



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI KATALITIK KATALIS NIKEL  
(II) ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA POLI  
(4-VINILPIRIDIN)**

**SKRIPSI**



**HARRY ADE SAPUTRA  
06132004**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN  
ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG 2012**

# SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI KATALITIK KATALIS NIKEL(II)ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA POLI(4-VINILPIRIDIN)

Oleh :

**Harry Ade Saputra (06132004)**

Dibimbing oleh

UNIVERSITAS ANDALAS  
Dr. Syukri, Dr. Mai Efdi

## ABSTRAK

Telah dilakukan Sintesis Nikel(II)Asetonitril yang Diamobilisasi pada Poli(4-vinilpiridin) sebagai usaha alternatif yang terkait dengan nilai ekonomi dan isu lingkungan dari katalis homogen dengan mengamobilisasinya pada material pendukung (*support*), sehingga dihasilkan suatu katalis yang heterogen. Katalis dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, FT-IR, AAS, dan SEM. Berdasarkan spektrum UV-Vis, dapat diasumsikan bahwa Ni(II) dalam asetonitril merupakan senyawa kompleks. Spektrum FTIR dan foto SEM memberikan informasi bahwa proses amobilisasi telah berhasil dilakukan. Uji stabilitas menunjukkan bahwa katalis cukup stabil terhadap proses *leaching* dengan nilai 7,860 %. Uji aktifitas katalitik diketahui bahwa amobilat Ni-Asetonitril/P4VP bisa digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi trigliserida dari minyak jelantah untuk menghasilkan metil ester (biodiesel).

**Kata Kunci :** Amobilisasi, Biodisel, Katalis, Ni-Asetonitril/P4VP, *Support*, Transesterifikasi.

## **ABSTRACT**

### **SYNTHESIS, CHARACTERIZATION, AND CATALYTIC ACTIVITY OF POLY(4-VINYLPYRIDINE) SUPPORTED NICKEL(II)ACETONITRILE CATALYST**

**By**

**Harry Ade Saputra (06132004)**

**Supervised by**

**Dr. Syukri, Dr. Mai Efdi**

Nickel(II)acetonitrile immobilized on P4VP has been synthesis as alternative effort which is related to economic value and environmental issues of the homogeneous catalysts, to afford a heterogeneous catalyst. The catalyst was characterized by UV-Vis spectrophotometer, FT-IR, AAS and SEM. Based on UV-Vis spectra it could be assumed that acetonitrile and Ni(II) were coordinatively bounded. FT-IR analysis and SEM characterization informed that immobilization process is occurred. Stabilization assay showed that catalyst is quite stable against leaching process amounting 7,860 %. From catalytic activity test it has been known that immobilized Ni-Asetonitril/P4VP can be used as catalysts in the transesterification reaction of triglycerides of used cooking oil to produce methyl esters (biodiesel).

**Keywords:** Biodiesel, Catalysts, Immobilization, Ni-Asetonitril/P4VP, Support, Transesterification.

## KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah, puji syukur bagi Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Katalitik Ni-Asetonitril yang Diamobilisasi pada P4VP**. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Andalas Padang.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak Dr. Syukri selaku pembimbing I dan Bapak Dr. Mai Efdi selaku pembimbing II yang telah memberikan waktu, tenaga, dan pikiran untuk membimbing dan mengarahkan penulis dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Ucapan terima kasih yang sedalamnya juga penulis sampaikan kepada Ayahanda Basar, Ibunda Yusneti, serta adik tercinta atas semua doa, kasih sayang serta dukungan yang tak terhingga, baik moril maupun materil.

Selanjutnya ucapan terima kasih juga disampaikan kepada :

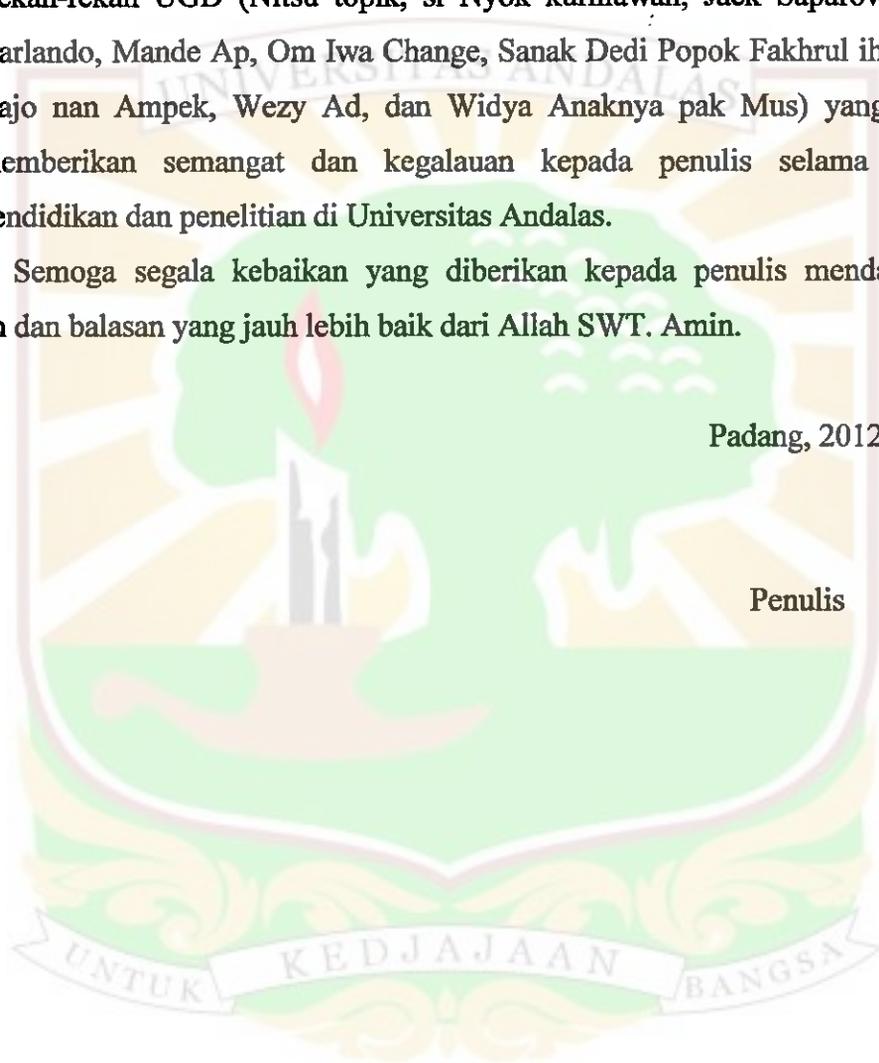
1. Bapak Prof. Dr. Emriadi selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.
2. Bapak Dr. Adlis Santoni selaku Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.
3. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief dan staf analis Laboratorium Material Jurusan Kimia Universitas Andalas atas bantuannya dalam memfasilitasi penulis selama melaksanakan penelitian di laboratorium Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
4. Ibu Dra. Indrawati, M.S yang selalu memberikan motivasi kepada penulis selama proses pendidikan di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.

5. Staf pengajar dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas yang telah memberikan ilmu dan semangat.
6. Rekan-rekan tim katalis yang senantiasa berbagi ilmu dan selalu memotivasi selama peneliti bekerja di laboratorium serta teman-teman sesama anggota laboratorium material yang senantiasa membantu peneliti selama bekerja di laboratorium.
7. Rekan-rekan UGD (Nitsu topik, si Nyok kurniawan, Jack Saparow, Billy Harlando, Mande Ap, Om Iwa Change, Sanak Dedi Popok Fakhrul ihsan Dt. Rajo nan Ampek, Wezy Ad, dan Widya Anaknya pak Mus) yang selalu memberikan semangat dan kegalauan kepada penulis selama proses pendidikan dan penelitian di Universitas Andalas.

Semoga segala kebaikan yang diberikan kepada penulis mendapatkan berkah dan balasan yang jauh lebih baik dari Allah SWT. Amin.

Padang, 2012

Penulis



## DAFTAR ISI

### LEMBAR PENGESAHAN

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Katalis.....	4
2.1.1 Katalis Homogen.....	4
2.1.2 Katalis Heterogen.....	4
2.2 Nikel .....	5
2.3 Asetonitril.....	5
2.4 Senyawa Komplek Logam Transisi sebagai Katalis.....	6
2.5 Amobilisasi Katalis Homogen pada Material <i>support</i> .....	7
2.6 Poli(4-vinilpiridin) .....	7
2.7 Aplikasi Katalis pada Reaksi Transesterifikasi.....	9
2.8 Metode Karakterisasi.....	10
2.8.1 Spektrofotometri UV-Vis.....	10
2.8.2 Spektroskopi Serapan Atom.....	10
2.8.3 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FT-IR).....	11
2.8.4 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	13
2.8.5 GC-MS .....	13
<b>BAB III. PROSEDUR PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	14

3.2	Alat dan Bahan.....	14
3.2.1	Alat.....	14
3.2.2	Bahan.....	14
3.3	Prosedur Kerja.....	14
3.3.1	Sintesis Nikel(II)Asetonitril yang Diamobilisasi pada P4VP .....	14
3.3.2	Uji Stabilitas.....	15
3.3.3	Karakterisasi Katalis Teramobilisasi.....	15
3.3.4	Uji Katalitik Ni-Asetonitril/P4VP pada Reaksi Transesterifikasi...	15
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis .....	16
4.2	Karakterisasi FT-IR .....	17
4.3	Karakterisasi SEM.....	19
4.4	Uji <i>Leaching</i> dan Penentuan Kadar Logam menggunakan AAS .....	20
4.5	Aktivitas Katalis Teramobilisasi pada Reaksi Transesterifikasi .....	22
4.6	Analisis GC-MS Biodiesel yang Diperoleh dari Transesterifikasi menggunakan Ni-Asetonitril/P4VP .....	23
<b>BAB V. PENUTUP</b>		
5.1	Kesimpulan.....	25
5.2	Saran.....	25
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		26
<b>LAMPIRAN.....</b>		29

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 1.</b> Nilai Serapan AAS Terhadap Variasi Konsentrasi.....	21
<b>Tabel 2.</b> Nilai <i>Metal Loading</i> dan <i>Leaching</i> dari Ni-Asetonitril/P4VP .....	22
<b>Tabel 3.</b> Daya Katalitik Beberapa Katalis terhadap Reaksi Transesterifikasi. .	22
<b>Tabel 4.</b> Senyawa Utama dalam Lapisan Atas Hasil Transesterifikasim Menggunakan Katalis Ni-Asetonitril/P4VP.....	24

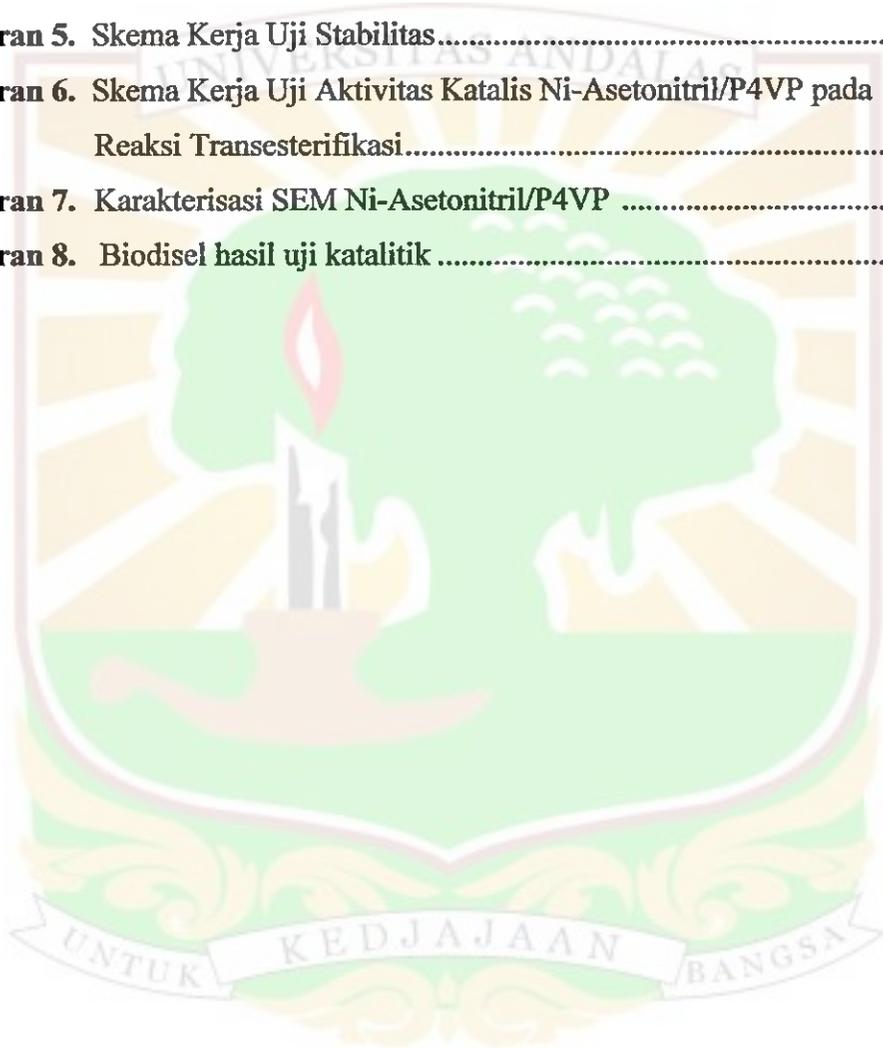


## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 1.</b> Rumus umum kompleks WCAs .....	6
<b>Gambar 2.</b> Gambar Polimer P4VP .....	8
<b>Gambar 3.</b> Aseptor donor atom N piridin pada ion logam pusat.....	8
<b>Gambar 4.</b> Reaksi pembentukan biodiesel (monoester) yang dikatalisis; R1, R2, R3 = rantai hidrokarbon dengan 15-21 atom karbon ...	10
<b>Gambar 5.</b> Alat AAS.....	11
<b>Gambar 6.</b> Spektrum UV/Vis dari kompleks $[\text{Ni}(\text{NCCH}_3)_6]^{+2}$ (a), $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]$ (b) .....	16
<b>Gambar 7.</b> Spektrum FT-IR dari $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (a), $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (b), Ni-Asetonitril (c), P4VP murni (d), Ni-Asetonitril/P4VP (e).....	19
<b>Gambar 8.</b> Gambar SEM dari P4VP murni setelah digerus dengan perbesaran 5000x (a), amobilat Ni-Asetonitril/P4VP dengan perbesaran 5000x (b) .....	20
<b>Gambar 9.</b> Kurva nilai serapan AAS terhadap variasi konsentrasi .....	21
<b>Gambar 10.</b> Kromatogram GC-MS biodiesel (a), Minyak jelantah (b) .....	23

