

**VARIASI WAKTU REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT DALAM
PEMBUATAN BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh :
MOKHAMMAD NASICHUL UMAM
NIM. 13630047



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

**VARIASI WAKTU REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT DALAM
PEMBUATAN BIODIESEL**

SKRIPSI

**Oleh :
MOKHAMMAD NASICHUL UMAM
NIM. 13630047**

**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**

**VARIASI WAKTU REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT DALAM
PEMBUATAN BIODIESEL**

SKRIPSI

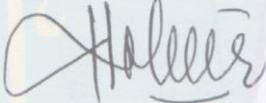
Oleh :
MOKHAMMAD NASICHUL UMAM
NIM. 13630047

Telah disetujui dan disahkan
pada 5 Juli 2018

Pembimbing I

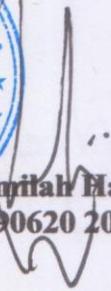

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 20901 2 007

Pembimbing II


Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia




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

**VARIASI WAKTU REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT DALAM
PEMBUATAN BIODIESEL**

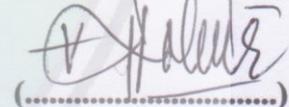
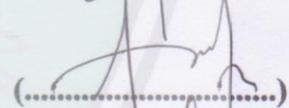
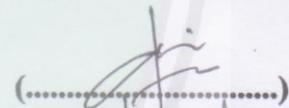
SKRIPSI

Oleh :
MOKHAMMAD NASICHUL UMAM
NIM. 13630047

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

Tanggal: 5 Juli 2018

1. Penguji Utama : Akyunul Jannah, S.Si, M.P
NIP. 19750410200501 2 009
2. Ketua penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIDT. 19851020 20180201 2 240
3. Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 20901 2 007
4. Konsultan : Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070



Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mokhammad Nasichul Umam

NIM : 13630047

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Variasi Waktu Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Menggunakan Katalis KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodiesel

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, 5 Juli 2018

Yang membuat pernyataan,



Mokhammad Nasichul Umam
NIM. 13630047

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, tiada kata terindah selain syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga saya dapat menimba sebagian dari ilmuNya dan dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam tetap terlimpah curahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini penulis persembahkan untuk:

Ayahanda H.Masruri dan Ibunda Hj.Wachidah Masruroh yang senantiasa dengan ikhlas mendoakan, memberi dukungan, semangat, motivasi baik secara moril maupun material, dan memenuhi semua kebutuhan penulis dalam menuntut ilmu hingga dapat menyelesaikan tulisan ini. Untuk adik saya tercinta Nailly Ikmalul insiyah, serta nenek saya Umiyahu(Alm.) , Hj.Sumiaty (Alm.) ,kakek saya H.Abdul Wahab(Alm.) dan H.Hafidz yang selalu memberikan doa dan motivasi kepada penulis.

Tak lupa kepada pengasuh pondok pesantren “Anwarul Huda”, KH. M. Baidlowi Muslich dan Ibu nyai Hj. Siti Maryam terima kasih karena telah diberi kesempatan untuk menimba ilmu di pondok pesantren. Tak lupa pula untuk seluruh teman-teman tim penelitian biodiesel, seperjuangan kompleks usman terutama kamar E-I, Kimia B '13, seluruh teman-teman santri pondok pesantren “Anwarul Huda”, serta seluruh guru dan dosen yang memberikan dukungan, doa, dan ilmunya kepada penulis. Serta semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah membantu terealisasinya skripsi ini, semoga Allah selalu melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua.

Aamiiin..

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga proposal penelitian ini dapat diselesaikan. proposal penelitian ini berjudul **Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Menggunakan Katalis KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodiesel.**

Selama pelaksanaan penelitian dan penyelesaian penulisan proposal penelitian ini penulis mendapat bantuan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada para personalia di bawah ini :

1. Orang tua atas semua bantuan materi maupun spiritual, doa, kasih sayang dan nasehat yang diberikan.
2. Ibu Suci Amalia, M.Sc, ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, ibu Akyunul Jannah, S.Si, M.P, dan Nur Aini, M.Si, selaku pembimbing dan penguji, karena atas bimbingan, kesabaran, serta saran dan kritik yang diberikan selama penyelesaian skripsi ini.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh dosen pengajar Jurusan Kimia yang memberikan ilmu bermanfaat bagi penulis.
5. Seluruh laboran kimia yang telah membantu dalam terselesaikannya penelitian.
6. Laboratorium Metalurgi dan Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya, Laboratorium Sentral dan Material Maju Universitas Negeri Malang, Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro,

dan Laboratorium FMIPA Jurusan Kimia Universitas Brawijaya yang telah berkenan membantu jalannya analisis hasil penelitian

7. Teman-teman penelitian biodiesel Angkatan 2012, 2013, dan seluruh teman angkayan 2013 Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Semua yang telah berpartisipasi baik berupa doa dan tenaga dalam menyelesaikan skripsi ini.

Semoga proposal penelitian ini bermanfaat bagi seluruh civitas akademika UIN Maliki Malang dan masyarakat pada umumnya dalam penulisan proposal penelitian kedepannya.

Malang, 24 Mei 2018

Mokhammad Nasichul Umam

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PERSETUJUAN | ii |
| LEMBAR PENGESAHAN | iii |
| PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN | iv |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL | xi |
| ABSTRAK | xii |
| ABSTRACT | xiii |
| ملخص البحث | xiv |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1. Latar Belakang | 1 |
| 1.2. Rumusan Masalah | 5 |
| 1.3. Tujuan Penelitian | 6 |
| 1.4. Batasan Masalah | 6 |
| 1.5. Manfaat Penelitian | 6 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 7 |
| 2.1. Biodisel | 7 |
| 2.2. Minyak Jarak | 8 |
| 2.3. Reaksi Transesterifikasi | 10 |
| 2.4. Zeolit | 15 |
| 2.4.1. Aktivasi Zeolit Alam | 16 |
| 2.4.2. Modifikasi KOH/zeolit | 18 |
| 2.4.3. Metode Sonikasi | 21 |
| 2.5. Presfektif Islam Pada Penelitian | 23 |
| | |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | 26 |
| 3.1. Waktu dan Tempat | 26 |
| 3.2. Alat dan Bahan | 26 |
| 3.2.1. Alat | 26 |
| 3.2.2. Bahan | 26 |
| 3.3. Tahapan Penelitian | 27 |
| 3.4. Prosedur Penelitian | 27 |
| 3.4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit | 27 |
| 3.4.2. Modifikasi KOH/ Zeolit Dengan Metode Sonikasi | 27 |
| 3.4.3. Karakterisasi Katalis Heterogen KOH/Zeolit dengan <i>X-Ray Diffraction</i> | 28 |
| 3.4.4. Uji Pengaruh Variasi Waktu Kontak Katalis Heterogen K ₂ O/Zeolit .. | 28 |
| 3.4.5. Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi | 29 |

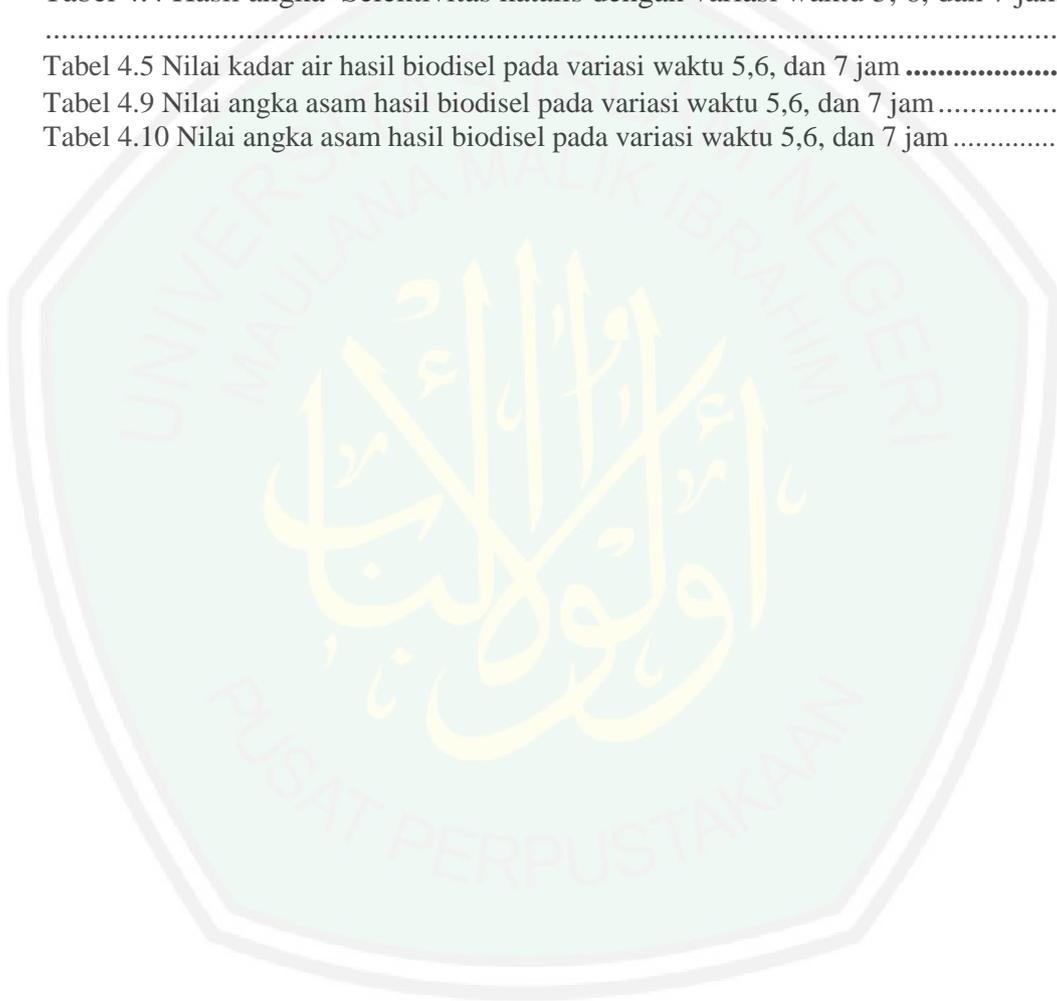
| | |
|---|---------------|
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | 32 |
| 4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit | 32 |
| 4.2. Uji Pengaruh Variasi Waktu Kontak Katalis Heterogen K ₂ O/Zeolit..... | 36 |
| 4.5. Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi | 41 |
| 4.5.1. Analisis Kadar Air | 41 |
| 4.5.2. Analisis Kadar Asam Lemak Bebas | 42 |
| 4.5.3. Analisis Penentuan Densitas..... | 43 |
| 4.5.4. Analisis Hasil GC-MS Biodiesel..... | 43 |
| 4.6. Perspektif Penelitian Dalam Pandangan Islam | 51 |
| BAB V PENUTUP..... | 54 |
| 5.1. Kesimpulan | 54 |
| 5.2. Saran..... | 54 |
| DAFTAR PUSTAKA | 55 |
| LAMPIRAN..... | 60 |
| Lampiran 1 Perhitungan..... | 60 |
| Lampiran 2 Diagram alir..... | 68 |
| Lampiran 3 Tabel hasil XRD | 72 |
| Lampiran 4 Hasil GC-MS | 74 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1 Reaksi Transesterifikasi (Fessenden dan Fessenden, 1992)..... | 12 |
| Gambar 2.2 Reaksi katalis heterogen basa (K_2O) dengan metanol | 12 |
| Gambar 2.3 GC kromatogram minyak biji jarak (Yusuf., dkk.2015)..... | 14 |
| Gambar 2.4 Struktur kerangka Zeolit (Witanto dkk, 2010) | 15 |
| Gambar 2.5 Spektra XRD zeolit alam(Kusuma, dkk. 2013)..... | 21 |
| Gambar 2.6 Gambar 2.8 Spektra XRD zeolit modifikasi K_2O (Kusuma, dkk.2013) | 21 |
| Gambar 4.1 Proses Aktivasi dan Modifikasi KOH/zeolit..... | 34 |
| Gambar 4.2 Hasil difragtogram XRD Zeolit..... | 35 |
| Gambar 4.3 Mekanisme reaksi KOH dengan metanol..... | 37 |
| Gambar 4.4 Mekanisme reaksi senyawa radikal menjadi metil ester mengacu pada penelitian Corro, dkk.(2012) | 38 |
| Gambar 4.5 kromatogram GC biodisel dengan waktu reaksi 5 jam | 44 |
| Gambar 4.6 kromatogram GC biodisel dengan waktu reaksi 6 jam | 44 |
| Gambar 4.7 kromatogram GC biodisel dengan waktu reaksi 7 jam | 44 |
| Gambar 4.8 Spektra massa puncak dengan rentang waktu retensi 28,4 - 28,5 | 46 |
| Gambar 4.9 Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak pertama dengan rentang waktu retensi 28,4 - 28,5..... | 46 |
| Gambar 4.10 Hasil spektra massa puncak dengan waktu retensi 31,934..... | 47 |
| Gambar 4.11 Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan waktu retensi 31,934 | 47 |
| Gambar 4.12 Hasil spektra massa dari puncak dengan rentang waktu retensi 32,09-32,15 | 48 |
| Gambar 4.13 Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan rentang waktu retensi 32,09-32,15 | 48 |
| Gambar 4.14 Hasil spektra massa dari puncak dengan waktu retensi 32,43 - 32,48 | 49 |
| Gambar 4.15 Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan waktu retensi 32,43 - 32,48..... | 49 |
| Gambar 4.16 Hasil spektra massa dari puncak dengan retensi waktu 36,52 – 36,73 | 50 |
| Gambar 4.17 Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan retensi waktu 36,52 – 36,73 | 50 |

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 2.1 Parameter Standart Nasional Biodiesel..... | 8 |
| Tabel 2.2 Kandungan Asam Lemak Tidak Jenuh Yang Ada Dalam Beberapa Minyak Nabati | 9 |
| Tabel 2.3 Metil ester hasil analisis GC-MS | 13 |
| Tabel 4.1 Hasil XRF zeolit sebelum, sesudah aktivasi dan sesudah modifikasi... | 33 |
| Tabel 4.2 Hasil rendemen biodisel dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam..... | 39 |
| Tabel 4.3 Hasil angka Aktivitas katalis dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam.... | 40 |
| Tabel 4.4 Hasil angka Selektivitas katalis dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam | 40 |
| Tabel 4.5 Nilai kadar air hasil biodisel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam | 41 |
| Tabel 4.9 Nilai angka asam hasil biodisel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam..... | 42 |
| Tabel 4.10 Nilai angka asam hasil biodisel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam | 43 |



ABSTRAK

Umam, M. N. 2018. Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Menggunakan Katalis KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodiesel. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Suci Amalia, M. Sc; Pembimbing II : Nur Aini; M.Si; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si;

Kata kunci: biodiesel, transesterifikasi, katalis heterogen KOH-Zeolit, waktu kontak.

Biodiesel menjadi salah satu alternatif sebagai pengganti bahan bakar pada mesin disel. Biodiesel dapat dibuat melalui reaksi transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus Communis*) dengan menggunakan katalis KOH/zeolit. Variasi waktu kontak katalis KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi telah dilakukan untuk mengetahui waktu terbaik. Proses pembuatan katalis dimulai melalui aktivasi kimia dengan perendaman zeolit menggunakan larutan asam HCl 6 M. Sintesis KOH/zeolit telah dilakukan dengan metode sonikasi dan kalsinasi pada suhu 450 °C. Aktivitas katalis KOH/zeolit diuji melalui proses reaksi transesterifikasi minyak jarak (*castor oil*) pada suhu 60 °C dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam. Katalis yang dihasilkan dianalisis XRD dan XRF, minyak dan hasil reaksi transesterifikasi dianalisis angka asam, densitas dan kadar air. Hasil reaksi transesterifikasi juga dikarakterisasi dengan instrumentasi GC-MS.

Hasil XRD katalis menunjukkan bahwa zeolit yang digunakan merupakan mordenit. Penambahan KOH pada zeolit memunculkan puncak baru pada 2θ 31, 36, dan 38. Hasil XRF juga menunjukkan penambahan unsur K pada KOH/zeolit. Hasil uji variasi waktu Kontak 5, 6, dan 7 jam katalis heterogen KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak (*ricinus communis*) untuk pembuatan biodiesel menunjukkan bahwa rendemen yang dihasilkan sebesar 87%, 85%, dan 76%, angka asam yang dihasilkan 0,04% mg-KOH/g, 0,06% mg-KOH/g, dan 0,04% mg-KOH/g, kadar air 0,08%, 0,06% dan 0,03%, dan densitas 952 Kg/m³, 944 Kg/m³, dan 961 Kg/m³.

ABSTRAK

Umam, M. N. 2018. Variation of Contact Time of Heterogeneous KOH / Zeolite Catalyst on Transesterification Reaction Oil (*Ricinus Communis*) for Biodiesel Making. Essay. Department of Chemistry Faculty of Science and Technology State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Counselor I: Sacred Amalia, M.Sc; Counselor II : Nur Aini; M.Si Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si;

Keywords: biodiesel, transesterification, heterogeneous KOH-Zeolite catalyst, contact time.

Biodiesel became one of the alternatives as a substitute for fuel in diesel engines. Biodiesel can be made through the reaction of transesterification of castor oil (*Ricinus Communis*) using a KOH / zeolite catalyst. Variation of contact time of KOH / zeolite catalyst in transesterification reaction has been done to determine the best time. The process of preparing the catalyst was initiated by chemical activation by immersion of zeolite using a solution of HCl 6 M. The synthesis of KOH / zeolite was done by sonication and calcination method at 450 °C. KOH / zeolite catalyst activity was tested through castor oil transesterification process at 60 °C with time variation of 5, 6, and 7 hours. The resulting catalyst was analyzed XRD and XRF, oil and transesterification reaction result was analyzed acid number, density and water content. The results of transesterification reactions are also characterized by GC-MS instrumentation.

The XRD results of the catalyst indicate that the zeolite used is a mordenite. The addition of KOH to the zeolite gave rise to new peaks at 2θ 31, 36, and 38. XRF results also show the addition of K elements to KOH / zeolite. The results of the variation of the time test of 5, 6, and 7 hours of heterogeneous KOH / zeolite catalysts in the *ricinus communis* transesterification reaction for biodiesel production showed that the yield yields were 87%, 85%, and 76%, , 04% mg-KOH / g, 0.06% mg-KOH / g, and 0.04% mg-KOH / g, moisture content 0.08%, 0.06% and 0.03%, and 952 density Kg / m³, 944 Kg / m³, and 961 Kg / m³.

ملخص البحث

الأهم، محمد ناصح، ٢٠١٨، تنوع أزمنة الاتصال من محفز غير المتجانسة KOH/الزيوليت بتفاعل الاستبدال زيت الخروع (*Ricinus Communis*) لتصنيع أصبح الديزل الحيوي . رسالة علمية. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول : سوجي أماليا الماجستير، المشرف الثان؛ نور عين الماجستير، الخبرة الاستشارية ؛ سوسي نور الخليفة الماجستير

كلمات المفتاح : وقود الديزل الحيوي، الاستبدال ، محفز غير متجانسة KOH-Zeolit ، وقت الاتصال.

أصبح الديزل الحيوي أحد البدائل باعتبارها بديل للوقود في محركات الديزل. يمكن أن يصنع الديزل الحيوي من خلال تفاعل الاستبدال من زيت الخروع (*Ricinus Communis*) باستخدام محفز KOH/زيوليت. تم إجراء تنوع أزمنة الاتصال من محفز KOH/الزيوليت من خلال تفاعل الاستبدال في تفاعل الاستبدال لتحديد أفضل وقت. تبدأ عملية تحضير المحفز بواسطة التنشيط الكيميائي عن طريق الغمر بالزيوليت باستخدام محلول حمض HCl 6 M، تم إجراء تخليق KOH/الزيوليت عن طريق الصوتنة وطريقة التكليس عند ٤٥٠ درجة مئوية. تم اختبار نشاط حفاز الزيوليت KOH/ خلال عملية ترانزيت زيت الخروع عند ٦٠ م مع تباين زمني من ٥ ، ٦ ، و ٧ ساعات. تم تحليل المحفز الناتج عن XRF و XRD ، وتم تحليل نتائج تفاعل الزيت والاستقلاب الحمضي بعدد الأحماض ، والكثافة ، والمحتوى المائي. تتميز نتائج تفاعلات الاستبدال أيضا بأجهزة GC-MS.

تشير نتائج XRD للحافز إلى أن الزيوليت المستخدم هو موردينيت. أدت إضافة KOH إلى الزيوليت إلى ظهور قمم جديدة عند 2θ ٣١ ، و ٣٦ ، و ٣٨. كما تظهر نتائج XRF إضافة عناصر K إلى KOH/الزيوليت. أظهرت نتائج الاختلاف في اختبار الزمن لـ ٥ ، ٦ ، و ٧ ساعات من محفزات KOH/الزيوليت غير المتجانسة في تفاعل تكاثر الأوكسيجين الريسبيبي في إنتاج وقود الديزل الحيوي أن عائدات الغلة كانت ٨٧٪ و ٨٥٪ و ٧٦٪ ، ورقم الحمض $mg-KOH / g$ ٠.٠٤ و ٠.٠٦ و ٠.٠٦ mg و Kg / m^3 ٩٥٢ و ٩٤٤ و Kg / m^3 ٩٦١ و m^3

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Bertambahnya jumlah penduduk di Indonesia, cenderung meningkatkan jumlah kebutuhan terhadap transportasi. Ketergantungan masyarakat yang lebih memilih menggunakan transportasi pribadi dalam aktifitas sehari-hari, menjadi salah satu faktor meningkatnya jumlah kebutuhan bahan bakar minyak (BBM). Selain faktor tersebut bertambahnya perindustrian di Indonesia menjadi faktor meningkatnya jumlah kebutuhan bahan bakar minyak (BBM). Salah satu jenis BBM adalah solar yang digunakan sebagai bahan bakar mesin disel. Penggunaan solar yang meningkat di sektor transportasi dan industri menjadi pemicu untuk menemukan alternatif lain sebagai penggantinya, karena solar merupakan salah satu bahan bakar minyak yang tidak terbaharukan. Salah satu alternatif untuk mengatasi masalah tersebut yaitu dengan memproduksi bahan bakar yang terbarukan seperti biodiesel. Menurut Asosiasi Produsen Biofuel Indonesia(2016) bahwa total produksi biodiesel pada tahun 2016 sebesar 3.656.360 (KL), distribusi domestik sebesar 3.008.475 (KL), dan ekspor sebesar 428.869 (KL). Berdasarkan jumlah distribusi dan ekspor yang sangat tinggi, maka jumlah produksi biodiesel di Indonesia perlu untuk ditingkatkan dalam setiap tahunnya.

Pemanfaatan biodiesel sebagai sumber energi alternatif terintegrasi dengan surat Yassin ayat 80. Secara jelas Allah telah memberikan solusi terhadap kelangkaan minyak bumi dalam firmanNya:

الَّذِي جَعَلَ لَكُمْ مِنَ الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ نَارًا فَإِذَا أَنْتُمْ مِنْهُ تُوقِدُونَ (٨٠)

Artinya: Allah yang menjadikan api untukmu dari pohon-pohon hijau basah, maka seketika itu kamu nyalakan api dari pohon-pohon itu (QS. Yassin: 80)

Berdasarkan tafsir Al-Qur'an al-'Azim (Ibn Kathir, dkk., 1999), Ramli, dkk. (2015) menjelaskan bahwa lafadz (الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ) ditafsiri sebagai bahan yang digunakan sebagai sumber tenaga atau sumber bahan bakar (نَارًا). Hal ini sangat relevan jika dikaitkan dengan penemuan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif yang terbuat dari minyak nabati yang diperoleh dari biji jarak. Faktanya sulit sekali menyalakan api dari pohon yang masih basah dan hijau.

Menurut Murugesan, dkk. (2009) dan Mukhibin (2010) keunggulan biodiesel atau yang sering dikenal dengan senyawa metil ester diantaranya sebagai sumber daya energi terbarukan, tidak bersifat toksik, ramah lingkungan karena bahan baku tidak mengandung sulfur serta emisi (CO_x dan *particular matter*) rendah, *biodegradable*, toksisitas rendah, tidak korosif, dan emisi hidrokarbon yang tak terbakar rendah.

Tanaman jarak terdapat 2 macam yaitu jarak kepyar dan pagar. Biji tanaman jarak mengandung minyak yang dapat diolah menjadi biodiesel. Tanaman jarak sebagai bahan baku utama pembuatan biodiesel yang saat ini menjadi prioritas pemerintah Indonesia (Rustamaji, dkk., 2010). Pada penelitian ini digunakan jenis tanaman jarak kepyar sebagai bahan utama dalam pembuatan minyak biodiesel. Salah satu keunggulan tanaman jarak kepyar (*Ricinus Communis*) adalah kandungan asam risinoleat pada minyak yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak jarak pagar (*Jatropha Curcas*) (Ravindrababu, dkk., 2006). Komposisi asam lemak bebas penyusun trigliserida minyak jarak kepyar adalah risinoleat 84,2

%, linoleat 7,3 %, oleat 5,5 %, palmitat 1,3 % dan stearat 1,2 %. Kandungan terbesar minyak jarak adalah trigliserida yang tersusun dari asam risonelat (Berman, dkk., 2011). Hal yang sama juga dikatakan oleh Salimon, dkk. (2010) dengan sampel minyak jarak kepyar Brazil dan India, serta menambahkan bahwa kandungan asam lemak bebas pada minyak jarak sangat sedikit.

Kandungan asam lemak bebas pada minyak jarak mempengaruhi proses yang dilakukan dalam mengkonversi minyak jarak menjadi biodiesel. Apabila kandungan asam lemak bebas rendah maka proses konversi minyak jarak menjadi biodiesel dapat dilakukan dengan reaksi transesterifikasi. Namun apabila kandungan asam lemak bebas yang cukup tinggi, maka proses konversi menjadi biodiesel dilakukan melalui 2 tahap reaksi yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi.

Reaksi transesterifikasi pada umumnya dipengaruhi oleh katalis homogen, baik katalis asam atau basa. Namun hasil yang akan diperoleh terdapat biodiesel yang bercampur dengan katalis, sehingga dibutuhkan perlakuan lanjutan untuk memisahkan keduanya (Aziz dkk., 2012). Selain itu juga menghasilkan reaksi penyabunan yang mempengaruhi proses pembuatan biodiesel (Arifin dan Latifah, 2015). Dalam hal ini katalis heterogen seperti zeolit dapat digunakan dalam pembuatan biodiesel untuk memperoleh hasil yang maksimum sebagai alternatif lain. Menurut Susilowati (2006) kelebihan dari katalis heterogen yaitu zeolit tidak akan bercampur dengan biodiesel sehingga pemisahan zeolit dari biodiesel lebih mudah, dan cukup dilakukan penyaringan.

Zeolit merupakan salah satu katalis yang dapat digunakan untuk reaksi transesterifikasi karena memiliki sifat basa dan dapat ditingkatkan kebasaannya

dengan pertukaran ion dengan logam alkali, dimana semakin tinggi alkalinitasnya maka akan menaikkan tingkat kebasaanya (Intarapong, dkk., 2013). Menurut Lestari (2010) banyaknya pengotor seperti logam Na, K, Ca, Mg, Ba, Sr pada zeolit alam dan lain-lain untuk menetralkan muatan zeolit alam tersebut, serta memiliki kristalinitas yang rendah. Pengotor tersebut menyebabkan aktivitas dari zeolit berkurang, sehingga diperlukan aktivasi atau modifikasi untuk menghilangkan pengotor. Botianovi (2012) menjelaskan bahwa penggunaan HCl 6 M sangat efektif untuk menghilangkan pengotor-pengotor logam dalam pori-pori zeolit.

