

**MODIFIKASI KATALIS ZEOLIT MENGGUNAKAN ULTRASONIK
DENGAN VARIASI KONSENTRASI KALIUM HIDROKSIDA DAN
APLIKASINYA UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK
JARAK (*Ricinus Communis*)**

SKRIPSI

oleh :
AHMAD SULTON AKBARUL FALAH
NIM. 13630058



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2018**

**MODIFIKASI KATALIS ZEOLIT MENGGUNAKAN ULTRASONIK
DENGAN VARIASI KONSENTRASI KALIUM HIDROKSIDA DAN
APLIKASINYA UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK
JARAK (*Ricinus Communis*)**

SKRIPSI

**oleh:
AHMAD SULTON AKBARUL FALAH
NIM. 13630058**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2018**

**MODIFIKASI KATALIS ZEOLIT MENGGUNAKAN ULTRASONIK
DENGAN VARIASI KONSENTRASI KALIAM HIDROKSIDA DAN
APLIKASINYA UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK
JARAK (*Ricinus Communis*)**

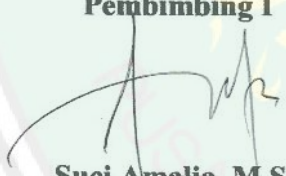
SKRIPSI

oleh:

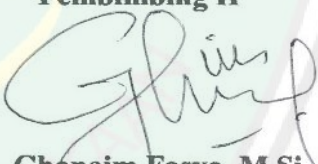
**AHMAD SULTON AKBARUL FALAH
NIM. 13630058**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 05 Januari 2018**

Pembimbing I


**Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 20901 2 007**

Pembimbing II


**A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616200604 1 002**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**


**Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002**

**MODIFIKASI KATALIS ZEOLIT MENGGUNAKAN ULTRASONIK
DENGAN VARIASI KONSENTRASI KALIUM HIDROKSIDA DAN
APLIKASINYA UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK
JARAK (*Ricinus Communis*)**

SKRIPSI

oleh:
AHMAD SULTON AKBARUL FALAH
NIM. 13630058

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 05 Januari 2018**

Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Ketua Penguji : Himmatul Baroroh, M.Si
NIP. 19750730 20031 2 001

Sekretaris Penguji : Suci Amalia M,Sc
NIP. 19821104 20901 2 007

Anggota Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616200604 1 002

(.....)
(.....)
(.....)
(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ahmad Sulton Akbarul Falah
NIM : 13630058
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida dan Aplikasinya untuk Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak.

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 05 Januari 2018
Yang membuat pernyataan,



Ahmad Sulton Akbarul Falah
NIM. 13630058

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Yang Maha Penyayang, dimana dengan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyusun skripsi ini dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang penulis upayakan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Sholawat serta salam akan selalu tercurah limpahkan kepada junjungan kita Nabi akhir zaman, yang merupakan pencetus kehidupan keadilan, revolusioner dunia, penuntun umatnya agar senantiasa berlandaskan al-Qur'an dan al-Hadist, dan suri tauladan terbaik yaitu Nabi Muhammad SAW.

Alhamdulillah, penulis juga bersyukur atas terselesaikannya skripsi dengan judul “Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida dan Aplikasinya untuk Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak”. Penulisan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban penulis dalam menyelesaikan tugas akhir. Selama proses penulisan skripsi ini penulis mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Ibu Suci Amalia, M.Sc, selaku dosen pembimbing skripsi yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak A. Ghanaime Fasya, M.Si, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat agama kepada penulis.
4. Ibu Himmatul Baroroh, M.Si, selaku dosen konsultan yang selalu memberikan bimbingan dan pengarahan selama penulisan skripsi ini.
5. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik maupun saran dalam penulisan skripsi ini.
6. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku dosen wali dan ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

7. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana, dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT.

Dengan menyadari atas tebatasnya ilmu yang penulis miliki, skripsi ini tentu jauh dari sempurna. Untuk itu penulis dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan penulis. Terlepas dari segala kekurangan, semoga Skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
المخلص	xiv
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Jarak Kepyar (<i>Ricinus Communis</i>).....	7
2.2 Biodiesel.....	9
2.2.1 Proses Pembuatan Biodiesel	10
2.3 Zeolit	14
2.3.1 Aktivasi Zeolit Alam	15
2.3.2 Impregnasi KOH pada Zeolit.....	16
2.3.3 Katalis KOH/Zeolit.....	17
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan.....	21
3.2.1 Alat	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Tahapan Penelitian.....	21
3.4 Prosedur Kerja.....	22
3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	22
3.4.2 Modifikasi Katalis	22
3.4.3 Karakterisasi Katalis	23
3.4.3.1 Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit dengan XRF	23
3.4.3.2 Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit dengan XRD	23
3.4.4 Uji Pendahuluan pada Minyak Jarak.....	23
3.4.4.1 Uji Kadar Air.....	23
3.4.4.2 Uji Densitas.....	24
3.4.4.3 Uji Kadar Asam Lemak Bebas.....	24
3.4.5 Pembuatan Biodiesel Melalui Reaksi Transesterifikasi	24

3.4.6 Karakterisasi Biodiesel	25
3.4.6.1 Analisa Komposisi Senyawa dalam Biodiesel dengan GC-MS	25
3.4.6.2 Uji Kadar Air.....	26
3.4.6.1 Uji Densitas.....	26
3.4.6.2 Uji Titik Nyala	26
BAB IV PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	27
4.2 Modifikasi Katalis.....	30
4.3 Karakterisasi Katalis dengan XRD	32
4.4 Pembuatan Biodiesel.....	34
4.5 Karakterisasi Biodiesel.....	38
4.6 Analisis Hasil Biodiesel	46
4.7 Integrasi Penelitian dengan Islam	47
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan senyawa minyak jarak	8
Tabel 2.2	Sifat minyak jarak kepyar	8
Tabel 2.3	Penurunan tingkat pencemaran udara menggunakan biodiesel	9
Tabel 2.4	Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI	10
Tabel 4.1	Kandungan unsur-unsur pada zeolit.....	29
Tabel 4.2	Jenis metil ester pada biodiesel	39
Tabel 4.3	Analisis biodiesel hasil reaksi	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Tanaman Jarak.....	7
Gambar 2.2	Persamaan reaksi transesterifikasi.....	12
Gambar 2.3	Kromatogram biodiesel hasil dengan katalis KOH.....	13
Gambar 2.4	Kromatogram biodiesel dengan katalis H-zeolit	13
Gambar 2.5	Kromatogram biodiesel dengan katalis KOH/zeolit	14
Gambar 2.6	Struktur zeolit	15
Gambar 2.7	Ilustrasi gejala kavitasi	17
Gambar 2.8	Pola XRD zeolit alam	19
Gambar 2.9	Pola XRD zeolit modifikasi dengan KOH	19
Gambar 4.1	Skema reaksi zeolit dengan HCl	28
Gambar 4.2	Perbedaan Warna pada Zeolit yang Digunakan	30
Gambar 4.3	Skema reaksi zeolit dengan KOH	31
Gambar 4.4	Pola XRD zeolit alam dan zeolit modifikasi	32
Gambar 4.5	Pola XRD pada rentang $2\theta(^{\circ})$: 16 sampai 24	33
Gambar 4.6	Pola XRD pada rentang $2\theta(^{\circ})$: 25 sampai 28	34
Gambar 4.7	Mekanisme reaksi K_2O /zeolit dengan minyak	37
Gambar 4.8	Kromatogram GC biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 30 %	38
Gambar 4.9	Spektra massa puncak metil ester pertama	40
Gambar 4.10	Perkiraan pola fragmentasi metil ester miristat	40
Gambar 4.11	Spektra massa puncak metil ester kedua	41
Gambar 4.12	Perkiraan pola fragmentasi metil ester palmitat	41
Gambar 4.13	Spektra massa puncak metil ester keempat	42
Gambar 4.14	Perkiraan pola fragmentasi metil ester linoleat	42
Gambar 4.15	Spektra massa puncak metil ester kelima	43
Gambar 4.16	Perkiraan pola fragmentasi metil ester oleat	43
Gambar 4.17	Spektra massa puncak metil ester kelima	44
Gambar 4.18	Perkiraan pola fragmentasi metil ester stearat	44
Gambar 4.19	Spektra massa puncak metil ester keenam	45
Gambar 4.20	Perkiraan pola fragmentasi metil ester resinoleat	45

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....55

Lampiran 2 Perhitungan.....58

Lampiran 3 Dokumentasi.....61

Lampiran 4 Data Penelitian.....62



ABSTRAK

Falah, Ahmad S. A. 2018. Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida dan Aplikasinya untuk Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak (*Ricinus communis*). Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc. Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si. Konsultan: Himmatul Baroroh, M.Si.

Kata kunci: *Biodiesel, GC-MS, Minyak jarak, XRD, XRF, Zeolit alam.*

Biodiesel merupakan energi alternatif yang berasal dari minyak tumbuhan. Bahan baku yang berasal dari tumbuhan menjadikan ketersediaannya melimpah tidak seperti minyak bumi. Biodiesel dalam penelitian ini diperoleh dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol dengan bantuan katalis berupa zeolit yang sudah diaktivasi dan dimodifikasi. Aktivasi zeolit dilakukan dengan penambahan HCL 6 M selama 4 jam. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa zeolit yang sudah diaktivasi mengalami penurunan jumlah kation pengganggu seperti besi dari 20,8 % menjadi 14,1 %. Modifikasi katalis zeolit dilakukan dengan gelombang ultrasonik selama 10 menit dengan perbandingan konsentrasi KOH sebesar 10, 20, dan 30 %. Hasil karakterisasi XRD zeolit modifikasi menunjukkan tidak terbentuknya K_2O , akan tetapi selama proses modifikasi terjadi interaksi antara KOH dan zeolit sehingga mengakibatkan pergeseran dan pengurangan puncak zeolit. Reaksi transesterifikasi pembentukan biodiesel dilakukan selama 2 jam pada suhu 60 °C dengan perbandingan mol minyak dengan metanol sebesar 1:12 dan persen berat katalis terhadap berat minyak sebesar 3 %. Biodiesel yang menggunakan katalis KOH/zeolit 10 dan 20 % tidak terbentuk puncak saat dianalisis GC-MS karena terlalu kentalnya biodiesel yang dihasilkan, sedangkan biodiesel yang menggunakan katalis KOH/zeolit 30 % menghasilkan konversi biodiesel sebesar 82,71 %.

ABSTRACT

Falah, Ahmad S. A. 2018. Modification Zeolite Catalysts Using Ultrasonic with Variation of Potassium Hydroxide Concentration and its Application for Biodiesel Production from Castor Oil (*Ricinus communis*). Undergraduate Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, University Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc. Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si. Consultant: Himmatul Baroroh, M.Si.

Keywords: *Biodiesel, GC-MS, Castor Oil, XRD, XRF, Natural Zeolite*

Biodiesel is an alternative energy from plant oil. Raw material derived from plants makes its availability abundant unlike petroleum. In this research, biodiesel was obtained from transesterification reaction of castor oil and methanol with catalyst support in the form of zeolite which has been activated and modified. Zeolite activation was performed with the addition of HCL 6 M for 4 hours. XRF characterization results showed that activated zeolite has decreased the number of disturbing cations such as iron from 20,8 % to 14,1 %. Modified zeolite catalysts were performed in ultrasonic waves for 10 minutes with KOH concentration ratio of 10, 20, and 30 %. XRD characterization results of modified zeolite showed that not formed of K₂O, but during the process of modification occurs interaction between KOH and zeolite resulting is shifting and reduction of zeolite peak. Transesterification reaction of biodiesel formation was carried out for 2 hours at temperature of 60 °C with mole ratio of oil and methanol was 1:12 and percentage of catalyst weight to oil weight was 3%. Biodiesel using KOH/zeolite 10 % and 20 % catalysts when analyzed GC-MS not peak formed, this is because thick biodiesel produced, while those using KOH/zeolite 30 % catalyst resulted conversion of biodiesel up to 82.71 %.

الملخص

الفلاح، أحمد سلطان أكبر. ٢٠١٨. تعديل الحفاز الزئبقي يستخدم الموجات فوق السمعية بتشكيل ركز علي بوتاسيوم هيدروكسيدات في صنع بيوديزل من نפט جارك . البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانق. المشرفة الأول: سوجي أماليا الماجستير. المشرف الثاني: أحمد غنائم فشا الماجستير. المستشار: همة البررة الماجستير.

الكلمة الأساسية: بيوديزل، الغاز اللوني الطيف الكتلي، نפט جارك، الأشعة السينية حيود، الأشعة السينية مضان، زيوليت العالم.

بيوديزل هو الطاقة البديل مبنيا من النفط النباقي. المواد الأولية من النباقي يجعل اتحاما لايساوى بالبتول. في البحث أن بيوديزل وجد من التفاعل أسترة نפט جارك و ميتاول بمساعدة المحفزات بوجود زيوليت الذي قد تكون تنشيطا و تعديلا. يعقد تنشيط زيوليت بزيادة كلوريد الهيدروجين ٦ مولار مدى أربعة ساعات. النتائج من وصف الأشعة السينية مضان يظهر أن زيوليت الذي قد تكون تنشيطا تكون انخفاضا في جملة مفسد كاتيون، كمثل تبديل نتيجة الحديد من ٢٠،٨% إلى ١٤،١%. تعديل محفزات زيوليت يعقد بموجات فوق صوتي مدى عشرة الدقائق بمقارنة تركيز هيدروكسيد البوتاسيوم تبليغ ١٠ و ٣٠%. نتائج وصف حيود الأشعة السينية تعديل زيوليت لا يظهر أي تشكيل من أكسيد البوتاسيوم ولكن هناك انخفاض وتحول الذروة الزيوليت. تفاعل أسترة في صنع بيوديزل يعقد مدى سعتين في حرارة ٦٠ درجة مئوية بمقارنة بين مول من النفط مع ميتانول قدرة ١:١٢ و أما وزن من المحفزات عن نפט مدى ٣%. بيوديزل الذي يستخدم المحفزات أكسيد البوتاسيوم/الزيوليت يعني ١٠ و ٢٠% ولا يستطيع أن يعقد التحليل الغاز اللوني الطيف الكتلي، وأما الذي يستخدم المحفزات أكسيد البوتاسيوم/الزيوليت ٣٠% ينال نتيجة تحليل بيوديزل قدرة ٨٢،٧١%.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Semakin berkembangnya zaman, semakin meningkat pula kebutuhan manusia akan sumber energi. Sumber energi yang paling banyak digunakan untuk memenuhi kebutuhan tersebut paling banyak adalah sumber energi fosil. Energi fosil yang bersifat tidak terbarukan apabila dimanfaatkan secara terus-menerus akan menyebabkan ketersediaanya berkurang bahkan suatu saat akan habis. Kehadiran energi alternatif yang dapat menggantikan peran energi fosil sangat diperlukan, hal ini dikarenakan energi alternatif dapat diperbaharui secara terus-menerus dan tidak menimbulkan permasalahan lingkungan. Energi alternatif yang akhir-akhir dikembangkan berasal dari bahan nabati seperti biodiesel.

Penggunaan bahan bakar nabati yang dapat digunakan sebagai sumber energi telah dijelaskan dalam surah Yasin ayat 80. Allah SWT berfirman bahwa api dapat diperoleh dari tumbuhan hijau yang basah.

الَّذِي جَعَلَ لَكُم مِّنَ الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ نَارًا فَإِذَا أَنْتُمْ مِنْهُ تُوقِدُونَ (٨٠)

“Allah yang menjadikan api untukmu dari pohon-pohon hijau basah, maka seketika itu kamu nyalakan api dari pohon-pohon itu”

Menurut Zaqlul al-Najjar (2007) dilihat dari sudut pandang sains, ayat tersebut berkaitan dengan keadaan tumbuh-tumbuhan hijau yang menghasilkan sumber tenaga (api). Ayat tersebut menjelaskan bahwa api dapat terbentuk dari pohon hijau yang basah. Pohon yang basah tentunya sangat sulit untuk menghasilkan api, maka

dari itu api dapat diartikan sebagai energi dan pohon hijau yang basah dapat diartikan minyak dari tumbuhan sebagai bahan baku untuk menghasilkan energi tersebut.

Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif yang cukup menjanjikan dan juga merupakan bahan bakar yang ramah lingkungan. Biodiesel dalam penggunaannya dapat digunakan secara langsung maupun dicampur dengan solar pada mesin diesel (Widyanti, dkk., 2002). Biodiesel dapat diproduksi dari minyak nabati ataupun lemak hewani. Minyak nabati merupakan bahan baku yang sangat potensial sebagai sumber biodiesel karena keberadaannya dapat diperbaharui. Minyak nabati yang dapat digunakan untuk produksi biodiesel antara lain: minyak jagung, minyak jambu monyet, minyak kelapa, minyak bunga matahari, minyak zaitun, minyak kedelai, dan minyak jarak.

Tanaman jarak merupakan salah satu tanaman yang cukup potensial untuk diproses menjadi biodiesel, hal ini dikarenakan tanaman jarak relatif mudah ditanam, toleransinya tinggi terhadap berbagai jenis tanah dan iklim, produksi minyak tinggi, serta minyak yang dihasilkan tidak dapat dikonsumsi oleh manusia sehingga tidak mengalami persaingan dengan minyak untuk pangan. Selain itu minyak jarak yang dihasilkan berwujud cairan bening kekuning-kuningan yang tidak menjadi keruh sekalipun disimpan dalam jangka waktu lama (Pena, dkk., 2009). Kandungan asam risinoleat yang tinggi pada minyak jarak menjadikan minyak jarak sangat larut dalam alkohol sehingga mempermudah dalam proses transesterifikasi minyak jarak.

Pembuatan biodiesel awal-awal pembuatannya lebih banyak menggunakan katalis homogen, seperti asam atau basa saja. Penggunaan katalis

homogen ini menimbulkan permasalahan pada produk yang dihasilkan, misalnya masih mengandung katalis sehingga harus dilakukan pemisahan lagi. Maka dari itu akhir-akhir ini katalis basa heterogen banyak digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak. Katalis basa heterogen memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan katalis basa homogen, yaitu sangat mudah untuk dipisahkan dari produk akhir yang terbentuk sehingga katalis heterogen dapat digunakan untuk beberapa kali reaksi, hal ini dapat mengurangi biaya dalam penggunaan katalis untuk pembuatan biodiesel. Untuk itulah penelitian ini mencoba menggunakan katalis heterogen yaitu zeolit alam yang diaktivasi dengan suatu basa sehingga akan memudahkan proses pembuatan biodiesel (Husin, dkk., 2011).

Zeolit merupakan salah satu katalis yang dapat digunakan untuk reaksi transesterifikasi karena memiliki sifat basa dan dapat ditingkatkan kebasaanya dengan pertukaran ion dengan logam alkali dimana semakin tinggi alkalinitasnya maka akan menaikkan tingkat kebasaannya. Zeolit mempunyai struktur berongga dan memiliki ukuran pori yang tertentu sehingga zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring, penukar ion, adsorben, dan katalis. Sebelum digunakan sebagai katalis, zeolit alam terlebih dahulu diaktivasi untuk meningkatkan aktivitasnya (Kusuma, dkk., 2011).

Penelitian tentang pembuatan biodiesel sudah dilakukan oleh Setyadji dan Susiantini (2005) menggunakan reaksi esterifikasi minyak jarak pagar dengan pelarut metanol dengan katalis homogen berupa natrium hidroksida (NaOH), dihasilkan rendemen sebesar 88 %. Soetaredjo, dkk. (2010) melakukan penelitian tentang katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit, dalam penelitian tersebut menggunakan katalis heterogen berupa kalium hidroksida (KOH)

yang diimpregnasikan dalam zeolit bentonit selama 24 jam menghasilkan rendemen biodiesel sebesar 90,70 %. Penelitian tentang pengaruh katalis zeolit spesifik seperti zeolit NaY dilakukan Supamathanon, dkk. (2011) dihasilkan rendemen biodiesel kurang dari 80 %. Rakmae, dkk. (2016) melakukan penelitian pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis zeolit yang diimpregnasi dengan gelombang ultrasonik. Zeolit yang digunakan berupa zeolit NaY dengan waktu ultrasonik 10 menit dihasilkan rendemen biodiesel sebesar 72 %.

Penelitian katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dalam metode impregnasinya kebanyakan selalu menggunakan metode perendaman biasa atau dengan bantuan *refluks* dengan suhu 60 °C, hal ini berpengaruh terhadap lamanya waktu impregnasi dan adanya pengaturan suhu. Pengembangan metode baru diperlukan untuk mengurangi waktu impregnasi dan dapat menggunakan suhu kamar namun menghasilkan keteraturan pori yang tinggi. Metode akhir-akhir ini dikembangkan adalah metode sonikasi. Metode sonikasi merupakan metode yang memanfaatkan gelombang ultrasonik. Reaksi yang menggunakan metode sonikasi memungkinkan proses impregnasi lebih murah, cepat, dan dapat berlangsung pada suhu rendah.

Penelitian mengenai transesterifikasi minyak jarak untuk menghasilkan biodiesel dengan katalis heterogen khususnya katalis heterogen berupa zeolit alam yang diimpregnasikan dengan ultrasonik masih sangatlah kurang. Oleh karena itu peneliti mencoba melakukan penelitian pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan variasi konsentrasi KOH yang terimpregnasi secara ultrasonik. Hal ini untuk mengetahui konsentrasi yang efektif pada saat proses impregnasi ultrasonik zeolit dalam pembuatan biodiesel.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas permasalahan yang dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik KOH/zeolit 10, 20, dan 30 % hasil sintesis dengan bantuan ultrasonik untuk pembuatan biodiesel dari minyak jarak?
2. Bagaimana karakteristik biodiesel yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui karakteristik KOH/zeolit 10, 20, dan 30 % hasil sintesis dengan bantuan ultrasonik dalam pembuatan biodiesel dari minyak jarak.
2. Untuk mengetahui karakteristik biodiesel yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam Bandung.
2. Minyak jarak yang digunakan adalah jarak kepyar (*castor oil*).
3. Impregnasi KOH pada zeolit alam menggunakan metode sonikasi.
4. Penambahan konsentrasi KOH sebesar 10, 20, dan 30 % dari berat zeolit.
5. Karakterisasi biodiesel dengan menggunakan *gas chromatography mass spectrometry* (GC-MS).
6. Penentuan densitas dilakukan pada suhu kamar.
7. Kadar air pada biodiesel ditentukan setelah penambahan natrium sulfat.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini adalah:

1. Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan nilai guna sumber daya lokal berupa zeolit dan minyak jarak serta dapat mengetahui peran keduanya dalam reaksi transesterifikasi untuk pembuatan biodiesel.
2. Dapat memanfaatkan hasil penelitian jika biodiesel yang dihasilkan merupakan biodiesel dengan standar pemerintah.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jarak Kepyar (*Ricinus Communis*)

Tanaman jarak kepyar termasuk dalam famili *Euphorbiaceae*, merupakan tanaman tahunan yang terdapat di daerah tropik maupun subtropik dan dapat tumbuh pada ketinggian 0 sampai 800 m di atas permukaan laut (Ketaren, 2008). Gambar tanaman jarak ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Tanaman jarak kepyar

Tanaman jarak merupakan tanaman yang karena tanaman ini dapat menghasilkan biji yang mengandung minyak yang dapat diolah menjadi biodiesel. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surah an Naba' ayat 15 bahwa Allah SWT telah menumbuhkan berbagai biji-bijian yang digunakan untuk memenuhi kebutuhan manusia (tafsir Quraish Shihab).

