nm}$ . Luas permukaan yang kecil ini disebabkan waktu kalsinasi yang kurang sehingga masih terdapat senyawa-senyawa organik dalam katalis hasil sintesis. Selain itu, masih terdapatnya garam aluminium sulfat sehingga jumlah aluminium hidroksida yang terbentuk hanya sedikit. Dengan begitu, alumina yang diperoleh setelah kalsinasi pun menjadi sedikit sehingga menyebabkan luas permukaan yang kecil. Menurut percobaan sebelumnya<sup>[4]</sup>, penambahan sulfat dapat menurunkan luas permukaan katalis karena mungkin dapat menutupi permukaan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dan semakin banyak kadar sulfat yang ditambahkan maka luas permukaan akan semakin menurun.

#### **4.3 Uji Daya Katalitik $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ Melalui Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol**

Uji daya katalitik  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dilakukan melalui uji aktivitas katalis pada reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol yang mempunyai 3 gugus hidroksil. Pada uji katalitik akan diketahui seberapa besar kemampuan katalis untuk mengkonversi suatu reaktan menjadi produknya. Pada uji daya katalitik ini, pemilihan gliserol sebagai alkohol dalam reaksi esterifikasi karena memiliki 2 jenis alkohol yaitu alkohol primer

dan alkohol sekunder sehingga akan terlihat seberapa besar aktivitas katalitik katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ .

Uji daya katalitik dilakukan dengan 2 jenis pelarut, variasi katalis dan variasi waktu. Penggunaan 2 jenis pelarut bertujuan untuk memberikan kondisi suhu reaksi yang berbeda pada katalis heterogen  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ , pada pelarut aseton ( $56\text{-}60^\circ\text{C}$ ) katalis heterogen akan dibandingkan dengan katalis homogen dan pada pelarut DMSO ( $170\text{-}175^\circ\text{C}$ ) dilakukan variasi waktu reaksi untuk katalis heterogen. Produk ester yang dihasilkan dianalisis menggunakan kromatografi lapis tipis, *TLC Scanner* dan FTIR.

#### **4.4 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi**

##### **4.4.1 Analisis Kromatografi Lapis Tipis**

Analisis KLT digunakan untuk uji kualitatif dan kuantitatif produk ester yang terbentuk. Uji kualitatif KLT dilakukan dengan membandingkan nilai  $R_f$  antara bercak hasil reaksi esterifikasi dengan asam p-hidroksi benzoat sebagai standar. Sementara itu, uji kuantitatif digunakan untuk mengetahui seberapa banyak substrat yang terkonversi menjadi produk ester. Perhitungan nilai  $R_f$  dan % konversi dapat dilihat pada lampiran.

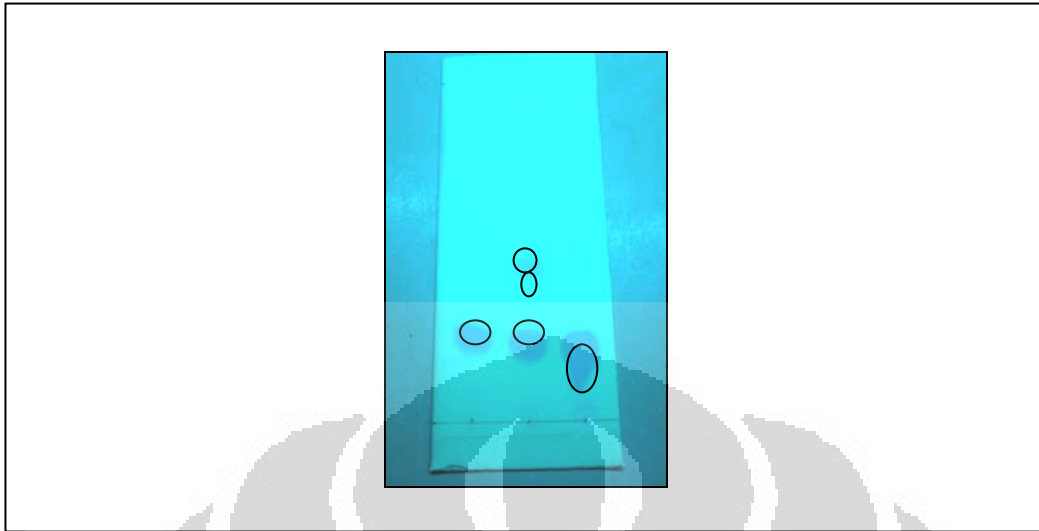
Analisis KLT dilakukan dengan cara menotolkan sampel pada plat kromatografi lapis tipis. Fasa diam berupa silika dan fasa gerak yaitu n-heksana : etil asetat (7:2) yang merupakan komposisi optimal fasa gerak untuk analisis ini.

Analisis kuantitatif diperoleh dari hasil identifikasi bercak pada plat kromatogram dengan *TLC Scanner*. Dengan alat ini maka bercak-bercak tersebut diubah menjadi kurva kromatogram, dimana luas kurva yang terbentuk sebanding dengan kadar senyawa yang membentuk bercak.<sup>(22)</sup>

a. Reaksi Esterifikasi Menggunakan Pelarut Aseton

Reaksi esterifikasi menggunakan pelarut aseton bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  pada kondisi suhu rendah. Reaksi dilakukan pada kondisi sebagai berikut: asam p-hidroksi benzoat= 0,2762 g, gliserol= 0,73 g, aseton = 20 mL, waktu reaksi= 24 jam, berat katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  = 0,2 g dan suhu reaksi 56-60°C. Selain itu, dilakukan juga reaksi esterifikasi menggunakan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat sebagai pembandingnya dengan kondisi reaksi sebagai berikut: asam p-hidroksi benzoat= 0,2762 g, gliserol= 0,73 g, aseton = 20 mL, waktu reaksi= 24 jam,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat 1 tetes dan suhu reaksi 56-60°C.

Setelah reaksi berlangsung, awalnya dilakukan dahulu uji KLT hasil reaksi esterifikasi setelah pemanasan 6 jam terhadap katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Dari hasil uji KLT menunjukkan reaksi dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat telah menghasilkan bercak baru selain bercak standar. Namun, intensitas warna bercak masih rendah sehingga dianggap produk ester yang terbentuk masih sedikit. Berdasarkan hasil uji KLT tersebut maka reaksi dilanjutkan sampai 24 jam. Hasil analisis KLT setelah 24 jam dapat dilihat pada plat silika di bawah ini.



**Gambar 4.3.** Hasil KLT reaksi esterifikasi menggunakan pelarut aseton

Pada Gambar 4.3. terlihat ada 3 totalan, yaitu: asam p-hidroksi benzoat(a), produk ester dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat(b) dan produk ester dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ (c). Pada totalan produk ester dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  memberikan 3 bercak dengan nilai Rf sebesar 0,14, 0,23 dan 0,37, dengan % konversi ester total sebesar 55,74 %. Bercak dengan nilai Rf 0,14 mendekati dengan nilai Rf yang dihasilkan oleh bercak asam p-hidroksi benzoat sebagai standar yaitu 0,15. Oleh karena itu, dapat dikatakan bercak tersebut merupakan bercak dari asam p-hidroksi benzoat sedangkan untuk nilai Rf sebesar 0,23 dan 0,37 merupakan bercak dari ester yang terbentuk. Namun, untuk nilai Rf 0,23 (diester) intensitas warnanya lebih tipis dibandingkan dengan nilai Rf 0,37 (triester). Hal ini menandakan bahwa produk ester yang dihasilkan dengan nilai Rf 0,37 lebih banyak daripada produk ester dengan nilai Rf 0,23.

Sementara itu, pada totalan dari produk ester dengan katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  hanya memberikan satu bercak dengan nilai Rf sebesar 0,14 yang merupakan asam p-hidroksi benzoat sebagai standar. Dari analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa reaksi esterifikasi dengan katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  belum menghasilkan produk ester.

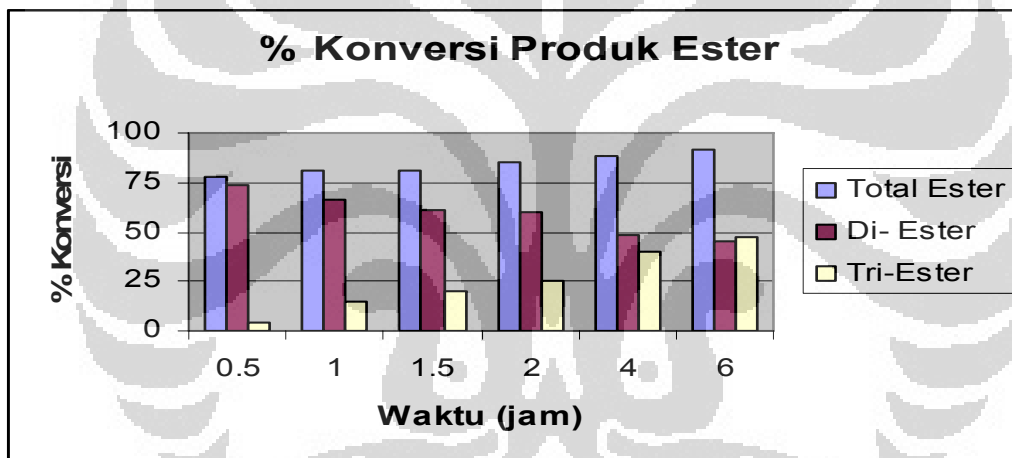
Pada kondisi suhu reaksi 56-60°C aktivitas katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  belum terlihat bila dibandingkan dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Hal ini terjadi karena katalis heterogen membutuhkan proses interaksi antara reaktan pada permukaan katalis sehingga diperlukan kondisi lain. Kondisi tersebut dapat diberikan dengan cara waktu kontak yang lebih lama antara substrat dengan katalis atau diberikan suhu reaksi yang lebih tinggi untuk meningkatkan aktivitas dari katalis tersebut agar mencapai energi aktivasi reaksi dan mempercepat pembentukan ester.

#### b. Reaksi Esterifikasi Menggunakan Pelarut DMSO

Pada kondisi reaksi ini digunakan DMSO sebagai pelarut untuk memberikan suhu yang lebih tinggi daripada pelarut aseton sehingga diharapkan aktivitas  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dapat terlihat. Reaksi dilakukan dengan kondisi sebagai berikut: asam p-hidroksi benzoat= 0,2762 g, gliserol= 0,73 g, DMSO= 15 mL, berat katalis= 0,2 g dan suhu reaksi 170-175°C. Hasil uji KLT dapat dilihat pada Lampiran 6. Untuk % konversi hasil reaksi dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.4.

