

PEMBUATAN BIODISEL DARI MINYAK JARAK KEPYAR (*Ricinus communis L.*) MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI DENGAN VARIASI SUHU MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh :
SALAHUDDIN AL-AYUBI
NIM. 12630095



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

PEMBUATAN BIODISEL DARI MINYAK JARAK KEPYAR (*Ricinus communis L.*) MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI DENGAN VARIASI SUHU MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh :
SALAHUDDIN AL-AYUBI
NIM. 12630095

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
2019**

PEMBUATAN BIODISEL DARI MINYAK JARAK KEPYAR (*Ricinus communis L.*) MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI DENGAN VARIASI SUHU MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
SALAHUDDIN AL-AYYUBI
NIM. 12630095

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 21 Januari 2019

Pembimbing I



Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821101 200901 2 007

Pembimbing II



Rifatul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068



Mengetahui,
Kepala Jurusan

Elok Kurniasih Hayati, M.Si
NIP. 19700620 200604 2 002

PEMBUATAN BIODISEL DARI MINYAK JARAK KEPYAR (*Ricinus communis L.*) MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI DENGAN VARIASI SUHU MENGGUNAKAN KATALIS KOH/ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
SALAHUDDIN AL-AYYUBI
NIM. 12630095

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 21 Januari 2019

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIDT. 19851020 20180201 2 240

(.....)

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

Anggota Penguji : Rifatul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan



PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Salahuddin Al-Ayubi
NIM : 12630095
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Pembuatan Biodisel Dari Minyak Jarak Kepyar (*Ricinus Communis L.*) Melalui Reaksi Transesterifikasi Dengan Variasi Suhu Menggunakan Katalis KOH/Zeolit.

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 , 21 Januari 2018

Yang membuat pernyataan,



Salahuddin Al-Ayubi
NIM. 12630095

KATA PENGANTAR

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

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

Alhamdulillah, penulis juga bersyukur atas terselesaikannya skripsi dengan judul “Pembuatan Biodisel Dari Minyak Jarak Kepyar (*Ricinus Communis L.*) Melalui Reaksi Transesterifikasi Dengan Variasi Suhu Menggunakan Katalis KOH/Zeolit”. Penulisan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban penulis dalam menyelesaikan tugas akhir. Selama proses penulisan skripsi ini penulis mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Ibu Suci Amalia, M.Sc, selaku dosen pembimbing skripsi dan dosen wali yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Rif'atul Mahmuda, M.Si, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat agama kepada penulis.
4. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, selaku dosen konsultan yang selalu memberikan bimbingan dan pengarahan selama penulisan skripsi ini.
5. Bapak Eny Yulianti, M.Si, selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik maupun saran dalam penulisan skripsi ini.
7. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan,

pengalaman, wacana, dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

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

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

Malang,

2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR LAMPIRAN	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
..... الملخص.....	ix
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.....	8
2.1 Jarak Pagar Kepyar (<i>Ricinus communis L</i>).....	8
2.2 Biodisel	10
2.3 Zeolit.....	18
2.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	22
2.5 Karakterisasi dengan GC-MS	24
2.6 Impregnasi KOH pada Zeolit.....	25
BAB III METODOLOGI.....	26
3.1 Waktu dan Tempat.....	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat	26
3.2.1 Bahan	26
3.3 Tahapan Penelitian.....	27
3.4 Prosedur Penelitian	27
3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit	27
3.4.2 Modifikasi Zeolit Alam Dengan Metode Impregnasi Basa.....	28
3.4.3 Karakterisasi Katalis dengan XRF	28
3.4.4 Karakterisasi Katalis Menggunakan XRD	28
3.4.5 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi	29
3.4.6 Karakterisasi Metil Ester dan Minyak Jarak <i>kepyar</i>	29
BAB IV PEMBAHASAN.....	34
4.1 Preparasi, Aktivasi dan Modifikasi Zeolit	34
4.2 Uji Aktivitas Katalis KOH/zeolit pada Reaksi Transesterifikasi	37
4.3 Karakterisasi Minyak Jarak Sebelum Reaksi Transesterifikasi dan Metil Ester Setelah Reaksi Transesterifikasi.....	45
4.3.1 Uji Densitas	45
4.3.2 Uji Kadar Air	45
4.3.3 Uji Angka Asam	46

4.4 Integrasi Penelitian dengan Islam.....	47
BAB V PENUTUP.....	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA.....	52
LAMPIRAN.....	57