لُنُحْرِجْ بِهِ حَبًّا وَنَبَاتًا (١٥)

“untuk Kami tumbuhkan dengan air itu biji-bijian dan tanam-tanaman.”

Minyak jarak diperoleh dari biji dengan metode pengempresan biji atau dengan ekstraksi pelarut (Ketaren, 2008). Minyak jarak kepyar adalah trigliserida yang hampir 90 % rantai asam lemaknya adalah asam risinoleat, selain itu juga ada jenis asam oleat dan linoleat. Asam risinoleat adalah asam lemak tunggal jenuh dengan 18 rantai karbon, dimana pada rantai karbon ke 12 terdapat gugus hidroksil, gugus inilah yang menyebabkan asam risinoleat ini bersifat sangat polar.

Kandungan senyawa di dalam minyak jarak beragam, hal ini dikarenakan minyak jarak merupakan campuran dari berbagai senyawa asam dengan kandungan terbesarnya adalah asam risinoleat. Minyak jarak mempunyai sifat-sifat fisik yang dapat diamati seperti berbentuk cairan berwarna bening kekuning-kuningan. Kandungan senyawa dan sifat fisik minyak jarak disajikan dalam Tabel 2.1 dan 2.2.

Tabel 2.1 Kandungan senyawa minyak jarak kepyar

Senyawa Asam	Komposisi %
Asam risinoleat	87
Asam linoleat	5
Asam oleat	4
Asam palmitat	2
Asam stearat	1
Asam linolenik	1

(Pena, dkk., 2009)

Tabel 2.2 Sifat minyak jarak kepyar

Sifat	Nilai
Asam lemak bebas (%)	0,63
Viskositas 40 °C (mm ² /s)	22,7
Angka Iod (g I ₂ /100 g sampel)	85,5
Kadar air (ppm)	36,7

(Pena, dkk., 2009)

2.2 Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar mesin diesel yang terdiri dari ester metil atau etil asam lemak. Bahan bakar ini dibuat dari minyak/lemak nabati dengan proses metanolisis atau etanolisis melalui transesterifikasi dengan produk sampingnya berupa gliserol atau dari asam lemak bebas melalui proses esterifikasi dengan metanol atau etanol yang produk sampingnya berupa air (Knothe, dkk., 2005).

Penggunaan biodiesel memberikan manfaat yang besar, diantaranya bahan bakar biodiesel tidak beracun dan dapat dibiodegradasi sehingga dapat mengurangi emisi karbon monoksida, sulfur, NO_x dan zat-zat berbahaya lain. Penggunaan biodiesel dapat menurunkan tingkat pencemaran udara, bahkan untuk tingkat pencemaran sulfur dapat turun hingga 100 % dari pada bahan bakar solar. Biodiesel jika dicampur dengan solar tetap dapat menurunkan tingkat pencemaran udara, dimana penurunnya ini sesuai dengan kadar biodiesel yang ditambahkan dalam solar tersebut (Widyanti, dkk., 2002). Tingkat penurunan pencemaran udara tersebut disajikan dalam Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Penurunan tingkat pencemaran udara menggunakan biodiesel

No	Bahan Polusi	Biodiesel Murni	80 % Solar dan 20 % Biodiesel
1.	Hidrokarbon	Turun 93 %	Turun hingga 30 %
2.	Karbon monoksida	Turun 50 %	Turun hingga 20 %
3.	Partikel partikulat	Turun 30 %	Turun hingga 22 %
4.	Sulfur	Turun 100 %	Turun hingga 20 %

(Widyanti, dkk., 2002)

Biodiesel diproduksi dari bahan baku bervariasi yang terdiri dari minyak nabati (misalnya minyak biji kapas, kedelai, kelapa, kelapa sawit, minyak jarak) dan lemak hewani. Produk biodiesel yang dihasilkan dari berbagai bahan baku

tersebut tentunya harus sesuai dengan peraturan pemerintah, dalam hal ini pemerintah sangat mendukung penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif pengganti minyak bumi. Melalui Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral sudah menetapkan kewajiban pencampuran bahan bakar nabati (BBN) sebanyak 15 % pada bahan bakar solar sejak 1 April 2015. Syarat baku mutu produk biodiesel menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) disajikan dalam Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI

No.	Karakteristik	Batas Nilai
1.	Massa jenis pada (g/mL)	0,85 – 0,89
2.	Viskositas pada (mm ² /s)	2,3 – 6,0
3.	Angka setana	min. 51
4.	Titik nyala (°C)	min. 100
5.	Air (% volume)	max. 0,05
6.	Gliserol bebas (% berat)	max. 0,02
7.	Angka asam (mg-KOH/g)	max. 0,8

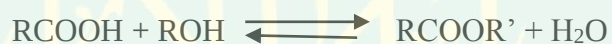
SNI-04-7182-2006

2.2.1 Proses Pembuatan Biodiesel

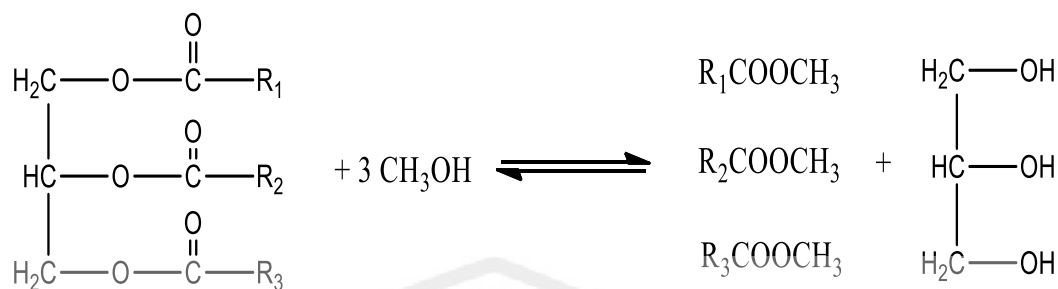
Biodiesel dapat dibuat dari berbagai bahan baku yang terdiri dari minyak nabati (minyak biji kapas, kedelai, kelapa, kelapa sawit, minyak jarak) dan lemak hewani. Minyak nabati memiliki komposisi asam lemak berbeda-beda tergantung dari jenis tanamannya. Kandungan asam lemak bebas (FFA) bahan baku merupakan penentu jenis proses yang digunakan. Bahan baku yang memiliki kadar asam lemak bebas rendah, maksimal 2 % bisa langsung diproses dengan metode transesterifikasi. Namun bila kadar FFA minyak tersebut masih tinggi, maka sebelumnya perlu dilakukan proses esterifikasi terhadap minyak tersebut dengan

menentukan terlebih dahulu kadar FFA. Disamping itu, kandungan air dalam minyak nabati juga harus diperiksa sebelum dilakukan proses transesterifikasi. Kandungan air yang tinggi dapat mendeaktivasi katalis asam dan katalis basa, sehingga dapat menurunkan rendemen biodiesel (Gerpen, dkk., 2004).

Reaksi esterifikasi adalah reaksi yang terjadi antara asam lemak bebas dengan alkohol seperti etanol dan metanol yang hasil akhirnya berupa metil ester dan air. Reaksi esterifikasi dapat berlangsung jika memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi, reaksi ini terjadi dimulai dari rute non alkohol dengan menggunakan katalis asam, umumnya katalis asam yang digunakan adalah katalis asam homogen, katalis asam homogen yang digunakan biasanya adalah asam sulfat. Persamaan reaksi esterifikasi adalah sebagai berikut (Aziz, dkk., 2011):



Reaksi transesterifikasi adalah reaksi kimia yang terjadi antara trigliserida yang terdapat dalam minyak nabati atau minyak hewan dengan alkohol rantai pendek berupa metanol atau etanol sehingga menghasilkan metil ester dengan produk samping berupa gliserol. Reaksi transesterifikasi sering menggunakan katalis basa homogen seperti natrium hidroksida (NaOH) dan kalium hidroksida (KOH). Reaksi transesterifikasi dengan alkohol juga dikenal dengan nama alkoholisis. Sumber alkohol yang digunakan dalam reaksi alkoholisis dapat bermacam-macam, apabila direaksikan dengan metanol, maka akan didapat metil ester, apabila direaksikan dengan etanol akan didapat etil ester. Metanol lebih banyak digunakan sebagai sumber alkohol karena rantainya lebih pendek, lebih polar dan harganya lebih murah dari alkohol lainnya. Persamaan reaksi transesterifikasi ditampilkan pada Gambar 2.2.



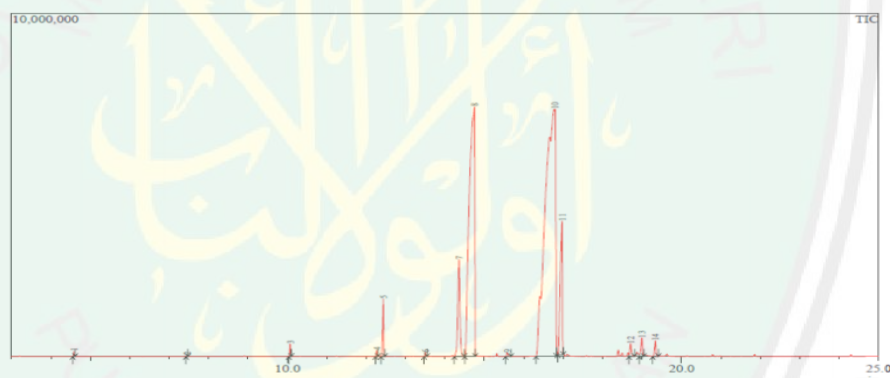
Gambar 2.2 Persamaan reaksi transesterifikasi (Aziz, dkk., 2011)

Beberapa parameter reaksi yang mempengaruhi proses transesterifikasi antara lain: rasio molar minyak dan alkohol, suhu, lama reaksi, tingkat kemurnian minyak, adanya air, berat katalis terhadap minyak, dan FFA. Untuk memperoleh hasil maksimum dalam proses transesterifikasi maka minyak yang digunakan harus bebas dari air dan kandungan asam lemak bebas dalam minyak harus kurang dari 2 % (Gerpen, dkk., 2004).

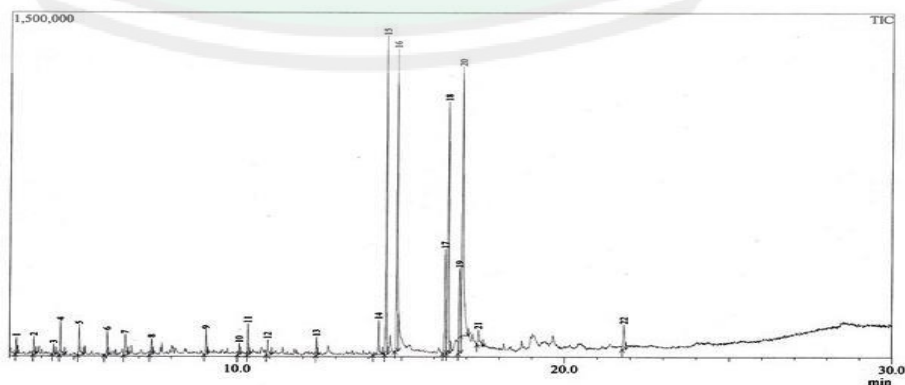
Proses pembuatan biodiesel membutuhkan adanya katalis untuk mempercepat reaksinya. Katalis adalah senyawa yang mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi dan akan terbentuk kembali di akhir reaksi. Jenis katalis yang dapat digunakan pada proses produksi biodiesel terdiri dari katalis basa, katalis asam, katalis dengan logam transisi, katalis dengan silika dan katalis enzimatis. Produksi biodiesel saat ini lebih sering menggunakan KOH, dengan reaksi yang dilakukan pada suhu ruang, tingkat konversi 80 sampai 90 % dapat dicapai dalam waktu 5 menit. Tingkat konversi metil ester bahkan bisa mencapai 99 % pada proses transesterifikasi dua tahap (Knothe, dkk., 2005).

Aziz, dkk. (2012) melakukan analisis senyawa biodiesel menggunakan katalis KOH dan katalis H-zeolit. Hasil analisis GC-MS biodiesel dengan katalis KOH ditampilkan pada Gambar 2.3, dan dengan katalis H-zeolit ditampilkan pada

Gambar 2.4. Biodiesel yang dihasilkan dengan menggunakan katalis KOH umumnya sudah merupakan senyawa ester, sedangkan biodiesel yang menggunakan katalis H-zeolit mengandung senyawa yang terbesar berupa asam yang belum terkonversi menjadi ester. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi belum sempurna, akan tetapi dari segi warna dibandingkan dengan katalis KOH, hasil biodiesel dengan katalis H-zeolit lebih jernih, hal ini disebabkan karena H-zeolit yang berfungsi sebagai katalis juga dapat berfungsi sebagai adsorben. H-zeolit dapat mengadsorbsi senyawa pengotor yang terdapat dalam biodiesel sehingga warna biodiesel yang dihasilkan semakin jernih.

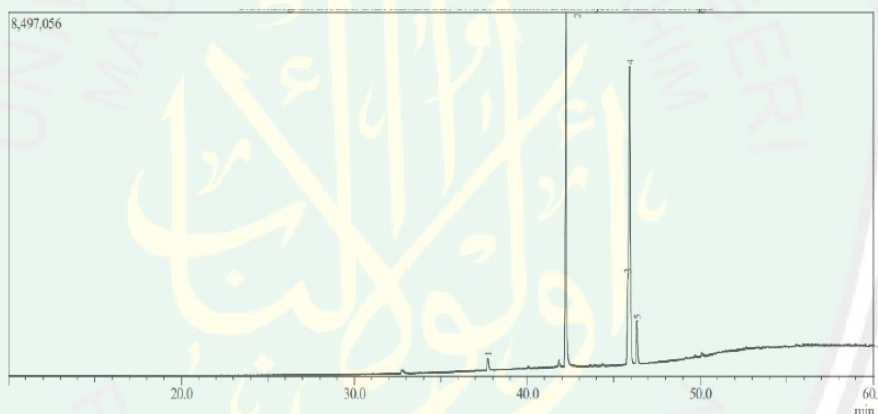


Gambar 2.3 Kromatogram biodiesel hasil analisis GC-MS dengan katalis KOH (Aziz, dkk., 2012)



Gambar 2.4 Kromatogram biodiesel hasil analisis GC-MS dengan katalis H-zeolit (Aziz, dkk., 2012)

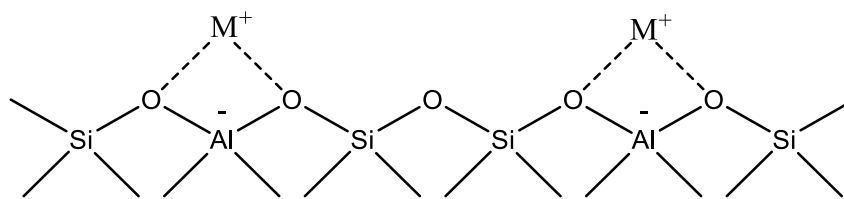
Arifin dan Latifah, (2015) melakukan analisis biodiesel yang menggunakan katalis zeolit alam termodifikasi. Modifikasi zeolit dilakukan melalui dealuminasi dengan larutan hidrogen florida (HF) dan impregnasi dengan larutan basa. Hasil analisis biodiesel dengan GC-MS ditampilkan pada Gambar 2.5. Kromatogram GC-MS dari biodiesel dengan katalis zeolit alam termodifikasi menunjukkan terbentuknya metil ester dengan persentase yang cukup tinggi. Hal ini membuktikan bahwa zeolit alam yang dimodifikasi dengan basa sangat baik digunakan sebagai katalis dalam reaksi sintesis biodiesel.



Gambar 2.5 Kromatogram biodiesel hasil analisis GC-MS dengan katalis KOH/zeolit (Arifin dan Latifah, 2015)

2.3 Zeolit

Zeolit adalah mineral dengan struktur kristal alumina silikat yang berbentuk tiga dimensi dan mempunyai rongga serta saluran yang diisi oleh kation logam alkali atau alkali tanah serta molekul air. Ion logam dan molekul air dapat digantikan oleh ion atau molekul lain tanpa merusak struktur zeolit, sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai adsorben, pertukar ion, dan katalis (Kusuma, dkk., 2011). Struktur zeolit ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur zeolit (Kusuma, dkk., 2011)

Zeolit secara umum terbagi menjadi zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam banyak ditemukan di alam dan bercampur dengan materi pengotor. Zeolit alam merupakan material mikropori sehingga mempunyai luas permukaan yang cukup besar, hal ini dapat dimanfaatkan sebagai katalis, adsorben dan pertukaran ion. Sifat zeolit yang dapat melakukan pertukaran ion dikarenakan pada gugus aktif zeolit terdapat logam-logam alkali dan alkali tanah yang bergerak bebas sehingga logam tersebut dapat dipertukarkan dengan logam lain (Kusuma, dkk., 2011).

2.3.1 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit dapat ditingkatkan aktivitasnya dengan cara menguraikan pengotor-pengotor yang berada di permukaan zeolit, hal ini bertujuan untuk memeperbesar kemampuan zeolit sebagai katalis, adsorben ataupun pertukaran ion. Jenis aktivasi pada zeolit ada dua yaitu, aktivasi kimia dan aktivasi fisika. Aktivasi fisika dilakukan dengan pengecilan ukuran butir melalui pengayakan, aktivasi fisik juga dapat melalui pemanasan pada suhu 300 sampai 400 °C untuk melepaskan molekul-molekul air. Aktivasi kimia dilakukan dengan beberapa cara seperti penambahan asam atau basa kuat dan pertukaran ion.

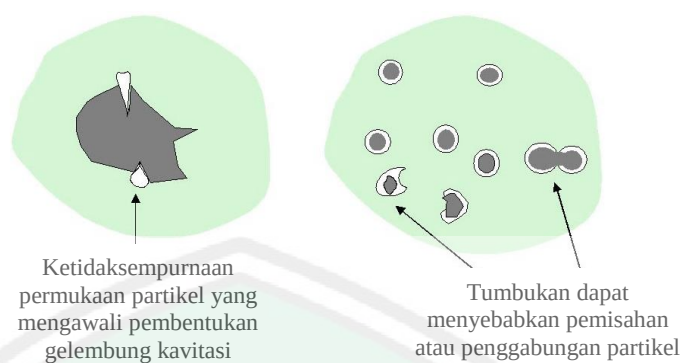
Aktivasi kimia melalui penambahan asam atau basa kuat bertujuan untuk membersihkan permukaan pori dengan menghilangkan pengotor anorganik dengan pertukaran kation dengan H^+ . Hasil karakterisasi *X-Ray Flouresensi* (XRF) zeolit alam Malang menunjukkan kandungan logam anorganik pada zeolit alam Malang

seperti logam Fe sekitar 25,3 %, dengan aktivasi menggunakan HCl 6 M terbukti mampu menurunkan pengotor-pengotor yang ada pada zeolit alam seperti logam Fe menjadi 8,27 %.

Proses aktivasi kimia dengan cara pertukaran ion dikarenakan kemampuan kation yang mampu untuk menggeser kation yang lain. Proses pertukaran kation dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi yang dijadikan larutan kation. Mekanisme pertukaran ion pada zeolit dimulai dengan absorpsi kation-kation pada zeolit. Kemudian kation tersebut berinteraksi secara kimia dengan sisi aktif pada permukaan zeolit. Intrapong, dkk. (2013) menjelaskan penambahan basa kuat (KOH) menyebabkan terjadinya pertukaran kation K^+ dengan ion pengotor pada zeolit. Aktivasi dengan HCl mengakibatkan permukaan zeolit dipenuhi H^+ dan setelah penambahan KOH, H^+ akan terdesak oleh kation K^+ .

2.3.2 Impregnasi KOH pada Zeolit

Impregnasi adalah penjenruhan total suatu zat dengan menggunakan zat tertentu. Metode impregnasi merupakan metode yang paling mudah dan paling umum digunakan untuk menempelkan inti aktif pada katalis. Impregnasi dapat dilakukan dengan cara perendaman suatu katalis heterogen dengan larutan yang mengandung inti aktif. Beberapa penelitian yang telah berhasil menggunakan metode ini diantaranya adalah Soetaredjo, dkk. (2010) telah berhasil mengimpregnasi KOH pada zeolit bentonit dalam reaksi transesterifikasi minyak sawit, Intarapong, dkk. (2013) telah mengimpregnasi KOH pada zeolit modernit dalam reaksi transesterifikasi minyak sawit, dan Saba, dkk. (2015) telah mengimpregnasikan KOH pada zeolit ZSM5 dalam pembuatan biodiesel dari minyak biji bunga matahari.



Gambar 2.7 Ilustrasi gejala kavitasi (Suslick dan Bang, 2010)

Metode impregnasi untuk zeolit yang jarang digunakan adalah metode impregnasi dengan ultrasonik atau sonikasi. Sonikasi merupakan suatu metode dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 20 kHz sampai 10 MHz. Gelombang ultrasonik apabila berada dalam metode cair dapat menimbulkan gejala kavitasi, gejala ini mengakibatkan pecahnya partikel sehingga ukuran partikel menjadi berkurang, ilustrasinya ditampilkan pada Gambar 2.7 (Suslick dan Bang, 2010). Metode sonikasi pada zeolit jarang digunakan karena adanya kekhawatiran rusaknya struktur zeolit akibat energi ultrasonik yang cukup besar, akan tetapi Rakmae, dkk. (2016) berhasil mengimpregnasikan kalium pada zeolit NaY dengan ultrasonik. Hal ini menunjukkan zeolit mempunyai kestabilan yang tinggi.