**Tabel 4.3.** Data hasil esterifikasi dengan variasi waktu reaksi katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

Waktu (jam)	% Konversi		
	Diester	Triester	Total Ester
0,5	73,19	4,73	77,92
1	66,13	15,01	81,14
1,5	61,41	19,81	81,22
2	59,89	25,40	85,29
4	48,43	40,17	88,60
6	45,53	47,45	92,98



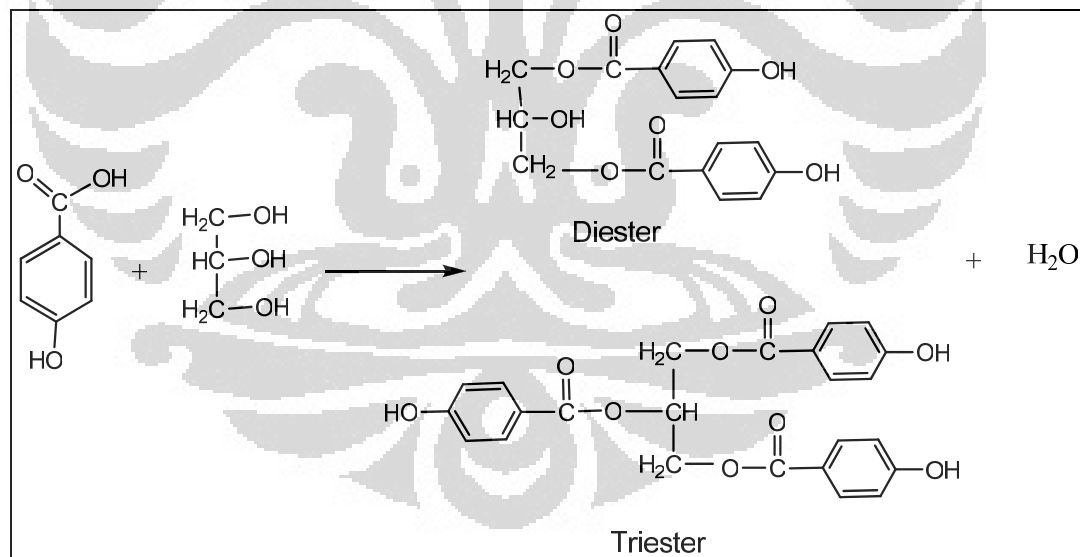
**Gambar 4.4.** Hubungan % konversi produk ester dengan waktu reaksi

Dari data tabel dan grafik di atas dapat diketahui bahwa ternyata dengan suhu yang lebih tinggi daripada pelarut aseton, katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dapat mengkonversi asam p-hidroksi benzoat menjadi produk ester. Selain itu, dari grafik terlihat bahwa semakin lama waktu reaksi maka diperoleh % konversi yang semakin tinggi, dengan waktu yang lebih lama diharapkan



kontak antara katalis dan substrat berlangsung lebih lama sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak.

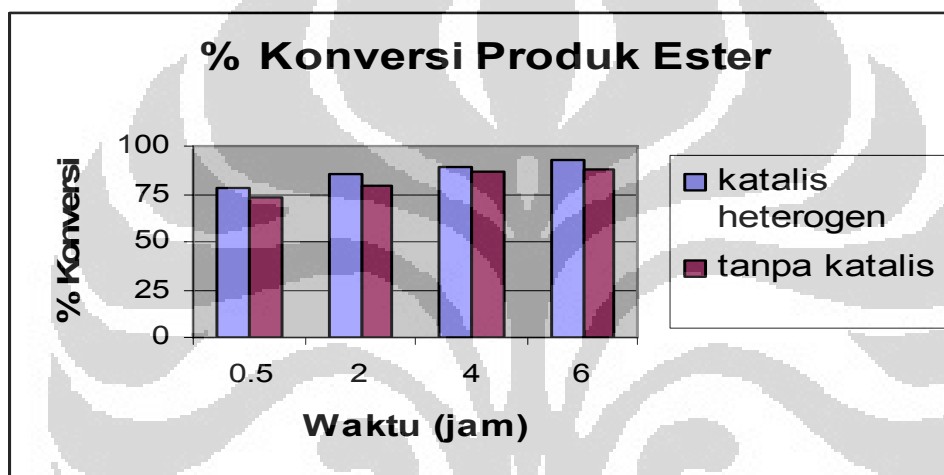
Dari data tabel dan grafik dapat juga diperoleh informasi tahapan produk ester yang terbentuk. Dilihat dari % konversi, produk ester yang lebih terbentuk ialah diester lalu berubah menjadi triester. Laju esterifikasi suatu asam karboksilat bergantung pada halangan sterik dalam alkohol dan asam karboksilat. Hal ini terjadi karena produk diester melibatkan -OH alkohol primer yang lebih reaktif daripada -OH alkohol sekunder sehingga lebih mudah untuk membentuk produknya.<sup>[1]</sup> Produk ester yang mungkin terbentuk dapat dilihat pada reaksi di bawah ini:



Untuk reaksi tanpa katalis, % konversi yang dihasilkan sebesar 73,45% untuk waktu 0,5 jam setelah pemanasan dan data secara lengkap dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

**Tabel 4.4.** Data hasil esterifikasi tanpa katalis

Waktu (jam)	% Konversi		
	Diester	Triester	Total Ester
0,5	70,20	3,25	73,45
2	67,08	12,16	79,24
4	48,05	38,07	86,22
6	38,41	49,94	88,35

**Gambar 4.5.** Perbandingan % konversi ester total antara katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dengan tanpa katalis

Berdasarkan data di atas dapat dikatakan reaksi tanpa katalis dapat berlangsung dengan baik. Hal ini terjadi karena suhu yang diberikan pada reaksi cukup tinggi sehingga reaksi dapat berlangsung cepat, dengan suhu yang tinggi memungkinkan terjadi tumbukan yang intensif antar substrat sehingga akan membantu reaksi esterifikasi. Walaupun begitu % konversi untuk reaksi tanpa katalis lebih kecil dibandingkan reaksi dengan katalis,

sehingga keberadaan katalis juga dapat mempengaruhi reaksi esterifikasi walaupun kurang signifikan. Hal ini dapat dikatakan bahwa katalis dan suhu bekerja sama untuk mencapai energi aktivasi dari reaksi esterifikasinya.

#### 4.4.2 Analisis FT-IR

##### a. Analisis FT-IR Ester dengan Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat

Spektrometri FT-IR merupakan metode yang digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada suatu senyawa. Spektrum yang dihasilkan berupa puncak serapan pada daerah panjang gelombang tertentu. Identifikasi gugus fungsi dari puncak serapan yang terdapat pada spektrum dapat dilihat pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5.** Identifikasi gugus fungsi spektrum FT-IR ester dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat

No.	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Identifikasi Gugus Fungsi
1.	3377,36	-OH fenolik
2.	2922,16	-CH <sub>2</sub> - -CH-
3.	1745,58	C=O ester
4.	1278,81	C-O ester

Puncak serapan ester yang khas terdapat pada bilangan gelombang 1720-1750 cm<sup>-1</sup> yaitu untuk mengidentifikasi gugus karbonil (C=O) ester. Selain itu, uluran C-O ester terlihat pada bilangan gelombang 1278,81 cm<sup>-1</sup>

dan -OH fenolik pada  $3377,36 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan pada  $2922,16 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus alkil yang berasal dari gliserol. Berdasarkan data spektrum FT-IR telah menunjukkan pembentukan suatu ester.

Berdasarkan hasil spektrum FT-IR, dapat terlihat bahwa 3 gugus hidroksil pada gliserol hampir terkonversi secara keseluruhan menjadi ester. Hal ini didukung oleh data berdasarkan uji KLT, produk ester yang terbentuk masih berupa campuran diester dan triester. Namun, intensitas warna bercak diester lebih tipis dari pada bercak triester sehingga campuran tersebut lebih dominan terbentuk triester.

#### b. Analisis FT-IR Ester dengan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

Untuk Identifikasi gugus fungsi dari puncak serapan yang terdapat pada spektrum dari produk ester dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

**Tabel 4.6.** Identifikasi gugus fungsi spektrum FT-IR ester dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

No.	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Identifikasi Gugus Fungsi
1.	3381,21	-OH alkohol
2.	2918,30	-CH <sub>2</sub> - -CH-
3.	1714,72	C=O ester
4.	1267,23	C-O ester

Gugus C=O ester menyerap dalam daerah frekuensi  $1720-1750\text{ cm}^{-1}$ . dan diperkuat dengan uluran C-O ester yang terlihat pada bilangan gelombang  $1267,23\text{ cm}^{-1}$ . Akan tetapi ester yang dihasilkan memiliki puncak serapan C=O ester yang lebih kecil dari  $1720-1750\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini dikarenakan adanya konjugasi dari benzena yang berasal dari asam p-hidroksi benzoat.<sup>(3)</sup>

Puncak serapan O-H fenolik yang berasal dari asam p-hidroksi benzoat tidak tampak dengan jelas. Hal ini dikarenakan puncak serapan O-H fenolik tertutup dengan puncak serapan dari O-H hidroksi yang berasal dari gliserol.

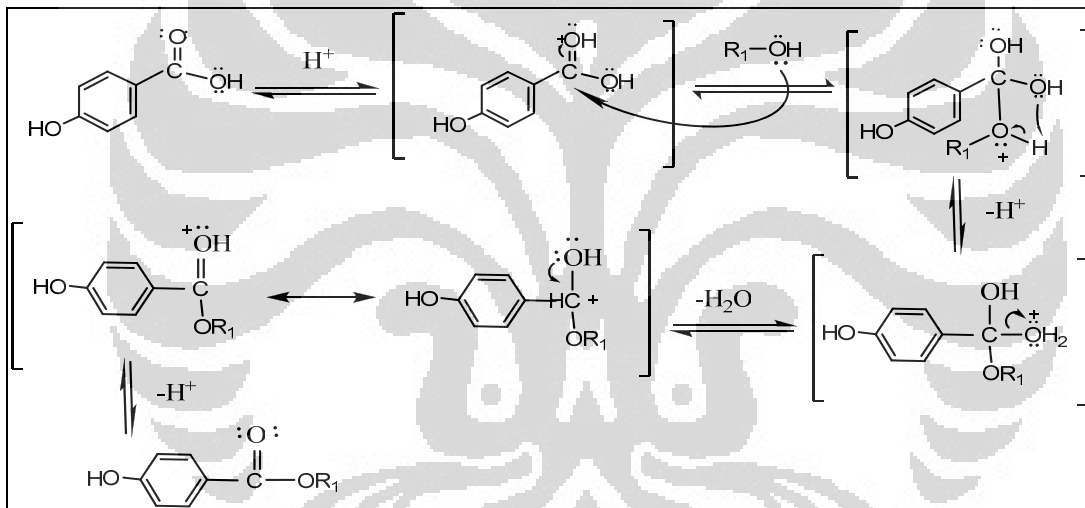
Dari hasil spektrum FT-IR dapat terlihat bahwa masih ada gugus -OH dari gliserol yang belum terkonversi menjadi ester. Hal ini dikarenakan pada reaksi esterifikasi dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  didapatkan produk ester yang masih merupakan campuran antara diester dan triester dengan perbedaan persen konversi keduanya yang tidak terlalu jauh, sehingga pada pengukuran FT-IR masih terdapat gugus O-H alkohol dari gliserol.