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan asam lemak minyak biji jarak <i>kepyar</i>	10
Tabel 2.2	Penurunan tingkat populasi menggunakan biodiesel	11
Tabel 2.3	Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI	11
Tabel 2.4	Kandungan unsur-unsur pada zeolit alam Bandung dengan analisis XRF	22
Tabel 2.5	Metil ester hasil analisis GC-MS	25
Tabel 4.1	Kandungan unsur-unsur pada zeolit alam Bandung dan zeolit modifikasi dengan analisis XRF.....	33
Tabel 4.2	Persentasi metil ester dari hasil analisis GC-MS	38
Tabel 4.3	Komposisi senyawa hasil reaksi transesterifikasi suhu 60 dan 65 °C ..	39
Tabel 4.4	Densitas metil ester dan minyak jarak	45
Tabel 4.5	Kadar air metil ester dan minyak jarak	46
Tabel 4.6	Angka asam metil ester dan minyak jarak	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi transesterifikasi pada trigliserida.....	12
Gambar 2.2	Penggabungan satuan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$	19
Gambar 2.2	Satuan pembangun sekunder dalam zeolit	20
Gambar 2.4	Difraksi sinar-X.....	23
Gambar 4.1	Proses pertukaran ion dan penempelan gugus aktif	34
Gambar 4.2	a) Difraktogram XRD standar K_2O , b) Difraktogram XRD standar KOH, c) Difraktogram XRD standar zeolit modernit, d) Difraktogram XRD zeolit alam Bandung dan e) Difraktogram zeolit penambahan KOH	35
Gambar 4.3	Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen KOH/zeolit	37
Gambar 4.4	(a) reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 60°C (K_2O /zeolit) dan (b) reaksi transesterifikasi 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 65°C (KOH/zeolit).....	38
Gambar 4.5	Spektra target reaksi transesterifikasi puncak pertama	41
Gambar 4.6	Dugaan fragmentasi senyawa biodiesel transesterifikasi puncak pertama.....	41
Gambar 4.7	Spektra target reaksi transesterifikasi puncak ketiga	42
Gambar 4.8	Dugaan fragmentasi biodisel puncak ketiga.....	42
Gambar 4.9	Spektra fragmentasi biodisel i purtama.....	43
Gambar 4.10	Dugaan fragmentasi biodisel puncak pertama	43
Gambar 4.11	Dugaan fragmentasi biodisel puncak ketiga.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	56
Lampiran 2 Perhitungan	66
Lampiran 3 Dokumentasi	64
Lampiran 4 Data Penelitian	66



ABSTRAK

Al-ayyubi, S. 2018. Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak (Castor Oil) Melalui Reaksi Transesterifikasi Dengan Variasi Suhu Menggunakan Katalis KOH/Zeolit. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M. Sc; Paembimbing II: Rifatul Mahmuda, M.Si.: Konsultan : Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata Kunci : Transesterifikasi, KOH/Zeolit, Minyak Jarak, Biodiesel, impregnasi.

Biodiesel merupakan energi alternatif yang dapat digunakan untuk mengatasi kelangkaan bahan bakar minyak. Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan KOH/Zeolit sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak menjadi biodiesel. Pembuatan katalis dimulai dengan pengayakan zeolite, setelah itu dilakukan aktivasi kimia menggunakan larutan HCl 6 M, dilanjutkan proses impregnasi basah menggunakan larutan KOH 20 % dan kalsinasi pada suhu 450 °C, sehingga diperoleh K₂O/zeolite. Uji aktivasi K₂O/zeolite dilakukan pada reaksi transesterifikasi minyak jarak (castor oil) menggunakan refluks pada suhu 60, 65, dan 70 °C selama 2 jam dengan perbandingan mol minyak dengan metanol sebesar 1:12 dan persen berat katalis terhadap berat minyak sebesar 3 %. Katalis yang dihasilkan dianalisis XRD dan XRF, sedangkan minyak jarak dan hasil reaksi transesterifikasi dianalisis GC-MS, angka asam, densitas dan kadar air. Hasil uji aktivasi katalis KOH/zeolite pada reaksi transesterifikasi menunjukkan bahwa pada suhu 60 °C menghasilkan persen area biodiesel sebesar 28,76 %, pada suhu 65 °C menghasilkan persen area biodiesel sebesar 17,35% dan pada suhu 70 °C tidak terbentuk biodiesel.

ABSTRACT

Al-ayyubi, S. 2018. Biodiesel Making From Castor Oil Trought Transesterification Reactions With Temperature Variations by Using KOH/Zeolite Catalysts. Thesis. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Islamic Satate University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc. Supervisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si. Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: Transesterification, KOH/Zeolite, Castor Oil, Biodisel, Impregnation.