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran 1.</b> Perhitungan Massa Massa Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> dan P4VP.....	29
<b>Lampiran 2.</b> Perhitungan <i>Metal Loading</i> .....	31
<b>Lampiran 3.</b> Perhitungan Nilai <i>Leaching</i> .....	32
<b>Lampiran 4.</b> Skema Kerja Sintesis dan Karakterisasi Katalis Ni-Asetonitril Yang Diamobilisasi pada P4VP.....	33
<b>Lampiran 5.</b> Skema Kerja Uji Stabilitas.....	34
<b>Lampiran 6.</b> Skema Kerja Uji Aktivitas Katalis Ni-Asetonitril/P4VP pada Reaksi Transesterifikasi.....	35
<b>Lampiran 7.</b> Karakterisasi SEM Ni-Asetonitril/P4VP .....	36
<b>Lampiran 8.</b> Biodiesel hasil uji katalitik .....	37



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

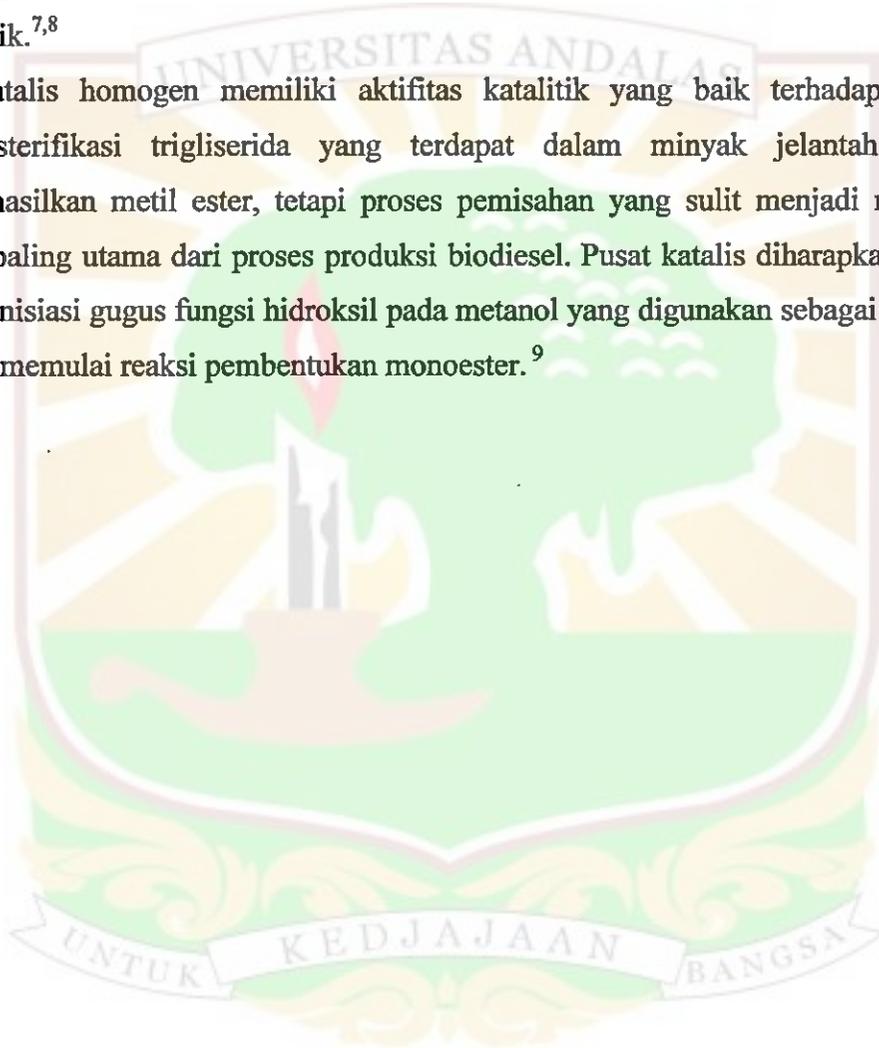
Perkembangan ilmu pengetahuan yang cukup pesat dewasa ini, memberikan dampak yang sangat besar dibidang teknologi katalis. Dibuktikan dengan beragamnya fungsi dan pemanfaatan katalis diberbagai bidang seperti bidang industri energi, bahan kimia, kesehatan, dan banyak sektor-sektor penting lainnya. Katalis adalah suatu zat yang dapat merubah laju reaksi tanpa mempengaruhi hasil reaksi. Berdasarkan fasanya, katalis bisa digolongkan menjadi 2 kelompok yaitu fasa heterogen (komponen katalis memiliki fasa yang berbeda dengan senyawa yang akan dikatalisis) dan fasa homogen (komponen katalis memiliki fasa yang sama dengan komponen senyawa yang akan dikatalisis).<sup>1</sup>

Beberapa dekade terakhir aplikasi katalis ke dalam fasa homogen dan heterogen telah banyak dilakukan. Pada fasa homogen, katalis memiliki daya katalis yang lebih kuat dibandingkan dengan katalis heterogen, tetapi pada fasa ini terdapat masalah yaitu sulitnya pemisahan katalis dengan produk dihasilkan, sehingga tidak dapat dipakai ulang. Selain itu akumulasi logam transisi dan ligan organik yang bersifat racun dapat mencemari lingkungan. Usaha alternatif yang terus dikembangkan terkait dengan nilai ekonomi dan isu lingkungan dari katalis homogen ini adalah dengan mengambobilisasinya pada material pendukung (*support*), sehingga dihasilkan suatu katalis yang heterogen.<sup>2</sup>

Senyawa dari logam transisi yang diamobilisasi pada zat pendukung, seperti silika modifikasi, AIMCM-41 (*Aluminium-Mobile Crystalline Material-41*) dan AIMCM-48 (*Aluminium-Mobile Crystalline Material-48*) telah banyak dipublikasikan memiliki aktivitas katalitik dalam berbagai reaksi.<sup>3-6</sup> Namun, terdapat kelemahan dari katalis fasa heterogen, yaitu menurunnya aktivitas karena mobilitas katalis yang rendah, adsorpsi produk yang terlalu kuat pada permukaan zat pendukung dan problem *leaching* dengan terlepasnya katalis ke dalam pelarut sehingga menyebabkan katalis tersebut sulit untuk dipakai ulang (*reused*). Oleh karena itu pada penelitian ini, Nikel(II)Asetonitril akan diamobilisasi pada zat pendukung polimer, yaitu poli(4-vinilpiridin) atau P4VP. Pemilihan

Nikel(II)asetonitril bertujuan untuk membandingkan kekuatan katalis homogen dari logam transisi deret pertama yang diamobilisasi pada P4VP. Pemilihan polimer P4VP sebagai zat pendukung dikarenakan pada P4VP terdapat atom nitrogen yang memiliki pasangan elektron sunyi sehingga memungkinkan berinteraksi dengan atom logam dan sifatnya yang ramah lingkungan. Sebagai katalis, senyawa logam transisi yang diamobilisasi pada P4VP memiliki beberapa kelebihan, yaitu stabilitas yang baik dan cukup tingginya aktivitas katalitik.<sup>7,8</sup>

Katalis homogen memiliki aktifitas katalitik yang baik terhadap reaksi transesterifikasi trigliserida yang terdapat dalam minyak jelantah untuk menghasilkan metil ester, tetapi proses pemisahan yang sulit menjadi masalah yang paling utama dari proses produksi biodiesel. Pusat katalis diharapkan dapat menginisiasi gugus fungsi hidroksil pada metanol yang digunakan sebagai reaktan untuk memulai reaksi pembentukan monoester.<sup>9</sup>



## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

1. Apakah Nikel(II)Asetonitril dapat diamobilisasi pada zat pendukung poli(4-vinilpiridin) (P4VP) ?
2. Apakah Ni(II) tidak mudah terlepas kembali ke dalam pelarut ?
3. Apakah Nikel(II)Asetonitril/P4VP dapat diaplikasikan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi biodiesel ?

## 1.3 Tujuan dan Manfaat

### 1.3.1 Tujuan

Berdasarkan permasalahan diatas penelitian ini bertujuan :

1. Mempelajari proses amobilisasi Nikel(II)Asetonitril pada zat pendukung poli(4-vinilpiridin) (P4VP).
2. Menguji kestabilan amobilat Nikel(II)Asetonitril/P4VP terhadap kemungkinan terlepasnya Ni(II) ke dalam pelarut.
3. Menguji aktivitas katalitik Nikel(II)Asetonitril/P4VP dalam reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi biodiesel..

### 1.3.2 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi landasan teori dan riset yang kuat untuk mengembangkan katalis dari amobilat kompleks Nikel(II)Asetonitril/P4VP pada beberapa reaksi organik.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Katalis

Definisi umum dari katalis yang diterima saat ini adalah suatu zat yang dapat meningkatkan atau menurunkan laju reaksi kimia, ikut bereaksi dan muncul kembali setelah reaksi selesai. Secara kimiawi, katalis tidak berubah dalam reaksi kimia, akan tetapi dapat mengalami perubahan fisik dengan komposisi yang tetap seperti sedia kala sehingga pada akhir reaksi katalis tidak bergabung dengan senyawa hasil reaksi.<sup>10</sup>

Berdasarkan fasanya, katalis digolongkan menjadi :

#### 1. Katalis Homogen

Merupakan katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan reaktannya sehingga daya katalitiknya lebih kuat dibandingkan dengan katalis fasa heterogen. Interaksi yang terjadi antara reaktan dan katalis biasanya merupakan interaksi cair-cair. Persoalan pertama yang sering dijumpai dalam industri maupun sintesis kimia menggunakan katalis homogen ini adalah sulitnya melakukan pemisahan katalis dan produk. Metoda yang sering dipakai untuk pemisahan katalis dan produk itu adalah distilasi atau mengubah kepolaran dan hal tersebut menyita material maupun energi yang cukup besar.

#### 2. Katalis Heterogen

Katalis yang fasanya berbeda dengan fasa reaktannya. Katalis heterogen relatif kurang reaktif dikarenakan heterogenitas permukaannya namun keunggulan yang dimilikinya seperti kemudahan untuk dipisahkan dari sistem reaksinya dan relatif stabil terhadap perlakuan panas membuat katalis heterogen lebih disukai dalam berbagai proses industri.<sup>1</sup>

Dalam memilih zat kimia yang akan digunakan sebagai katalis, harus diperhatikan beberapa aspek atau kriteria dari katalis tersebut, sekurangnya ada 4 kriteria yang mesti dipenuhi yaitu :

1. Seberapa banyak katalis dibutuhkan dalam suatu proses
2. Seberapa besar daya katalitiknya yang direpresentasikan dalam nilai *turnover* (mol produk yang dihasilkan untuk setiap mol katalis)

3. Seberapa selektif suatu katalis terhadap produk yang diinginkan
4. Seberapa sering suatu katalis dapat dipakai ulang.<sup>1</sup>

Beberapa hal yang harus diperhatikan dalam memilih katalis, antara lain :

- Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
- Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat reaksi yang diinginkan diantara beberapa reaksi yang mungkin terjadi.
- Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti keadaan semula.
- Rendemen katalis / *yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
- Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti keadaan semula.<sup>1</sup>

## 2.2 Nikel

Nikel lebih banyak terdapat di alam dibandingkan kobalt tetapi hanya sedikit depositnya yang dapat menguntungkan untuk diekstraksi. Nikel merupakan metal berwarna perak sering digunakan sebagai bahan campuran (contoh dalam pembuatan koin dan baja tahan karat) dan sebagai bahan pelapis karena daya resisten yang tinggi. Nikel larut dalam larutan asam tetapi tidak larut oleh alkali.

