

PENGARUH KALSINASI HIDROTALSIT TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI ETIL ASETAT MENJADI METIL ASETAT

Imam Januar

*Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia,
Yogyakarta 55281 Indonesia
E-mail: imam_januar06@yahoo.com*

ABSTRACT

This research is aim to study the optimum of time and calcination effect on hydrotalcite in transesterification reaction in obtaining metyl ester. The reagen has been used in this reaction were etyl acetat, methanol and hydrotalcite as catalyst. In the reaction was used various of times; 0,5, 1, 2, 3 hours and various catalysts; calcinated catalyst and non-calcinated catalyst. The characterization of hydrotalcite has used XRD, BET and FTIR instrument.

The result of GC intrepretation showed the decreasing of methanol concentration. The result characterization hydrotalcite using XRD showed difractogram $d= 7,60882; 3,79933$ and $8,42876 \text{ \AA}$. These peaks have similiarity to the d of Mg/Al standar of hydrocalcite. BET intrepretation showed the specific surface area is $12,337 \text{ m}^2/\text{g}$, averages of pores are $15,352 \text{ \AA}$, volume of pores is $3,9 \times 10^{-2} \text{ cm}^3/\text{g}$. The result of FTIR showed the appearance of hydroxil group with the wavelength; $3450,40 \text{ cm}^{-1}$ and $1635,38 \text{ cm}^{-1}$, CO_3^{2-} was $1366,66 \text{ cm}^{-1}$ and $660,20 \text{ cm}^{-1}$, MgO was $553,23 \text{ cm}^{-1}$, Zn-O is $447,04 \text{ cm}^{-1}$, these wavelengths showed the characteristic of hydrocalcite. Infrared intrepretation showed that the compound Mg-Zn-Al $\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ was hydrocalcite.

Keywords: Hydrocalcite, transesterification, GC-MS, XRD, BET, FTIR

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu optimum dan pengaruh kalsinasi terhadap hidrotalsit dalam reaksi transesterifikasi untuk mendapatkan senyawa metil ester. Pada reaksi transesterifikasi yang sederhana ini larutan yang digunakan adalah etil asetat dengan metanol, dan katalis yang digunakan adalah hidrotalsit. Proses transesterifikasi digunakan variasi waktu yaitu 0,5; 1; 2; 3 jam, dan variasi katalis yaitu berdasarkan katalis terkalsinasi dan tidak terkalsinasi. Karakterisasi yang dilakukan terhadap hidrotalsit adalah dengan menggunakan analisis XRD, BET, FTIR.

Hasil analisis GC menunjukkan adanya penurunan metanol pada waktu optimum 3 jam. Hasil karakterisasi hidrotalsit menggunakan XRD dari difraktogram sampel yaitu $d= 7,60882; 3,79933$ dan $8,42876 \text{ \AA}$, tiga puncak ini memiliki kemiripan dengan harga d Mg/Al hidrotalsit standar. Hasil data BET menunjukkan luas permukaan spesifik $12,337 \text{ m}^2/\text{g}$, rerata jejari pori $15,352 \text{ \AA}$, volume pori $3,9 \times 10^{-2} \text{ cm}^3/\text{g}$. hasil data spektra FTIR hidrotalsit bilangan gelombang yang muncul adalah $3450,40 \text{ cm}^{-1}$ dan $1635,38 \text{ cm}^{-1}$ adalah gugus hidroksi, bilangan gelombang $1366,66 \text{ cm}^{-1}$ dan $660,20 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan CO_3^{2-} , ikatan MgO ditunjukkan pada bilangan gelombang $553,23 \text{ cm}^{-1}$, Zn-O ditunjukkan pada bilangan gelombang $447,04 \text{ cm}^{-1}$ merupakan pola seragam karakteristik hidrotalsit. Hasil interpretasi spectra inframerah menunjukkan bahwa senyawa hasil dari karakteristik FTIR adalah hidrotalsit Mg-Zn-Al $\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Kata kunci : Hidrotalsit, Transesterifikasi, GC-MS, XRD, BET, FTIR