Pembuatan katalis heterogen yang bersifat basa umumnya menggunakan metode impregnasi. Selain metode impregnasi juga terdapat berbagai metode lain seperti metode sintesis padatan (*solid state*), dan juga metode sonikasi. Pada penelitian ini digunakan metode sonikasi, yang dikenal memiliki gelombang ultrasonik. Menurut Zuri, dkk.,(2016) fungsi gelombang ultrasonik untuk membantu mempercepat proses sintesis atau modifikasi katalis heterogen. Gelombang ultrasonik dapat memecah padatan akibat energi yang ditimbulkan dari pecahnya kavitasasi dan diperoleh komponen reaktan padat dengan luas permukaan yang lebih besar untuk meningkatkan laju reaksi (Suslick, 1989; Purnama, Musthofa, Akhwan, & Dewi, 2014) Zeolit menjadi salah satu katalis heterogen yang dapat disintesis dengan senyawa-senyawa basa seperti NaOH dan KOH untuk meningkatkan sisi aktif zeolit tersebut.

Beberapa faktor lain selain katalis yang dapat mempengaruhi kecepatan reaksi transesterifikasi diantaranya suhu, jumlah katalis, perbandingan rasio molar minyak : metanol, dan waktu reaksi. Pengaruh lama waktu reaksi transesterifikasi terhadap hasil konversi biodiesel dikatakan pada penelitian Noiroj ,dkk (2009) dari

variasi waktu 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 jam diperoleh hasil optimum pada waktu reaksi 6 jam, nilai *yield* % yang dihasilkan pada 6 jam dengan katalis KOH/Al₂O₃ mencapai 87,5% dan menurutnya variasi waktu memberikan pengaruh berbeda tidak nyata terhadap kuantitas biodiesel yang dihasilkan. Setyadi dan Susantini (2005) dengan variasi waktu 1; 1,5; 2; 2,5; 3, dan 3,5 jam untuk mengkonversi minyak jarak menjadi biodiesel dengan katalis natrium hidroksida diperoleh hasil optimum pada waktu 2 jam dengan % berat sebesar 88,39%. Waktu optimum reaksi transesterifikasi akan berbeda pada setiap kondisi dan perlakuan yang diberikan dalam mengkonversi biodiesel. Penggunaan waktu reaksi yang lebih lama biasanya dipengaruhi oleh keberhasilan sintesis pada katalis KOH/zeolit.

Berdasarkan hasil penelitian di atas, penelitian ini dilakukan dengan bervariasi waktu kontak 5, 6, dan 7 jam untuk menemukan waktu kontak yang optimum katalis KOH/zeolit alam. Perbandingan mol minyak dan metanol 1:15 dan katalis sebanyak 17 %. Pembuatan biodiesel dilakukan pada suhu optimum yang didasarkan pada penelitian sebelumnya yaitu 60 °C . Hasil modifikasi zeolit yang dilakukan dengan sonikasi akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui hasil modifikasi KOH terhadap zeolit. Hasil biodiesel dianalisis menggunakan *Gas Chromatography Massa Spectrometry* (GCMS).

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk proses pembuatan biodiesel?
2. Bagaimana karakteristik biodiesel hasil konversi dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk proses pembuatan biodiesel.
2. Untuk mengetahui karakteristik biodiesel hasil konversi dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit.

1.4. Batasan Masalah

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari kabupaten Bandung
2. Katalis yang digunakan katalis heterogen KOH/zeolit 17%
3. Bahan utama yang digunakan adalah minyak jarak kepyar (*Castor Oil*)
4. Variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit 5, 6, dan 7 jam.
5. Perbandingan rasio molar minyak : metanol 1:15

1.5. Manfaat Penelitian

1. Dapat memaksimalkan sumber daya alam lokal dan meningkatkan nilai guna zeolit alam.
2. Memberikan informasi tentang pengaruh variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk proses pembuatan biodiesel.
3. Meningkatkan nilai guna tanaman jarak untuk diproses menjadi sumber bahan baku alternatif biodiesel agar lebih bermanfaat dan ekonomis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif pengganti solar yang berupa senyawa metil ester rantai panjang yang dapat diproduksi melalui proses transesterifikasi minyak/lemak nabati atau hewani (Leung dkk, 2010). Biodiesel didapatkan dari senyawa ester yang memiliki kemiripan dengan sifat fisika-kimianya pada solar. Saat ini biodiesel banyak digunakan sebagai bahan bakar alternatif pengganti solar yang diproduksi melalui proses transesterifikasi minyak/lemak nabati atau hewani.

Biodiesel didapatkan dari berbagai jenis alam yang berbeda-beda, dan menghasilkan berbagai macam warna. Ada yang berwarna kuning keemasan, ada juga yang berwarna coklat. Seperti pada jenis minyak lainnya biodiesel tidak dapat bercampur dengan air, karena memiliki densitas lebih kecil dari pada air yaitu ~ 0,88 g/cm³, sehingga ketika biodiesel dicampur dengan air maka akan terbentuk dua lapisan yang mana lapisan atas merupakan biodiesel dan lapisan bawah berupa air.

Biodiesel memiliki beberapa keunggulan dibanding dengan bahan bakar solar, yaitu bahan bakar yang dapat diperbaharui, memiliki angka setana lebih tinggi, volatil rendah, toksisitas rendah, tidak korosif, gas buangan hasil pembakaran biodiesel lebih ramah lingkungan karena hampir tidak mengandung SO_x, *biodegradabel* (mudah terurai oleh mikroorganisme), dan pencemaran akibat tumpahnya biodiesel pada tanah dan air bisa teratasi secara alami (Zulfadli dkk, 2015).

Kualitas biodiesel yang dihasilkan harus sesuai dengan standar. Biodiesel memiliki titik didih tinggi dan titik uap yang rendah (Mukhibin, 2010). Persyaratan kualitas biodiesel Indonesia harus sesuai dengan karakteristik berikut dan sesuai Table 2.1.

Tabel 2.1 Parameter Standar Nasional Biodiesel

| No | Parameter | Satuan | Nilai |
|----|---------------------------|---------------------|-----------|
| 1 | Massa jenis pada 40 °C | kg/m ³ | 850-890 |
| 2 | viskositas pada 40 °C | mm ² /s | 2,3-60 |
| 3 | Angka setana | | min 51 |
| 4 | Titik nyala | °C | min 100 |
| 5 | Titik kabut | °C | maks 18 |
| 6 | Air | % vol | maks 0,5 |
| 7 | Temperatur destilasi 90 % | °C | maks 360 |
| 8 | Abu tersulfatkan | % massa | maks 0,02 |
| 9 | Belerang | ppm-m (mg/kg) | maks 100 |
| 10 | Fosfor | ppm-m (mg/kg) | maks 10 |
| 11 | Angka asam | mg-KOH/g | maks 0,8 |
| 12 | Gliserol bebas | % massa | maks 0,02 |
| 13 | Gliserol total | % massa | maks 0,24 |
| 14 | kadar ester alkil | % massa | maks 96,5 |
| 15 | Angka iodium | % massa 9 g-12/100g | maks 115 |

Sumber: Mukhibin (2010)

2.2 Minyak Jarak Kepyar

Minyak jarak berasal dari minyak nabati yang diperoleh dari biji tanaman jarak melalui pengepresan atau ekstraksi pelarut. Minyak jarak mempunyai sifat sangat beracun. Racun tersebut terdapat dalam bentuk risin (suatu protein), risinin (suatu alkaloid) dan *heat-stable allergen* yang dikenal dengan CB-IA. Kandungan asam lemak essensialnya juga sangat rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak makan dan bahan pangan (Ketaren, 1986). Beberapa kandungan

asam lemak bebas pada minyak nabati tidak jenuh (*unsaturated*) dapat diketahui melalui tabel 2.2.

Tabel 2.2. Kandungan Asam Lemak Tidak Jenuh Yang Ada Dalam Beberapa Minyak Nabati

| No. | Minyak nabati (<i>Vegetable oil</i>) | Asam lemak tidak jenuh (<i>Unsaturated fatty acid</i>) | Bilangan iod (<i>Iod number</i>) |
|-----|---|---|------------------------------------|
| 1 | Minyak jarak pagar (<i>Jatropha curcas oil</i>) | Asam oleat $C_{18}H_{34}O_2$ (C18:1) = 47,929% | 90 – 108,5 |
| 2 | Minyak jarak (<i>Castor oil</i>) | Asam risinoleat, $C_{18}H_{34}O_3$ (C18:1) = 89,5% | 81 - 90 |
| 3 | Minyak kelapa (<i>Coco oil</i>) | Asam oleat, $C_{12}H_{24}O_2$ (C12:0) = 48,0% | 8,5 |
| 4 | Minyak kelapa sawit (<i>Palm oil</i>) | Asam oleat, $C_{18}H_{34}O_2$ (C18:1) = 38% | 83,8 |
| 5 | Minyak kedelai (<i>Soybean oil</i>) | Asam linoleat & Asam linolenat, $C_{18}H_{32}O_2$ (C18:2) & $C_{18}H_{30}O_2$ (C18:3) = 75% | 107 - 137 |

Sumber (*Source*) : La Puppung (1986)

Pohon jarak mempunyai dua jenis yaitu jarak kepyar dan pagar. Komposisi penyusun trigliserida minyak jarak kepyar berbeda dengan minyak jarak pagar. Minyak jarak kepyar (*Ricinus Communis*) komposisinya adalah 88,3 % trigliserida yang terdiri dari 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 (Weiss., 2000). Komposisi dari minyak jarak kepyar (*Ricinus Communis*) adalah 87 % asam risinoleat, 7 % asam oleat, 3% asam linoleat, 2 % asam palmitat, dan 1 % asam stearat (Formo, dkk., 1979). Kandungan asam lemak minyak jarak berupa asam risinoleat. Kandungan asam risinoleat yang mencapai 86 % menyebabkan minyak jarak tersebut sangat potensial digunakan dalam produksi biodiesel, karena dengan asam tersebut minyak jarak akan larut dalam alkohol dan dapat bereaksi pada suhu 30°C sehingga akan menurunkan harga produksi (Chen, dkk., 2011).

2.3 Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan tahap konversi trigliserida (minyak ikan) menjadi metil ester dengan cara direaksikan dengan metanol dan juga penambahan katalis. Tahap ini akan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Metanol dipilih sebagai reaktan karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi, sehingga biodiesel identik dengan sebutan ester metil asam-asam lemak (*Fatty Acids Metil Ester*, FAME) (Handayani, 2010).

Secara umum faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah pengadukan, suhu, katalis, perbandingan pereaksi dan waktu reaksi (Sibarani, 2007). Laju reaksi sangat dipengaruhi oleh suhu reaksi. Pada umumnya dengan penambahan katalis reaksi ini dapat dijalankan pada suhu mendekati titik didih metanol ($60^{\circ} - 70^{\circ} \text{C}$) pada tekanan atmosfer. Kecepatan reaksi akan meningkat sejalan dengan kenaikan temperatur. Menurut Sipahutar dan Tobing (2013) dalam memvariasi suhu konversi biodiesel dari minyak jarak diperoleh suhu optimum pada 60°C , Modiba, dkk. (2014) dihasilkan suhu optimum pada 70°C dengan *yield* 91,4 %. Dapat diketahui bahwa suhu optimum reaksi transesterifikasi berada pada suhu $60-70^{\circ} \text{C}$. Noiroj, dkk. (2009), Kusuma, dkk (2013), dan Arifin dan Latifah (2015) memperoleh hasil maksimal pada suhu 60°C dengan nilai masing-masing *yield* % 91,07 %, 96,44 %, dan 94,48 %.

Katalis berfungsi untuk mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi. Tanpa katalis, reaksi transesterifikasi baru dapat berjalan pada suhu 250°C . Corro, dkk., (2013) dan Widyastuti (2007) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa lebih cepat 4000 kali dibanding katalis asam. .

Hasil konversi biodiesel salah satunya dipengaruhi oleh penambahan jumlah konsentrasi katalis. Semakin besar penambahan katalis, akan semakin tinggi pula kadar biodiesel yang diperoleh, namun ketika penambahan mencapai kondisi optimumnya, penambahan katalis tidak mempengaruhi kadar biodiesel (Vyas, dkk. 2011). Penambahan konsentrasi katalis mempunyai keadaan optimum pada masing-masing kondisi yang diberikan. Menurut Said (2010) hasil terbaik variasi rasio molar minyak : metanol dengan perbandingan 1:2, 1:4, dan 1:6, diperoleh pada rasio molar 1:6; Noiroj ,dkk (2009) dengan menggunakan minyak jarak diperoleh hasil optimum pada rasio molar minyak : metanol sebesar 1: 15

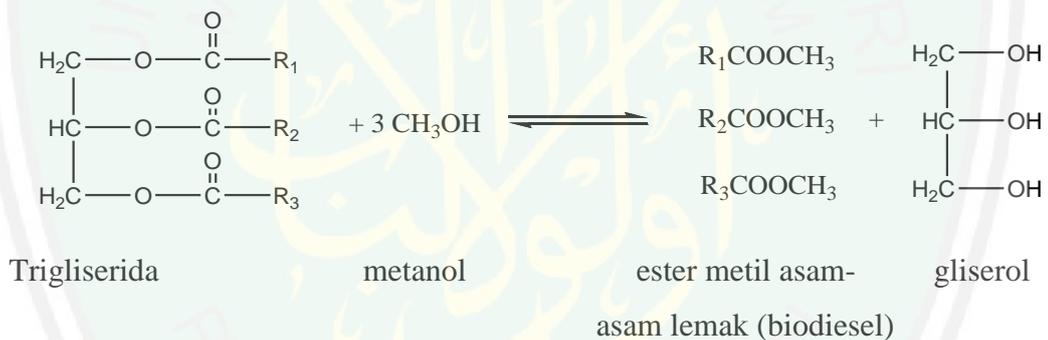
Umumnya dalam proses industri digunakan perbandingan molar alkohol dan minyak adalah 6 : 1 untuk menghasilkan biodiesel. Rasio yang lebih rendah akan membutuhkan waktu yang lebih lama untuk menghasilkan biodiesel dengan konversi yang tinggi. Sedangkan rasio yang lebih besar akan meningkatkan konversi tetapi akan mempersulit proses pemisahan gliserol yang terbentuk dari hasil samping reaksi. Semakin tinggi konsentrasi metanol, semakin rendah kekentalan biodiesel (Sudrajad, 2003). Penggunaan metanol sebagai reaktan dalam reaksi transesterifikasi berjalan lebih cepat dibanding menggunakan etanol (Plentz, dkk. 2006).

Pengaruh kadar FFA dalam minyak sangat mempengaruhi reaksi. Susilowati (2006) menjelaskan bahwa syarat bahan baku dalam proses transesterifikasi menggunakan katalis basa adalah memiliki FFA <0,5 %. Jika kadar FFA terlalu tinggi akan membentuk sabun yang akan mempengaruhi konversi biodiesel. Utomo (2011) menjelaskan terbentuknya sabun dalam jumlah yang

cukup besar dapat menghambat proses pemisahan gliserol dengan metil ester, dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian.

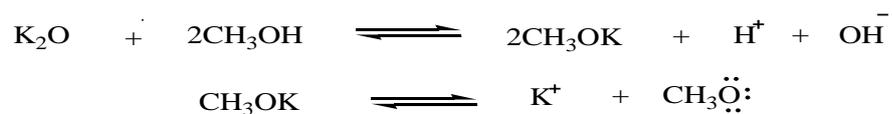
Lamanya reaksi sangat mempengaruhi jumlah konversi trigliserida menjadi metil ester. Semakin lama reaksi berlangsung, maka metil ester yang dihasilkan semakin banyak. Namun jika kesetimbangan telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak akan mempengaruhi reaksi.

Reaksi transesterifikasi bersifat *reversible*, untuk memaksimalkan konversi maka kesetimbangan harus bergeser ke arah produk. Salah satu cara untuk mencapai kondisi ini yaitu dengan penambahan reaktan metanol secara berlebih (Fessenden dan Fessenden, 1992). Reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Reaksi Transesterifikasi (Fessenden dan Fessenden, 1992)

Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen basa diawali terjadinya reaksi antara situs aktif katalis heterogen basa (K_2O) dengan metanol membentuk senyawa ion metoksida yang bertindak sebagai nukleofil kuat (Kusuma dkk, 2013).



Gambar 2.2 Reaksi katalis heterogen basa (K_2O) dengan methanol

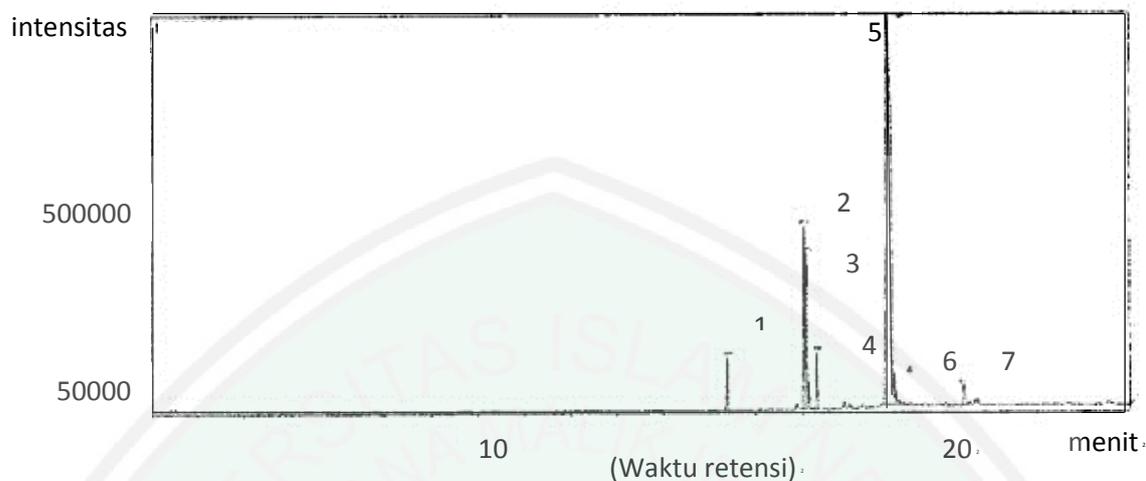
Reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh katalis. Konversi minyak ikan menjadi metil ester dapat diperoleh maksimal pada kondisi konsentrasi katalis yang optimum. Namun ketika konsentrasi katalis telah mencapai optimumnya, maka metil ester yang dihasilkan akan konstan atau cenderung menurun (Darsono dan Oktari, 2013). Arifin dan latifah (2015) mensintesis biodiesel dari minyak goreng bekas dengan menggunakan variasi katalis NaOH/Zeolit alam 2,5; 5; 7,5; dan 10 % b/b total reaktan. Diperoleh hasil optimum pada pemakaian konsentrasi katalis sebesar 10 % yaitu sebesar 94,48 %.

Perkiraan komponen senyawa yang dihasilkan dari biodiesel dapat diketahui melalui instrumentasi GC-MS. Amalia (2008) melaporkan metil risinoleat merupakan komponen utama campuran dari metil ester hasil dari reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar, berdasarkan analisis GC pada gambar (Gambar 2.10) menunjukkan metil risinoleat dengan kadar 86,19 % pada retensi waktu 8,3 menit. Ola, dkk. (2013) melaporkan bahwa hasil analisis GC-MS metil ester dari hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar (*Ricinus Communis*) seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Metil ester hasil analisis GC-MS

| tR (menit) | Senyawa | Kadar (%) |
|------------|---|-----------|
| 6,677 | <i>Methyl ester of elaidic acid</i> | 2,20 |
| 6,842 | <i>Methyl ester of stearic acid</i> | 0,9 |
| 20,05 | <i>Methyl ester of pentadecanoic acid</i> | 0,8 |
| 20,38 | <i>Methyl ester of linoleic acid</i> | 2,83 |
| 27,143 | <i>Methyl ester of ricinoleic acid</i> | 93,46 |

Sumber: Ola, dkk. (2013).



Gambar 2.3 GC kromatogram minyak biji jarak (Yusuf., dkk.2015)

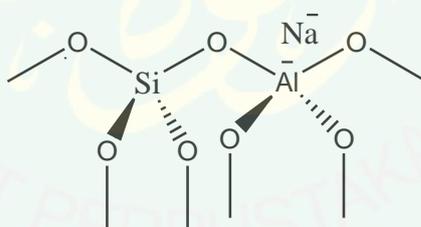
Menurut Yusuf, dkk (2015) dalam analisis GC diperoleh 7 puncak kromatogram seperti pada gambar 2.13. Puncak 5 (retensi waktu 18,817 menit) merupakan asam risinoleat (74,10%) asam lemak yang mempunyai komposisi terbesar. Asam lemak lainnya adalah asam linoleat (10,32%) (Puncak 2), asam oleat (7,55%) (Puncak 3), asam stearat (2,81%) (Puncak 4), asam palmitat (2,59%) (Puncak 1), asam erusat (1,70%) (Puncak 7) dan asam eicosadienoic (0,93%) (Puncak 6). Menurut Amalia (2008) Analisis GC terhadap produk reaksi transesterifikasi menunjukkan adanya metil risinoleat dengan kadar 86,19 % pada waktu retensi (tR) 8,3 menit.

Komponen yang telah dipisahkan oleh kromatografi gas selanjutnya masuk ke dalam instrument spektrofotometer massa. Pada spektrofotometer massa, komponen cuplikan ditembak dengan berkas elektron sehingga diperoleh ion bermuatan positif dengan energi yang tinggi sebab adanya elektron yang terlepas dari molekul menjadi ion yang lebih kecil (Sastrohamidjojo, 2007). Spectra yang

diperoleh menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relative masing-masing berdasarkan pada tingkat kestabilannya. Kestabilan fregmen dipengaruhi oleh kemampuannya untuk beresonansi. Semakin stabil suatu fregmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).

2.4 Zeolit

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung rongga-rongga, yang didalamnya terisi ion-ion logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Cheetam, 1992). Struktur kerangka zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.4 Struktur kerangka Zeolit (Witanto dkk, 2010)

Zeolit dapat digunakan sebagai katalis maupun sebagai penyangga katalis untuk reaksi-reaksi katalitik.. Bila zeolit digunakan pada proses katalisis maka akan terjadi difusi molekul ke dalam ruang bebas antar kristal dan reaksi kimia juga terjadi di permukaan saluran tersebut (Hastiawan, 1985).

Zeolit alam adalah zeolit yang ditambang langsung dari alam. Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, di antaranya mengandung banyak pengotor seperti

Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Aktivitas zeolit dapat ditingkatkan, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu. Selain untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zeolit alam, proses aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat-sifat dari zeolit, seperti luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan keasaman yang meningkat akan menyebabkan aktivitas katalitik dari zeolit meningkat (Lestari, 2010). Keuntungan menggunakan katalis zeolit yaitu memiliki aktivitas yang tinggi, masa hidup katalis yang panjang, biaya katalis rendah, tidak korosif, ramah lingkungan, dan dapat dipisahkan dari larutan produk sehingga dapat digunakan kembali (Santoso dkk, 2012).

2.4.1 Aktivasi Zeolit Alam

Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan baik secara fisika maupun secara kimia. Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi. Sedangkan aktivasi secara kimia dapat dilakukan melalui penambahan asam atau basa kuat (Barrer, 1982). Tujuannya untuk membersihkan permukaan pori dengan menghilangkan pengotor anorganik dengan pertukaran kation dengan H^+ (Ertan & Ozkan, 2005).

Yuanita (2010) menjelaskan bahwa kandungan logam seperti Ca, Fe pada zeolit mengalami penurunan setelah perlakuan dengan HCl. Luas permukaan spesifik dan rerata jejari pori mengalami peningkatan. Peningkatan ini lebih disebabkan karena terjadinya pembukaan pori zeolit yang semula tertutupi oleh pengotor. Mahardiani (2010) telah memodifikasi zeolit alam Wonosari-Indonesia

dengan merefluk dengan HCl 6 M. Hasil XRF menunjukkan terjadinya penurunan kandungan logam Ca, Fe dan Mg. Aziz, dkk. (2012) menggunakan HCl 6 M untuk mengaktivasi zeolit alam. Untuk mendeteksi tidak adanya ion Cl pada zeolit, dideteksi dengan larutan AgNO₃. Hal yang sama juga telah dilakukan Witanto dkk. (2010). Adanya sifat hidrofobik pada permukaan zeolit menyebabkan trigliserida minyak (non polar) mudah teradsorp di permukaan zeolit. Hal ini menyebabkan reaksi pada permukaan zeolit berjalan lebih cepat.

Kinerja katalis ditentukan oleh tiga hal yaitu aktivitas, selektivitas, dan stabilitas operasi yang dapat mempengaruhi waktu pakai katalis. Waktu pakai inilah yang menentukan efektifitas penggunaan katalis. Beberapa faktor yang mempengaruhi kerja katalis diantaranya :

a. Aktivitas Katalis

Aktivitas katalis biasanya dinyatakan dalam persentase konversi atau jumlah produk yang dihasilkan dari (jumlah) reaktan yang digunakan dalam waktu reaksi tertentu. Aktivitas katalis sangat bergantung pada sifat kimia katalis, di samping luas permukaan dan distribusi pori katalis. Unjuk kerja reaktor dalam industri seringkali dikuantitaskan dalam '*space-time yield*' (STY), artinya kuantitas produk yang terbentuk per unit waktu dan volume reaktor.

b. Selektivitas Katalis

Selektivitas dapat diartikan sebagai kemampuan suatu katalis untuk menyokong satu atau beberapa macam produk yang dikehendaki dari keseluruhan macam produk yang mungkin dapat terjadi. Kualitas katalis menentukan selektivitasnya terhadap produk yang diinginkan. Selektivitas katalis sangat bergantung pada tekanan, temperatur reaksi, komposisi reaktan, luas permukaan

dan distribusi ukuran pori serta macam reaksi. Penggunaan katalis mungkin hanya diperlukan aktivitasnya saja atau mungkin selektivitasnya saja atau keduanya. Aktivitas katalis biasanya akan menurun dengan meningkatnya temperatur, dan peningkatan temperatur juga akan berakibat memperpendek waktu pakai (*life time*) katalis. Jika secara termodinamika produk sangat bervariasi maka peningkatan temperatur sistem dapat menyebabkan meningkat atau menurunnya selektivitas katalis, bergantung pada keseluruhan kinetik dan 12 produk yang diinginkan. Dengan demikian selektivitas dapat dikontrol melalui kondisi temperatur sistem (Satterfield, 1980).

c. Waktu Pakai Katalis.

Aktivitas suatu katalis berkaitan erat dengan kondisi waktu pakai katalis yang meliputi suhu, tekanan, macam reaktan yang digunakan dan frekuensi penggunaan katalis.

2.4.2 Modifikasi KOH/zeolit

Salah satu cara untuk meningkatkan kinerja zeolit sebagai katalis adalah meningkatkan sisi aktif zeolit. Peningkatan sisi aktif zeolit dapat dilakukan dengan mensintesis atau modifikasi zeolit tersebut dengan senyawa asam maupun basa. Beberapa penelitian yang telah dihasilkan, banyak melakukan sintesis zeolit dengan senyawa-senyawa basa seperti KOH, NaOH dan senyawa basa yang lainnya. Macam-macam metode yang digunakan diantaranya sintesis padatan (*solid state*), impregnasi, dan sonikasi. Sonikasi memiliki keunggulan dengan gelombang ultrasonik yang mampu mempercepat proses sintesis zeolit dengan senyawa-senyawa asam ataupun basa.