Nikel halida anhidrat biasanya berwarna kuning dan larut dalam air dimana larutan yang terbentuk berwarna hijau yang dapat dikristalisasi. Nikel(II) dapat membentuk berbagai macam bentuk variasi struktur kompleks seperti oktahedral, tetrahedral dan sebagainya.<sup>11</sup>

## 2.3 Asetonitril

Asetonitril adalah senyawa kimia dengan rumus molekul  $\text{CH}_3\text{CN}$ , yang disebut juga sebagai sianometan dan metil sianida. Asetonitril berupa cairan yang tidak berwarna yang berbau seperti eter dan merupakan senyawaan nitril organik yang sangat sederhana. Asetonitril digunakan untuk mensintesis senyawa amin, keton, aldehid, dan senyawa lain (Kirk-Othomer Concise Encyclopedia of Chemical

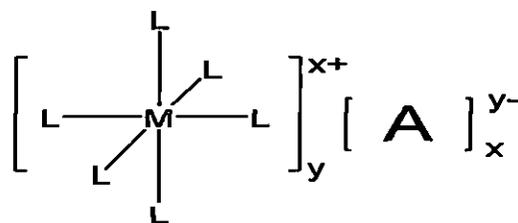
Technology, 1985), namun kegunaan utamanya adalah sebagai pelarut. Asetonitril bersifat volatil, memiliki titik didih 81,6 °C, mudah terbakar dan sangat beracun sehingga hendaknya disimpan di tempat yang khusus, seperti kedap udara ataupun di tempat yang memiliki atmosfer inert. Ia larut sempurna ketika dicampurkan dengan air.

Asetonitril merupakan senyawa organik yang paling polar dengan tetapan dielektrik yang tinggi sehingga larut sempurna dalam air. Asetonitril biasanya menjadi pilihan utama sebagai bahan pelarut untuk menguji suatu reaksi kimia yang tak dikenal.<sup>12</sup>

#### 2.4 Senyawa Kompleks Logam Transisi sebagai Katalis

Studi mengenai senyawa kompleks logam transisi menjadi sangat menarik terkait sifat kimianya yang dapat diaplikasikan sebagai katalis. Sifat-sifat logam pusat seperti muatan, tingkatan oksidasi, konfigurasi elektron dan geometri akan memberikan pengaruh pada reaktivitas senyawa kompleks tersebut.<sup>13</sup>

Katalis senyawa kompleks logam transisi dengan rumus umum  $[M(L)_n][A]_y$  dimana M adalah ion logam pusat, L adalah ligan lemah dan A adalah anion lawan berdaya koordinasi lemah atau sama sekali nonkoordinasi (*Weakly or non Coordinating Counter Anions / WCAs*) yang diperlihatkan pada (gambar 1), beberapa diantaranya telah diaplikasikan sebagai katalis dalam reaksi kimia organik. Reaktivitas senyawa kompleks logam transisi ini sebagai katalis muncul disebabkan karena dua hal, yaitu ligan lemah yang terikat pada ion logam pusat dapat dengan mudah disubstitusi atau digantikan kedudukannya dengan substrat serta anion lawan yang berdaya koordinasi lemah atau sama sekali nonkoordinasi merupakan suatu asam lewis kuat yang dapat meningkatkan keasaman lewis dari logam pusat. Keasaman diperlukan untuk menarik substrat agar terikat ke pusat aktif logam.<sup>13</sup>



Gambar 1. Rumus umum kompleks WCAs

## 2.5 Amobilisasi Katalis Homogen Material *Support*

Proses amobilisasi katalis homogen pada material *support* dikenal dengan istilah heterogenisasi atau *support*, sehingga terbentuk suatu sistem katalis yang tidak larut dalam fasa reaksinya. Amobilisasi katalis senyawa kompleks logam transisi pada suatu material *support* menjadi penelitian yang sangat menarik dalam dunia katalis terkait berbagai keunggulan yang dimilikinya.<sup>7</sup>

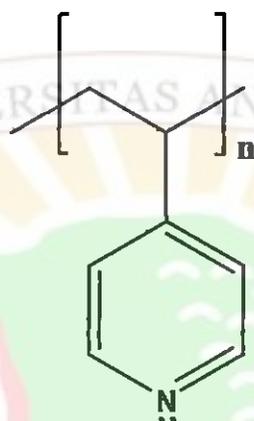
Secara umum, material *support* yang digunakan untuk amobilisasi katalis dapat digolongkan menjadi dua, yaitu *support* organik dan *support* anorganik. Penggunaan material anorganik sebagai *support* memiliki beberapa keunggulan, seperti keseragaman ukuran pori serta luas permukaan yang dimilikinya sehingga memungkinkan bagi katalis untuk dapat berinteraksi pada permukaan *support* tersebut.<sup>10,13</sup> *Support* anorganik yang umum digunakan adalah material mesopori, seperti silika, zeolit, MCM-41 dan MCM-48.<sup>4-6</sup> Sementara itu, *support* organik, P4VP menjadi pilihan utama dikarenakan sifatnya yang stabil dan ramah lingkungan. P4VP merupakan polimer cross-link yang memiliki gugus poli-ligan pada atom nitrogen heterosikliknya. Gugus piridin dari P4VP mengandung sepasang elektron sunyi sehingga sangat memungkinkan ion logam pusat untuk dapat berkoordinasi.<sup>14,15</sup>

Material katalis yang teramobilisasi memiliki beberapa keunggulan jika ditinjau dari segi ekonomi dan isu lingkungan. Pertama, material katalis teramobilisasi akan membentuk suatu sistem tak larut (heterogen) dengan fasa reaksinya sehingga proses pemisahan antara katalis dan produk mudah dilakukan. Kedua, material katalis teramobilisasi dapat dipakai ulang (*reused*) beberapa kali. Ketiga, akumulasi logam-logam transisi dan ligan organik yang bersifat toksik ke lingkungan sekitar dapat dikurangi.<sup>15</sup>

## 2.6 Poli(4-vinilpiridin)

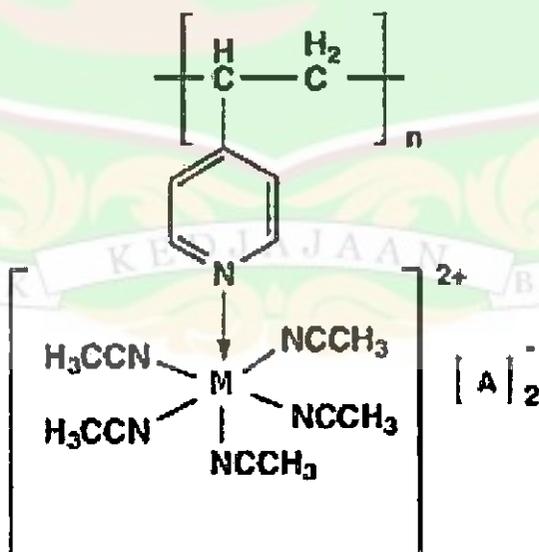
Material pendukung yang sering diaplikasikan adalah material silika mesopori (MCM-41, MCM-48, dan SBA 15) dan material polimer P4VP. Pemilihan P4VP ini sebagai material *support* dikarenakan strukturnya yang bisa menyediakan ligan berantai dalam bentuk piridin yang mampu mengkoordinasi ion logam pusat, dan sifatnya yang stabil dikarenakan posisi para atom nitrogen pada cincin piridin dan

kekuatan ligannya yang cukup kuat serta ramah lingkungan.<sup>14,15</sup> Selain itu, struktur tiga dimensi dari P4VP yang berulang dan memiliki banyak perangkap molekul merupakan hal yang penting untuk terjadinya proses katalisis pada suatu reaksi kimia.



Gambar 2. Polimer P4VP

Secara umum, koordinasi yang terjadi antara ion logam pusat yang terkoordinasi oleh ligan piridin pada P4VP secara skematik dapat dilihat pada gambar dibawah ini :



Gambar 3. Aseptor donor atom N piridin pada ion logam pusat.

## 2.7 Aplikasi Katalis pada Reaksi Transesterifikasi

Persediaan bahan bakar fosil yang semakin menipis memerlukan bahan bakar pengganti bersifat terbarukan. Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri atas campuran monoalkil ester dari asam lemak rantai panjang yang dipakai sebagai alternatif bahan bakar mesin diesel yang terbuat dari sumber terbarukan seperti minyak sayur atau lemak hewan.

Biodiesel merupakan solusi yang paling tepat untuk menggantikan bahan bakar fosil sebagai sumber energi transportasi utama dunia karena biodiesel merupakan bahan bakar terbarukan yang dapat menggantikan diesel petrol pada mesin tanpa adanya modifikasi ulang mesin. Biodiesel memberikan sedikit polusi dibandingkan bahan bakar *petroleum*. Bahan bakar biodiesel menjadi lebih menarik karena manfaatnya terhadap lingkungan.

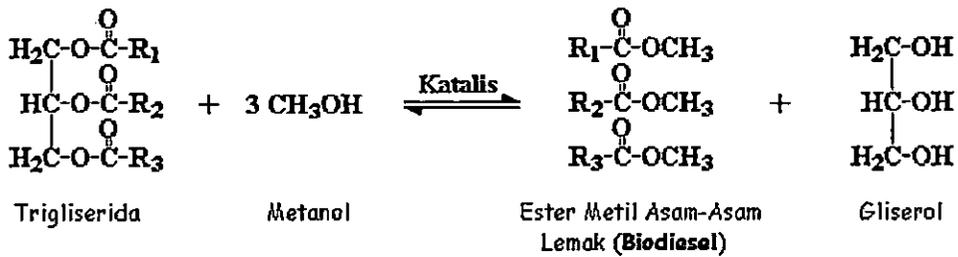
Saat ini, sebagian besar biodiesel muncul dari transesterifikasi sumber daya yang dapat dimakan, seperti lemak hewan, minyak sayur, dan bahkan limbah minyak goreng, dengan proses katalis basa. Namun, konsumsi tinggi katalis, pembentukan sabun, dan rendahnya produk reaksi membuat biodiesel saat ini lebih mahal daripada bahan bakar yang diturunkan dari minyak bumi.<sup>16</sup>

Harga biodiesel yang tinggi juga disebabkan oleh mahalnya harga bahan baku. Bahan baku memberikan kontribusi 60-70% terhadap harga produk.<sup>17</sup> Oleh karena itu, diperlukan penelitian untuk mencari bahan baku alternatif untuk menghasilkan biodiesel berharga murah. Salah satu bahan baku murah yang dapat digunakan adalah minyak jelantah.

Katalis yang dihasilkan pada penelitian ini akan diuji pada reaksi transesterifikasi trigliserida yang terdapat dalam minyak jelantah untuk menghasilkan monoester yang dapat digunakan sebagai biodiesel. Keberadaan gugus fungsi hidroksil pada metanol diharapkan dapat diinisiasi oleh pusat katalis Mn(II) untuk memulai reaksi pembentukan monoester. Katalis yang biasa digunakan pada reaksi ini adalah kalium hidroksida dan natrium hidroksida yang dijalankan pada suhu yang cukup tinggi antara 50-60 °C.<sup>18</sup>

Transesterifikasi (disebut juga dengan alkoholisis), yaitu tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol.

Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester adalah :



**Gambar 4.** Reaksi pembentukan biodiesel (monoester) yang dikatalisis; R1, R2, R3 = rantai hidrokarbon dengan 15-21 atom karbon

## 2.8 Metoda Karakterisasi

### 2.8.1 Spektrofotometri UV/Vis

Spektrofotometri UV/Vis merupakan suatu metoda analisa kuantitatif spesies kimia dengan pengukuran absorban atau transmittan suatu larutan. Alat yang digunakan untuk metoda ini disebut spektrofotometer UV/Vis. Syarat larutan yang dapat dianalisa dengan menggunakan spektrofotometer adalah larutan berwarna dan transparan.

Metoda ini digunakan untuk mengetahui apakah kompleks telah terbentuk dan memprediksi kekuatan medan ligan dari kompleks yang telah terbentuk. Artinya, terjadi interaksi antara ion logam dengan ligan asetonitril.<sup>19</sup>

### 2.8.2 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Sejak diperkenalkan oleh A. Walsh (1995), metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) telah mengalami perkembangan yang sangat pesat. Sampai saat ini telah digunakan untuk mendeteksi (menganalisa) hampir keseluruhan unsur-unsur logam yang terdapat di dalam Sistem Periodik Unsur.

Spektrofotometer serapan atom merupakan alat analisis berdasarkan pada pengukuran radiasi cahaya yang diserap atom bebas. Jumlah radiasi yang terserap tergantung pada jumlah atom-atom bebas yang terlibat dan kemampuannya untuk menyerap radiasi. Analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom ini memiliki keuntungan, yaitu analisisnya sangat peka dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya.<sup>19</sup> Gambar alat SSA ditunjukkan pada (gambar 5).



Gambar 5. Alat SSA

### 2.8.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektrum inframerah memiliki daerah yang berkisar antara  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ , yang merupakan radiasi berenergi rendah. Radiasi inframerah pada suatu senyawa dengan gugus molekul tertentu akan meningkatkan vibrasi ikatannya. Vibrasi setiap ikatan yang menyerap inframerah tersebut akan bersifat spesifik sesuai dengan gugus fungsinya.

FTIR merupakan suatu metoda analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi, komposisi kimia dan tipe ikatan dalam suatu senyawa yang dihasilkan dalam bentuk spektrum serapan FTIR yang merupakan *fingerprint* suatu molekul senyawa. Secara prinsip fisika, molekul akan mengalami vibrasi ikatan pada frekuensi yang beragam bergantung pada unsur dan tipe ikatan. Jadi, setiap ikatan mempunyai frekuensi masing-masing untuk bisa bervibrasi. Menurut mekanika kuantum, frekuensi yang dimaksud adalah dari keadaan dasar (frekuensi terendah) ke keadaan tereksitasi (frekuensi tertinggi).

Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi senyawa organik maupun anorganik secara kualitatif dan kuantitatif. Ini digunakan untuk menentukan suatu senyawa dalam suatu campuran yang tidak diketahui. Selain itu dapat digunakan untuk analisis zat padat, cair dan gas. Istilah *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy (FTIR)* mengacu pada pengembangan baru dari alat dimana data dikumpulkan dan diubah dari pola interferensi menjadi bentuk spektrum.