PENDAHULUAN

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan, oleh karena itu adanya katalis dapat mempercepat tercapainya keadaan kesetimbangan dari reaksi. Sedangkan untuk memperoleh kelimpahan yang besar dari senyawa ester produk, salah satu pereaksi yang digunakan harus dalam jumlah berlebih. Katalis yang biasa digunakan dapat berupa asam kuat atau basa kuat. Dalam suasana basa reaksi transesterifikasi berlangsung lebih cepat dibandingkan dalam suasana asam, karena reaksi berlangsung satu arah (*irreversible*) terhadap pembentukan alkil ester. Hal ini disebabkan senyawa basa juga berperan sebagai pereaksi, yaitu dalam pembentukan ion alkoksida. Reaksi transesterifikasi yang terjadi dengan katalis asam akan memberikan kelimpahan alkil ester yang tinggi, tetapi reaksi berlangsung lambat. Hal ini dikarenakan dalam suasana asam, reaksi transesterifikasi berlangsung bolak balik (*reversible*) (Fessenden, 1982). Hidrotalsit merupakan jenis lempung anionik tetapi bahan ini tidak begitu populer dan jarang terdapat di alam khususnya apabila dibandingkan dengan jenis lempung kationik seperti smektit atau montmorilonit. Struktur lempung anionik diturunkan dari struktur *brucite* dimana ion pusat akan mengikat enam anion hidroksida dalam bentuk oktahedral (Roto, *et al*, 2008). Hidrotalsit dalam bentuk naturalnya adalah suatu

hidroksikarbonat dari magnesium dan alumunium dengan rumusan $[Mg_6Al_2(OH)_{16}]^{2+} CO_3^{2-} \cdot 4H_2O$. Semua kelompok senyawa yang hampir sama dengan hidrotalsit baik yang natural maupun sintesis disebut dengan hidrotalsit-like (HTlc). Keberadaan HTlc di alam sangat jarang dibandingkan dengan lempung kationik yang melimpah (Bejoy, 2001). Meski demikian HTlc merupakan salah satu mineral yang menarik, prospektif dan menjanjikan karena dapat disintesis dengan mudah, murah serta menghasilkan material yang dapat berguna dalam berbagai aplikasi (Tong dkk., 2003).

METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah hidrotalsit, metanol, etil asetat, n-butilamin.

2.2 Peralatan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, XRD, BET Quantachrome NovaWin2, Kromatografi Gas – Spektra Massa Shimadzu QP2010 SE, Kromatografi Gas Hitachi G-3000, pH meter HANNA Instruments ISO 9001.

2.3 Prosedur

Konversi etil asetat menjadi metil asetat

Dalam penelitian ini dilakukan proses reaksi transesterifikasi sederhana

menggunakan bahan etil asetat dan metanol yang dimasukkan labu leher tiga yang telah dilengkapi dengan termometer, pengaduk magnet, dan sistem pendingin. Proses transesterifikasi ini dilakukan pada rasio 1: 1, digunakan 10 mL metanol dan 2,4 mL etil asetat. Dimasukkan sebanyak 10 mL metanol ke dalam labu leher tiga kemudian ditambahkan 2,4 mL etil asetat, selanjutnya ditambahkan katalis hidrotalsit sebanyak 0,25 gr dan dilakukan proses refluks pada suhu 60°C selama satu setengah jam. Waktu reaksi dicatat sejak suhu konstan pada temperatur 70°C.

Setelah reaksi berjalan selama ± 1,5 jam maka akan dihasilkan larutan jernih dan berbau menyengat, kemudian diambil menggunakan pipet tetes ± 1mL. Proses refluks dilanjutkan kembali dan diambil 1mL pada rentang waktu 0,5, 1, 2, 3 jam yang kemudian dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC).

Percobaan selanjutnya dilakukan perbandingan menggunakan katalis terkalsinasi dan tidak terkalsinasi yang direfluks selama 3 jam. terlebih dahulu katalis yang akan digunakan harus divurnis pada suhu 500°C selama 4 jam.

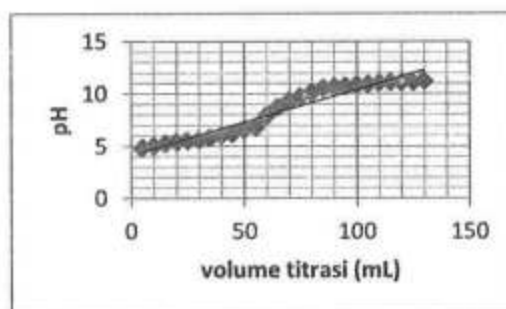
Uji kebasaan

Untuk mengetahui karakterisasi sebuah katalis dilakukan uji kebasaan dengan cara titrasi potensiometri yang telah dilengkapi pengaduk magnet, hotplet dan pH

meter. Dimasukkan larutan asam asetat 0,1M sebanyak 100 mL yang dimasukkan kedalam gelas beker 200 mL kemudian ditambahkan 1 gr hidrotalsit dan diaduk selama satu malam menggunakan pengaduk magnet. Setelah diaduk selama satu malam selanjutnya dilakukan penyaringan agar katalis terpisah dengan larutan. Pengujian basa dilakukan dengan cara titrasi menggunakan n-butilamine (10 kali pengenceran). Larutan yang telah dipisahkan dengan katalis diambil sebanyak 5 mL dan dimasukkan kedalam gelas beker 200 mL kemudian titrasi menggunakan n-butilamine yang telah disiapkan lalu dimasukkan alat pengukur pH ke dalam gelas, selanjutnya diamati dan dicatat perubahan pH setiap titrasi berlangsung pada setiap 5 mL n-butilamine.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis uji kebasaan hidrotalsit menggunakan titrasi potensiometri disajikan pada Gambar 1.

