

SINTESIS VITAMINE DENGAN KATALIS SENYAWA KOMPLEKS
[Fe(EDTA)]⁻ BERPENDUKUNG ZEOLIT

SKRIPSI



MAYA PRASELINA

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2011

SINTESIS VITAMINE DENGAN KATALIS SENYAWA KOMPLEKS
[Fe(EDTA)]⁻ BERPENDUKUNG ZEOLIT

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia pada
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Disetujui Oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA
NIP.19621102 198810 1 001

Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si
NIK.139 080769

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Sintesis Vitamin E Dengan Katalis Senyawa Kompleks
[Fe(EDTA)]⁻ Berpendukung Zeolit
Penyusun : Maya Praselina
NIM : 080710147
Tanggal Ujian : 21 Juli 2011

Disetujui oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA

NIP.19621102 198810 1 001

Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si

NIK.139 080769

Mengetahui :

Ketua Program Studi S-1 Kimia
Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA

NIP.19671115 199102 2 001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.



KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT, berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi ini dengan judul “Sintesis Vitamin E Dengan Katalis Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ Berpendukung Zeolit”. Terima kasih yang tak terhingga penulis sampaikan kepada kedua orangtua tercinta, adek, ibu dan segenap keluarga atas dukungan yang diberikan selama penyelesaian skripsi ini.

Skripsi ini disusun sebagai tugas akhir yang harus diselesaikan dalam meraih gelar Sarjana Sains dalam Bidang Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

Dalam kesempatan ini penyusun ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya yang ditujukan kepada :

1. Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA. selaku pembimbing I, atas bimbingan dan bantuan yang telah diberikan selama pengerjaan naskah skripsi ini.
2. Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si. selaku pembimbing II, atas bimbingan, bantuan, serta saran-saran yang telah diberikan dari awal diskusi hingga penyelesaian naskah skripsi ini.
3. Dr. Pratiwi Pudjiastuti, M.Si. selaku dosen wali dan dosen pengajar yang telah memberikan pendidikan bagi penulis dengan ikhlas dan sabar.
4. Drs. Hery Suwito, M.Si. selaku penguji I, atas saran yang telah diberikan selama pengerjaan skripsi ini.

5. Dra. Usreg Sri Hadajani, M.Si. selaku penguji II, atas saran yang telah diberikan pada penulisan naskah skripsi ini.
6. Drs. Mulyadi Tanjung, M.Si. atas bantuan dan masukannya dalam pengerjaan naskah skripsi ini.
7. Buat seseorang yang selalu mendukung dan memberi semangat sampai skripsi ini selesai.
8. Teman seperjuanganku, Kharisma Candra Sasi yang selalu setia menjadi partner, teman diskusi dan teman berbagi sedih selama pengerjaan skripsi ini.
9. Teman-teman seperjuangan, para anggota Laboratorium Penelitian lantai I yang selalu membuat keceriaan disaat-saat jenuh mengerjakan skripsi.

Penyusun mengharapkan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca. Penyusun sangat mengharap kritik dan saran yang membangun untuk memperbaiki penulisan naskah skripsi ini. Semoga Allah SWT meridloi naskah skripsi yang dibuat hingga bermanfaat bagi semua pihak. AMIEN.

Surabaya, 21 Juli 2011

Penyusun

Maya Praselina

Praselina, M., 2011, Sintesis Vitamin E Dengan Katalis Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ Berpendukung Zeolit, Skripsi di bawah bimbingan Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA dan Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si, Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dipelajari penggunaan pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ pada sintesis vitamin E. Reaksi pembentukan vitamin E merupakan reaksi alkilasi Friedel Craft dengan melibatkan katalis asam. Katalis dipreparasi kemudian dikarakterisasi menggunakan Diffraktometer sinar-X (X-ray difractometer atau XRD), Spektroskopi FT-IR (Fourier Transform Infra Red), pengukuran sifat keasaman dengan metode metilen biru dan pengukuran sifat keasaman dengan metode adsorpsi piridin. Hasil penelitian menunjukkan aktivitas katalisis pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ secara berturut turut adalah 78,01 %; 47,29 %; dan 79,83 %.

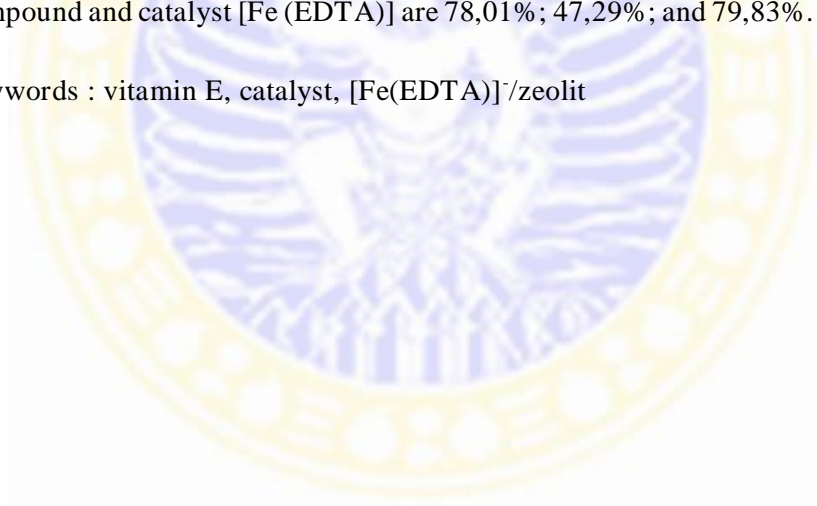
Kata kunci : vitamin E, katalis, $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$

Praselina, M., 2011, Synthesis Of Vitamin E Using $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ Complex Compound Catalyst Supported Zeolite, The Undergraduated thesis was done under guidance of Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA and Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si, Department of Chemistry Science and Technology Faculty, Universitas Airlangga.

ABSTRACT

This research has studied the use of supported catalyst zeolite, $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ complex compound and catalyst $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolite}$ on the synthesis of vitamin E. Reaction formation of vitamin E is a Friedel Crafts alkylation reactions involving acid catalyst. The catalysts were prepared and then characterized using X-ray diffractometer or XRD, FT-IR spectroscopy (Fourier Transform Infra Red), measuring the nature of acidity by methylene blue method and measurement properties of acidity by pyridine adsorption method. The results showed the activity of supported catalyst zeolite, $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ complex compound and catalyst $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ are 78,01%; 47,29%; and 79,83%.

Keywords : vitamin E, catalyst, $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$



DAFTAR ISI

| | Halaman |
|--|---------|
| LEMBAR JUDUL | i |
| LEMBAR PERNYATAAN | ii |
| LEMBAR PENGESAHAN | iii |
| LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI | iv |
| KATA PENGANTAR | v |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | viii |
| DAFTAR ISI | ix |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 4 |
| 1.4 Manfaat | 4 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Vitamin E | 5 |
| 2.2 Katalis | 7 |
| 2.3 Senyawa Kompleks Sebagai Katalis | 8 |
| 2.3.1 Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 8 |
| 2.4 Zeolit | 11 |
| 2.4.1 Zeolit Sebagai Pendukung Katalis | 13 |
| 2.5 Tinjauan Instrumentasi | 14 |
| 2.5.1 Diffraktometer sinar-X (X-Ray Diffraction) | 14 |
| 2.5.2 Spektroskopi FT-IR (Fourier Transform Infra Red) | 16 |
| 2.5.3 Spektrofotometri UV-VIS | 18 |
| 2.5.4 Kromatografi Gas (GC) | 19 |
| | |
| BAB III METODE PENELITIAN | 20 |
| 3.1 Waktu dan Tempat | 20 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 20 |
| 3.2.1 Alat Penelitian | 20 |
| 3.2.2 Bahan Penelitian | 20 |
| 3.3 Diagram Alir Penelitian | 21 |

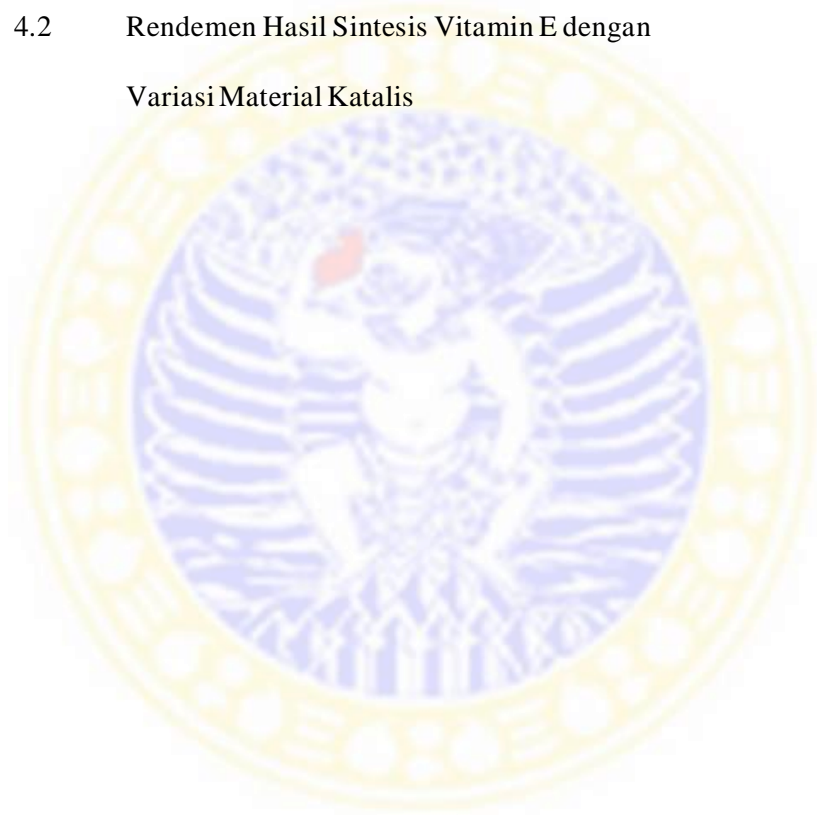
| | |
|---|----|
| 3.4 Sintesis Katalis | 22 |
| 3.4.1 Preparasi Zeolit Alam Sebagai Pendukung Katalis | 22 |
| 3.4.2 Sintesis Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 22 |
| 3.4.3 Sintesis Katalis [Fe(EDTA)] ⁻ / Zeolit | 23 |
| 3.4.4 Karakterisasi Katalis | 24 |
| 3.4.4.1 Analisis Dengan XRD | 24 |
| 3.4.4.2 Analisis Dengan FT-IR | 24 |
| 3.4.4.3 Analisis Sifat Keasaman Katalis | 24 |
| 3.4.4.4 Analisis Luas Permukaan Katalis | 25 |
| 3.4.4.5 Uji Katalisis Pada Sintesis Vitamin E | 26 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 27 |
| 4.1 Preparasi Zeolit Alam Sebagai Pendukung Katalis | 27 |
| 4.2 Sintesis Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 28 |
| 4.3 Sintesis Katalis [Fe(EDTA)] ⁻ /Zeolit | 29 |
| 4.4 Karakterisasi Katalis | 30 |
| 4.4.1 Karakterisasi dengan XRD | 31 |
| 4.4.2 Karakterisasi dengan FT-IR | 32 |
| 4.4.3 Karakterisasi Sifat Keasaman | 34 |
| 4.4.4 Karakterisasi Luas Permukaan | 35 |
| 4.4.5 Uji Katalisis Pada Sintesis Vitamin E | 36 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | 44 |
| 5.1 Kesimpulan | 44 |
| 5.2 Saran | 44 |
| DAFTAR PUSTAKA | 45 |
| LAMPIRAN | |

DAFTAR GAMBAR

| Nomor | Judul Gambar | Halaman |
|-------|--|---------|
| 1.1 | Reaksi Pembentukan Vitamin E | 1 |
| 2.1 | Struktur α - tokoferol | 7 |
| 2.2 | Struktur Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 11 |
| 2.3 | Struktur Zeolit | 11 |
| 2.4 | Rangka Zeolit Yang Terbentuk Dari Ikatan 4 Atom O Dengan 1 Atom Si | 13 |
| 2.5 | Difraksi Sinar-X | 15 |
| 4.1 | Zeolit Aktivasi | 28 |
| 4.2 | Larutan Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 28 |
| 4.3 | Kristal Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ | 29 |
| 4.4 | Ikatan Antara Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ dan Pendukung Katalis Zeolit | 30 |
| 4.5 | Katalis [Fe(EDTA)] ⁻ /Zeolit | 30 |
| 4.6 | Spektra XRD Pendukung Katlis Zeolit, Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ dan Katalis [Fe(EDTA)] ⁻ /Zeolit | 32 |
| 4.7 | Spektra FT-IR Pendukung Katalis Zeolit, Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)] ⁻ dan Katalis [Fe(EDTA)] ⁻ /Zeolit | 33 |
| 4.8 | Hasil Sintesis Vitamin E (α -tokoferol) | 36 |
| 4.9 | Spektra UV-VIS Vitamin E Hasil Sintesis | 37 |
| 4.10 | Reaksi Pembentukan Vitamin E dengan Katalis Asam Bronsted | 40 |
| 4.11 | Reaksi Pembentukan Vitamin E dengan Katalis Asam Lewis | 41 |
| 4.12 | Spektra FT-IR Vitamin E Hasil Sintesis | 42 |
| 4.13 | Spektra GC Vitamin E Hasil Sintesis | 43 |

DAFTAR TABEL

| No | Judul Tabel | Halaman |
|-----|---|---------|
| 4.1 | Luas Permukaan Material Katalis | 36 |
| 4.2 | Rendemen Hasil Sintesis Vitamin E dengan Variasi Material Katalis | 38 |



DAFTAR LAMPIRAN

| Nomor | Judul Lampiran |
|-------|---|
| 1 | Penentuan Kapasitas Maksimum Zeolit |
| 2 | Sifat Keasaman Katalis |
| 3 | Penentuan Luas Permukaan Katalis dengan Metode Metilen Biru |
| 4 | Uji Katalisis |

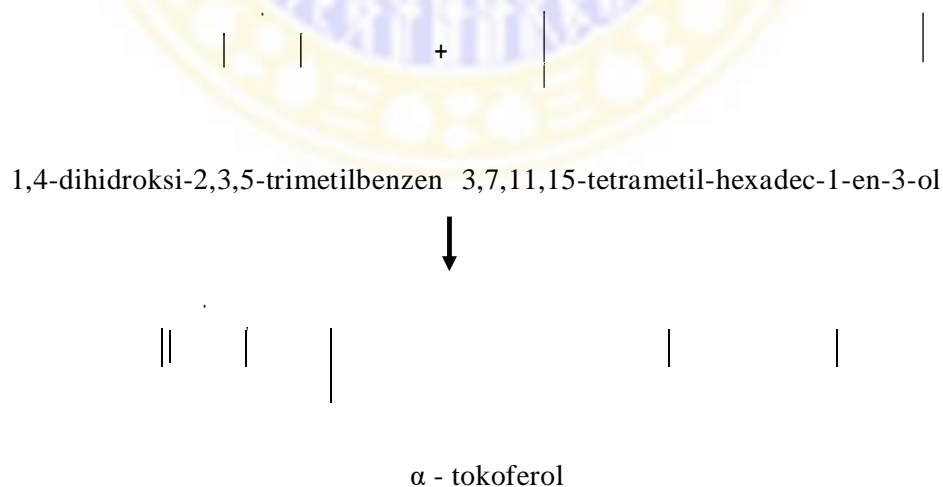
BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Vitamin E pertama kali diisolasi pada tahun 1936 pada minyak tepung gandum. Vitamin E merupakan suatu vitamin yang tidak larut di dalam air, tetapi larut di dalam lemak dan pelarut organik seperti alkohol, eter, aseton, dan lainnya. Hal inilah yang menyebabkan vitamin E di dalam tubuh hanya dapat dicerna oleh empedu hati (Eitenmiller dan Lee, 2004).