Untuk analisis kualitatif dilakukan dengan menginterpretasikan spektrum serapan IR, sehingga dapat diketahui ikatan kimia dalam suatu molekul. Spektrum

FTIR dari senyawa organik lebih rumit dan detail jika dibandingkan dengan senyawa anorganik. Untuk senyawa umum, spektrum yang tidak diketahui bisa diidentifikasi dengan membandingkannya dengan spektrum referensi yang telah diketahui. Sedangkan untuk analisis kuantitatif dilakukan dengan melihat kekuatan serapan yang sebanding dengan konsentrasi senyawa yang dianalisis.

Secara prinsip fisika, molekul akan mengalami vibrasi ikatan pada frekuensi yang beragam bergantung pada unsur dan tipe ikatan. Jadi setiap ikatan mempunyai frekuensi masing-masing untuk bisa bervibrasi. Menurut mekanika kuantum, frekuensi yang dimaksud adalah dari keadaan dasar (frekuensi terendah) ke keadaan tereksitasi (frekuensi tertinggi). Peningkatan frekuensi vibrasi ikatan ini terjadi karena molekul menyerap energi cahaya. Hal ini dapat dijelaskan dengan rumus;

$$E_1 - E_2 = \Delta E = h \cdot c \cdot \lambda^{-1}$$

Perbedaan tingkat energi = Energi serapan cahaya

**Keterangan :** h = konstanta Planck;  
c = kecepatan cahaya;  
 $\lambda$  = panjang gelombang

Persiapan sampel untuk analisis FTIR dikelompokkan atas dua metoda persiapan, yaitu:

1. Untuk sampel cair

Sampel ditempatkan satu tetes diantara dua plat natrium klorida (garam). Tetesan tadi membentuk film tipis diantara kedua plat.

2. Untuk sampel padat

Sampel digiling dengan KBr membentuk bubuk yang halus yang kemudian dikompres pelet tipis yang bisa dianalisis. KBr juga transparan terhadap sinar IR. Selain itu, sampel padat dapat juga dilarutkan dalam sebuah pelarut seperti metilen klorida dan ditempatkan diatas plat garam. Pelarut kemudian diuapkan, meninggalkan film tipis dari senyawa sampel pada plat dan biasanya digunakan untuk identifikasi material polimer.

Salah satu kelebihan FTIR mencakup pada ukuran sampel yang sedikit dengan perkembangan spektrum yang cepat dan sistem yang dilengkapi dengan komputerisasi akan dapat menyimpan dan mengolah spektrum yang diartikan dalam bentuk interferogram sehingga mudah untuk mengidentifikasi sampel yang dianalisa.<sup>20</sup>

#### **2.8.4 SEM (Scanning Electron Microscopy)**

SEM digunakan untuk menyelidiki material dalam skala makro dan submikro. Peralatan SEM dapat menghasilkan gambar tiga dimensi untuk menganalisis topografi permukaan sampel dalam bentuk padat. Sampel padat yang akan dianalisis harus dapat menghantarkan listrik (konduktor). Jika sampel yang akan dianalisis tidak dapat menghantarkan listrik, maka harus dilapisi dengan material penghantar listrik, seperti emas.

Analisis sampel dilakukan dengan melewatkan seberkas elektron yang kemudian difokuskan dengan lensa magnetik menuju permukaan sampel. Permukaan sampel tersebut akan menangkap berkas sinar elektron dan mengemisikannya. Kemudian detektor akan menterjemahkan pola emisi dan hasilnya tergambar pada layar komputer.<sup>21</sup>

#### **2.8.5 GC-MS**

Dasar pemisahan secara kromatografi gas adalah penyebaran komponen sampel antara dua fasa, yakni fasa gerak dan fasa diam (cair, padat) dan fasa gerak berupa gas. Kromatografi gas ada 2 macam yaitu : Kromatografi gas-cair (KGC) yang fase diamnya berupa cairan Kromatografi gas-padat (KGP), yang fase diamnya berupa padatan.

Untuk menentukan komponen sampel yang sama sekali belum diketahui komposisinya, biasanya GC dikopling dengan alat MS (Mass Spectrometry). Pada GC-MS, komponen yang keluar dari kolom GC dibagi 2: sebagian menuju detektor dan sebagian lagi menuju ke MS. Keuntungan menggunakan GC-MS antara lain detektor yang terdapat pada kromatografi gas masih dapat digunakan untuk analisis kuantitatif. Selain itu pengkarakterisasian senyawa tidak lagi memerlukan larutan standar sehingga biaya yang dikeluarkan tidak terlalu besar.<sup>22</sup>

## BAB III PROSEDUR PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari hingga Maret 2011. Proses pengamobilisasian sampai dengan uji stabilitas katalis dilakukan di Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas. Pengukuran Spektrofotometer UV-vis dilakukan di Laboratorium Farmasi Universitas Andalas. *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) zat pendukung dan katalis dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Universitas Andalas. AAS dilakukan di Laboratorium Dasar Universitas Andalas. Pengukuran GC-MS dilakukan di Balai Laboratorium Kesehatan Padang. Pengukuran SEM dilakukan di Labor Geologi Kwartir Bandung.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, *hot plate magnetic stirrer*, alat refluks, neraca analitik, oven, corong Buchner dan desikator. Sedangkan instrument yang digunakan adalah FT-IR (Jasco FT-IR 460 Plus), Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu Pharmaspec UV-Vis 1700), SEM (Jeol JSM 6510 LA), GC-MS (QP 2010 S Shimadzu) dan AAS (Younglin AAS 8020).

#### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , asetonitril ( $\text{CNCH}_3$ ) p.a., poli(4-vinilpiridin) *cross linked* 25%, minyak jelantah dan aquadest.

### 3.3 Prosedur Kerja

#### 3.3.1 Sintesis Nikel(II)Asetonitril yang Diamobilisasi pada P4VP

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dipanaskan pada suhu 170 °C atau sampai semua air hidratnya hilang.  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  anhidrat sebanyak 0,9269 g ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu alas bulat kemudian tambahkan 15 mL asetonitril dan diaduk dengan menggunakan *hot plate stirrer* dengan kecepatan 400 rpm pada suhu 50 °C selama

24 jam. Kompleks yang didapat kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV/Vis dan FTIR. Kemudian ke dalam larutan kompleks Nikel(II) asetonitril ditambahkan sedikit demi sedikit 0,5000 g P4VP sambil diaduk dengan *hot plate stirrer* pada suhu 50 °C dengan kecepatan 400 rpm selama 24 jam. P4VP yang digunakan terlebih dahulu digerus hingga halus kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C. Material yang dihasilkan disaring dengan corong *Buchner* dan dicuci sebanyak 3 kali dengan pelarutnya kemudian dikeringkan dalam desikator pada temperatur ruang dan dikarakterisasi dengan FTIR dan SEM, sedangkan filtrat dikarakterisasi dengan AAS.

### 3.3.2 Uji kestabilan

Ke dalam 10 mL asetonitril, material *support* sebanyak 0,1000 g disuspensikan dan distirrer dengan kecepatan 400 rpm selama 24 jam pada temperatur 50 °C. Setelah itu, disaring dengan *Buchner* dan diambil filtratnya untuk dikarakterisasi dengan AAS.

### 3.3.3 Karakterisasi Katalis Teramobilisasi

Untuk menentukan kandungan logam (*metal-loading*) Ni(II) yang dapat diamobilisasi pada permukaan P4VP dilakukan pengukuran dengan AAS. Ikatan yang terjadi antara atom nitrogen pada P4VP dengan ion Ni<sup>2+</sup> serta keberadaan kation kompleks dilacak dengan FTIR. Untuk melihat morfologi dari amobilat yang dihasilkan ditentukan dengan SEM.

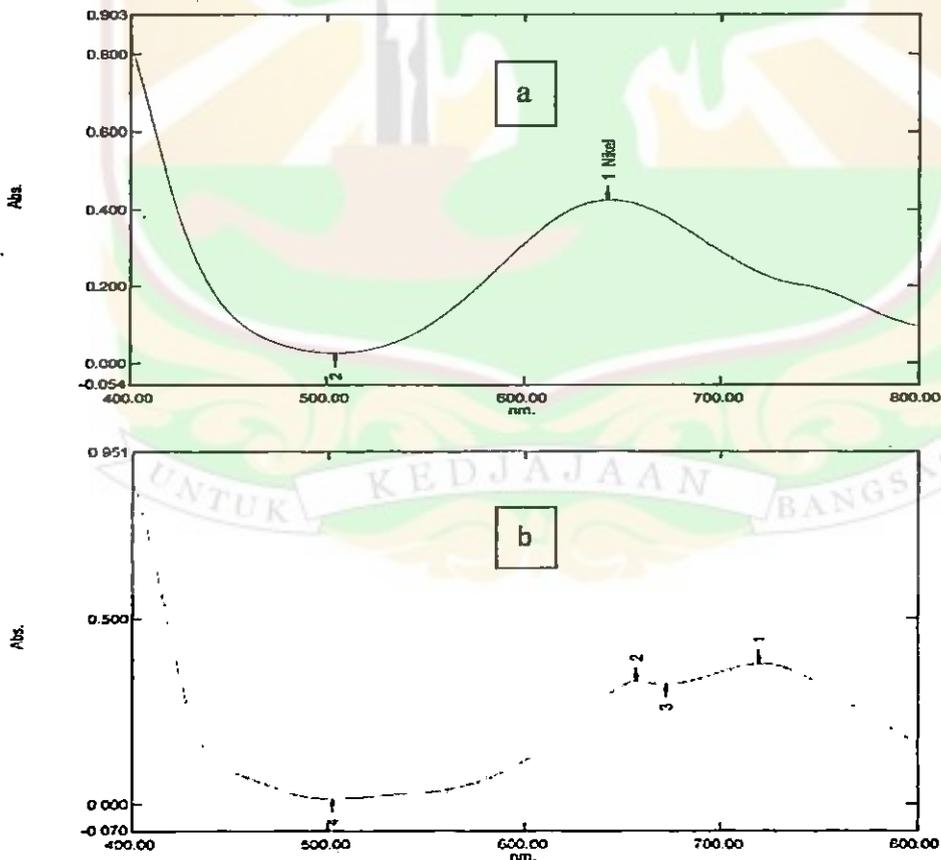
### 3.3.4 Uji Katalitik Ni-Asetonitril/P4VP pada Reaksi Transesterifikasi

Aktivitas katalis atau amobilat Ni-Asetonitril/P4VP diuji terhadap reaksi transesterifikasi minyak jelantah menjadi metil ester (biodiesel). Sebanyak 12,5 mL minyak jelantah dipanaskan pada suhu 50 °C selama 15 menit. Kemudian ditambahkan 0,0625 g katalis yang telah dicampur dengan 2,5 mL metanol sambil distirrer pada suhu 65 °C selama 8 jam. Lalu campuran dipindahkan dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam dan terbentuk dua lapisan. Lapisan atas merupakan metil ester (biodiesel) yang kemudian dianalisis dengan menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS).

## BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis

Nikel asetonitril merupakan suatu kompleks yang berwarna hijau, warna dari senyawa kompleks disebabkan karena adanya *splitting* dari orbital d pada logam Ni akibat interaksi elektronik antara orbital d pada logam Ni tersebut dengan kekuatan medan ligan dari asetonitril. Untuk memastikan bahwa kompleks Ni-Asetonitril sudah terbentuk, maka dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis. Sesuai dengan (Gambar 6), puncak serapan maksimum berada pada panjang gelombang 644 nm, dari data Uv-vis yang ditampilkan spektrum memperlihatkan terjadinya pergeseran puncak serapan dari sampel ke arah panjang gelombang yang lebih kecil, yang mengindikasikan kompleks Ni-Asetonitril telah terbentuk. Ligan air memiliki pasangan elektron bebas yang lebih banyak dibandingkan dengan ligan asetonitril sehingga energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron-elektron yang berada didalam senyawa Ni-air menjadi semakin kecil.<sup>23</sup>



Gambar 6. Spektrum UV/Vis dari kompleks  $[\text{Ni}(\text{NCCH}_3)_6]^{+2}$  (a),  $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]$  (b)