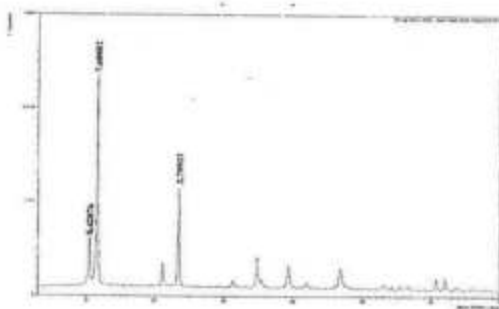


Gambar 1. Volume n-butilamin vs pH

Pada titrasi ini banyaknya n-butilamin sebagai titran digunakan untuk mengetahui

berapa banyaknya asam asetat yang bereaksi dengan anion-anion hidrotalsit sehingga dapat diketahui kebasaaan hidrotalsit tersebut. Dilihat dari grafik tersebut titik ekuivalen terjadi pada penambahan n-butilamin 60 mL dengan pH 7,9 sehingga didapat kebasaaan hidrotalsit adalah sebesar 0,00004 ml ek/gr. Dari data kebasaaan disimpulkan bahwa hidrotalsit adalah termasuk katalis basa lemah, maka katalis tersebut akan mempengaruhi jumlah metil asetat yang dihasilkan. Dari proses reaksi yang terjadi katalis berfungsi untuk mengkonversi metanol menjadi ion metoksida dengan cara mengikat atom hidrogen yang terdapat pada gugus hidroksi oleh anion-anion yang terdapat pada katalis hidrotalsit. Karena kebasaaan hidrotalsit yang lemah maka metanol yang terkonversi menjadi ion metoksida hanya sedikit sehingga metil asetat yang terbentuk dari reaksi transesterifikasi metanol dan etil asetat hanya sedikit.

Hasil analisis XRD terhadap hidrotalsit disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram Hidrotalsit

Dari difraktogram yang tersaji pada gambar 6 dapat dilihat bahwa tiga puncak tertinggi pada difraktogram senyawa hidrotalsit mempunyai kemiripan harga d yang sesuai data Mg/Al hidrotalsit standar JCPDS (nomor 41-1428) yaitu pada harga $d = 7,84; 3,91; \text{ dan } 2,61 \text{ \AA}$, Kloprogge (2002) juga mengatakan bahwa harga $d = 7,80 \text{ \AA}$ merupakan puncak karakteristik Mg/Al hidrotalsit dengan anion antar lapis berupa CO_3^{2-} . Roto dkk. (2008) melakukan karakterisasi Zn/Al hidrotalsit menggunakan XRD, bahwa Zn/Al memiliki harga $d = 8,58 \text{ \AA}$.

Tabel 1. Data XRD hidrotalsit

No.	2 θ (deg)	Harga d sampel (\AA)	Harga d standar (\AA)	Intensity (counts)
1.	11,6209	7,60882	7,84	7676
2.	23,3952	3,79933	3,91	3717
3.	10,4871	8,42876	8,58	1683

Heraldy (2006) menjelaskan bahwa semakin besar rasio mol logam penyusun, semakin besar pula harga d yang diperoleh. Oleh karena itu jumlah mol Mg dan mol Al selalu tetap, maka semakin besar rasio mol Mg/Al akan memperbanyak jumlah ion Mg dan memperkecil ion Al. dengan demikian banyaknya ion Mg maka jarak antar kation dalam hidrotalsit juga semakin lebar. Jarak yang semakin lebar akan memperlebar pula jarak antar kisi kristal (d). begitu pula dengan nilai 2θ , nilai yang semakin kecil jika rasio mol bertambah. Hal ini dapat dihubungkan

dengan adanya peningkatan gaya elektrostatik antara muatan positif dengan interlayer negatif akibat bertambahnya muatan (Kang, 2005). Tabel 2 menunjukkan intensitas masing-masing secara berurut 7676; 3717 dan 1683. Maka dapat dilihat bahwa penyusun utama hidrotalsit adalah yang memiliki intensitas paling tinggi menunjukkan intensitas sebesar 7676 yaitu pada sudut $2\theta = 11,6209$ adalah ion Mg.

Pengukuran luas permukaan luas spesifik ditentukan berdasarkan BET disajikan pada Tabel 2.