Vitamin E merupakan salah satu vitamin yang sangat dibutuhkan oleh manusia karena memiliki aktivitas antioksidan yang khas (Traber, 2006). Vitamin E merupakan hasil reaksi kondensasi antara 1,4-dihidroksi-2,3,5-trimetilbenzen (TMHQ) dengan 3,7,11,15-tetrametil-hexadec-1-en-3-ol (isofitol) (Bonrath, 2007). Adapun reaksi pembentukan vitamin E digambarkan pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Reaksi Pembentukan Vitamin E (Bonrath, 2007)

Vitamin E berfungsi melindungi tubuh dari radikal bebas karena dapat bertindak sebagai pemecah rantai peroksida lemak dengan menyumbangkan ion hidrogen ke dalam reaksi. Radikal bebas merupakan hasil samping dari oksigen yang dilepaskan dalam bentuk tidak stabil dari dalam tubuh manusia. Ketika produksi radikal bebas ini berlebih dan tidak dapat dikendalikan maka akan merusak sel-sel tubuh manusia, sehingga dapat memacu penuaan dini.

Tubuh manusia tidak dapat mensintesis sendiri vitamin E, oleh karena itu manusia mengkonsumsi sumber vitamin E alami maupun vitamin E sintetis untuk memenuhi kebutuhan vitamin E dalam tubuh (Rahayu, 2010). Vitamin E alami memiliki kekurangan, yaitu masih terikat pada matriks-matriks tertentu sehingga vitamin E alami tidak bisa langsung diserap oleh tubuh jika dibandingkan dengan vitamin E sintetis (Setyawati, 2009). Hal ini menyebabkan kebutuhan akan vitamin E sintetis menjadi meningkat. Akan tetapi selama ini vitamin E yang ada di Indonesia masih diimpor dari beberapa Negara seperti Cina, India, Tiongkok, Jepang, Taiwan, Eropa, dan Amerika (Sitrait, 1978). Produksi vitamin E dalam negeri kurang begitu berkembang karena terkendala masalah katalis yang susah didapat dan harganya relatif mahal. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dikembangkan katalis yang sesuai untuk sintesis vitamin E sehingga diharapkan bisa memenuhi kebutuhan katalis yang mahal dan susah didapat serta secara tidak langsung dapat mengurangi ketergantungan impor vitamin E sintetis.

Beberapa penelitian menyebutkan bahwa senyawa kompleks besi (Fe) memiliki peran penting sebagai active site katalis pada proses katalitik (Bauer dan Knölker, 2008). Salah satu contoh senyawa kompleks besi yang stabil serta dapat

digunakan sebagai katalis adalah senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dengan $\log K=25,1$ (Svenson dkk, 1989). Senyawa kompleks besi(III) dengan EDTA telah diaplikasikan sebagai katalis pada reaksi konversi H_2S menjadi S (Horikawa dkk, 2004). Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ bersifat larut dalam air sehingga memungkinkan untuk dapat menempel kuat pada pendukung katalis dan berada pada fase yang berbeda dengan vitamin E yang disintesis. Untuk meningkatkan daya katalitik senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ ini maka diberi support zeolit. Zeolit sengaja dipilih sebagai zat pendukung katalis karena keberadaannya di Indonesia cukup meruah, ramah lingkungan, memiliki jumlah pori banyak dan mampu mengikat molekul air (Harjanto, 1987). Oleh karena itu pada penelitian ini akan diteliti sintesis vitamin E dengan menggunakan katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. apakah katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit dapat disintesis?
2. bagaimana sifat-sifat katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit?
3. bagaimana aktivitas katalitik $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit pada sintesis vitamin E?.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. dapat mensintesis katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit,
2. mengetahui sifat-sifat katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit,
3. mempelajari aktivitas katalitik katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit pada sintesis vitamin E.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi bahwa katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit dapat digunakan untuk sintesis vitamin E.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 VITAMINE

Vitamin E merupakan nama dari sekelompok senyawa yang larut di dalam lemak dengan aktivitas antioksidan (Traber, 2006). Vitamin E pertama kali diisolasi pada tahun 1936 pada minyak tepung gandum. Vitamin E stabil pada pemanasan namun akan rusak bila pemanasan terlalu tinggi dan bersifat basa jika tidak ada oksigen serta tidak terpengaruh oleh asam pada suhu 100°C. Bila terkena oksigen di udara akan teroksidasi secara perlahan-lahan. Sedangkan bila terkena cahaya warnanya akan menjadi gelap secara bertahap (Eitenmiller dan Lee, 2004).

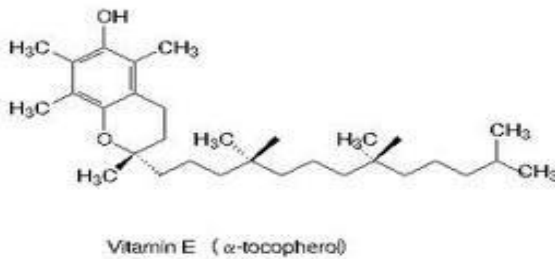
Vitamin E mudah didapat dari bagian bahan makanan yang berminyak atau sayuran, terutama pada makanan segar yang belum diolah. Vitamin E banyak terdapat pada pisang, strawberry, minyak biji gandum, minyak kedelai, minyak jagung, alfalfa, selada, buncis, kacang-kacangan, biji bunga matahari, ubi jalar ayam, kuning telur, ragi, susu dan mentega (Youngson, 2005).

Vitamin E berperan dalam menjaga kesehatan berbagai jaringan di dalam tubuh seperti mata, sel darah merah, hati, terutama jaringan kulit. Vitamin E sangat baik bagi kulit, di antaranya adalah melindungi sel-sel kulit akibat radikal bebas, melindungi kerusakan DNA sel-sel kulit sehingga dapat mencegah terjadinya kanker kulit, meningkatkan regenerasi sel-sel kulit, dapat mencegah kerusakan serabut kolagen dan elastin yang memicu terjadinya kulit keriput dan kendur. Hal ini terkait dengan fungsi vitamin E di dalam tubuh yaitu sebagai

senyawa antioksidan alami. Walaupun hanya dibutuhkan dalam jumlah sedikit, kekurangan vitamin E dapat merugikan dan menyebabkan gangguan kesehatan bagi tubuh, antara lain kemandulan serta gangguan otot dan saraf yang berkepanjangan (Higdon, 2002).

Di alam vitamin E ditemukan dalam delapan struktur kimianya, yaitu alfa-, beta-, gamma-, delta-tokoferol, serta alfa-, beta-, gamma-, dan delta-tokotrienol yang memiliki berbagai tingkat aktivitas biologis berbeda-beda (Traber, 2006). Kelompok tokoferol terdiri dari empat molekul, dimana masing-masing memiliki rantai samping yang jenuh. Sedangkan untuk kelompok tokotrienol terdiri dari empat molekul yang masing-masing memiliki rantai samping dengan tiga buah ikatanrangkap terkonjugasi.

Alfa (α -) tokoferol diakui paling efektif untuk memenuhi kebutuhan manusia, dimana aktifitas yang dimiliki α -tokoferol relatif lebih besar daripada jenis lain. Selain itu, α -tokoferol juga dipertahankan dalam sirkulasi darah manusia. Alfa (α -) tokoferol hasil sintesis pada umumnya dikenal sebagai tocoferol-d1-alpha. Vitamin E di dalam tubuh hanya dapat dicerna oleh empedu hati, hal ini karena α -tokoferol tidak larut di dalam air, akan tetapi larut di dalam pelarut lemak (Eitenmiller dan Lee, 2004.) Adapun struktur molekul α -tokoferol disajikan pada Gambar 2.1.

Gambar 2.1 Struktur α - tokoferol (Bonrath, 2007)

2.2 Katalis

Katalis adalah zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi untuk menambah kecepatan reaksinya. Sistem kerja katalis, yaitu katalis ikut terlibat dalam reaksi tetapi tidak mengalami perubahan kimia sehingga pada akhir reaksi katalis akan ditemukan kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi (Richard, 2001). Fungsi katalis adalah memperbesar kecepatan reaksi dengan cara memperkecil energi aktivasi dalam suatu reaksi, mengubah mekanisme proses dan menambah kecepatan (Ulfah dkk, 2006).

Ada dua jenis katalis berdasarkan fasanya, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Pada katalis homogen, katalis berada pada fase yang sama dengan reaktan dan produk reaksi. Sedangkan pada katalis heterogen, katalis berada dalam fase yang berbeda dengan reaktan dan produk reaksi, sehingga mekanisme reaksi menjadi sangat kompleks. Ikatan yang terjadi pada katalis homogen lebih kuat daripada katalis heterogen (Pudjiatmaka, 1997)

2.3 Senyawa Kompleks Sebagai Katalis

Senyawa kompleks banyak dipelajari dan diteliti melalui suatu tahapan-tahapan reaksi dalam mekanisme reaksi dengan menggunakan ion-ion logam serta ligan yang berbeda-beda. Ligan memiliki kemampuan sebagai donor pasangan elektron (Rilyanti dkk, 2008).

Salah satu contoh senyawa kompleks banyak yang digunakan sebagai katalis adalah $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$. Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ banyak digunakan dalam suatu reaksi organik yang membutuhkan katalis asam dengan substrat (Bauer, 2008). Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ sengaja dipilih sebagai katalis karena dapat digunakan berulang kali, larut dalam air serta stabil, dengan $\log K=25,1$ (Svenson dkk, 1989).

2.3.1 Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

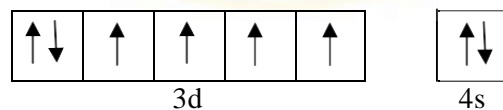
Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ pertama kali dikenalkan oleh Ferdinand Munz pada tahun 1935. Pada awalnya senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ disintesis melalui etilendiamin dan asam kloroasetat. Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ merupakan salah satu senyawa kompleks yang banyak digunakan dalam aplikasi industri, salah satunya digunakan sebagai katalis (Cherry, 1982). Di dalam dunia industri EDTA digunakan sebagai penyerap logam yang terdapat di dalam larutan air. Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berupa padatan yang bersifat stabil serta larut dalam air akan tetapi sensitif terhadap udara (Gambardell, 2005).

Besi (Fe) merupakan salah satu logam transisi yang memiliki konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 4s^2 3d^6$. Besi (Fe) merupakan senyawa paramagnetik yang memiliki bilangan oksidasi lebih dari satu (+2 dan +3) yang keadaannya melimpah di kulit

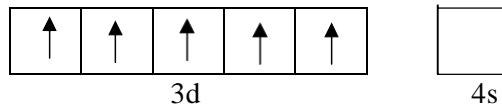
bumi. Logam besi (Fe) memiliki titik leleh 1535°C dan titik didih 2750°C . Kerapatan massanya adalah $7,87 \text{ g/cm}^3$ dan harga keelektronegatifan menurut Pauling adalah 1,8 (Setyawati, 2007). Logam Fe mudah larut dalam asam mineral, apabila terkena udara atau menggunakan HNO_3 encer panas, maka besi (Fe) akan berubah menjadi Fe(III). Ion Fe^{3+} memiliki kemampuan untuk membentuk senyawa kompleks dengan ligan.

Senyawa EDTA merupakan suatu basa konjugat yang bertindak sebagai ligan dan pengkhelat. Hal ini disebabkan karena EDTA merupakan suatu ligan kuat dan memiliki bilangan koordinasi 6. EDTA akan mengikat logam, seperti Fe^{3+} dan membentuk senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$. Kemampuannya untuk mengikat ion logam bergantung pada keseimbangan kompetisi antara ion logam dengan ligan (Sigg, 1994). Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ merupakan senyawa kompleks yang stabil dengan tingkat kestabilan mencapai 25,1 (Svenson dkk, 1989).

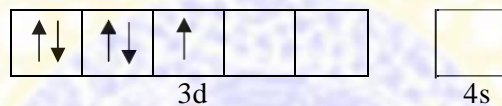
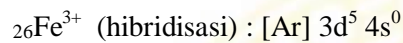
Unsur Fe dalam keadaan dasar memiliki konfigurasi elektron sebagai berikut :



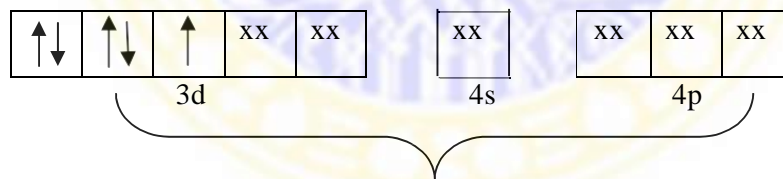
Ketika Fe akan membentuk senyawa kompleks, maka menjadi Fe^{3+} dengan konfigurasi elektron sebagai berikut :



Saat ligan EDTA akan mendekat maka ligan EDTA akan mendesak elektron pada orbital d. Hal ini karena ligan EDTA merupakan suatu ligan kuat sehingga dapat mendesak elektron untuk berikatan, dengan konfigurasi elektron sebagai berikut :



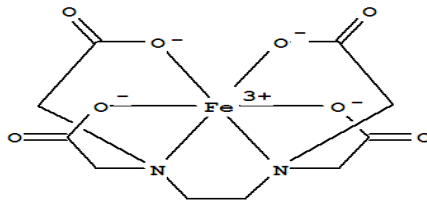
Setelah ligan EDTA masuk terdapat penambahan enam pasang elektron yang akan mengisi orbital-orbital kosong pada orbital 3d, 4s dan 4p, sehingga konfigurasi elektronnya menjadi :



Hibridisasi d^2sp^3

Bentuk oktahedral (6 PEB dari ligan EDTA)

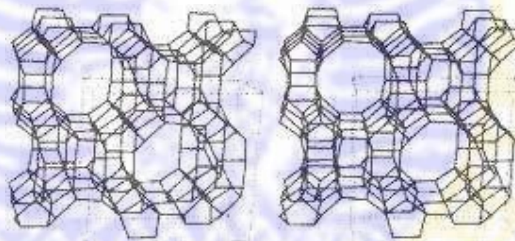
Pada umumnya ligan heksadentat, seperti EDTA abila membentuk kompleks dengan ion-ion logam memiliki struktur geometrik berupa bujur sangkar datar. Adapun struktur senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ disajikan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

2.4 Zeolit

Zeolit pertama kali ditemukan oleh seorang kolektor dan ahli mineralogi yang berasal dari Swedia yang bernama Baron Axel Frederic Cronstedt (1776). Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu “Zein” dan “Lithos” yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Sutarti, 1994).

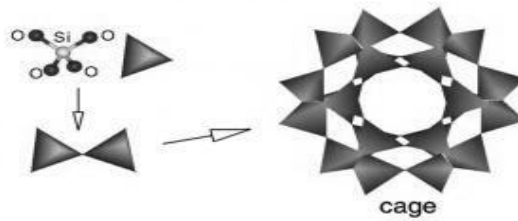


Gambar 2.3 Struktur Zeolit (Rakhmatullah, 2007)

Zeolit merupakan mineral kristal yang memiliki struktur molekul berongga yang pertama kali ditemukan di alam (Prayitno, 1989). Sifat dari kristal zeolit adalah mudah kering dan lunak (Srihapsari, 2006). Warna dari zeolit adalah putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan, atau putih kekuning-kuningan. Pada umumnya kristal zeolit memiliki ukuran tidak lebih dari 10-15 mikron. Sifat khas dari kristal zeolit adalah kandungan air kristalnya dapat dilepaskan secara reversible (Harsodo, 1990).

Berdasarkan pada proses pembentukannya, zeolit dapat dibedakan menjadi dua macam yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Pada umumnya, zeolit alam dibentuk oleh reaksi dari air pori dengan berbagai material seperti gelas, poorly crystalline clay, plagioklas, ataupun silika. Sedangkan untuk membuat zeolit sintetis dibuat dengan rekayasa agar didapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Pembuatan zeolit sintetis ini bergantung pada jumlah Al dan Si (Sutarti dan Rachmawati, 1994).

Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral $[AlO_4]$ dan $[SiO_4]$ yang saling berhubungan melalui atom O (Barrer, 1987). Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi $M_{x/n}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y]H_2O$ yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah (terutama Ca dan Na) dalam kerangka kristal tiga dimensi dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedral (Hay, 1966). Yang mana : $M_{x/n}$ adalah logam alkali atau alkali tanah, n adalah valensi logam alkali, x adalah bilangan tertentu alumina dari 2-10, y adalah bilangan tertentu silika dari 2-7, dan z adalah jumlah molekul air kristal (Madichah, 2006). Zeolit memiliki bentuk kerangka mikroporous dan merupakan padatan kristalin dengan kandungan utama silikon, aluminium, dan oksigen. Kation-kation pada zeolit bersifat mobil dan dapat mengalami pertukaran ion. Jenis kation serta jumlahnya mempengaruhi sifat katalitik, adsorpsi dan pertukaran ion zeolit (Kirk-Othmer, 1991). Pada Gambar 2.4 berikut disajikan rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si.



Gambar 2.4 Rangka Zeolit Yang Terbentuk Dari Ikatan 4 Atom O Dengan 1 Atom Si (Hay, 1966)

2.4.1 Zeolit Sebagai Pendukung Katalis

Zeolit merupakan suatu kristal alumina silikat terhidrasi dengan kerangka tiga dimensi. Zeolit memiliki sifat ramah lingkungan, memiliki jumlah pori yang banyak, mampu mengikat air serta luas permukannya cenderung besar (Barrer, 1987). Zeolit banyak digunakan sebagai penukar kation (cation exchangers), pelunak air (water softening), penyaring molekul (molecular sieves), bahan pengering (drying agents), katalis serta pendukung katalis (Hardjatmo dan Selinawati, 1996).

Zeolit dapat digunakan sebagai katalis, walaupun masih relatif sedikit. Zeolit sebagai katalis mampu mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi. Zeolit merupakan katalis yang sangat efisien serta selektif untuk berbagai reaksi kimia. Selektivitas zeolit terhadap reaksi dipengaruhi oleh ukuran pori zeolit yang hanya dapat dimasuki oleh molekul tertentu yang spesifik. Dengan demikian tidak setiap reaksi transisi dapat berlangsung, reaksi hanya memungkinkan berjalan satu arah (Harjanto, 1987).

2.5 Tinjauan Instrumentasi

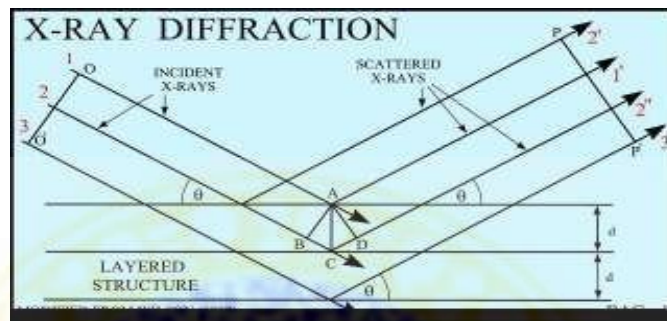
2.5.1 Difraktometer sinar-X (X-ray diffractometer atau XRD)

Difraktometer sinar-X merupakan alat yang dapat digunakan untuk menentukan suatu struktur kristal atau padatan (Ardianto dkk, 2004). Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Chorkendroff, 2003). Pada difraktometer sinar-X, sinar-X mengenai permukaan suatu kristal, kemudian kisi-kisi kristal akan memantulkan sinar-X ke segala arah oleh struktur kristal (Kittel, 1996).

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang berperan dalam menentukan karakterisasi mineral dari suatu kristal, salah satunya adalah zeolit (Kristinawati, 2008). Selain itu, difraksi sinar-X dapat pula digunakan untuk mengidentifikasi pertumbuhan, perubahan dan kerusakan kristal, dimana setiap kristal memiliki pola difraksi yang khas. Difraksi sinar-X tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombangnya lebih dari ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi. Hal ini disebabkan karena adanya sinar yang akan dipantulkan. Akan tetapi apabila panjang gelombang mendekati atau lebih kecil dari ukuran atom atau kristal maka akan terjadi peristiwa difraksi (Chorkendroff, 2003).

Seorang fisikawan yang berasal dari Inggris yang bernama W.L Bragg (1913) menyatakan bahwa berkas sinar-X monokromatik yang jatuh pada kristal akan didifraksi kesegala arah. Tetapi oleh karena keteraturan letak atom-atom, pada arah tertentu gelombang hambur itu akan berinterferensi konstruktif,

sedangkan yang lainnya berinterferensi destruktif. Pada Gambar 2.5 berikut merupakan gambaran syarat yang diperlukan supaya radiasi yang didifraksi oleh atom kristal dapat membentuk interferensi konstruktif .



Gambar 2.5 Difraksi Sinar-X (Mulja dan Suharman, 1995)

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah persamaan Bragg :

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

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat (1, 2, 3,...dst) yang disebut sebagai orde hamburan atau refleksi (Surdia, 1984).

Berdasarkan persamaan Bragg, apabila ada seberkas sinar-X yang dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal. Sinar yang dibiaskan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat didalam sampel, maka semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan.

Pola-pola difraksi disusun dalam kumpulan-kumpulan dan setiap tahun suatu kumpulan baru yang berisi kira-kira 200 pola difraksi ditambahkan. Sistem ini meliputi pola-pola difraksi dari unsur, campuran logam (alloys), senyawa anorganik, fasa organik, mineral, dan organologam (Widjajakusuma, 1996).

2.5.2 Spektroskopi FT-IR (Fourier Transform Infra Red)

Spektroskopi FT-IR merupakan salah satu teknis analisis untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi pada senyawa organik maupun anorganik. Daerah spektrum elektromagnetik infra merah berada pada panjang gelombang 770-1000 nm, yang terbagi menjadi tiga sub daerah yaitu daerah infra merah dekat, sedang dan jauh.

Pada sistem optik FT-IR menggunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah. Guna dari sistem interferensi ini agar sinyal radiasi infra merah diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. TGS (Tri Glysin Sulfat) atau MCT (Mercury Cadmium Telluride) dipakai sebagai detektor di dalam FT-IR. MCT lebih banyak digunakan daripada TGS karena MCT memberikan tanggapan yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur serta sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah (Mulja dan Suharman, 1995).

Ketika suatu molekul menyerap sinar infra merah, maka ikatan kimia dari molekul tersebut akan meregang, menekuk dan mengkerut. Gugus fungsi suatu molekul akan menyerap sinar infra merah secara spesifik yaitu pada rentang

bilangan gelombang tertentu tanpa melihat strukturnya. Bilangan gelombang yang diserap bersifat konstan, contohnya ikatan C=O dari gugus karbonil akan muncul pada bilangan gelombang 1700 cm^{-1} pada jenis senyawa apapun. Berdasarkan hubungan antara berkas bilangan gelombang dengan struktur kimia, maka gugus fungsi suatu senyawa dapat diketahui dengan infra merah (Baxter dan Dillon, 1992).

2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-VIS adalah suatu teknik analisis spektroskopi yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometer UV-VIS lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif karena melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis.

Radiasi elektromagnetik adalah energi yang dipancarkan untuk dapat menembus ruang yang berupa gelombang-gelombang. Tiap tipe dari radiasi elektromagnetik (gelombang radio, ultraviolet, tampak dan lain lain) dicirikan oleh panjang gelombang, yaitu jarak antar puncak panjang gelombang yang satu ke panjang gelombang yang lainnya (Supratman, 2010).

Spektrofotometer UV-VIS dapat melakukan penentuan terhadap sampel yang berupa larutan, gas atau uap. Pada umumnya pelarut yang biasa digunakan dalam analisis spektrofotometri UV-VIS adalah air, etanol, sikloheksana dan isopropanol. Hal yang perlu diperhatikan dalam masalah pemilihan pelarut adalah

polaritas pelarut karena akan sangat berpengaruh terhadap pergeseran spektrum molekul yang akan dianalisis (Mulja dan Suharman, 1995).

Suatu molekul sederhana apabila dikenakan radiasi elektromagnetik akan mengabsorpsi radiasi elektromagnetik yang energinya sesuai. Adanya interaksi tersebut akan meningkatkan energi potensial elektron pada keadaan tereksitasi. Apabila pada molekul tersebut hanya terjadi transisi elektron pada satu macam gugus, maka akan terjadi absorpsi yang merupakan garis spektrum (Kosela, 2010).

2.5.4 Gas Chromatography (GC)

GC merupakan salah satu teknik yang digunakan untuk analisis senyawa-senyawa organik secara kualitatif maupun kuantitatif. Senyawa-senyawa yang dapat dianalisis merupakan senyawa yang mudah menguap dan stabil pada temperatur yang telah ditetapkan, pada umumnya antara 50 °C sampai 300 °C.

Secara umum GC terdiri dari 3 bagian utama, yaitu sistem injeksi sampel, kolom, dan detektor. Sistem kerja dari kromatografi gas GC adalah memasukkan sampel ke dalam ruang yang telah dipanasi menggunakan jarum injeksi untuk sampel yang berupa cairan atau menggunakan sampling valve untuk sampel yang berupa gas. Dari ruang injeksi sampel dibawa menuju kolom untuk memisahkan komponen-komponen sampel, kemudian satu demi satu akan dialirkan menuju detektor. Dengan demikian sistem pembacaan (rekorder) dapat membaca.

Sistem injeksi berfungsi untuk memasukkan sampel, menguapkan sampel cair secepat mungkin, membawa sampel yang berupa gas ke bagian awal kolom di dalam sumbat yang sempit. Injeksi sampel dilakukan dengan menggunakan

volume yang sangat kecil karena puncak berhubungan langsung dengan lebar pita injeksi sampel.

Kolom yang digunakan pada GC merupakan sebuah tabung yang terbuat dari bahan karat. Kolom ini berisi padatan pendukung dan fasa diam berbentuk cairan yang tidak mudah menguap. Fasa diam dilapisi pada bagian dalam kolom dan secara kimia terikat pada kolom kapiler. Kolom yang biasanya digunakan pada GC adalah kolom kapiler dan kolom paking.

Detektor merupakan salah satu bagian dari GC yang berfungsi mendeteksi adanya senyawa atau komponen tertentu, ditunjukkan dengan adanya sinyal yang dapat diinterpretasikan. Detektor yang digunakan yaitu ECD (Electron Capture Detector), FID (Flame Ionization Detector), FPD (Flame Photometric Detector), TCD (Thermal Conductivity Detector). Beberapa parameter yang digunakan untuk melakukan penilaian terhadap detektor adalah selektivitas, sensitivitas, batas deteksi minimum, stabilitas, respon, dan linieritas.

Sistem pembacaan digunakan untuk membaca hasil analisis dari GC. Sistem pembacaan terdiri dari elektrometer, rekorder, dan integrator. Data dari hasil analisis ditunjukkan dengan peak dan luas area dari sampel yang dianalisis.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan mulai bulan Maret sampai Juli 2011 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrumentasi, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

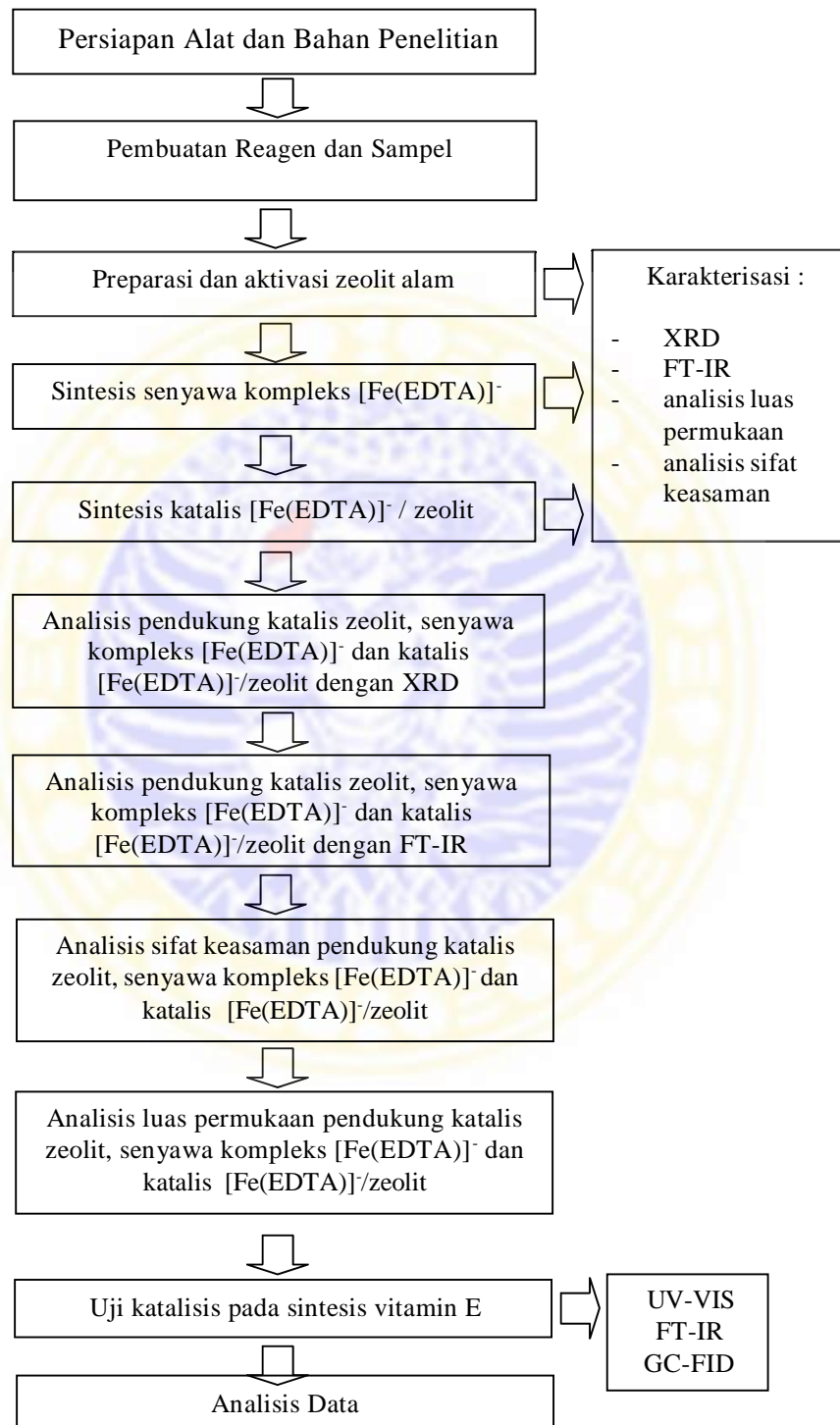
3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan sederhana dan instrumen. Peralatan sederhana yang digunakan adalah oven, pH meter, furnace, neraca timbangan analitik, seperangkat alat refluks, mortar agat, magnetic stirrer, hot plate, corong Buchner, kaca arloji, termometer ($^{\circ}\text{C}$), pipet tetes, labu leher tiga, dan peralatan gelas. Instrumen yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-VIS Shimadzu 1700, X-ray Diffraction Jeol, Spektrofotometer FT-IR Buck 500, GC Hewlett 5890 Series II, rotary vacuum evaporator Laborata 4001,

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan meliputi zeolit alam, Besi(III)trikloridaheksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot \text{H}_2\text{O}$, etanol, HCl, n-heksana, trimetilhidrokuinon (TMHQ), isofitol, metanol, akuadem dan aquades.

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Sintesis Katalis

3.4.1 Preparasi Zeolit Alam Sebagai Pendukung Katalis

Menyiapkan 10 gram serbuk zeolit alam yang berasal dari Yogyakarta. Kemudian merendam serbuk zeolit alam dalam larutan HCl 2M selama 4 jam. Setelah proses peredaman selesai, maka zeolit alam perlu disaring menggunakan kertas saring Whatman no.4, lalu didiamkan terlebih dahulu agar tidak terlalu basah. Hasil perendaman difurnace pada suhu 600 °C selama 5 jam (Srihapsari, 2006). Padatan pendukung katalis zeolit dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dianalisis sifat keasamannya dengan adsorpsi piridin dan luas permukannya dengan metode metilen biru.