Banyak penelitian telah melaporkan zeolit yang diimpregnasi dengan KOH efektif digunakan sebagai katalis pembuatan biodiesel. Diantaranya Noiroj, dkk. (2009) telah melaporkan impregnasi KOH 25 wt% pada Al_2O_3 dan dikalsinasi $500^\circ C$ selama 3 jam, efektif digunakan dalam pembuatan biodiesel. Reaksi transesterifikasi ini dilakukan pada suhu $60^\circ C$ selama 3 jam dengan rasio molar metanol:minyak 15:1 didapat konversi biodiesel 90,07 %.. Intarapong, dkk., (2013) telah mengimpregnasi KOH pada zeolit modernit Thailand dan dikalsinasi pada $400^\circ C$. Reaksi dilakukan pada suhu $60^\circ C$ didapatkan konversi 82,6 %. Kalsinasi yang melebihi $500^\circ C$ menyebabkan sisi aktif dari zeolit rusak.

Kusuma, dkk. (2013) telah mengimpregnasikan KOH pada zeolit alam sebagai katalis reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel. Reaksi dilakukan pada suhu $60^\circ C$ selama 2 jam, perbandingan molar rasio metanol:minyak 7:1, katalis yang digunakan sebesar 3 % dari berat minyak. Hasil reaksi didapatkan konversi biodiesel sebesar 95,09 %. Xie & Huang (2006), telah membuat biodiesel dari minyak kedelai dengan katalis KOH/zeolit didapatkan hasil konversi biodiesel sebesar 85,6%. Katalis heterogen KOH/zeolit yang telah digunakan sebanyak 3 kali reaksi hanya kehilangan 3,40 % gugus aktif dari zeolit tersebut. Biasanya dalam sintesis terdapat tahapan pemanasan berupa kalsinasi, yang bertujuan untuk menguapkan serta menghilangkan senyawa-senyawa logam yang mempunyai titik didih tinggi.

Azmi (2010) menjelaskan bahwa K_2O terbentuk akibat pemanasan (kalsinasi) senyawa K_2CO_3 dibawah titik didihnya ($825^\circ C$). Pemanasan menyebabkan dekomposisi kalium oksida dan air. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Kusuma, dkk. (2013) melaporkan bahwa kalsinasi pada 450 °C selama 4 jam KOH akan berubah menjadi K₂O. Reaksi yang terjadi ketika proses kalsinasi KOH adalah sebagai berikut:



K₂O mempunyai aktivitas katalitik yang sangat tinggi untuk reaksi transesterifikasi. Naiknya sisi aktif K₂O akan semakin menaikkan konversi biodiesel (Noiroj, dkk. 2009 dan Soetaredjo, dkk. 2011). Kusuma, dkk. (2013) menjelaskan Gugus aktif K₂O yang bersifat basa akan bereaksi dengan metanol menghasilkan ion metoksida. Ion metoksida inilah yang akan bereaksi dengan trigliserida menjadi metil ester.

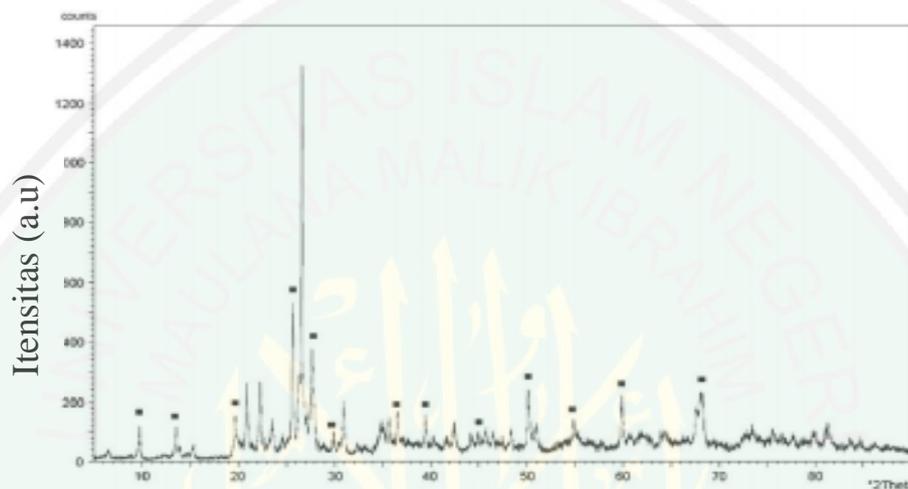


Gambar 2.5 Reaksi katalis K₂O dengan metanol

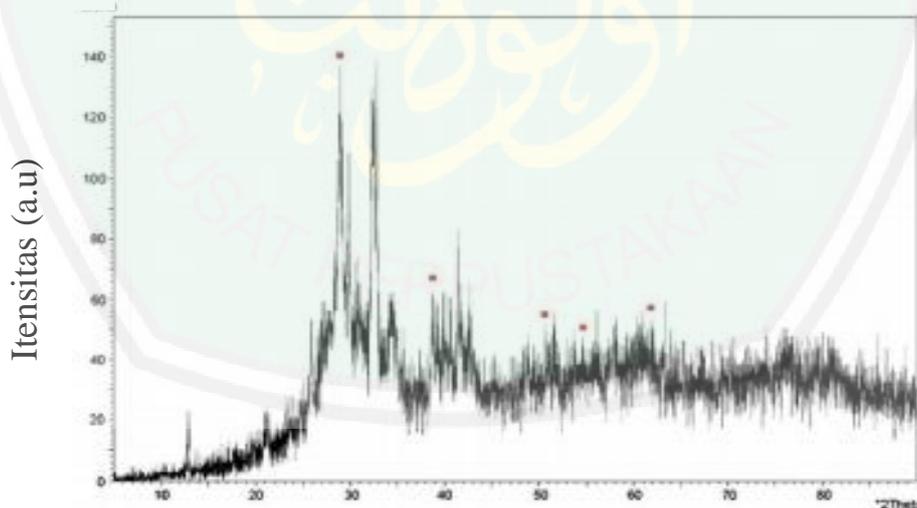
KOH sebelum kalsinasi adalah berupa kation K⁺ yang berada di permukaan zeolit. Kation ini mempunyai kemampuan mendesak kation-kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Hussain, dkk. (2000) menjelaskan bahwa kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan sebagai berikut : Cs⁺ > K⁺ > NH₄⁺ > Na⁺ > H⁺ > Li⁺. Pertukaran ion pada zeolit yang menggunakan logam lebih elektropositif akan menghasilkan sifat kebasaan yang tinggi (Suppes, 2004).

Hasil aktivasi dan modifikasi dapat dilihat melalui karakterisasi XRD yang bertujuan untuk mengetahui terbentuknya pengaruh aktivasi zeolit dan modifikasi KOH/zeolit. Difaktogram hasil analisis dibandingkan dengan JCPDS (*Join*

Commite on Powder Diffraction Standard) atau *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns* (Swanson dkk. 1969). Rianto dkk. (2012) menjelaskan bahwa zeolit alam Malang memiliki puncak khas pada $2\theta = 3.5^\circ, 19.6^\circ, 22.3^\circ, 25.7^\circ, 26.3^\circ, 27.5^\circ$ dan 30.9° . Sedangkan K_2O memiliki puncak khas pada $2\theta = 25,28^\circ, 37,80^\circ$ dan $48,12^\circ$ (Kusuma, dkk. 2013).



Gambar 2.6 Spektra XRD zeolit alam(Kusuma, dkk. 2013)



Gambar 2.7 Spektra XRD zeolit modifikasi K_2O (Kusuma, dkk. 2013)

2.4.3 Metode Sonikasi

Sonikasi merupakan proses kimia menggunakan teknologi suara dengan frekuensi 20 kHz – 10 MHz. Suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair

memiliki kemampuan menciptakan gelembung di dalam medium tersebut secara terus – menerus yang kemudian dengan cepat menjadi *implosion*. Pada tekanan dan temperatur tinggi bisa menghasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas. Energi kinetik yang besar besar bisa menyebabkan material terpecah menjadi berukuran kecil atau nano (Suslick dan Price, 1999).

Proses yang terjadi yaitu transfer massa secara mekanik dengan adanya efek pemanasan dan kavitasi. Proses kavitasi tersebut terdiri dari pembentukan, pertumbuhan, dan mengembang-ngempisnya gelembung pada larutan berair menghasilkan *hot spot* dengan suhu yang sangat tinggi mencapai 5000–25.000 K dan tekanan 1000 bar yang mendorong pembentukan nanomaterial.

Lee, dkk (2005) mengembangkan katalis MoS₂ terhadap pengemban γ -Al₂O₃. Proses pengemban dilakukan dengan mereaksikan Mo, S, dan γ -Al₂O₃, selanjutnya campuran diberi radiasi ultrasonik sebesar 20 kHz pada temperatur 21 60oC selama 1,5 jam kemudian dikeringkan pada suhu 200 oC. Berdasarkan hasil analisis menggunakan IR terbukti bahwa MoS berhasil diemban ke dalam pengemban γ -Al₂O₃.

M., Abdul dkk. (2001) telah melakukan penelitian tentang pengaruh iradiasi ultrasonik pada preparasi katalis CuO/ZnO/Al₂O₃ untuk reaksi hidrogenasi CO₂ menjadi metanol, dalam penelitian tersebut divariasikan waktu iradiasi ultrasonik pada saat preparasi katalisnya. Adapun variasi waktunya yaitu 30, 60, dan 90 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu yang baik dalam iradiasi ultrasonik yaitu 60 menit yang menghasilkan luas permukaan katalis sebesar 50,1 m²/g, sedangkan pada waktu iradiasi ultrasonik selama 30 menit menghasilkan luas permukaan katalis sebesar 46,4 m²/g dan pada iradiasi dengan waktu 90 menit

menghasilkan katalis dengan luas permukaan sebesar 34,7m²/g. Brian .dkk.,(2013) pada preparasi Katalis Ni-4%/ZA menggunakan metode sonikasi menghasilkan rata-rata jari-jari pori (33,13 Å), volume pori (0,185 cc/g), dan keasaman permukaan (0,7619 mmol/g).

2.5 Presfektif Islam Pada Penelitian

Segala yang dibutuhkan manusia di bumi telah disediakan oleh Allah SWT dengan beragam macam ciptaannya . Semua yang diciptakan dipermukaan bumi mempunyai nilai pemanfaatan masing-masing, baik yang telah diketahui manusia ataupun belum diketahui pemanfaatannya oleh manusia. Allah SWT telah berfirman dalam surat Ali Imron ayat 190. Surat Ali Imron ayat 190.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي
الْأَلْبَابِ ۝

Artinya : “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*” (Qs. Ali Imran/3:190).

Menurut Al Qurthuby (2008) pada tafsir Al qurtubi menafsirkan firman Allah SWT “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi*”, bahwa manusia diperintahkan untuk merenung, melihat dan mengambil kesimpulan pada tanda-tanda ke-Tuhanan. Al Qurthuby (2008) menafsirkan firman Allah SWT “*terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*”, manusia diberi akal oleh Allah SWT agar dapat merenungkan tandatanda yang telah diberikan oleh Allah SWT. Di alam

semesta ini Allah telah menciptakan segala sesuatu yang dibutuhkan oleh manusia, manusia hanya diperintahkan untuk menggunakan akal nya.

Pemanfaatan minyak biji jarak yang dikenal mengandung racun digunakan sebagai salah satu pengganti bahan bakar mesin diesel, menjadi salah satu contoh bahwa segala ciptaan yang ada di permukaan bumi mempunyai nilai manfaat yang sangat tinggi. Selain itu benda alam yang mempunyai nilai manfaat dalam pembuatan biodisel ini adalah zeolit. Zeolit merupakan jenis batuan alam yang mempunyai manfaat sebagai katalis dalam mempercepat reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodisel.

Pemanfaatan minyak biji jarak bagi masyarakat luas menjadi salah satu bentuk amal kebaikan yang diajarkan oleh agama islam. Pemanfaatan biodisel menjadi hal yang lebih baik sebagai pengganti bahan bakar mesin disel merupakan salah satu bentuk amal sholeh yang diajarkan oleh islam. Perintah Allah SWT dalam memperbaiki atau memanfaatkan segala sesuatu yang ada dipermukaan bumi dijelaskan pada surat an-Nahl ayat 97:

مَنْ عَمِلَ صَالِحًا مِنْ ذَكَرٍ أَوْ أُنْثَىٰ وَهُوَ مُؤْمِنٌ فَلَنُحْيِيَنَّهٗ حَيَاتًا طَيِّبَةً ۗ
وَلَنَجْزِيَنَّهُمْ أَجْرَهُمْ بِأَحْسَنِ مَا كَانُوا يَعْمَلُونَ ۝

Artinya : “Barangsiapa yang mengerjakan amal saleh, baik laki-laki maupun perempuan dalam keadaan beriman, maka sesungguhnya akan Kami berikan kepadanya kehidupan yang baik dan sesungguhnya akan Kami beri balasan kepada mereka dengan pahala yang lebih baik dari apa yang telah mereka kerjakan” (QS. an-Nahl:97)

Abdullah (2007) pada tafsir ibnu katsir jilid 5 menafsirkan bahwa janji dari Allah SWT bagi orang yang mengerjakan amal shalih (yaitu amal yang mengikuti

al-Qur'an dan sunnah Nabinya) baik laki-laki maupun perempuan yang hatinya beriman kepada Allah dan RasulNya adalah *“Dan sesungguhnya akan kami beri balasan kepada mereka”*, maksudnya di akhirat kelak *“Dengan pahala yang lebih baik dari apa yang telah mereka kerjakan”*.



BAB III

METODOLOGI

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan April 2017- januari 2018 di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, laboratorium Kimia Universitas Brawijaya, dan laboratrium bersama Fakultas MIPA Universitas Malang.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah: *hotplate*, *magnetic stirrer*, *beaker glass*, serangkaian alat refluks, serangkaian alat titrasi, ayakan 200 mesh dan 230 mesh, botol hidrotermal, corong pisah 250 mL, corong, cawan, erlenmeyer 100 mL, pipet tetes, seperangkat alat *refluks*, tanur, piknometer, pipet volume, *stopwatch*, pH universal, neraca analitik, oven, sonikator, instrumen *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah: zeolit alam Turen Malang, minyak jarak kepyar, metanol, aquades, KOH (*merck*), HCl 6 M(*merck*), *aluminium foil*, kertas saring, indikator fenolftalein, etanol 95 % , petroleum eter, larutan asam oksalat dan aseton.

3.3. Tahapan Penelitian

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam
2. Modifikasi KOH/zeolit dengan metode sonikasi
3. Karakterisasi Katalis Heterogen KOH/Zeolit dengan *X-Ray Diffraction*
4. Uji pengaruh variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit
5. Analisis biodiesel hasil i reaksi transesterifikasi

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam ditumbuk hingga membentuk serbuk, kemudian serbuk zeolit diayak dengan ayakan 200-230 mesh. Diambil serbuk zeolit yang tidak lolos ayakan 230 mesh (Kusuma, dkk., 2013). Seratus gram zeolit hasil ayakan direndam dalam 200 mL HCl 6 M selama 4 jam dan diaduk dengan *stirrer*. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven 120 °C selama 4 jam (Botianovi, 2012). Kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan XRF.

3.4.2. Modifikasi KOH/Zeolit Dengan Metode Sonikasi

Proses modifikasi dilakukan dengan melarutkan 25 gram KOH ke dalam 50 mL akuades. Kemudian 50 gram zeolit direndam dalam larutan KOH. Zeolit direndam menggunakan larutan KOH dan dibantu dengan gelombang ultrasonik pada 43kHz selama 10 menit. Zeolit dipisahkan dengan filtrasi vakum untuk memisahkannya dari larutan. Setelah itu dioven 110 °C selama 24 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Intarapong, dkk., 2013).

3.4.3 Karakterisasi Katalis Heterogen KOH/Zeolit dengan *X-Ray Diffraction*

Karakterisasi XRD katalis heterogen KOH/Zeolit menggunakan radiasi monokromator Cu K_{α} ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 10\text{--}60^{\circ}$, step $0,020^{\circ}$ dan waktu step 1 detik (Suiva, 2014). Difraktogram yang didapat dibandingkan dengan JCPDS atau ICSD dan *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns* (Swanson, dkk., 1969).

3.4.4 Uji Pengaruh Variasi Waktu Kontak Katalis Heterogen KOH/Zeolit

a Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Katalis Heterogen KOH/Zeolit

Katalis heterogen KOH/Zeolit sebesar 17% berat minyak dicampur dengan metanol dalam *beaker glass*. Kemudian ditambahkan minyak jarak. Perbandingan rasio molar minyak dan metanol 1:15. Campuran dimasukkan kedalam reaktor dan *distirrer*. Reaksi dilakukan pada suhu 60°C dengan lama waktu reaksi yang bervariasi. Variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/Zeolit dalam reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/Zeolit dalam reaksi transesterifikasi

| Berat metanol | Berat minyak | Suhu | Waktu kontak |
|---------------|--------------|----------------------|--------------|
| 49,63 gram | 96 gram | 60°C | 5 jam |
| 49,63 gram | 96 gram | 60°C | 6 jam |
| 49,63 gram | 96 gram | 60°C | 7 jam |

Setelah tahap reaksi transesterifikasi selesai, katalis dipisahkan dengan menggunakan filtrasi vakum. Minyak yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan untuk membentuk 2 lapisan, kemudian kedua lapisan tersebut dipisahkan. Lapisan yang terbentuk yaitu metil ester dan gliserol, lapisan metil ester berada di atas dan gliserol di bawah. Lapisan metil ester dicuci dengan menggunakan 3 mL aquades dan dimasukkan ke dalam corong pisah untuk dipisahkan antara lapisan organik dan lapisan air yang akan terbentuk. Lapisan organik berada di atas yang merupakan minyak biodiesel, dan lapisan air berada dibawah. Angka uji % aktivitas diperoleh melalui :

$$\% \text{ Aktivitas} = \frac{\text{jumlah produk hasil biodiesel}}{\text{jumlah minyak jarak sebelum refluk}} \times 100\%$$

3.4.5 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

a. Analisis Kadar Air

Cawan porselen kosong di oven selama 15 menit, kemudian didinginkan di dalam desikator. Sebanyak 2 gram biodiesel (W_1) dimasukan ke dalam cawan porselen dan ditimbang (W_2), dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C. Selanjutnya cawan porselen berisi sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3) hingga konstan (Aziz, dkk., 2012).

$$\% \text{ kadar air} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat cawan + sampel biodiesel sebelum dipanaskan (g)

W_3 : berat cawan + sampel biodiesel setelah dipanaskan (g)

b. Analisis Asam Lemak Bebas

Sebanyak 5 gram biodiesel dilarutkan dengan 5 mL etanol 95 % dalam Erlenmeyer. Dipanaskan 40 °C selama 10 menit. Selanjutnya ditambah 2 tetes indikator fenolftalein 1%, lalu dilakukan titrasi dengan KOH 0,1 N hingga menghasilkan warna merah muda (Sari, dkk., 2014).

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

Keterangan:

V : volume KOH (mL)

N : normalitas KOH (g/mol)

BM : berat molekul asam lemak dominan yang terkandung dalam biodiesel (g/mol)

c. Analisis Penentuan Densitas

Piknometer dibilas dengan aquades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditimbang piknometer (W_1). Piknometer diisi dengan biodiesel, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2) (Aziz, dkk., 2012).

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan:

ρ : densitas (g/mL)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

d. Analisa Hasil GC-MS Biodiesel

Produk hasil reaksi disaring untuk memisahkannya dari katalis. Kemudian produk dimasukkan kedalam corong pisah. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan. Diambil lapisan atas (biodiesel) dan dibuang lapisan bawah (gliserol). Selanjutnya biodiesel dianalisis dengan instrument GC-MS. Hasil analisis akan didapatkan informasi tentang kadar dan jenis metil ester (biodiesel) hasil konversi minyak jarak. Biodiesel sebanyak 2 μ L diinjekkan ke dalam instrumen GC-MS yang dikondisikan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Pengondisian instrument GC-MS

| Alat | Kondisi | Alat | Kondisi |
|-----------------|------------------------|-----------------------|----------------|
| Jenis kolom | Rastek RXi-5MS | Energi ionisasi | 70 ev |
| Panjang kolom | 30 meter. | Suhu kolom | 60 °C |
| Suhu Injektor | 240 °C | <i>Injection mode</i> | Split |
| Gas pembawa | Helium | Tekanan gas | 16,5 kPa |
| Sistem ionisasi | <i>Electron Impact</i> | Kec. Alir gas | 0,5 mL/menit |

Sumber: Hidayat, 2012.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Zeolit Alam, Aktivasi Zeolit Alam dan Modifikasi

KOH/zeolit

Preparasi zeolit alam dilakukan dengan beberapa tahap diantaranya penggerusan, pengayakan dan pencucian. Proses pengayakan dilakukan dengan ukuran 200-230 mesh untuk menghasilkan ukuran yang seragam dan luas permukaan yang lebih besar. Pengurangan pengotor seperti debu dan pasir yang terkandung dalam zeolit dilakukan dengan pencucian menggunakan aquades. Proses pengeringan zeolit dipanaskan dengan suhu 100°C untuk menguapkan kandungan air pada zeolit.

Banyaknya kandungan logam pengotor pada zeolit menurunkan kemampuan zeolit sebagai katalis. Salah satu cara untuk meningkatkan kemampuan zeolit sebagai katalis adalah aktivasi zeolit, baik aktivasi kimia ataupun aktivasi fisika. Aktivasi kimia dapat menurunkan kandungan logam-logam pengotor pada zeolit dengan penambahan larutan asam. Muatan negatif pada sisi zeolit mengakibatkan logam-logam pengotor yang mempunyai kation berikatan dengan sisi aktif zeolit tersebut. Proses aktivasi kimia pada zeolit dilakukan dengan perendaman larutan asam HCl 6 M. Pengaruh aktivasi kimia dapat dilihat dengan analisis zeolit hasil aktivasi menggunakan instrumentasi XRF. Hasil aktivasi dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil XRF zeolit sebelum, sesudah aktivasi dan sesudah modifikasi

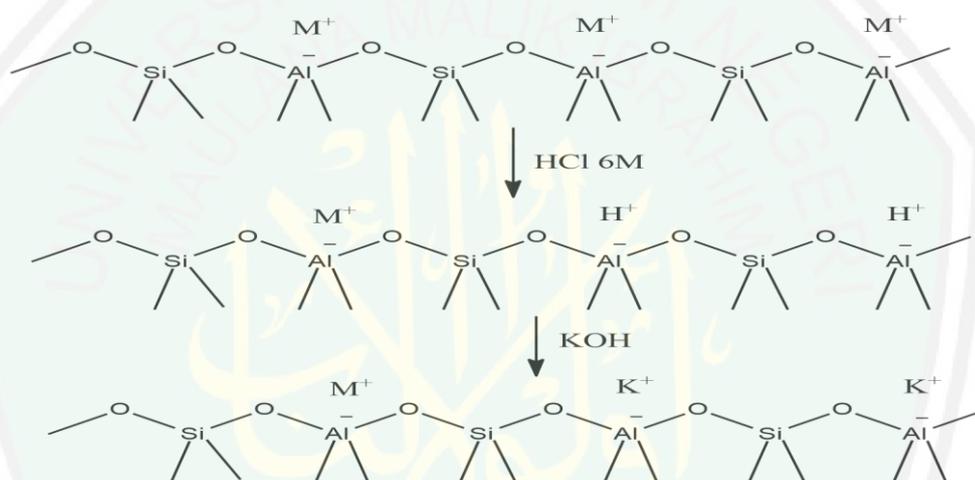
| Unsur | Zeolit Alam(%) | Zeolit Aktivasi (%) | Zeolit Modifikasi(%) |
|-------|----------------|---------------------|----------------------|
| Al | 8,4 | 7,2 | - |
| Si | 56,9 | 52,9 | 40,7 |
| K | 8,75 | 11,3 | 38,7 |
| Ca | 10,5 | 9,31 | 8,02 |
| Ti | 0,90 | 1,2 | 1,0 |
| V | 0,04 | 0,05 | 0,02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

Aktivasi dengan asam (HCl) menyebabkan terjadinya dealuminasi dan dekationisasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation logam lainnya dalam kerangka. Terjadinya proses dealuminasi akan menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya logam pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Penambahan luas permukaan tersebut akan mengakibatkan proses penyerapan yang terjadi semakin besar.

Proses aktivasi menghasilkan penurunan kadar logam pengotor Ca^{2+} dan Mn^{2+} pada hasil XRF zeolit alam dan zeolit alam aktivasi. Penurunan kadar kation-kation menunjukkan bahwa kation tersebut telah larut dalam asam. Posisi kation-kation logam pada zeolit tergantikan oleh kation H^+ . Sisa anion Cl^- dihilangkan melalui pencucian aquades. Warna zeolit alam mengalami perubahan dari berwarna abu-abu kehijauan menjadi beewana abu-abu keputihan setelah proses pemanasan pada suhu 110°C .

Zeolit alam hasil aktivasi dicampurkan larutan KOH dengan konsentrasi 50% dari berat zeolit dengan metode sonikasi. Metode sonikasi menghasilkan efek

kavitasi yang akan memaksimalkan serta mempercepat proses modifikasi. Kation K^+ akan menempel pada sisi aktif zeolit dengan menggantikan kation H^+ , akan tetapi kation K^+ lebih sulit menggantikan H^+ . Oleh sebab itu pada permukaan sisi aktif zeolit akan terdapat dua sisi aktif (H^+ dan K^+). Keberhasilan pertukaran ion H^+ dengan K^+ ditunjukkan dengan meningkatnya kadar K^+ pada hasil XRF zeolit aktivasi dengan zeolit modifikasi (Tabel 4.2).

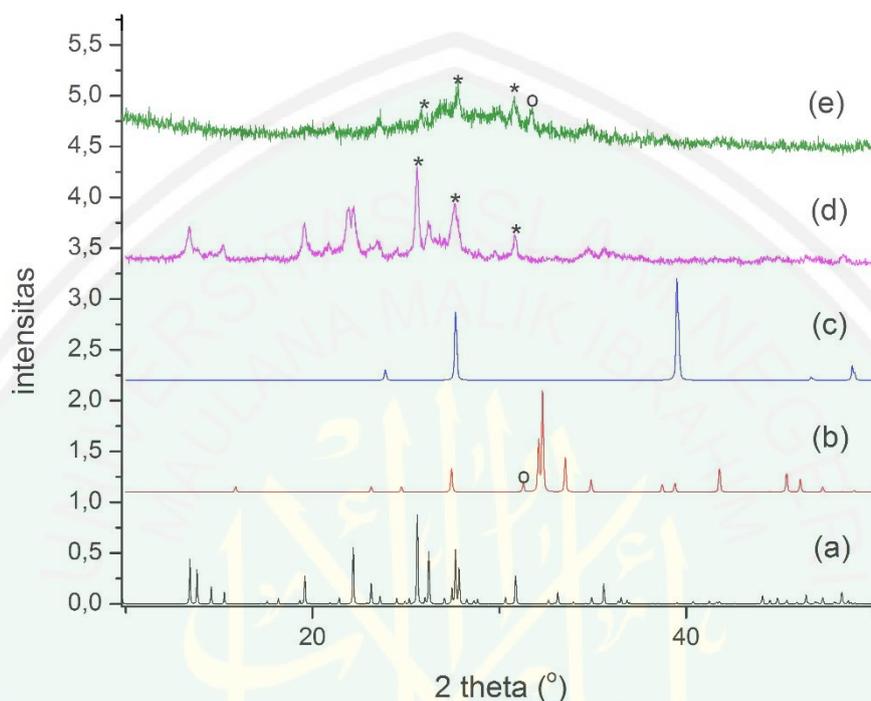


Gambar 4.1 Proses Aktivasi dan Modifikasi KOH/zeolit

Proses selanjutnya adalah kalsinasi dengan suhu 450°C , peningkatan energi kinetik akibat pemanasan suhu tinggi mengakibatkan senyawa gas yang semula tidak reaktif menjadi reaktif. Dalam hal ini gas seperti O_2 akan bereaksi dengan unsur-unsur K^+ pada sisi aktif zeolit menghasilkan oksida K_2O . Apabila K_2O terbentuk maka merupakan senyawa basa dengan aktifitas katalitik yang tinggi yang akan berperan penting dalam proses reaksi transesterifikasi minyak jarak.