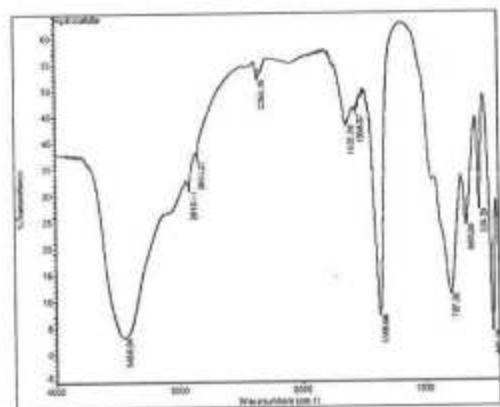
Tabel 2. Hasil analisis BET

Sampel	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	Volume total pori (cm^3/g)
Hidrotalsit	12,337	$3,9 \times 10^{-2}$

Kondisi pengukuran dalam menganalisis hidrotalsit menggunakan metode BET dengan alat Quantachrome NovaWin2 yang dilakukan oleh Wijayanto yaitu berat katalis sebesar 0,1362 g dengan suhu gas N_2 $300^\circ C$ dan proses berlangsung selama 218,8 menit. Hasil pengukuran luas permukaan sangat jauh berbeda dengan pengukuran yang dilakukan oleh perusahaan yang memproduksi hidrotalsit tersebut yang berkisar $200-300 m^2/g$. Hasil data analisis BET/SAA tidak valid, kemungkinan terjadi adanya kesalahan teknis yang dilakukan oleh teknisi atau terkontaminasinya sampel hidrotalsit dengan udara terlalu lama.

Sugiarto (2006) mengatakan bahwa luas permukaan spesifik BET diukur dengan menggunakan uji adsorpsi/desorpsi gas N_2 , dimana proses ini dipengaruhi oleh gugus -OH yang terdapat pada permukaan lempung. Banyaknya gas N_2 yang teradsorb mengindikasikan besarnya luas permukaan spesifik BET. Pola serapan gas N_2 yang teradsorpsi sangat mempengaruhi diri luas permukaan spesifik. Semakin banyak gas yang terserap padatan maka semakin luas pula permukaan spesifik padatan tersebut.

Hasil analisis gugus fungsi hidrotalsit menggunakan FTIR disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra FTIR Hidrotalsit

Sebagaimana spektra FTIR hidrotalsit yang ditunjukkan pada Gambar 7, pita lebar pada bilangan gelombang yang muncul adalah $3450,40 cm^{-1}$ merupakan serapan gugus hidroksi pada lapisan hidrotalsit dan air pada vibrasi bending molekul air pada daerah antar lapis juga ditunjukkan pada bilangan gelombang $1635,38 cm^{-1}$. Serapan ion CO_3^{2-} antarlapis diindikasikan pada

bilangan gelombang $1366,66\text{cm}^{-1}$ yang merupakan serapan $\text{O}=\text{C}-\text{O}$ dan $660,20\text{cm}^{-1}$ yang merupakan serapan tekukan $\text{O}=\text{C}-\text{O}$. Ikatan $\text{Mg}-\text{O}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang $553,23\text{cm}^{-1}$, sedangkan $\text{Zn}-\text{O}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang $447,04\text{cm}^{-1}$ merupakan pola seragam karakteristik hidrotalsit. Menurut Kloprogge (2004) puncak $\text{Al}-\text{OH}$ tidak dapat diidentifikasi karena sangat lemah. Hasil interpretasi spektra inframerah menunjukkan bahwa senyawa hasil dari karakteristik FTIR adalah hidrotalsit $\text{Mg}-\text{Zn}-\text{Al CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Dari data Gambar 7 dibandingkan dengan vibrasi standar yang tersaji pada Tabel 3.

Tabel 4. Data FTIR Hidrotalsit

Gugus Fungsi	V (cm^{-1})	
	Referensi	Sampel
OH	3400-3500 dan 1650	3450,40 dan 1635,38
$\text{O}=\text{C}-\text{O}$	1385 dan 650	1366,66 dan 660,20
MgO dan ZnO	400-600	447,04 dan 553,23
AlO	Tidak terdeteksi	-

Pembuatan Metil Asetat

Dalam penelitian ini dilakukan proses reaksi transesterifikasi sederhana menggunakan bahan etil asetat dan metanol yang dimasukkan labu leher tiga yang telah dilengkapi dengan termometer, pengaduk magnet, dan sistem pendingin. Proses transesterifikasi ini dilakukan pada rasio 1:1, digunakan 10 mL metanol dan 2,4 mL etil

asetat. Dimasukkan sebanyak 10 mL metanol ke dalam labu leher tiga kemudian ditambahkan 2,4 mL etil asetat, selanjutnya ditambahkan katalis hidrotalsit sebanyak 0,25 gr dan dilakukan proses refluks pada suhu 60°C selama satu setengah jam. Waktu reaksi dicatat sejak suhu konstan pada temperatur 70°C .