3.4.2 Sintesis Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)]⁻

Berdasarkan penelitian sebelumnya, senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ disintesis dengan perbandingan mol Fe(III) : EDTA = 1 : 1 (Setyawati, 2009). Sebanyak 3,65 gram Na₂H₂EDTA.H₂O dilarutkan dalam 20 ml aquadem kemudian dipanaskan sampai terbentuk larutan bening. Sebanyak 2,695 gram besi(III)kloridaheksahidrat (FeCl₃.6H₂O) dimasukkan ke dalam 20 ml aquadem ditambahkan ke dalam larutan EDTA dan diaduk. Kemudian larutan dipanaskan pada suhu 80-90 °C selama ± 20 menit. Lalu didiamkan dan endapan yang terbentuk disaring menggunakan corong Buchner. Endapan yang terbentuk dicuci dengan air dingin. Setelah itu, produk dicuci dengan etanol pro analisis (p.a) dan dikeringkan pada kertas saring Whatman no.4 (Cranton, 1989). Padatan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dianalisis sifat keasamannya dengan adsorpsi piridin dan luas permukannya dengan metode metilen biru.

3.4.3 Sintesis Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{Zeolit}$

Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ dibuat dengan metode impregnasi. Sebelum dilakukan impregnasi, perlu ditentukan kurva kalibrasi larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dengan variasi konsentrasi 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; dan 0,005 M. Hasil rendaman disaring dan filtratnya diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks.

Selanjutnya dilakukan penentuan kapasitas pendukung terhadap senyawa yang diimpregnasi dengan cara merendam padatan zeolit sebanyak 0,5 gram dalam 10 ml larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ 0,003 M dengan variasi waktu perendaman selama 5; 10; 15; 20; dan 25 jam. Campuran hasil perendaman disaring dan filtratnya diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks. Waktu perendaman optimum dipilih pada nilai absorbansi terkecil. Setelah mengetahui waktu optimum perendaman maka dilakukan penentuan konsentrasi maksimum senyawa kompleks yang dapat terimpregnasi pada permukaan pendukung zeolit. Padatan zeolit sebanyak 0,5 gram direndam dalam 10 ml larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ pada waktu optimum dengan variasi konsentrasi 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; dan 0,005 M. Campuran hasil perendaman disaring dan filtratnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks. Dari nilai absorbansi yang didapat, dapat diketahui kapasitas maksimum zeolit melalui kurva kalibrasi (Rozalina, 2007). Setelah kapasitas maksimum zeolit diketahui, maka proses impregnasi dilakukan dengan cara dibuat bubur padatan zeolit dalam

larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$. Campuran diuapkan sampai kering pada suhu $125\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam sehingga diperoleh padatan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Hasil impregnasi yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dianalisis sifat keasamannya dengan adsorpsi piridin dan luas permukaan dengan metilen biru.

3.4.4 Karakterisasi Katalis

3.4.4.1 Analisis dengan XRD (X-ray Diffraction)

Analisis dengan XRD dilakukan dengan menumbuk pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ sampai halus. Masing-masing dikarakterisasi menggunakan XRD dengan sumber sinar $\text{Cu K}\alpha$ pada $2\theta = 0^\circ - 40^\circ$.

3.4.4.2 Analisis dengan FT-IR (Fourier Transform Infra Red)

Masing-masing pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ dibuat pelet KBr untuk diukur serapan infra merahnya pada bilangan gelombang $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$.

3.4.4.3 Analisis sifat keasaman katalis

Sifat keasaman katalis diuji dengan metode adsorpsi piridin. Senyawa yang diuji sifat keasamannya adalah pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Masing-masing pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam desikator didalamnya terdapat larutan piridin. Masing-masing katalis didiamkan selama \pm dua hari. Hasil adsorpsi piridin diukur

serapan infra merahnya pada bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} menggunakan FT-IR.

3.4.4.4 Analisis luas permukaan katalis

Analisis luas permukaan pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ dilakukan dengan metode metilen biru. Langkah awal yang dilakukan adalah menentukan panjang gelombang maksimum metilen biru pada rentang panjang gelombang 640-655 nm. Setelah didapat panjang gelombang metilen biru maka langkah selanjutnya adalah membuat kurva kalibrasi larutan metilen biru dengan variasi konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; 5; dan 6 ppm dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum metilen biru. Setelah itu dibuat grafik konsentrasi terhadap absorbansi. Kemudian dilakukan penentuan waktu perendaman katalis dalam larutan metilen biru. Langkah awal yang harus dilakukan adalah masing-masing padatan pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ sebanyak 50 mg direndam dalam 15 ml larutan metilen biru 4 ppm. Dilakukan variasi waktu perendaman selama 5; 10; dan 15 jam. Larutan hasil rendaman masing-masing katalis disaring dengan kertas saring Whatman no.4 dan filtratnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum larutan metilen biru. Nilai absorbansi terkecil digunakan sebagai waktu perendaman optimum. Langkah selanjutnya adalah penentuan luas permukaan dengan cara mengukur larutan metilen biru pada panjang gelombang maksimum metilen biru selama waktu perendaman optimum. Campuran hasil rendaman disaring dan filtratnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum metilen biru.

3.4.4.5 Uji Katalisis pada Sintesis Vitamin E

Katalis hasil sintesis diuji sifat katalisisnya dengan melihat aktivitasnya dalam sintesis vitamin E. Senyawa yang akan diuji katalisisnya adalah pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Dalam labu leher tiga, trimetilhidrokuinon (TMHQ) sebanyak 0,121 gram dicampur dengan katalis ($\frac{1}{4}$ massa trimetilhidrokuinon) dan ditambah 25 ml metanol. Lalu campuran direfluks pada suhu 60-65 °C selama 30 menit. Isofitol 300 μL ditambahkan ke dalam campuran tetes demi tetes dan direfluks lagi selama 3 jam dengan suhu 60-65 °C. Hasil sintesis dicuci dengan 5 ml metanol. Kemudian sisa hasil sintesis dicuci dengan 5 ml n-heksana. Kemudian larutan dipisahkan dari katalis dengan cara disaring menggunakan corong Buchner. Proses selanjutnya mengekstraksi hasil sintesis menggunakan corong pisah dan menguapkan pelarut menggunakan rotary vacuum evaporator. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS, FT-IR dan GC-FID dengan spesifikasi kolom : HP5, suhu awal : 100 °C, suhu akhir : 300 °C, waktu retensi : 27 menit.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini langkah awal yang dilakukan adalah sintesis dan preparasi pendukung katalis zeolit, katalis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$, dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Material diuji daya katalitiknya selanjutnya material katalisis dikarakterisasi strukturnya menggunakan Diffraktometer sinar-X dan Spektroskopi FT-IR. Luas permukaan katalis dilakukan dengan metode metilen biru dan sifat keasamannya dilakukan dengan metode adsorpsi piridin FT-IR. Masing-masing material katalis diuji daya katalitiknya pada reaksi pembentukan vitamin E. Hasil dari reaksi sintesis vitamin E ini dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis, FT-IR dan GC-FID.

4.1 Preparasi Zeolit Alam Sebagai Pendukung Katalis

Sebelum digunakan sebagai pendukung katalis, zeolit alam perlu diaktivasi terlebih dahulu. Proses aktivasi zeolit alam dilakukan secara fisik dan kimia (Ahmadi dkk, 1997). Proses aktivasi secara fisik berfungsi untuk meningkatkan luas permukaan pori zeolit dan meningkatkan porositasnya (Setiadji, 1996). Sedangkan perlakuan secara kimia berfungsi untuk meningkatkan sisi keasaman, membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Sutarti dan Rachmawati, 1994). Zeolit hasil aktivasi disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Zeolit Aktivasi

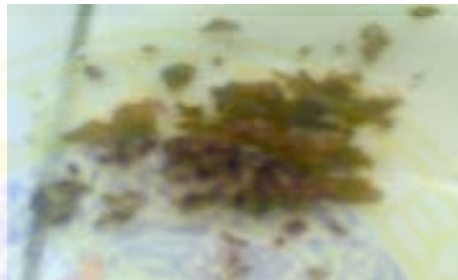
4.2 Sintesis Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

Sintesis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dilakukan dengan cara mereaksikan $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Untuk membuat larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ menggunakan perbandingan mol $\text{Fe} : \text{EDTA} = 1 : 1$ (Setyawati, 2009).

Pada proses ini yang dilakukan adalah mencampurkan larutan $\text{Fe}(\text{III})$ dengan larutan EDTA yang telah dibuat sebelumnya dan didapatkan larutan yang berwarna coklat seperti disajikan pada Gambar 4.2. Campuran yang terbentuk diukur pH nya dan didapatkan pH 5,2. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Bottari (1967) bahwa senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ akan terbentuk pada pH = 3,8-5,2.

Gambar 4.2 Larutan Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

Langkah selanjutnya adalah memanaskan larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ pada suhu 80-90 °C selama 20 menit. Setelah dipanaskan, larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ ditutup dan didiamkan selama semalam pada suhu kamar sampai terbentuk kristal berwarna coklat seperti disajikan pada Gambar 4.3

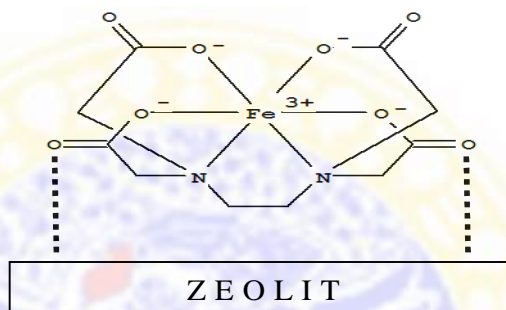


Gambar 4.3 Kristal Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

4.3 Sintesis Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{Zeolit}$

Sebelum melakukan sintesis katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$, langkah awal yang harus dilakukan adalah menentukan kapasitas maksimum larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang menempel di zeolit. Langkah awal yang dilakukan adalah melakukan variasi perendaman pendukung katalis dalam senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ untuk mengetahui waktu rendam optimum. Dari Lampiran 1 dapat diketahui bahwa waktu perendaman optimum zeolit dalam larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yaitu 10 jam. Setelah mengetahui waktu optimum perendaman maka dilakukan penentuan konsentrasi maksimum senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang dapat menempel pada permukaan pendukung zeolit. Dari data Lampiran 1 diketahui kapasitas maksimum senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang menempel pada pendukung katalis zeolit sebanyak $4,6 \times 10^{-5}$ mol/gram.

Setelah kapasitas maksimum senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang menempel pada pendukung katalis zeolit diketahui selanjutnya dilakukan proses impregnasi katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Ikatan yang terjadi antara senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan pendukung katalis zeolit hanyalah ikatan secara fisik saja. Interaksi yang terjadi seperti disajikan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Ikatan Antara Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan Pendukung Katalis Zeolit

Hasil yang terbentuk berupa serbuk berwarna kekuningan seperti terlihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$

4.4 Karakterisasi Katalis

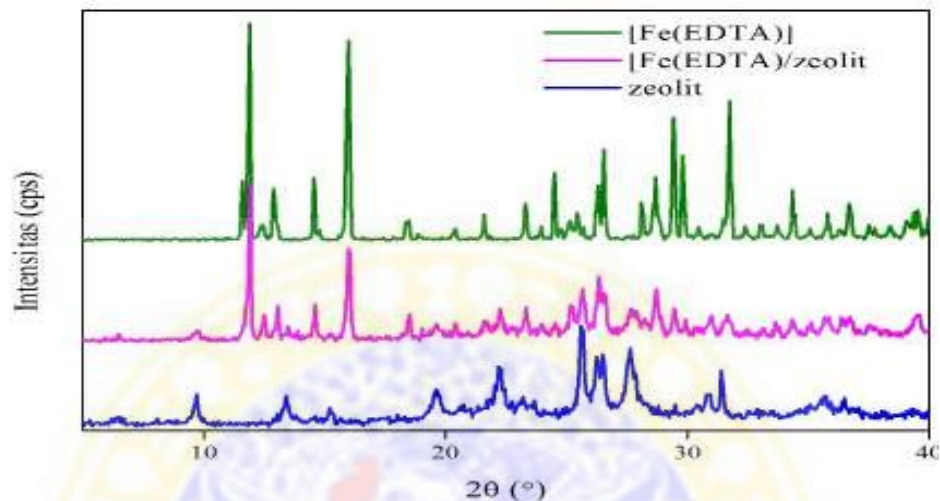
4.4.1 Karakterisasi dengan XRD (X-ray Diffraction)

Analisis menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom dalam kristal atau padatan (Ardianto, 2004). Analisis menggunakan XRD dilakukan dengan sumber sinar Cu K α pada $2\theta = 0^\circ - 40^\circ$.

Berdasar spektra XRD pendukung katalis zeolit pada Gambar 4.6 terlihat tiga puncak tertinggi pada 2θ adalah $25,66580^\circ$; $26,2667^\circ$; dan $27,65350^\circ$. Untuk spektra XRD pada senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ didapat tiga data pada 2θ tertinggi yaitu $11,88403^\circ$; $15,98579^\circ$; dan $31,77741^\circ$. Pada difraktogram XRD katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ muncul tiga peak tertinggi pada 2θ yaitu $11,91783^\circ$; $16,01583^\circ$; dan $26,37241^\circ$. Peak $11,91783^\circ$ mengindikasikan spektra pada senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$, adanya peak $16,01583^\circ$; dan $26,37241^\circ$ mengindikasikan spektra dari pendukung katalis zeolit. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ sudah menempel pada pendukung katalis zeolit.

Berdasar hasil spektra XRD pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa pendukung katalis zeolit memiliki bentuk kristal amorf paling baik diantara senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$. Hal ini menyebabkan luas permukaan pendukung katalis zeolit besar karena semakin amorf sifat suatu kristal maka semakin besar luas permukaannya. Sedangkan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ memiliki sifat kristalinitas tertinggi. Dengan demikian senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ memiliki luas permukaan terkecil

diantara yang lain. Hal ini dapat dibuktikan dengan luas yang dimiliki masing-masing material katalis seperti disajikan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.6 Spektra XRD Pendukung Katalis Zeolit, Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{Zeolit}$

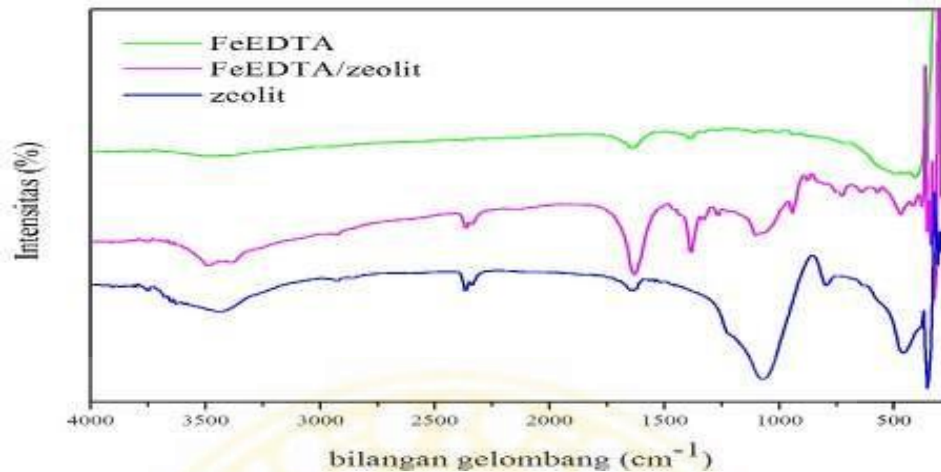
4.4.2 Karakterisasi dengan FT-IR (Fourier Transform Infra Red)

Pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ dianalisis menggunakan FT-IR untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang terdapat pada masing-masing katalis dan ikatan yang terbentuk di dalam material katalis seperti disajikan Gambar 4.7.

Dari Gambar 4.7 dapat dilihat pada spektra FT-IR pendukung katalis zeolit terlihat adanya serapan pada bilangan gelombang $1072,42 \text{ cm}^{-1}$ dengan puncak yang tajam dan intensitas yang tinggi. Hal ini menunjukkan adanya vibrasi ulur ikatan Si-Al-O asimetris. Adanya serapan pada bilangan gelombang $3441,01 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan karakteristik ikatan H-OH pada ion oksigen. Serapan yang intens pada bilangan gelombang $1635,64 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan karakteristik dari ikatan molekul air (Rayalu dkk, 2005).