#### **4.5 Mekanisme Reaksi**

Esterifikasi merupakan sebutan untuk proses pembuatan ester dari asam karboksilat dan alkohol. Esterifikasi antara asam karboksilat dan alkohol membutuhkan katalis asam dan bersifat reversibel karena berkesetimbangan dengan air sebagai hasil sampingnya. Katalis asam diperlukan pada reaksi esterifikasi karena gugus pergi yang dimiliki oleh

asam karboksilat bersifat kurang reaktif sehingga dengan penambahan katalis diharapkan reaksi akan berlangsung lebih cepat.

Mekanisme reaksi pembentukan ester untuk katalis homogen yaitu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dalam larutan asam diawali dengan protonasi oksigen karbonil sehingga meningkatkan elektrofilitas dari karbon karbonil. Kemudian karbon positif yang bermuatan positif parsial diserang oleh alkohol nukleofil dan selanjutnya terjadi eliminasi air sehingga menghasilkan ester. Mekanisme reaksi dapat dilihat pada gambar di bawah ini.

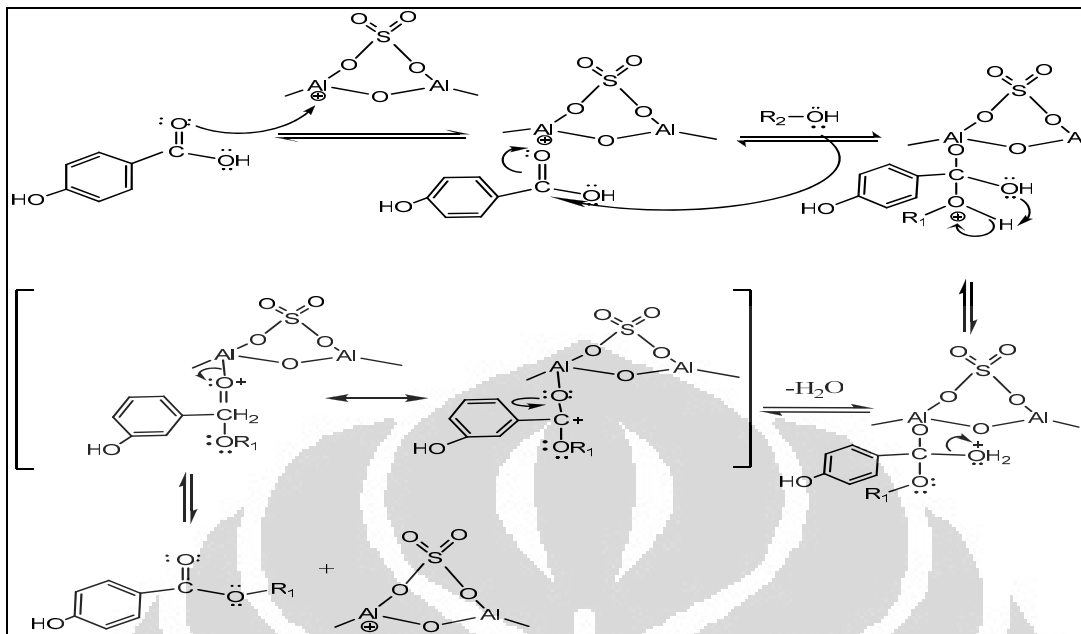


**Gambar 4.6.** Mekanisme reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat

Sementara itu untuk katalis heterogen, mekanisme reaksi esterifikasi melalui jalan yang sama dengan katalis homogen, diawali dengan proses protonasi oksigen karbonil. Pada katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  yang berperan dalam reaksi yaitu sisi asam Lewisnya. Keberadaan sisi asam Lewis pada

permukaan tersulfat diasumsikan karena terjadi penarikan elektron dari ion logam sehingga kesempatan ion Al untuk menerima elektron lebih besar.<sup>[4]</sup> Selain itu, awal untuk memperoleh sisi asam Lewis diasumsikan berlangsung selama proses preparasi. Larutan asam sulfat akan memprotonasi hidroksil alumina, lalu terjadi eliminasi air baik sebelum atau selama proses kalsinasi sehingga menghasilkan ikatan Al-O-S.<sup>[26]</sup>

Untuk mengetahui sisi asam Lewis dan Brønsted yang terdapat pada katalis, dilakukan uji keasaman katalis dengan metode adsorpsi amonia. Spektrum FT-IR dari katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub> sebelum dan setelah diadsorpsi amonia dapat dilihat pada Lampiran 14. Pada spektrum FT-IR dari katalis yang telah diadsorpsi amonia terlihat adanya koordinasi yang kuat antara amonia dengan ion aluminium pada bilangan gelombang 3142 cm<sup>-1</sup> (menunjukkan sisi asam Lewis). Sementara serapan pada bilangan gelombang 1392 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya spesi NH<sub>4</sub><sup>+</sup> dari amonia yang teradsorpsi pada sisi asam Brønsted.<sup>[27]</sup> Mekanisme reaksi yang diperkirakan dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



**Gambar 4.7.** Mekanisme reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dengan gliserol menggunakan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dapat terbuat dari tawas sebagai sumber aluminium tetapi hasilnya belum optimum.
2. Dari hasil esterifikasi dengan pelarut aseton, untuk katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat menghasilkan % konversi ester total sebesar 55,74%, sedangkan untuk katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  belum menghasilkan produk ester.
3. Dari hasil esterifikasi dengan pelarut DMSO selama 6 jam reaksi, untuk katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  diperoleh % konversi ester total sebesar 92,08%, sedangkan untuk tanpa katalis diperoleh % konversi ester total sebesar 88,35%.
4. Aktivitas katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  pada reaksi esterifikasi asam p-hidroksi benzoat dan gliserol membutuhkan kondisi suhu yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan katalis homogen  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
5. Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  memberikan persen konversi ester yang semakin tinggi seiring dengan bertambahnya waktu reaksi.

## 5.2 Saran

1. Untuk pembuatan katalis sebaiknya digunakan sumber aluminium yang lebih murni.
2. Pada proses pembuatan katalis, sol aluminium hidroksida yang dihasilkan diaging terlebih dahulu agar katalis yang terbentuk lebih kristalin.
3. Perlu dilakukan pembuatan katalis dengan variasi konsentrasi larutan  $H_2SO_4$  agar terlihat lebih jelas pengaruhnya terhadap luas permukaan katalis dan daya katalitik katalis.
4. Dilakukan pengukuran yang lebih spesifik untuk mengetahui secara pasti senyawa ester yang terbentuk.

## DAFTAR PUSTAKA

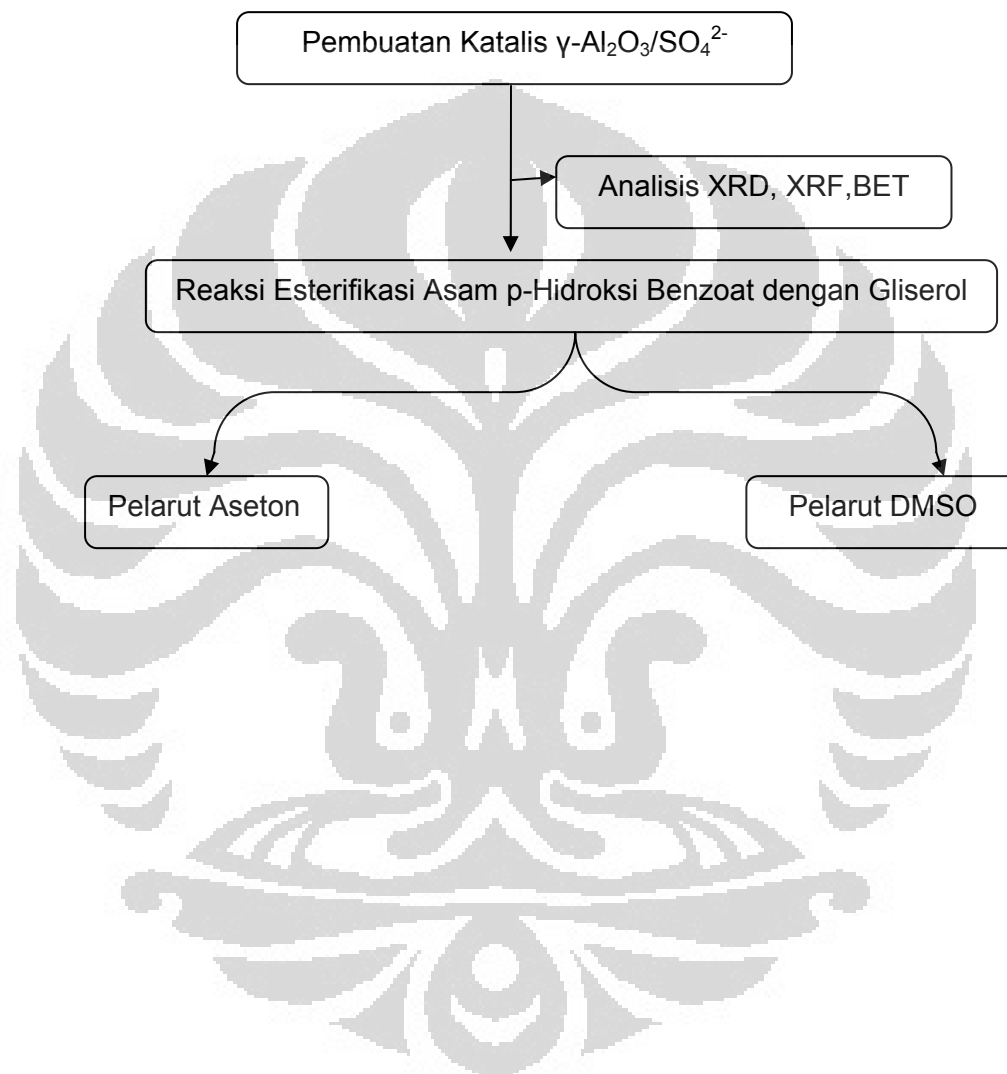
1. Fessenden dan Fessenden. 1986. *Kimia Organik*. Jilid 2. Jakarta: Penerbit Erlangga.
2. Nurulita, Intan. 2007. Sintesis Ester Glukovanilat dari Vanilin. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
3. Ali, Ridwan. 2008. Sintesis Ester Arabinovanilat dengan Metode Fischer Menggunakan Pelarut Aseton. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
4. A.H. Mekhemer, Gamal, Hussein A. Khalaf, Seham A.A. Mansour dan Ahmed K.H. Nohman. 2005. *Sulfated Alumina Catalyst: Consequences of Sulfate Content and Source*. Chemical Monthly, p. 2007-2016.
5. Kiss, Anton A, Alexandre C. Dimian & Gadi Rothenberg. 2007. *Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation Powered by Metal Oxides*. J. Energy & Fuels. American Chemical Society, p. 598-604.
6. Wibowo, Widajanti. 2004. *Hand out Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
7. Atkins, P. W. 1997. *Kimia Fisik Jilid 2*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
8. Katalis dan Produknya di Indonesia. <http://majarimagazine.com/2007/11>.