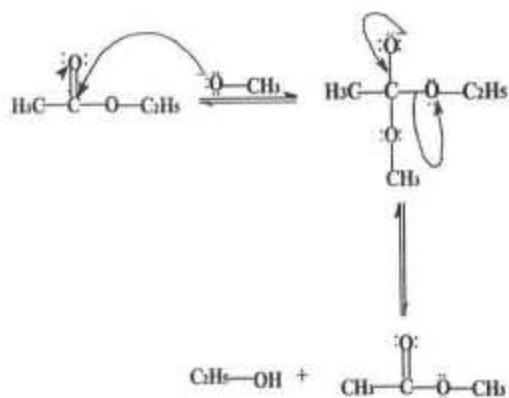
Setelah reaksi berjalan selama kurang lebih 1,5 jam maka akan dihasilkan larutan jernih dan berbau menyengat, kemudian diambil menggunakan pipet tetes $\pm 1\text{ mL}$. Proses refluks dilanjutkan kembali dan diambil 1 mL pada rentang waktu 0,5, 1, 2, 3 jam yang kemudian dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC).

Percobaan selanjutnya dilakukan perbandingan menggunakan katalis terkalsinasi dan tidak terkalsinasi dan direfluks selama 3 jam. Terlebih dahulu katalis yang akan digunakan harus divurnis pada suhu 500°C selama 4 jam.

Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisis basa dimulai dengan serangan ion metoksida pada atom karbon karbonil etil asetat menghasilkan intermediet tetrahedral kemudian mengalami eliminasi yang diikuti terbentuknya metil asetat. Katalis akan bereaksi dengan metanol terlebih dahulu membentuk ion metoksida yang selanjutnya menjadi pereaksi nukleofil. Reaksi pembentukan ester dalam kondisi basa dengan ion metoksida disebut reaksi

nukleofilik. Pada tahap akhir diperoleh metil asetat dan etanol.

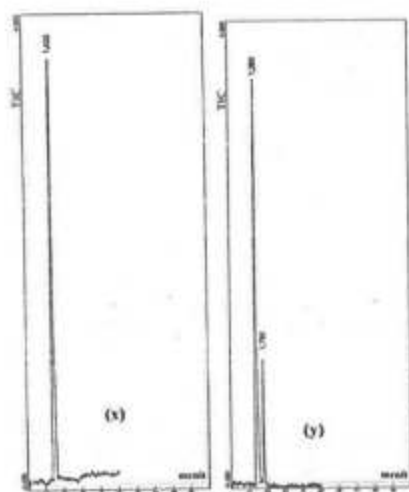
Mekanisme reaksi:



Gambar 4. Mekanisme Reaksi Transesterifikasi

Uji aktivitas Hidrotalsit pada reaksi transesterifikasi

Dilakukan analisis GC terhadap larutan metanol dan reaksi metanol dengan etil asetat sebagai standar analisis kualitatif. Hasil analisis GC standar metanol dan etil asetat disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Kromatogram GC metanol (x) dan etil asetat dengan metanol (y)

Dari kromatografi GC yang ditunjukkan pada Gambar 5, bahwa kromatogram metanol yang ditandai dengan huruf (x) muncul pada waktu retensi 1,420, kemudian kromatogram yang ditandai dengan huruf (y) adalah pencampuran langsung etil asetat dengan metanol pada suhu kamar tanpa direfluks muncul 2 puncak, ini diperkirakan senyawa yang terdeteksi pada waktu retensi 1,380 adalah metanol dan pada waktu retensi 1,793 adalah etil asetat.

Uji aktivitas awal dilakukan berdasarkan variasi waktu untuk mengetahui banyaknya metanol yang terkonversi pada reaksi transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi terhadap etil asetat dilakukan dengan pencampuran langsung didalam metanol. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menambahkan katalis hidrotalsit dengan tujuan untuk mempercepat reaksi transesterifikasi. Selanjutnya direfluks menggunakan Hot plate dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu 60-80°C selama kurang lebih 1,5 jam. Setelah reaksi berjalan selama kurang lebih 1,5 jam dan dihasilkan larutan jernih dengan bau menyengat maka diambil menggunakan pipet tetes kurang lebih 1 mL kemudian direfluks kembali dan diambil 1 mL pada rentang waktu 0.5:1:2:3 jam yang kemudian di analisis menggunakan kromatografi gas (GC).

Hasil analisis GC berdasarkan waktu reaksi untuk mengetahui banyaknya metanol

yang terkonversi menjadi metil asetat. Hasil perbandingan hasil analisis GC berdasarkan waktu reaksi tersaji pada Tabel 5.