Pada spektra FT-IR senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ terlihat adanya serapan 3487 cm^{-1} menunjukkan vibrasi asimetri O-H dari H_2O pada. Adanya vibrasi COO^- asimetris muncul pada bilangan gelombang 1638 cm^{-1} (Wagner dkk, 2010). Serapan pada bilangan gelombang 1381 cm^{-1} menunjukkan vibrasi COO^- simetris yang berasal dari ester. Serapan khas ikatan antara logam Fe dengan ligan muncul pada bilangan gelombang 370 cm^{-1} . Vibrasi ikatan logam besi dengan gugus N dan O dari ligan muncul pada bilangan gelombang $400\text{-}300 \text{ cm}^{-1}$ (Nakamoto, 1986).

Serapan khas katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ terlihat dengan adanya vibrasi ulur COO^- asimetris pada bilangan gelombang $1635,64 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu, pada bilangan gelombang $470,63 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan Fe-N, sedangkan adanya ikatan $(\text{Fe-O})\text{H}_2\text{O}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang $416,62 \text{ cm}^{-1}$ (Wagner dkk, 2010). Hal ini membuktikan bahwa senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ sudah menempel pada pendukung katalis zeolit. Akan tetapi spektra FT-IR katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ tidak begitu berbeda dengan spektra zeolit. Hal ini karena senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang ditempelkan jumlahnya sedikit.



Gambar 4.7 Spektra FT-IR Pendukung Katalis Zeolit, Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{Zeolit}$

4.4.3 Karakterisasi Sifat Keasaman dengan Metode Adsorpsi Piridin

Masing-masing pendukung katalis zeolit, senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ diuji sifat keasamannya menggunakan metode adsorpsi piridin kemudian untuk mengetahui terbentuknya sifat asam Lewis atau Bronsted dilakukan analisis FT-IR. Piridin digunakan sebagai molekul probe karena piridin memiliki sifat lebih selektif dan stabil daripada NH_3 serta memiliki kekuatan mengadsorpsi yang lebih baik daripada CO dan CH_3CN . Piridin memiliki sensitifitas yang baik terhadap kekuatan sisi asam Lewis (Zaki dkk, 2001).

Analisis menggunakan FT-IR merupakan salah satu teknik kualitatif yang digunakan untuk menentukan sifat keasaman Lewis dan Bronsted dari katalis (Loveless dkk, 2008). Adanya puncak 1450 cm^{-1} menunjukkan adanya sisi asam Lewis sedangkan adanya sisi asam Bronsted ditunjukkan dengan puncak 1550 sampai 1640 cm^{-1} (Wojciechowska dkk, 1995).

Berdasarkan hasil FT-IR adsorpsi piridin pada pendukung katalis zeolit terdapat serapan $1543,05\text{ cm}^{-1}$ dan $1635,64\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya sifat asam Bronsted (Wojciechowska dkk, 1995). Akan tetapi hasil FTIR adsorpsi piridin pendukung katalis zeolit tidak menunjukkan adanya serapan dari sifat asam Lewis.

Hasil spektra FT-IR dari senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ menunjukkan bahwa adanya sifat asam Lewis. Adanya puncak pada $1450,8\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan adanya sifat asam Lewis (Horikawa dkk, 2004).

Pada katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$ muncul serapan khas sifat asam Bronsted pada puncak 1640 cm^{-1} (Wojciechowska dkk, 1995). Sama halnya dengan pendukung katalis zeolit bahwa pelakuan adsorpsi piridin tidak memberikan sifat asam Lewis akan tetapi memberikan sifat asam Bronsted.

4.4.4 Karakterisasi Luas Permukaan dengan Metode Metilen Biru

Analisis luas permukaan katalis dilakukan dengan metode metilen biru (Adamson, 1994). Pada proses ini dilakukan tiga tahapan. Pada tahap awal dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil penelitian didapat panjang gelombang maksimum larutan metilen biru sebesar 655 nm seperti disajikan pada Lampiran 2. Tahap selanjutnya adalah pembuatan kurva kalibrasi larutan metilen biru. Tahap ketiga adalah penentuan waktu rendam material katalis dalam larutan metilen biru kemudian diukur absorbansinya. Berdasarkan data pada Lampiran 2 didapat bahwa waktu perendaman optimum adalah 10 jam. Selanjutnya penentuan luas permukaan material katalis ditentukan dengan merendam material katalis

dalam larutan metilen biru 4 ppm selama 10 jam, hasil rendaman disaring kemudian filtrat hasil penyaringan diukur absorbansinya. Hasil luas permukaan masing-masing material katalis disajikan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Luas Permukaan Material Katalis

| Katalis | Absorbansi | Luas Permukaan (m ² /gr) |
|---------------------------------|------------|-------------------------------------|
| Zeolit | 0,0013 | 3,8 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ | 0,2493 | 2,32 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ /zeolit | 0,0043 | 3,76 |

Pada Tabel 4.1 terlihat bahwa pendukung katalis zeolit memiliki luas permukaan paling besar karena zeolit memiliki struktur berpori. Sedangkan luas permukaan katalis [Fe(EDTA)]⁻/zeolit lebih kecil daripada pendukung katalis zeolit. Hal ini karena senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ menempel secara kuat pada permukaan rongga pendukung katalis zeolit sehingga rongga pada pendukung katalis zeolit tertutupi oleh senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ yang menempel.

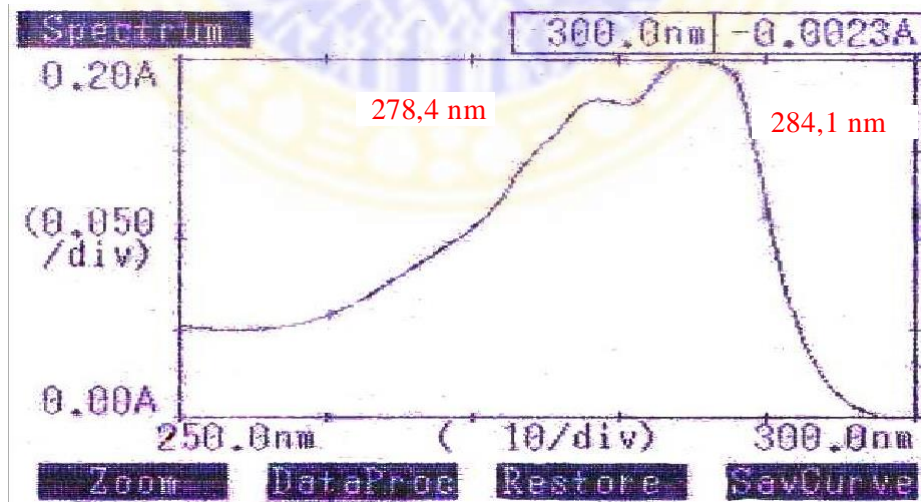
4.4.5 Uji Katalisis pada Sintesis Vitamin E

Sintesis vitamin E dilakukan dengan proses refluks. Setelah proses refluks selesai langkah selanjutnya adalah mengekstraksi hasil sintesis dengan menggunakan corong pisah. Hasil ekstraksi dipisahkan lalu diuapkan pelarutnya menggunakan rotary vacuum evaporator. Hasil sintesis berupa minyak kental berwarna kuning seperti disajikan pada Gambar 4.8. Masing-masing hasil sintesis ditampung pada botol dan diuji daya katalitiknya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis, FT-IR dan GC-FID.



Gambar 4.8 Hasil Sintesis Vitamin E (α -tokoferol)

Untuk membuktikan apakah vitamin E hasil sintesis sudah terbentuk, maka dilakukan pengukuran menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Pada Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa munculnya dua peak pada panjang gelombang 278,4 nm dan 284,1 nm dengan nilai absorbansi secara berturut-turut adalah 0,1639 dan 0,1821. Panjang gelombang vitamin E hasil sintesis ini nilainya mendekati panjang gelombang dari vitamin E standar, yaitu 284,5 nm (Lampiran 4). Dengan demikian dapat dikatakan bahwa vitamin E hasil sintesis telah terbentuk.



Gambar 4.9 Spektra UV-VIS Vitamin E Hasil Sintesis

Selanjutnya analisis vitamin E hasil sintesis secara kuantitatif dilakukan dengan pengukuran menggunakan alat spektrofotometr UV-Vis dan perhitungan rendemen dilakukan menggunakan kurva kalibrasi vitamin E seperti disajikan pada Lampiran 4. Rendemen masing-masing hasil sintesis dengan material katalis yang berbeda disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Rendemen Hasil Sintesis Vitamin E dengan Variasi Material Katalis

| Katalis | Rendemen (%) |
|---------------------------------|--------------|
| Zeolit | 78,0125 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ | 47,2904 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ /zeolit | 79,837 |
| Tanpa | 7,025 |

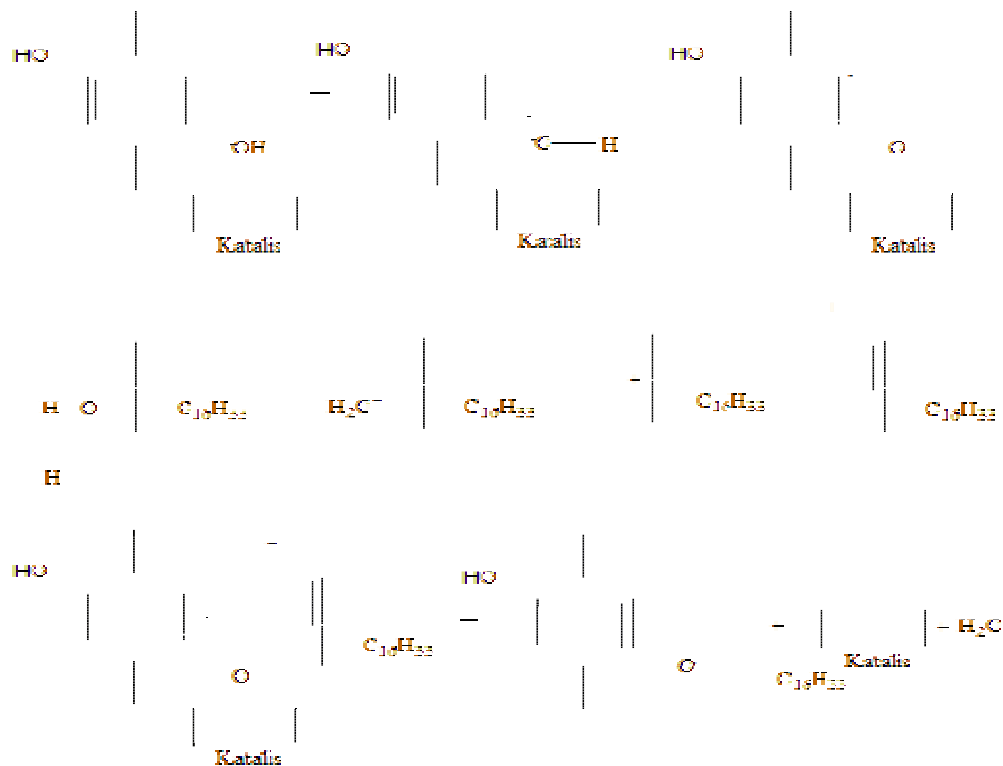
Pada Tabel 4.2 diketahui bahwa vitamin E hasil sintesis menggunakan katalis [Fe(EDTA)]⁻/zeolit memiliki rendemen terbesar. Hal ini karena pada katalis [Fe(EDTA)]⁻/zeolit terjadi ikatan yang kuat antara senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ dan pendukung katalis zeolit, dimana senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ menempel secara kuat pada permukaan rongga pendukung katalis zeolit. Dengan demikian daya katalitiknya semakin meningkat dikarenakan kedua material katalis bergabung menjadi satu sehingga daya katalitiknya semakin meningkat dibanding saat material katalis bekerja secara individu. Akan tetapi dalam hal ini luas permukaan material katalis tidak begitu berpengaruh terhadap aktivitas katalitiknya. Dimana rongga pada pendukung katalis zeolit tertutupi oleh senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻. Dengan demikian luas permukaan dari katalis [Fe(EDTA)]⁻/zeolit lebih kecil dibanding luas permukaan pendukung katalis

zeolit. Hal ini sesuai dengan sifat amorf yang dimiliki oleh katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ /zeolit lebih rendah daripada sifat amorf yang dari pendukung katalis zeolit.

Vitamin E hasil sintesis menggunakan pendukung katalis zeolit memiliki nilai rendemen yang lebih rendah daripada saat proses sintesis vitamin E menggunakan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ /zeolit (Tabel 4.2). Pendukung katalis zeolit memiliki sifat kristal amorf terbaik daripada yang lain. Hal ini dapat dibuktikan bahwa pendukung katalis zeolit memiliki luas permukaan terbesar dibanding kedua material katalis yang lain (Tabel 4.1). Akan tetapi besarnya luas permukaan dari pendukung katalis zeolit tidak mempengaruhi aktivitas katalitiknya. Pendukung katalis zeolit tidak memiliki aktivitas katalitik terbaik dibanding kedua material katalis lainnya pada saat digunakan dalam proses sintesis vitamin E (Tabel 4.2). Hal ini karena pendukung katalis zeolit hanya bekerja secara individu saat digunakan sebagai katalis sedangkan katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ /zeolit memiliki daya katalitik tertinggi (Tabel 4.2) dikarenakan kerja dari senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ dan pendukung katalis zeolit bergabung menjadi satu sehingga daya katalitiknya menjadi lebih baik.

Kedua material katalis, baik katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ /zeolit dan pendukung katalis zeolit memiliki sifat asam Bronsted akan tetapi sifat asam Lewisnya tidak muncul. Untuk katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ /zeolit sifat asam Bronstednya muncul pada bilangan gelombang 1640 cm^{-1} . Sedangkan sifat asam Bronsted dari pendukung katalis zeolit ada pada bilangan gelombang $1543,05 \text{ cm}^{-1}$ dan $1635,64 \text{ cm}^{-1}$. Pada Gambar 4.10 disajikan reaksi pembentukan vitamin E dengan katalis

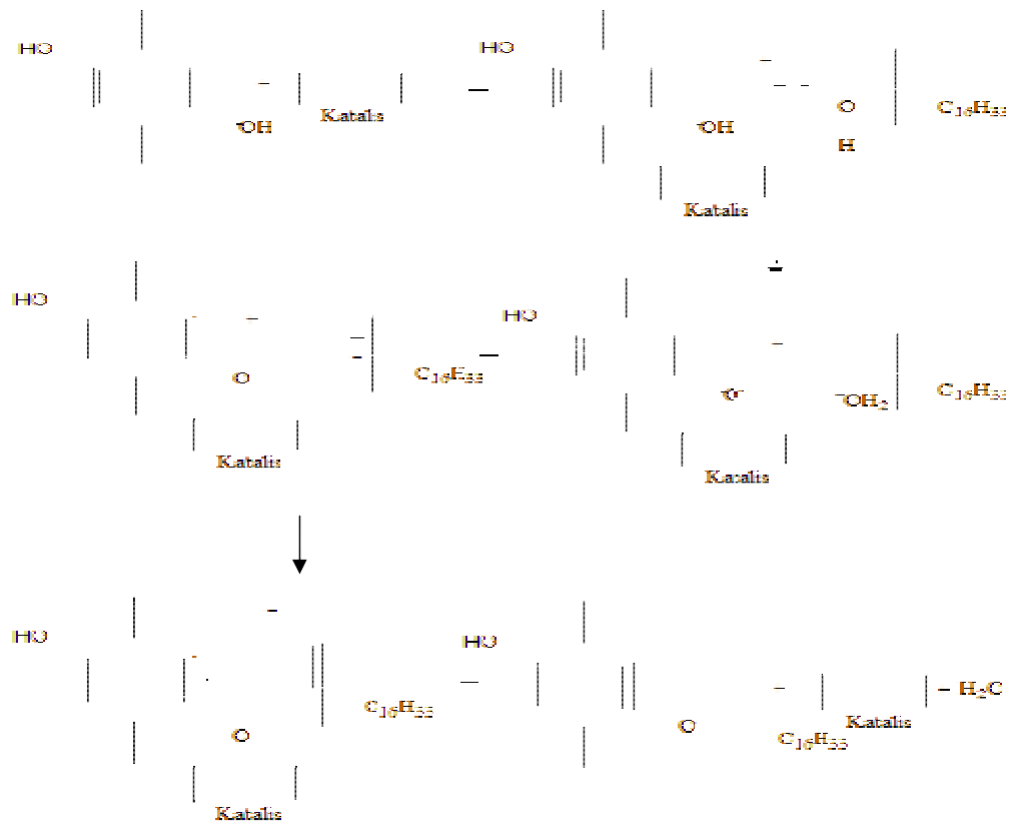
[Fe(EDTA)]⁻/zeolit dan pendukung katalis zeolit yang bertindak sebagai katalis asam Bronsted.