23 Desember 2008 pk 09.45 WIB.

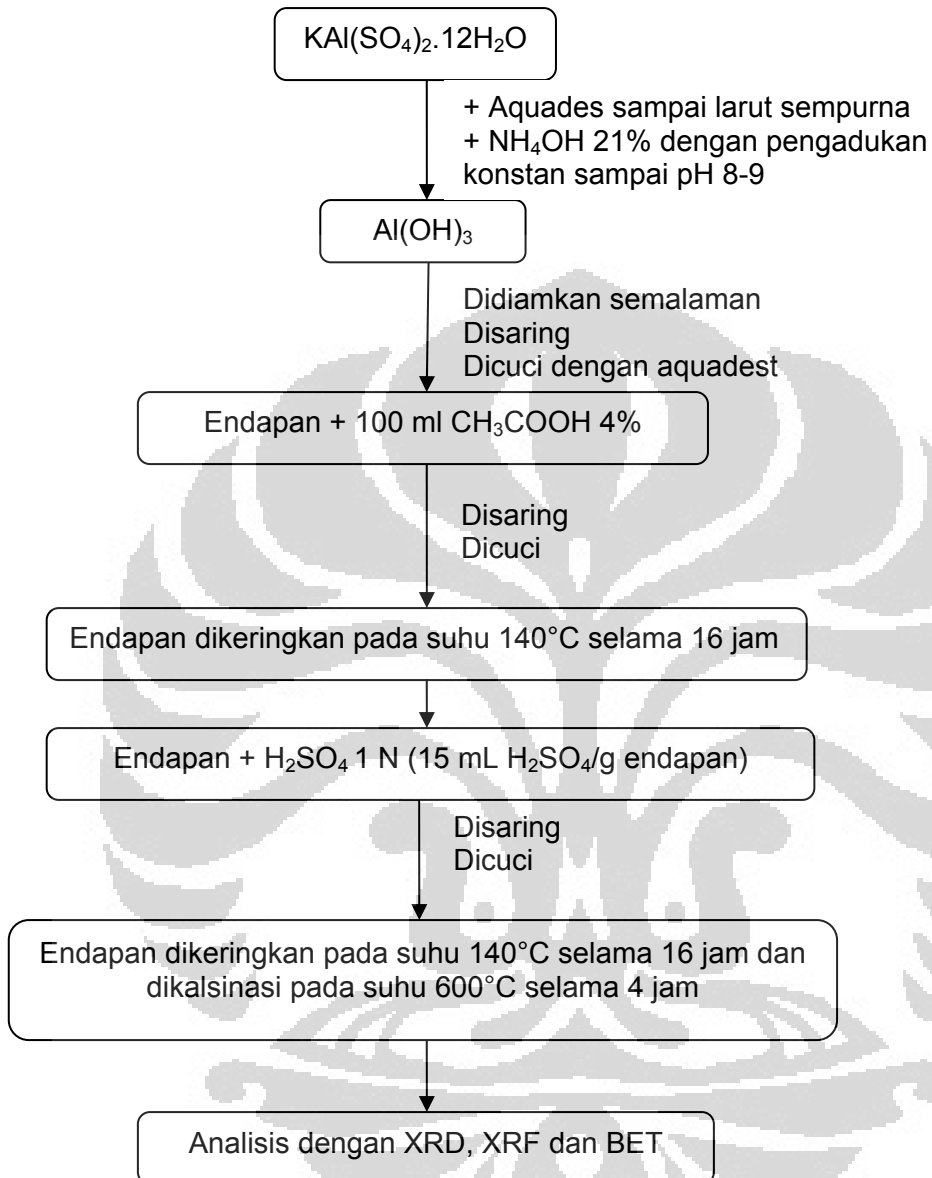
9. Utari, Tresye. 2007. *Hand Out Kuliah Sistem Fasa*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
10. Handoko,D. Setyawan P. 2003. *Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton*. Jember: Jurnal Ilmu Dasar Vol. 4 No. 2: 70-76.
11. Catalyst Fundamental. [www.dielselset.com](http://www.dielselset.com). 23 Desember 2008 pk 09.40 WIB.
12. Andriyani. 2005. *Senyawa Heteropolyacid dan Garam-Garamnya Sebagai Katalis Pada Sistem Heterogen Dalam Pelarut Organik*. Sumatera Utara: Jurusan Kimia FMIPA USU.
13. Tanabe, K., et. Al. 1981. *Solid Acid and Base Catalyst*. Catalyst Science and Technology, Vol. 2. New York.
14. Aluminium Hidroksida. [http://id.wikipedia.org/wiki/Aluminium\\_oxida](http://id.wikipedia.org/wiki/Aluminium_oxida). 23 Desember 2008 pk 09.40 WIB.
15. Augustine, R. L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemistry*. New York: Marcel Dekker Inc.
16. 4-Hydrokxybenzoic acid. [http://en.wikipedia.org/wiki/4-Hydroxybenzoic\\_acid](http://en.wikipedia.org/wiki/4-Hydroxybenzoic_acid). 9 Januari 2009 pk 12.18 WIB.
17. Glycerol. <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol>. 9 Januari 2009 pk 12.30 WIB.
18. Sulfuric Acid. <http://en.wikipedia.org/wiki/sulfuricacid>. 8 Mei 2009 pk 11.00 WIB.

19. Bulan, Rumondang. 2004. *Reaksi Asetilasi Eugenol Dan Oksidasi Metil Iso Egenol*. Sumatera Utara: USU digital library.
20. Hura, Calvin. 2007. *Sintesis Biodiesel (Metil Ester) Melalui Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Menggunakan Katalis Heterogen Gamma  $Al_2O_3$  dengan Impregnasi KOH dan  $K_2CO_3$* . Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
21. X-Ray Fluorescence Spectroscopy.  
<http://www.fastcomtec.com/fwww/xray/xrf.html>. 30 Desember 2008 pk 11.00 WIB.
22. Sunardi. 2006. *Diktat Kuliah Cara-Cara Pemisahan*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
23. Padmawinata, Kosasih. 1991. *Pengantar Kromatografi*. Bandung: ITB.
24. Cernalia, Dharnita. 2008. *Analisis Aspartam Dalam Minuman Ringan Secara KLT Densitometer*. Karya Utama Sarjana Farmasi Ekstensi. Departemen Farmasi FMIPA UI.
25. Fleming, I & Williams, D.H. 1980. *Spectroscopic methods in organic chemistry*: London: McGraw-Hill
26. Peri, J. B. 1965. *Infrared Study of Adsorption of Ammonia on Dry  $\gamma$ -Alumina*. Indiana: American Oil Company, Vol.69.
27. Lewis, Jenny M. dan Ronald A. Kydd. 1991. *Adsorption Mechanism of Phosporic Acid on  $\gamma$ -Alumina*. J. of Catalysis, p. 465-471.

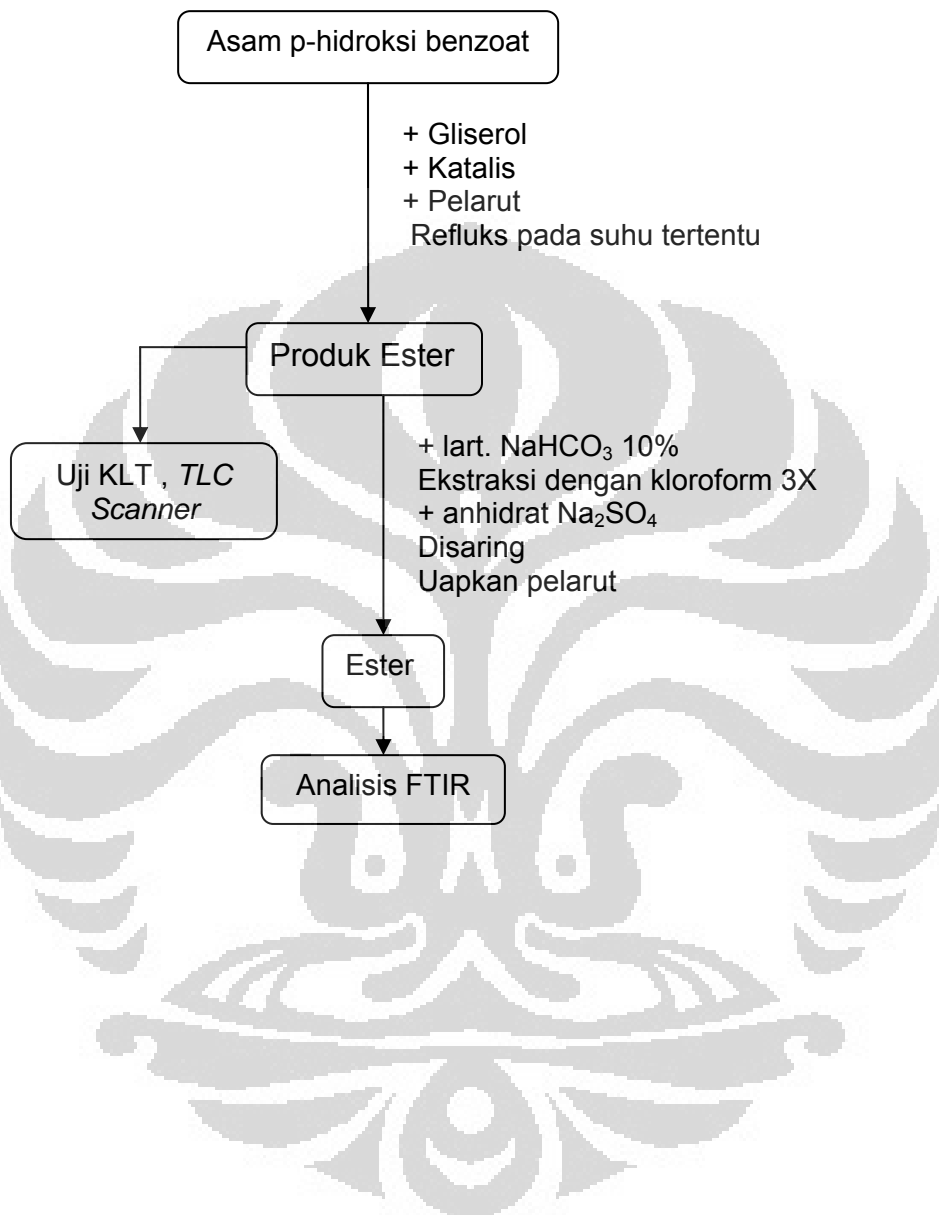
## Lampiran 1 : Diagram Alir Prosedur Kerja