Table 5. Perbandingan hasil analisis GC berdasarkan waktu reaksi

Waktu reaksi (jam)	Luas puncak metanol	Luas puncak metil asetat	Konversi metanol (%)
0,5	15,2120	0,3528	31,012
1	14,9888	2,0068	32,023
2	14,8202	1,3082	32,787
3	6,2734	0,3302	71,549

Pengaruh Kalsinasi Terhadap Konversi Metanol dalam Transesterifikasi

Hasil analisis GC berdasarkan waktu reaksi untuk mengetahui banyaknya metanol yang terkonversi menjadi metil asetat. Hasil perbandingan hasil analisis GC berdasarkan waktu reaksi tersaji pada Tabel 6

Tabel 6. Perbandingan hasil reaksi dengan hidrotalsit terkalsinasi dan hidrotalsit tidak terkalsinasi

Katalis	Luas puncak etil asetat	Luas puncak metil asetat	Metil asetat (%)
Tanpa Kalsinasi	9004157	36144	35,184
Kalsinasi	9243744	179913	36,120

Tujuan reaksi dengan hidrotalsit terkalsinasi dan tidak terkalsinasi untuk mengetahui banyak metanol yang terkonversi menjadi metil asetat. Puncak yang terlebih dahulu muncul adalah ester yang memiliki karbon rantai pendek kemudian diikuti dengan ester rantai panjang, ini karena jenis

kolom (fasa diam) yang digunakan bersifat nonpolar, maka ini sesuai dengan hukum *like dissolved like*. Hasil perbandingan secara kuantitatif pada proses transesterifikasi dilihat dari banyaknya metanol yang terkonversi menjadi metil asetat, ini dapat dilihat dari luas peak area GC-MS dan larutan standar yang digunakan adalah etil asetat. Banyaknya persentase konversi hasil didapat dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$\text{konversi} = \frac{\text{peak e.a standar} - \text{peak e.a reaksi}}{\text{peak e.a standar}} \times 100\%$$

Dari rumus konversi etil asetat didapat perbedaan hasil konversi pada reaksi transesterifikasi katalis terkalsinasi dengan tidak terkalsinasi, persentase etil asetat yang terdapat pada reaksi transesterifikasi terkalsinasi yaitu sebesar 63,880%, sedangkan dengan menggunakan katalis tidak terkalsinasi yaitu sebesar 64,816%, sehingga dapat dikatakan pengaruh kalsinasi terhadap katalis akan berpengaruh juga terhadap hasil reaksi transesterifikasi.

Proses kalsinasi bertujuan untuk mendapatkan katalis hidrotalsit yang mempunyai aktivitas maksimum untuk reaksi transesterifikasi dalam menghasilkan metil asetat. Sebelum proses kalsinasi, pada interlayer hidrotalsit masih mengandung molekul air dan anion. Selama kalsinasi terdapat dua proses yaitu pada suhu 127-327°C terjadi pelepasan molekul H₂O yang

berasal dari interlayer. Sedangkan pada suhu diatas 327°C terjadi pelepasan gas CO_2 dari anion karbonat yang berada pada interlayer. Kedua proses ini menyebabkan kenaikan luas permukaan pada hidrotalsit (Hanum, 2008). Dari perbedaan jumlah konversi yang dihasilkan sebelum dan sesudah dilakukannya kalsinasi terhadap hidrotalsit dapat disimpulkan katalis hidrotalsit terkalsinasi lebih baik dalam mengkonversi etil asetat menjadi metil asetat. Pada proses kalsinasi mengakibatkan hilangnya molekul air dan mengkontruksi ulang stuktur hidrotalsit. Material yang terkontruksi ini mengandung ion OH^- pada interlayernya. Kekuatan basa dari hidrotalsit terkontruksi yang mengandung ion OH^- , lebih kuat dibandingkan dengan hidrotalsit sebelum dikalsinasi yang masih mengandung ion CO_3^{2-} . Kalsinasi ini bertujuan untuk mendapatkan katalis yang lebih kristalin dan untuk mengaktifkan katalis hidrotalsit. Pada proses kalsinasi ini terjadi pembentukan MgO secara lengkap (Hanum, 2008).

KESIMPULAN

1. Hidrotalsit dapat digunakan sebagai katalis basa pada reaksi transesterifikasi karena bersifat basa, dengan karakteristik struktur adalah $\text{Mg-Zn-Al CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Material yang terkontruksi ini mengandung ion OH^- pada interleyernya. Lamanya waktu dengan terkonversinya metanol paling

besar yaitu 71,559% adalah pada waktu 3 jam.