Gambar 4.10 Reaksi Pembentukan Vitamin E dengan Katalis Asam Bronsted

Senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ yang digunakan sebagai katalis dalam sintesis vitamin E memiliki nilai rendemen terkecil seperti disajikan pada Tabel 4.2. Senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ memiliki sifat kristalinitas terbaik diantara kedua material katalis yang lain. Hal ini dapat dibuktikan dengan luas permukaan yang dimiliki oleh senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻, dimana senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ memiliki luas permukaan paling kecil (Tabel 4.1). Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa semakin kecil luas permukaan dari suatu kristal maka semakin kecil pula daya katalitiknya. Akan tetapi senyawa kompleks [Fe(EDTA)]⁻ tetap mampu bertindak sebagai katalis pada proses sintesis vitamin

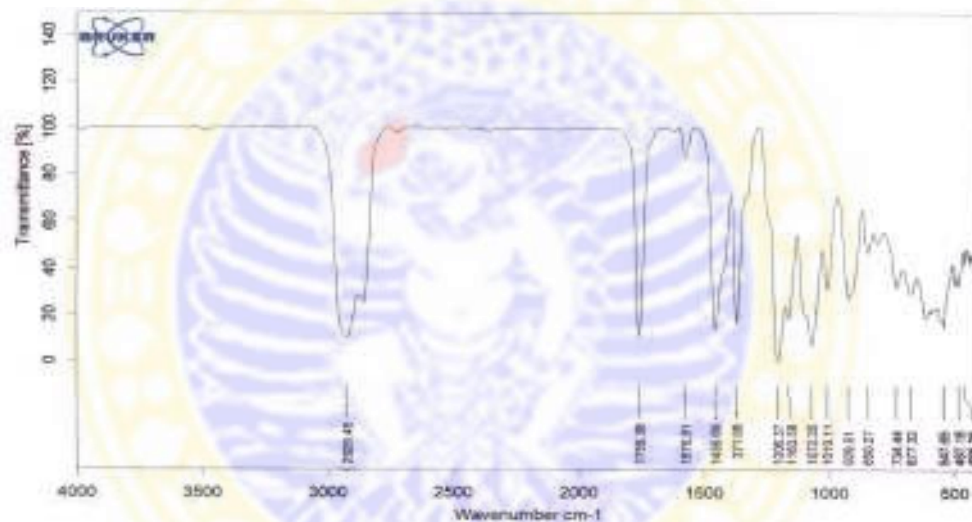
E karena bersifat aktif dan labil pada saat berinteraksi antara logam dan ligan. Selain itu senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ memiliki sisi asam Lewis yang mampu bertindak sebagai katalis dalam beberapa reaksi. Reaksi pembentukan vitamin E menggunakan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang bertindak sebagai katalis asam Lewis disajikan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Reaksi Pembentukan Vitamin E dengan Katalis Asam Lewis

Uji vitamin E hasil sintesis secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan FT-IR untuk mengetahui adanya gugus fungsi dan ikatannya. Pada spektra FT-IR vitamin E hasil sintesis terlihat adanya serapan vibrasi C-H alifatis pada $2925,48 \text{ cm}^{-1}$. Serapan vibrasi karakterisasi sistem aromatis muncul pada bilangan gelombang $1456,65 \text{ cm}^{-1}$. Adanya serapan vibrasi substituen metil pada

karbon muncul pada $1371,09\text{ cm}^{-1}$. Pada serapan vibrasi ikatan C-O ulur (eter) ditunjukkan dengan bilangan gelombang $1206,37\text{ cm}^{-1}$ (Fessenden dan Fessenden, 1986). Munculnya bilangan gelombang $1163,58\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi O-H bending dan alkohol tersier (Mulja dan Suharman, 1995). Adanya vibrasi gugus aromatis bersubstituen ditunjukkan dengan munculnya bilangan gelombang $850,27\text{ cm}^{-1}$ (Kemp, 1979). Adanya bilangan gelombang $734,44\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi dari C-(CH₂)_n-C (Pretsch dkk, 1989).



Gambar 4.12 Spektra FT-IR Vitamin E Hasil Sintesis

Selain menggunakan data dari FT-IR, uji kualitatif dari vitamin E hasil sintesis diuji menggunakan GC-FID. Berdasarkan data analisis pada Gambar 4.13 menunjukkan pada kromatogram muncul lima puncak. Puncak pertama muncul di waktu retensi pada menit ke 2,480 yang menunjukkan adanya metanol. Untuk mengetahui adanya metanol, terlebih dahulu dilakukan analisis senyawa murni metanol (Pujiastuti, 2010). Selain itu muncul beberapa spektra pada waktu retensi yang berbeda (Gambar 4.13). Adanya spektra di waktu retensi pada menit ke

26,171 yang nilainya hampir sama dengan vitamin E standart, dimana pada vitamin E standart muncul pada waktu retensi di menit ke 26,115 seperti disajikan pada Lampiran 4. Hal ini yang mengindikasikan munculnya vitamin E.



Gambar 4.13 Spektra GC-FID Vitamin E Hasil Sintesis

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil sintesis vitamin E maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit dapat disintesis.
2. Hasil karakterisasi katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit memiliki sifat kristalin Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit memiliki luas permukaan $3,76 \text{ m}^2/\text{gr}$. Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit hanya memiliki sifat asam Bronsted saja, sedangkan sisi asam Lewisnya tidak muncul.
3. Aktivitas katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ berpendukung zeolit memiliki rendemen terbesar diantara kedua material katalis yang lain, yaitu sebesar 79,837%.

5.2 Saran

Untuk mendapatkan hasil yang baik disarankan untuk menggunakan variasi jumlah katalis agar mendapatkan hasil yang maksimal serta perlu dilakukan penambahan dalam hal uji kuantitatif vitamin E hasil sintesis agar data yang didapat lebih akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadi, KGS., Tranggono., Hastuti, P., 1997, Aktivasi Zeolit Alam Dengan Penggunaannya Untuk Pemurnian Tokoferol Dari Distilat Asam Lemak Minyak Sawit, Fakultas Pertanian Universitas Lancang Kuning, Pekanbaru, Program Studi Teknologi Hasil Perkebunan, Program Pasca Sarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Ardianto, D.A., Priyono, Khuriati, A., 2004, Otomasi Pemutaran Sudut Detektor Pada Defraktometer Sinar X Dengan Pengendali Mikro 8032, Laboratorium Fisika Zat Padat-Fisika Undip dan Laboratorium Fisika Instrumentasi dan Elektronika-Fisika Undip, Semarang.
- Barrer, R.M., 1987, *Zeolites and Clay Minerals as Sorbents and Molecular Sieves*, Academic Press, London.
- Bauer, I., Knölker, H.J., 2008, *Iron Complexes in Organic Chemistry*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGAA, Weinheim.
- Baxter, A., Dillon., 1992, *Improved Methode for i.r Determination of Degree of N-Acetylation of Chitosan*, Intl J Biol Macromol.
- Bonrath, W., Dittel, C., Giraudi, L., Netcher, T., 2007, Rare earth triflate catalysts in the synthesis of Vitamin E and its derivatives, *Catalysis Today*, hal.65-70.
- Cherry, K.F., 1982, *Plating Waste Water Treatment*, Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor.
- Chorkendroff, I., Niemantsverdiel, J.W., 2003, *Concepts of Modern Catalysis and Kinetics*, Wiley-VCH GmbH&Co, New York, hal.143-147.
- Cranton, E.M., 1989, *Resource Book For Sixth-Form Practical Chemistry*, Hongkong.
- Diany, I.N., 2002, Zeolit Alam Sebagai Adsorben Untuk Meningkatkan Mutu Minyak Goreng Curah, *Skripsi*, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Eitenmiller RR, Lee J, 2004, *Vitamin E: food chemistry, composition, and analysis*, Marcel Dekker Inc., New York.
- Fessenden, R. J., and Fessenden, J. S., 1986, *Kimia Organik*, Edisi Ketiga, Terjemahan oleh A.H Pudjiatmaka, Erlangga, Jakarta.

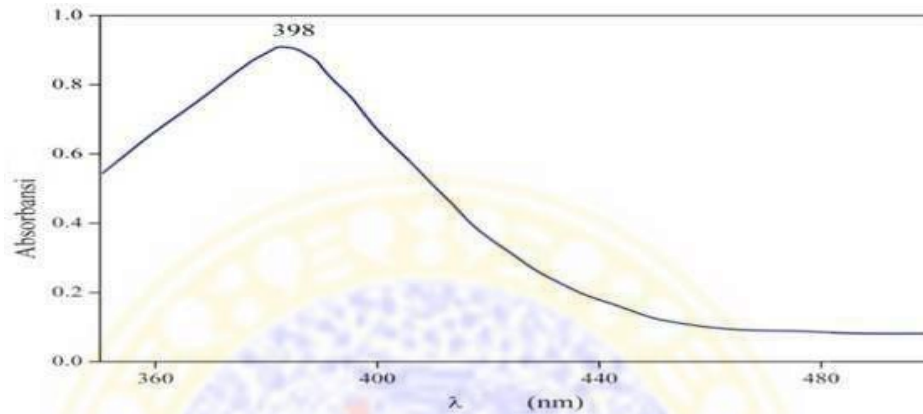
- Gambardell, et,all., 2005, Reactive NO absorption in aqueous FeII(EDTA) solutions in the presence of denitrifying micro-organisms, Department of Chemical Engineering, Stratingh Institute, RijksUniversiteit Groningen, Nijenborgh 4,9747 AG, Groningen, Netherlands.
- Harborne, J.B., diterjemahkan Kosasih Padmawinata, 1987, Metode Fitokimia, terbitan ke-2, ITB, Bandung.
- Hardjatmo dan Selinawati, 1996, Karakterisasi Zeolit Alam, Makalah dalam Lokakarya Nasional Kimia, Yogyakarta.
- Harjanto, S, 1987, Lempung, Zeolit, Dolomit, dan Magnesit, Publikasi khusus, Direktorat Sumber Daya Mineral.
- Harsodo, M., Arifin., 1990, Zeolit Alam, Potensi, Teknologi, Kegunaan dan Prospeknya di Indonesia, Pusat Pengembangan Teknololgi Mineral, Bandung.
- Hay, R.L., 1966, Zeolites and Zeolitic Reactions In Sedimentary Rocks, Dept. Geology and Geophysics, University of California, Berkeley, California.
- Higdon, J, 2002, Vitamin. Linus Pauling Institute, Diakses pada 9 April 2010.
- Horikawa, M.S., Rossi, F., Gimenes, M.L., Costa , C.M.M., Silva, M.G.C., 2004, Chemical Absorption of H₂S for Biogas Purification, Brazzilian Journal of Chemical Engineering, Vol.21, No.3, hal 415-422.
- Kemp, 1979, Organic Spectroscopy, The Macmillan Press, London.
- Kirk-Othmer, 1991, Molecular Sieves, Encyclopedia of Chemical Technology, 3th edition, Vol.15, John Wiley and Sons, New York.
- Kittel, C., 1996, Introduction to Solid State Physics, John Wiley and Sons Inc., New York.
- Kosela, S., 2010, Cara Mudah Dan Sederhana Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Spektra Data, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Kristinawati, L.W., 2008, Modifikasi Zeolit Dengan Kitosan Sebagai Adsorben Echerichia coli, Skripsi, FST Universitas Airlangga, Surabaya.
- Lacova, M., Loos, D., Klestinec, M., Gaplovsky, A., Kralova, K., Seresen, F., Chovancova, J., 1998, Study of Microwave Irradiation Synthesis, Solvatochromism And Photosynthetic Activity of the 2-(4H-4-Oxo-Benzopyran-3-Yl) Benzothiazolium Salts, Faculty of Science Communes University, Bratislava, Slovakia.

- Li, Xing-Hua., Xu, Cai-Ling, Han., Xiang-Hua., Qiao, Liang., Wang, Tao., Li, Fa-Shen., 2010, Synthesis and Magnetic Properties of Nearly Monodisperse CoFe_2O_4 Nanoparticles Through a Simple Hydrothermal Condition, *Nanoscale Res Lett* 5 : 1039-1044, p.1040-1041.
- Loveless, B.T., Gayani, A., Muggli, D.S., 2008, Discrepancy Between TPD- and FTIR Based Measurements of Bronsted and Lewis Acidity for Sulfater Zirconia, *Applied Catalysis B : Environmental*, 84, hal 591-597.
- Madichah, N., 2006, Pemanfaatan Zeolit Teraktivasi Sebagai Adsorben Ion Sianida, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga, Surabaya, hal.6-12.
- Mulja, M dan Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya.
- Nakamoto, K, 1986, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, 3th Edition, John Wiley & Sons, USA.
- Prayitno, K.B., 1989, *Zeolit Sebagai Alternatif Industri Komoditi Mineral di Indonesia*, Majalah BPPT, No.XXXV, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Jakarta, hal.15-23.
- Pretsch, E., Wilhelm, S., Joseph, S., Thomas, C., 1989, *Tables of Spectral Data for Structure Determination of Organic Compounds*, Translated by K.Biemann, Second Edition, Springer-Verlag, Berlin.
- Pudjiatmaka, H., 1997, *Ensiklopedia Umum*, Kanisius, Yogyakarta.
- Pujiastuti, S, 2010, Pengaruh Penambahan Molibdenum Pada Aktivitas Katalitik TS-1 Mesopori Dalam Reaksi Hidroksilasi Benzena, *Skripsi*, FST Universitas Airlangga, Surabaya.
- Rahayu, 2010, *Klasifikasi, Fungsi Dan Metabolisme Vitamin*, Fakultas Pertanian-Peternakan, Universitas Muhammadiyah Malang, Malang.
- Rakhmatullah, D.K.A., Wiradini, G., Ariyanto, N.P., 2007, Pembuatan Adsorben Dari Zeolit Alam Dengan Karakteristik Adsorption Properties Untuk Kemurnian Bioetanol, *Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. REKAYASA INDUSTRI*, Fakultas Teknologi Industri, ITB.
- Rayalu, S, S., Udhoji, J, S., Meshram, S, U., Naidu, R, R., Devotta, S., Estimation of Crystallinity in Flyash-Based Zeolite-A Using XRD and IR Spectroscopy, *Environmental Materials Unit, National Environmental Engineering Research Institute, Nagpur 440 020, India*.