2.3.3 Katalis KOH/Zeolit

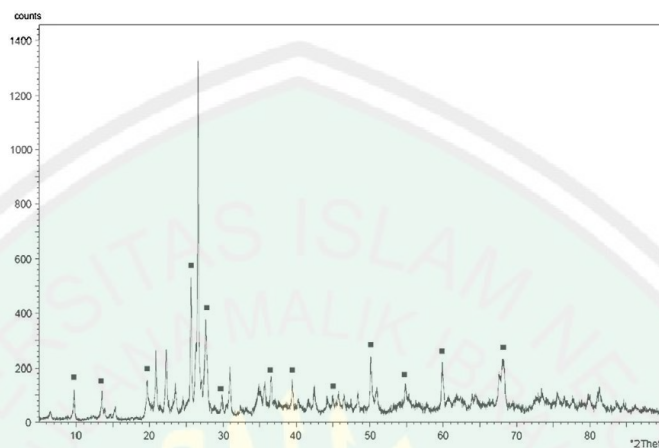
Zeolit dapat digunakan sebagai penyangga katalis untuk reaksi katalitik. Sebagai penyangga katalis, zeolit bekerja dengan memperluas permukaan komponen inti aktif (asam, basa, atau logam) ke seluruh permukaan zeolit (Utomo, 2011). Semakin besar luas permukaan, interaksi antar reaktan semakin banyak,

sehingga reaksi berjalan lebih cepat. Komponen inti aktif dapat ditempelkan ke dalam suatu bahan penyangga berpori seperti zeolit. Tujuan dari penempelan ini adalah untuk memperluas inti aktif dan tersebar secara merata keseluruhan permukaan dan pori penyangga (Utomo, 2011).

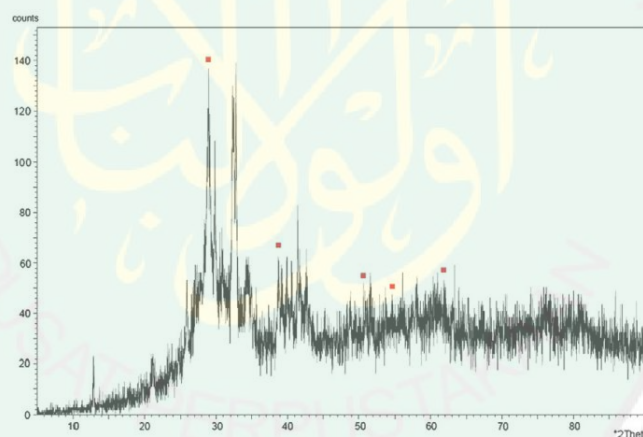
Banyak penelitian telah melaporkan zeolit yang diimpregnasi dengan KOH efektif digunakan sebagai katalis pembuatan biodiesel. Diantaranya Soetaredjo, dkk. (2010) melakukan penelitian tentang katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit, dalam penelitian tersebut menggunakan katalis heterogen berupa KOH yang diimpregnasikan dalam bentonit selama 24 jam, KOH/zeolit berfungsi sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi biodiesel dari minyak kelapa sawit. Penelitian ini melakukan variasi perbandingan antara KOH dan bentonit, yaitu 1:20, 1:10, 1:5, 1:4, 1:3, dan 1:2. Hasil optimum perbandingan KOH dan zeolit alam bentonit adalah 1:4 dengan lama waktu reaksi 4 jam, berat katalis sebesar 3 %, rasio perbandingan minyak dan metanol sebesar 1:6 dan suhu reaksi sebesar 60 °C. Rendemen biodiesel yang dihasilkan sebesar 90,70 %.

Kusuma, dkk. (2012) melakukan penelitiannya menggunakan katalis KOH yang diimpregnasikan dalam zeolit alam. Penelitian tersebut menggunakan zeolit alam dari Pacitan Indonesia dengan menggunakan variasi konsentrasi KOH dan waktu reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Variasi konsentrasi KOH yang digunakan adalah 25, 50, dan 100 g KOH dalam 100 mL air. Variasi waktu reaksi yang digunakan 1 sampai 4 jam. Kondisi optimum untuk katalis KOH/zeolit terjadi selama reaksi 2 jam, KOH 100 g/100 mL, berat katalis 3

% dari minyak kelapa sawit, rasio perbandingan minyak kelapa sawit dan metanol 1:7, serta suhu reaksi 60 °C menghasilkan rendemen biodiesel 96,44 %.



Gambar 2.8 Pola XRD zeolit alam (Kusuma, dkk., 2012)



Gambar 2.9 Pola XRD zeolit modifikasi dengan KOH (Kusuma, dkk., 2012)

Kusuma, dkk. (2012) melakukan analisis katalis KOH/zeolit alam dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasilnya terdapat perbedaan struktur zeolit sebelum dan sesudah kalsinasi seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.8 dan 2.9. Gambar 2.8 merupakan puncak-puncak dari zeolit alam belum termodifikasi, puncak-puncak tersebut muncul pada $2\theta(^{\circ}) = 12,4; 19,4; 29,9; 37,1; 45, 56, \text{ dan } 60,6$. Gambar 2.9 merupakan zeolit yang telah termodifikasi, ketika terjadi peningkatan K/K₂O pada

zeolit maka puncak-puncak mengalami penurunan intensitas, hal ini mengindikasikan terjadi penurunan sifat kristal dari zeolit tersebut. Zeolit yang telah termodifikasi menunjukkan adanya puncak-puncak K_2O pada $2\theta(^{\circ}) = 31, 39, 51, 55, \text{ dan } 62$. Terbentuknya K_2O merupakan indikasi KOH berubah menjadi K_2O selama proses kalsinasi.

Kusuma, dkk. (2013) menjelaskan bahwa konsentrasi KOH yang digunakan dalam impregnasi zeolit berpengaruh terhadap produktivitas biodiesel. KOH yang diimpregnasi dengan zeolit kemudian dikalsinasi akan berubah menjadi K_2O . Semakin meningkatnya konsentrasi KOH dalam zeolit maka semakin banyak gugus K_2O yang terbentuk sehingga sifat kebasahan dari zeolit juga meningkat. Gugus aktif K_2O yang bersifat basa akan bereaksi dengan metanol menghasilkan ion metoksida dalam reaksi transesterifikasi. Ion metoksida kemudian bereaksi dengan trigliserida menjadi metil ester.

KOH sebelum kalsinasi merupakan kation K^+ yang berada di permukaan zeolit. Kation K^+ mempunyai kemampuan mendesak kation-kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit terutama kation H^+ dan Na^+ . Kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan sebagai berikut: $K^+ > NH_4^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$ (Kin, dkk., 2012). Pertukaran ion pada zeolit yang menggunakan logam yang lebih elektropositif akan menghasilkan sifat yang lebih basa. Sifat kebasahan yang semakin tinggi menyebabkan aktivitas katalik zeolit meningkat sehingga dapat mempercepat reaksi transesterifikasi (Kusuma, dkk., 2012).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan Agustus 2017 di Laboratorium Instrumentasi UIN Malang, Laboratorium Anorganik dan Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain corong pisah, seperangkat sonikasi *bath*, seperangkat alat *refluks*, instrumen GC-MS, XRF, dan XRD, buret, ayakan 200 mesh, *stirer*, oven, piknometer, neraca analitik, dan alat-alat gelas.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam, minyak jarak, aquades, kalium hidroksida, metanol, aseton, natrium sulfat, natrium hidroksida, indikator fenolftalein, dan asam klorida.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam
2. Modifikasi katalis heterogen

3. Karakterisasi katalis KOH/zeolit dengan XRF dan XRD
4. Uji pendahuluan pada minyak jarak
5. Pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi
6. Karakterisasi biodiesel yang dihasilkan

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Serbuk zeolit diayak dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan diayak lagi dengan ayakan 230 mesh. Diambil serbuk zeolit yang tidak lolos ayakan. Didapat ukuran zeolit 200 sampai 230 mesh. Kemudian 100 gram zeolit hasil ayakan direndam dalam 200 mL HCl 6 M selama 4 jam dan diaduk dengan *stirer*. Campuran disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat netral. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven 110 °C selama 24 jam. Didapat zeolit yang telah teraktivasi.

3.4.2 Modifikasi Katalis

Proses modifikasi katalis dilakukan dengan proses perendaman zeolit hasil aktivasi dalam larutan KOH dengan berbagai konsentrasi yaitu 10, 20, dan 30 % dari berat zeolit. KOH tersebut dilarutkan dalam 100 mL aquades. Kemudian diimpregnasikan dengan gelombang ultrasonik pada 43 kHz selama 10 menit. Setelah proses impregnasi selesai, katalis termodifikasi dipisahkan dari larutannya menggunakan filtrasi vakum. Katalis termodifikasi yang tertahan dikertas saring kemudian dikeringkan dalam oven bersuhu 110 °C selama 24 jam. Katalis termodifikasi yang telah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam.

3.4.3 Karakterisasi Katalis

3.4.3.1 Karakterisasi Katalis dengan XRF

Karakterisasi XRF katalis sebelum dan sesudah aktivasi serta setelah sonikasi dengan cara sampel serbuk dipress menggunakan *hydraulic press fused beads* untuk membentuk *powder* yang sebelumnya juga ditambahkan agen pengikat. Kemudian sampel dianalisis dengan instrumen XRF.

3.4.3.2 Karakterisasi Katalis dengan XRD

Karakterisasi XRD katalis sebelum dan sesudah modifikasi menggunakan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta(^{\circ}) = 10$ sampai 90, kecepatan pemindaian $0,020^{\circ}$ dalam 1 detik. Difraktogram yang didapat dibandingkan dengan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD).

3.4.4 Uji Pendahuluan pada Minyak Jarak

3.4.4.1 Uji Kadar Air

Cawan porselen dikeringkan dalam oven selama 15 menit, lalu dimasukkan ke dalam desikator. Sampel minyak jarak dimasukan ke dalam cawan tersebut dan ditimbang. Kemudian cawan yang berisi minyak dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110°C . Cawan didinginkan dalam desikator dan ditimbang kembali. Kadar air dicari dengan persamaan:

$$\text{Kadar air \%} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan W_1 adalah berat sampel (g), W_2 adalah berat cawan ditambah sampel sebelum dipanaskan (g), dan W_3 adalah berat cawan ditambah sampel setelah dipanaskan (g).

3.4.4.2 Uji Densitas

Piknometer dibersihkan dengan HCl lalu dibilas sebanyak 3 kali dengan aquades dan sekali dengan aseton. Kemudian dikeringkan di dalam oven selama 5 menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam desikator selama 10 menit, lalu ditimbang piknometer tersebut hingga diperoleh massa tetap. Piknometer diisi dengan minyak jarak, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang hingga diperoleh massa yang tetap. Massa jenis atau densitas dicari dengan persamaan:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(3.2)$$

dengan ρ adalah densitas sampel (g/mL), m adalah massa sampel (g), dan V adalah volume piknometer (mL).

3.4.4.4 Uji Kadar Asam Lemak Bebas

Sebanyak 5 gram minyak jarak dilarutkan dengan 5 mL etanol 95 % dalam erlemeyer. Dipanaskan 40 °C selama 10 menit. Selanjutnya ditambah 2 tetes indikator fenolftalein 1 %, lalu dilakukan titrasi dengan NaOH 0,1 N hingga menghasilkan warna merah muda. Asam lemak bebas dicari dengan persamaan:

$$\% FFA = \frac{V \times N \times BM}{Massa\ sampel\ (g) \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(3.3)$$

dengan V adalah volume NaOH (mL), N adalah normalitas NaOH (g/mol), dan BM adalah berat molekul NaOH (g/mol).

3.4.5 Pembuatan Biodiesel Melalui Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan selama 2 jam pada suhu 60 °C. Rasio molar untuk minyak terhadap metanol adalah 1:12, dengan jumlah katalis sebanyak

3 % (*b/b*) dari massa minyak. Metanol sebanyak 49.1 mL dan katalis termodifikasi dimasukkan ke dalam sistem *refluks* kemudian dipanaskan hingga 60 °C, pada labu alas bulat ditambahkan batu didih untuk meratakan panas. Kemudian secara perlahan-lahan, dimasukkan 100 mL minyak jarak kedalam sistem *refluks* dan dibiarkan selama 2 jam. Setelah tahap transesterifikasi selesai, katalis dipisahkan dari hasil reaksi dengan dekantasi. Campuran hasil reaksi dimasukkan ke dalam corong pisah. Lapisan atas yang terbentuk merupakan metil ester dan sisa minyak, sedangkan lapisan bawah merupakan gliserol. Kedua lapisan ini dipisahkan dan pada lapisan ester dicuci dengan aquades dalam corong pisah sampai terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan atas (lapisan organik) dan lapisan bawah (lapisan air). Kemudian dipisahkan kedua lapisan tersebut. Lapisan organik merupakan biodiesel yang diperoleh.

3.4.4 Karakterisasi Biodiesel

3.4.4.1 Analisis Komposisi Senyawa dalam Biodiesel dengan GC-MS

Analisis kandungan metil ester dalam biodiesel hasil reaksi transesterifikasi menggunakan kromatografi gas dengan detektor *flame ionization detector* (FID) dilakukan pada suhu terprogram dari 80 sampai 230 °C. Kolom yang digunakan adalah kolom kapiler dan sebagai standar internal digunakan metil-heptadekanoat. Gas pembawa yang digunakan berupa gas helium dengan laju alir sebesar 40 cm/s. Suhu oven diprogram pada suhu 190 °C, ditahan selama 2 menit, kemudian dinaikkan hingga 230 °C dengan kecepatan 10 °C per menit. Waktu separasi diprogram 8 menit. Sampel dengan volume 0,6 µL diinjeksikan ke dalam tempat injeksi. Ditunggu hingga waktu separasi berakhir. Hasil analisis berupa spektrum massa dibandingkan dengan *library software GC-MS postsum analysis*.

3.4.4.2 Uji Kadar Air

Cawan porselen dikeringkan dalam oven selama 15 menit, lalu dimasukkan ke dalam desikator. Sampel biodiesel yang telah ditambahkan Na-sulfat dan dipisahkan, dimasukan ke dalam cawan dan ditimbang. Kemudian cawan tersebut dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110 °C. Cawan didinginkan dalam desikator dan ditimbang kembali. Kadar air dicari dengan persamaan 3.1.

3.4.4.3 Uji Densitas

Piknometer dibersihkan dengan HCl lalu dibilas sebanyak 3 kali dengan aquades dan sekali dengan aseton. Kemudian dikeringkan di dalam oven selama 5 menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam desikator selama 10 menit, lalu ditimbang piknometer tersebut hingga diperoleh massa tetap. Piknometer diisi dengan sampel biodiesel, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang hingga diperoleh massa yang tetap. Massa jenis atau densitas biodiesel dicari dengan persamaan 3.2.

3.4.4.4 Uji Titik Nyala

Biodiesel yang dihasilkan diletakkan dalam cawan terbuka ukuran 30 mL dan diletakkan termometer dalam cawan tersebut. Kemudian dipanaskan menggunakan *hot plate*. Sampel diuji dengan sebuah nyala api (*flame*) didekatkan di atas permukaan sampel uji hingga uap sampel uji menyambar *flame*. Pemantik *flame* berupa batang lidi yang dibakar atau pemantik yang lain. Titik nyala adalah suhu terendah yang menyebabkan uap sampel uji menyambar, pada suhu tersebut dicatat sebagai titik nyala dari sampel uji.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Preparasi dan aktivasi zeolit alam bertujuan untuk meningkatkan kerja zeolit alam sebagai katalis dengan cara mengurangi pengotor/kation pengganggu yang ada pada zeolit alam. Preparasi dilakukan dengan proses pengayakan zeolit alam sehingga didapatkan zeolit dengan ukuran 200 mesh, pengayakan dilakukan untuk menyeragamkan ukuran zeolit sehingga memiliki luas permukaan yang optimum. Jika ukuran zeolit terlalu besar maka dapat mengakibatkan kurang maksimalnya reaksi yang melibatkan zeolit karena luas permukaannya kecil. Jika ukuran zeolit terlalu kecil maka dapat berakibat tidak maksimalnya proses penyaringan zeolit saat proses aktivasi karena banyaknya zeolit yang lolos dari kertas saring. Bertambahnya luas permukaan zeolit diharapkan dapat meningkatkan laju reaksi pada saat proses aktivasi berlangsung.

Proses aktivasi zeolit alam dilakukan dengan merendam zeolit alam dengan larutan HCl 6 M, hal ini berfungsi untuk melarutkan/mengurangi kation-kation yang tidak diinginkan pada permukaan zeolit alam. Zeolit alam merupakan mineral alam yang bermuatan negatif, sehingga untuk menyeimbangkan muatannya dibutuhkan kation-kation penyeimbang berupa Na^+ , K^+ , H^+ , Fe^{2+} , atau kation lainnya. HCl 6 M dapat membuat sebagian besar pengotor-pengotor tersebut larut dan tergantikan dengan dengan H^+ . Hal ini menjadikan kation penyeimbang dalam zeolit alam yang telah teraktivasi menjadi seragam dengan H^+ sebagai kation

Chemical reaction diagram showing the acid-catalyzed isomerization of a zeolite framework. The top structure shows a zeolite with M^+ ions in the cages. An arrow points down to the bottom structure, which shows the same framework with H^+ ions. The reaction is accompanied by the release of $M^+ Cl^-$ ions.

Kation-kation zeolit alam yang telah lepas dari zeolit dan sisa anion Cl^- larut dalam aquades sehingga pengotor zeolit dan sisa anion dihilangkan dengan cara penyaringan menggunakan aquades dan sisa air dihilangkan dengan pengovenan sehingga hasil akhir diharapkan berupa H-zeolit. Penurunan jumlah kation-kation pada zeolit alam disajikan dalam Tabel 4.1, dimana dalam tabel tersebut dapat diketahui bahwa sebagian besar unsur mengalami penurunan jumlah, yaitu pada zeolit alam 1 dengan zeolit aktivasi. Penurunan jumlah unsur ini karena adanya proses aktivasi pada zeolit alam.

Zeolit alam yang digunakan terdiri dari berbagai mineral, ini menunjukkan bahwa zeolit yang digunakan tidak murni. Hal ini dapat dibuktikan dengan adanya perbedaan hasil pada analisis XRF pada zeolit alam, untuk analisis pertama tidak terdapat unsur Al dan adanya unsur Cr dan Ni, sedangkan untuk analisis kedua terdapat unsur Al dan tidak adanya unsur Cr dan Ni, begitu juga pada hasil XRF

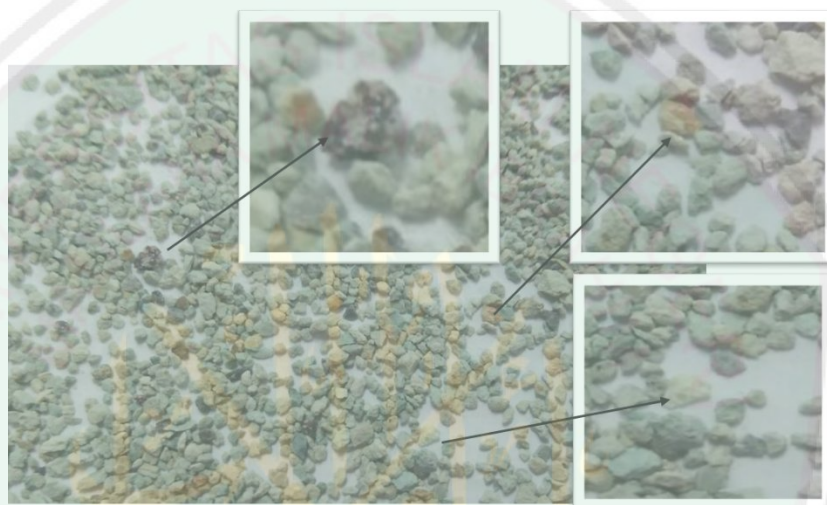
Tabel 4.1: Kandungan unsur-unsur pada zeolit dengan analisis XRF

Unsur	Zeolit Alam (%)		Zeolit	Zeolit
	1	2	Aktivasi (%)	Modifikasi* (%)
Al	-	8,4	7,2	-
Si	50,9	56,9	52,9	40,7
K	11,4	8,75	11,3	38,7
Ca	11,3	10,5	9,31	8,02
Ti	1,4	0,90	1,2	1,0
V	0,04	0,04	0,05	0,02
Cr	0,071	-	0,069	0,058
Mn	0,70	0,41	0,39	0,27
Fe	20,8	12,0	14,1	10,2
Ni	0,961	-	0,858	-
Cu	0,25	0,11	0,21	0,11
Zn	0,09	0,03	0,04	-
Sr	1,5	1,0	1,2	0,45
Ba	0,2	0,1	0,09	0,2
Eu	0,2	0,2	0,1	0,3
Zr	-	0,5	0,7	-
Re	0,3	0,2	0,2	-

*Zeolit setelah sonikasi dengan konsentrasi KOH 20 %.

untuk zeolit aktivasi dan modifikasi dimana terjadi perbedaan unsur yang terkandung didalamnya (Tabel.4.1). Perbedaan ini dapat dikarenakan sampel yang diambil saat analisis XRF berukuran 200 mesh, sehingga sangat mungkin sampel yang dianalisis bukan zeolit akan tetapi gabungan dari berbagai mineral. Hal ini dibuktikan dengan adanya warna lain selain warna kehijauan pada zeolit yang digunakan. Warna lain tersebut antara lain kuning, putih, dan hitam. Kandungan mineral mempengaruhi warna dari mineral tersebut (Ingmanson dan William, 1985). Warna kuning pada mineral menandakan terdapat mineral FeS atau unsur V,

warna putih menandakan terdapat mineral silika yang dapat berupa SiO_2 atau KAlSi_3O_8 , dan warna hitam menandakan terdapat mineral besi yang dapat berupa Fe_3O_4 atau unsur C. Perbedaan warna pada zeolit alam yang digunakan dalam penelitian ini ditampilkan pada Gambar 4.2.