## 4.2 Karakterisasi FT-IR

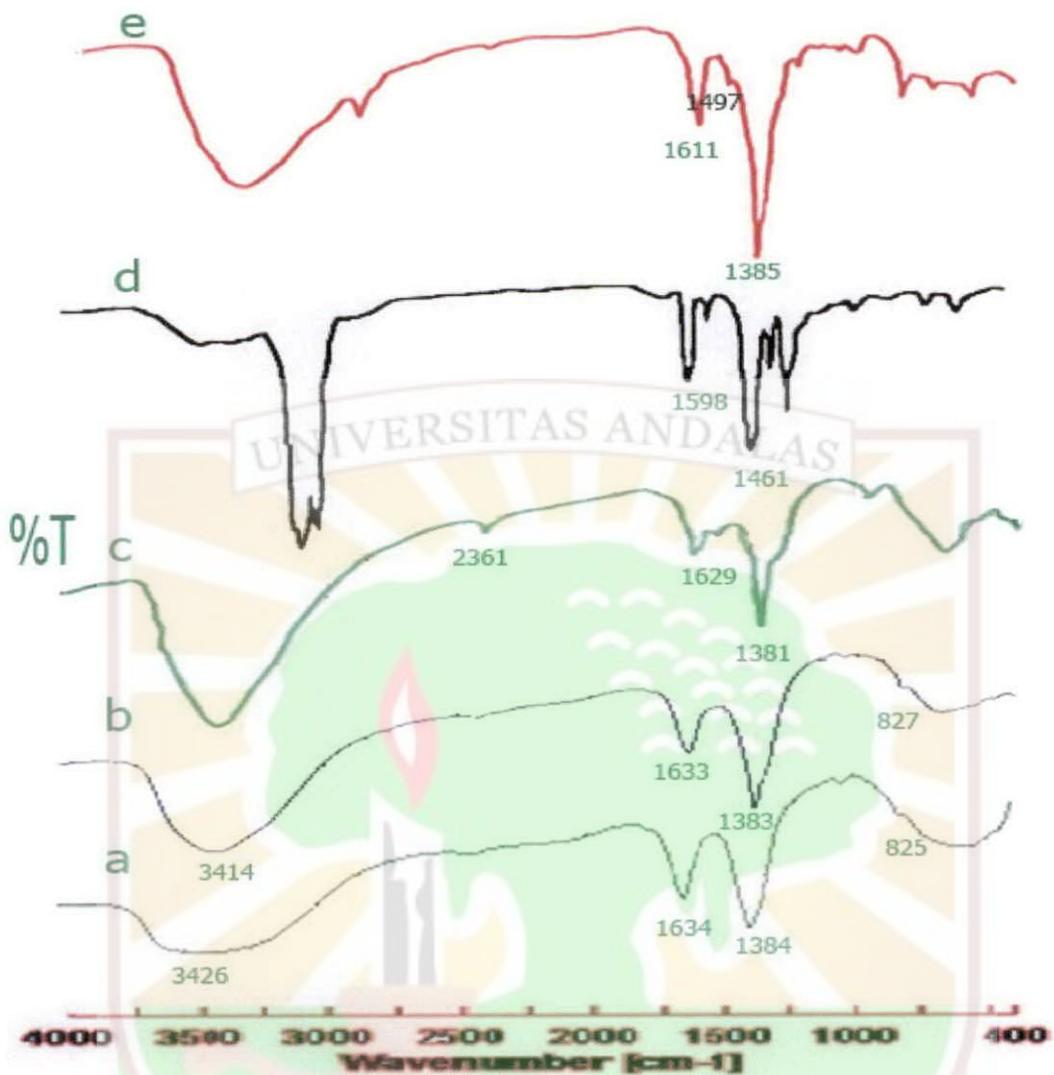
Berdasarkan hasil karakterisasi instrumen FT-IR diperoleh spectra dari  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ , larutan Ni-Asetonitril, P4VP murni, dan hasil amobilisasi katalis Ni pada P4VP. Dari hasil spektra FT-IR pada (gambar 7), dapat dilihat bahwa pada spektrum (Gambar 7a) memperlihatkan spektrum FTIR dari  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  heksahidrat, terjadinya pelebaran puncak serapan pada  $3426,89 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan vibrasi ulur O-H dari molekul air, sedangkan pelebaran puncak O-H ini disebabkan oleh banyaknya kandungan air dalam sampel. Selanjutnya pada  $1634,34 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan H-O-H bending dari molekul air.<sup>20</sup>

Munculnya puncak serapan pada  $1383,68 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) yang juga diperkuat dengan munculnya serapan pada daerah sidik jari  $825,384 \text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari gugus nitrat. (Gambar 7b) memperlihatkan spektrum FTIR dari  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  anhidrat dimana disini dapat kita lihat perbedaan puncak transmittan antara kedua gambar. Terjadi pergeseran puncak pita serapan menjadi  $3414,35 \text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan vibrasi O-H dari molekul air. Spektrum serapan mengalami penyempitan dan semakin tajam, jika dibandingkan dengan (Gambar 7a). Pita serapan  $1633,41 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan H-O-H bending molekul air terserap dengan pengurangan intensitas spektrum. Berkurangnya intensitas spektrum ini menandakan bahwa molekul air telah teruapkan, namun karena mudahnya  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  mudah menyerap molekul air pada udara bebas sehingga molekul  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  yang awalnya diduga telah menjadi anhidrat setelah pemanasan, menarik kembali molekul air pada udara bebas, ini ditandai dengan masih terbentuknya puncak OH pada  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  anhidrat dengan intensitas yang lebih kecil. Sedangkan puncak serapan (gambar 7a) pada  $1383,68 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) dan diperkuat dengan munculnya serapan pada daerah sidik jari  $827,312 \text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari gugus nitrat, tetapi pada (Gambar 7b) terjadinya pergeseran ke arah angka gelombang lebih besar, ini mengindikasikan ligan air telah terlepas sehingga ikatan gugus nitrat dan nikel menjadi kuat. (Gambar 7c) merupakan hasil analisis FTIR Komplek Ni-Asetonitril. Puncak serapan pada angka gelombang  $2361 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan vibrasi CN stretching dari  $\text{CH}_3\text{CN}$  yang terikat pada atom logam pusat, dimana telah mengalami pergeseran pita serapan. Vibrasi gugus nitril (CN) dari asetonitil

bebas akan ditemukan pada daerah sekitar 2240-2260  $\text{cm}^{-1}$ . Akan tetapi setelah terikat mengalami pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih besar. Hal ini memberi petunjuk bahwa telah terjadi pengomplekkan  $[\text{Ni}(\text{NCCH}_3)_6][\text{NO}_3]$ . Pita serapan 1629,55  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan H-O-H bending molekul air. Sedangkan puncak serapan pada 1381,75  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) yang bergeser kembali akibat pengaruh ikatan Ni dan asetonitril yang menyebabkan melemahnya ikatan gugus nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) dengan Ni.<sup>20,24</sup>

Pada (Gambar 7d), dapat dilihat adanya puncak transmitan pada bilangan gelombang 1598  $\text{cm}^{-1}$  dan 1461  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan puncak dari vibrasi ulur gugus C=N dan C=C pada P4VP. Pada (Gambar 7e), puncak vibrasi ulur gugus C=N dan gugus C=C muncul pada bilangan gelombang yang lebih besar, yaitu pada 1611  $\text{cm}^{-1}$  dan 1497  $\text{cm}^{-1}$ . Pergeseran puncak vibrasi ulur C=N dan C=C dari gugus piridin P4VP ke bilangan gelombang yang lebih besar ini mengindikasikan bahwa atom N piridin telah terikat oleh Ni(II) sehingga menjadi kaku dan sulit untuk melakukan vibrasi sebagaimana pada P4VP murni. Oleh karena itu, dibutuhkan energi yang lebih besar untuk melakukan vibrasi. Pergeseran terjadi ke bilangan gelombang yang lebih besar karena energi yang dibutuhkan untuk bervibrasi semakin besar. Dengan kata lain, telah terjadi interaksi donor-akseptor antara Ni(II) dengan atom N dari gugus piridin. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa telah terjadi proses amobilisasi Ni(II)Asetonitril pada P4VP karena indikasi keberhasilan amobilisasi adalah terjadi pergeseran puncak ke bilangan gelombang yang lebih besar setelah dilakukan amobilisasi.<sup>25</sup>

Sedangkan puncak serapan pada (Gambar 7e) pada angka gelombang 1385  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) kembali terikat kuat dengan Ni, ini ditandai dengan pergeseran puncak vibrasi ke arah angka gelombang yang lebih besar. Pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih besar ini diakibatkan oleh berkurangnya ligan asetonitril yang diperkuat dengan munculnya puncak lemah vibrasi gugus nitril (CN) dari asetonitril yang ditemukan pada daerah sekitar 2362  $\text{cm}^{-1}$ , yang mengindikasikan berkurangnya asetonitril karena penguapan selama proses pengeringan sampel, maka dapat disimpulkan bahwa yang teramobilisasi pada P4VP adalah Ni-Asetonitril dimana hanya sedikit ligan asetonitril yang terkomplek pada atom pusat Ni.<sup>20,25</sup>



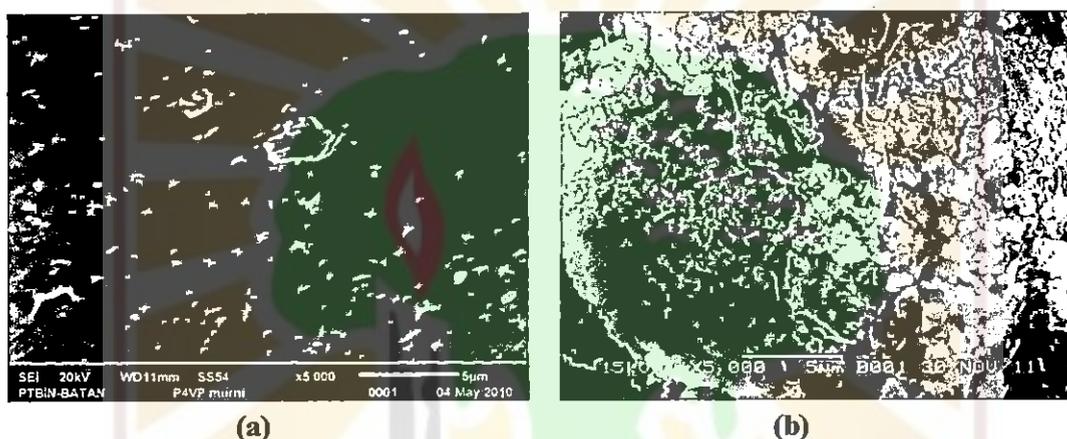
**Gambar 7.** Spektrum FT-IR dari  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (a),  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (b), Ni-Asetonitril (c), P4VP murni (d), Ni-Asetonitril/P4VP (e)

### 4.3 Karakterisasi SEM

SEM digunakan untuk melihat permukaan atau morfologi dari zat pendukung dan amobilat. Sampel yang dikarakterisasi dengan SEM adalah P4VP murni dan amobilat Ni-Asetonitril/P4VP.

Foto SEM pada (gambar 8a) merupakan foto P4VP murni setelah digerus dengan perbesaran 5000 kali. Penggerusan ini bertujuan untuk menghasilkan luas permukaan spesifik zat pendukung P4VP yang lebih besar dibandingkan dengan P4VP yang tidak digerus sehingga diharapkan kemungkinan logam terikat pada P4VP semakin besar. Setelah dilakukan proses amobilisasi Ni-Asetonitril pada P4VP, dapat dilihat bahwa terjadi perubahan morfologi permukaan P4VP antara

sebelum dan sesudah proses amobilisasi sebagaimana yang dapat dilihat pada (gambar 8b) yang mana permukaan P4VP setelah dilakukannya proses amobilisasi menjadi lebih kasar serta terjadi aglomerasi yang diperkirakan terbentuk akibat adanya tolakan dari muatan sejenis, yaitu Ni(II) dengan Ni(II) dan  $\text{NO}_3^-$  dengan  $\text{NO}_3^-$  dari  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  yang terdapat di permukaan P4VP sehingga partikel yang terbentuk tidak tumbuh membesar (*growth*) melainkan membentuk aglomerasi atau inti-inti baru (*nucleation*). Oleh karena itu, dapat diasumsikan bahwa telah terjadi proses amobilisasi Ni-Asetonitril pada permukaan P4VP. Dengan kata lain, telah terdistribusinya Ni-Asetonitril pada permukaan P4VP.<sup>25</sup>



**Gambar 8.** Gambar SEM dari P4VP murni setelah digerus dengan perbesaran 5000x (a), amobilat Ni-Asetonitril/P4VP dengan perbesaran 5000x (b)

#### 4.4 Uji *Leaching* dan Penentuan Kadar Logam Menggunakan AAS

Sampel yang diukur adalah filtrat dari amobilat Ni-Asetonitril/P4VP sebelum dan sesudah uji stabilitas. *Leaching* merupakan proses lepasnya logam ke pelarut. Jadi salah satu tujuan dilakukannya uji *leaching* yaitu melihat kestabilan dari atom pusat bertahan pada suatu senyawa. Semakin sedikit logam yang lepas ke pelarut, maka semakin stabil senyawa tersebut terkoordinasi antara logam dan ligan-ligan yang ada, demikian juga sebaliknya. Karakterisasi AAS ini bertujuan untuk menentukan kadar Ni dalam amobilat sebelum dan sesudah uji stabilitas. Sebelum dilakukan uji stabilitas maka banyaknya kadar Ni yang dapat berikatan dengan suport disebut dengan *metal loading*. Sedangkan setelah dilakukan uji stabilitas jumlah kadar logam Ni yang lepas ke pelarut disebut dengan *leaching*. Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar Ni(II) dengan konsentrasi 0 hingga 7

mg/L. Nilai serapan dari standar, sampel *metal loading* dan sampel dari *leaching* dapat dilihat dari tabel 1

**Tabel 1.** Nilai serapan dari standar, sampel *Metal Loading* dan *Leaching*

Nama	Absorban	Konsentrasi (mg/L)	SD
Standar 1	0,0112	1	-1,0000
Standar 2	0,0186	2	-1,0000
Standar 3	0,0305	3	-1,0000
Standar 4	0,0493	5	-1,0000
Standar 5	0,0683	7	-1,0000
Sampel <i>metalloading</i>	0,0591	6,0532	-1,0000
Sampel <i>leaching</i>	0,0009*	0,0181*	-1,0000

\* = not detected

Dari data diatas dapat dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi dan absorpsi dengan persamaan regresi  $y = 0,0097x + 0,0008$  dengan koefisien korelasi 0,999 yang diperlihatkan pada (gambar 9).

Absorban



Konsentrasi (mg/L)

**Gambar 9.** Kurva nilai serapan AAS terhadap variasi konsentrasi

Setelah diuji secara statistik dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95 %, dapat disimpulkan bahwa persamaan regresi larutan standar tersebut dapat digunakan karena  $r_{eksperimen} > r_{tabel}$ . Nilai *leaching* dan *metal loading* dapat dilihat dari tabel 2.