Struktur dan fasa kristal dari hasil modifikasi dapat diketahui melalui analisa XRD. Hasil XRD akan menunjukkan keberhasilan dalam proses sintesis

atau modifikasi KOH terhadap zeolit sebagai katalis dengan melihat fasa-fasa yang terbentuk.



Gambar 4.2 Hasil difragtogram XRD zeolit (a) standar zeolit mordenit (struktur komisi asosiasi zeolit internasional, 2001) (b) standar KOH (ICSD no. 61047) (c) standar K_2O (ICSD no. 641282) (d) zeolit alam (e) modifikasi KOH/zeolit (*= puncak zeolit alam, $^{\circ}$ = puncak KOH)

Hasil difraktogram menunjukkan bahwa zeolit alam merupakan zeolit mordenite. Hal ini berdasarkan munculnya puncak yang sama dengan standar (Struktur Komisi Zeolit Internasional, 2001) pada $2\theta(^{\circ}) = 13,4; 19,6; 22,2; 25,6; 26,2; 27,6; \text{ dan } 30,8$. Bertambahnya konsentrasi KOH pada pola hasil difraktogram XRD zeolit alam dan zeolit modifikasi menunjukkan bahwa sifat kristalinitas zeolit tersebut mengalami penurunan. Penurunan intensitas tersebut dipengaruhi oleh penambahan KOH yang menempel pada permukaan sisi aktif zeolit. Penurunan

intensitas puncak dan sifat kristalinitas zeolit juga didasarkan pada hasil penelitian Kusuma, dkk. (2012) pada impregnasi KOH/zeolit.

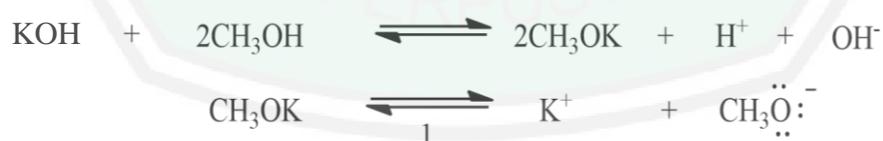
Keberhasilan modifikasi KOH/zeolit ditandai dengan munculnya puncak baru pada daerah $2\theta(^{\circ}) = 31^{\circ}$, 34° , dan 38° (Lampiran 2) yang sesuai dengan puncak KOH (ICSD no. 61047). Selain itu juga ditandai dengan kenaikan intensitas puncak pada daerah $2\theta(^{\circ}) = 23^{\circ}$ dan 27° . Hal ini menunjukkan bahwa proses kalsinasi pada suhu 450°C tidak terbentuk senyawa basa K_2O yang dimungkinkan kurang tingginya suhu kalsinasi.

4.2 Uji Pengaruh Variasi Waktu Kontak Katalis Heterogen KOH/Zeolit

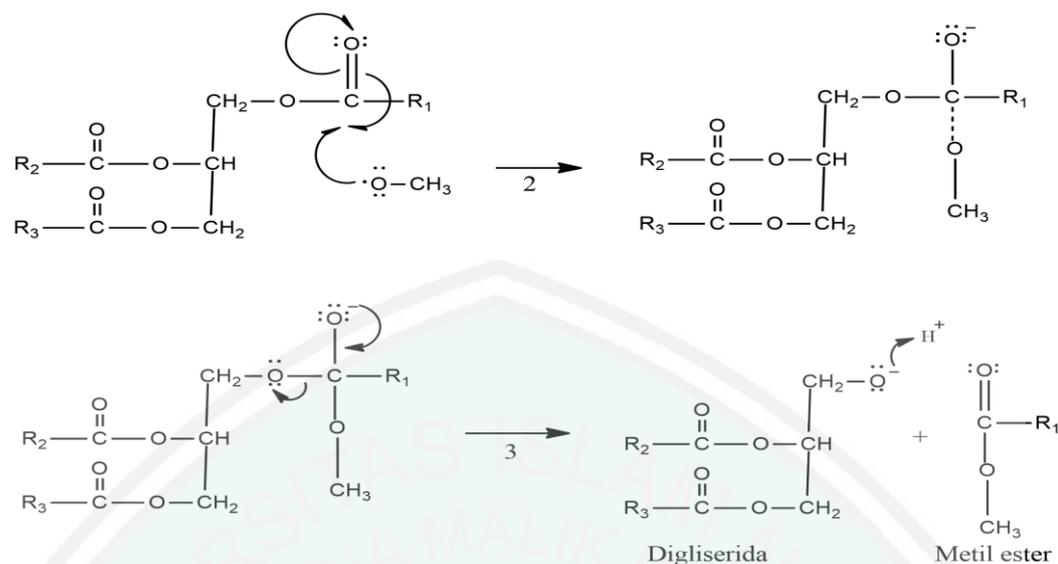
Kefektifan hasil sintesis atau modifikasi KOH/zeolit diujikan sebagai katalis dalam proses reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel. Perbandingan rasio molar antara minyak dan metanol yang digunakan 1: 15. Semakin banyak perbandingan metanol terhadap minyak diharapkan akan mampu menghasilkan produk biodiesel yang lebih banyak. Perbandingan jumlah metanol yang lebih besar akan menggeser reaksi transesterifikasi ke arah produk, sehingga dihasilkan produk yang optimum serta berperan juga sebagai pelarut. Pada penelitian ini digunakan 3 variasi waktu yang berbeda. Berdasarkan dari variasi waktu 5, 6, dan 7 jam akan ditemukan salah waktu yang mampu menghasilkan produk optimum. Lamanya waktu transesterifikasi digunakan untuk memaksimalkan proses transesterifikasi dan kerja katalis K_2O /Zeolit. Proses transesterifikasi dibantu dengan adanya perangkat sokhlet beserta kondensor. Hal tersebut bertujuan untuk memaksimalkan proses transesterifikasi.

Produk biodiesel minyak biji jarak dipengaruhi oleh perlakuan pada proses transesterifikasi. Biodiesel yang dihasilkan setelah proses transesterifikasi masih bercampur dengan produk samping lainnya. Biodiesel yang dihasilkan dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Hal tersebut untuk memisahkan produk biodiesel yang masih terbentuk 2 lapisan atau dalam 2 fasa, lapisan atas merupakan biodiesel yang terdiri dari senyawa metil ester, sedangkan lapisan bawah merupakan gliserol, sisa katalis, serta senyawa lain yang tidak bereaksi. Lapisan atas (biodiesel) masih dimungkinkan bercampur dengan metanol dan sisa produk samping sehingga dimurnikan dengan aquades panas. Proses pemurnian dengan aquades menghasilkan dua lapisan, lapisan atas berupa biodiesel dan lapisan bawah merupakan air dan gliserol.

Proses pemisahan didasarkan ekstraksi cair-cair, fasa polar (gliserol) akan larut ke dalam aquades sedangkan fasa non polar (biodiesel, minyak) tidak ikut larut. Proses pemurnian dengan aquades dilakukan secara berulang untuk lebih memaksimalkan pemisahan biodiesel dan gliserol. Reaksi transesterifikasi dengan komposit KOH/zeolit dapat diilustrasikan pada gambar 4.4.



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi KOH dengan metanol



Gambar 4.4 Mekanisme reaksi senyawa radikal menjadi metil ester mengacu pada penelitian Corro, dkk.(2012)

Proses transesterifikasi berlangsung melalui reaksi antara katalis basa heterogen (KOH) dengan metanol. Terbentuknya sisi aktif dari katalis basa heterogen (KOH) menyebabkan terjadinya reaksi dengan metanol. Reaksi tersebut menghasilkan ion metoksida yang bersifat nukleofil kuat (reaksi 1). Ion metoksida akan menyerang gugus karbonil pada senyawa trigliserida. Penyerangan ion metoksida menyebabkan ikatan π pada C=O menjadi putus, sehingga membentuk pasangan elektron bebas pada atom O. Pemutusan ikatan π pada C=O juga menghasilkan atom O yang bermuatan negatif dan terbentuknya zat antara tetrahedral (reaksi 2). Terbentuknya zat antara tetrahedral menyebabkan senyawa tersebut kurang stabil, sehingga terjadi penataan ulang. Penataan ulang tersebut menghasilkan terbentuk kembali ikatan π antara atom C dan atom O yang akan berupa ikatan rangkap. Ikatan atom C akan putus dari atom O yang terikat pada trigliserida, sehingga akan menghasilkan digliserida dan satu molekul metil ester. Atom O yang bermuatan (-) terikat pada digliserida akan menyerang H⁺ yang

dihasilkan dari reaksi samping pembentukan ion metoksida atau juga dapat menyerang H pada metanol. Hal tersebut memicu pembentukan ion metoksida baru yang terjadi dari atom O yang bermuatan negatif pada metanol. Mekanisme transesterifikasi berlanjut sampai dihasilkan tiga molekul metil ester dan terbentuk 1 molekul gliserol. Hasil rendemen biodiesel yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil rendemen biodiesel dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam

| Sampel | Waktu reaksi | Rendemen (%) |
|-------------|--------------|--------------|
| Metil ester | 5 jam | 87 |
| | 6 jam | 85 |
| | 7 jam | 76 |

Berdasar hasil rendemen dapat diketahui bahwa nilai rendemen dari variasi waktu 5, 6, dan 7 jam mengalami penurunan nilai rendemen yaitu 87%, 85%, dan 76%. Hal ini dapat disimpulkan bahwa pada penggunaan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam, semakin lama waktu reaksi yang digunakan semakin sedikit hasil rendemen yang diperoleh. Tingginya nilai rendemen yang diperoleh pada variasi 5 jam diperkirakan karena masih terdapat asam lemak bebas yang belum terkonversi menjadi metil ester secara optimal. Sebaliknya pada variasi 7 jam diperoleh rendemen paling rendah, tetapi menghasilkan konversi minyak biji jarak terhadap metil ester yang lebih optimal. Hal tersebut dapat dilihat dari hasil GSMS yang diperoleh.

Aktivitas katalis menunjukkan kemampuan katalis tersebut dalam membantu proses transesterifikasi. Angka aktivitas katalis biasanya dinyatakan dalam presentase jumlah produk yang dihasilkan dari jumlah reaktan yang

digunakan dalam waktu reaksi tertentu. Faktor yang mempengaruhi aktivitas katalis biasanya sifat kimia pada katalis, diantaranya luas permukaan dan distribusi pori katalis. Angka aktivitas katalis pada proses transesterifikasi dengan waktu reaksi 5, 6, dan 7 jam dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil angka Aktivitas katalis dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam

| Katalis | Waktu reaksi | Aktivitas katalis (%) |
|----------------|--------------|-----------------------|
| KOH/zeolit 50% | 5 jam | 94 |
| | 6 jam | 90 |
| | 7 jam | 80 |

Pada penelitian ini diperoleh hasil aktivitas katalis yang menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi yang digunakan angka aktivitas katalis mengalami penurunan. Kemungkinan sebabnya adalah kemampuan sisi aktif zeolit sebagai katalis mulai berkurang. Hal ini didukung dengan menurunnya nilai rendemen yang dihasilkan pada Tabel 4.5.

Selain uji aktivitas terdapat uji selektivitas yang bertujuan untuk mengetahui kemampuan katalis dalam menyokong satu atau beberapa jenis hasil produk yang dikehendaki atau secara keseluruhan. Hasil produk biodiesel dari waktu 5, 6, dan 7 jam menghasilkan konversi metil risinoleat yang lebih tinggi. Hasil selektivitas katalis pada produk dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil angka Selektivitas katalis dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam

| Katalis | Waktu reaksi | Senyawa | Selektivitas katalis (%) |
|-------------------|--------------|------------------|--------------------------|
| KOH/zeolit 50% | 5 jam | Metil risinoleat | 77,14 |
| | 6 jam | | 82,63 |
| | 7 jam | | 86,14 |

Angka selektivitas katalis pada waktu reaksi 5, 6, dan 7 jam mengalami kenaikan angka pada senyawa metil risinoleat. Hal ini dimungkinkan semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak minyak biji jarak yang terkonversi menjadi senyawa metil risinoleat pada proses transesterifikasi.

4.5 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

Analisis biodiesel hasil reaksi transesterifikasi bertujuan untuk mengetahui sifat fisik maupun komponen-komponen dari biodiesel yang dihasilkan. Analisis atau karakterisasi hasil biodiesel meliputi uji kadar air, uji densitas, uji titik nyala, uji bilangan asam, dan juga analisa komponen senyawa-senyawa yang terkandung dalam biodiesel yang dihasilkan.

4.5.1 Analisis Kadar Air

Kualitas biodiesel yang dihasilkan dapat dilihat dari kandungan kadar air di dalamnya. Tingginya kadar air akan berpengaruh pada menurunnya panas pembakaran dan menimbulkan sifat korosif apabila bereaksi dengan sulfur. Kadar air yang tinggi juga menimbulkan proses hidrolisis dan berpengaruh pada menurunnya nilai *yield* biodiesel. Kadar biodiesel yang dihasilkan dapat dilihat melalui Tabel 4.5.

Tabel 4.5 nilai kadar air hasil biodiesel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam.

| Sampel | Waktu Reaksi | Kadar air (%) | Kadar air SNI 04-7182-2006 |
|--------------|--------------|---------------|-------------------------------|
| Minyak jarak | - | 0,5 | 0,05 % |
| | 5 jam | 0,08 | |
| Metil ester | 6 jam | 0,06 | |
| | 7 jam | 0,03 | |

Kadar air yang dihasilkan mempunyai nilai yang mendekati angka Kadar air SNI 04-7182-2006. Hal ini menunjukkan bahwa kadar air biodiesel yang dihasilkan dari variasi waktu reaksi 5, 6, dan 7 jam memiliki angka yang rendah, sehingga tidak menyebabkan resiko yang tinggi ketika digunakan sebagai bahan bakar.

4.5.2 Analisis Asam Lemak Bebas

Uji lain yang menjadi standart biodiesel adalah angka asam. Angka asam merupakan jumlah miligram KOH atau NaOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat yang terdapat dalam 1 gram lemak. Hasil angka asam yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 nilai angka asam hasil biodiesel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam.

| Sampel | Waktu Reaksi | Angka asam (mg- NaOH/g) | Angka asam SNI 047182(biodiesel) |
|--------------|--------------|----------------------------|-------------------------------------|
| Minyak jarak | - | 1,43 | Maks 0,8 mg- KOH/g |
| | 5 jam | 0,37 | |
| Metil ester | 6 jam | 0,42 | |
| | 7 jam | 0,37 | |

Kadar asam lemak bebas yang terkandung dalam sampel minyak jarak dan biodiesel mempunyai angka lebih rendah dibandingkan dengan standart SNI. Hal ini menunjukkan bahwa sampel minyak dan biodiesel memenuhi standart yang ditentukan dari SNI, karena angka asam lemak bebas yang terkandung pada sampel minyak dan biodiesel di bawah standart SNI. Angka asam yang lebih kecil menunjukkan bahwa konsentrasi asam lemak bebas yang terkandung dalam sampel minyak dan biodiesel sangat sedikit dan tidak menyebabkan kerusakan pada mesin.

4.5.3 Analisis Penentuan Densitas

Densitas adalah salah satu parameter kualitas dari biodiesel. Biodiesel yang dihasilkan seharusnya harus sesuai dengan standar SNI (max 850-890 kg/m³). Nilai massa jenis yang tinggi akan mengganggu dalam proses pembakaran. Nilai massa jenis yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.10.

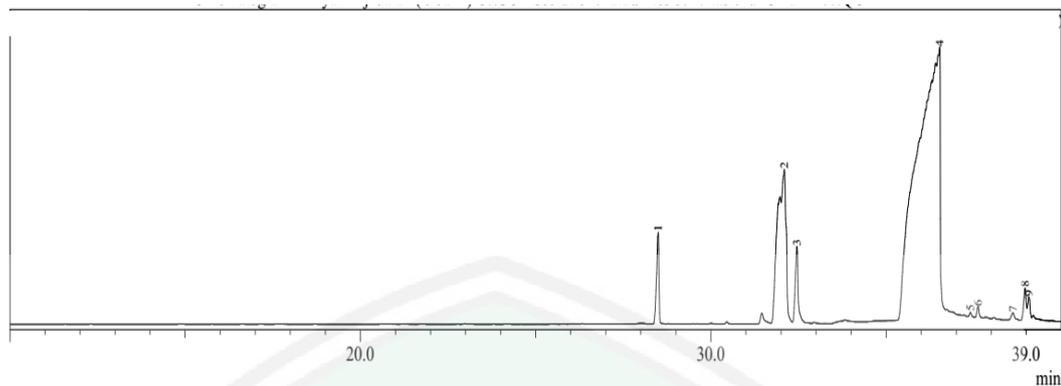
Tabel 4.10 nilai angka asam hasil biodiesel pada variasi waktu 5,6, dan 7 jam.

| Sampel | Waktu Reaksi | Densitas (Kg/m ³) | Standart SNI max. (Kg/m ³) |
|--------------|--------------|-------------------------------|--|
| Minyak jarak | - | | 850-890 |
| | 5 jam | 952 | |
| Metil ester | 6 jam | 944 | |
| | 7 jam | 961 | |

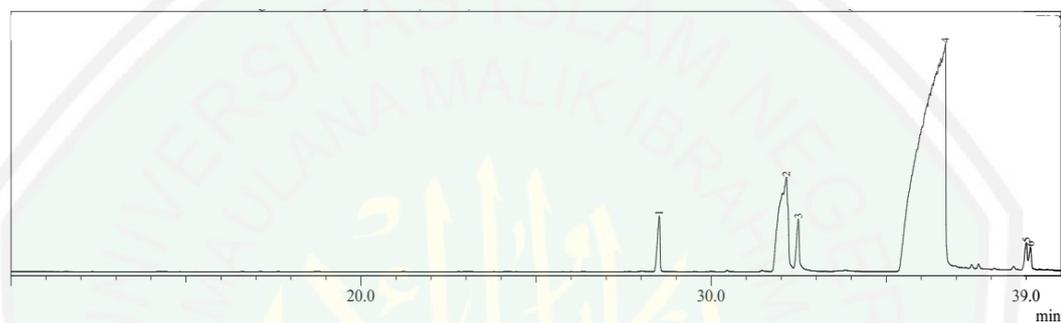
Densitas yang dihasilkan dari minyak jarak dan biodiesel masih memiliki nilai yang tinggi. hal tersebut menjadi salah satu ciri dari densitas pada minyak jarak kepyar. Menurut Conceicao, dkk. (2007) Nilai densitas yang tinggi dikarenakan komposisi tertinggi asam lemak bebas adalah asam risinoleat yang memiliki gugus -OH.

4.5.4 Analisis Hasil GC-MS Biodiesel

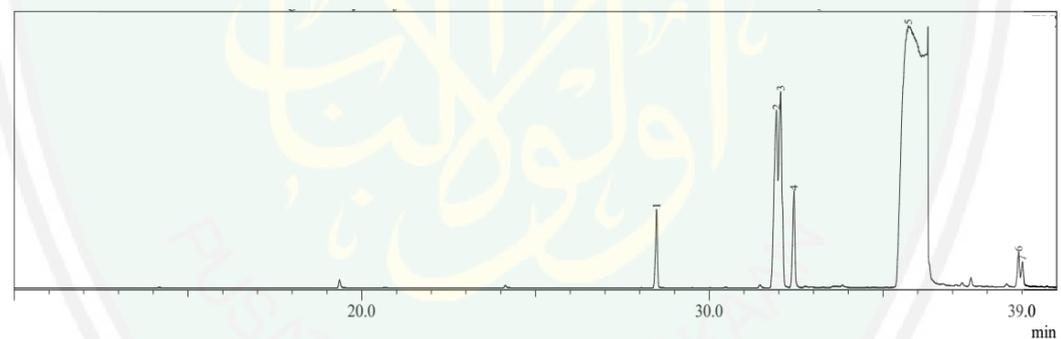
Senyawa-senyawa yang terkandung dalam biodiesel diketahui melalui bantuan analisis menggunakan kromatografi gas dan spektroskopi massa. Spektroskopi massa bertujuan untuk mempermudah dugaan jenis senyawa yang dihasilkan melalui nilai m/z hasil fragmentasi. Pola fragmentasi yang diperoleh dibandingkan dengan standart WILLEY7.LIB. Hasil analisis GC biodiesel dengan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam ditampilkan pada Gambar 4.5, 4.6, dan 4.7.



Gambar 4.5 kromatogram GC biodiesel dengan waktu reaksi 5 jam



Gambar 4.6 kromatogram GC biodiesel dengan waktu reaksi 6 jam



Gambar 4.7 kromatogram GC biodiesel dengan waktu reaksi 7 jam

Berdasarkan hasil kromatogram pada waktu reaksi transesterifikasi 5 dan 6 jam di atas menunjukkan terdapat 4 puncak dengan intensitas tinggi pada kromatogram. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat 4 senyawa yang terkandung dalam sampel transesterifikasi 5 dan 6 jam. Puncak tertinggi berada pada puncak ke 4 yang merupakan kandungan senyawa terbesar dalam sampel.

Waktu reaksi transesterifikasi 7 jam terdapat 5 puncak dengan intensitas tinggi pada kromatogram. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat 5 senyawa yang terkandung dalam sampel transesterifikasi 7 jam. Puncak tertinggi berada pada puncak ke 5 yang merupakan kandungan senyawa terbesar dalam sampel.

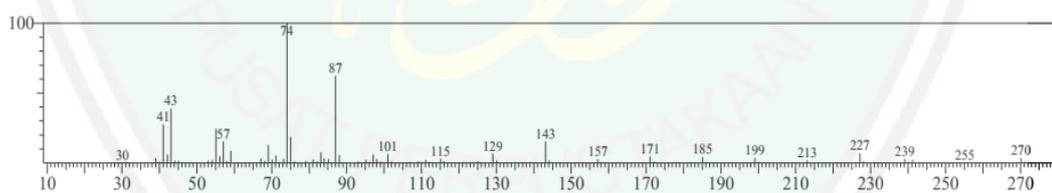
Tabel 4.7 Komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi 5,6, dan 7 jam

| Waktu Reaksi | Waktu retensi (menit) | Metil Ester | Area Relatif (%) |
|--------------|-----------------------|------------------|------------------|
| 5 jam | 28,493 | Metil Palmitat | 2,83 |
| | 32,096 | Metil Oleat | 16,11 |
| | 32,456 | Metil Stearat | 2,37 |
| | 36,528 | Metil Risinoleat | 77,14 |
| 6 jam | 28,517 | Metil Palmitat | 2,27 |
| | 32,147 | Metil Oleat | 12,05 |
| | 32,489 | Metil Stearat | 1,99 |
| | 36,688 | Metil Risinoleat | 82,63 |
| 7 jam | 28,485 | Metil Palmitat | 2,28 |
| | 31,934 | Metil Linoleat | 4,45 |
| | 32,056 | Metil Oleat | 3,20 |
| | 32,437 | Metil Stearat | 3,22 |
| | 35,731 | Metil Risinoleat | 86,14 |

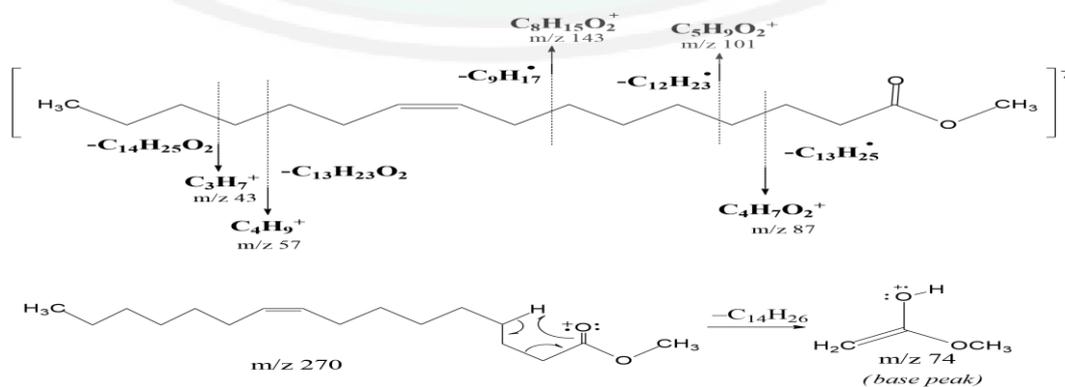
Perbedaan waktu retensi dipengaruhi oleh kemampuan senyawa tersebut untuk terdistribusi dalam fase diam dan fase gerak. Semakin panjang struktur ikatan karbon suatu senyawa, maka lebih bersifat non polar dan semakin tinggi titik didih senyawa tersebut. Senyawa yang bersifat lebih non polar lebih terdistribusi pada fase diam(kolom), sehingga memiliki waktu retensi yang lebih lama. Menurut Efendy (2006) beberapa faktor lain yang mempengaruhi waktu retensi diantaranya jumlah ikatan rangkap suatu senyawa. Jumlah ikatan rangkap yang lebih banyak akan menurunkan titik didih senyawa tersebut dan meningkatkan sifat kepolaran.

Hasil kromatogram pada variasi waktu reaksi 5, 6, dan 7 jam menunjukkan bahwa pada waktu reaksi 7 jam lebih banyak metil ester yang terbentuk. Waktu reaksi 7 jam merupakan waktu optimum diantara 3 variasi waktu yang digunakan. Kadar metil risinoleat yang dihasilkan pada variasi waktu reaksi 7 jam lebih tinggi dibandingkan variasi waktu reaksi 5 dan 6 jam. Berdasarkan hasil GC-MS kadar metil risinoleat yang terbentuk pada waktu reaksi 7 jam sebesar 86,14%, sedangkan pada waktu reaksi 5 dan 6 jam sebesar 77,14% dan 82,63%.

Perkiraan puncak spektra pada hasil spektroskopi massa diantaranya, berdasarkan standart WILLEY7.LIB spektra puncak dengan rentang waktu retensi 28,4 - 28,5 memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil palmitat. Hasil spektra massa dari puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.8 dan perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.9.