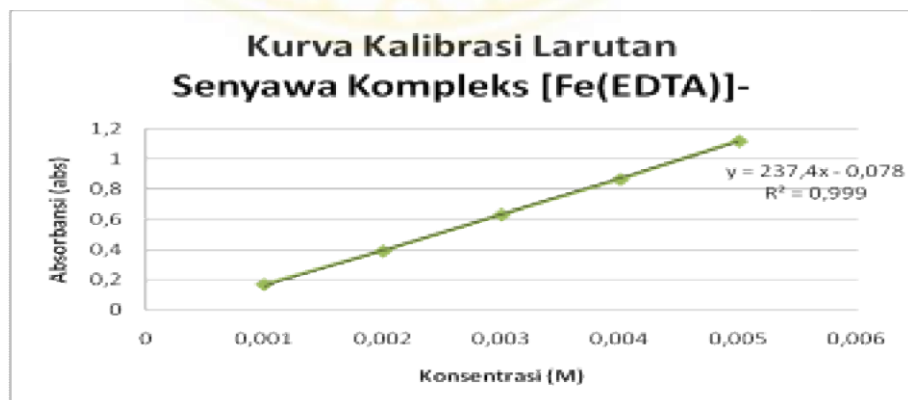
- Richard, M.I., 2001, Kinetika Kimia Dan Katalisis, Wiley-Inter Science, New York.
- Rilyanti, M, Sembiring, Z., Handayani, T., Subki, E.B., 2008, Sintesis Senyawa Kompleks Cis-[Co(Bipi)₂(CN)₂] Dan Uji Interaksinya Dengan Gas NO₂ Menggunakan Metoda Spektrovotometri UV-VIS Dan IR, Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II, Universitas Lampung, Bandar Lampung, hal.552.
- Rozalina, E.R., 2007, Aktivitas Katalis COCl₂ dengan pendukung Alumina (Al₂O₃) Pada Reaksi Asilasi Fenol , Skripsi, FMIPA Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.
- Setiadji, A.H.B., 1996, Zeolit Material Unggulan Masa Depan, Makalah dalam Lokakarya Nasional Kimia, Yogyakarta.
- Setyawati, H., 2007, Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Koordinasi Inti Ganda Besi(III) – Fenantrolin Menggunakan Ligan Jembatan CNS⁻, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga, Surabaya.
- Setyawati, H., 2009, Katalis [Fe(EDTA)]⁻ Berpendukung MgF₂ Untuk Sintesis Vitamin E, Tesis, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.
- Sigg, L., Nowack, B., Xue, H., 1994, Role of strong ligands for the infiltration of trace metals into groundwater, Mineralogical Magazine, vol.58A, Swiss Federal Institute for Environmental Science and Technology (EA WAG) and Swiss Federal Institute of Technology (ETH), CH-8600 Dfibendorf, Switzerland.
- Silversatoin, Bassler, and Morril, 1991, Spectrometric Identification of Organic Compounds, Edisi Kelima, John Willey and Sons, Singapura.
- Sitrait, M., 1978, Sekali Lagi Tentang Bahan Baku Obat, Suara Pembaruan Daily, Tanggal terbit : 9 Desember 2010
- Srihapsari, D., 2006, Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi Dengan Larutan HCl Untuk Menjerap Logam-logam Penyebab Kesadahan Air Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Supratman, U., 2010, Elusidasi Struktur Senyawa Organik, Widya Padjajaran, Bandung.
- Surdia, N.M., 1984, Difraksi Sinar X, LPPM ITB, Bandung.

- Sutarti, M., 1994, Zeolit, Tinjauan Literatur, Jakarta.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M., 1994, *Zeolit Tinjauan Literatur*, Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah, LIPI, Jakarta.
- Svenson, A., Kaj, L., Björndal, H., 1989, Aqueous Photolysis of Iron(III) Complexes of NTA, EDTA and DTPA, *Chemosphere*, Vol.18, No.9, hal.1805-1808.
- Traber, M. G., 2006, *Vitamin E*. In: Shils ME, Shike M, Ross AC, Caballero B, Cousins R, eds. *Modern Nutrition in Health and Disease*. 10th ed. Baltimore, MD: Lippincott Williams & Wilkins, hal.396-411.
- Ulfah, M.A., Yasnur, F.A., Istadi., 2006, Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass Dengan Response Surface Methodology, *Chemical Reaction Engineering & Catalysis (CREC)*, Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Semarang, Vol.1, No.3, hal.26-32.
- Wagner, C., Enrique, J., Baran., 2009, Vibrational Spectra of two Fe(III)/EDTA complexes Usefull For Iron Suplementation, *Spectrochimica Acta Part, A* 75 (2010) 807-810.
- Widjajakusuma, C., 1996, Pengaruh Pengaktifan Zeolit Alam Pada Pertukaran Ion Cr(III), *Skripsi*, Fakultas MIPA, Universitas Airlangga Surabaya.
- Wojciechowska, M., Lomnicki, S., 1995, Properties of the Cr₂O₃/MgF₂ System Catalytical Aspect, *Catalysis Letters*, 66, hal 147-153.
- Youngson, R., 2005, Antioksidan, Manfaat Vitamin C & E Bagi Kesehatan. Cet.1, Arcan, Jakarta.
- Zaki, M. I., Hasan. M. A., Al-Sagheer. F. A., Pasupulety. L., 2001, In situ FTIR Spectra of Pyridine adsorbed on SiO₂-Al₂O₃, TiO₂,ZrO₂ and CeO₂ General Considerations for The Identification of Acid Sites On Surface of Fenely Divided Metal Oxides, *Colloids Survaces A*, Vol. 190. Hal.261-271.

Lampiran 1 Penentuan Kapasitas Maksimum Zeolit

1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ Grafik 4.1 Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ 1.2 Penentuan Kurva Kalibrasi $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

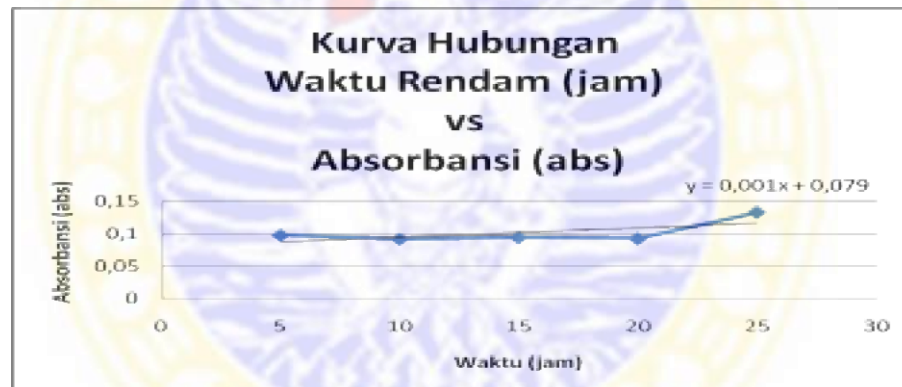
| Konsentrasi (M) | Absorbansi (abs) | | | Rata-rata |
|--------------------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | |
| 0,001 | 0,170 | 0,165 | 0,169 | 0,168 |
| 0,002 | 0,391 | 0,388 | 0,390 | 0,39 |
| 0,003 | 0,632 | 0,632 | 0,629 | 0,631 |
| 0,004 | 0,864 | 0,867 | 0,861 | 0,864 |
| 0,005 | 1,115 | 1,118 | 1,112 | 1,118 |

Grafik 4.2 Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

- 1.3 Penentuan Waktu Rendam Maksimum Zeolit Dalam Larutan Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ 0,003M, **panjang gelombang (λ)** maksimum = 398 nm

| Waktu Rendam (jam) | Absorbansi (abs) | | | |
|--------------------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| 5 | 0,0974 | 0,0969 | 0,0972 | 0,0972 |
| 10 | 0,0914 | 0,0909 | 0,091 | 0,0911 |
| 15 | 0,0937 | 0,0938 | 0,0942 | 0,0939 |
| 20 | 0,0916 | 0,0921 | 0,0920 | 0,0919 |
| 25 | 0,1326 | 0,1331 | 0,1324 | 0,1327 |

Didapat waktu rendam maksimum = 10 jam



Grafik 4.3 Kurva Hubungan Waktu Rendam (jam) vs Absorbansi (abs)

- 1.4 Penentuan Konsentrasi Maksimum Terimpregnasi dengan Waktu Rendam Optimum = 10 jam, massa zeolit = 0,5 gram

| Konsentrasi $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ (M) | Absorbansi (abs) | | | | Absorbansi (abs) | | | |
|--|------------------|----------------|----------------|-----------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| 0,001 | 0,17 | 0,165 | 0,169 | 0,168 | 0,0534 | 0,0529 | 0,0533 | 0,0532 |
| 0,002 | 0,391 | 0,388 | 0,391 | 0,39 | 0,0716 | 0,0711 | 0,0715 | 0,0714 |
| 0,003 | 0,632 | 0,632 | 0,629 | 0,631 | 0,0856 | 0,0861 | 0,086 | 0,0859 |
| 0,004 | 0,864 | 0,867 | 0,861 | 0,864 | 0,3975 | 0,3971 | 0,3970 | 0,3972 |
| 0,005 | 1,115 | 1,118 | 1,112 | 1,118 | 0,6895 | 0,6894 | 0,6899 | 0,6896 |

Keterangan :

Berat $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^- = 4,6 \times 10^{-5} \text{ mol/g}$

A_1 = absorbansi larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ saat penentuan kurva kalibrasi senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

A_2 = absorbansi zeolit yang direndam dalam larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ selama 10 jam

➤ Perhitungan

Jika diketahui A_1 , maka konsentrasinya adalah :

$$\begin{aligned} y &= 237,4 x - 0,078 \\ 0,631 &= 237,4 x - 0,078 \\ 0,709 &= 237,4 x \\ x_1 &= 0,00299 \text{ M} \end{aligned}$$

Jika diketahui A_2 , maka konsentrasinya adalah :

$$\begin{aligned} y &= 237,4 x - 0,078 \\ 0,0859 &= 237,4 x - 0,078 \\ 0,1639 &= 237,4 x \\ x_2 &= 0,00069 \text{ M} \end{aligned}$$

Konsentrasi $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ teradsorb (z) adalah :

$$\begin{aligned} z &= x_1 - x_2 \\ &= 0,00299 \text{ M} - 0,00069 \text{ M} \\ &= 0,0023 \text{ M} \end{aligned}$$

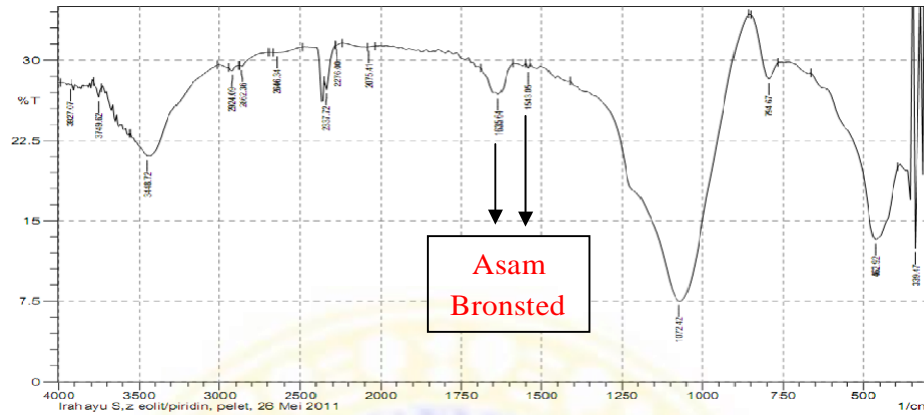
Selisih antara x_1 dan x_2 yang terbesar merupakan konsentrasi $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ yang teradsorb di dalam zeolit. Pada penelitian ini, selisih terbesar terlihat pada konsentrasi $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$ 0,003 M.

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{volume}}$$

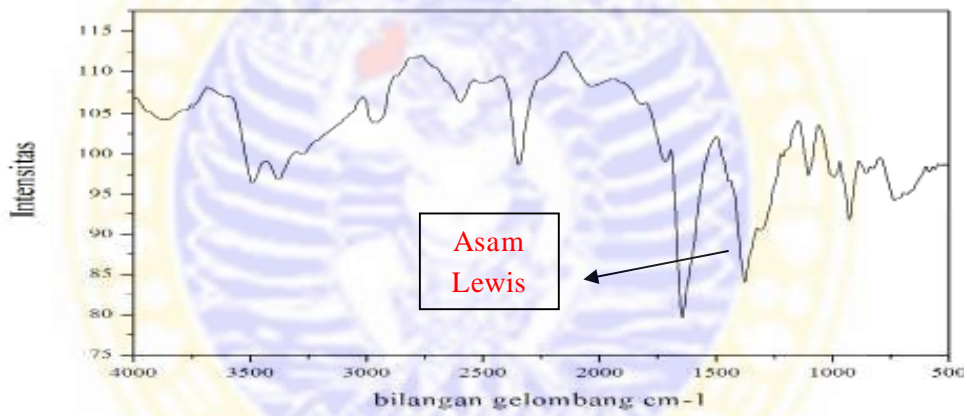
$$0,0023 = \frac{\text{mol}}{10}$$

$$\text{mol} = 2,3 \times 10^{-5} \text{ mol} = 4,6 \times 10^{-5} \text{ mol/g}$$

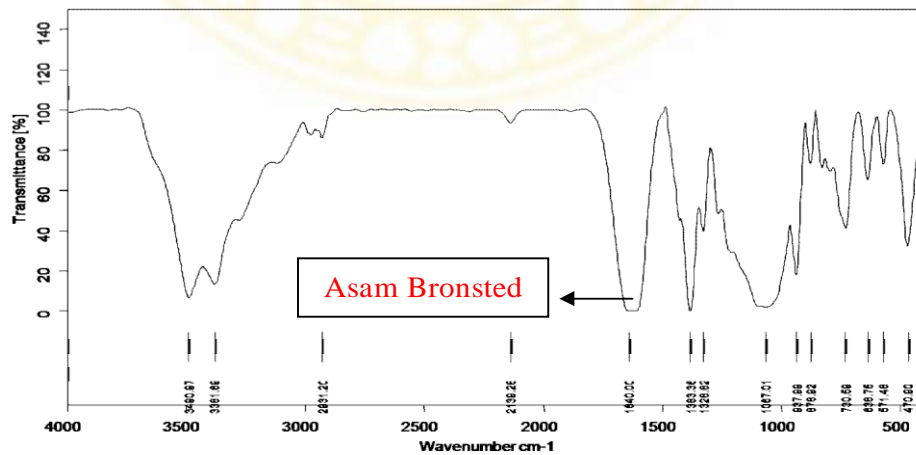
Lampiran 2 Sifat Keasaman Katalis



Spektra FT-IR Keasaman Pendukung Katalis Zeolit



Spektra FT-IR Keasaman Senyawa Kompleks [Fe(EDTA)]⁻

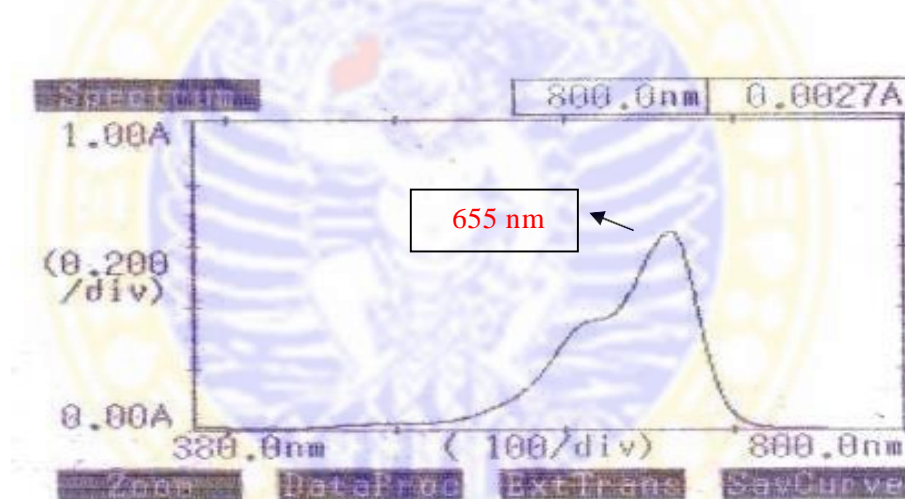


Spektra FT-IR Keasaman Katalis [Fe(EDTA)]⁻/zeolit

Lampiran 3 Penentuan Luas Permukaan Katalis dengan Metode Metilen Biru

3.1 Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum Metilen Biru

| Panjang Gelombang (nm) | Absorbansi (abs) | | | |
|------------------------|------------------|-------|-------|-----------|
| | A1 | A2 | A3 | Rata-rata |
| 640 | 0,511 | 0,504 | 0,509 | 0,508 |
| 645 | 0,586 | 0,591 | 0,590 | 0,589 |
| 650 | 0,636 | 0,636 | 0,639 | 0,637 |
| 655 | 0,640 | 0,638 | 0,642 | 0,640 |
| 660 | 0,571 | 0,573 | 0,573 | 0,572 |
| 665 | 0,454 | 0,453 | 0,458 | 0,455 |