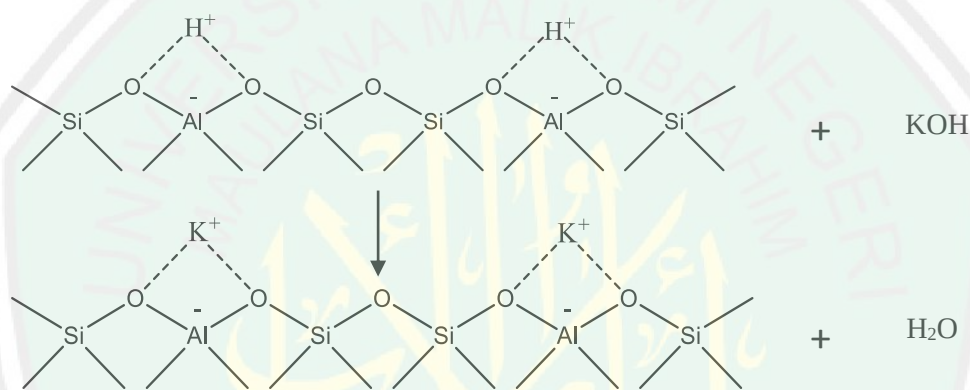


Gambar 4.2 Perbedaan warna pada zeolit alam yang digunakan

4.2 Modifikasi Katalis

Modifikasi katalis merupakan cara untuk meningkatkan kerja zeolit alam sebagai katalis dalam reaksi pembentukan biodiesel. Modifikasi katalis dilakukan dengan mencampurkan larutan KOH dengan zeolit alam hasil aktivasi dalam *sonicator batch*. Penggunaan metode sonikasi dikarenakan dengan menggunakan metode ini dapat menimbulkan efek kavitasi, adanya efek kavitasi menjadikan proses modifikasi dapat berlangsung semakin cepat dibandingkan dengan metode lain seperti perendaman biasa atau dengan bantuan *refluks*. Zeolit alam setelah sonikasi mengalami penambahan unsur K yang sangat signifikan, yaitu dari semula

11,3 % menjadi 38,7 %. Hal ini dikarenakan dalam proses ini terjadi pertukaran ion H^+ dengan ion K^+ sehingga konsentrasi unsur K meningkat. Intrapong, dkk. (2013) menjelaskan bahwa H^+ dapat tergantikan dengan kation yang lebih reaktif, sehingga sangat dimungkinkan pada saat proses modifikasi ion K^+ dapat mendesak ion H^+ dan akhirnya pada kerangka zeolit kation K^+ menempati posisi H^+ . Mekanisme pertukaran kation ditampilkan pada Gambar 4.3.

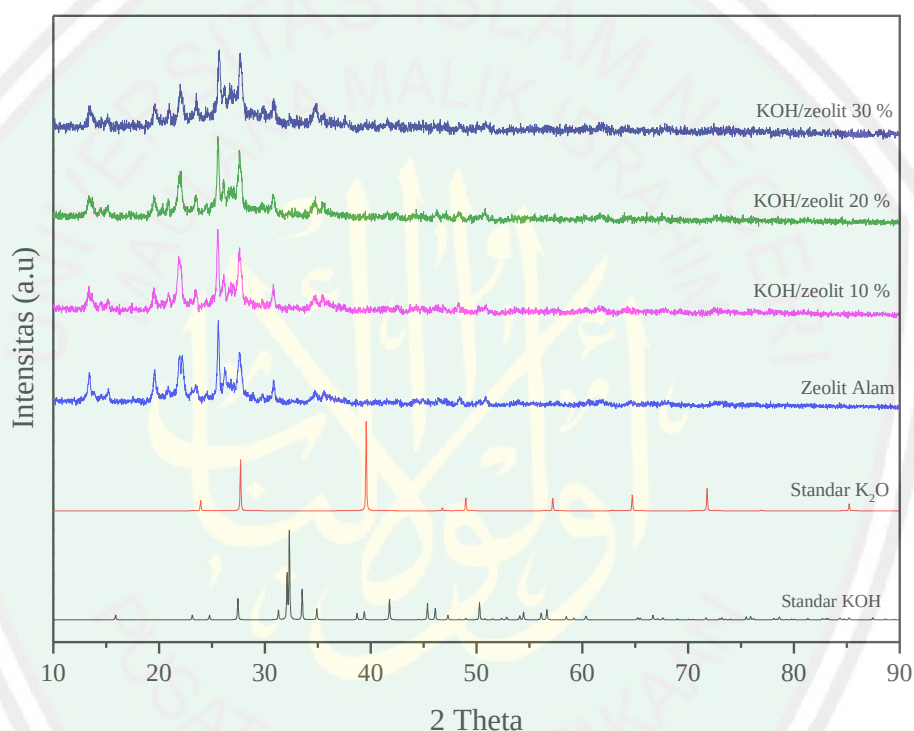


Gamabar 4.3 Skema reaksi zeolit aktivasi dengan KOH

Proses selanjutnya adalah kalsinasi pada suhu 450 °C, pada suhu tinggi senyawa gas yang semula tidak reaktif dapat menjadi reaktif karena adanya peningkatan energi kinetik, gas seperti O₂ pada suhu ini dapat bereaksi dengan unsur K pada zeolit sehingga menghasilkan oksidanya berupa K₂O. K₂O merupakan senyawa basa yang memiliki aktivitas katalitik yang tinggi sehingga memiliki peran penting dalam proses transesterifikasi minyak jarak (Kusuma, dkk., 2012). Pembentukan K₂O menandakan selesainya proses modifikasi katalis, keberadaan K₂O akan diketahui dengan alat XRD, hal ini untuk menunjukkan ada tidaknya K₂O pada katalis yang telah dimodifikasi.

4.3 Karakterisasi Katalis dengan XRD

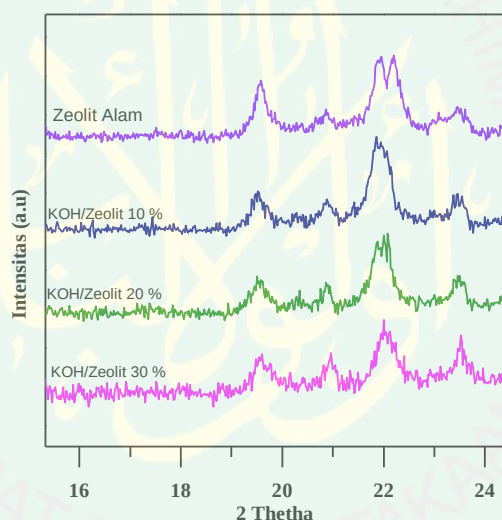
Karakterisasi katalis dengan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur dan fasa kristal, selain itu hasil analisis XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui keberhasilan dalam mensintesis katalis dengan melihat fasa-fasa yang terbentuk. Hasil karakterisasi katalis dengan XRD ditampilkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pola XRD zeolit alam dan zeolit modifikasi

Pola difraktogram XRD zeolit alam menunjukkan bahwa zeolit yang digunakan sebagai katalis merupakan zeolit mordenit dikarenakan munculnya puncak di $2\theta(^{\circ}) = 13,4; 19,6; 22,2; 25,6; 26,2; 27,6; \text{ dan } 30,8$ (Intrapong, dkk., 2013). Pola difraktogram XRD zeolit alam dan katalis modifikasi menunjukkan semakin bertambahnya konsentrasi KOH pada zeolit maka sifat kristalinitas zeolit menurun, hal ini menunjukkan adanya interaksi antara zeolit dengan KOH. Sistem kristal K_2O berbentuk kubik dengan puncak standar K_2O terletak pada $2\theta(^{\circ}) = 27,$

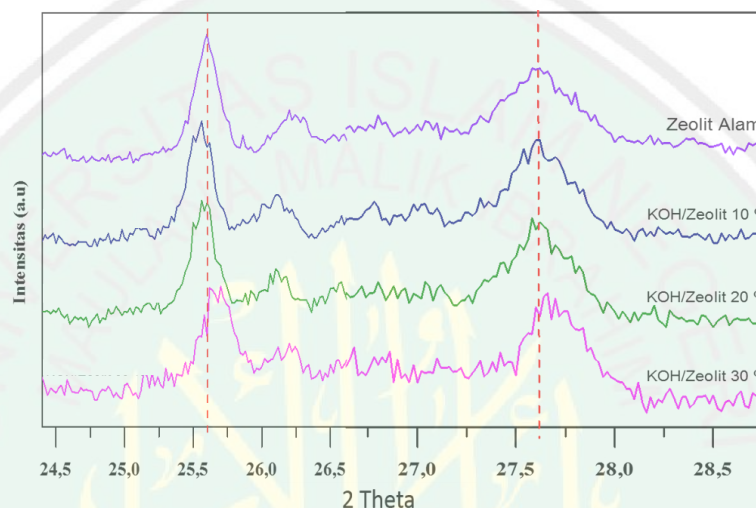
39, 48, 57, dan 71 (standar ICSD No 44674). Puncak K_2O pada zeolit modifikasi tidak terbentuk, hal ini dapat disebabkan zeolit yang digunakan tidak murni zeolit sehingga mempengaruhi proses tukar-menukar ion pada saat aktivasi maupun modifikasi zeolit. Kemungkinan lain dapat dikarenakan kation K^+ terikat pada *frame-work* zeolit sehingga tidak terbentuk K_2O . Masih terikatnya K^+ pada zeolit dapat disebabkan rendahnya konsentrasi KOH yang ditambahkan atau dapat juga karena kurang tingginya suhu kalsinasi pada saat proses modifikasi, hal ini ditandai dengan tidak adanya puncak KOH atau K_2O pada data XRD sampel KOH/zeolit.



Gambar 4.5 Pola XRD zeolit pada rentang $2\theta(^{\circ})$: 16 sampai 24

Pola difraktogram XRD zeolit alam dan katalis modifikasi menunjukkan terjadi pengurangan puncak pada zeolit alam di $2\theta(^{\circ}) = 22$. Pengurangan puncak ini menunjukkan terjadi perubahan struktur zeolit, perubahan ini dapat disebabkan adanya perbedaan kation penyeimbang pada zeolit alam dan modifikasi. Pengurangan puncak pada zeolit ditampilkan pada Gambar 4.5. Pola difraktogram XRD zeolit alam dan katalis modifikasi juga menunjukkan terjadinya pergeseran puncak ke arah 2θ yang lebih besar. Hal ini dapat disebabkan karena adanya proses

aktivasi dan modifikasi zeolit sehingga mengakibatkan terjadinya pemendekan jarak kisi kristal (d), dimana semakin tinggi KOH yang ditambahkan pada zeolit maka pergeseran puncak nya semakin besar. Pergeseran puncak ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Pola XRD zeolit pada rentang $2\theta(^{\circ})$: 24,5 sampai 28,5

4.4 Pembuatan Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar mesin diesel yang terdiri dari metil ester. Metil ester diperoleh dari berbagai minyak, salah satu jenis minyak yang dapat digunakan adalah minyak jarak. Minyak jarak diperoleh dengan metode pengempresan atau ekstraksi pelarut. Minyak jarak yang diperoleh mengandung racun sehingga tidak dapat dikonsumsi oleh manusia akibatnya minyak jarak tidak berkompetisi dengan minyak pangan seperti minyak kelapa sawit. Hasil uji kadar air minyak jarak yang digunakan dalam penelitian sebesar 0,003 % dan kadar asam lemak bebasnya sebesar 0,08 %. Hal ini menunjukkan minyak jarak layak digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel. Tingginya kadar air

dalam suatu bahan baku dapat menurunkan produk biodiesel yang dihasilkan karena air dapat mendeaktifkan katalis. Tingginya kadar asam lemak bebas pada bahan baku dapat mengakibatkan terjadinya reaksi penyabunan pada saat reaksi transestrifikasi berlangsung, hal ini dikarenakan kalium bereaksi dengan asam lemak bebas menghasilkan sabun (Enggawati dan Ediati, 2013).

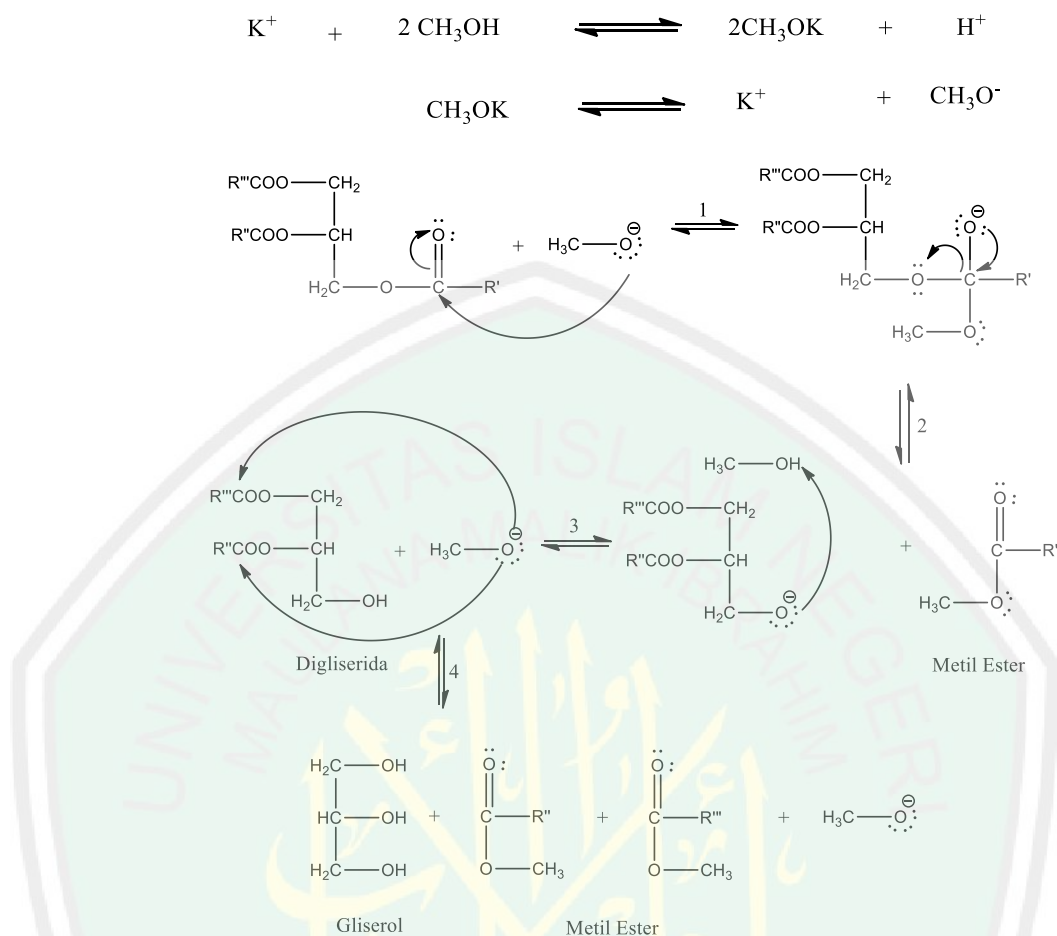
Pembuatan biodiesel dari minyak jarak dilakukan melalui proses reaksi transesterifikasi selama 2 jam pada suhu 60 °C. Waktu transesterifikasi 2 jam dan suhu 60 °C merupakan waktu dan suhu optimum reaksi transesterifikasi minyak (Kusuma, dkk., 2013). Reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan alkohol berupa metanol, hal ini dikarenakan metanol merupakan alkohol dengan rantai paling pendek yang berbentuk cairan, dengan pendeknya rantai maka alkohol ini tergolong reaktif sehingga diharapkan meningkatnya produk biodiesel yang dihasilkan. Rasio molar antara minyak dan metanol adalah 1:12, hal ini dikarenakan untuk memaksimalkan produk dapat dilakukan dengan meningkatkan molar reaktan. Semakin tinggi molar reaktan diharapkan reaksi keseimbangan transesterifikasi bergeser ke arah kanan sehingga produk biodiesel yang dihasilkan maksimal.

Setelah proses transesterifikasi selesai dihasilkan beberapa lapisan dalam sistem *refluks*. Lapisan yang paling atas adalah metanol sisa yang tidak bereaksi dengan minyak jarak, lapisan bawahnya merupakan metil ester/biodiesel yang terbentuk, dan lapisan yang paling bawah adalah gliserol dan sisa-sisa katalis. Langkah selanjutnya adalah dipisahkan metanol, gliserol dan sisa katalis, hasil metil ester yang diperoleh dimasukkan ke dalam corong pisah, kemudian ditambahkan dengan aquades. Setelah ditambahkan maka terbentuk 2 lapisan.

Lapisan atas merupakan biodiesel yang diperoleh sedangkan lapisan bawah merupakan campuran air dengan gliserol.

Biodiesel yang diperoleh menggunakan katalis KOH/zeolit 10 dan 20 % saat analisis dengan GC-MS tidak ada puncak yang terbentuk, hal ini menunjukkan tidak ada atau sedikit sekali metil ester yang terbentuk. Tidak adanya puncak dapat dikarenakan biodiesel yang diperoleh terlalu kental sehingga kemungkinan besar masih banyak mengandung pengotor seperti minyak, air, dan metanol. Masih banyaknya pengotor pada biodiesel selain dikarenakan tidak murninya zeolit yang digunakan, hal ini juga dapat dikarenakan kurang maksimalnya proses impregnasi katalis karena hanya berlangsung selama 10 menit sehingga kemungkinan besar banyak ion kalium (K^+) yang belum menempel sempurna pada permukaan zeolit sehingga tidak terjadi pembentukan K_2O . Ini sesuai dengan hasil analisis XRD dimana puncak-puncak K_2O pada katalis KOH/zeolit 10 dan 20 % tidak terdeteksi dan hanya pada katalis KOH/zeolit 30 % terjadi pergeseran puncak yang jelas. Biodiesel yang diperoleh menggunakan katalis KOH/zeolit 30 % hasilnya dapat dianalisis dengan GC-MS menghasilkan konversi metil ester sebesar 82,71 %. Hasil ini menunjukkan semakin banyak KOH yang ditambahkan dalam katalis maka akan semakin baik biodiesel yang dihasilkan. Ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kusuma, dkk. (2012) bahwa katalis yang menghasilkan biodiesel paling tinggi adalah katalis dengan penambahan KOH terbanyak yaitu 100/100 dari berat zeolit.

Mekanisme reaksi transesterifikasi minyak diawali dengan bereaksinya K^+ pada zeolit dengan metanol menghasilkan ion metoksida. Ion metoksida bersifat nukleofil kuat sehingga mampu menyerang gugus karbonil ($C=O$) yang ada pada



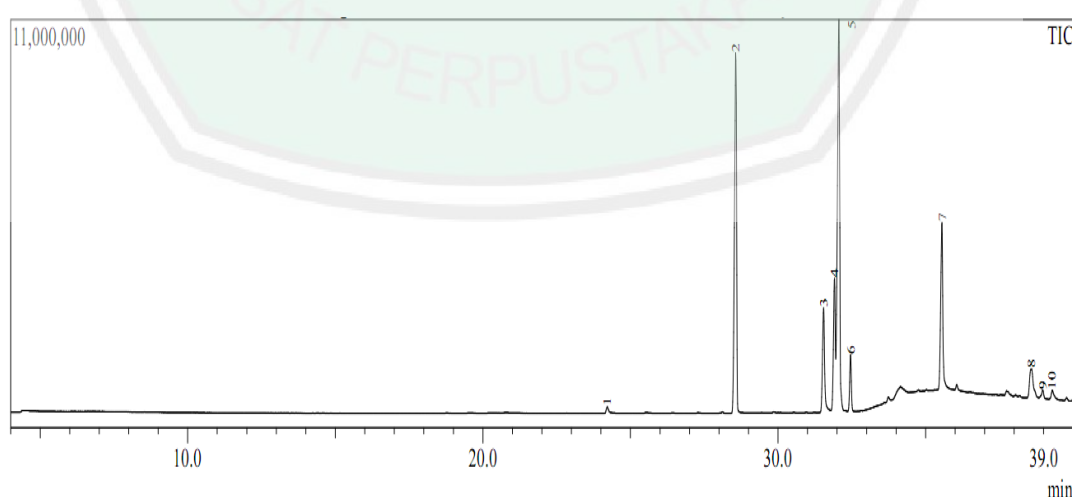
Gambar 4.7 Mekanisme transesterifikasi minyak (Kusuma, dkk., 2012)

minyak (reaksi 1). Penyerangan ini mengakibatkan ikatan *phi* (π) pada gugus karbonil putus sehingga membentuk zat antara tetrahedral dimana atom O kelebihan elektron sehingga bermuatan negatif. Zat antara ini sangat tidak stabil sehingga untuk menstabilkan diri terjadi penataan elektron. Elektron pada atom O yang bermuatan negatif berpindah ke atom C menjadi ikatan rangkap sehingga atom C kelebihan elektron, akibatnya ikatan antara C-O yang terikat pada trigliserida minyak putus (reaksi 2). Hasilnya berupa metil ester dan ion digliserida. Ion digliserida yang dihasilkan sangat reaktif karena adanya kelebihan elektron pada atom O. Elektron pada atom O menyerang atom H pada metanol, sehingga atom H

pada metanol lepas dan hasil akhirnya berupa digliserida dan ion metoksida (reaksi 3). Terbentuknya ion metoksida kembali mengakibatkan ion metoksida menyerang gugus karbonil C'' dan C''' (reaksi 4) sehingga reaksinya berlanjut sampai dihasilkan 2 metil ester lagi dari digliserida dan satu molekul gliserol. Hasil akhir reaksi berupa 3 metil ester dan 1 gliserol. Mekanisme reaksinya ditampilkan pada Gambar 4.7.

4.5 Karakterisasi Biodiesel

Karakterisasi biodiesel bertujuan untuk mengetahui mutu biodiesel yang diperoleh. Karakterisasi biodiesel meliputi kadar air, densitas, titik nyala dan tentunya analisis senyawa-senyawa yang terkandung dalam biodiesel tersebut. Analisis GC-MS bertujuan untuk mengetahui senyawa apa saja yang terkandung dalam biodiesel berdasarkan banyaknya jumlah puncak pada kromatogram GC dan juga dapat untuk meramalkan struktur senyawa tersebut dilihat dari fragmentasi yang dihasilkan pada MS. Hasil analisis GC biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 30 % ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Kromatogram GC biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 30 %

Berdasarkan kromatogram GC tersebut dapat diketahui biodiesel yang dihasilkan terdiri dari 10 senyawa, hal ini ditandai dengan munculnya 10 puncak pada kromatogram tersebut. Banyaknya puncak yang terbentuk menandakan biodiesel yang diperoleh masih adanya pengotor seperti gliserol yang terdeteksi pada puncak ke 8, 9 dan 10. Pengotor lain merupakan minyak yang belum sepenuhnya menjadi metil ester seperti asam linoleat yang terdeteksi di puncak ke 3. Hasil biodiesel sudah cukup baik terlihat dengan banyaknya metil ester yang terbentuk mencapai 82,71 %. Hal ini menunjukkan sebagian minyak telah berubah menjadi metil ester atau biodiesel. Tabel 4.2 menampilkan jenis metil ester yang terdapat dalam biodiesel hasil sintesis.