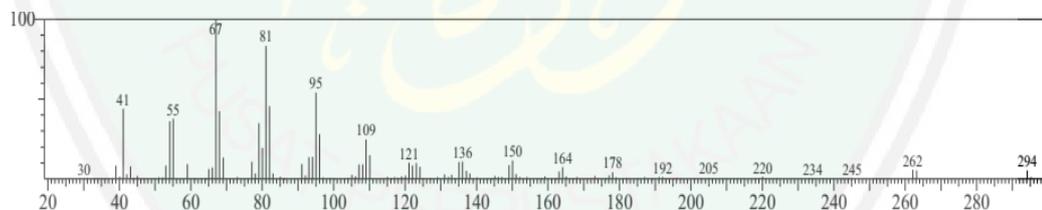
Gambar 4.8 Spektra massa puncak dengan rentang waktu retensi 28,4 - 28,5



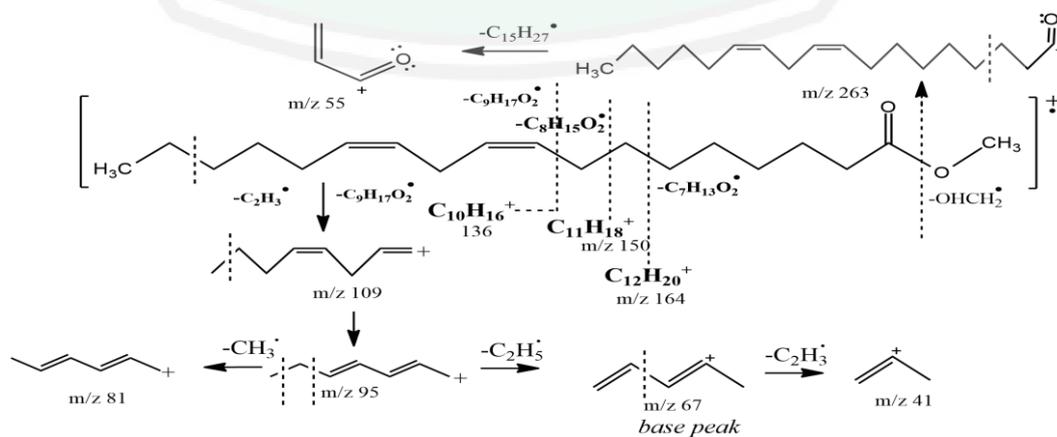
Gambar 4.9 perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak pertama dengan rentang waktu retensi 28,4 - 28,5

Puncak di atas menghasilkan fragmentasi yang stabil diantaranya m/z 41, 43, 57, 87, 143, 270 dan 74. Puncak dasar pada senyawa target adalah m/z 74 yang diperoleh melalui penataan ulang Mc Lafferty dengan struktur $C_2H_6O_2^+$. Puncak ion molekuler adalah m/z 270 berasal dari senyawa $C_{17}H_{34}O_2^+$. Ion molekuler m/z 43 diperoleh dari terlepasnya gugus $C_{14}H_{25}O_2$ pada ion molekuler m/z 270. Ion molekuler m/z 57 diperoleh dari terlepasnya gugus $C_{13}H_{23}O_2$ pada ion molekuler m/z 270.

Berdasarkan standart WILLEY7.LIB spektra puncak dengan waktu retensi 31,934 tersebut memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil linoleat. Hasil spektra massa dari puncak dengan waktu retensi 31,934 ditunjukkan pada Gambar 4.10 dan perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak kedua ditunjukkan pada Gambar 4.11.



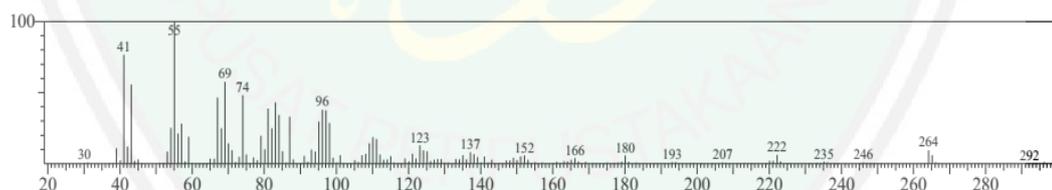
Gambar 4.10 Hasil spektra massa puncak dengan waktu retensi 31,934



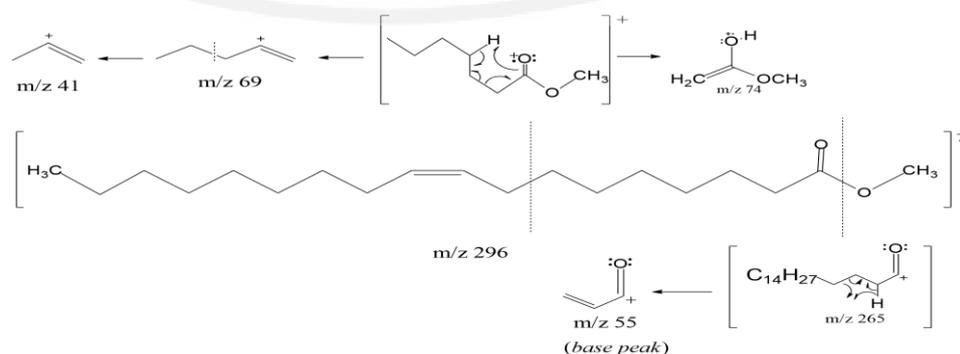
Gambar 4.11 perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan waktu retensi 31,934

Puncak di atas menghasilkan fragmentasi yang stabil diantaranya m/z 41, 55, 81, 95, 109, 263, 294 dan 67. Puncak dasar pada senyawa target adalah m/z 67 yang diperoleh melalui pemutusan dan penataan ulang seperti reaksi pada gambar 4.11 dengan senyawa $C_5H_7^+$. Puncak ion molekuler adalah m/z 294 berasal dari senyawa $C_{19}H_{34}O_2$. Puncak ion molekuler m/z 263 berasal dari $C_{18}H_{31}O^+$. Ion molekuler m/z 263 berasal dari terputusnya gugus OCH_3 pada ion molekuler m/z 294. Ion molekuler m/z 55 berasal dari penataan ulang Mc Lafferty.

Berdasarkan standart WILLEY7.LIB spektra puncak dengan rentang waktu retensi 32,09-32,15 tersebut memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil oleat. Puncak ion molekuler m/z 296 diperoleh dari struktur metil oleat yaitu $C_{19}H_{36}O_2^+$ Hasil spektra massa dari puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.12 dan perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.13.



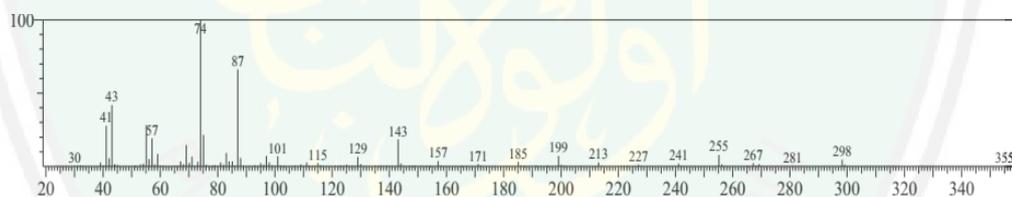
Gambar 4.12 Hasil spektra massa dari puncak dengan rentang waktu retensi 32,09-32,15



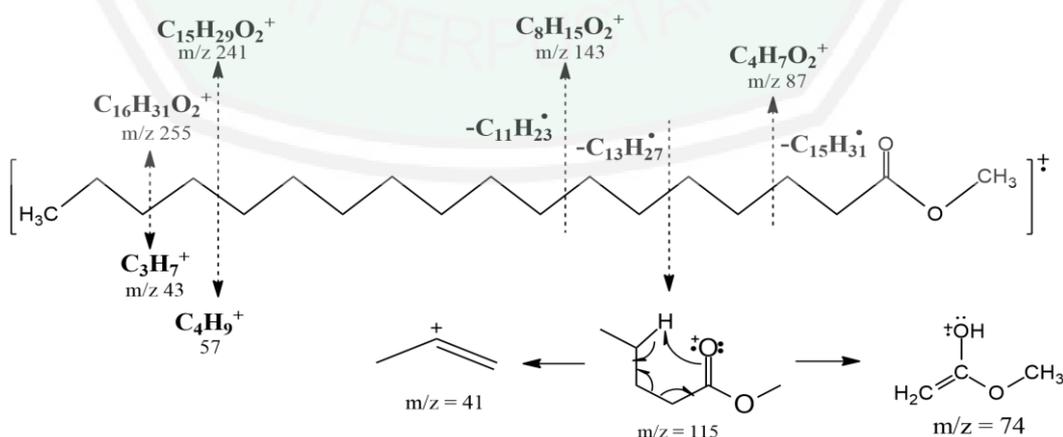
Gambar 4.13 perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan rentang waktu retensi 32,09-32,15

Puncak di atas menghasilkan fragmentasi yang stabil diantaranya m/z 264, 96, 74, 69, 41, dan 55. Puncak dasar pada senyawa target adalah m/z 55 yang diperoleh melalui penataan ulang Mc Lafferty. Puncak ion molekuler m/z 296 diperoleh dari struktur metil oleat yaitu $C_{19}H_{36}O_2^+$. Puncak ion molekuler m/z 264 terlepasnya gugus OCH_3 pada m/z 296.

Berdasarkan standart WILLEY7.LIB spektra puncak dengan rentang waktu retensi 32,43 - 32,48 tersebut memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil stearat. Berat molekul senyawa puncak tersebut memiliki kesamaan dengan berat molekul pada metil stearat 298. Hasil spektra massa dari puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.14 dan perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.15.



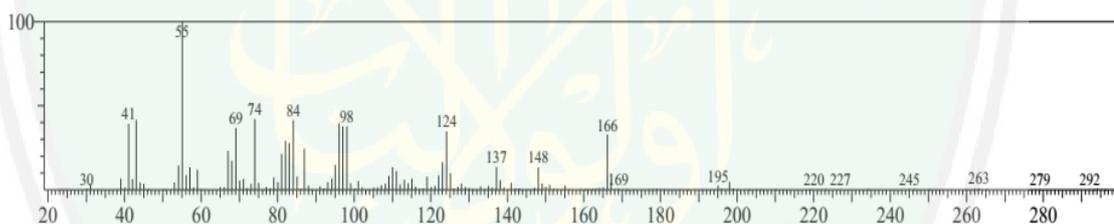
Gambar 4.14 Hasil spektra massa dari puncak dengan waktu retensi 32,43 - 32,48



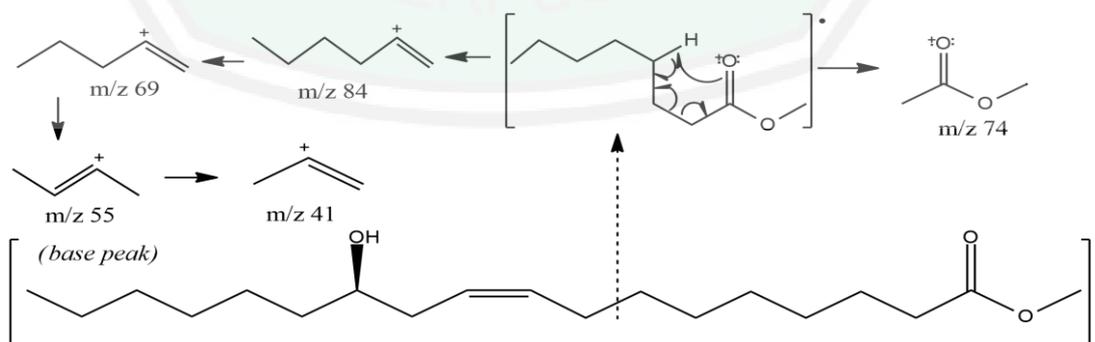
Gambar 4.15 perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan waktu retensi 32,43 - 32,48

Puncak di atas menghasilkan fragmentasi yang stabil diantaranya m/z 298, 255, 199, 143, 87, 57, 41, dan 74. Puncak ion molekuler adalah m/z 298 berasal dari $C_{19}H_{38}O_2^+$. Ion molekuler m/z 43 diperoleh dari terlepasnya gugus $C_{16}H_{31}O_2$ pada ion puncak 79 m/z 298. Ion molekuler puncak dasar (*base peak*) m/z 74 diperoleh dari penataan ulang Mc Lafferty.

Berdasarkan standart WILLEY7.LIB spektra puncak dengan retensi waktu 36,52 – 36,73 tersebut memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil risinoleat. Hasil spektra massa dari puncak kelima ditunjukkan pada Gambar 4.16 dan perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak kelima ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.16 Hasil spektra massa dari puncak dengan retensi waktu 36,52 – 36,73



Gambar 4.17 perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target puncak dengan retensi waktu 36,52 – 36,73

Spektra puncak di atas memiliki pola fragmentasi m/z 293, 166, 74, 69, 96 dan 55. Puncak ion molekuler m/z 295 berasal dari $C_{19}H_{35}O_2^+$. Puncak m/z 74 diperoleh melalui penataan ulang Mc Lafferty. Puncak dasar (*base peak*) m/z 55.

4.6 Prespektif Penelitian Dalam Pandangan Islam

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh hasil bahwa waktu reaksi berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan pada proses transesterifikasi diantaranya nilai rendemen pada waktu 5 jam sebesar 87%, 6 jam sebesar 82 %, dan 7 jam sebesar 76 %. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa waktu yang dimiliki oleh manusia sangat berarti terhadap kesuksesan yang mereka usahakan. Kerugian yang menimpah manusia disebabkan sikapnya dalam mensia-siakan waktu mereka.

Waktu merupakan anugerah dan salah satu nikmat yang agung dari Allah Swt kepada manusia. Sebagai rasa syukur manusia terhadapnya, sudah menjadi keharusan untuk memanfaatkannya secara baik, efektif dan semaksimal mungkin untuk amal kebaikan. Perintah bagi umat manusia dalam memanfaatkan waktu dijelaskan dalam firman Allah SWT surat al-ashr ayat 1-3.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ ﴿١﴾ وَالْعَصْرِ ﴿٢﴾ إِنَّ الْإِنْسَانَ لَفِي خُسْرٍ ﴿٣﴾ إِلَّا الَّذِينَ آمَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ وَتَوَّصَوْا بِالْحَقِّ وَتَوَّصَوْا بِالصَّبْرِ ﴿٤﴾

Artinya: *Demi masa (1) Sesungguhnya manusia itu benar-benar dalam kerugian (2) Kecuali orang-orang yang beriman dan mengerjakan amal saleh dan nasehat menasehati supaya mentaati kebenaran dan nasehat menasehati supaya menepati kesabaran (3). (QS. Al 'Ashr. :1-3).*

Ayat diatas menunjukkan sumpah Allah SWT terhadap waktu. Hal tersebut menjelaskan bahwa sangat pentingnya waktu sehingga Allah bersumpah dengannya. Selain itu ayat tersebut juga menjelaskan bahwa banyak manusia yang dalam keadaan merugi, tetapi manusia tidak sadar akan hal tersebut. Kerugian tersebut berupa sikap manusia yang tidak bisa menggunakan waktunya di dunia ini dengan sebaik-baiknya. Ayat terakhir pada surat tersebut menjelaskan bahwa manusia tidak tergolong merugi apabila beriman, mengerjakan amal sholeh dan saling menasehati dalam kebenaran dan kesabaran.

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ
لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ۝

Artinya : “Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang ada di langit dan di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir” (QS.al Jatsiyah:13).

Al Qarni (2007) menyampaikan bahwa Allah SWT menundukkan segala sesuatu yang ada di langit, seperti matahari, bulan, bintang, galaksi dan awan bagi hamba-hamba-Nya. Dia juga menundukkan semua yang ada di bumi, seperti hewan, tumbuhan dan benda-benda mati agar semuanya dimanfaatkan oleh hamba-hamba-Nya. Semua nikmat ini Allah berikan kepada manusia agar mereka bersyukur dan mengikhlaskan ibadah hanya kepada-Nya. Semua yang Allah tundukkan ini mengandung bukti-bukti kekuasaan, ke-Esaan, dan keagungan Allah SWT yang nyata bagi orang-orang yang mau memikirkan, merenungi dan mengambil manfaat darinya.

Ayat tersebut menunjukkan bahwa pada penelitian ini bahan-bahan alam seperti zeolit dan minyak biji jarak disediakan oleh Allah SWT untuk memenuhi kebutuhan hidup hambanya. Seiring dengan berkurangnya persediaan bahan bakar mesin diesel, Allah SWT menjadikan minyak biji jarak sebagai salah satu sumber daya alam yang mampu menggantikan bahan bakar mesin diisel. Berdasarkan firman Allah SWT “*Dia telah menundukkan untukmu apa yang ada di langit dan di bumi semuanya*”, menunjukkan nilai manfaat dari minyak biji jarak kepyar yang sebelumnya dikenal sebagai minyak yang mengandung racun untuk dikonsumsi. Selain itu zeolit juga merupakan salah sumber daya alam yang mampu membantu proses pembuatan biodiesel dari minyak biji jarak. Kelebihan manusia dari makhluk lainnya adalah diberikan akal pikiran, sehingga manusia agar berfikir tentang apa yang telah Allah SWT ciptakan di muka bumi ini. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT yang artinya “*Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir*”, dari firman tersebut manusia telah mengetahui tanda-tanda kebesaran Allah SWT melalui kemanfaatan minyak biji jarak dan zeolit alam sebagai biodiesel.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian tentang variasi waktu kontak KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel minyak jarak dapat disimpulkan bahwa :

1. Pengaruh variasi waktu kontak katalis heterogen KOH/zeolit 5, 6, dan 7 jam diantaranya menurunnya nilai rendemen biodiesel 87, 85, dan 76%. Hal ini dikarenakan pada waktu 8 jam dihasilkan gliserol yang lebih banyak, sedangkan pada waktu 6 dan 7 jam masih terdapat senyawa asam yang bercampur pada biodiesel dan berpengaruh pada hasil rendemen.
2. Berdasarkan karakterisasi uji fisik biodiesel yang dihasilkan memiliki nilai kadar air yang mendekati nilai standar SNI, kadar asam lemak bebas sesuai standar SNI 047182, dan densitas yang masih diatas nilai standar SNI 850-890.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan disarankan untuk :

1. Mencari waktu sonikasi katalis KOH/zeolit Bandung.
2. Melakukan uji kebiasaan terhadap sampel katalis KOH/zeolit Bandung .

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Al Qurtuhubi, Imam. 2008. *Tafsir Al Qurtubi*. Azzam : Jakarta.
- Al-Qarni Aidh, *Tafsir Muyassar*, Jakarta: Qisthi Press, 2007.
- Amalia, S. 2008. Reaksi Amidasi Asam 9,10,12-Trihidroksi Stearat dari Minyak Jarak. *Tesis*. Yogyakarta: FMIPA Jurusan Kimia Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Amish P. Vyas, Jaswant L. Verma, dan N. Subrahmanyam. 2011. "Effects of Molar Ratio, Alkali Catalyst Concentration and Temperature on Transesterification of Jatropha Oil with Methanol under Ultrasonic Irradiation". *Advances in Chemical Engineering and Science*, 1, pp 45- 50. Ahmedabad, India.
- Arifin dan Latifah. 2015. Sintesis Biodisel dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*. **4(2)**: 138-143.
- Aziz, I., S. Nurbayti., dan A.R. Hakim 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel . *Valensi*. **Vol. 2** No. 4, Mei 2012 (511-515).
- Aziz, I., S. Nurbayti., dan A.R. Hakim. 2012. Uji Karakteristik Biodiesel yang Dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam (H-Zeolit) dan KOH. *Valensi*. **Vol. 2**. No. 5: 514-547
- Azmi, M.F. 2010. Transesterifikasi Heterogen antara Minyak Sawit Mentah dengan Metanol Menggunakan Katalis K_2O-CaO . *Skripsi*. Medan: Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatra Utara.
- Barrer, R. M. 1982. Zeolite and Clay Mineral as Sorben and Molecular Sieves. Academic Press. London. P.1-19
- Berman P., N. Shahr, and W. Zeev. 2011. Castor Oil Biodiesel and its Blends as Alternative Fuel. *Applied Biomass and Bioenergy*, **Vol 35**: 2861-2866
- Botianovi, A.. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide). *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim
- Cheetam, D., A., 1992, Solid State Compound, Oxford University Press, 234-237

- Chen C. Y, K. L. Yeh, R. Aisyah, D. J. Lee, and J. S. Chang 2011. *Cultivation, Photobioreactor Design and Harvesting of Microalgae for Biodiesel Production: a Critical Re-view. Bioresouce Technology, Vol 88*: 399-410
- Corro, Grisel, P. Umapada, and N. Tellez. 2013. Biodiesel Preproduction from *Jatropha Curcas* Crude Oil Using ZnO/SiO₂ Photocatalyst for Free Fatty Acids Esterification. *Journal Applied Catalysis B: Enviromental*. Vol 129: 39-47.
- Dharsono, W., dan Y.S. Oktari. 2010. Proses Produksi Biodisel Dari Dedak Dan Metanol Dengan Esterifikasi In Situ. *Skripsi*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Diponegoro. Semarang. 64 hlm
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves. England: John Wiley and Sons Ltd.*
- Ertan, A., and Ozkan, 2005, CO₂ and N₂ Adsorption on the Acid (HCl, HNO₃, H₂SO₄, and H₃PO₄) Treated Zeolites. *Adsorption, Vol 11*, 151-156
- Fessenden R. J. dan S. F. Joan 1992. *Kimia Organik edisi ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Formo, M.N., E. Jungermann, and F. A. Nornis, Sonntag, N. O. V. 1969. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. Vol. 1, 4th edition. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Handayani, S. P. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Ikan dengan Radiasi Gelombang Mikro. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Hastiawan, I. 1985. *Zeolit sebagai Penyaring Molekul*. ITB: FMIPA Pasca Sarjana Jurusan Kimia.
- Intarapong, P., S. Iangthanasarat., P. Phanthong, A. Luengnaruemitchai., and S. Jai-In. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry* 22. **Vol. 22**: 690–700
- J Salimon W.N.R. Wan Isahsk, M. Ismail, J. Mohd Jahim, and M.A. Yarmo (2010), Transesterification of Palm Oil Using Nano-Calcium oxide as a Solid Base Catalyst, *World Applied Science Journal* 9 (Special Issue of Nano Technology): 17-22, 2010 ISSN 1818-4952
- Kementerian Energi Dan Sumberdaya Mineral Republik Indoneisa. *Tentang Pemanfaatan Biodisesel*. Jakarta, 2005
- Ketaren. 1986. *Pengantar Teknologi Minyakdan Lemak Pangan*. UI Press: Jakarta
- Kusuma, R.I, J. P. Hadinoto, A. Ayucitra, F.E. Soetaredjo, and S. Ismadji. 2013. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of palm oil. *Department of Chemical Engineering*. Widya Mandala Surabaya Catholic University. **Vol 74**: 121-126

- Kusuma, R.I, J. P. Hadinoto, A. Ayucitra, dan S. Ismadji 2011. Pemanfaatan Zeolit Alam Sebagai Katalis Murah dalam Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia*. ITS Surabaya
- Lestari, D.Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Posiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta
- Leung, D.Y.C., X. Wu & M. K. H Leung. 2010. A review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification. *Applied Energy*, 87, 1083-1095.
- Mahardiani, L. 2010. Preparation and Characterization of Ni/Zeolite from Natural
- Mukhibin. 2010. *Mengubah Minak Jelantah menjadi Solar*. Yogyakarta: Pustaka Solomon.
- Murugesan, A., C. Umarani, T.R. chinnusamy, M. Khrisnan and Subramanian et al., 2009. Production And Analysis Of Bio-Diesel From Non Edible Oils-A review. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 13: 825-834.DOI: 10.1016/j.rser.2008.02.003
- Noiroj, K., P. Intarapong., A. Luengnaruemitchai, and S. Jai-In. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Science Direct*. **Vol 34**: 1145–1150
- Ola, P.D., R.A. Karim, and M.F. Suherdin 2013. The Optimum Condition for Synthesis of Biodiesel from Castor (*Ricinus communis*) Oil though Transesterification Reaction. *Journal of Applied Chemical Science*. **Vol. 2**. Issue 2: 267-272
- Plentz, S. M., M. R. Meneghetti, C. R. Wolf, and E.C. Silva, G.E.S. Lima, L. De Lira Silva 2006. Biodiesel from Castor Oil: a Comparison of Ethanolysis Versus Methanolysis. *Energy Fuel*, **Vol 20**: 2262-2265
- Purnama, H., M. Musthofa, A.H. Akhwan, and I.K. Dewi (2014). Effect of ultrasound on zeolite preparation from rice husk ash. *Proceedings of the 3rd Applied Science for Technology Innovation, ASTECHNOVA*, (pp. 24-30). Yogyakarta.
- R. Sipahutar(1), dan H. L. L. Tobing (2013). *Pengaruh Variasi Suhu Dan Waktu Konversi Biodiesel Dari Minyak Jarak Terhadap Kuantitas Biodiesel Yang Dihasilkan*. Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
- Ramli, S.S., Zainal A. M., dan Ahmad, F.H. (2015). Kefahaman Tafsiran Ayat 80 Surah Yassin dan Hubungannya dengan Sains Biodiesel: Satu Pengayaan. *Al Qimah Al Mudhafah the Journal of Management and Science*. **Vol. 1**. Issue I

- Ravindrababu, Y., M. V. Patel, V. C. Joshi, K. J. Desai, and B. M. Patel 2006. Evaluation of Seed Characteristics in *Jatropha Curcas*. *Oilseeds*, Vol. 23. Hal. 318-319.
- Rustamaji, H., A. Budiman, dan H. Sulistyono 2010. Alkoholisis Minyak Jarak Pagar Dengan Katalisator Asam Padat. *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*. ISSN : 1411-4216
- Said, M. (2010). "Jurnal Penelitian, Metanolisis Minyak Jarak Pagar Menghasilkan Biodiesel: Pengaruh Waktu Reaksi, Jumlah Katalis dan Rasio Reaktan terhadap konversi minyak jarak". Majalah Dinamika Penelitian BIPA, Palembang
- Santoso, M.P.B., E.B. Susatyo, dan A.T. Prasetya 2012. Sintesis Biodiesel Dari Minyak Biji Kapuk Dengan Katalis Zeolit Sekam Padi. *Indonesia Journal Of Chemical Science* 1 (2) (2012). Hal: 98-103
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Dasar-dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Setyadji, M dan S. Endang 2005. Pembuatan Metil Ester dari Minyak Jarak Pagar dan Metanol dengan Katalisator Natrium Hidroksida. *P3TM*. BATAN Jogjakarta.
- Sibarani, J., Khairi S., Yoesmono. Wijaya, K., dan Tahir, I., 2007, Pengaruh Abu Tandan Kosong Sawit Pada Transesterifikasi Minyak Sawit Menjadi Biodiesel, *Indo. J.Chem.*, **7(3)**, 314-319.
- SNI. 2006. *Standar Biodiesel*. SNI-04-7182-2006. Jakarta: Standar Nasional Indonesia
- Soetaredjo, F. E., A. Ayucitra, Ismadji, S. Ismadji & A. L. Maukar. 2010. KOH/Bentonite Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied Clay Science, In Press, Corrected Proof*. 53(2011)341-346.
- Sudradjat, R. dan D. Setiawan. 2003. Teknologi Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Jarak Pagar. *Laporan Hasil Penelitian. Pusat Litbang eknologi Hasil Hutan*. Bogor
- Supratman, U. 2010. Elusidasi Struktur Molekul Organik. Bandung: Widya Padjajaran
- Suppes, G. J., A.M. Dasari, E.J. Dorskocil, P.J. Mankidy, M.J. Goff. 2004. Transesterification of Soybean Oil with Zeolite and Metal Catalysts. *Applied Catalyst*, Vol. 257. Hal. 213-223
- Susilowati. 2006. Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Katalis Zeolit. *Jurnal Teknik Kimia*. **Vol 1**, No 1: 10-14.
- Suslick, K. S. (1989). *The chemical effects of ultrasound*. Encyclopedia Britannica.
- Utomo, Anthony, S. 2011. Preparasi NaOH/Zeorlit Sebagai Katalis Heterogen untuk

Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Secara Transesterifikasi. *Skripsi*. Fakultas Teknik Progam Studi Teknik Kimia. Universitas Indonesia. Depok.