### Pembuatan Katalis $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$



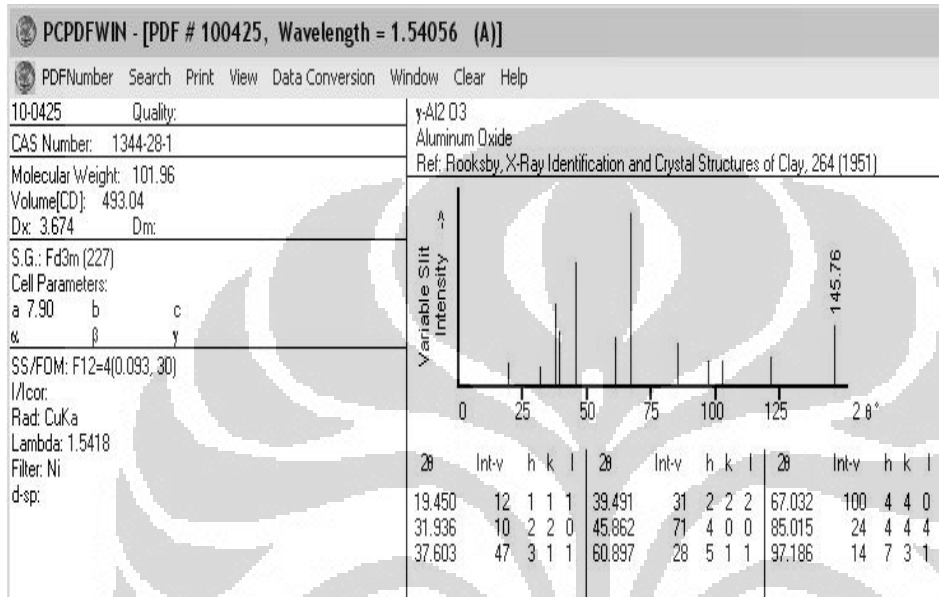
## Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol



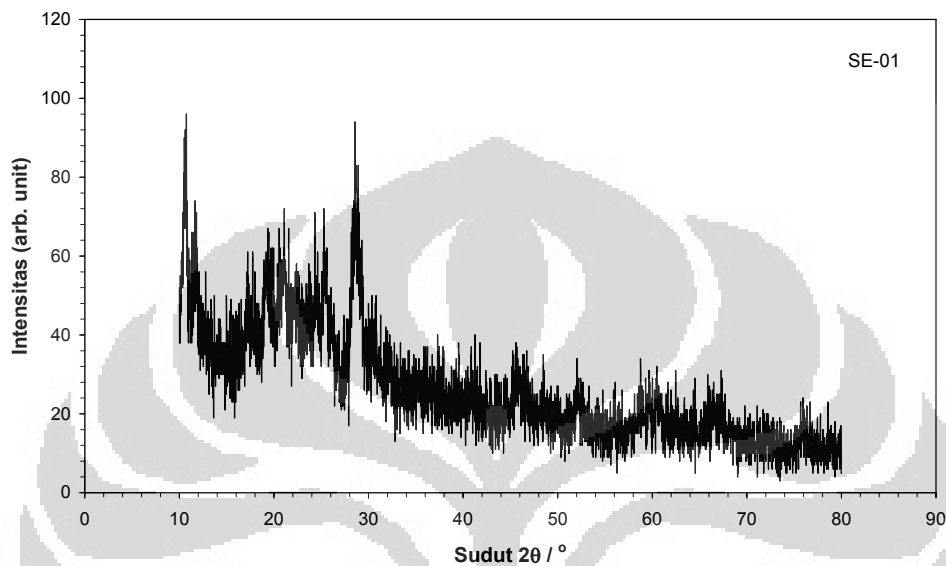


## Lampiran 2 : Data Difraksi Sinar-X Standar

### Standar $\text{Al}_2\text{O}_3$



**Lampiran 3 : Difraktogram dan Data Difraksi Sinar-X**  
**Katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub>**



No.	Pos. [°2Th.]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	10.6439	0.384	9.1	31	8.30493	17.78	55.58
2	17.4079	1.152	13.44	21	5.09022	8.75	27.36
3	19.4444	0.768	16.53	20	4.56145	16.14	50.46
4	20.9918	0.96	23.04	20	4.22857	18	56.27
5	25.44	0.48	11.41	19	3.49839	17.83	55.74
6	28.5264	0.96	40.94	17	3.12651	31.99	100
7	45.4295	0.96	9.08	10	1.99485	7.1	22.18
8	52.164	1.152	9.34	10	1.75204	6.08	19.01
9	75.8383	0.96	8.43	4	1.25344	6.59	20.6

Lampiran 4: Hasil Pengukuran BET

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and  
for NOVA instruments  
©1994-2003, Quantachrome Instrument  
version 2.1



Optimizing particle performance

\*\*\* This report was generated by an unaudited system \*\*\*

<b>Analysis</b>	<b>Report</b>
Operator: Dian-Lemigas	Date: 2009/05/19
Sample ID: M 5( 843)	Filename: C:\QCdata\Physisorb\mm=8-cb.qps
Sample Desc: powder	Comment: Long standard sample cell with filler rod
Sample weight: 0.2 g	Sample Volume: 0.1 cc
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C
Analysis Time: 201.2 min	Analysis gas: Nitrogen
Bath Temp: 273.0 K	End of run: 2009/05/20 20:32:30
	Instrument: Nova Station A
	Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
	Equil time: 60/60 sec (ads/des)

**Area-Volume Summary**

**Data Reduction Parameters**

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350 <sub>K</sub>
	Molecular Wt.: 28.013 <sub>g/mol</sub>	Cross Section:	16.200 <sub>Å<sup>2</sup>/mol</sub>
		Liquid Density:	0.808 <sub>g/cc</sub>

Thermal Transpiration: onEff. mol. diameter (D): 3.5400<sub>Å</sub> Eff. cell stem diam. (d): 7.0000<sub>mm</sub>

**Area-Volume Summary summary**

**Surface Area Data**

MultiPoint BET..... 4.340e+00 m<sup>2</sup>/g

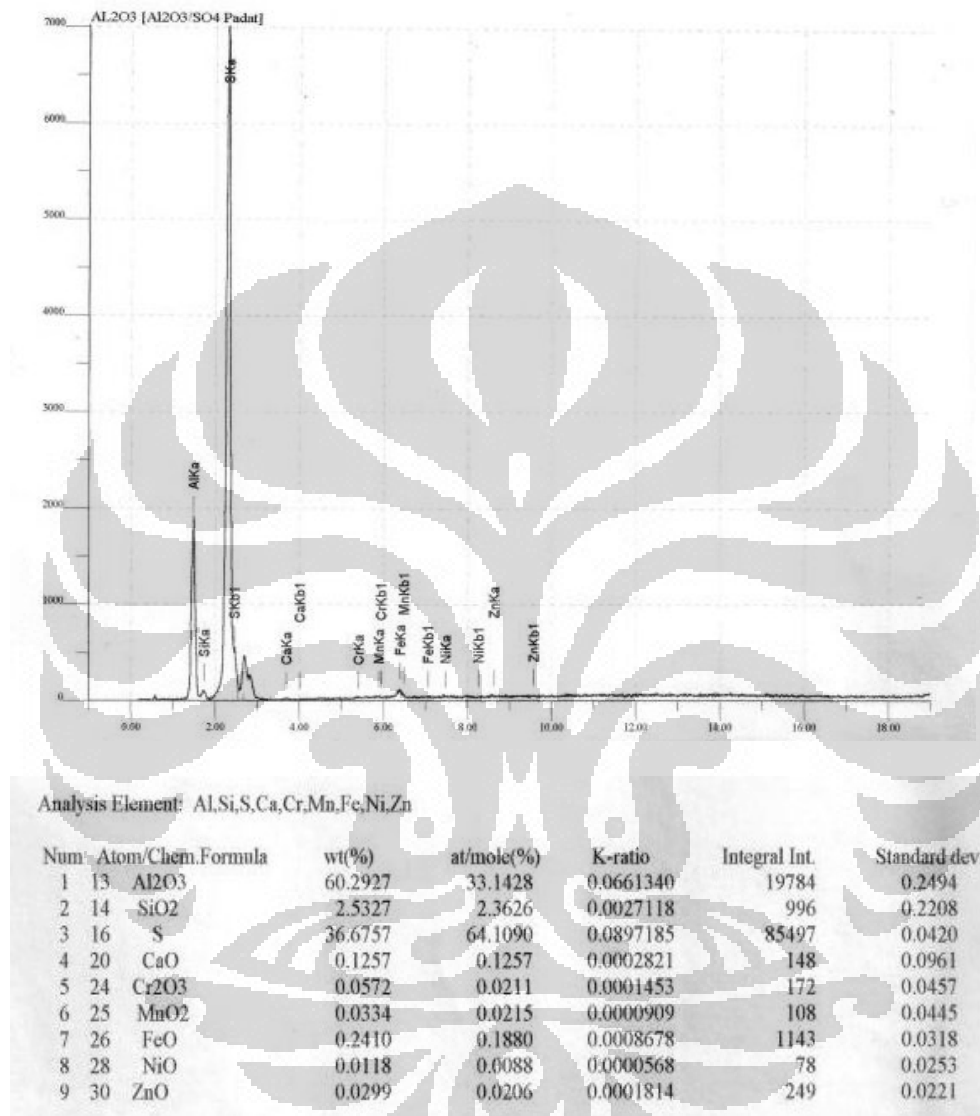
**Pore Volume Data**

Total pore volume for pores with Diameter  
less than 2426.17 Å at P/Po = 0.992165..... 1.426e-02 cc/g  
HK method cumulative pore volume..... 1.450e-03 cc/g

**Pore Size Data**

Average pore Diameter..... 1.314e+02 Å  
DA method pore Diameter (Mode)..... 1.920e+01 Å  
HK method pore Diameter (Mode)..... 1.577e+01 Å

### Lampiran 5 : Spektrum XRF Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$



## Lampiran 6 : Hasil Uji KLT Hasil Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol

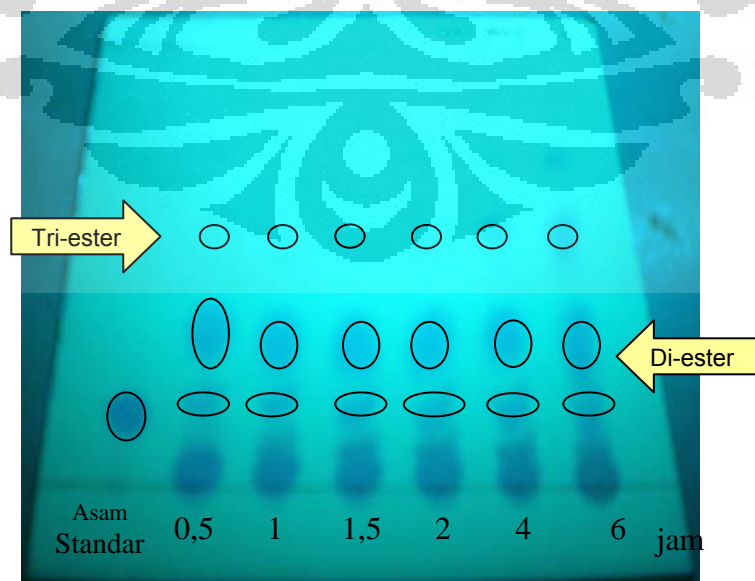
### a. Plat KLT Hasil Reaksi Esterifikasi