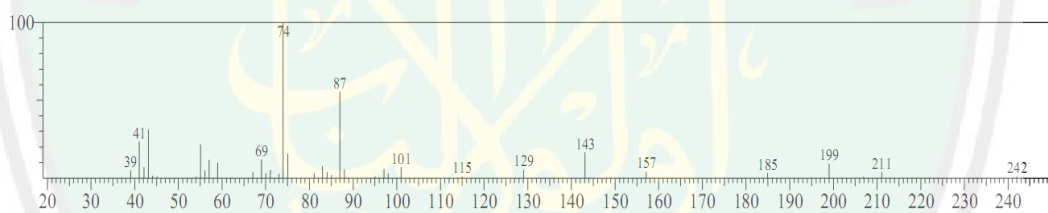
Tabel 4.2 Jenis metil ester pada biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 30 %

Puncak	Waktu Retensi	% Senyawa	Senyawa
1	24,117	0,58	Metil ester miristat
2	28,725	37,80	Metil ester palmitat
4	31,975	6,55	Metil ester linoleat
5	32,065	14,14	Metil ester oleat
6	32,456	5,12	Metil ester stearat
7	35,408	18,52	Metil ester resinoleat

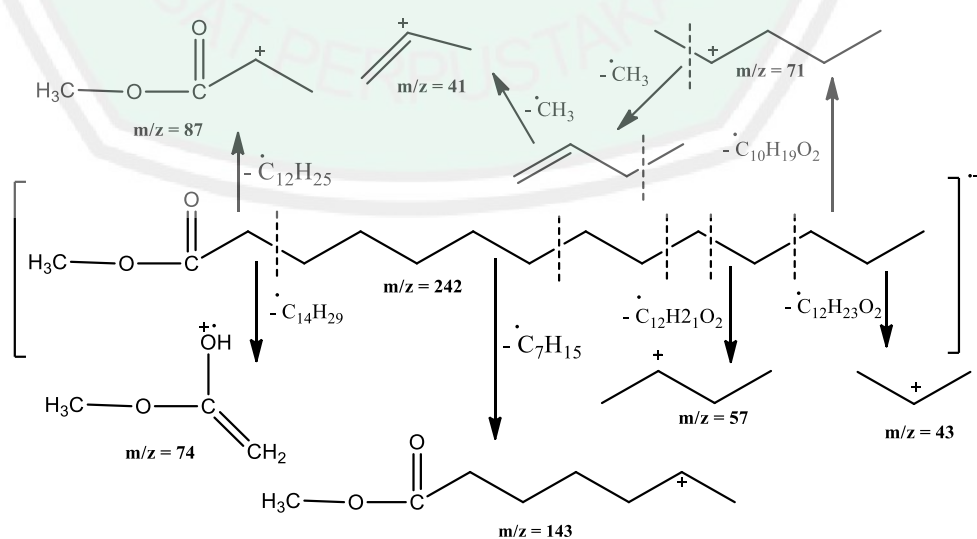
Terjadi perbedaan waktu retensi antara senyawa satu dengan yang lain disebabkan karena adanya perbedaan distribusi dalam fase diam dan fase geraknya. Perbedaan ini dapat disebabkan oleh bentuk struktur senyawa dimana semakin panjang ikatan karbon suatu senyawa maka semakin tinggi titik didihnya dan bersifat semakin non polar. Akibatnya senyawa seperti ini tertahan lebih lama dalam kolom (fase diam) yang bersifat non polar sehingga memiliki waktu retensi

yang lebih lama. Faktor lain yang mempengaruhi waktu retensi adalah jumlah ikatan rangkap pada suatu senyawa dimana semakin banyak ikatan rangkap maka menurunkan titik didih senyawa tersebut dan meningkatkan sifat kepolaran karena elektronegatifitas $Csp^2 > Csp^3$ sehingga senyawa ini lebih terdistribusi ke dalam fase gerak akibatnya waktu retensinya semakin sedikit (Efendy, 2006).

Puncak metil ester pertama dengan waktu retensi 24,117 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 43, 74, 87, 143, dan 242 dengan 74 sebagai puncak dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi standar metil ester miristat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester miristat ditampilkan pada Gambar 4.9 dan 4.10.

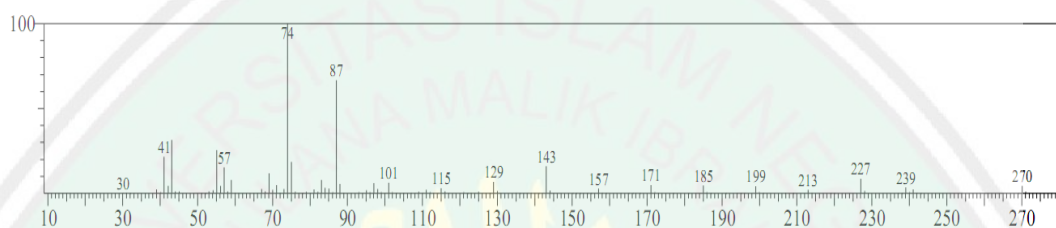


Gambar 4.9 Spektrum massa puncak metil ester pertama

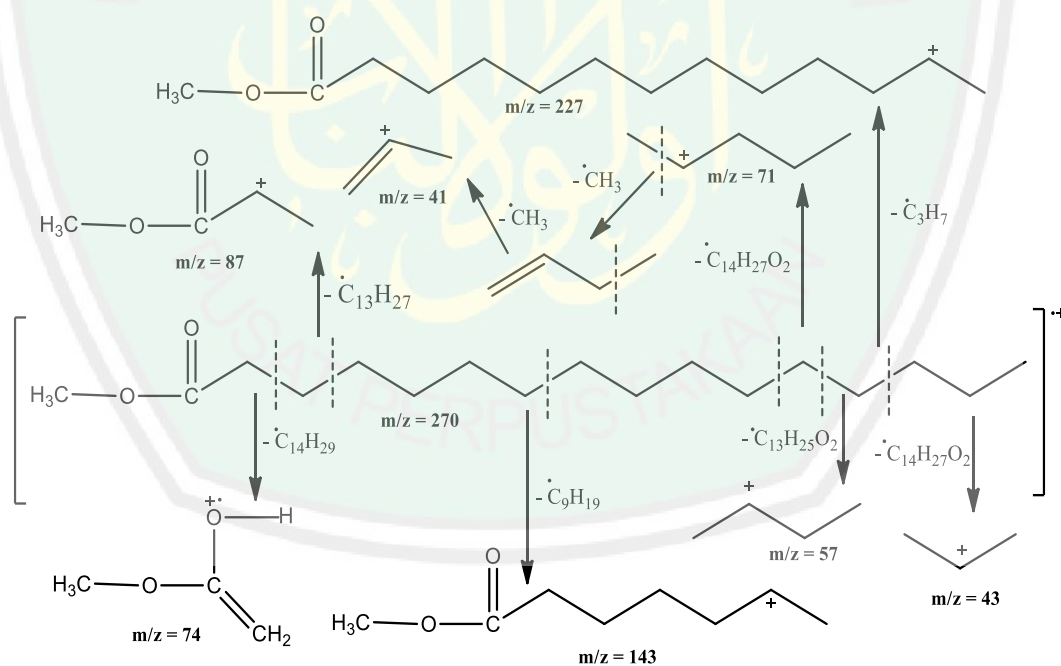


Gambar 4.10 Perkiraan pola fragmentasi metil ester miristat

Puncak metil ester kedua dengan waktu retensi 28,725 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 57, 74, 87, 143, 227, dan 270 dengan 74 sebagai puncak dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi standar metil ester palmitat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester palmitat ditampilkan pada Gambar 4.11 dan 4.12.



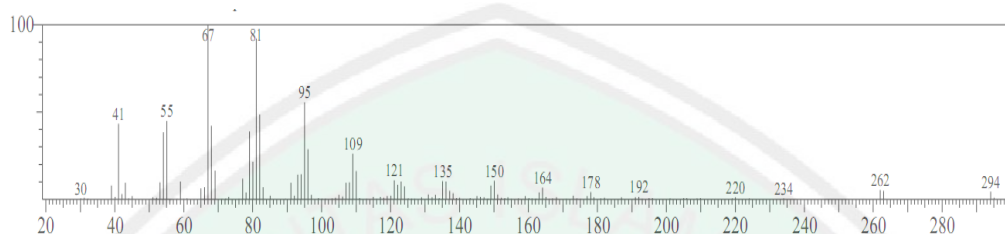
Gambar 4.11 Spektrum massa puncak metil ester kedua



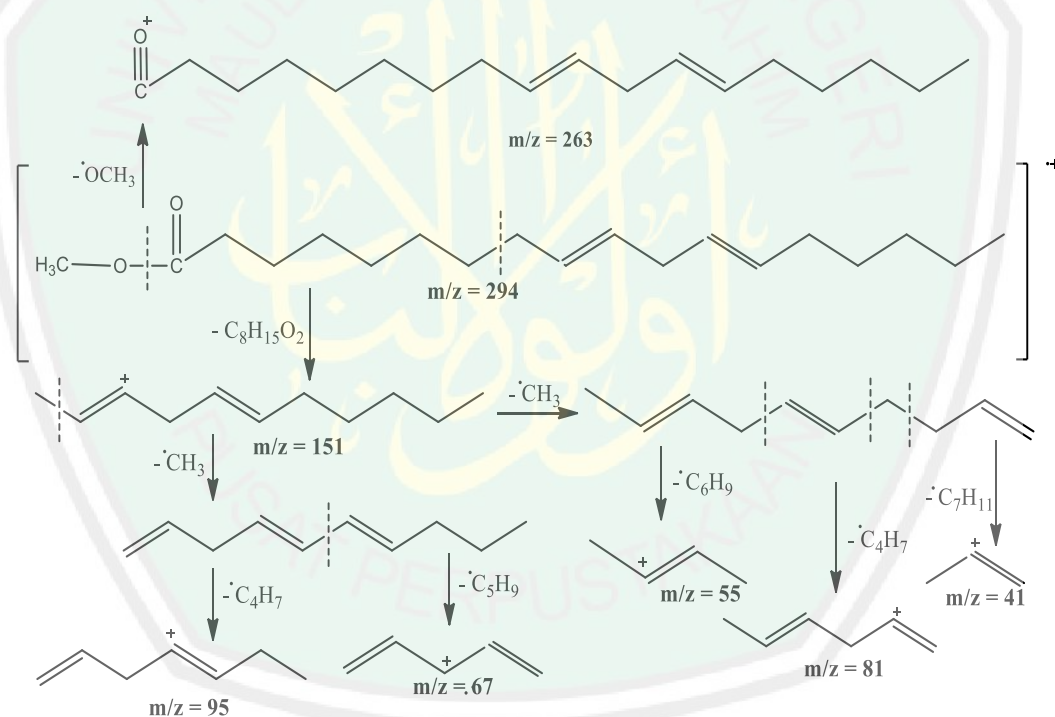
Gambar 4.12 Perkiraan pola fragmentasi metil ester palmitat

Puncak metil ester ketiga dengan waktu retensi 31,975 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 55, 67, 81, 95, 263, dan 294 dengan 67 sebagai puncak

dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi standar metil ester linoleat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester linoleat ditampilkan pada Gambar 4.13 dan 4.14.



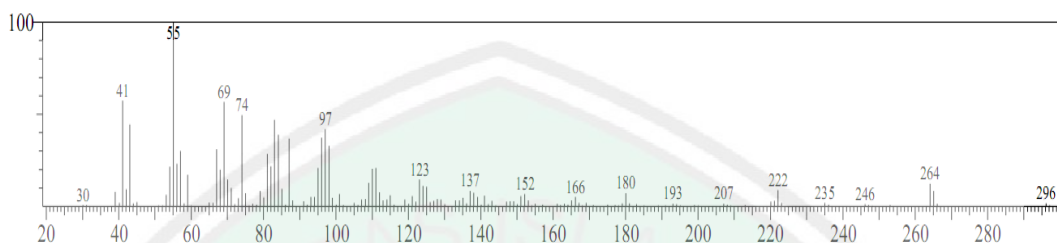
Gambar 4.13 Spektrum massa puncak metil ester keempat



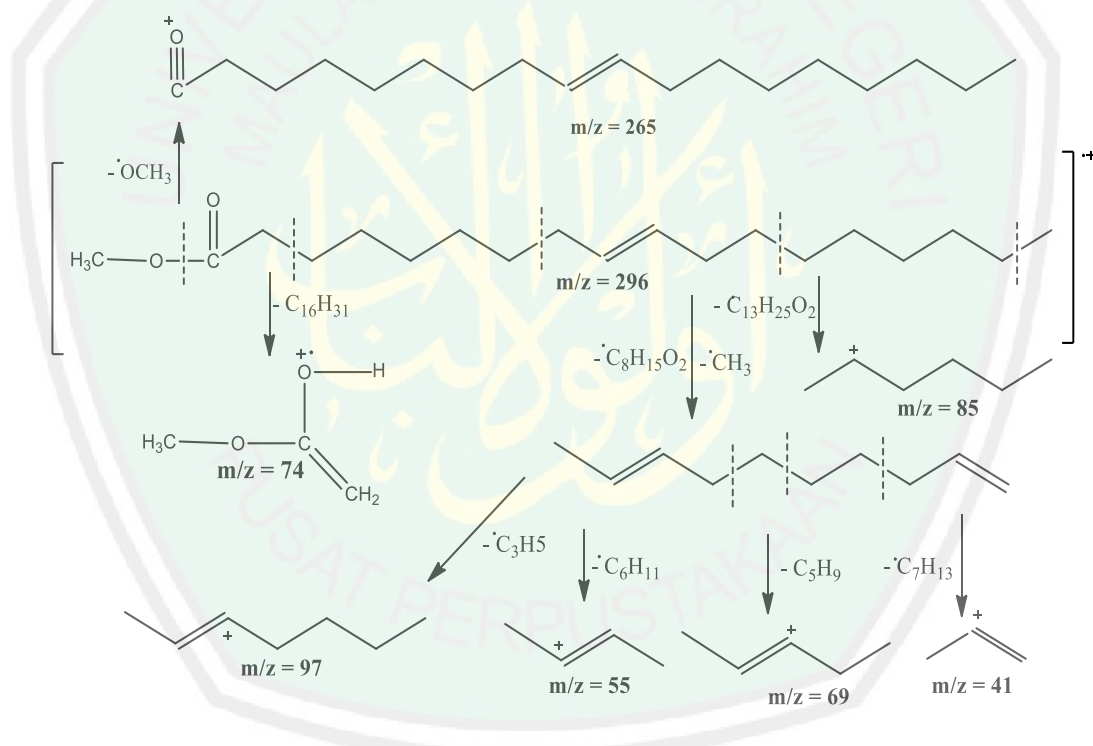
Gambar 4.14 Perkiraan pola fragmentasi metil ester linoleat

Puncak metil ester keempat dengan waktu retensi 32,065 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 55, 69, 74, 85, 97, 222, 265 dan 296 dengan 55 sebagai puncak dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi standar

metil ester oleat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester oleat ditampilkan pada Gambar 4.15 dan 4.16.



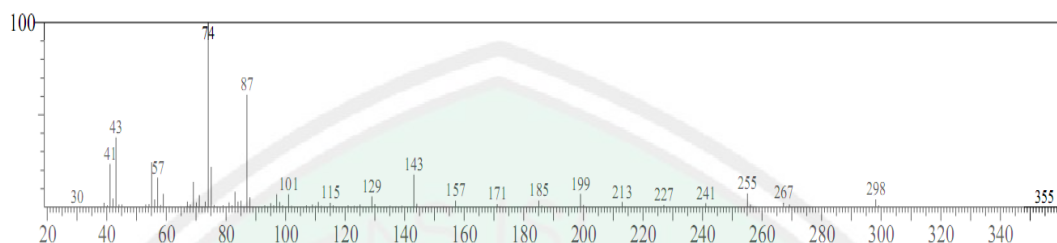
Gambar 4.15 Spektrum massa puncak metil ester kelima



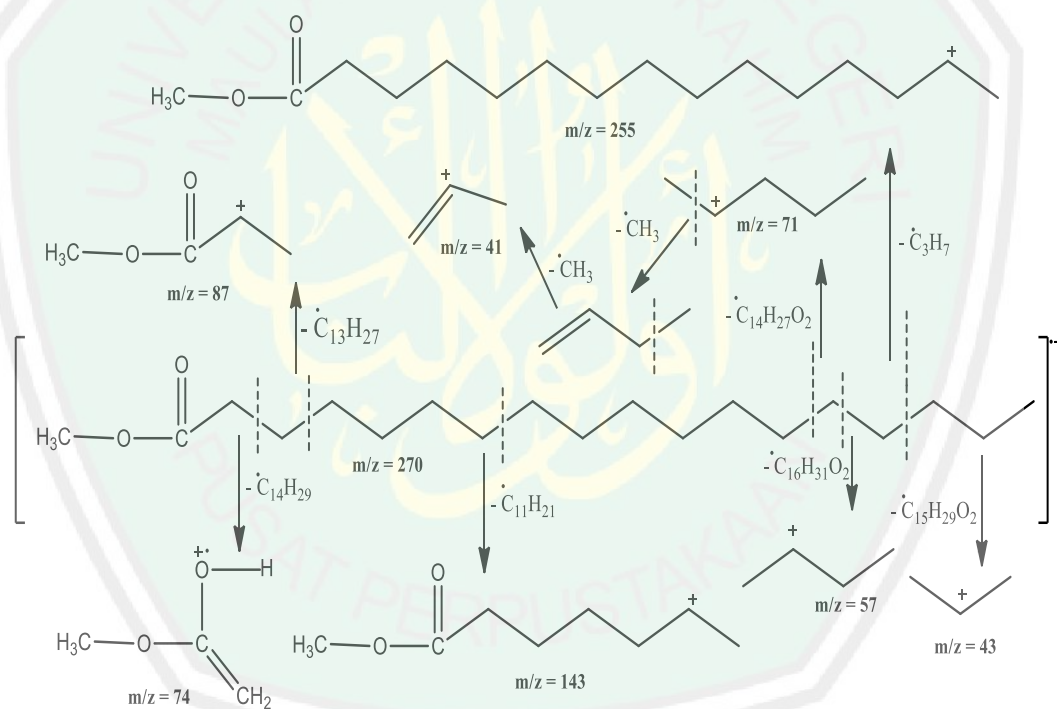
Gambar 4.16 Perkiraan pola fragmentasi metil ester oleat

Puncak metil ester kelima dengan waktu retensi 32,456 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 43, 57, 71, 74, 87, 143, 255, dan 270 dengan 74 sebagai puncak dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi standar

metil ester stearat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester stearat ditampilkan pada Gambar 4.17 dan 4.18.



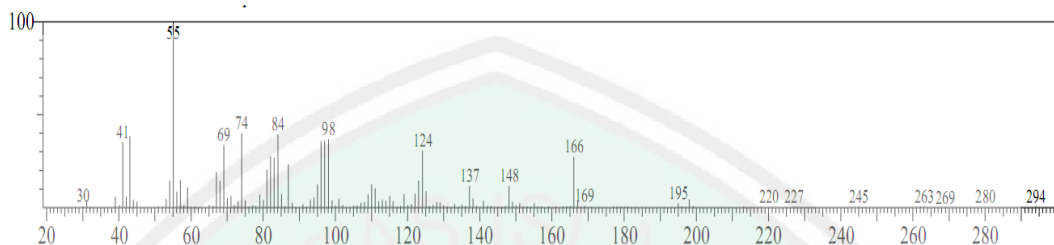
Gambar 4.17 Spektrum massa puncak metil ester kelima



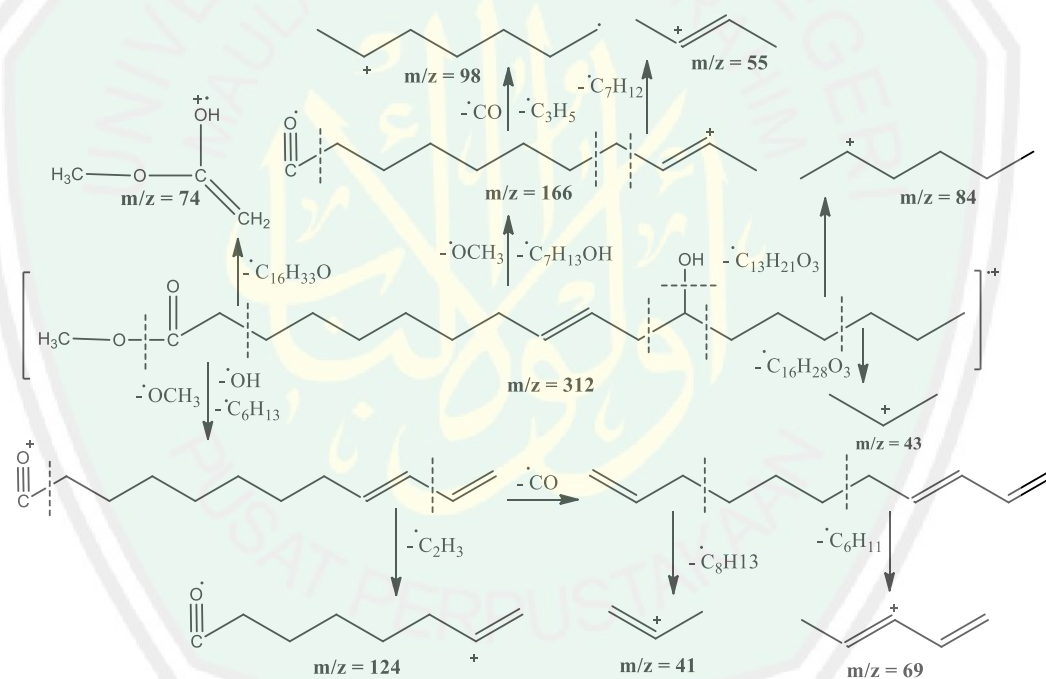
Gambar 4.18 Perkiraan pola fragmentasi metil ester stearat

Puncak metil ester keenam dengan waktu retensi 35,408 menit memiliki fragmentasi m/z sebesar 41, 43, 55, 69, 74, 84, 98, 124, 166, dan 312 dengan 74 sebagai puncak dasar. Pola fragmentasi seperti ini mirip dengan pola fragmentasi

standar metil ester resinoleat. Spektrum massa dan perkiraan fragmentasi metil ester resinoleat ditampilkan pada Gambar 4.19 dan 4.20.