West, A. R. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. Chichester: John Wiley & Sons

Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan Menggunakan Katalis KOH. *Skripsi*. Semarang: Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Witanto, E., T. Wega, dan Triyono. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Aktif. *Jurnal Seminar Nasional VI*. SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta.

Xie, W, Huang X. 2006. Soybean Oil Methyl Esters Preparation Using NaX Zeolites Loaded with KOH. *Journal School of Chemistry and Chemical Engineering*, 936-939.

Zuri, R., Y. Yuniati, dan R. Alfanaar, (2016). Penerapan Metode Sonikasi terhadap Adsorpsi Fe(III) pada Zeolit Alam Teraktivasi 5 : 2 (2016) 63-68 | *ALCHEMY : Journal of Chemistry* | EISSN 2460-6871, Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Ma Chung, Malang, Indonesia

LEMBAR LAMPIRAN

Lampiran 1.

L.3.1 Pembuatan Larutan 250 mL NaOH 0,1 M

Diketahui : M = 0,1 N

$$BM = 40 \text{ gram/mol}$$

$$V = 250 \text{ ml}$$

Ditanya : gram NaOH =

$$\text{Jawab : } M = \frac{\text{mol}}{V(L)} \text{ atau } = \frac{\text{gram}}{mr} \times \frac{1000}{v}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{250 \text{ ml}}$$

$$\text{gram} = \frac{0,1 M \times 40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 250 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 1 \text{ gram}$$

Keterangan : M = Konsentrasi NaOH

V = Volume larutan NaOH yang dibuat

Mr = Massa Jenis NaOH

Pembuatan larutan NaOH 0,1 M adalah dengan menimbang 1 gram NaOH kemudian dilarutkan ke dalam 250 ml aquadest.

L.3.2 Pembuatan Larutan Asam Oksalat

Diketahui : M = 0,1 N

$$BM = 90 \text{ gram/mol}$$

Ditanya : gram Asam Oksalat =

$$\text{Jawab : } M = \frac{\text{gram}}{\text{mr}} \times \frac{1000}{v}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{90 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{gram} = \frac{0,1 \text{ M} \times 90 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 100 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 0,9 \text{ gram}$$

Pembuatan larutan asam oksalat 0,1 N yaitu dengan menimbang 0,9 gram asam oksalat kemudian dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest.

L.3.3 Pembuatan Larutan Ammonium Nitrat

- a. Pembuatan Larutan KOH 6 M

$$M = \frac{\text{gram}}{\text{mr}} \times \frac{1000}{v}$$

$$6 = \frac{\text{gram}}{56 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{gram} = \frac{6 \text{ M} \times 56 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 100 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 33,6 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 33,6 gram KOH, kemudian dilarutkan dengan akuades. Dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, ditandabatkan dan dihomogenkan.

L.3.4 Preparasi Metanol dan Zeolit Alam Malang

3.4.1 Perhitungan Reaktan

1. Jumlah Reaktan yang Digunakan

BM minyak jarak (*castor oli*) = 928,30 g/mol (Da Silva, dkk., 2007)

ρ minyak jarak = 0,96 g/ml

BM metanol = 32 g/mol

ρ metanol = 0,790 g/ml

- Volume minyak = 100 ml

- Massa minyak = ρ x volume minyak

$$\text{Massa minyak} = 0,96 \text{ g/ml} \times 100 \text{ ml}$$

$$\text{Massa minyak} = 96 \text{ gram}$$

- Mol minyak = $\frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}}$

$$\text{Mol minyak} = \frac{96 \text{ gram}}{928,30 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{Mol minyak} = 0,10341 \text{ mol}$$

- Mol metanol = 12 x mol minyak jarak

$$\text{Mol metanol} = 12 \times 0,10341 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 1,24092 \text{ mol}$$

- Massa metanol = BM metanol x mol metanol

$$\text{Massa metanol} = 32 \text{ g/mol} \times 1,24092 \text{ mol}$$

$$\text{Massa metanol} = 39,709 \text{ gram}$$

- Volume metanol = $\frac{\text{massa metanol}}{\rho \text{ metanol}}$

$$\text{Volume metanol} = 50,27 \text{ ml}$$

3.4.2 Perhitungan Katalis

1. Katalis K₂O-zeolit

- Berat total Katalis K₂O-zeolit = 15 % x berat minyak jarak

$$= 15 \% \times 96 \text{ gram}$$

$$= 14,4 \text{ gram}$$

4.1 Perhitungan rendemen

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat biodisel}}{\text{berat minyak}} \times 100\%$$

a. Reaksi 5 jam

$$\text{Berat minyak} = 16,05$$

$$\text{Berat biodisel} = 18,37$$

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{16,05}{18,37} \times 100\%$$

$$= 87 \%$$

b. Reaksi 6 jam

$$\text{Berat minyak} = 15,63$$

$$\text{Berat biodisel} = 18,36$$

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{15,63}{18,36} \times 100\%$$

$$= 85 \%$$

c. Reaksi 7 jam

$$\text{Berat minyak} = 14,36$$

$$\text{Berat biodisel} = 18,85$$

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{14,36}{18,85} \times 100\%$$

$$= 76 \%$$

4.2 Aktivitas %

$$\% \text{ Aktivitas} = \frac{\text{jumlah produk hasil biodisel}}{\text{jumlah minyak jarak sebelum refluk}} \times 100\%$$

a. Reaksi 5 jam

Jumlah produk = 18,8 ml

Jumlah minyak jarak = 20 ml

$$\begin{aligned} \% \text{ Aktivitas} &= \frac{18,8 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times 100\% \\ &= 94\% \end{aligned}$$

b. Reaksi 6 jam

Jumlah produk = 18 ml

Jumlah minyak jarak = 20 ml

$$\begin{aligned} \% \text{ Aktivitas} &= \frac{18 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times 100\% \\ &= 90\% \end{aligned}$$

c. Reaksi 7 jam

Jumlah produk = 16 ml

Jumlah minyak jarak = 20 ml

$$\begin{aligned} \% \text{ Aktivitas} &= \frac{16 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times 100\% \\ &= 80\% \end{aligned}$$

4.3 Uji Densitas

$$\% \text{ kadar air} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

W₁: berat sampel (g)

W₂: berat cawan + sampel biodiesel sebelum dipanaskan (g)

W₃: berat cawan + sampel biodiesel setelah dipanaskan (g)

a. Reaksi 5 jam

W₁: 2,0507

W₂: 56,1129

W₃: 55,9400

$$\begin{aligned}\% \text{ kadar air} &= \frac{56,1129 - 55,9400}{2,0507} \times 100 \\ &= 0,084\%\end{aligned}$$

b. Reaksi 6 jam

W₁: 2,227

W₂: 57,4976

W₃: 57,3730

$$\begin{aligned}\% \text{ kadar air} &= \frac{57,4976 - 57,3730}{2,227} \times 100 \\ &= 0,060\%\end{aligned}$$

c. Reaksi 6 jam

W₁: 2,0441

W₂: 45,9918

W₃: 45,9039

$$\begin{aligned}\% \text{ kadar air} &= \frac{45,9918 - 45,9039}{2,0441} \times 100 \\ &= 0,036\%\end{aligned}$$

4.4 Kadar Asam Lemak Bebas

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

Keterangan:

V : volume KOH (mL)

N : normalitas KOH (g/mol)

BM : berat molekul asam lemak dominan yang terkandung dalam biodiesel (g/mol)

a. Reaksi 5 jam

V : 0,4 ml

N : 0,1 (g/mol)

BM : 298 (g/mol)

Massa sampel : 3,525 g

$$\begin{aligned}\% FFA &= \frac{0,4 \times 0,1 \times 298}{3,525 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,37 \%\end{aligned}$$

b. Reaksi 6 jam

V : 0,5 ml

N : 0,1 (g/mol)

BM : 289 (g/mol)

Massa sampel : 3,525 g

$$\begin{aligned}\% FFA &= \frac{0,5 \times 0,1 \times 298}{3,525 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,42 \%\end{aligned}$$

c. Reaksi 7 jam

V : 0,4 ml

N : 0,1 (g/mol)

BM : 298 (g/mol)

Massa sampel : 3,525 g

$$\begin{aligned}\% FFA &= \frac{0,4 \times 0,1 \times 298}{3,525 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,37 \%\end{aligned}$$

d. Minyak jarak

V : 1,7 ml

N : 0,1 (g/mol)

BM : 298 (g/mol)

Massa sampel : 3,525 g

$$\begin{aligned}\% FFA &= \frac{1,7 \times 0,1 \times 40}{3,525 \times 1000} \times 100 \\ &= 1,43 \%\end{aligned}$$

4.5 Uji Densitas

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan:

ρ : densitas (g/mL)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

W_1 : massa piknometer (g)

a. Reaksi 5 jam

W_2 : 17,635 g

W_1 : 12,83 g

V : 5 ml

$$\begin{aligned}\rho &= \frac{17,635 - 12,83}{5} \\ &= 0,961 \text{ g/ml}\end{aligned}$$

b. Reaksi 6 jam

W_2 : 17,552 g

W_1 : 12,83 g

V : 5 ml

$$\begin{aligned}\rho &= \frac{17,552 - 12,83}{5} \\ &= 0,944 \text{ g/ml}\end{aligned}$$

c. Reaksi 5 jam

W_2 : 17,589 g

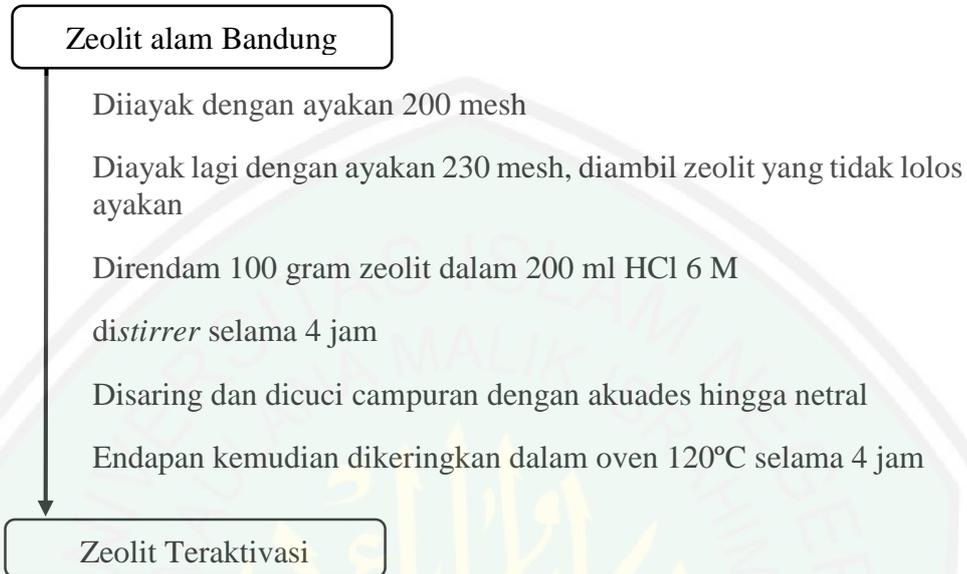
W_1 : 12,83 g

V : 5 ml

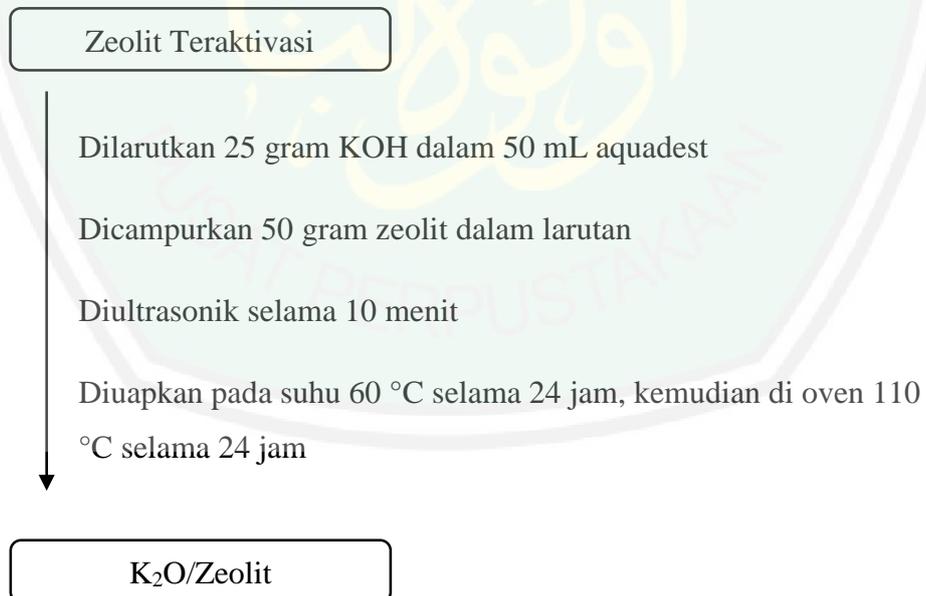
$$\begin{aligned}\rho &= \frac{17,589 - 12,83}{5} \\ &= 0,952 \text{ g/ml}\end{aligned}$$

Lampiran 2. Diagram Alir

L.2. Preparasi dan Aktivasi Zeolit



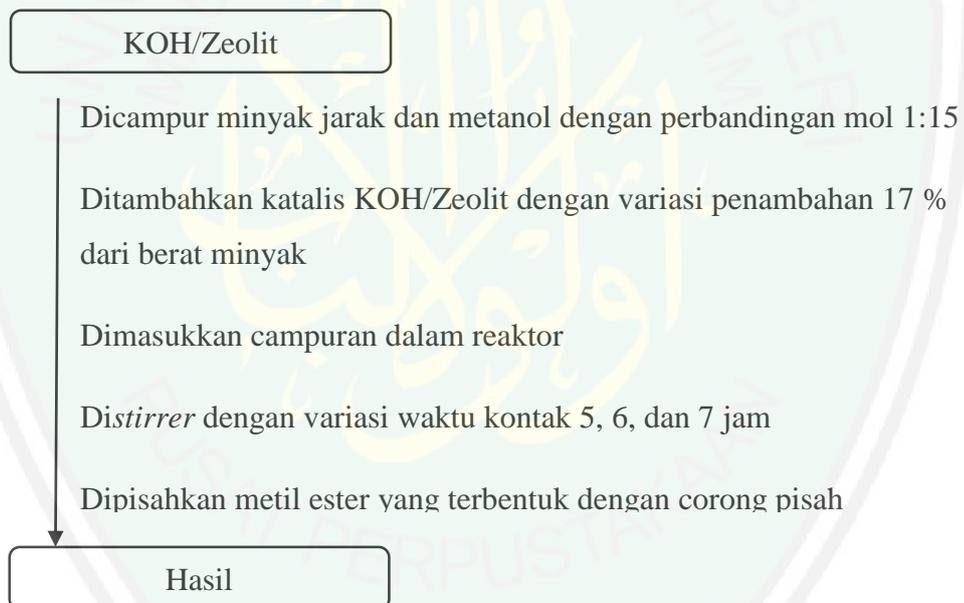
1.2. Modifikasi K₂O/Zeolit Dengan Metode Sonikasi



1.3. Karakterisasi KOH/Zeolit dengan *X-Ray Diffraction*

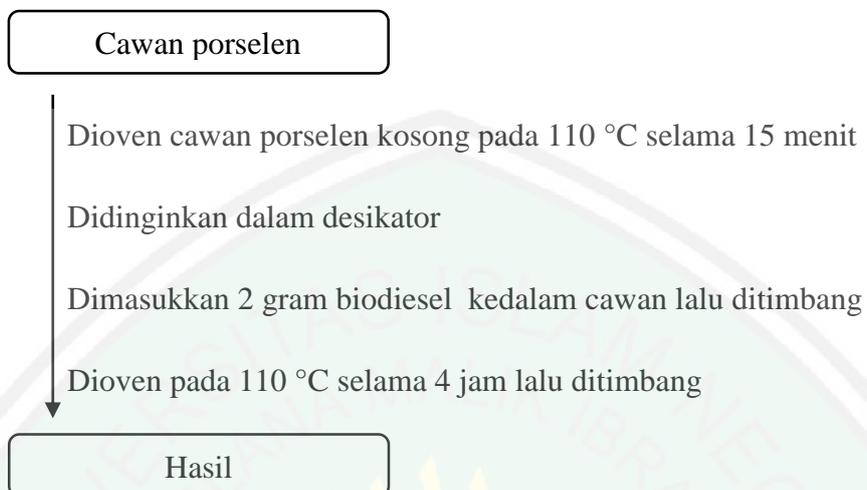


1.5. Uji Pengaruh Variasi Waktu Kontak K₂O/Zeolit Pada Minyak Jarak

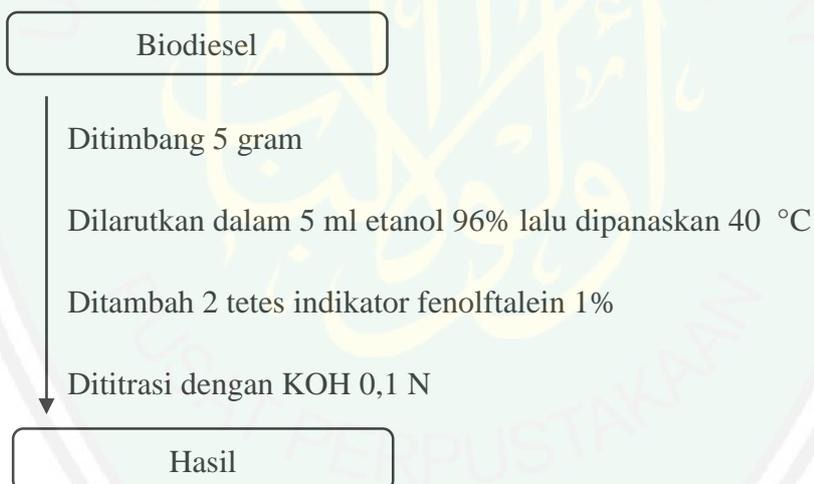


1.6. Analisis Biodiesel Hasil Konversi Minyak Jarak

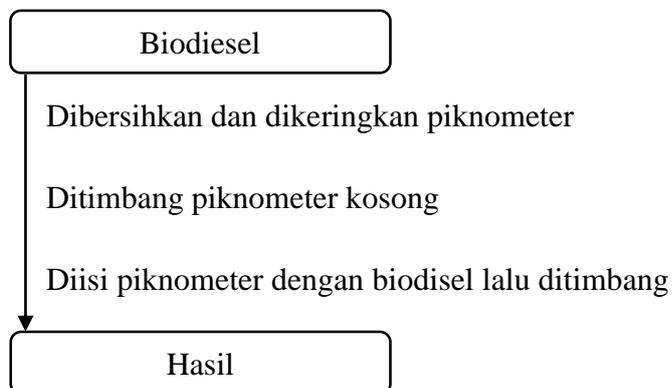
1.6.1. Analisis Kadar Air



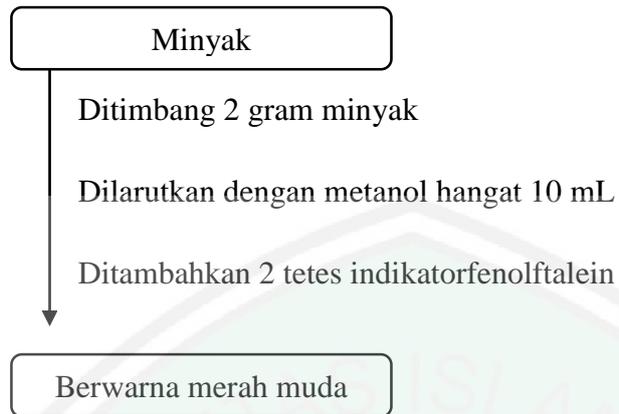
1.6.2. Analisis Asam Lemak Bebas



1.6.3. Analisis Penentuan Densitas



1.6.4 Analisis Bilangan Asam



Lampiran 3

Tabel Standar XRD zeolit modernit dan hasil XRD zeolit alam

| Modernit * | | Zeolit Alam | |
|---------------------------|------|---------------------------|------|
| 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) | 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) |
| 6,51 | 100 | - | - |
| 9,77 | 56,4 | - | - |
| 13,45 | 40,4 | 13,4617 | 35 |
| 13,83 | 29,1 | - | - |
| 19,61 | 22,7 | 19,6210 | 40 |
| - | - | 21,9775 | 58 |
| 22,20 | 46,1 | 22,2169 | 57 |
| 23,16 | 16,9 | 23,4940 | 17 |
| 25,63 | 75,7 | 25,6269 | 100 |
| 26,25 | 43,5 | 26,2479 | 35 |
| 27,67 | 46,1 | 27,6401 | 61 |
| 27,87 | 28,8 | - | - |
| - | - | 29,8036 | 10 |
| 30,89 | 12,9 | 30,8494 | 29 |
| - | - | - | - |
| 35,61 | 15,5 | - | - |
| - | - | - | - |
| - | - | - | - |
| - | - | - | - |
| - | - | 48,3890 | 11 |

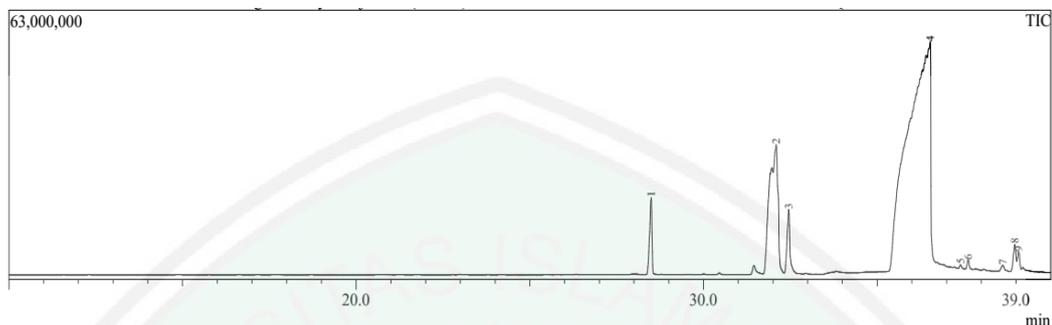
Keterangan : * standar zeolit mordenit (struktur komisi asosiasi zeolit internasional, 2001)

Tabel Hasil karakterisasi XRD pada modifikasi KOH/Zeolit

| K ₂ O* | | KOH** | | Zeolit Alam | | KOH/Zeolit | |
|---------------------------|-------|---------------------------|-------|---------------------------|------|---------------------------|--------|
| 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) | 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) | 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) | 2 θ ($^{\circ}$) | I(%) |
| - | - | - | - | - | - | 5.2639 | 46.88 |
| - | - | - | - | - | - | - | - |
| - | - | - | - | 13,4617 | 35 | - | - |
| - | - | 15,88 | 5,40 | - | - | - | - |
| - | - | - | - | 21,9775 | 58 | - | - |
| - | - | - | - | 22,2169 | 57 | - | - |
| 23,88 | 10,22 | 23,14 | 5,30 | 23,4940 | 17 | 23.5828 | 36.17 |
| - | - | 24,76 | 5,1 | 25,6269 | 100 | 25.8265 | 46.81 |
| - | - | - | - | 26,2479 | 35 | 26.8606 | 62.36 |
| 27,64 | 67,14 | 27,44 | 23,62 | 27,6401 | 61 | 27.8156 | 100.00 |
| - | - | - | - | 29,8036 | 10 | 29.8785 | 50.90 |
| - | - | 31,28 | 10,71 | 30,8494 | 29 | 30.7674 | 81.49 |
| - | - | 32,3 | 100 | - | - | 31.7597 | 58.00 |
| - | - | 33,52 | 34,15 | - | - | - | - |
| - | - | 34,9 | 12,27 | - | - | 34.8224 | 20.06 |
| - | - | - | - | - | - | 38.1222 | 8.32 |
| - | - | 38,72 | 7,30 | - | - | 38.9114 | 13.74 |
| 39,5 | 100 | 39,4 | 8,97 | - | - | - | - |
| - | - | 41,78 | 22,79 | - | - | 41.9240 | 6.47 |
| 48,88 | 14,7 | - | - | 48,3890 | 11 | 49.4981 | 5.80 |

Lampiran 4

1. Hasil GC-MS waktu kontak 5 jam



| Peak# | R.Time | I.Time | F.Time | Area | Area% | Height | Height% | A/H | Mark | Name |
|-------|--------|--------|--------|------------|--------|-----------|---------|-------|------|------|
| 1 | 28.493 | 28.325 | 28.583 | 84514782 | 2.83 | 18145113 | 14.55 | 4.65 | MI | |
| 2 | 32.096 | 31.717 | 32.208 | 481010204 | 16.11 | 29142611 | 23.37 | 16.50 | MI | |
| 3 | 32.456 | 32.325 | 32.542 | 70652381 | 2.37 | 14119759 | 11.32 | 4.99 | MI | |
| 4 | 36.528 | 35.350 | 36.617 | 2303326627 | 77.14 | 51679044 | 41.43 | 44.55 | MI | |
| 5 | 37.403 | 37.350 | 37.458 | 2628509 | 0.09 | 754543 | 0.60 | 3.48 | MI | |
| 6 | 37.623 | 37.558 | 37.683 | 7672896 | 0.26 | 2036651 | 1.63 | 3.76 | MI | |
| 7 | 38.617 | 38.533 | 38.675 | 5119242 | 0.17 | 1077721 | 0.86 | 4.72 | MI | |
| 8 | 38.965 | 38.867 | 39.017 | 21289187 | 0.71 | 4773667 | 3.83 | 4.42 | MI | |
| 9 | 39.075 | 39.025 | 39.142 | 9655038 | 0.32 | 2995905 | 2.40 | 3.28 | MI | |
| | | | | 2985868866 | 100.00 | 124725014 | 100.00 | | | |

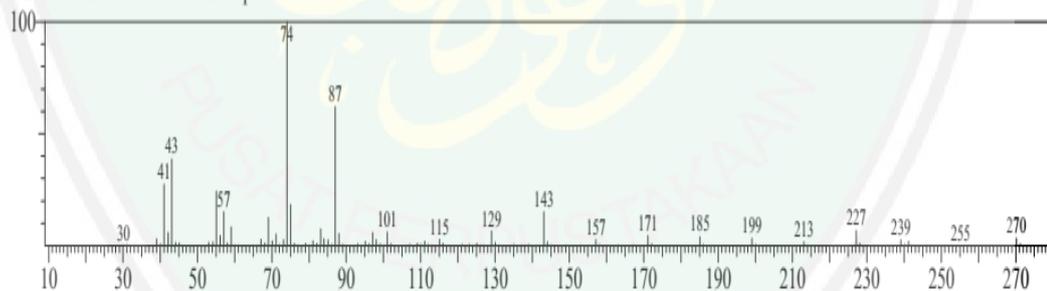
a. Metil palmitat

<< Target >>

Line#:1 R.Time:28.492(Scan#:2220) MassPeaks:156

RawMode:Averaged 28.483-28.500(2219-2221) BasePeak:74.05(3825395)

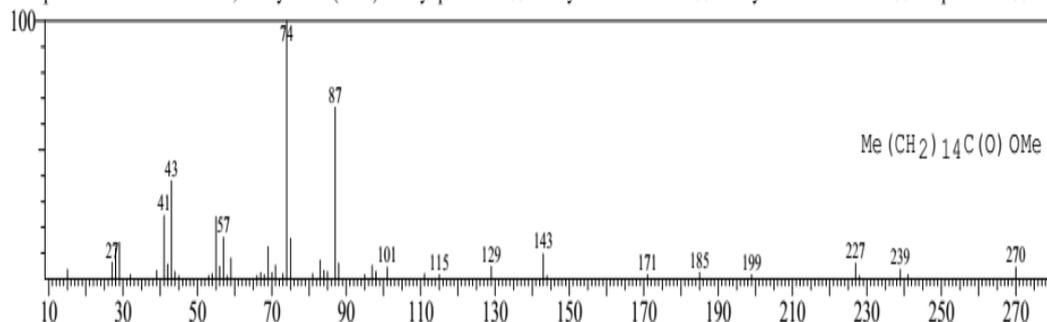
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:180432 Library:WILEY7.LIB