- Variasi Katalis dengan Pelarut Aseton

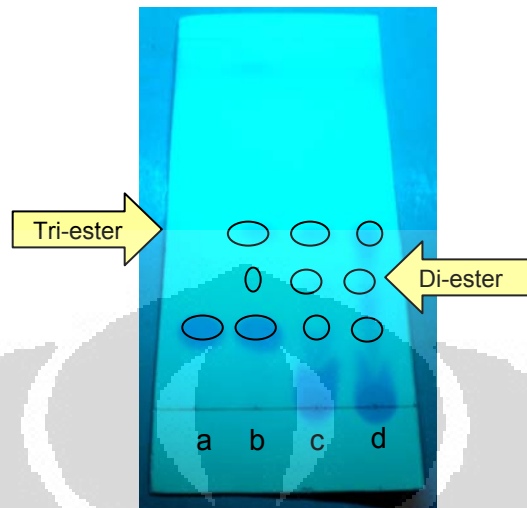


- (a) Asam p-hidroksi benzoat standar, (b) Produk ester dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  
(c) Produk ester dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

- Variasi Waktu Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dengan Pelarut DMSO



- Perbandingan Produk Ester Berbagai Kondisi Reaksi



(a) Asam p-hidroksi benzoat standar, (b) Produk ester dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, (c) Produk ester tanpa katalis dengan pelarut DMSO (d) Produk ester dengan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  dengan pelarut DMSO

## b. Kromatogram Lapis Tipis

Kondisi Pengukuran dengan TLC Scanner

winCATS Planar Chromatography Manager L-Heitrageri

---

**Detection - CAMAG TLC Scanner 3**

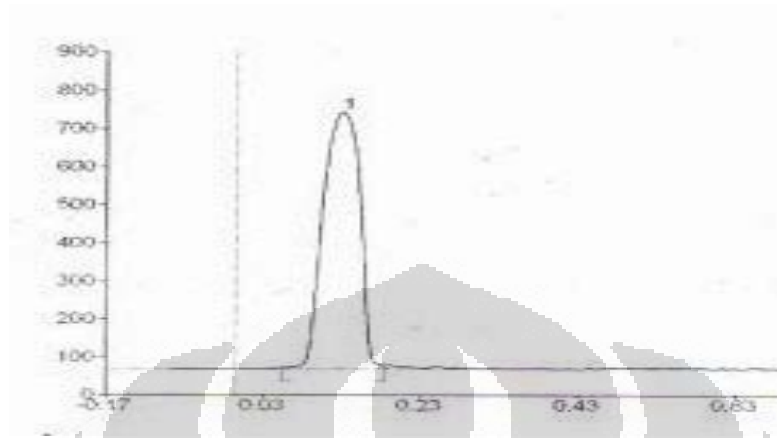
<b>Information</b>	
Application position	10.0 mm
Solvent front position	70.0 mm
<b>Instrument</b>	
Executed by	CAMAG TLC Scanner 3 "Scanner3_110306" S/N 110306 (1.14.26)
	universitas indonesia Thursday, March 26, 2009 10:48:42 AM
Number of tracks	3
Position of first track X	10.0 mm
Distance between tracks	10.0 mm
Scan start pos. Y	5.0 mm
Scan end pos. Y	70.0 mm
Slit dimensions	6.00 x 0.30 mm, Micro
Optimize optical system	Light
Scanning speed:	40 mm/s
Data resolution:	100 µm/step
<b>Measurement Table</b>	
Wavelength	254
Lamp	D2 & W
Measurement Type	Remission
Measurement Mode	Absorption
Optical filter	Second order
Detector mode	Automatic
PM high voltage	314 V
<b>Integration</b>	
<b>Properties</b>	
Data filtering	Savitsky-Golay 7
Baseline correction	Lowest Slope
Peak threshold min. slope	5
Peak threshold min. height	10 AU
Peak threshold min. area	50
Peak threshold max. height	990 AU
Track start position	14.8 mm
Track end position	69.1 mm
Display scaling	Automatic

User : universitas indonesia  
Thursday, March 26, 2009 10:50:54 AM

Approved : .....  
Report ID : 07D9031A050A302A

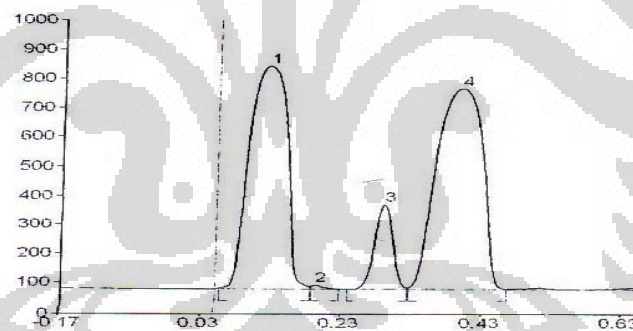
SN 1305W003, V1.4.1  
Page 1 of 3

Asam p-hidroksi benzoat standar



Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,14	22999	Asam p-hidroksi benzoat

- Produk Ester dengan Katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (pelarut aseton)

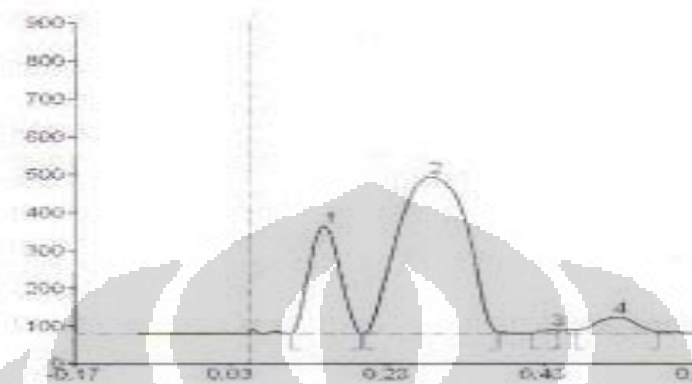


Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,13	28648,8	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,20	168,8	?
3	0,29	5210,8	Di-ester
4	0,40	30876,6	Tri-ester



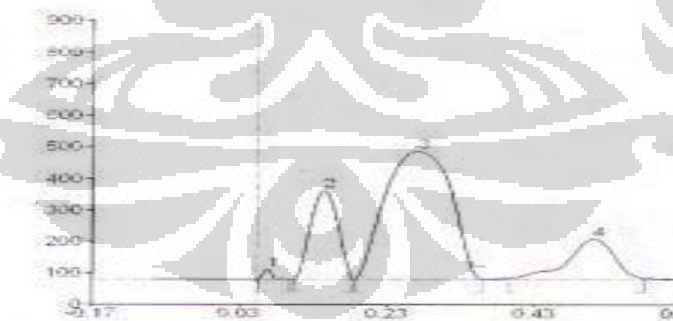
- Variasi Waktu Untuk Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$  (pelarut DMSO)

0,5 jam



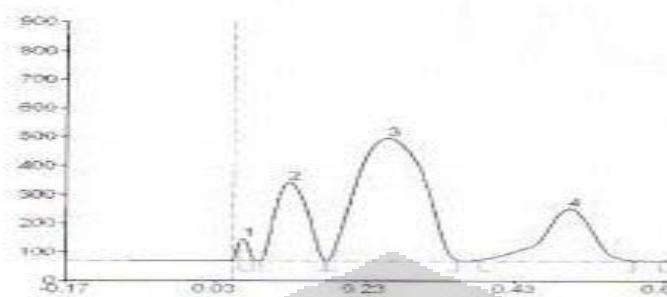
Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	1,15	7671,9	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,29	25434,1	Diester
3	0,45	153,8	?
4	0,53	1642,7	Triester

1 jam



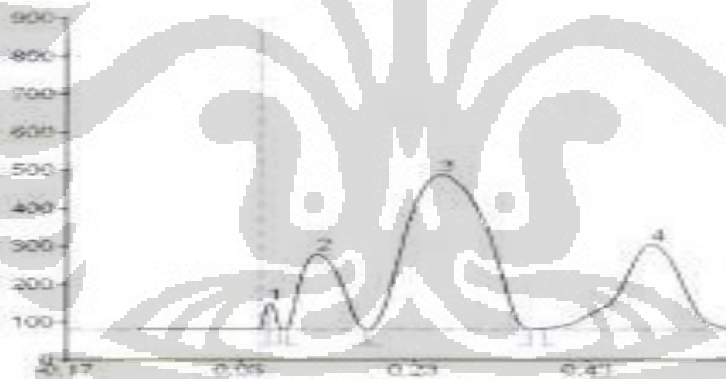
Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,07	252,4	Gliserol
2	0,15	7218,7	Asam p-hidroksi benzoat
3	0,28	25299,2	Diester
4	0,51	5739,6	Triester

1,5 jam

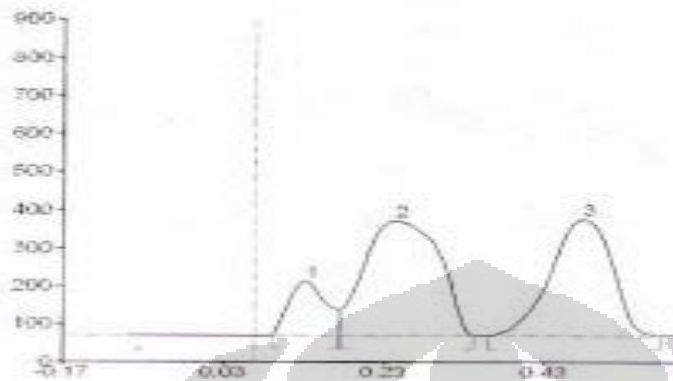


Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,07	618,8	Gliserol
2	0,13	8130,5	Asam p-hidroksi benzoat
3	0,26	26589,1	Diester
4	0,15	8575,5	Triester

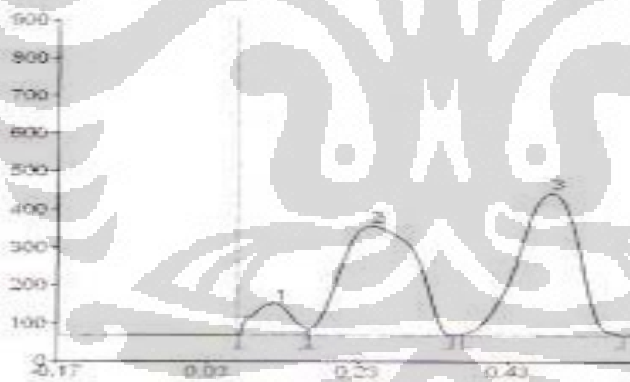
2 jam



Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,07	416	Gliserol
2	0,12	6345,9	Asam p-hidroksi benzoat
3	0,27	25838,9	Diester
4	0,51	10956,1	Triester

4 jam

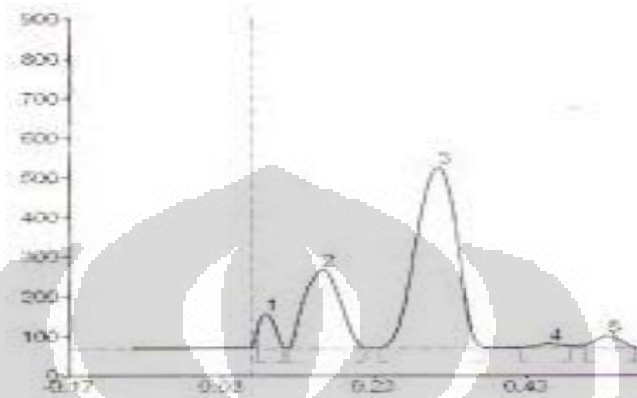
Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,14	4636,6	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,25	19707,5	Diester
3	0,48	16345,3	Triester