Biodiesel is an alternative energy that can be used for solving the scarcity of fuel oil. This research aims to utilize KOH/Zeolite as a Heterogeneous catalyst in the transesterification reaction of castor oil into biodiesel. The catalyst making begins with zeolite sieving, then adding the chemical activation uses 6 M HCL solution. After that it is followed by an alkali impregnation process by using 20% KOH solution and the calcination at a temperature of 450 °C, and in the end of this process is obtained K₂O/zeolite. Activation test of K₂O/zeolite was done on castor oil transesterification reaction by using reflux at 60 °C, 65 °C, and 70 °C for 2 hours. The mole ratio of oil oil and methanol was 1:12 and the percentage of the weight catalyst with oil weight was 3%. The resulting catalysts were analyzed by XRD and XRF, while castor oil and the results of the transesterification were analyzed by GC-MS, acidity, dencity and moisture content. The result of catalyst activation test of KOH/zeolite on the transesterification reaction showed that at 60 °C, it produced a biodiesel area percentage of 28.76%. At 65 °C, it produced a biodiesel percentage area of 17.35% and at 70 °C, biodiesel was not formed.

مستخلص البحث

الأيوبي، صلاح الدين، 2018، تصنيع الديزل الحيوي من زيت الخروع (*Castor Oil*) من خلال تفاعل استرة (*Transesterifikasi*) مع اختلاف درجة الحرارة باستخدام حفاز KOH أو الزيوليت. البحث الجامعي. قسم كيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك ابراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: سوجي أملية، الماجستير. المشرف الثاني: رفعة المحمودة الماجستير. المستشار: سوسى نور خليفة، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: تفاعل استرة، زيوليت، زيت الخروع، الديزل الحيوي، التشريب.

الديزل الحيوي هو طاقة بديلة يمكن استخدامها للتغلب على ندرة الوقود البترولي. يهدف هذا البحث إلى الاستفادة من KOH أو الزيوليت كحفاز غير متجانس في تفاعل استرة من زيت الخروع إلى أن يكون الديزل الحيوي. يبدأ تصنيع الحافز بغرلة الزيوليت، ثم القيام بالتفعيل الكيميائي باستخدام محلول حمض الهيدروكلوريك بحجم 6 م (6 HCl M)، وتليه عملية التشريب القلوية باستخدام محلول KOH بحجم 20% وتكليسها على درجة 450 سيلسيوس حتى تحصل على الزيوليت (K_2O). تم اختبار تفعيل الزيوليت من خلال تفاعل استرة من زيت الخروع (*Castor Oil*) باستخدام الجزر في الدرجة الحرارية 60، 65 و 70 سيلسيوس لمدة ساعتين مع نسبة المولي من الزيت والميثانول هي 1:12 ومئوية وزن حفاز الزيت بنسبة 3%. وتم تحليل حفاز عن طريق حيود الأشعة السينية (XRD) و فلورية الأشعة السينية (XRF)، في حين تم تحليل زيت الخروع ومنتجة تفاعل استرة عن طريق استشراب غازي - مطيافية الكتلة (GC-MS)، ودرجة الحموضة، الكثافة و درجة الرطوبة. دلت نتيجة اختبار حفاز الزيوليت في تفاعل استرة على أن في درجة 60 سيلسيوس أنتجت مئوية منطقية للديزل الحيوي بنسبة 28.76%، وفي درجة 65 سيلسيوس أنتجت مئوية منطقية للديزل الحيوي بنسبة 17.35% وفي درجة 70 سيلسيوس لم تنتج الديزل الحيوي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan bahan bakar fosil tanpa peningkatan efisiensi produksi dan peralihan ke sumber energi alternatif terbarukan, menyebabkan cadangan sumber energi bahan bakar fosil dunia khususnya minyak bumi diperkirakan hanya akan cukup untuk 30-50 tahun lagi (Nugroho, 2006). Agar dapat mencukupi kebutuhan bahan bakar masyarakat Indonesia, beberapa alternatif dikaji untuk memproduksi bahan bakar terbarukan, salah satunya adalah biodiesel. Biodiesel terbuat dari sumber daya hayati terbarukan seperti minyak nabati, salah satunya adalah minyak jarak. Tanaman jarak sudah banyak diteliti dan dikembangkan untuk pembuatan biodiesel. Minyak jarak bersifat racun dan memiliki kandungan asam lemak esensialnya sangat rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak pangan. Oleh karena itu minyak jarak merupakan salah satu bahan baku utama pembuatan biodiesel yang saat ini menjadi prioritas pemerintah Indonesia (Rustamaji, dkk., 2010).

Produksi biodiesel diperoleh dari reaksi transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi adalah suatu proses mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati ataupun lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol sehingga menghasilkan biodiesel dan gliserol (Corro, dkk., 2013). Reaksi transesterifikasi secara komersial biasa menggunakan katalis basa homogen seperti KOH dan NaOH, karena kedua katalis ini memiliki tingkat aktivitas katalitik yang lebih besar dibandingkan dengan katalis asam dan tidak bersifat

korosif seperti katalis asam (Xie dan Huang, 2006). Corro, dkk (2013) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. Namun penggunaan katalis homogen menimbulkan beberapa masalah, diantaranya katalis akan bercampur homogen dengan produk, sehingga proses pemurnian produknya relatif sulit. Masalah lain adalah penggunaan katalis homogen dapat menyebabkan reaksi penyabunan sehingga proses pemisahan produk merupakan masalah yang sangat utama. Kendala lain yaitu, banyaknya air limbah yang dihasilkan untuk memisahkan katalis dan produk (Lopez, dkk; 2005).