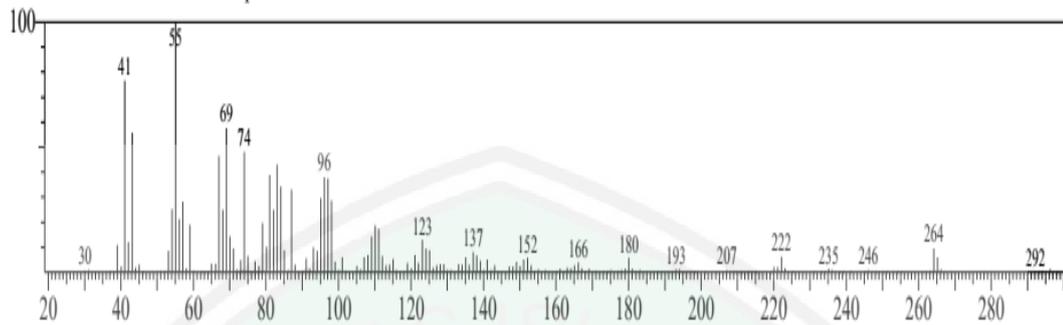
SI:97 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

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

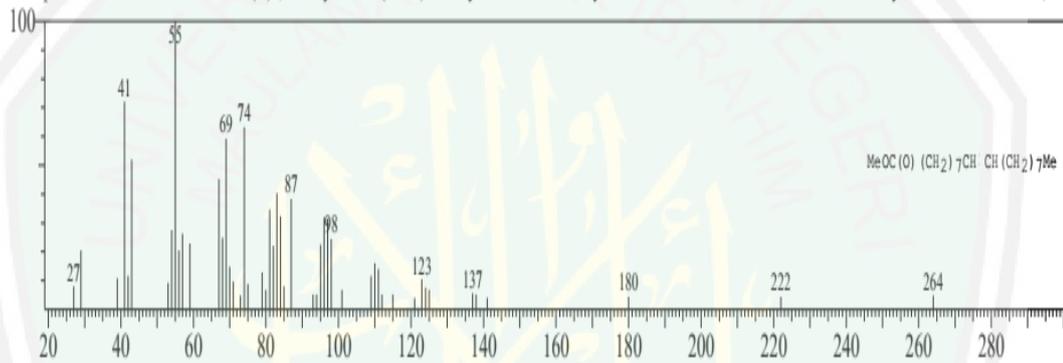


b. Metil oleat

Line#:2 R.Time:32.100(Scan#:2653) MassPeaks:222
 RawMode:Averaged 32.092-32.108(2652-2654) BasePeak:55.10(2239954)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

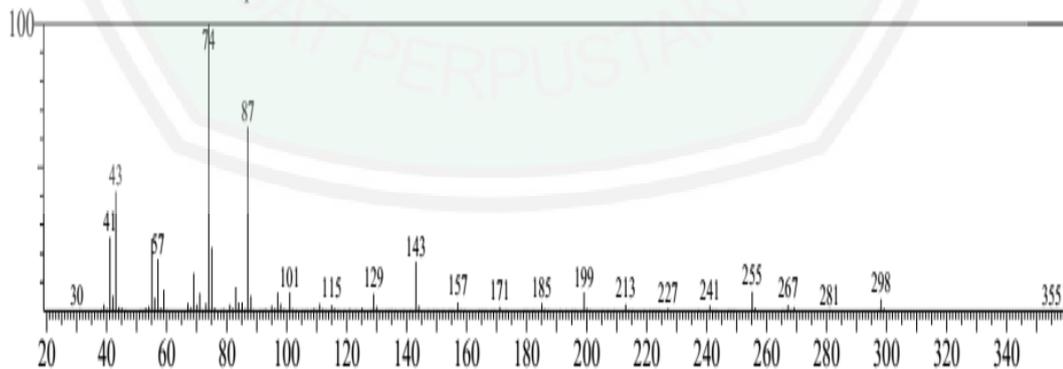


Hit#:1 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB
 SI:95 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, m



c. Metil stearat

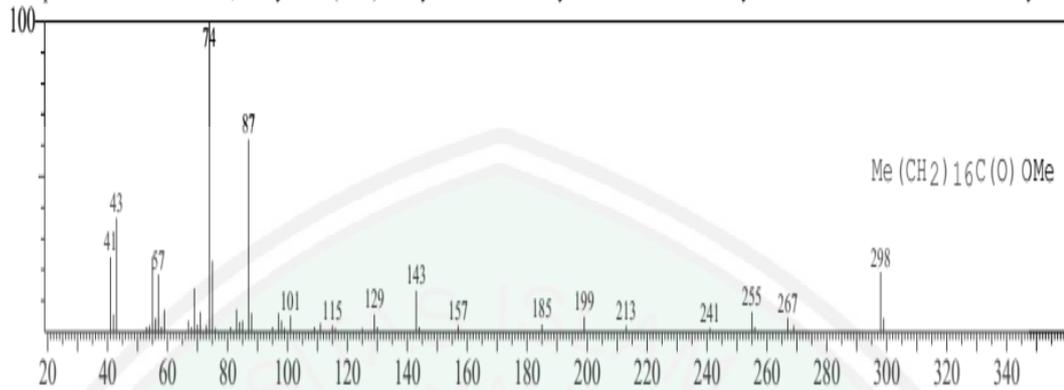
Line#:3 R.Time:32.458(Scan#:2696) MassPeaks:170
 RawMode:Averaged 32.450-32.467(2695-2697) BasePeak:74.05(2798486)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



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

SI:96 Formula:C₁₉H₃₈O₂ CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

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

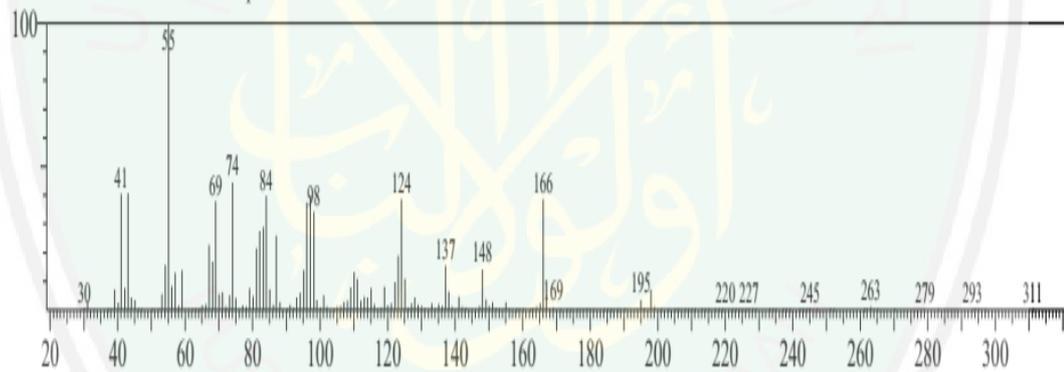


d. Metil risinoleat

Line#:4 R.Time:36.525(Scan#:3184) MassPeaks:217

RawMode:Averaged 36.517-36.533(3183-3185) BasePeak:55.05(4942448)

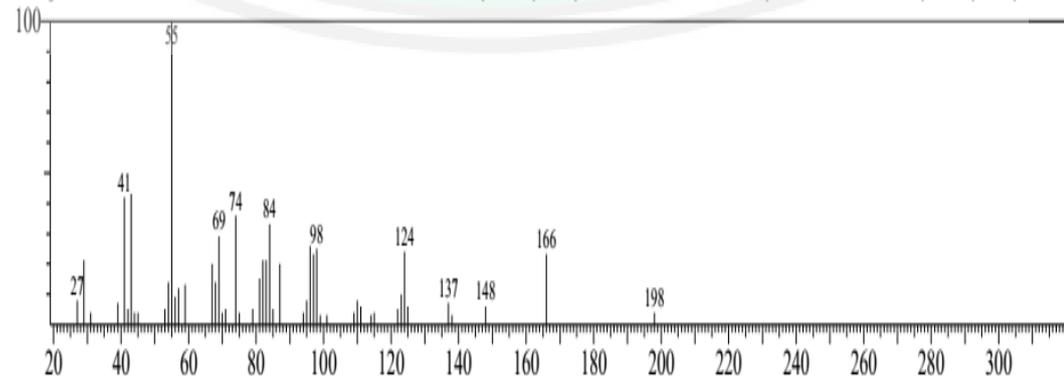
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:2 Entry:223327 Library:WILEY7.LIB

SI:90 Formula:C₁₉H₃₆O₃ CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0

CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID \$\$ Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate \$\$ methyl ricinoleate \$\$ methyl 12-hydroxy-9-octa



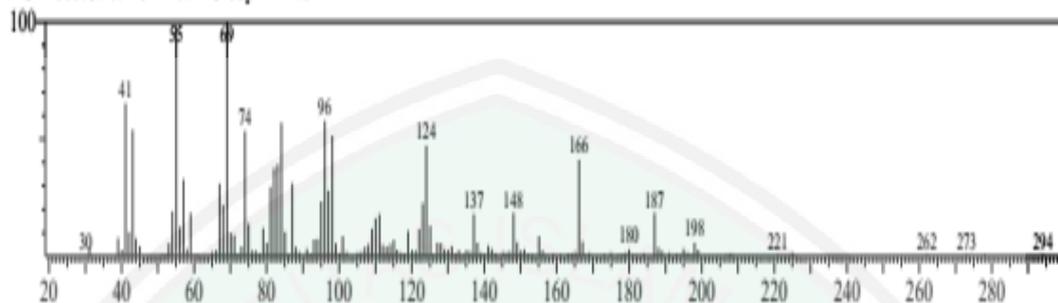
e. Metil undec 10-enoat

<< Target >>

Line#:5 R.Time:37.400(Scan#:3289) MassPeaks:149

RawMode:Averaged 37.392-37.408(3288-3290) BasePeak:69.05(50298)

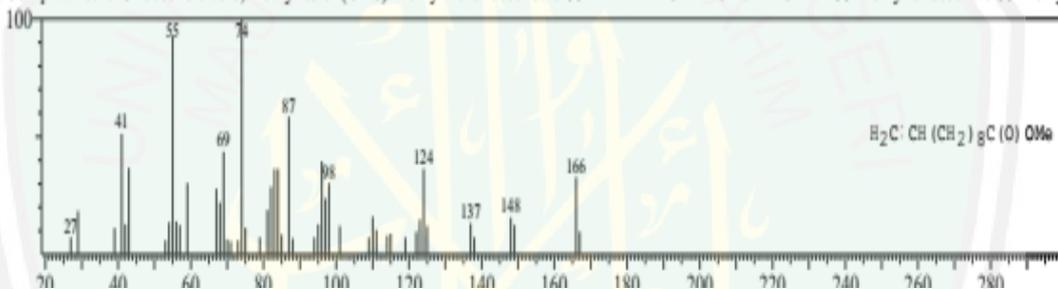
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 • Event 1



Hit#:1 Entry:93462 Library:WILEY7.LIB

SI:88 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0

CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl

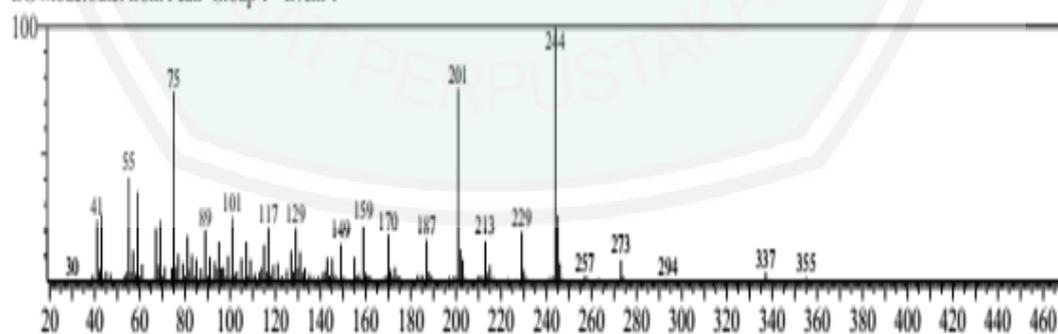


f. —

Line#:6 R.Time:37.625(Scan#:3316) MassPeaks:200

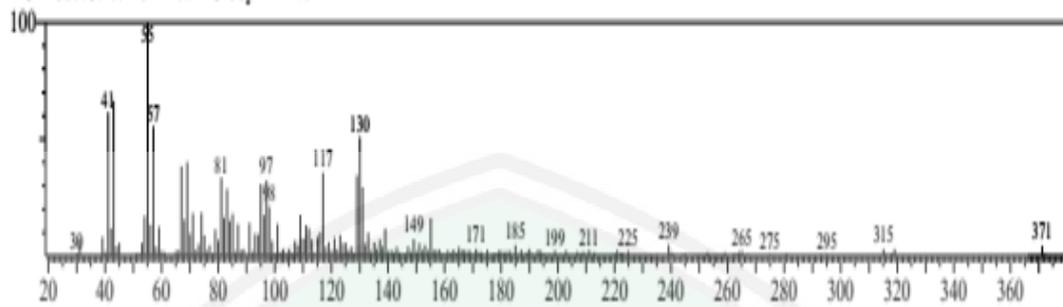
RawMode:Averaged 37.617-37.633(3315-3317) BasePeak:244.05(163695)

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



g. —

Line#:7 R.Time:38.617(Scan#:3435) MassPeaks:182
 RawMode:Averaged 38.608-38.625(3434-3436) BasePeak:55.05(75714)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

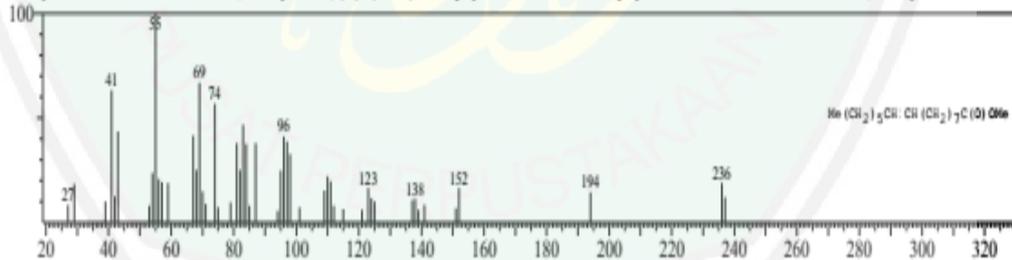


h. Metil palmitoleat

Line#:8 R.Time:38.967(Scan#:3477) MassPeaks:171
 RawMode:Averaged 38.958-38.975(3476-3478) BasePeak:55.05(541073)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

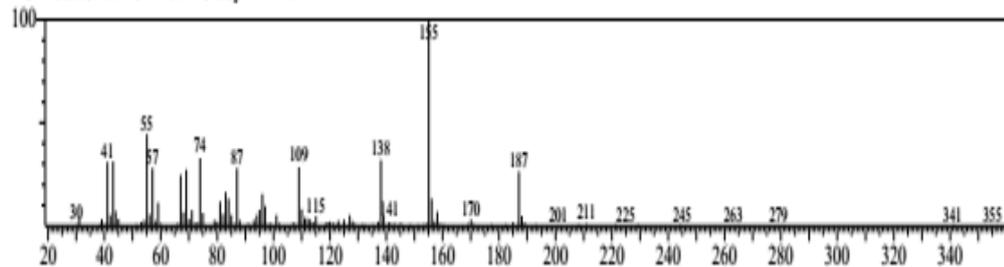


Hit#:2 Entry:178118 Library:WILEY7.LIB
 SI:85 Formula:C17H32O2 CAS:1120-25-8 MolWeight:268 RetIndex:0
 CompName:9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate \$\$ Methyl palmitoleinate \$\$ Palmitoleic acid, methyl ester \$\$

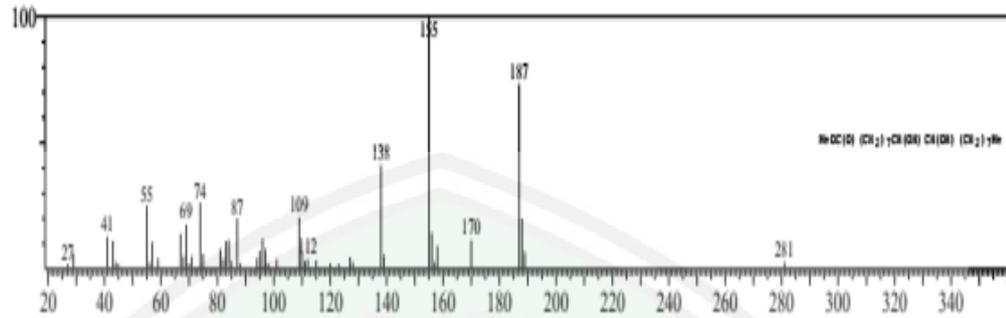


i. Metil 9,10 dihidroksioktadekanoat

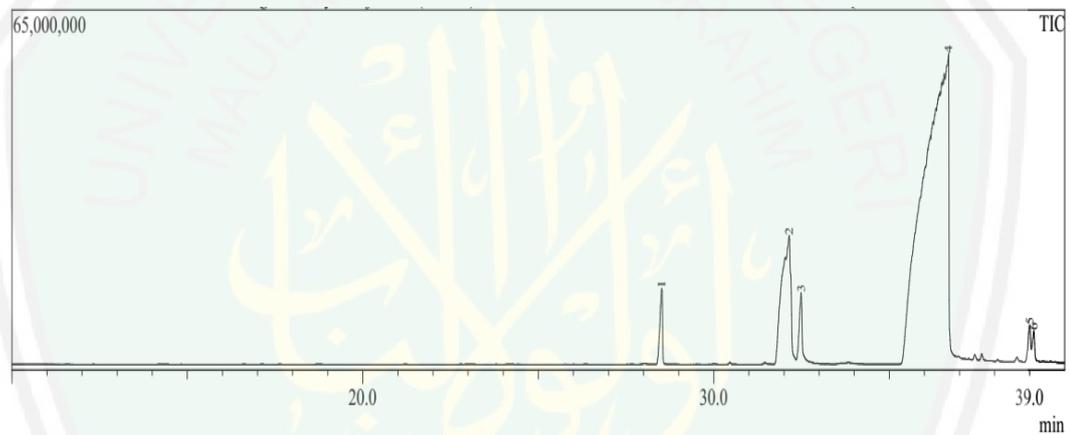
Line#:9 R.Time:39.075(Scan#:3490) MassPeaks:165
 RawMode:Averaged 39.067-39.083(3489-3491) BasePeak:155.10(395969)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:239086 Library:WILEY7.LIB
 SI:86 Formula:C19H38O4 CAS:1115-01-1 MolWeight:330 RetIndex:0
 CompName:Octadecanoic acid, 9,10-dihydroxy-, methyl ester (CAS) METHYL 9,10-DIHYDROXYOCTADECANOATE \$\$ Methyl 9,10-dihydrox



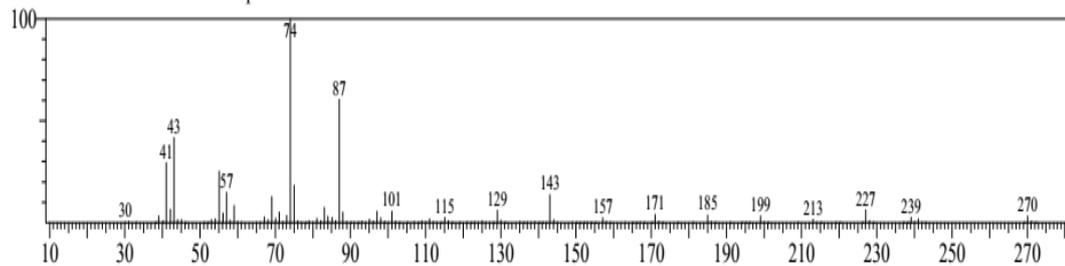
2. Hasil GC-MS waktu kontak 6 jam



| Peak Report TIC | | | | | | | | | | |
|-----------------|--------|--------|--------|------------|--------|-----------|---------|-------|------|------|
| Peak# | R.Time | I.Time | F.Time | Area | Area% | Height | Height% | A/H | Mark | Name |
| 1 | 28.517 | 28.350 | 28.617 | 72940436 | 2.27 | 13885637 | 12.39 | 5.25 | MI | |
| 2 | 32.147 | 31.708 | 32.267 | 387913889 | 12.05 | 22165063 | 19.78 | 17.49 | MI | |
| 3 | 32.489 | 32.333 | 32.600 | 64068406 | 1.99 | 12128272 | 10.82 | 5.28 | MI | |
| 4 | 36.688 | 35.325 | 36.800 | 2660370291 | 82.63 | 55052254 | 49.13 | 48.32 | MI | |
| 5 | 38.996 | 38.883 | 39.058 | 22683482 | 0.70 | 4927465 | 4.40 | 4.49 | MI | |
| 6 | 39.117 | 39.058 | 39.217 | 11701241 | 0.36 | 3903602 | 3.48 | 3.04 | MI | |
| | | | | 3219677745 | 100.00 | 112062293 | 100.00 | | | |

a. Metil palmitat

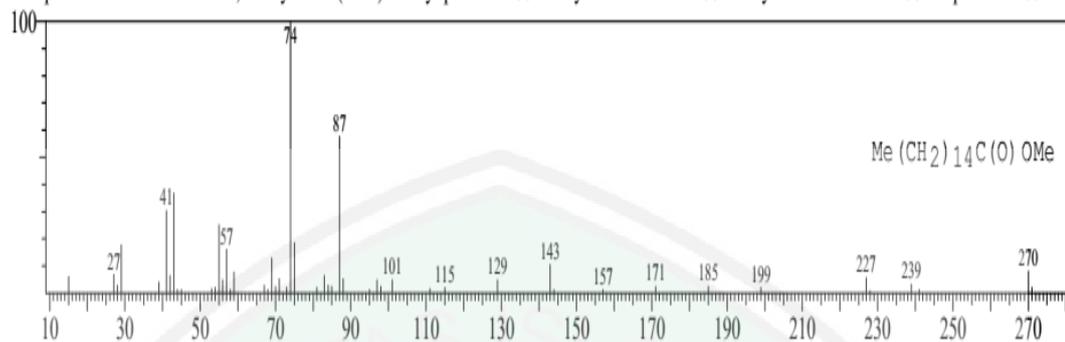
Line#:1 R.Time:28.517(Scan#:2223) MassPeaks:149
 RawMode:Averaged 28.508-28.525(2222-2224) BasePeak:74.00(2918634)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:180433 Library:WILEY7.LIB

SI:97 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

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

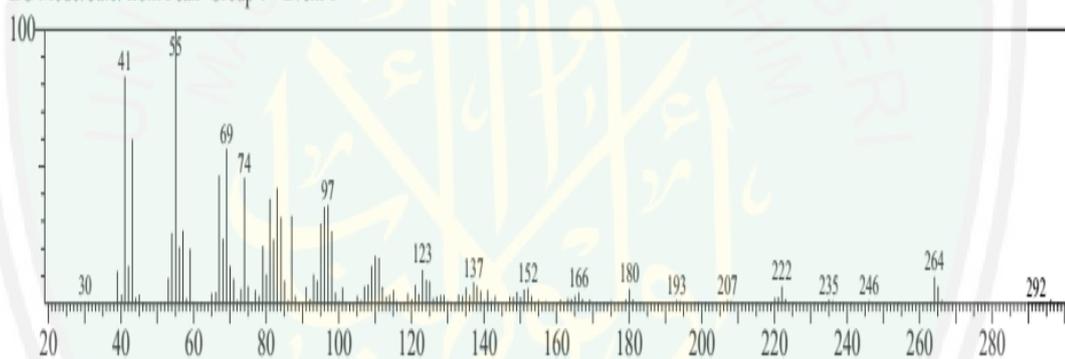


b. Metil oleat

Line#:2 R.Time:32.150(Scan#:2659) MassPeaks:219

RawMode:Averaged 32.142-32.158(2658-2660) BasePeak:55.05(1711501)

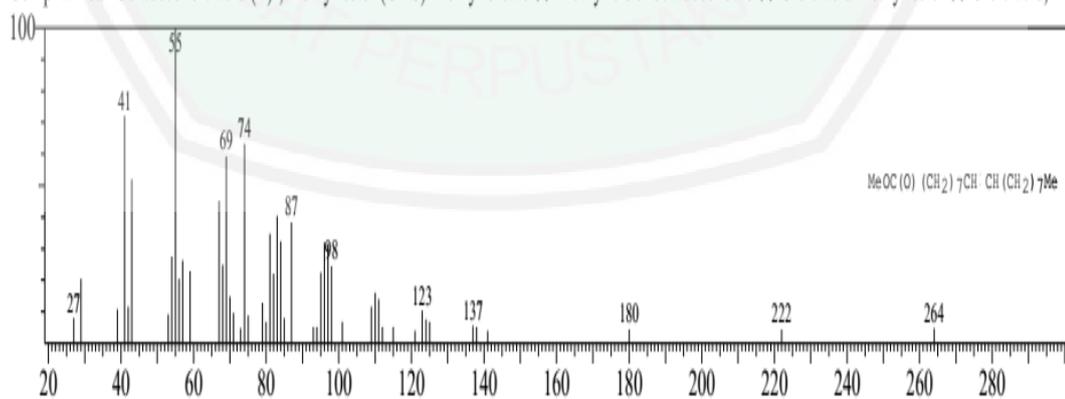
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB

SI:94 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0

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

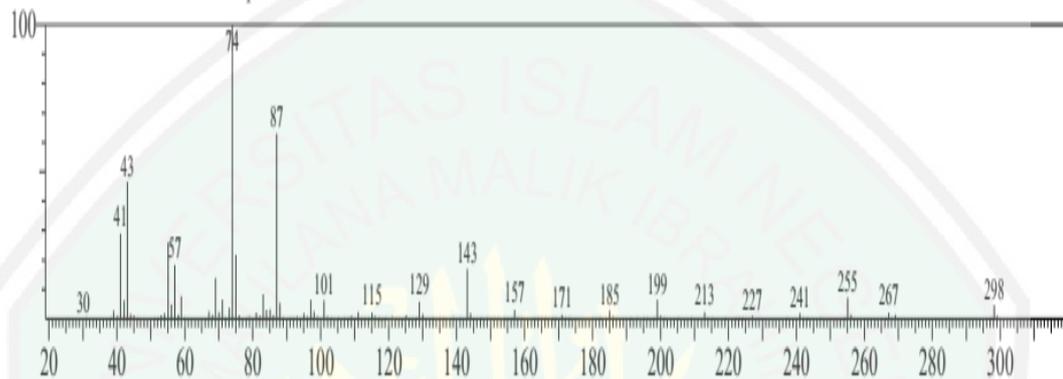


c. Metil stearat

Line#:3 R.Time:32.492(Scan#:2700) MassPeaks:164

RawMode:Averaged 32.483-32.500(2699-2701) BasePeak:74.00(2374763)