2. Pengaruh kalsinasi terhadap katalis hidrotalsit pada reaksi transesterifikasi memberikan hasil lebih baik dibandingkan tanpa perlakuan kalsinasi, ini dikarenakan terjadi pelepasan molekul H_2O dan gas CO_2 dari anion karbonat yang berada pada interlayer, hal ini menyebabkan kenaikan luas permukaan pada hidrotalsit, sehingga kekuatan basa dari hidrotalsit lebih kuat dibandingkan dengan hidrotalsit sebelum dikalsinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Alawiyah, T., 2009, *Pemanfaatan Abu Kayu Jati (Tectona Grandis L.F) Sebagai Sumber Katalis Pada Proses Transesterifikasi Pada Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas)*, Skripsi, FMIPA UII, Jogjakarta.
- Allinger, N.L., 1976, *Organic Chemistry 2'nd Edition*, Worth Publisher Inc, New York.
- Baksh, M.S., Kikkides, E.D. and Yang, R.T., 1992, Characterization by Physisorption of a New Class of Microporous Adsorbents: Pillared Clays, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 31., 2181-3189.
- Bejoy, N., 2001, *Hidrotalsit: The Clay That Cures, Resonance*. <http://www.ias.ac.in/resonance/feb2001p57-61.html>.

- Bish, D.L., 1980, *Anion-exchange in Takonite: Application to Other Hydroxide Minerals*, Bull.Mineral, 103, 170-175.
- B.M. Choudary, M. Lakshmi Kantam, Ch. Venkat Reddy, S. Aranganathan, P. Lakshmi Santhi, F. Figueras., 2000, Mg-Al-O-t-Bu hidrotalsit: a new and efficient heterogeneous catalyst for transesterification, *Journal of Molecular Catalysis, India*, Chemical 159 (2000) 411-416.
- Canakei, M. and Van Gerpen, J., 2003, *Am. Soc.Agric.Eng.*, 46, 945-954.
- Cavani, F., Trifiro, F., dan Vaccari, A., 1991, Hidrotalsit Type Anionic Clays: Preparation, Properties and Application, *Catal Today*, 11, 173-301.
- Chalimah, S., 2008, *Pengaruh Konsentrasi Katalis Mg/Al Hidrotalsit pada Pembuatan Biodiesel Minyak Kelapa Sawit*, Skripsi, Fakultas Science dan Teknologi, UIN Kalijaga, Yogyakarta.
- De Roy, A., Forano, C., El Malki, K and Besse, J.P., 1992, *In Synthesis of Microporous Material*, Occelli, L., Robson, H., Eds., Van Nostrand Reinhold, New York, Vol. 2, p. 108.
- Encinar, J.M., Gonzales, JF, Rodrigues and Tajedor, A., 2002, Biodiesel Fuel From Vegetable Oil: Transesterification of Cynara Cardunculus L. Oil With Ethanol, *J.Am.Soc.*, 16, 443-450.
- Faizah., 2009, *Sintesis Dan Karakterisasi N-Metil Kitosan Sebagai Katalis Basa Heterogen Pada Proses Transesterifikasi Minyak Jelantah*, Skripsi, FMIPA UII, Yogyakarta.
- Fatimah,I., 2011, *Modul Kuliah Kimia Katalis*, Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII, Yogyakarta.
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S., 1982, *Kimia Organik*, Diterjemahkan Oleh S.Maun, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Frost, R.L., Musumeci, A.W., Kloprogge, J.T., Weier, M.L., Adebajo, M.O dan Martens, W., 2006, Thermal Decomposition of Hidrotalsit with Hexacyanoferrate(II) and Hexacyanoferrate(III) Anions in the Interlayer, *J. Thermal anal. Calorimetry*, 86(1), 205-209.
- Hanum, Farida., 2008, *Reaksi Katalisis Isomerisasi Eugenol Menjadi Isoeugenol Menggunakan Katalis Mg-Al Hidrotalsit*, Skripsi, FMIPA UI, Depok.
- Herald, Eddy., Pranoto., Maruto, Dian., Khoirina, D, N., Boshido, B, D., Imam, S., 2006, Studi Pengaruh Perbedaan Rasio Mol antara Mg/Al didalam Sintesis Mg/Al Hidrotalsit, *J. Alchemy*, Vol. 5, 54-59, 1412-4092.
- Huston, N., D., Gualsoni, D.J. and Yang, R.T., 1998, *Synthesis and Characterization of The Microporosity of Ion-Exchange Al₂O₃-Pillared Clays*, *Chem. Matter.*, 10,3707-3715.
- Indah, F.F., 2012, *Preparasi ZnO/CTMA/Hektorit Sebagai Bahan Anti Bakteri Escherichia Coli (E.Coli)*. Skripsi, FMIPA UII, Yogyakarta.

