

*Clay Indarung sebagai Support Katalis Ca²⁺ dan Cu²⁺;
Sintesis, Karakterisasi, dan Aktifitas Katalitiknya
dalam Pembuatan Metil Ester*

TESIS

AJU DESKA

1820412016



Pembimbing :

Pembimbing I : Dr. Syukri

Pembimbing II : Dr. Zulhadjri

PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
2021

RINGKASAN

Clay Indarung sebagai Support Katalis Ca^{2+} dan Cu^{2+} : Sintesis, Karakterisasi, dan Aktifitas Katalitiknya dalam Pembuatan Metil Ester

Oleh :

Aju Deska (1820412016)
Dr. Syukri*, Dr. Zulhadjri*
***Pembimbing**

Pada penelitian ini, kami melaporkan bagaimana cara memanfaatkan clay dari Indarung Padang, dengan diperkaya oleh kation Ca^{2+} dan Cu^{2+} pada reaksi transesterifikasi *Crude Palm Oil* (CPO) untuk mendapatkan metil ester. Sejumlah *clay* Indarung yang telah dipanaskan pada 110 °C diberi kode h-clay sedangkan sebagian lainnya dari h-clay tersebut kemudian dikalsinasi pada 700 °C diberi kode nama c/h-clay. h-clay dan c/h-clay selanjutnya dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *Surface Area Analyzer* (SAA-BET). Analisis komposisi dengan XRF menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan rasio Si/Al yang signifikan antara h-clay dan c/h-clay. Gambar difraktogram hasil pengukuran dengan XRD memperlihatkan struktur kristal yang dominan pada h-clay adalah kuarsa dan setelah dikalsinasi (c/h-clay) struktur tersebut tetap dominan dan jenis ikatan diperkuat dengan data FTIR. Hal yang menarik adalah hasil pengukuran dengan SAA menunjukkan bahwa perubahan dari h-Clay menjadi c/h-clay justru menurunkan luas permukaan spesifiknya hampir dua kali lipat. Katalis heterogen disiapkan dengan cara masing-masing larutan nitrat dari Ca^{2+} dan Cu^{2+} dicampur dengan h-clay dan diaduk selama 24 jam dengan kecepatan 500 rpm pada suhu ruang pada tekanan atmosfir. Sampel h-clay lainnya juga dicampurkan dengan masing-masing larutan nitrat dari ion Ca^{2+} dan Cu^{2+} tapi pada suhu 70 °C dengan tekanan sama. Hasil pengukuran dengan AAS membuktikan bahwa h-clay menyerap ion Cu^{2+} lebih besar dibandingkan kemampuannya menyerap ion Ca^{2+} . Hasil kombinasi antara Ca^{2+} dengan h-clay diberi kode nama Ca/h-clay dan Cu^{2+} dengan h-clay diberi kode nama Cu/h-clay. Melalui analisis dengan XRD terhadap Ca/h-clay dan Cu/h-clay dapat kami buktikan bahwa proses pemuatan kedua jenis kation pada h-clay tidak berpengaruh terhadap keutuhan struktur kristal *clay* tersebut.

Hasil uji aktifitas katalitik pada reaksi transesterifikasi CPO membentuk metil ester, katalis heterogen Ca/h-clay dan Cu/h-clay dibandingkan dengan h-clay dan katalis homogen yang merupakan larutan nitrat dari Ca^{2+} dan Cu^{2+} . Pada Kondisi reaksi yang sama yaitu rasio mol CPO/metanol adalah 1:6, rasio mol katalis/metanol adalah 1:10, suhu reaksi 65 °C, waktu reaksi 4 jam dengan kecepatan pengadukan 750 rpm. Dengan kondisi tersebut, berdasarkan rendemen metil ester yang dihasilkan menunjukkan bahwa katalis heterogen Ca/h-clay dan Cu/h-clay lebih baik dari katalis homogenya (larutan nitrat dari Ca^{2+} dan Cu^{2+}) dan dari h-Clay itu sendiri. Rendemen metil ester diurut dari yang paling tinggi adalah Cu/h-clay (56 %), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (48 %), Ca/h-clay (45 %), h-clay (31 %), dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (31%).

Kata Kunci : Clay, transesterifikasi, CPO, metil ester, katalis heterogen

SUMMARY

Indarung Clay as Ca^{2+} and Cu^{2+} Catalyst Support; Synthesis, Characterization, and Catalytic Activity in the manufacture of methyl esters

By

Aju Deska (1820412016)

Dr. Syukri*, Dr. Zulhadjri*

***Supervisor**

The utilization method clay from Indarung Padang enriched by cation Ca^{2+} and Cu^{2+} in the transesterification reaction of Crude Palm Oil (CPO) to obtain methyl esters are reported. Some Indarung clay were heated at 110°C coded by the h-Clay while the rest is calcinated at 700°C called the c/h-Clay. All of those were analyzed by X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infra-Red (FTIR), and Surface Area Analyzer (SAA-BET). The composition analysis by XRF showed that there is no significant difference in Si/Al ratio between h-clay and c/h-clay. The diffractogram image measured by XRD shows the dominant crystal structure of h-clay and c/h-clay is quartz, which is their type of bond is strengthened by FTIR analysis. Uniquely the results of measurements with SAA show that the transformation of h-clay becoming c/h-clay reduces the specific surface area almost doubled. Heterogeneous catalysts were prepared through employing each nitrate solution of Ca^{2+} and Cu^{2+} mixed with h-Clay and stirred for 24 hours at a speed of 500 rpm under room temperature and atmospheric pressure. Other h-clay samples were mixed with the nitrate solutions of Ca^{2+} and Cu^{2+} ions at 70°C. The results of measurements with AAS prove that h-clay absorbs Cu^{2+} ions greater than its ability to absorb Ca^{2+} ions. Meanwhile, It is higher five times against Cu^{2+} if it is undergoing at higher temperatures. The results of the combination of Ca^{2+} with h-Clay coded Ca/h-clay, and Cu^{2+} with h-clay coded Cu/h-Clay. XRD analysis of Ca/h-clay and Cu/h-clay proves the loading process of both cations type employing on clay does not affect the integrity of the clay crystal structure.

The catalytic activity test on the CPO transesterification reaction to form methyl esters, the heterogeneous catalysts of Ca/h-clay and Cu/h-clay were compared to the nitrate solutions of Ca^{2+} and Cu^{2+} as a homogeneous catalyst. Under the same reaction conditions (65°C, 4 h of reaction time, and 750 rpm of stirring speed), the mole ratio of CPO/methanol is 1:6, and the mole ratio of the methanol/catalyst is 1:10. Its reaction conditions shows that the heterogeneous catalyst of both is better than the homogeneous catalyst (nitrate solution of Ca^{2+} and Cu^{2+} and from h-clay itself based on the yield of produced methyl ester. The highest yields of methyl esters were Cu/h-clay(56%), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (48%), Ca/h-clay(45%), h-clay(31%), and $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (31%)

Keywords: Clay, transesterification, CPO, methyl esters, heterogeneous catalysts