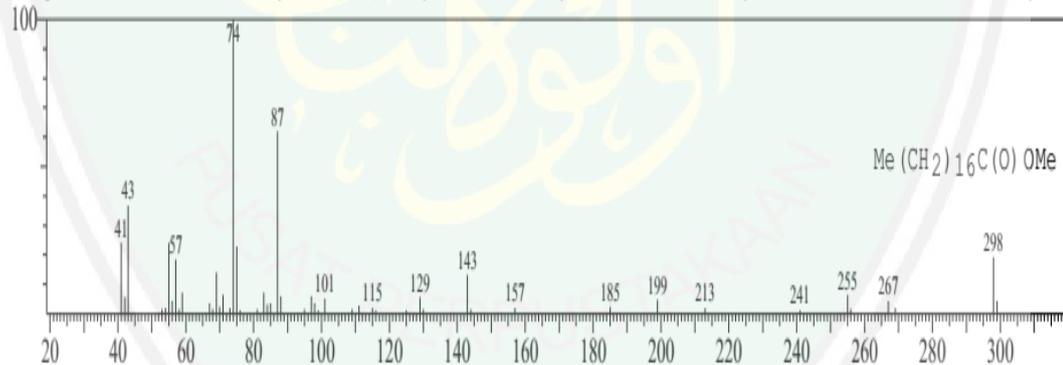
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:2 Entry:209841 Library:WILEY7.LIB

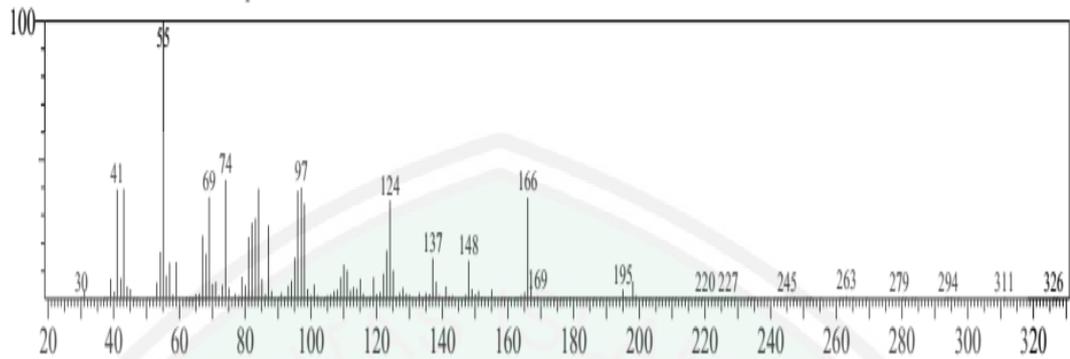
SI:95 Formula:C19H38O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

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

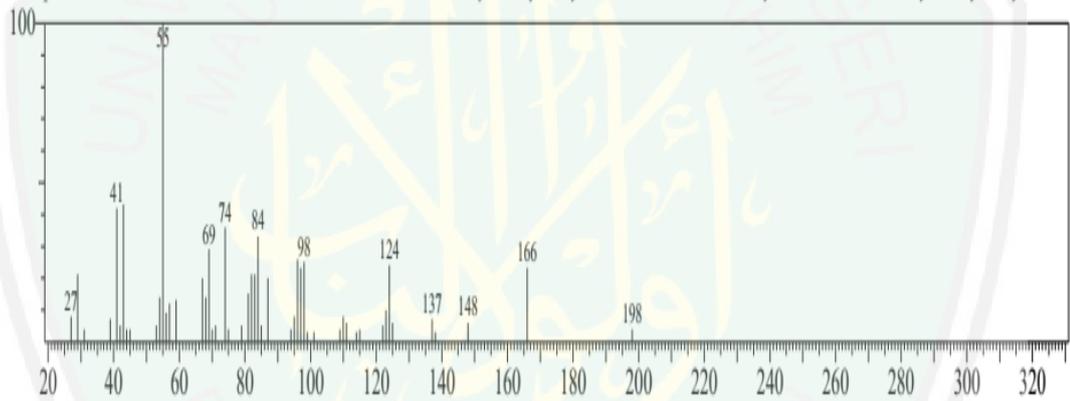


d. Metil risinoleat

Line#4 R.Time:36.692(Scan#:3204) MassPeaks:226
 RawMode:Averaged 36.683-36.700(3203-3205) BasePeak:55.10(4983565)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

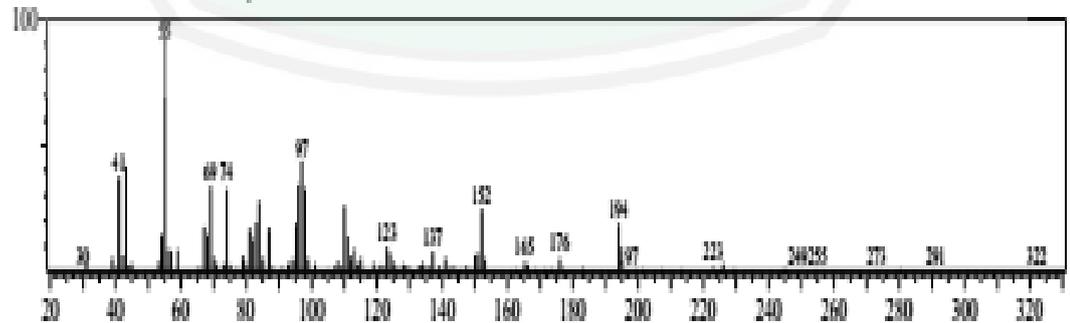


Hit#:1 Entry:223327 Library:WILEY7.LIB
 SI:91 Formula:C19H36O3 CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0
 CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID \$\$ Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate \$\$ methyl ricinoleate \$\$ methyl 12-hydroxy-9-octa

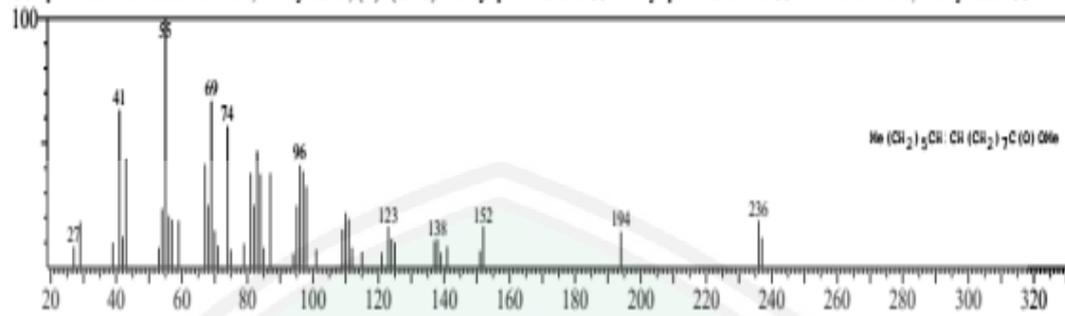


e. Metil palmitoleat

Line#5 R.Time:38.992(Scan#:3480) MassPeaks:166
 RawMode:Averaged 38.983-39.000(3479-3481) BasePeak:55.05(586491)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

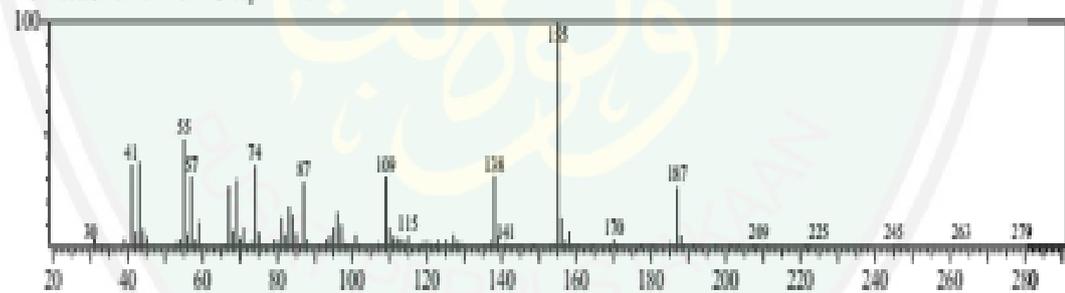


Hit#:2 Entry:178118 Library:WILEY7.LIB
 SI:85 Formula:C17 H32 O2 CAS:1120-25-8 MolWeight:268 RetIndex:0
 CompName:9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate \$\$ Methyl palmitoleinate \$\$ Palmitoleic acid, methyl ester \$\$

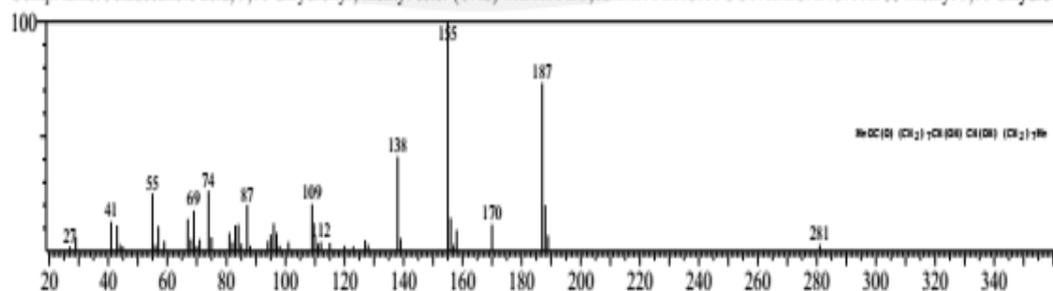


f. Metil 9,10 dihidroksioktadekanat

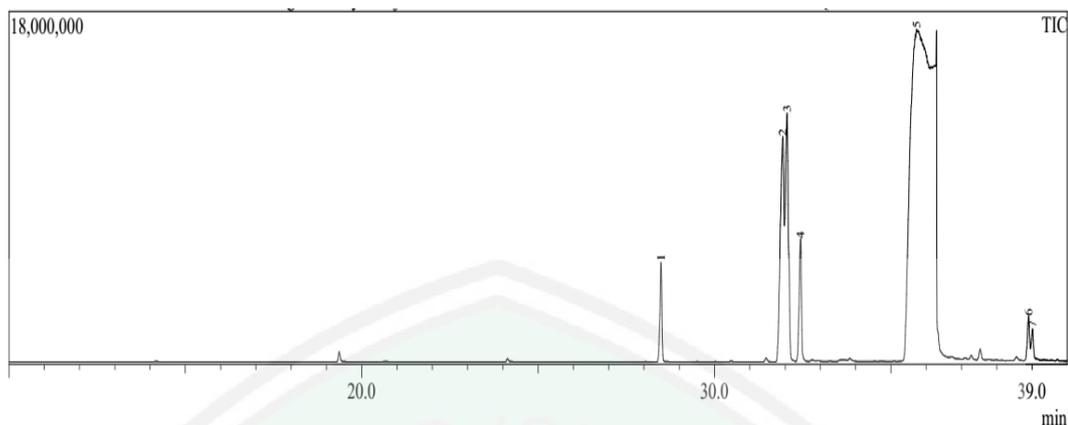
Line#6 R.Time:39.117(Scan#:3495) MassPeak:161
 RawMode:Averaged 39.108-39.125(3494-3496) BasePeak:155.10(474426)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:239086 Library:WILEY7.LIB
 SE:86 Formula:C19 H38 O4 CAS:1115-01-1 MolWeight:330 RetIndex:0
 CompName:Octadecanoic acid, 9,10-dihydroxy-, methyl ester (CAS) METHYL 9,10-DIHYDROXYOCTADECANOATE \$\$ Methyl 9,10-dihydroxy-



3. Hasil GC-MS waktu kontak 7 jam



| Peak# | R.Time | L.Time | F.Time | Area | Area% | Height | Height% | A/H | Mark | Name |
|-------|--------|--------|--------|-----------|--------|----------|---------|-------|------|------|
| 1 | 28.485 | 28.367 | 28.575 | 19598395 | 2.28 | 5073618 | 11.39 | 3.86 | MI | |
| 2 | 31.934 | 31.775 | 31.983 | 38292468 | 4.45 | 6155202 | 13.81 | 5.97 | MI | |
| 3 | 32.056 | 31.983 | 32.225 | 27503750 | 3.20 | 7817778 | 17.54 | 3.53 | MI | |
| 4 | 32.437 | 32.300 | 32.558 | 27676838 | 3.22 | 6218133 | 13.95 | 4.44 | MI | |
| 5 | 35.731 | 35.325 | 36.375 | 741491932 | 86.16 | 16726599 | 37.54 | 44.32 | MI | |
| 6 | 38.899 | 38.758 | 38.975 | 5002620 | 0.58 | 1688960 | 3.79 | 2.93 | MI | |
| 7 | 39.010 | 38.975 | 39.142 | 1066861 | 0.12 | 878485 | 1.97 | 1.25 | MI | |
| | | | | 860632864 | 100.00 | 44558775 | 100.00 | | | |

a. Metil palmitat

Line#:1 R.Time:28.483(Scan#:2219) MassPeaks:109

RawMode:Averaged 28.475-28.492(2218-2220) BasePeak:74.05(1026087)

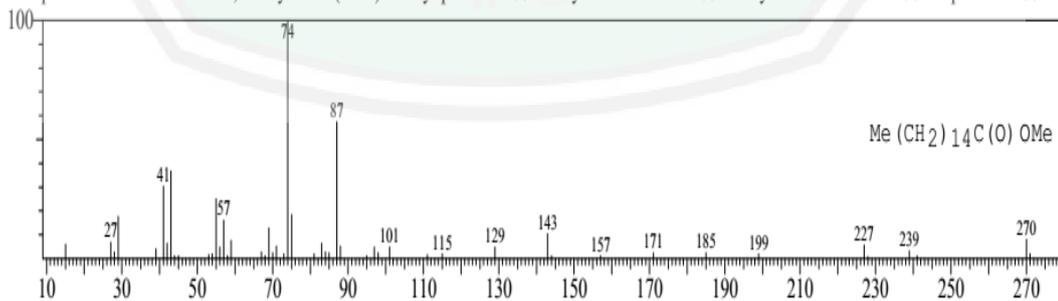
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:180433 Library:WILEY7.LIB

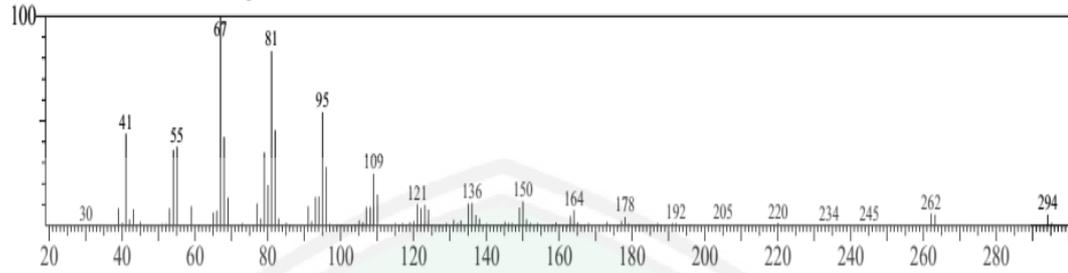
SI:97 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphath A60 \$\$ Me

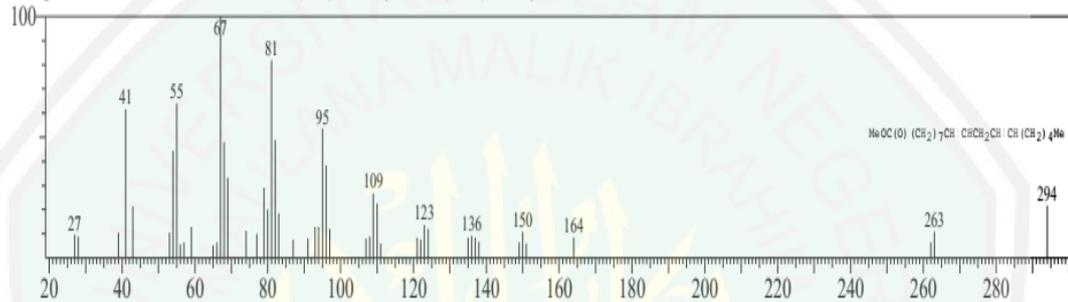


b. Metil linoleat

Line#2 R.Time:31.933(Scan#:2633) MassPeaks:146
 RawMode:Averaged 31.925-31.942(2632-2634) BasePeak:67.05(727037)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:205817 Library:WILEY7.LIB
 SI:91 Formula:C19H34O2 CAS:112-63-0 MolWeight:294 RetIndex:0
 CompName:9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS) Methyl linoleate \$\$ METHYL CIS-9,CIS-12-OCTADECADIENOATE \$\$ Meth

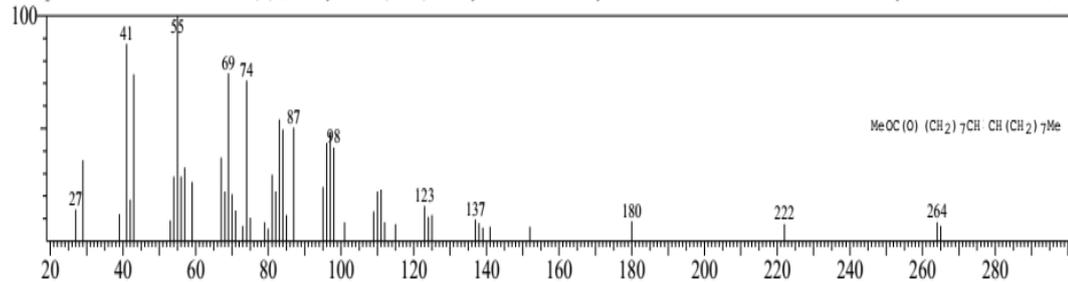


c. Metil oleat

Line#3 R.Time:32.058(Scan#:2648) MassPeaks:190
 RawMode:Averaged 32.050-32.067(2647-2649) BasePeak:55.05(560777)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

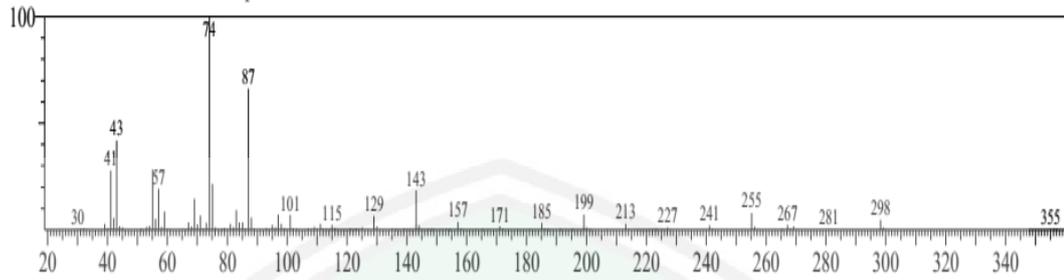


Hit#:2 Entry:207855 Library:WILEY7.LIB
 SI:95 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, m

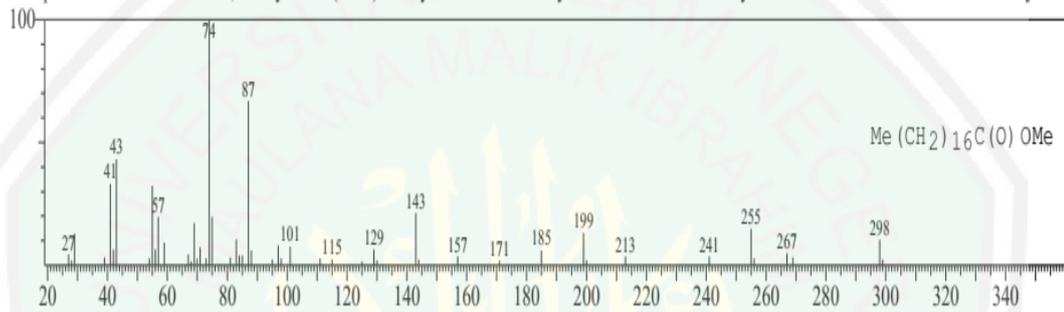


d. Metil stearat

Line#4 R.Time:32.433(Scan#:2693) MassPeaks:138
 RawMode:Averaged 32.425-32.442(2692-2694) BasePeak:74.05(1174147)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

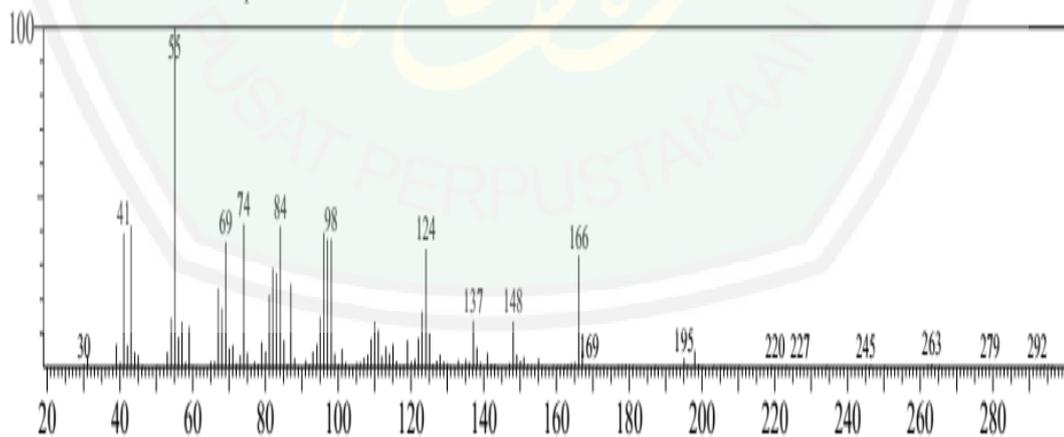


Hit#:1 Entry:209839 Library:WILEY7.LIB
 SI:96 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate \$\$ Methyl octadecanoate \$\$ Methyl n-octadecanoate \$\$ Stearic acid methyl este

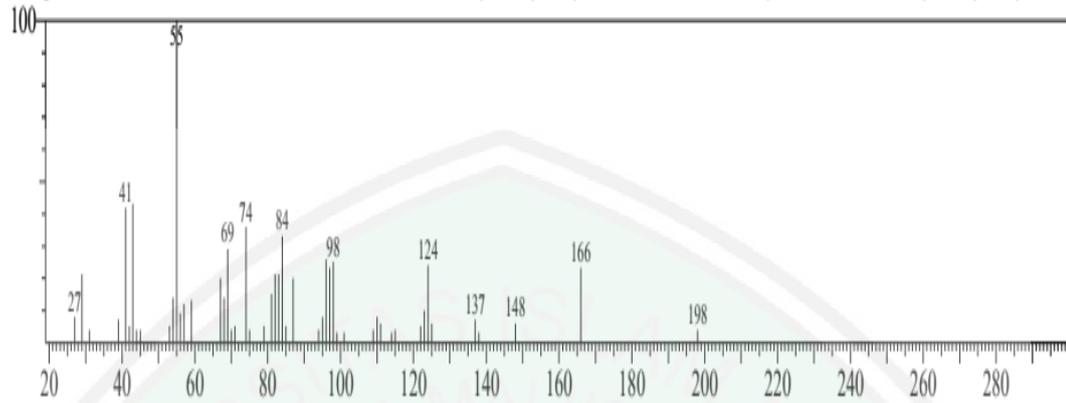


e. Metil risinoleat

Line#5 R.Time:35.733(Scan#:3089) MassPeaks:178
 RawMode:Averaged 35.725-35.742(3088-3090) BasePeak:55.05(1642027)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

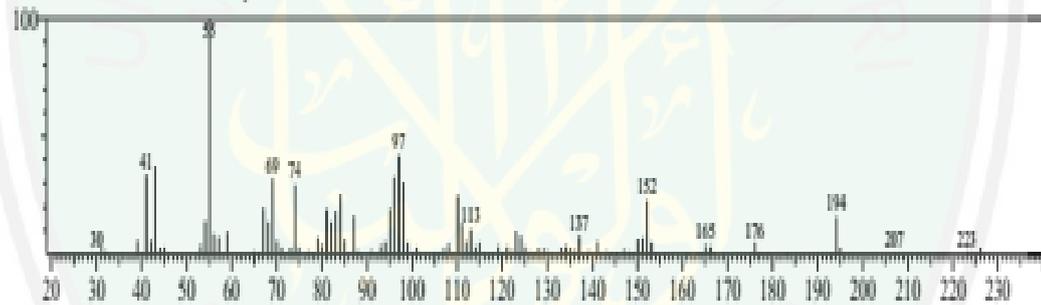


Hit#:1 Entry:223327 Library:WILEY7.LIB
 SI:91 Formula:C19H36O3 CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0
 CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID \$\$ Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate \$\$ methyl ricinoleate \$\$ methyl 12-hydroxy-9-octa

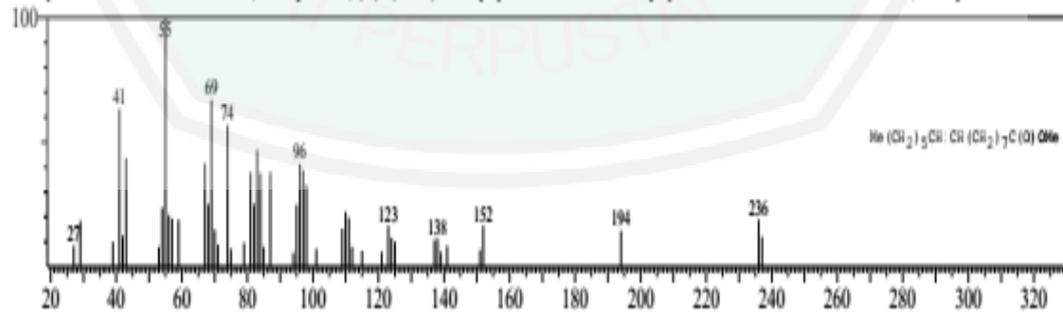


f. Metil palmitoleat

Line#:6 R.Time:38.900(Scan#:3469) MassPeaks:121
 RawMode:Averaged 38.892-38.908(3468-3470) BasePeak:55.05(199567)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

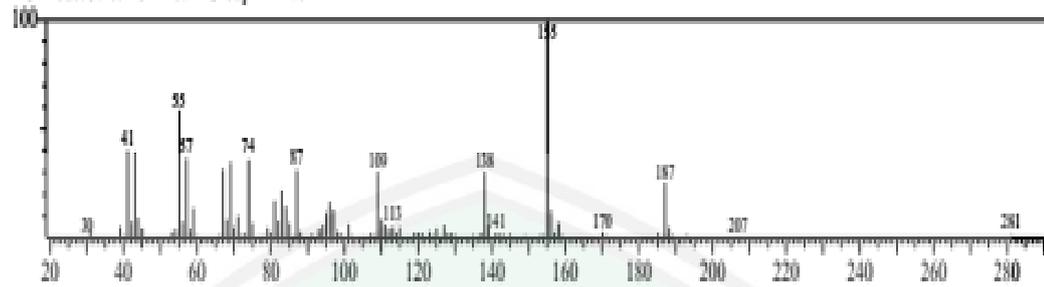


Hit#:2 Entry:178118 Library:WILEY7.LIB
 SI:85 Formula:C17H32O2 CAS:1120-25-8 MolWeight:268 RetIndex:0
 CompName:9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate \$\$ Methyl palmitoleinate \$\$ Palmitoleic acid, methyl ester \$\$



g. Metil 9,10 dihidroksioktadekanoat

Line#:7 R.Time:39.008(Scan#:3482) MassPeaks:120
 RawMode:Averaged 39.000-39.017(3481-3483) BasePeak:155.10(93601)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:239086 Library:WILEY7.LIB
 SI:86 Formula:C19 H38 O4 CAS:1115-01-1 MolWeight:330 RetIndex:0
 CompName:Octadecanoic acid, 9,10-dihydroxy-, methyl ester (CAS) METHYL 9,10-DIHYDROXYOCTADECANOATE \$\$ Methyl 9,10-dihydroxy