6 jam

Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,12	3090,2	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,25	20032,9	Diester
3	0,49	20878	Triester

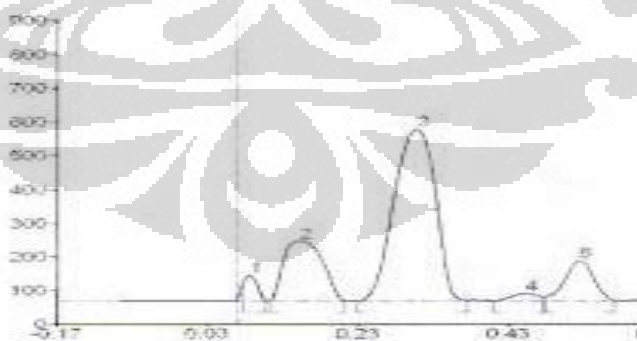
- Variasi Waktu Tanpa Katalis (pelarut DMSO)

0,5 jam

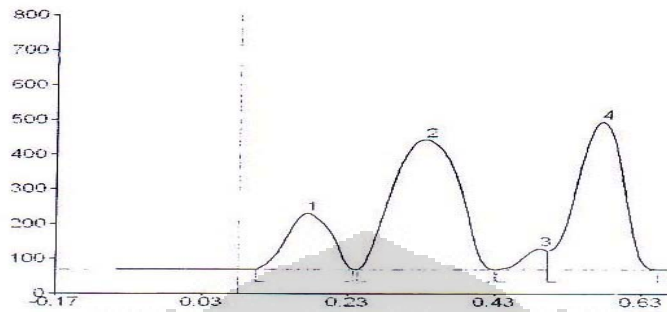


Puncak	Rf	Area	Senyawa
2	0,17	6475,6	Asam p-hidroksi benzoat
3	0,32	17120,1	Diester
4	0,47	292,2	?
5	0,54	791,4	Triester

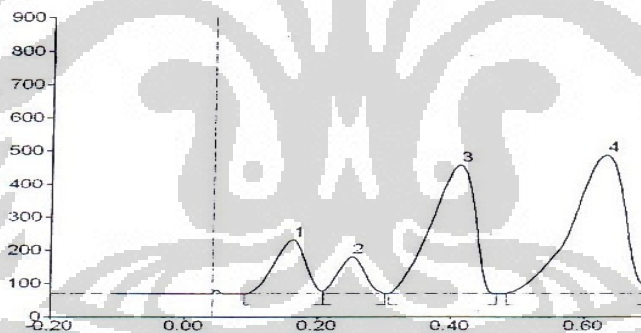
2 jam



Puncak	Rf	Area	Senyawa
2	0,16	6425,8	Asam p-hidroksi benzoat
3	0,31	19531,9	Diester
4	0,46	531,9	?
5	0,53	3155,9	Triester

4 jam

Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,18	6700,9	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,34	23199,2	Diester
3	0,50	1290,1	?
4	0,58	18381,0	Triester

6 jam

Puncak	Rf	Area	Senyawa
1	0,16	4395,8	Asam p-hidroksi benzoat
2	0,25	2531,6	?
3	0,41	14503,4	Diester
4	0,62	18855,4	Triester

## LAMPIRAN 7 : Cara Perhitungan % Konversi Produk Ester

- % Konversi Ester Total

% Konversi Ester Total = % Konversi Diester + % Konversi Triester

- % Konversi Diester

Luas Area Total = Luas Area Asam p-Hidroksi Benzoat + Luas Area  
Diester + Luas Area Triester

Luas Area Produk = Luas Area Diester

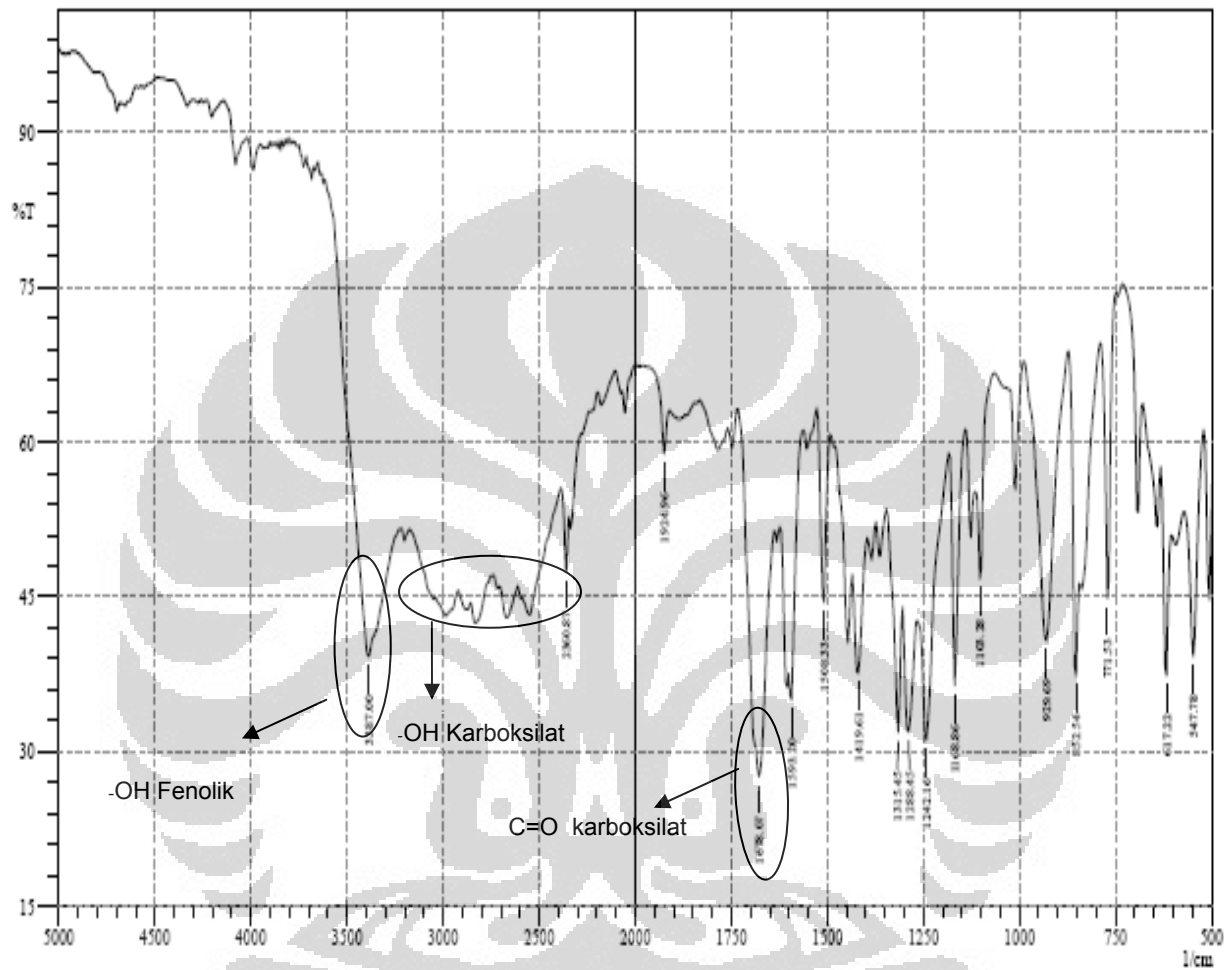
$$\% \text{ Konversi} = \frac{\text{Luas Area Produk}}{\text{Luas Area Total}} \times 100 \%$$

- % Konversi Triester

Luas Area Total = Luas Area Asam p-Hidroksi Benzoat + Luas Area  
Diester + Luas Area Triester

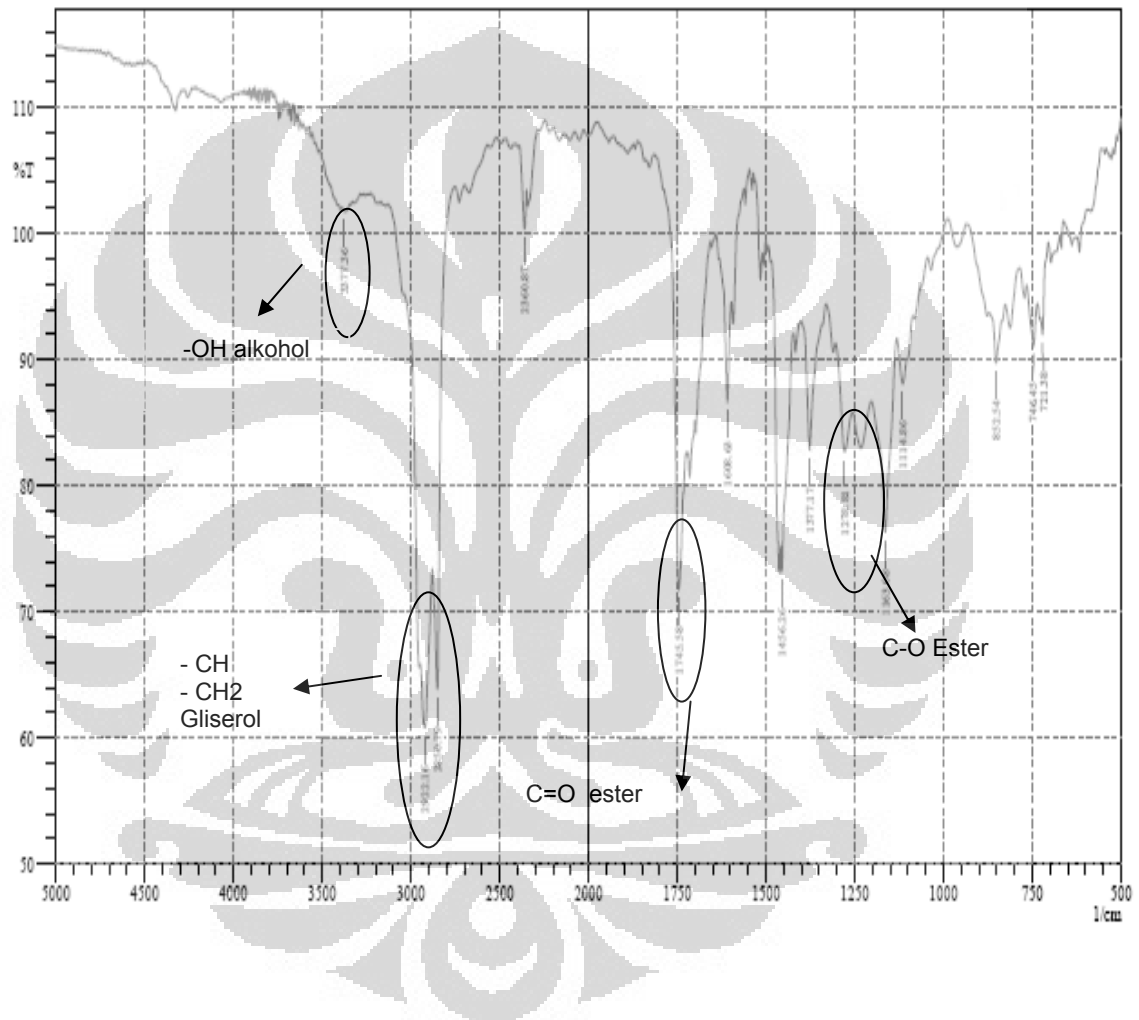
Luas Area Produk = Luas Area Triester

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\text{Luas Area Produk}}{\text{Luas Area Total}} \times 100 \%$$