- Jenkins, R., Gould, R. W., and Gedcke, D., 1995, *Qualitative X-Rays Spectrometry*, Marcel-Dekker, Inc., New York.
- Kang, M.R., Lim, H. M., Lee, S. C., Lee, S. H., and Kim, K. J., 2005, Layered Double Hydroxide and its Anion Exchange Capacity, *AZojomo, journal of material online*, Vol. 30, 1462-1468.
- Kloprogge, J.T., Weier, M., Crespo, L., Ulibarri M.A., Barriga C., Rives V., Martens, W.M. dan Frost, R.L., 2004, *Intercalation of Iron Hexacyano Complexes in Zn,Al Hidrotalsit*. Part 2. An Mid-infrared and Raman Spectroscopic Study, *J. Solid State Chem.*, 177, 1382-1387.
- Lee, K.T., Foska, T.A., and Chang, K.S., 2002, *Production of Alkyl Ester as Biodiesel from Fractioned Lard and Restaurant Grease*. JAOCS.
- Lowell, S and Shields, J, E., 1984, *Power Surface and Porosity*, Second Edition Chapman and Hall Ltd, London.
- Ma, F., and Hanna, M.A., 1999, *Biodiesel Production*, *Biouresour.Technol.*, 70, 1-15.
- Ma'rufah, L, M., 2006, *Preparasi Uji Kualitatif Cu-Al₂O₃-Montmorillonit Sebagai Bahan Antibakteri Staphylococcus aureus*, Skripsi, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Nuryoto, 2008, Studi Kinerja Katalisator Lewat Monoplus S-100 pada Reaksi Esterifikasi antara Etanol dan Asam Asetat, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Agung Tirtayasa, Banten, *Jurnal Rekayasa Proses*, Vol.2 No. 1.
- Ocelli, M.L., Bertrand, J.A., Gould, S.A.C., and Dominiques, J.M., 2000, Physics Chemical Characterization of Texas Montmorillonite Pillared with Polyoxocations of Aluminium, *Part I: The Microporous Structure, Microporous and Mesoporous Material*, 34, 195-206.
- Oktorino, H.R., 2010, *Pengaruh Variasi Berat Kitosan Sebagai Katalis Basa Heterogen Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah*, Skripsi, FMIPA UII, Jogjakarta.
- Pinto, A.C., Guarierio, L.L.N., Rezende, M.J.C., Ribeiro, N.M., Torres, E.A., Lopes, W.A., De Pereira, P.A., and De Andreade, J.B., 2005, Biodiesel An Overview, *J. Braz. Chem Soc.*, 16, 6B, 1313-1330.
- Riyanto, 2009, *Diktat Kuliah Kimia Analisis Instrumen II Hibah Pengajaran PHK 2008*, Program studi Ilmu Kimia FMIPA UII, Yogyakarta.
- Roto., Tahir, Iqmal., Nur Sholikhah, Umi., 2008, *Sintesis Hidrotalsit Zn-Al-SO₄ Sebagai Agen Penukar Anion Untuk Plikasi Pengolahan Polutan Heksacyanoferrat (II)*, *Indo. J.Chem.*, 8 (3), 307-313.
- Rubiyanto, Dwiwarso., 2006, *Diktat Kuliah Kromatografi (Teori Kromatografi Gas Padat, Kromatografi Gas Cair, dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi)*, FMIPA UII, Jogjakarta.
- Sasaki, T., Liu, Z., Ma, R., Osada, M., Iyi, N., Ebina, Y., dan Takada, K., 2005, *Synthesis, Anion Exchange, and*

Delamination of Co-Al Layered Double Hydroxide: Assembly of the Exfoliated Nanosheet/Polyanion Composite Films and Magneto Optical Studies, JACS Articles, 128, 4872-4880.

Sastrohamodjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Edisi Kedua, Liberty, Jogjakarta.

Sastrohamodjojo, H., 2001, *Kromatografi*, Edisi Kedua, Liberty, Jogjakarta.

Srivastava, Anjana dan Prasad Ram., 1999, *Triglycerides-Based Diesel Fuels*, Pergamon.

Sugiarto, D., 2006, *Studi Stabilitas ZrO₂-Montmorillonit Dalam Suasana Asam Sulfat*, Skripsi, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

Tong, Z., Shichi, T. and Tkagi, K., 2003, *Oxidation catalysis of a Manganese (III) Porphyrin Intercalated in Layered Double Hydroxide Clays*, Material Letters 57, 2258-2261.

Wijayadi, E.N., 2008, *sintesis Zn/Al Hidrotalsit Terinterkalasi Fosfat dan Aplikasinya pada Adsorpsi Ion Cr³⁺*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.

Wulandari, D., 2010, *Preparasi ZnO-Montmorillonit Sebagai Fotokatalis*, Skripsi, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

<http://www.acmesujan.com> akses 26 Januari 2012.