**Tabel 2.** Nilai *Metal Loading* dan *Leaching* dari sampel

Amobilat	Sebelum Uji Stabilitas (% massa*)	Setelah Uji Stabilitas (% massa)	Leaching (%)
Ni-P4VP	34,936	32,190	7,860

\* *Metal loading*

Berdasarkan data diatas maka nilai *metal loading* yang terbesar terdapat pada logam Ni yaitu sebesar 34,93 %. Nilai ini menyatakan bahwa cukup banyak logam Ni yang dapat berikatan dengan support. Selain itu, pengurangan massa sebelum dan setelah uji stabilitas yang lebih kecil dari 10 % mengindikasikan kestabilan dari amobilat.<sup>25</sup>

#### 4.5 Aktivitas Katalis Teramobilisasi pada Reaksi Transesterifikasi

Aktifitas katalitik dari katalis Ni-Asetonitril/P4VP yang telah berhasil disintesis diuji pada reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah. Reaksi transesterifikasi dilakukan terhadap minyak jelantah (*used frying oil*) hasil dari tiga kali penggorengan. Biodiesel yang diperoleh dari proses transesterifikasi menggunakan katalis Ni-Asetonitril/P4VP dibandingkan dengan biodiesel hasil dari transesterifikasi beberapa katalis lain. Hasil yang diperoleh diperlihatkan pada tabel 3.

**Tabel 3.** Daya Katalitik Beberapa Katalis terhadap Reaksi Transesterifikasi.<sup>24-28</sup>

No	Katalis	Efisiensi Katalitik (%)
1.	Tanpa katalis	-
2.	NaOH	4,0
3.	AlCl <sub>3</sub>	-
4.	Clay	4,8
5.	Mn/P4VP	22,0
6.	SiO-[AlCl <sub>3</sub> ]-Co/Cu-asetonitril	12,0
7.	SiO-[AlCl <sub>3</sub> ]-Co/Ni-asetonitril	23,2
8.	SiO-[AlCl <sub>3</sub> ]-Mn/Co	14,0
9.	SiO-[AlCl <sub>3</sub> ]-Mn/Ni	13,2
10	Ni-Asetonitril/P4VP	8,8

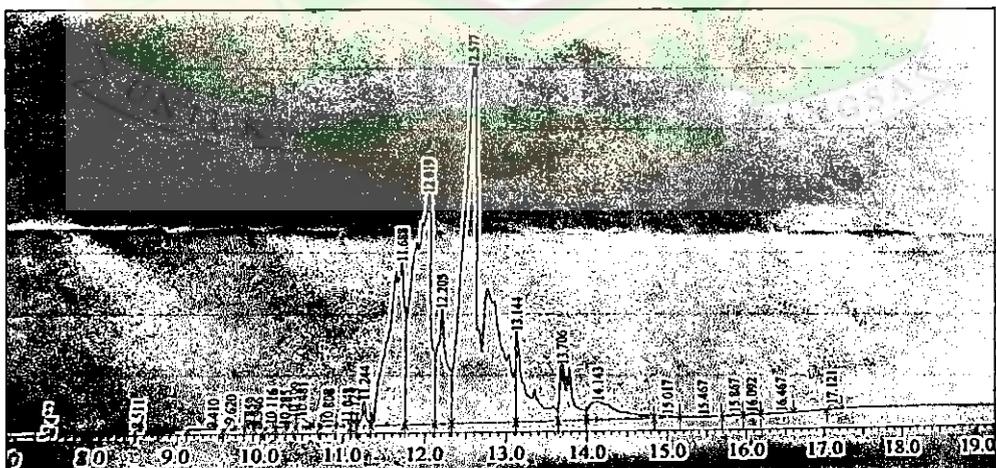
**Keterangan :** - = tidak ada metil ester, hanya mengandung asam lemak

Keberhasilan katalis dalam mengkatalisis reaksi transesterifikasi ditandai oleh terbentuknya dua lapisan setelah minyak direaksikan dengan metanol dan katalis. Berdasarkan literatur, lapisan atas yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi merupakan lapisan yang mengandung biodiesel, sedangkan lapisan bawah terdiri dari lapisan gliserin, sisa metanol, dan katalis.<sup>16-18</sup>

Dari tabel 3 dapat dilihat bahwa katalis Ni-Asetonitril/P4VP memberikan rendemen yang sangat rendah, yaitu 8,8 % atau menghasilkan lapisan atas sebanyak 1,1 mL dari 12,5 mL minyak yang digunakan. Oleh karena itu, dapat diasumsikan bahwa katalis Ni-Asetonitril/P4VP memiliki daya katalitik yang sangat rendah terhadap reaksi transesterifikasi. Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis Ni-Asetonitril/P4VP belum dapat diramalkan karena membutuhkan penelitian yang lebih lanjut karena hingga saat ini terdapat dua mekanisme katalis terhadap reaksi transesterifikasi, yaitu inisiasi metanol yang akan menghasilkan ion  $\text{CH}_3\text{O}^-$  yang nantinya akan menyerang molekul trigliserida sehingga membebaskan tiga molekul metil ester dan pemutusan ikatan antara gugus asam lemak dan gliserin pada molekul trigliserida.

#### 4.6 Analisis GC-MS Biodiesel yang Diperoleh dari Transesterifikasi Menggunakan Ni-Asetonitril/P4VP

Analisis GC-MS dilakukan untuk menentukan kandungan senyawa monoalkil ester yang dominan terdapat dalam lapisan biodiesel hasil dari proses transesterifikasi minyak jelantah.



Gambar 10. Kromatogram GC-MS biodiesel

Berdasarkan kromatogram (gambar 10), diperoleh informasi bahwa lapisan atas yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak menggunakan katalis Ni-Asetonitril/P4VP mengandung banyak senyawa, yang dapat diketahui dari banyaknya puncak yang muncul, namun terdapat dua senyawa utama yang ditandai dengan munculnya 4 puncak dengan intensitas yang lebih tinggi, yaitu pada waktu retensi 11,688, 12,019 dan 12,577 menit yang merupakan puncak dari kafein dan asam lemak bebas pada waktu retensi 12,205 menit yang merupakan puncak dari asam heksadekanoat. Sedangkan puncak dari metil ester muncul pada 11,244 dan 13,706 menit yang merupakan puncak dari metil palmitat dan metil petrosilinat dengan intensitas yang sangat lemah.

Senyawa yang dominan terkandung dalam lapisan atas hasil reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis Ni-Asetonitril/P4VP disajikan pada tabel 4.

**Tabel 4.** Senyawa Utama dalam Lapisan Atas Hasil Transesterifikasi menggunakan katalis Ni-Asetonitril/P4VP

Jenis Senyawa	Rumus Kimia	Waktu Retensi (menit)	MW (g/mol)
Metil Palmitat	$C_{17}H_{34}O_2$	11,244	270
Kafein	$C_8H_{10}N_4O_2$	11,688	194
		12,019	
		12,577	
Asam heksadekanoat	$C_{16}H_{32}O_2$	12,205	256
Metil petroselinat	$C_{19}H_{36}O_2$	13,706	296

Bila dilihat dari puncak yang dihasilkan pada kromatogram, biodiesel yang dihasilkan melalui proses transesterifikasi menggunakan metanol dengan katalis Ni-Asetonitril/P4VP memiliki kadar atau intensitas yang sangat kecil, hal ini diperkirakan dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya daya katalitik yang lemah dari katalis yang digunakan. Selain itu, dapat juga disebabkan oleh kurangnya energi yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukan antara molekul asam lemak bebas dan metanol karena reaksi ini hanya dilakukan pada temperatur rendah.

## BAB V. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah didapatkan, dapat disimpulkan bahwa P4VP dapat digunakan sebagai zat pendukung yang stabil terhadap Ni(II) dimana amobilat Ni-Asetonitril/P4VP tidak mudah terlarut kembali dalam pelarut yang diuji, dan dapat dibuktikan dari kecilnya persen leaching dari amobilat yaitu sebesar 7,860 %. Dari uji aktifitas katalitik diketahui bahwa amobilat Ni-Asetonitril/P4VP kurang baik digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi trigliserida dari minyak jelantah untuk menghasilkan metil ester (biodiesel), dimana jenis metil ester yang dihasilkan seperti metil palmitat ( $t_R = 11,244$ ) dan metil petroselinat ( $t_R = 13,706$ ) memiliki puncak dengan intensitas yang sangat lemah.

### 5.2 Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diajukan beberapa saran demi kesempurnaan penelitian selanjutnya, diantaranya melanjutkan karakterisasi katalis Ni-Asetonitril/P4VP dengan alat karakterisasi lain, diantaranya TGA, SEM/EDX, dan *magnetic susceptibility* atau EPR. mencari kondisi optimum untuk aktivitas katalitik Ni-Asetonitril/P4VP terhadap reaksi transesterifikasi minyak jelantah, seperti kecepatan pengadukan, temperatur, dan jumlah katalis, melanjutkan analisis kadar metil ester (biodiesel) dalam lapisan atas yang terbentuk, serta menguji kualitas biodiesel sebagai bahan bakar, diantaranya titik nyala (*flash point*) dan viskositas.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Housecroft, Catherine E. and Alan G. Sharpe. 2005. *Inorganic Chemistry*, 2<sup>nd</sup> edition. England : Pearson Prentice-Hall.
2. Syukri, S., Wei Sun, and F. E. Kühn. 2006. *Imobilization of Ruthenium(II) Salen Complexes on Poly(4-vinylpyridine) and their Application in Catalytic Aldehyde Olefination*. *Tetrahedron Letters* 48 (2007)1613-1617.
3. Syukri, Admi, Imelda dan Hosli Hidayat. *Fungsionalisasi Permukaan Silika Sebagai Material Pendukung Bagi Katalis Senyawaan Kompleks Logam Transisi; Sintesis, Karakterisasi Dan Uji Aktifitas Katalitiknya*. Padang : FMIPA Kimia UNAND.
4. Sakhtivel. A., S. Syukri, A. K. Hijazi and F. E. Kühn. 2006. *Heterogenization of  $[Cu(NCCH_3)_6][BF_4]_2$  on Mesoporous AIMCM-41/AIMCM-48 and its Application as Cyclopropanation Catalyst*, *Catalysis Letter*, 111, p.43.
5. X. S. Zhao, X. Ying Bao, Wanping Guo, and Fang Yin Lee, 2006. *Immobilizing Catalysts on Porous Material*, *Materials Today*, Vol. 9, No. 3, p. 32.
6. Syukri, C. E. Fischer, A. I. Al-Hmaideen, Yang Li, Ying Zheng, F. E. Kühn, 2008. *Modified MCM-41-zat pendukunged Acetonitrile Ligated Copper(II) And Its Catalytic Activity in Cyclopropanation of Olefins*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 113.p. 171
7. Tamami, Bahman dan Kaveh Parvanak Borujeni. 2009. *Poly(vinylpyridine) Zat pendukunged Reagents : A Review*. *Iranian Polymer Journal* 18 (3), 191-206.
8. TAN, Guo Hua, Yi Feng ZHANG, Zhi Guo HU, Zhi Quan SHEN. 2002. *Polymerization of 4-vinylpyridine by Lanthanide Coordination Catalyst*. *Chinese Chemical Letter* Vol. 13 No. 7, pp. 681-682.
9. Admi, Syukri, Gusliani Eka Putri dan Fakhrul Ikhsan. 2010. *Enkasuplasi dan Karakterisasi Katalis Komplek Besi (II) dan Seng (II) pada Silika Modifikasi dan Uji Aktivitas Katalitiknya*. Artikel Penelitian Universitas Andalas.
10. Santen. R. A., J. A Mouljn, van Leeuwen Piet A. N, B. A. Averill. 1999. *Catalysis An Integrated Approach* , 2<sup>nd</sup> Ed., Elsevier Science and Technology Books.
11. Chamber, C. and A.K. Holliday. 1975. *Modern Inorganic Chemistry*, an Intermediate Text. England : Butterworth & Co (Publisher) Ltd.

12. U.S. Environmental Protection Agency . 1999. Toxicological Review of Acetonitrile. Washington DC.
13. Alhmaideen, Akef Ibrahim Salameh. 2008. *Synthesis, Characterization and Application of Solvent Stabilized Transition Metal Cations with Weakly Coordinating Anions*. Munchen.
14. Pardey, J. Alvaro, et. al. 2008. *Synthesis, Characterization and Catalytic Properties of Coordination Complexes Based on [Mo(CO)<sub>3</sub>(CH<sub>3</sub>CN)<sub>3</sub>] and Poly(4-vinylpyridine)*. Catal Lett 122, pp. 274-280.
15. Syukri, S., A. K, Hijazi, A. Sakhtivel, A. I. Al-Hmaideen, F. E. Kühn. 2006. *Heterogenization of Solvent-Ligated Copper(II) Complexes on Poly(4-vinylpyridine) for the Catalytic Cyclopropanation of olefins*. Inorganika Chimica Acta 360 : 197-202.
16. Hikmah, N.M. dan Zuliyana. 2010. *Pembuatan Metil Ester(Biodiesel) Dari Minyak Dedak dan Metanol Dengan Proses esterifikasi Dan Transesterifikasi*. Skripsi Sarjana Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro.
17. Fukuda, H., Kondo A., and Noda H. 2001. *Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils*. J. Biosci.
18. Sumangat, Djajeng dan Tatang Hidayat. 2008. *Karakteristik Metil Ester Minyak Jarak Pagar Hasil Proses Transesterifikasi Satu Dan Dua Tahap*. J.Pascapanen 5(2), 18-26.
19. Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
20. Barbara Stuart, 2004, *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*, John Wiley & Sons, Ltd
21. Herguth, William R., *Applications of Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy (SEM/EDS) to Practical Tribology Problems*, Herguth Laboratories, Inc.
22. H. M. Mc Nair, dan E.J. Bonelli.1998. *Dasar Kromatografi Gas*. Bandung: ITB.
23. Dachriyanus, 2004, *Analisis Struktur Senyawa Organik*, Padang : Andalas University press.
24. Riadi, Jen. S, Syukri. 2011. *Sintesis, Karakterisasi dan Uji Katalitik Katalis Bimetal Ni-Co yang Diamobilisasi pada Silika Modifikasi*. Skripsi Sarjana Kimia. Padang : Universitas Andalas.