**Lampiran 8 : Spektrum FTIR Asam p-Hidroksi Benzoat Standar**

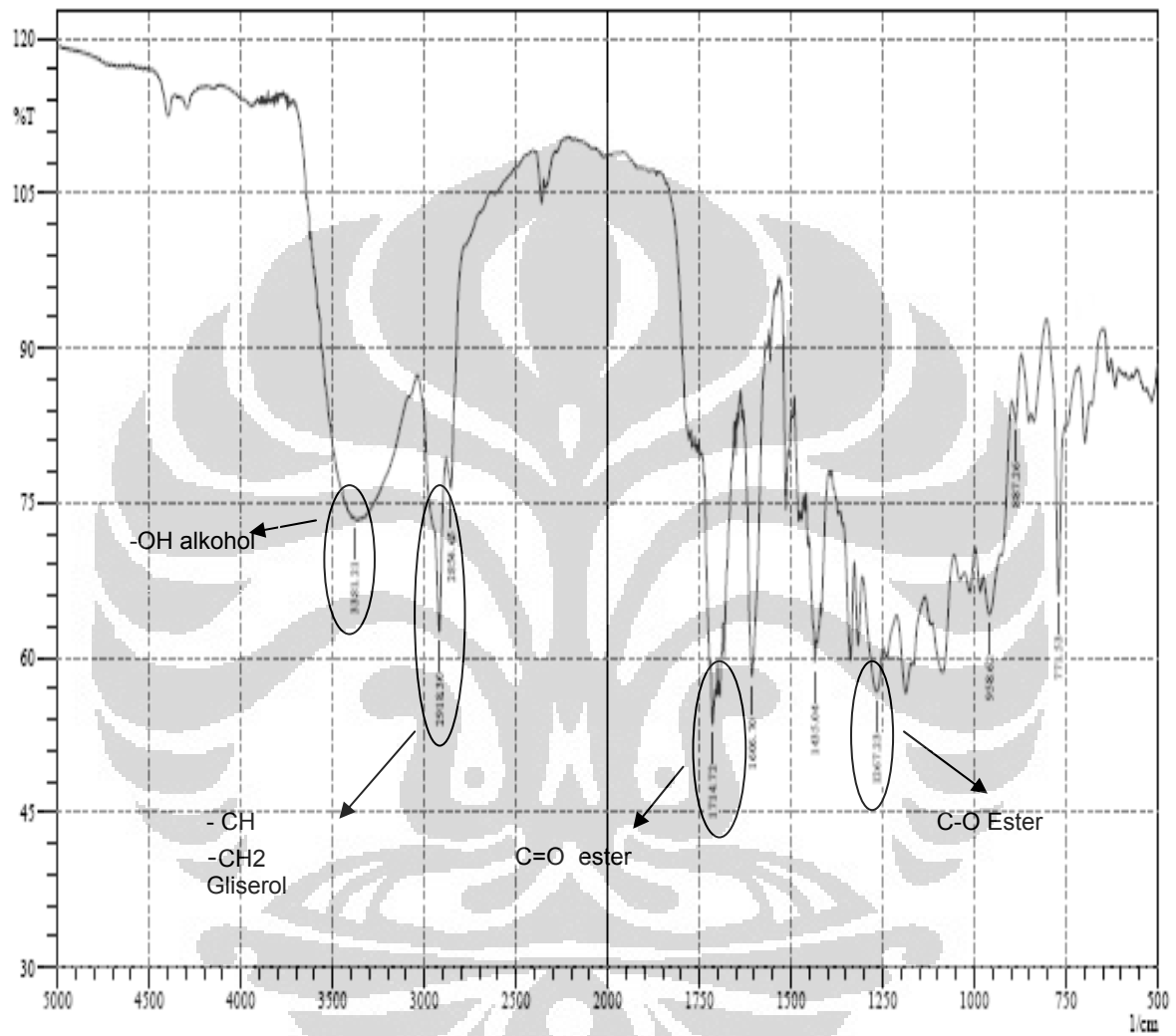
### LAMPIRAN 9 : Spektrum FTIR Hasil Reaksi Esterifikasi Asam p-Hidroksi Benzoat dengan Gliserol

- Produk Ester dengan Katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat



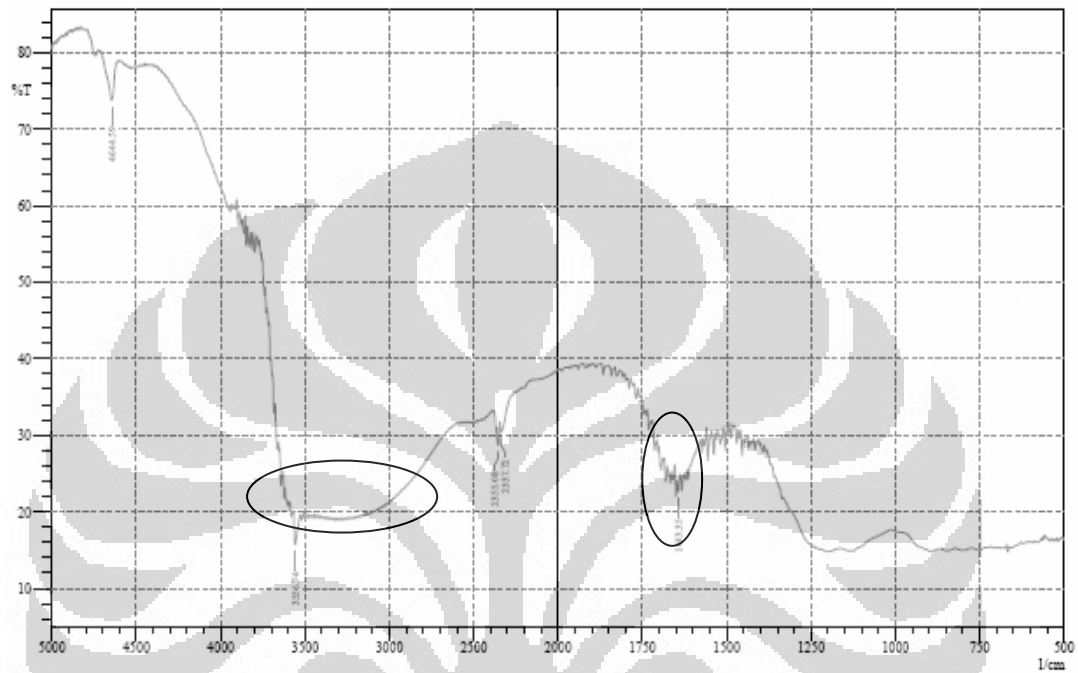


- Produk Ester dengan Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

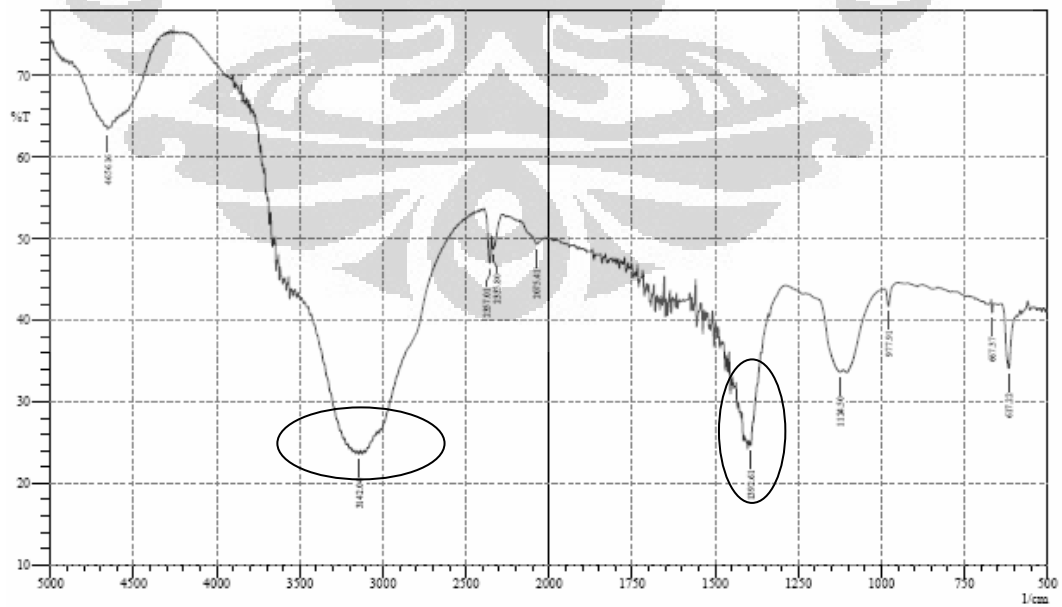


**Lampiran 10 : Spektrum FT-IR Katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub>**

Sebelum Adsorpsi Amoniak

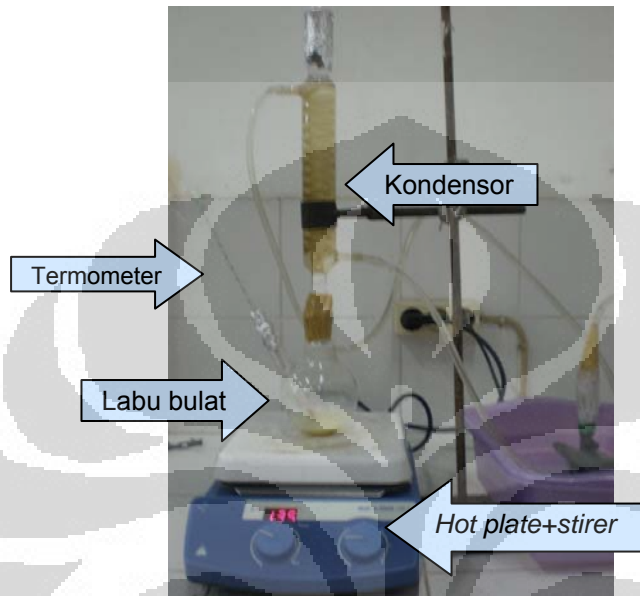


Setelah Adsorpsi Amoniak



## Lampiran 12 : Alat yang Digunakan pada Penelitian

- Desain Reaktor Esterifikasi Katalitik



- Instrumen TLC Scanner