Gambar 4.19 Spektrum massa puncak metil ester keenam



Gambar 4.20 Perkiraan pola fragmentasi metil ester resinoleat

Hasil spektrum massa dan pola fragmentasi metil ester pada biodiesel menunjukkan pola tertentu, dimana pada metil ester yang terdiri dari ikatan jenuh yaitu metil ester miristat, palmitat, dan stearat fragmen dasarnya selalu m/z 74 dan 87, hal ini dikarenakan pada fragmen tersebut merupakan fragmen yang paling

stabil daripada fragmen lainnya. Untuk metil ester yang memiliki ikatan tidak jenuh seperti metil ester oleat dan resinoleat fragmen dasarnya adalah m/z 55 karena fragmen tersebut yang paling stabil daripada fragmen lainnya. Terjadi perbedaan pada metil ester linoleat dimana fragmen dasarnya adalah m/z 67 dan 81, hal ini dikarenakan metil ester linoleat memiliki 2 ikatan C rangkap sehingga ada fragmen lain yang lebih stabil daripada fragmen m/z 55 yaitu fragmen m/z 67 dan 81.

4.5 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

Analisis yang dilakukan pada hasil biodiesel bertujuan untuk mengetahui mutu biodiesel yang dihasilkan. Analisis yang dilakukan meliputi kadar air, densitas dan titik nyala. Analisis kadar air merupakan salah satu indikator mutu biodiesel yang dihasilkan. Kadar air yang tinggi pada bahan bakar dapat menyebabkan turunnya panas pembakaran, berbusa dan bersifat korosif jika bereaksi dengan sulfur. Hasil analisis kadar air biodiesel disajikan dalam Tabel 4.3. Nilai kadar air biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 20 dan 30 % tidak sesuai dengan standar SNI dimana kandungan kadar air dalam biodiesel maksimal 0,05 %. Hal ini dapat dikarenakan proses pencucian dan kurang sempurnanya proses pemisahan sehingga air yang digunakan dalam pencucian masih tercampur dalam biodiesel.

Tabel 4.3 Analisis biodiesel hasil reaksi

Bahan	Kadar air (%) [*]	Densitas (g/mL)	Titik Nyala (°C)
Minyak Jarak	0,0003	0,946	-
KOH/Zeolit 10 %	0,0096	0,923	168
KOH/Zeolit 20 %	0,0511	0,921	160
KOH/Zeolit 30 %	0,2529	0,902	162

^{*} Kadar air biodiesel setelah ditambahkan Na_2SO_4 berlebih

Densitas atau massa jenis merupakan salah satu parameter kualitas biodiesel. Nilai densitas merupakan indikator banyak tidaknya zat-zat pengotor dalam biodiesel. Pengotor yang mungkin ada pada biodiesel yang dihasilkan seperti air, sabun dan sisa minyak, katalis maupun metanol. Adanya zat pengotor pada biodiesel dapat mengakibatkan nilai densitas biodiesel tidak sesuai dengan mutu yang diharapkan. Nilai densitas biodiesel yang dihasilkan disajikan dalam Tabel 4.3. Nilai densitas biodiesel menurut SNI sekitar 0,85 sampai 0,89 g/mL. Hal ini menunjukkan biodiesel yang dihasilkan tidak sesuai dengan standar SNI karena nilainya melebihi 0,89 g/mL. Kelebihan nilai densitas pada biodiesel yang dihasilkan dikarenakan dalam biodiesel masih adanya zat pengotor seperti gliserol, minyak dan tentunya air, hal ini dikarenakan uji densitas semua biodiesel airnya tidak dihilangkan dahulu dengan Na_2SO_4 sehingga dapat mempengaruhi nilai densitasnya.

Titik nyala merupakan indikasi tinggi rendahnya volatilitas dan kemampuan terbakar suatu bahan. Titik nyala merupakan syarat mutu biodiesel yang bertujuan sebagai batas aman terhadap bahaya kebakaran selama penyimpanan, penanganan dan transportasi. Standar SNI batas minimum titik nyala biodiesel sebesar 100 °C sehingga semua biodiesel yang dihasilkan memenuhi standar SNI, hal ini menunjukkan biodiesel yang dihasilkan cukup aman untuk disimpan dalam waktu lama.

4.6 Integrasi Penelitian dengan Islam

Terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah SWT dalam penciptaan langit dan bumi. Allah SWT menciptakan langit tanpa tiang, menciptakan gunung-gunung, mengembangbiakan segala jenis binatang dan menurunkan air hujan untuk

menumbuhkan segala macam tumbuhan. Ini merupakan sebagian kecil tanda-tanda kekuasaan Allah SWT. Allah SWT berfirman dalam surah Luqman ayat 10:

خَلَقَ السَّمَاوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا ۚ وَالْأَرْضِ فِي الْأَرْضِ رَوَاسِيَ أَنْ تَمِيدَ بِكُمْ وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ ۚ وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ (١٠)

“Dia menciptakan langit tanpa tiang yang kamu melihatnya dan Dia meletakkan gunung-gunung (di permukaan) bumi supaya bumi itu tidak menggoyangkan kamu; dan memperkembang biakkan padanya segala macam jenis binatang. Dan Kami turunkan air hujan dari langit, lalu Kami tumbuhkan padanya segala macam tumbuh-tumbuhan yang baik.”

Langit yang ada sekarang sampai tiba hari kiamat merupakan langit yang kokoh tanpa adanya tiang satu pun. Semua benda langit bergerak tanpa adanya tiang yang menyangga dan tidak khawatir akan roboh. Hal ini dapat terjadi atas kehendak Allah SWT. Dipermukaan bumi terlihat gunung-gunung yang menjulang tinggi dan tanpa disadari gunung-gunung tersebut juga menancap ke dalam perut bumi, dengan adanya gunung-gunung yang seperti ini maka bumi menjadi stabil dan tidak tergoyangkan. Allah SWT dapat mengembangkan semua jenis binatang, baik binatang yang paling sederhana seperti bakteri maupun binatang tingkat tinggi seperti mamalia tentunya dengan cara dan proses masing-masing. Hal ini dapat menjadi pembelajaran bagi kaum yang memikirkan dan bertaqwa kepada Allah SWT.

Allah SWT menurunkan air hujan dan menumbuhkan bermacam-macam tumbuhan yang baik. Baik disini dapat bermakna indah dipandang maupun dalam segi pemanfaatannya. Penelitian ini menggunakan minyak jarak. Tanaman jarak merupakan tanaman yang tidak terlalu indah dipandang, buahnya yang dapat menghasilkan minyak juga tidak dapat digunakan dalam minyak pangan, akan

tetapi dari segi pemanfaatan untuk energi mempunyai manfaat yang besar. Minyak jarak jika diolah dengan baik dapat menjadi bahan yang sangat berguna seperti biodiesel. Hal ini menunjukkan bahwa segala sesuatu baik yang ada di langit maupun yang ada di bumi diciptakan Allah SWT tidak ada yang sia-sia, ini sesuai dengan tafsir Quraish Shihab bahwa makhluk yang kami saksikan menjadi bukti atas kesempurnaan penciptaanMu. Penjelasan ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surah Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٠)
الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ
رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka.”

Contoh lain segala sesuatu yang diciptakan Allah SWT tidak ada yang sia-sia adalah zeolit. Zeolit merupakan batuan alam yang berharga murah karena jarang dimanfaatkan untuk sesuatu yang produktif. Penelitian ini menggunakan zeolit sebagai katalis yang berperan penting dalam pembuatan biodiesel. Sesuatu yang berharga murah jika dapat dimanfaatkan dapat menjadi sesuatu yang penting. Hal ini menunjukkan bahwa sesuatu yang tidak terlalu berguna dapat menjadi lebih bermanfaat dengan adanya ilmu. Inilah pentingnya bagi kita untuk mempelajari tanda-tanda kekuasaan Allah SWT baik yang ada di langit maupun yang ada di bumi untuk menjadi manusia yang lebih bertaqwa.

Penelitian ini menggunakan zeolit alam Bandung, dimana hasilnya kurang memuaskan untuk digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel. Penelitian terdahulu yang tidak menggunakan zeolit bandung hasilnya cukup baik, hal ini menunjukkan bahan yang digunakan dapat mempengaruhi hasil yang didapatkan. Ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surah al A'la ayat 1-3:

سَبِّحْ اسْمَ رَبِّكَ الْأَعْلَى (١) الَّذِي خَلَقَ فَسَوَّى (٢) وَالَّذِي قَدَّرَ فَهَدَى (٣)

”Sucikanlah nama Tuhanmu Yang Maha Tinggi. yang menciptakan, dan menyempurnakan (penciptaan-Nya). dan yang menentukan kadar (masing-masing) dan memberi petunjuk”.

Allah SWT menciptakan segala sesuatu dan menentukan kadarnya sesuai dengan bagian-bagiannya (tafsir Al-Jalalain). Hikmah yang dapat diambil bahwa Allah SWT yang menentukan kadar/kandungannya zeolit alam Bandung berbeda dengan zeolit alam lain, ini sebagai petunjuk bagi manusia dalam memahami penciptaan langit dan bumi sehingga dapat meningkatkan ilmu maupun keimanan kita terhadap Allah SWT.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Puncak K_2O pada katalis zeolit modifikasi tidak terbentuk, akan tetapi selama proses modifikasi terjadi interaksi antara KOH dan zeolit sehingga mengakibatkan pengurangan puncak zeolit pada $2\theta(^{\circ}) = 22$ dan pergeseran puncak pada $2\theta(^{\circ}) = 25,6$ dan $27,6$. Semakin tinggi konsentrasi KOH yang ditambahkan maka pergeseran puncaknya semakin besar. Biodiesel yang dihasilkan dengan katalis KOH/zeolit 10 dan 20 % tidak terbentuk puncak saat dianalisis dengan GC-MS karena terlalu kentalnya biodiesel yang dihasilkan, sedangkan biodiesel dengan katalis KOH/zeolit 30 % menghasilkan konversi biodiesel sebesar 82,71 %.
2. Karakterisasi GC-MS biodiesel yang menggunakan katalis KOH/zeolit 30 % menghasilkan 10 senyawa dengan puncak metil ester sebanyak 6 senyawa. Uji kadar air dan densitas menunjukkan biodiesel yang dihasilkan tidak sesuai dengan standar SNI, sedangkan uji titik nyala memenuhi standar SNI.

5.2 Saran

1. Zeolit yang digunakan tidak terlalu murni, sehingga perlu pemilihan zeolit yang lebih murni lagi untuk memaksimalkan proses modifikasi.
2. Perubahan metode diperlukan untuk memaksimalkan pembentukan biodiesel dengan cara menambahkan, konsentrasi KOH, suhu kalsinasi dan waktu reaksi transesterifikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin dan Latifah. 2015. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Menggunakan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 2(4).
- Aziz, I., Nurbayati, S., dan Ulum, B. 2011. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Valensi*. 2(3): 443-448.
- Aziz, I., Nurbayati, S., dan Hakim, A. R. 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel . *Valensi*. 2(5): 541-547.
- Botianovi, A.. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (Cetyl trimethyl ammonium bromide). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Darmayanti, N. C. E., Azwar, M., dan Budi, B. 2000. Identifikasi Kandungan Senyawa kimia pada Pasir Mmineral. Prosiding Seminar nasional Bahan Magnet 1. 58:40-43.
- Effendy. 2006. *Seri Buku Ikatan Kimia dan Kimia Anorganik Teori VSEPR Kepolaran dan Gaya Antar Molekul*. Malang: Banyumedia Publishing.
- Enggawati, E. R., dan Ediaty, R. 2013. Pemanfaatan Kulit Telur Ayam dan Abu Layang Batubara sebagai Katalis Heterogen untuk Transesterifikasi Minyak Nyamplung. *Jurnal Sains dan Semi Pomits*. 2(1).
- Gerpen, J.V., Shanks, B., Pruszek, R., Clements, D., dan Knothe, G. 2004. *Biodiesel Production Technology*. United State of America: National Renewable Energi Laboratory.
- Husin, H., Mahidin, dan Marwan. 2011. Studi Penggunaan Katalis Abu Sabut Kelapa, Abu Tandan Sawit, dan K_2CO_3 untuk Konversi Minyak Jarak Menjadi Biodiesel. *Reaktor*. 13(4): 254-261.
- Ingmanson, D. E., J. W. William. 1985. *Oceanograh*. California: Wadsworth Publishing Company.
- Intarapong, P., Iangthanasat, S., Luengnaruemitcha, A., dan Jai, S. 2013. Activity and basic properties of KOH/mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*. 22: 690-700.
- Ketaren, S. 2008. *Pengantar Teknologi Minyak Dan Lemak Pangan*. Jakarta: Ui-Press.

- Kin, C. M., Aslah, H., Zalnab, R. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Pencerpapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Plastik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 7: 69-79.
- Knothe, G., Gerpen, J. V., dan Krahl, J. 2005. *The Biodiesel Handbook*. United States of America: AOCS Press.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., dan Ismadji, S. 2011. Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis Murah dalam Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia*. Surabaya: ITS Surabaya.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F. E., dan Ismadji, S. 2012. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of Palm oil. *Applied Clay Science*. 74: 121-126.
- Mahalli, Jalaluddin dan Jalaluddin A. S. 2000. *Tafsir Jalalain*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Najar, Zaghlul al. 2007. Ayat al-Kawniyyat fi Al-Qur'an. Kaheran, Mesir: Maktabat al-Dawliyyat.
- Pena, R., Romero, R., Martinez, S. L., Ramos, M. J., Martinez, A., dan Natividad, R. 2009. Transesterification of Castor Oil: Effect of Catalyst and Co-Solvent. *Industrial Engineering Chemistry Research*. 48: 1186-1189.
- Rakmae, S., Keawkumay, C., Osakoo, N., Montalbo, K. D., Leon, R. L., Kidkhunthod, P., Chanlek, N., Roessner, F., Prayoonpokarach, S., dan Wittayakun, J. 2016. Realization of Active Species in Potassium Catalysts on Zeolite NaY Prepared by Ultrasound-assisted Impregnation with Acetate Buffer and Improved Performance in Transesterification of Palm Oil. *Fuel*. 184: 512-517.
- Rianto, L. B., Amalia, S., Khalifah, S. N. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Alchemy*. 2(1): 58-67.
- Saba, T., Estephane, J., Khoury, B., Khoury, M., Khazma, M., Zakhem, H., dan Aouad, S. 2015. Biodiesel production from refined sunflower vegetable oil over KOH/ZSM5 Catalysts. *Renewable Energy*. 90: 301-306.
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sunlick, K. S., dan Bang, B. J. H. 2010. Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. *Advanced Materials*. 22: 295-326.
- SNI. 2006. *Standar Biodiesel*. SNI-04-7182-2006. Jakarta: Standar Nasional Indonesia.

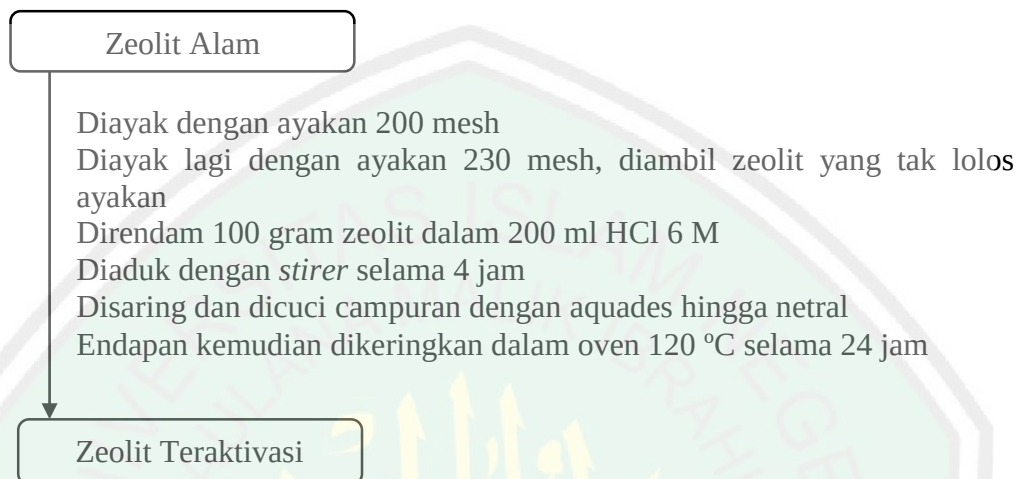
- Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., dan Maukar, A. L. 2010. KOH/Bentonite Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied Clay Science, In Press, Corrected Proof*. 53: 341-346.
- Supamathanon, N., Wittayakun, J., dan Prayoonpokarach, S. 2011. Properties of Jatropha seed oil from Northeastern Thailand and its Transesterification Catalyzed by Potassium Supported on NaY Zeolite. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 17: 182-185.
- Utomo, Anthony Satriyo. 2011. Preparasi NaOH/Zeorit Sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Secara Transesterifikasi. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Progam Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Widyanti, M., Emmanuela, dan Kasdadi, J. 2002. Aplikasi Metode Mike Pelly dan Foolproof dalam Pembuatan Biodiesel. 1: 3-6.



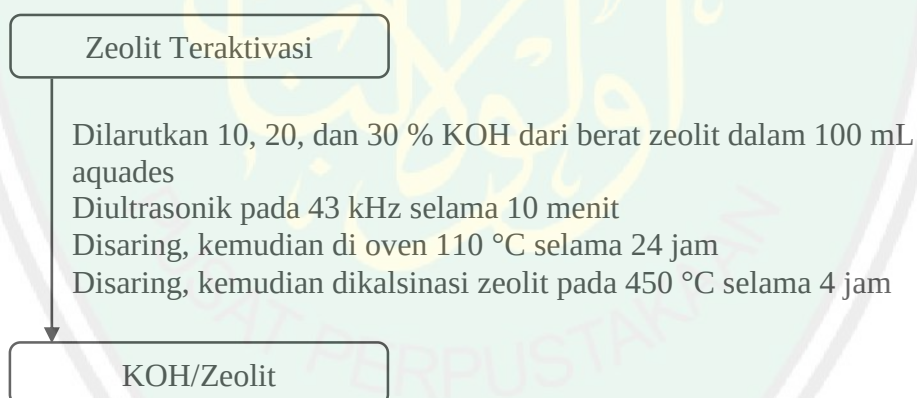
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

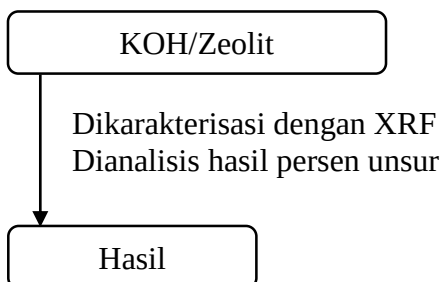
L.1.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit



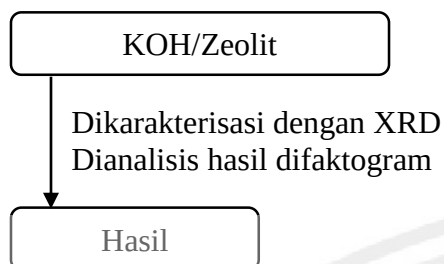
L.1.2 Modifikasi Katalis



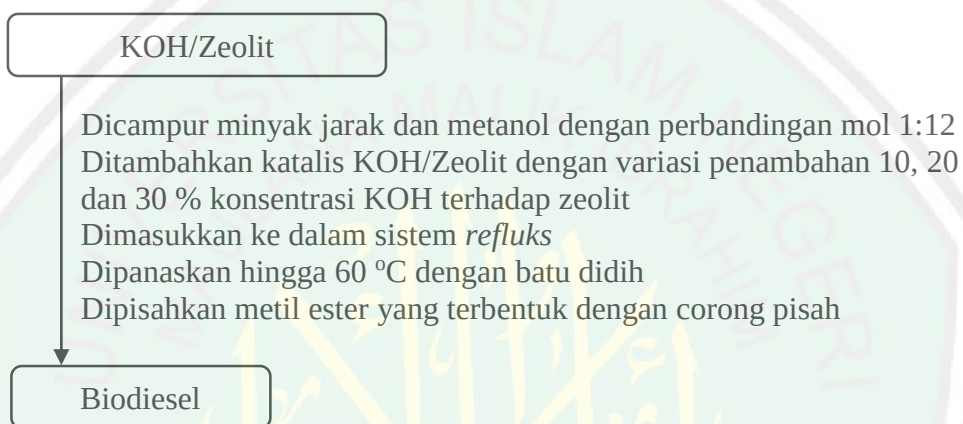
L.1.3 Karakterisasi Zeolit Sebelum dan Sesudah Aktivasi dengan XRF



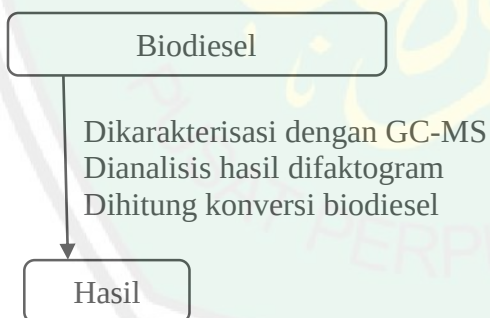
L.1.4 Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit dengan XRD



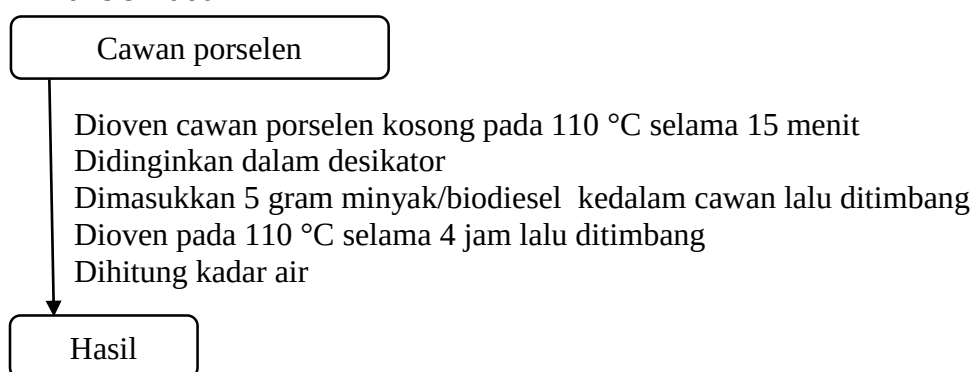
L.1.5 Pembuatan Biodiesel



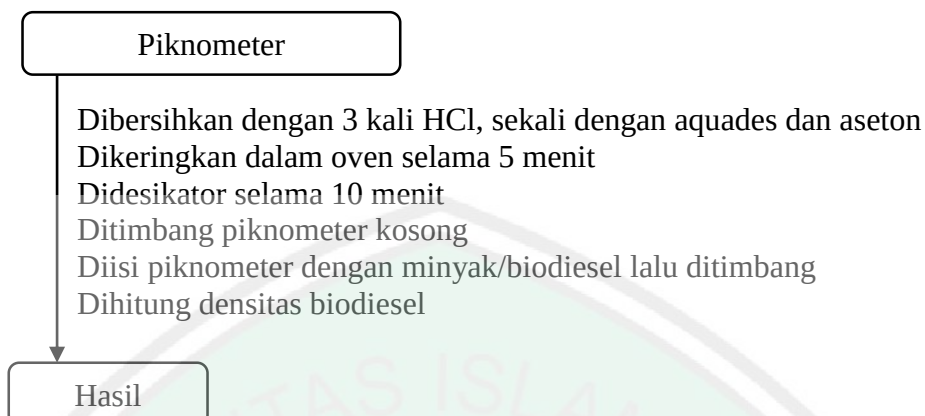
L.1.6 Karakterisasi Hasil Biodiesel dengan GC-MS