25. Putri, Ananda. S, Syukri. 2011. *Sintesis, Karakterisasi dan Uji Katalitik Mn yang Diamobilisasi pada P4VP*. Skripsi Sarjana Kimia. Padang : Universitas Andalas.
26. Okia, Uut. 2011. *Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Katalitik Co/Cu yang Diamobilisasi pada Silika Modifikasi*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNAND.
27. Putra, Ade E. 2011. *Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Katalitik Mn/Co yang Diamobilisasi pada Silika Modifikasi*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNAND.
28. Nuryanti. 2011. *Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Katalitik Mn/Ni yang Diamobilisasi pada Silika Modifikasi*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNAND.



**Lampiran 1.** Perhitungan Massa Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dan P4VP

Diketahui :

Berat molekul rata-rata P4VP cross linked 25 % = 315,418

Berat molekul monomer P4VP ( gugus piridin) = 105,14 g/mol

Sehingga :

$$MW \text{ P4VP} = \frac{75}{100} \times 315,418 = 236,54 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah gugus piridin} &= \frac{\text{berat molekul rata - rata P4VP}}{\text{berat rata - rata monomer P4VP}} \\ &= \frac{236,564 \text{ g/mol}}{105,14 \text{ g/mol}} \\ &= 2 \end{aligned}$$

Jadi, perbandingan molekul polimer P4VP dan gugus piridin dalam 1 mol adalah 1 : 2

Dalam penelitian ini akan digunakan 0,5000 g P4VP, maka jumlah gugus piridin yang terkandung adalah

$$\begin{aligned} \text{mol polimer P4VP} &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= \frac{0,5 \text{ g}}{236,564 \text{ g/mol}} \\ &= 2,113 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah molekul polimer P4VP} &= 2,113 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 6,02 \times 10^{23} \text{ molekul/mol} \\ &= 1,272 \times 10^{21} \text{ molekul} \end{aligned}$$

Molekul polimer P4VP : gugus piridin = 1 : 2

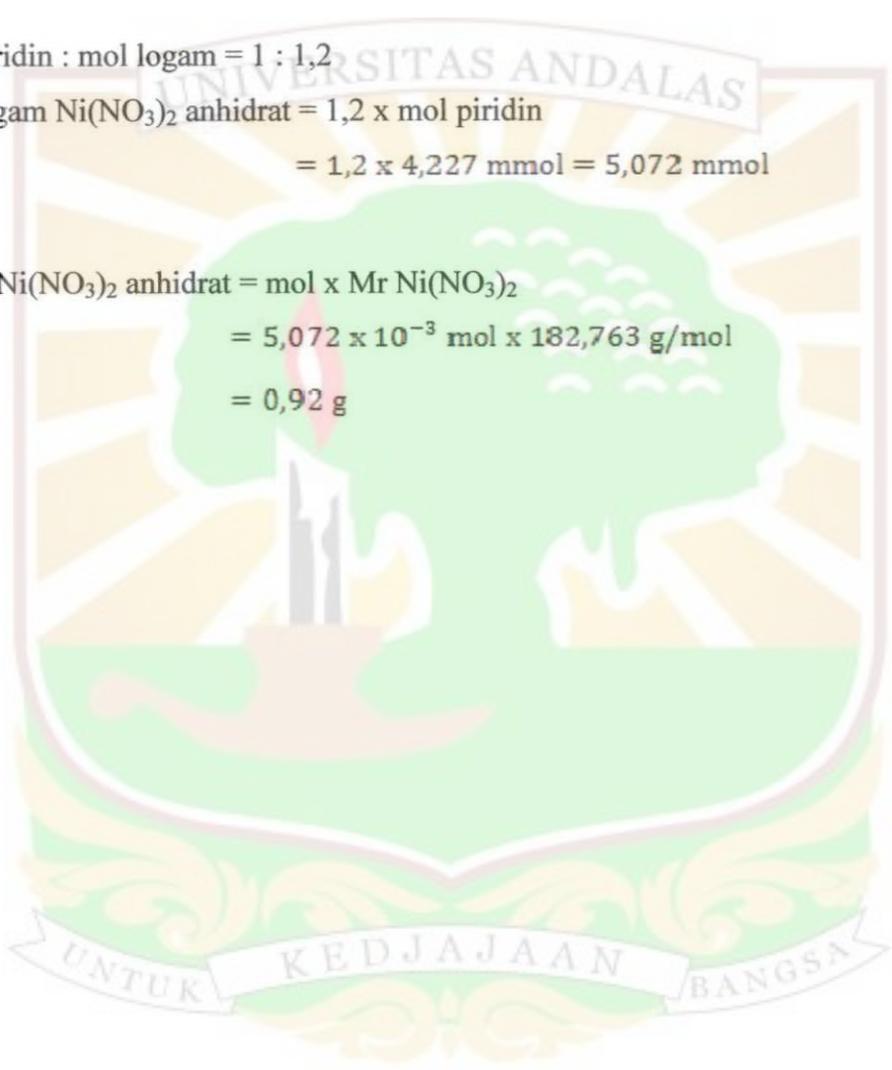
$$\begin{aligned} \text{Jadi, jumlah gugus piridin} &= 2 \times \text{molekul polimer P4VP} \\ &= 2 \times 1,272 \times 10^{21} \text{ molekul} \\ &= 2,544 \times 10^{21} \text{ molekul} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol gugus piridin ( monomer P4VP)} &= \frac{\text{jumlah molekul}}{\text{bilangan Avogadro}} \\
 &= \frac{2,544 \times 10^{21} \text{ molekul}}{6,02 \times 10^{23} \text{ molekul/mol}} \\
 &= 4,227 \times 10^{-3} \text{ mol} \\
 &= 4,227 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

Mol piridin : mol logam = 1 : 1,2

$$\begin{aligned}
 \text{Mol logam Ni(NO}_3)_2 \text{ anhidrat} &= 1,2 \times \text{mol piridin} \\
 &= 1,2 \times 4,227 \text{ mmol} = 5,072 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Ni(NO}_3)_2 \text{ anhidrat} &= \text{mol} \times \text{Mr Ni(NO}_3)_2 \\
 &= 5,072 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 182,763 \text{ g/mol} \\
 &= 0,92 \text{ g}
 \end{aligned}$$



## Lampiran 2. Perhitungan Metal Loading

- $[ ]_{AAS} = 60,532 \text{ mg/L}$
- Massa Ni teori dari jumlah komposisi yang digunakan

$$\begin{aligned} \text{g Ni mula-mula} &= \frac{\text{Ar Ni}}{\text{Mr Ni(NO}_3)_2} \times m \text{ Ni(NO}_3)_2 \times \frac{1,0}{1,2} \\ &= \frac{58,693 \text{ g/mol}}{182,763 \text{ g/mol}} \times 0,92 \text{ g} \times \frac{1,0}{1,2} \\ &= 0,246 \text{ g} \end{aligned}$$

- Massa Ni dalam Larutan

$[ ]_{AAS} = 60,535 \text{ mg/L}$  dengan volume filtrat = 1 mL

Massa Ni dalam larutan =  $[ ]_{AAS} \times \text{vol. filtrat}$

$$\begin{aligned} &= 60,535 \text{ mg/L} \times 1 \text{ mL} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \\ &= 0,060 \text{ g} \end{aligned}$$

- Massa Ni dalam amobilat

= massa Ni mula - mula - massa Ni dlm larutan

$$= 0,246 \text{ g} - 0,060 \text{ g}$$

$$= 0,186 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ metal loading (ML)} &= \frac{\text{massa Ni dlm amobilat}}{\text{massa amobilat}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,186 \text{ g}}{0,533 \text{ g}} \times 100 \% \\ &= 34,936 \% \end{aligned}$$

### Lampiran 3. Perhitungan Nilai *Leaching*

#### a. Nilai *Leaching*

$$\begin{aligned}\text{Massa Ni untuk uji } leaching &= \% \text{ ML} \times \text{massa amobilat untuk uji } leaching \\ &= 34,936 \% \times 0,1 \text{ g} \\ &= 0,034 \text{ g}\end{aligned}$$

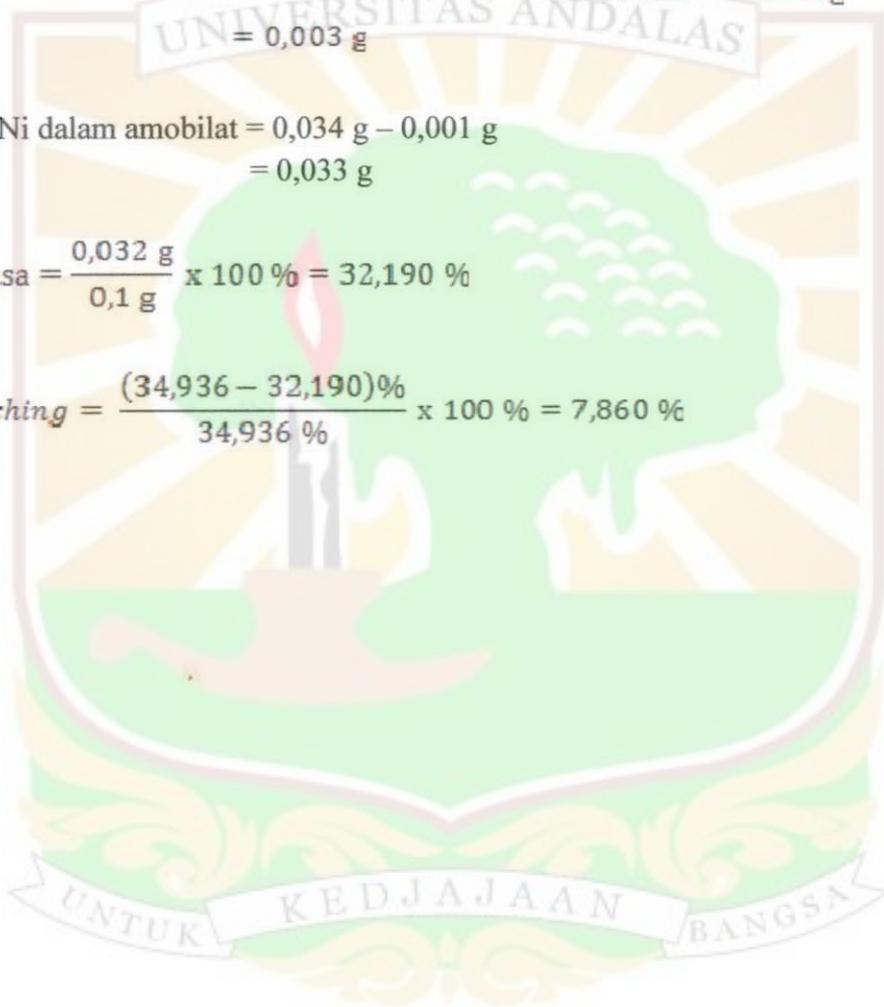
$$\text{Massa Ni dalam larutan} = [ ]_{AAS} \times \text{volume filtrat}$$

$$\begin{aligned}&= 181 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \\ &= 0,003 \text{ g}\end{aligned}$$