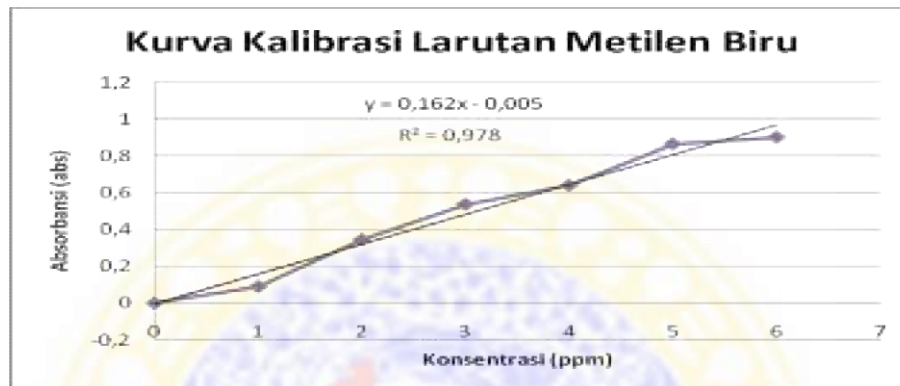


Grafik 4.3 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Larutan Metilen Biru

3.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Metilen Biru

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi (abs) | | | |
|-------------------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1 | 0,090 | 0,89 | 0,091 | 0,09 |
| 2 | 0,347 | 0,342 | 0,346 | 0,345 |
| 3 | 0,354 | 0,358 | 0,359 | 0,357 |
| 4 | 0,639 | 0,639 | 0,642 | 0,64 |
| 5 | 0,863 | 0,868 | 0,867 | 0,866 |

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi (abs) | | | |
|----------------------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| 6 | 0,903 | 0,903 | 0,90 | 0,902 |



Grafik 4.4 Kurva Kalibrasi Larutan Metilen Biru

3.3 Absorbansi Rata-rata Katalis dalam Metilen Biru

| Waktu Katalis | 5 jam | | | |
|---------------------------------|----------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| Zeolit | 0,0054 | 0,0057 | 0,0057 | 0,0056 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ | 0,455 | 0,452 | 0,452 | 0,453 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ /zeolit | 0,0081 | 0,0083 | 0,0082 | 0,0082 |

| Waktu Katalis | 10 jam | | | |
|---------------------------------|----------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| Zeolit | 0,0011 | 0,0013 | 0,0015 | 0,0013 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ | 0,2493 | 0,2492 | 0,2495 | 0,2493 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ /zeolit | 0,0045 | 0,0041 | 0,0043 | 0,0043 |

| Waktu Katalis | 15 jam | | | |
|---------------------------------|----------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| Zeolit | 0,017 | 0,021 | 0,019 | 0,019 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ | 0,2539 | 0,2542 | 0,2542 | 0,2541 |
| [Fe(EDTA)] ⁻ /zeolit | 0,006 | 0,0062 | 0,0064 | 0,0062 |

3.4 Penentuan Luas Permukaan

Konsentrasi larutan Metilen Biru mula-mula = 4 ppm

Untuk perendaman digunakan 15 ml larutan Metilen Biru, sehingga

$$\text{massa Metilen Biru mula-mula} = \frac{15}{1000} \times 4 \text{ ppm} = 0,06 \text{ mg}$$

❖ Katalis Zeolit

$$y = 0,162x - 0,005$$

$$0,0013 = 0,162x - 0,005$$

$$0,0063 = 0,162x$$

$$x = 0,039 \text{ ppm}$$

$$\text{gram Metilen Biru sisa} = \frac{15 \times 0,039}{1000} = 0,000585 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned} \text{gram Metilen Biru terserap} &= 0,06 - 0,000585 \\ &= 0,059 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 1 \text{ mol Metilen Biru} &= 373,9 \text{ gram} \\ &= 373,9 \times 10^3 \text{ mg} \\ &= 1.187.144 \text{ m}^2 \end{aligned}$$

Dalam 50 mg sampel memiliki luas permukaan :

$$\frac{0,059}{373,9 \cdot 10^3} \times 1.187.144 = 0,19 \text{ m}^2$$

Jadi, luas permukaan zeolit = 3,8 m²/g

❖ Katalis [Fe(EDTA)]⁻

$$y = 0,162x - 0,005$$

$$0,2493 = 0,162x - 0,005$$

$$0,2543 = 0,162x$$

$$x = 1,569 \text{ ppm}$$

$$\text{gram Metilen Biru sisa} = \frac{15 \times 1,569}{1000} = 0,023535 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned} \text{gram Metilen Biru terserap} &= 0,06 - 0,023535 \\ &= 0,036465 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 1 \text{ mol Metilen Biru} &= 373,9 \text{ gram} \\
 &= 373,9 \times 10^3 \text{ mg} \\
 &= 1.187.144 \text{ m}^2
 \end{aligned}$$

Dalam 50 mgram sampel memiliki luas permukaan :

$$\frac{0,036465}{373,9 \times 10^3} \times 1.187.144 = 0,116 \text{ m}^2$$

Jadi, luas permukaan $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^- = 2,32 \text{ m}^2/\text{g}$

❖ Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$

$$\begin{aligned}
 y &= 0,162x - 0,005 \\
 0,0043 &= 0,162x - 0,005 \\
 0,0093 &= 0,162x \\
 x &= 0,057 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\text{gram Metilen Biru sisa} = \frac{15}{1000} \times 0,057 = 0,000855 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned}
 \text{gram Metilen Biru terserap} &= 0,06 - 0,000855 \\
 &= 0,059145 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 1 \text{ mol Metilen Biru} &= 373,9 \text{ gram} \\
 &= 373,9 \times 10^3 \text{ mg} \\
 &= 1.187.144 \text{ m}^2
 \end{aligned}$$

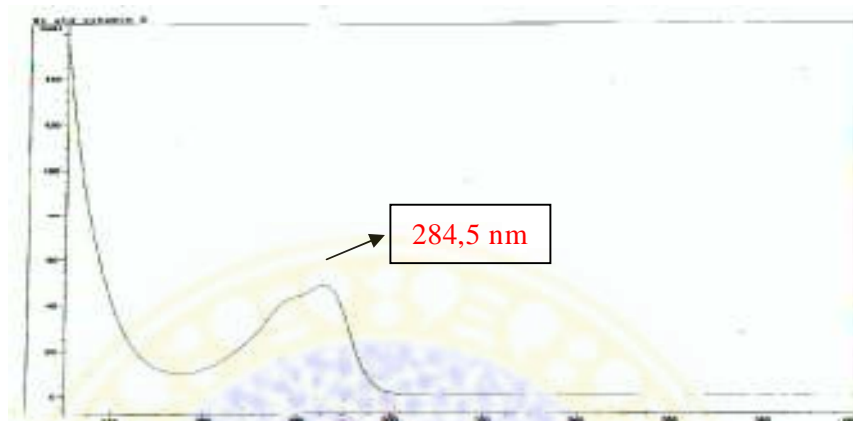
Dalam 50 mgram sampel memiliki luas permukaan :

$$\frac{0,059145}{373,9 \times 10^3} \times 1.187.144 = 0,188 \text{ m}^2$$

Jadi, luas permukaan $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit} = 3,76 \text{ m}^2/\text{g}$

Lampiran 4 Uji Katalisis

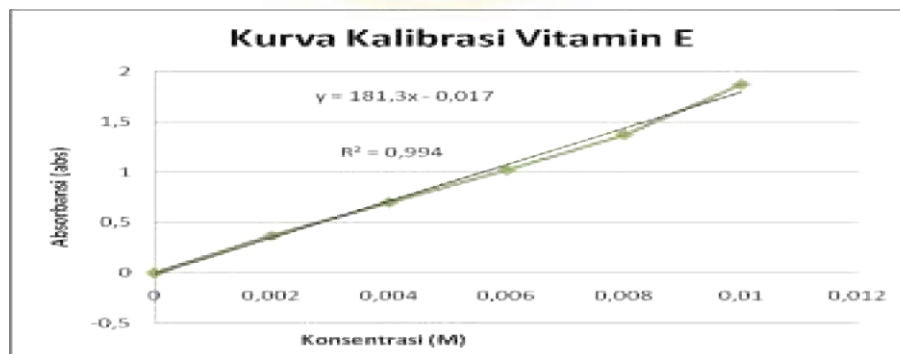
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Vitamin E



Grafik 4.5 Panjang Gelombang Maksimum Vitamin E

4.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Vitamin E

| Konsentrasi (M) | Absorbansi (abs) | | | |
|--------------------|------------------|----------------|----------------|-----------|
| | A ₁ | A ₂ | A ₃ | Rata-rata |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 0,002 | 0,370 | 0,367 | 0,370 | 0,369 |
| 0,004 | 0,698 | 0,698 | 0,701 | 0,699 |
| 0,006 | 1,019 | 1,025 | 1,019 | 1,021 |
| 0,008 | 1,375 | 1,369 | 1,372 | 1,372 |
| 0,01 | 1,873 | 1,875 | 1,868 | 1,872 |



Grafik 4.6 Kurva Kalibrasi Vitamin E

4.3 Perhitungan Randemen Hasil Sintesis

Kurva kalibrasi vitamin E :

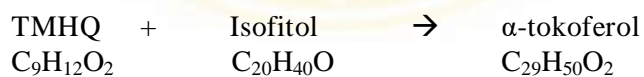
$$y = 181,3 x - 0,017$$

❖ **Perhitungan α -tokoferol teoritis**

$$\begin{aligned} \text{Trimetilhidrokuinon (C}_9\text{H}_{12}\text{O}_2) &= \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{0,125}{152} \\ &= 0,0008 \text{ mol} \\ &= 0,8 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Isofitol (C}_{20}\text{H}_{40}\text{O)} &= \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{\rho \times V}{\text{Mr}} \\ &= \frac{0,851 \times 0,278}{296} \\ &= 0,0008 \text{ mol} \\ &= 0,8 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Persamaan Reaksi :



$$\begin{aligned} \alpha\text{-tokoferol yang terbentuk} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,8 \text{ mmol} \times 430 \\ &= 344 \text{ mg} \\ &= 0,344 \text{ gram} \end{aligned}$$

❖ Katalis zeolit

$$y = 181,3 x - 0,017$$

$$1,1096 = 181,3x - 0,017$$

$$1,1266 = 181,3 x$$

$$x = 0,006214 \text{ M}$$

$$\% \text{ randemen} = \frac{\text{konsentrasi hasil sintesis}}{\text{konsentrasi teori}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,006591 \text{ M}}{0,008 \text{ M}} \times 100 \%$$

$$= 78,0125 \%$$

❖ Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-$

$$y = 181,3 x - 0,017$$

$$0,6689 = 181,3 x - 0,017$$

$$0,6859 = 181,3 x$$

$$x = 0,0037832 \text{ M}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{konsentrasi hasil sintesis}}{\text{konsentrasiteori}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0037832 \text{ M}}{0,008 \text{ M}} \times 100\%$$

$$= 47,2904 \%$$

❖ Katalis $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^-/\text{zeolit}$

$$y = 181,3 x - 0,017$$

$$1,141 = 181,3 x - 0,017$$

$$1,158 = 181,3 x$$

$$x = 0,006387 \text{ M}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{konsentrasi hasil sintesis}}{\text{konsentrasiteori}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,006387 \text{ M}}{0,008 \text{ M}} \times 100 \%$$

$$= 79,837 \%$$

❖ Tanpa Katalis

$$y = 181,3 x - 0,017$$

$$0,0849 = 181,3 x - 0,017$$

$$0,1019 = 181,3 x$$

$$x = 0,000562 \text{ M}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{konsentrasi hasil sintesis}}{\text{konsentrasi teori}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,000562 \text{ M}}{0,008 \text{ M}} \times 100 \%$$

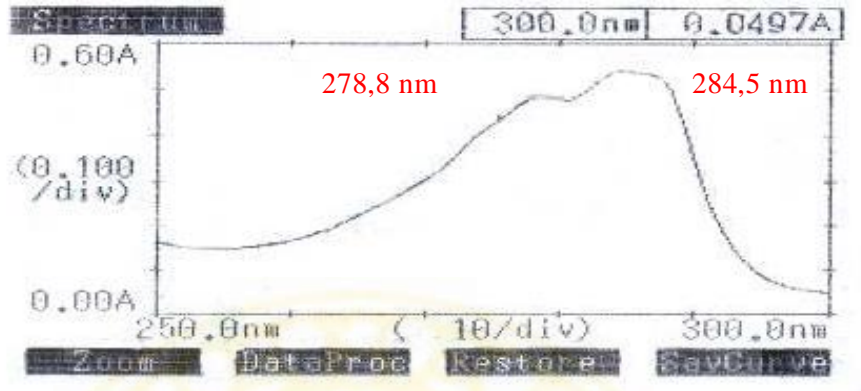
$$= 7,025 \%$$

➤ Hasil Gambar Proses Ekstraksi dan Evaporasi Vitamin E Hasil Sintesis

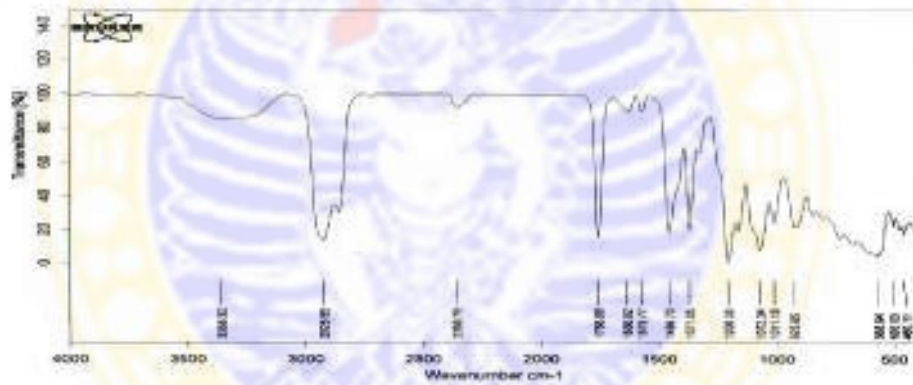


Ekstraksi Vitamin E Hasil Sintesis Evaporasi Vitamin E Hasil Sintesis

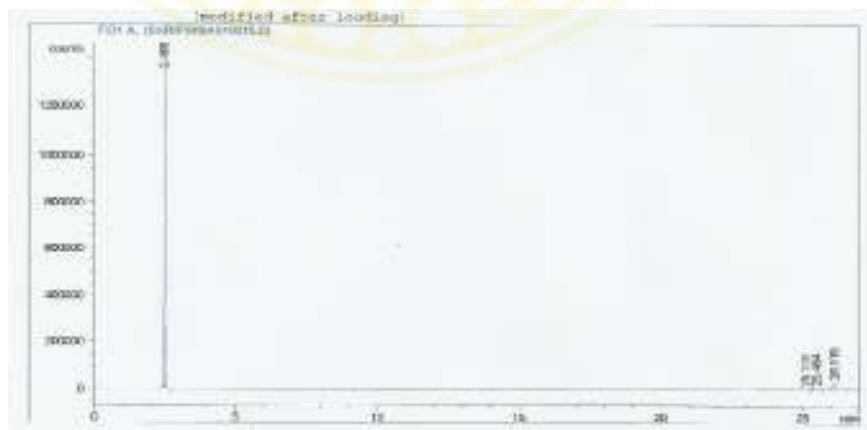
❖ Hasil Uji Vitamin E Standar



Spektra UV-Vis Vitamin E Standar



Spektra FT-IR Vitamin E Standar



Spektra GC-FID Vitamin E Standar