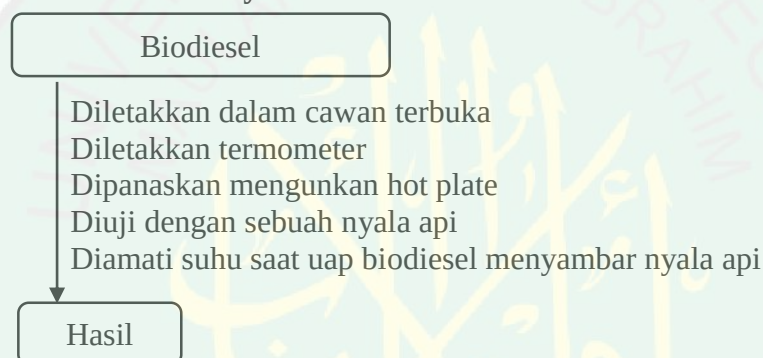
L.1.7 Analisis Kadar Air



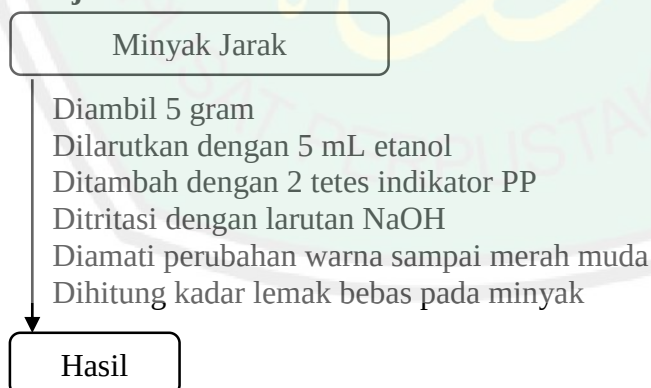
L.1.8 Analisis Penentuan Densitas



L.1.9 Analisis Titik Nyala



L.1.10 Uji Kadar Asam Lemak Bebas



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Pengenceran HCl

1. Penentuan Konsentrasi Larutan pekat HCl

$$\begin{aligned}\text{Massa jenis HCl} &= 1,19 \text{ kg/L} \\ &= 1190 \text{ g/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa 1 L HCl pekat} &= 1190 \text{ g/L} \times 1 \text{ L} \\ &= 1190 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa HCl dalam 1 L larutan pekat} &= 37 \% \times 1190 \text{ g} \\ &= 440,3 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mr HCl} &= 36,5 \text{ g/mol} \\ [\text{HCl } 37 \%] &= 440,3 \text{ g} / (36,5 \text{ g/mol} \times 1\text{L}) \\ &= 12,06 \text{ M}\end{aligned}$$

2. Pengenceran HCl menjadi 6 M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 12,06 \text{ M} \times V_1 &= 6 \text{ M} \times 500 \text{ mL} \\ V_1 &= 248,75 \text{ mL}\end{aligned}$$

L.2.2 Persen KOH dalam Zeolit

$$\begin{aligned}\text{Diketahui massa zeolit yang digunakan} &= 50 \text{ gram} \\ \text{Untuk} &= 10\% \text{ KOH} = 10 \% \times 50 = 5 \text{ gram} \\ &20\% \text{ KOH} = 20 \% \times 50 = 10 \text{ gram} \\ &30\% \text{ KOH} = 30 \% \times 50 = 15 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.2.3 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Perbandingan mol minyak dengan metanol 1:12

Volume minyak = 100 mL

Densitas minyak jarak saat dilakukan analisis pendahuluan = 0,94 g/mL

Berat molekul minyak jarak dengan kadar asam resinoleat mencapai 90 % = 928,30 g/mol

$$\begin{aligned}\text{Massa minyak} &= \rho \text{ minyak} \times \text{volume minyak} \\ &= 0,94 \text{ g/mL} \times 100 \text{ mL} = 94 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol minyak} &= \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}} \\
 &= \frac{94 \text{ gram}}{928,30 \text{ gram/mol}} \\
 &= 0,101 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol metanol} &= 12/1 \times \text{mol minyak} \\
 &= 12/1 \times 0,108 \text{ mol} \\
 &= 1,215 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa metanol} &= \text{BM metanol} \times \text{mol metanol} \\
 &= 32 \text{ g/mol} \times 1,215 \text{ mol} \\
 &= 38,883 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume metanol} &= \frac{\text{massa metanol}}{\rho \text{ metanol}} \\
 &= \frac{41,472 \text{ gram}}{0,7918 \text{ g/mL}} = 49,108 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

L.2.4 Perhitungan Kadar Air

$$\text{Kadar air \%} = \frac{W_2 - W_3}{W_1}$$

1. Minyak Jarak

$$\text{Kadar air \%} = \frac{45,4650 - 45,4644}{45,4650 - 43,8176} \times 100 = 0,0003 \%$$

2. Biodiesel 10%

$$\text{Kadar air \%} = \frac{31,5092 - 30,5125}{31,5092 - 31,4582} \times 100 = 0,0511 \%$$

3. Biodiesel 20%

$$\text{Kadar air \%} = \frac{32,3805 - 32,3569}{32,3805 - 29,4738} \times 100 = 0,0096 \%$$

4. Biodiesel 30%

$$\text{Kadar air \%} = \frac{31,8474 - 28,4524}{31,8474 - 30,9887} \times 100 = 0,2529 \%$$

L.2.5 Perhitungan Densitas

$$\rho = \frac{m}{V}$$

1. Minyak jarak

$$\rho = \frac{23,5 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = 0,94 \text{ g/mL}$$

2. Biodiesel 10%

$$\rho = \frac{23,1 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = 0,924 \text{ g/mL}$$

3. Biodiesel 20%

$$\rho = \frac{23,05 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = 0,922 \text{ g/mL}$$

4. Biodiesel 30%

$$\rho = \frac{23,42 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = 0,9368 \text{ g/mL}$$

2.6 Perhitungan kadar asam lemak bebas (FFA)

Konsentrasi NaOH yang digunakan;

$$M = \frac{\text{Massa}}{Mr} \times \frac{1000}{\text{mL}}$$

$$M = \frac{0,4 \text{ g}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$= 0,1 \text{ M}$$

$$N = n \times M$$

$$= 1 \times 0,1 \text{ M}$$

$$= 0,1 \text{ N}$$

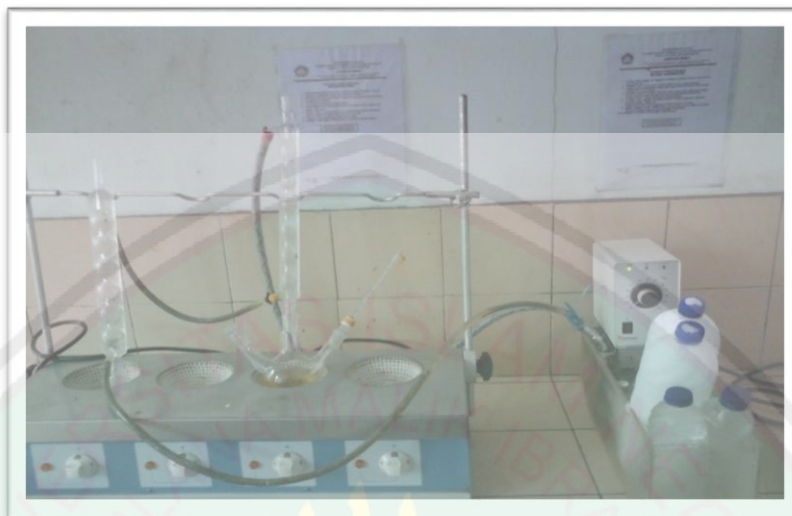
Volume NaOH yang digunakan dalam tritasi = 1 mL

$$\% \text{ FFA} = \frac{V \times N \times BM \text{ NaOH}}{\text{Massa sampel (g)} \times 1000} \times 100$$

$$\begin{aligned} \% \text{ FFA} &= \frac{1 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} \times 40 \text{ g/mol}}{5 \text{ g} \times 1000} \times 100 \\ &= 0,08 \% \end{aligned}$$

Lampiran 3. Dokumentasi

L.3.1 Proses Reaksi Transesterifikasi

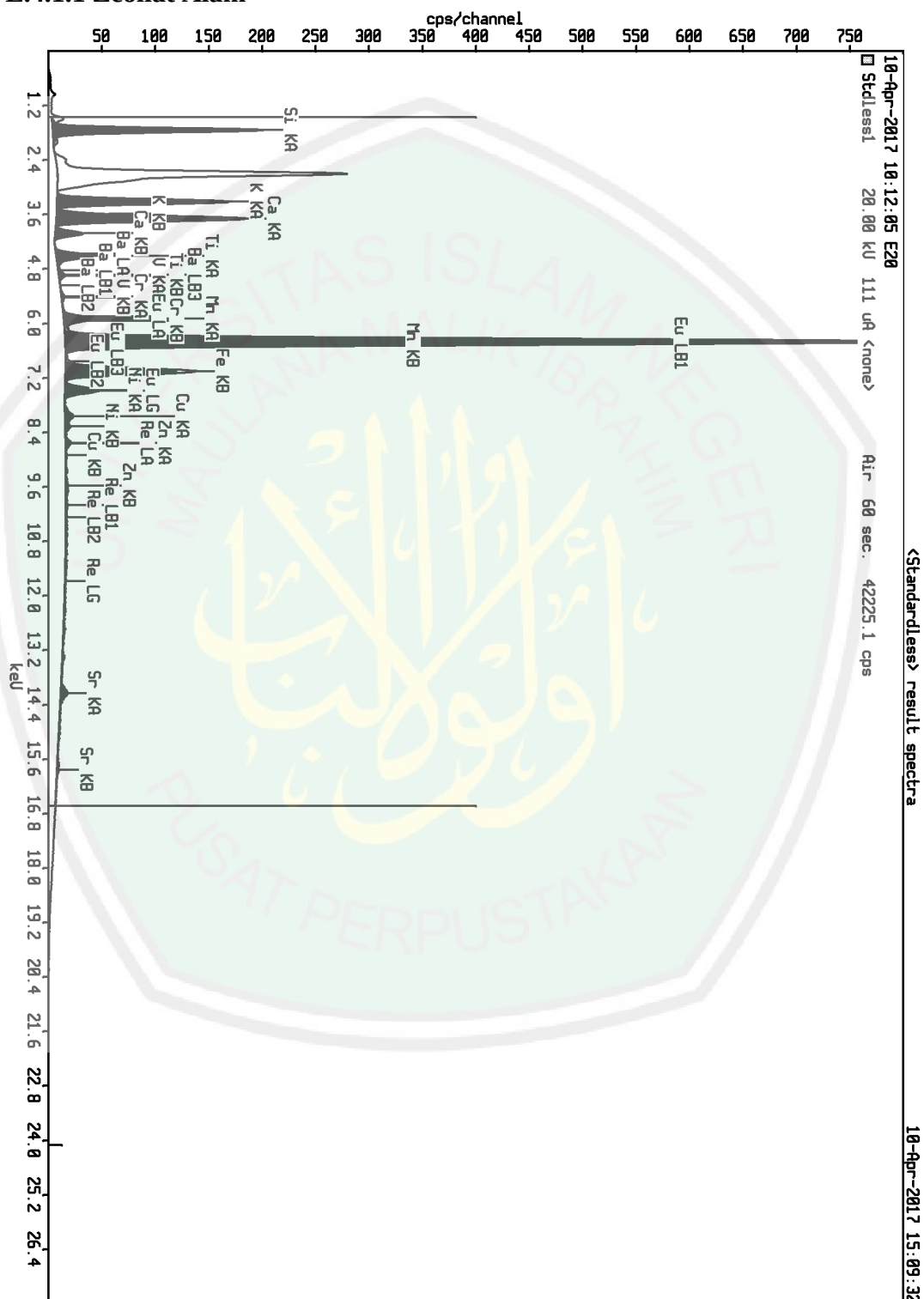


L.3.2 Hasil Transesterifikasi dan Pemisahan Biodiesel dengan Corong Pisah

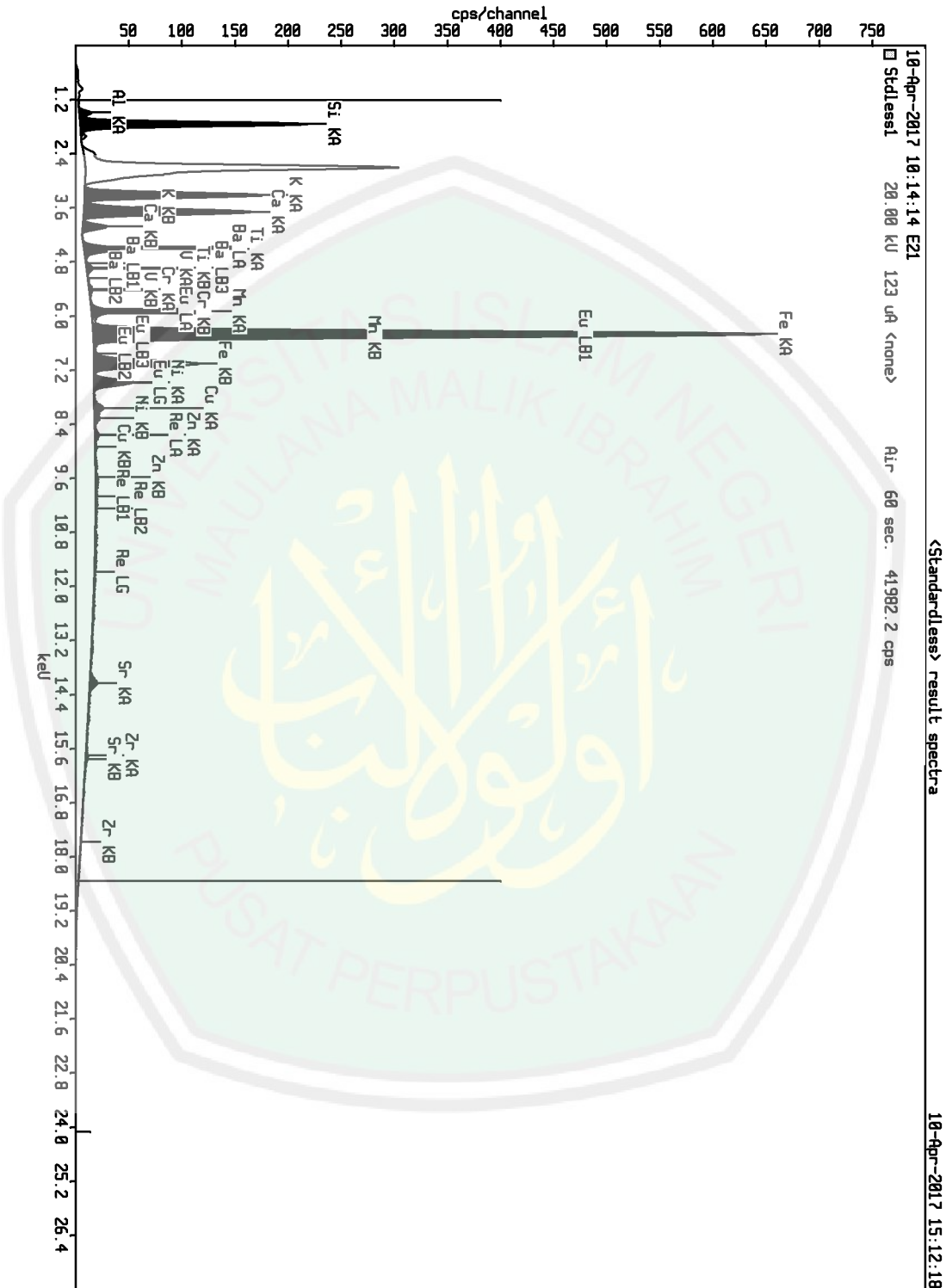


L.4.1. Hasil Karakterisasi XRF

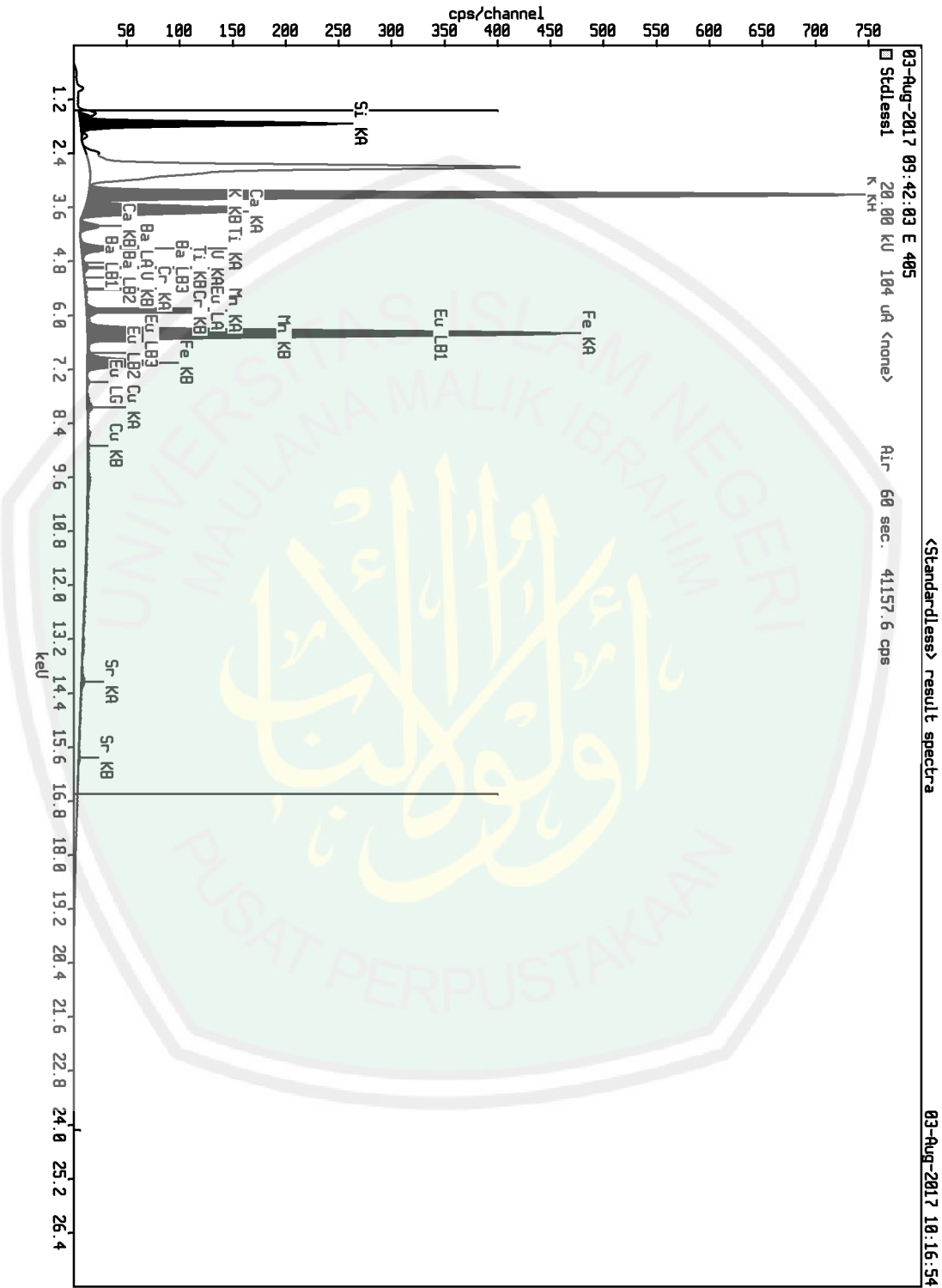
L.4.1.1 Zeoliat Alam



L.4.1.2 Zeolit Aktivasi



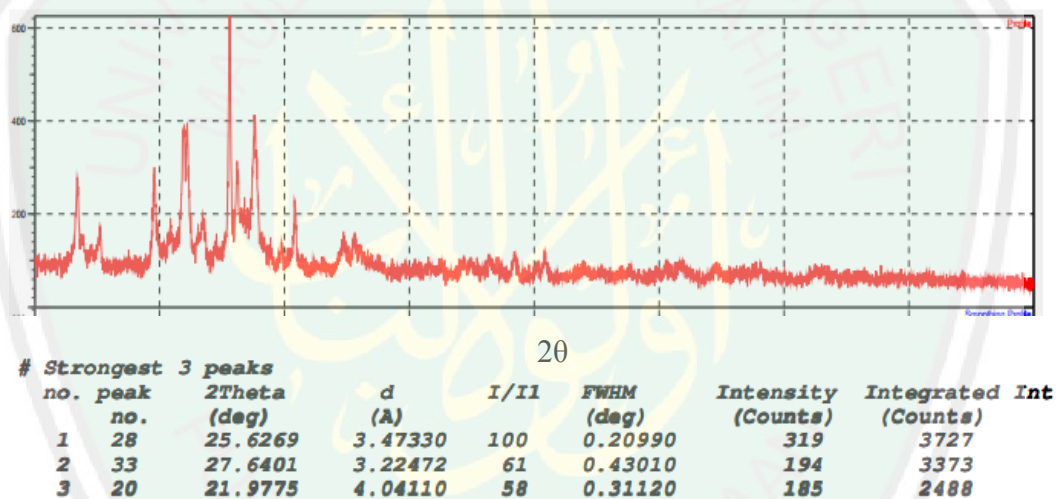
L.4.1.3 Zeolit Modifikasi



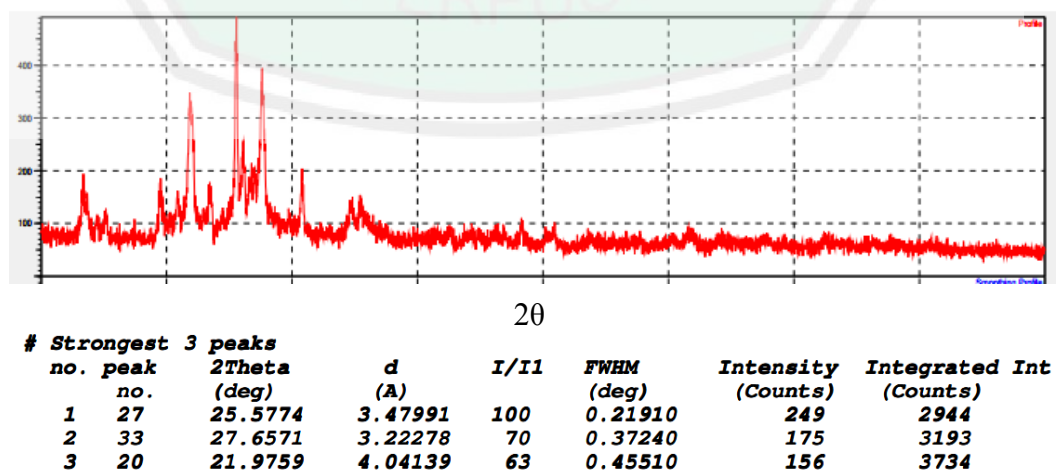
L.4.2 Hasil Karakterisasi XRD

Diffr type : X pert MPD
 Diffr Number : Cu
 Anode : Cu
 Labda Alpha 1 : 1.54060
 Labda Alpha 2 : 1.54443
 Ratio alpha 21 : 0.50000
 Generator Voltage : 40 Kv
 Tube Current : 30 A
 Data Angle Range : 10-90 ($^{\circ}2\theta$)