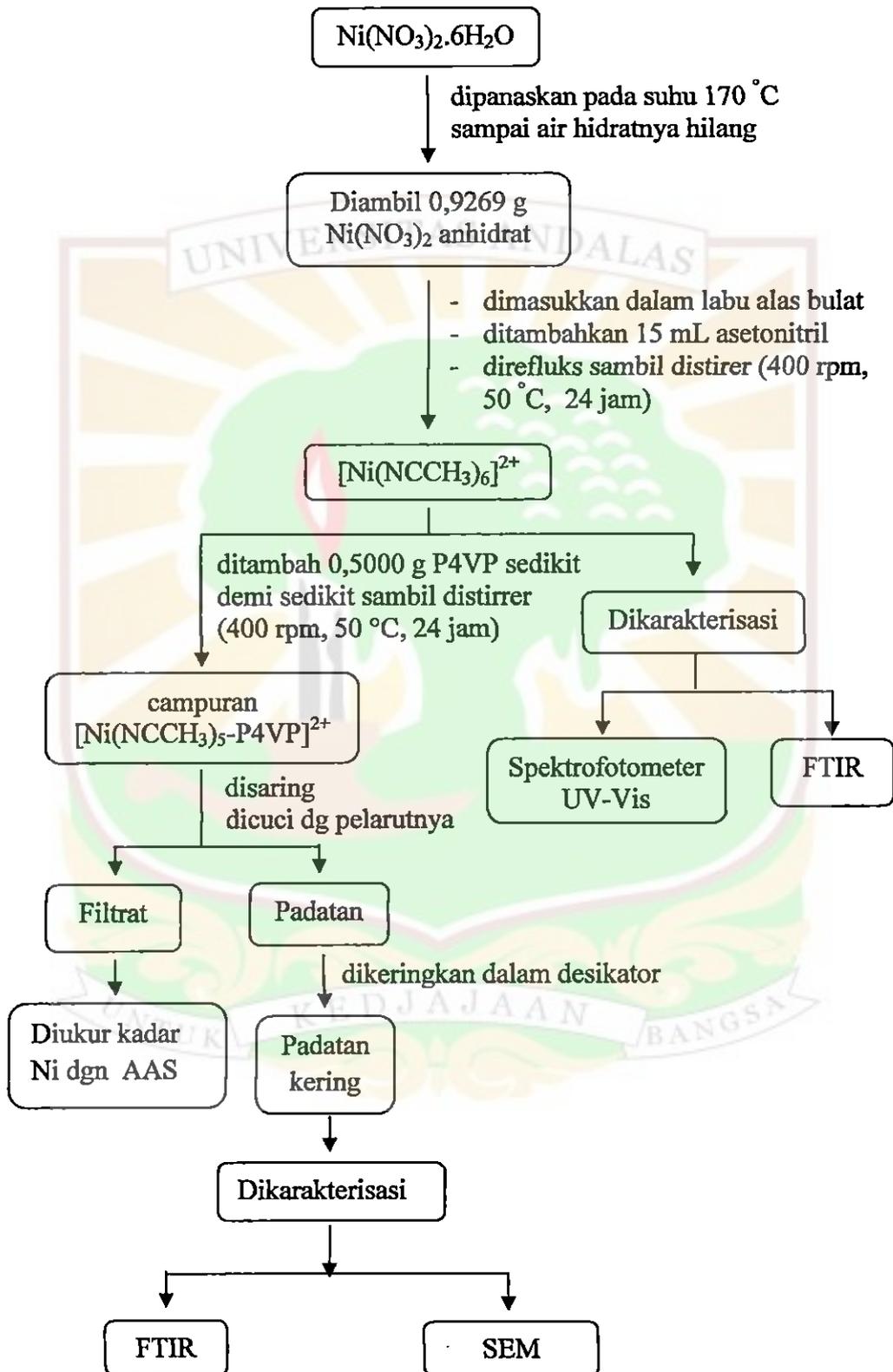
$$\begin{aligned}\text{Massa Ni dalam amobilat} &= 0,034 \text{ g} - 0,001 \text{ g} \\ &= 0,033 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\% \text{ massa} = \frac{0,032 \text{ g}}{0,1 \text{ g}} \times 100 \% = 32,190 \%$$

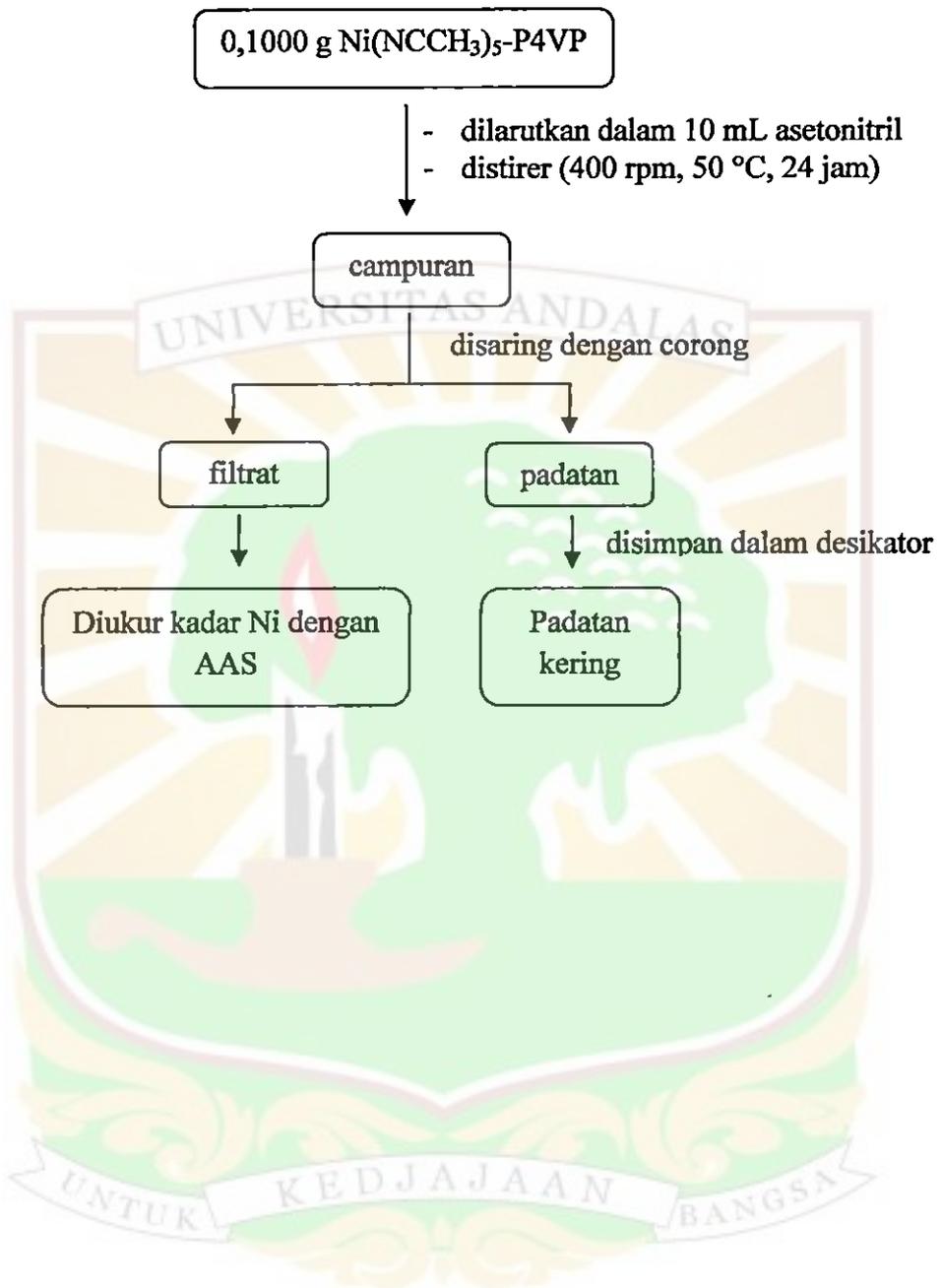
$$\% leaching = \frac{(34,936 - 32,190)\%}{34,936 \%} \times 100 \% = 7,860 \%$$



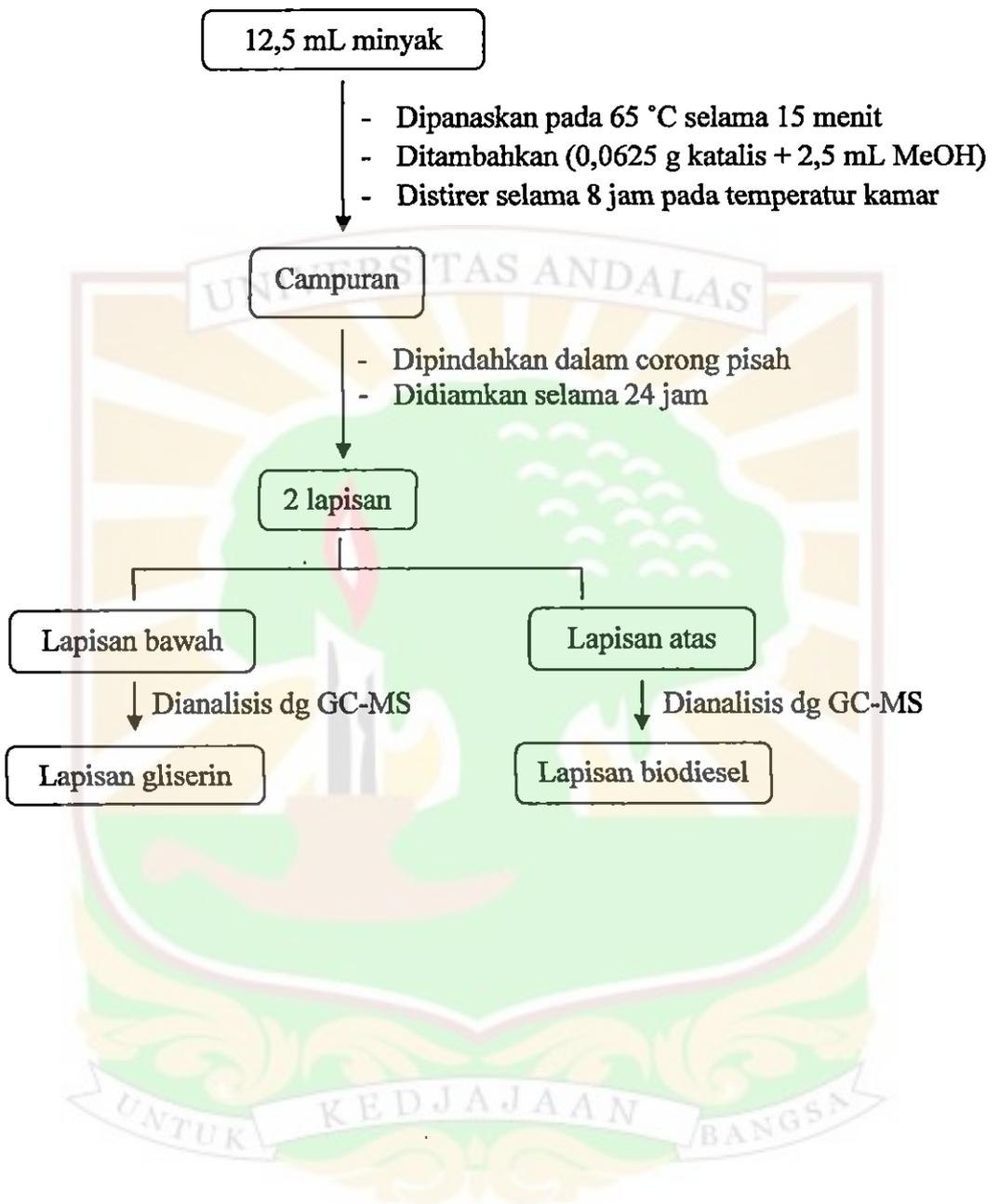
**Lampiran 4. Skema Kerja Sintesis P4VP Supported Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Asetonitril**



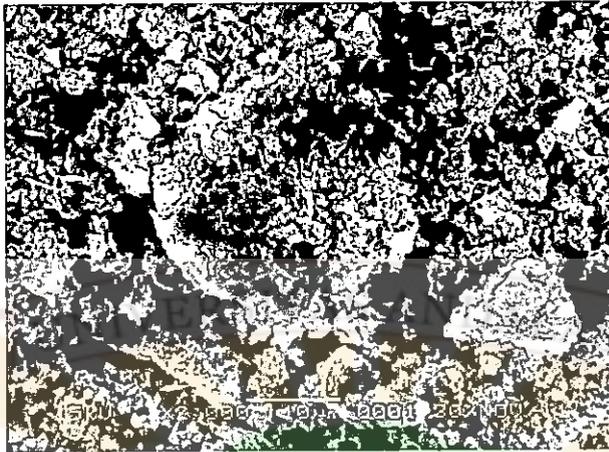
### Lampiran 5. Skema Kerja Uji Leaching



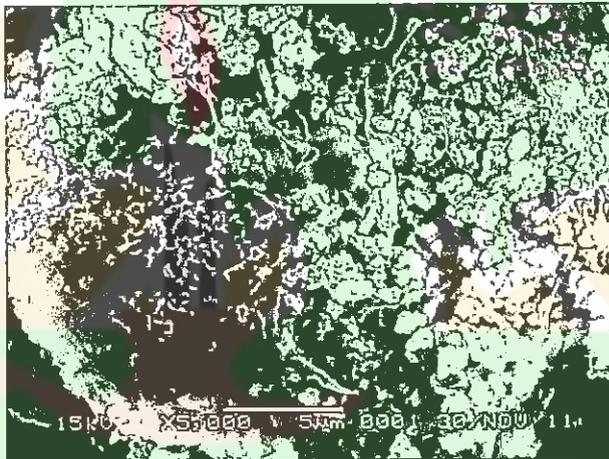
**Lampiran 6. Skema Kerja Uji Aktivitas Katalis Ni-Asetonitril/P4VP pada Reaksi Transesterifikasi**



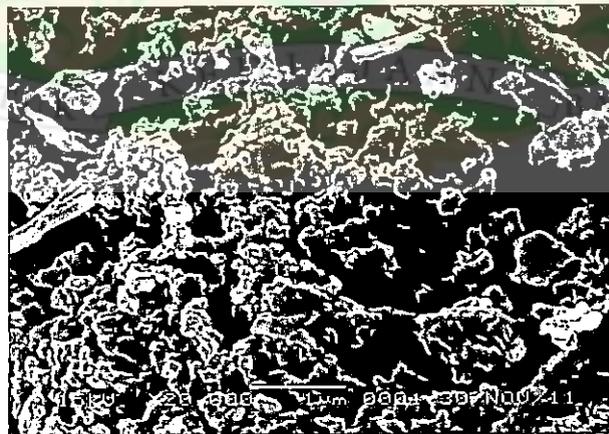
**Lampiran 7. Karakterisasi SEM Ni-Asetonitril/P4VP**



**Perbesaran 2000x**



**Perbesaran 5000x**



**Perbesaran 20000x**

**Lampiran 8.** Biodisel hasil uji katalitik