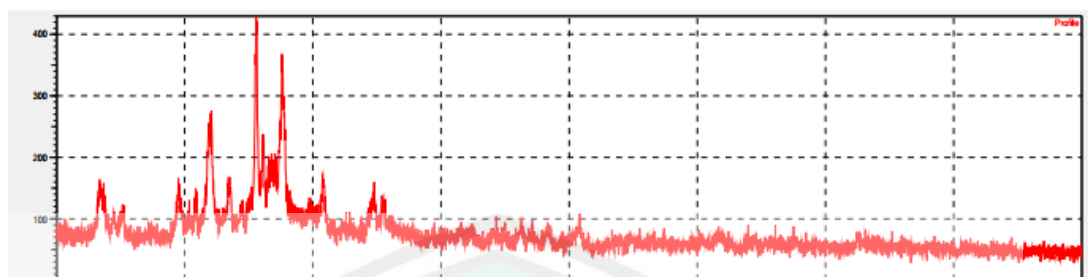
L.4.2.1 Hasil Karakterisasi Standar Zeolit



L.4.2.2 Hasil Karakterisasi KOH 10 %



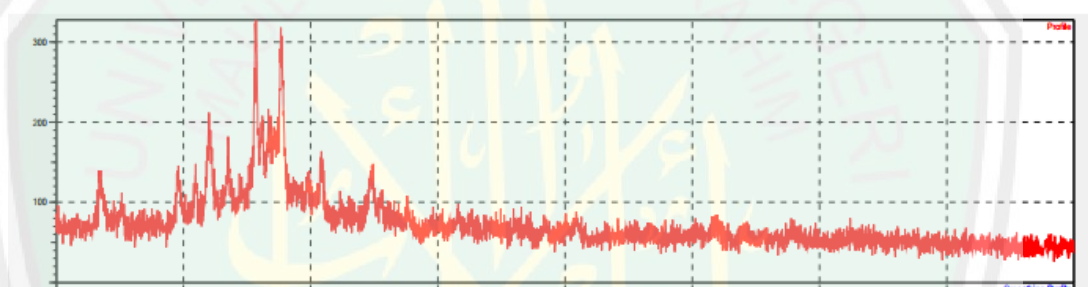
L.4.2.3 Hasil Karakterisasi KOH 20 %



2θ

# Strongest 3 peaks							
no. peak	no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	27	25.6002	3.47686	100	0.22680	204	2497
2	33	27.6423	3.22447	75	0.39720	153	2548
3	19	22.0972	4.01948	52	0.26000	106	1169

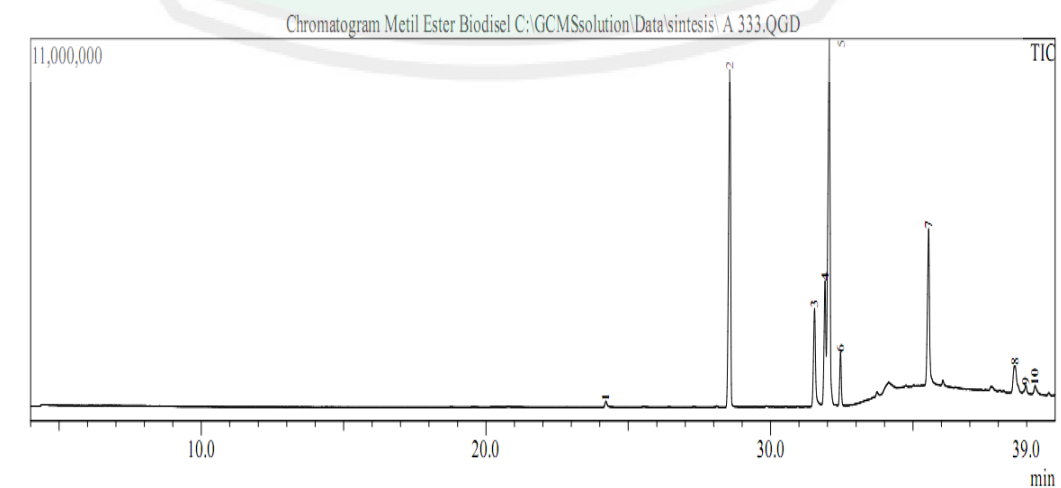
L.4.2.4 Hasil Karakterisasi KOH 30 %



2θ

# Strongest 3 peaks							
no. peak	no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	24	25.7090	3.46240	100	0.30420	133	2059
2	28	27.7137	3.21633	92	0.37890	123	2928
3	18	22.0952	4.01984	48	0.44400	64	1421

L.4.3 Hasil Karakterisasi GC-MS



Peak Report TIC									
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark Name
1	24.210	24.117	24.300	695665	0.58	162175	0.54	4.26	MI
2	28.569	28.383	28.725	45350051	37.80	10049971	33.50	4.51	MI
3	31.543	31.417	31.667	13548326	11.29	2851060	9.50	4.74	MI
4	31.914	31.850	31.975	7856318	6.55	2425539	8.09	3.16	MI
5	32.065	32.008	32.192	16964147	14.14	7230226	24.10	2.36	MI
6	32.456	32.350	32.592	6140003	5.12	1578918	5.26	3.88	MI
7	35.556	35.408	35.692	22218424	18.52	4601151	15.34	4.82	MI
8	38.596	38.442	38.717	5597157	4.67	706667	2.36	7.68	MI
9	38.972	38.908	39.058	750425	0.63	192768	0.64	3.90	MI
10	39.290	39.217	39.367	855829	0.71	197106	0.66	4.32	MI
				119976345	100.00	29995581	100.00		

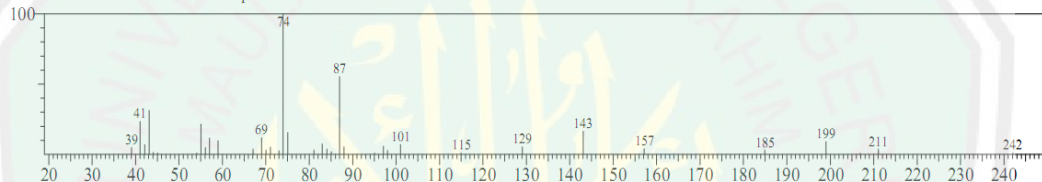
Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:24.208(Scan#:2426) MassPeaks:37

RawMode:Averaged 24.200-24.217(2425-2427) BasePeak:74.00(39713)

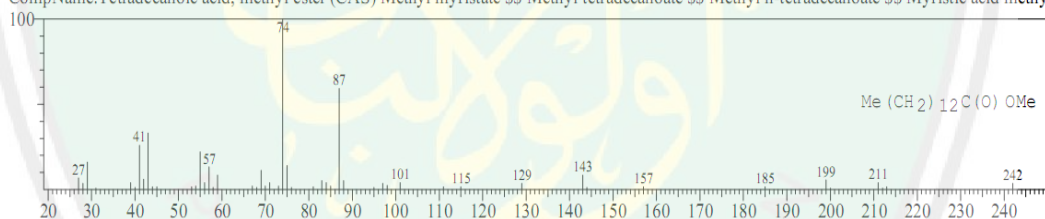
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:148370 Library:WILEY7.LIB

SI:95 Formula:C15 H30 O2 CAS:124-10-7 MolWeight:242 RetIndex:0

CompName:Tetradecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl myristate SS Methyl tetradecanoate SS Methyl n-tetradecanoate SS Myristic acid methyl

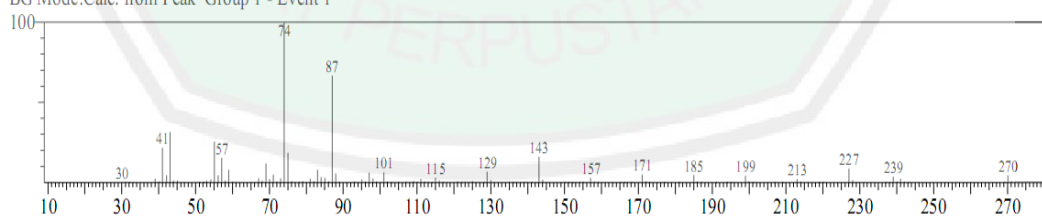


<< Target >>

Line#:2 R.Time:28.567(Scan#:2949) MassPeaks:143

RawMode:Averaged 28.558-28.575(2948-2950) BasePeak:74.00(2079272)

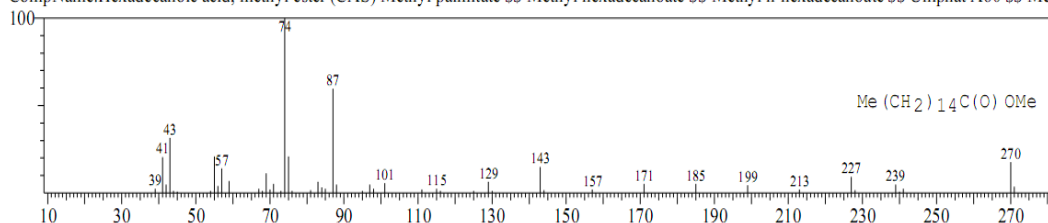
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:180435 Library:WILEY7.LIB

SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Me

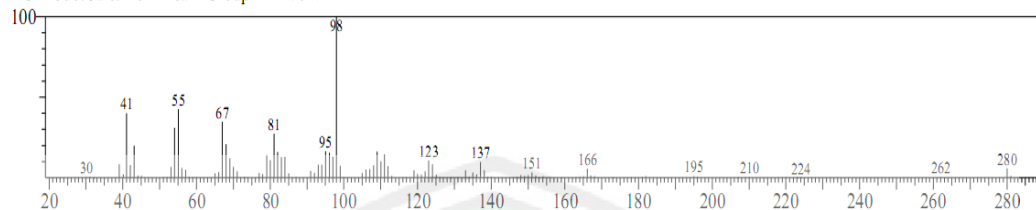


<< Target >>

Line#:3 R.Time:31.542(Scan#:3306) MassPeaks:113

RawMode:Averaged 31.533-31.550(3305-3307) BasePeak:98.00(393806)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:190757 Library:WILEY7.LIB

SI:94 Formula:C18 H32 O2 CAS:127062-51-5 MolWeight:280 RetIndex:0

CompName:13-HEXYL-OXA-CYCLOTRIDEC-10-EN-2-ONE SS



<< Target >>

Line#:4 R.Time:31.917(Scan#:3351) MassPeaks:132

RawMode:Averaged 31.908-31.925(3350-3352) BasePeak:67.05(255005)

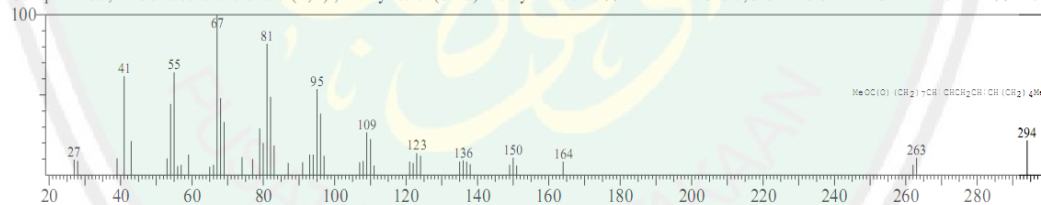
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:205817 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C19 H34 O2 CAS:112-63-0 MolWeight:294 RetIndex:0

CompName:9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS) Methyl linoleate SS METHYL CIS-9,CIS-12-OCTADECADIENOATE SS Meth

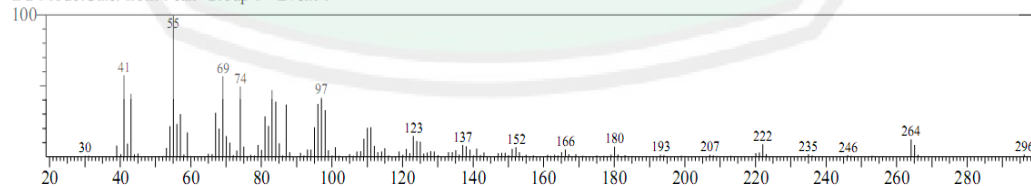


<< Target >>

Line#:5 R.Time:32.067(Scan#:3369) MassPeaks:186

RawMode:Averaged 32.058-32.075(3368-3370) BasePeak:55.10(577751)

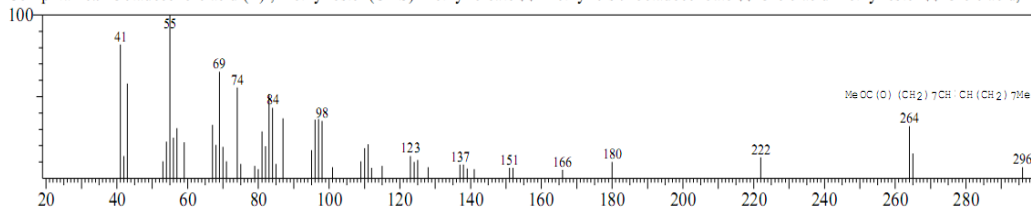
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:2 Entry:207863 Library:WILEY7.LIB

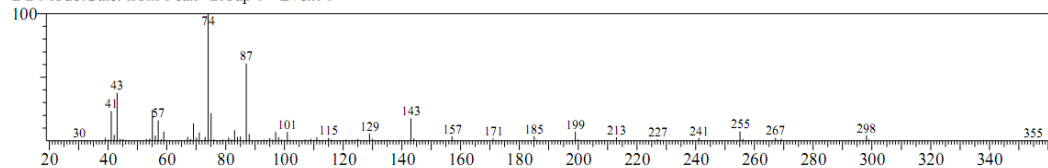
SI:94 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0

CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate SS Methyl cis-9-octadecenoate SS Oleic acid methyl ester SS Oleic acid, m



<< Target >>

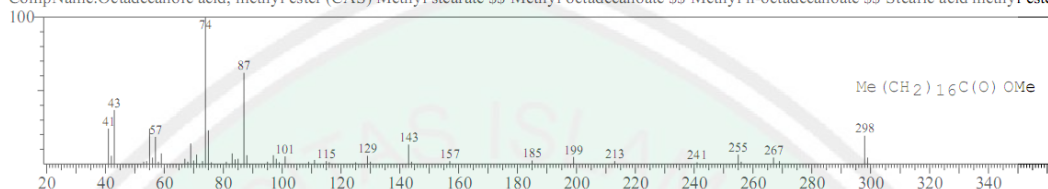
Line#:6 R.Time:32.458(Scan#:3416) MassPeaks:98
 RawMode:Averaged 32.450-32.467(3415-3417) BasePeak:74.05(318172)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:209841 Library:WILEY7.LIB

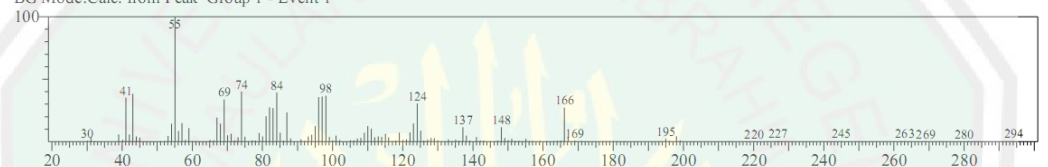
SI:96 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate SS Methyl octadecanoate SS Methyl n-octadecanoate SS Stearic acid methyl ester



<< Target >>

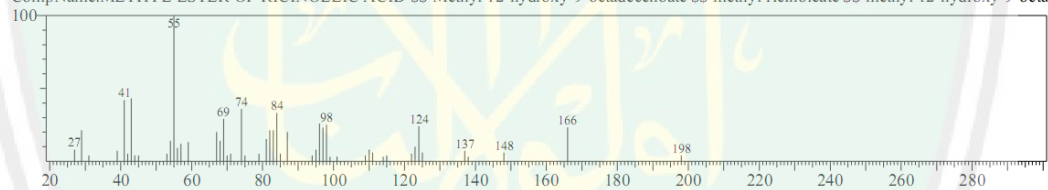
Line#:7 R.Time:35.558(Scan#:3788) MassPeaks:157
 RawMode:Averaged 35.550-35.567(3787-3789) BasePeak:55.05(475759)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:223327 Library:WILEY7.LIB

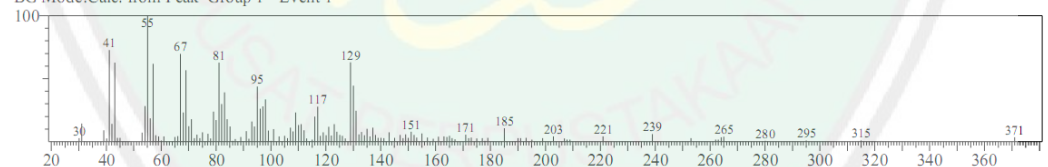
SI:93 Formula:C19 H36 O3 CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0

CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID SS Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate SS methyl ricinoleate SS methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate



<< Target >>

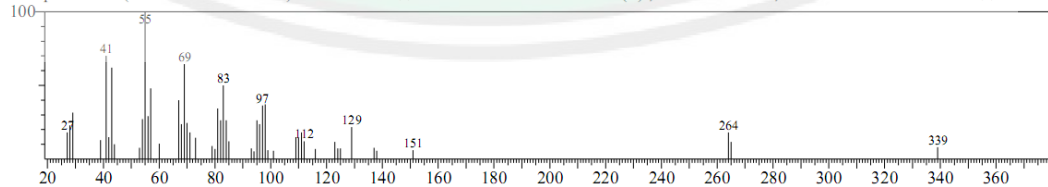
Line#:8 R.Time:38.600(Scan#:4153) MassPeaks:137
 RawMode:Averaged 38.592-38.608(4152-4154) BasePeak:55.05(42877)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:2 Entry:330530 Library:WILEY7.LIB

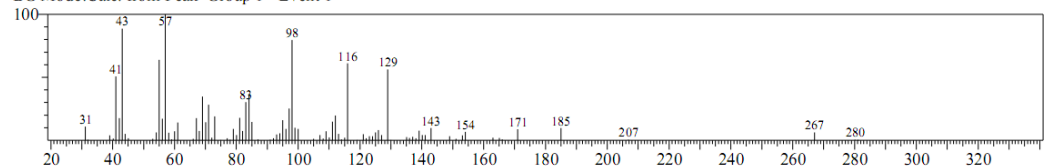
SI:82 Formula:C39 H72 O5 CAS:2465-32-9 MolWeight:621 RetIndex:0

CompName:DI-(9-OCTADECENOYL)-GLYCEROL SS 9-OCTADECENOIC ACID (Z)-, 2-HYDROXY-1,3-PROPANEDIYL ESTER SS



<< Target >>

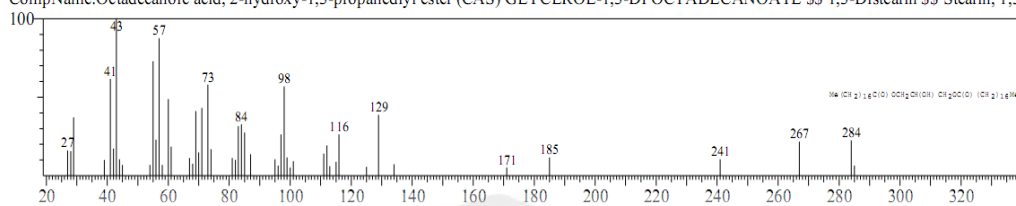
Line#:9 R.Time:38.975(Scan#:4198) MassPeaks:89
 RawMode:Averaged 38.967-38.983(4197-4199) BasePeak:57.05(17521)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:330769 Library:WILEY7.LIB

SI:84 Formula:C39 H76 O5 CAS:504-40-5 MolWeight:625 RetIndex:0

CompName:Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL-1,3-DI OCTADECANOATE SS 1,3-Distearin SS Stearin, 1,3-

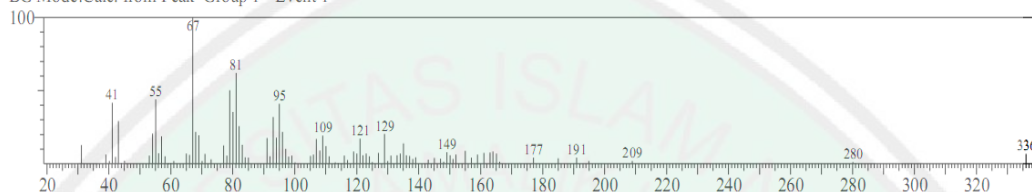


<< Target >>

Line#:10 R.Time:39.292(Scan#:4236) MassPeaks:98

RawMode:Averaged 39.283-39.300(4235-4237) BasePeak:67.05(18303)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:120668 Library:WILEY7.LIB

SI:82 Formula:C16 H28 CAS:80625-33-8 MolWeight:220 RetIndex:0

CompName:1,E-8,Z-10-Hexadecatriene SS