Salah satu katalis anorganik heterogen yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah zeolit. Zeolit merupakan kristal alumina silika dengan struktur kerangka tiga dimensi molekuler pori-pori dengan ukuran seragam (Cekja, dkk, 2007). Zeolit merupakan bahan anorganik yang mudah dijumpai di Indonesia, salah satunya terdapat di daerah Bandung, Jawa Barat. Mengenai manfaat dari kekayaan hasil bumi bagi manusia dan makhluk lainnya, Allah SWT menunjukkan tanda-tandanya dalam surat Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ۚ ۱۹۰ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا
 سُبْحٰنَكَ قٰنِنَا عٰذَابِ النَّارِ ۱۹۱

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

Ayat 190 dalam Tafsir *Ibn Katsir* menjelaskan bahwa “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi*”. Artinya: dalam hal ketinggian dan keluasan langit, kerendahan dan ketebalan bumi, serta tanda-tanda kekuasaan yang besar yang terdapat pada keduanya (langit dan bumi), baik bintang-bintang, komet, daratan, lautan, hutan, pepohonan, binatang, barang tambang, serta manfaat berbagai jenis makanan, warna, dan bau-bauan yang khusus, serta “*pergantian malam dan siang*”, semua itu merupakan ketetapan dari Allah. Tafsir *Al-Maraghi* (1993) memberikan penjelasan pada surat Ali Imran ayat 191 bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat-maslahat yang besar. Berdasarkan ayat tersebut dapat dijelaskan bahwa zeolit alam juga memiliki manfaat yang besar. Sedangkan menurut Shihab (2003), ayat 191 mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (*ulul albab*), yaitu orang yang berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan menggambarkan keagungan Allah. Seorang yang *ulul albab* selalu mengingat Allah (berdzikir) di setiap waktu dan keadaan, baik di waktu ia berdiri, duduk atau berbaring. *Ulul albab* yaitu orang-orang yang terus-menerus mengingat Allah dengan ucapan atau hati dalam seluruh situasi dan kondisi. Penggunaan zeolit sebagai katalis dalam produksi biodiesel merupakan bentuk usaha memikirkan pemanfaatan sumber daya alam yang belum optimal.

Zeolit alam pada umumnya memiliki stabilitas termal yang tidak terlalu tinggi, ukuran pori tidak seragam dan aktivitas katalitik rendah sehingga perlu dilakukan aktivasi dan modifikasi. Aktivasi bertujuan untuk meningkatkan mutu

zeolit alam dengan cara mengurai pengotor-pengotor yang menutupi permukaan dan pori-pori zeolit agar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun sebagai penukar ion (Fatimah, 2000). Sedangkan modifikasi bertujuan untuk meningkatkan kemampuan katalitik dari zeolit dengan cara mereaksikan zeolit dengan larutan basa seperti KOH ataupun NaOH.

Menurut penelitian dari Serio, dkk ; (2007) pada reaksi transesterifikasi *Soybean Oil* menggunakan katalis KOH/NaX, menghasilkan konversi biodiesel sebesar 85%. Reaksi ini terjadi pada kondisi optimum yaitu pada suhu 65 °C, waktu reaksi 8 jam, berat katalis 3%, dan rasio methanol dengan minyak 10:1. Kusuma, dkk. (2012) melakukan penelitian transesterifikasi minyak jarak menggunakan katalis heterogen KOH yang diimpregnasikan dalam zeolit alam jenis mordenit. Zeolit alam yang diimpregnasi menggunakan logam KOH menunjukkan kenaikan sifat kebasahan dari katalis zeolit yang digunakan. Penggunaan perbandingan molar rasio minyak dan metanol adalah 1 : 7 selama 120 menit pada temperatur 60 °C dihasilkan produk 95,05 % dan persen katalis sebesar 3%. Noiroj, dkk. (2009), membandingkan penggunaan katalis KOH/Al₂O₃ dan KOH/zeolit NaY didapatkan produk metil ester (biodiesel) berturut-turut 81,96% dan 91,07 % dengan waktu reaksi selama 3 jam. Intarapong, dkk. (2013) dengan katalis KOH/modernit didapatkan produk 96,7 %. Dari penelitian yang telah dilakukan tersebut menunjukkan bahwa penggunaan katalis heterogen KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak menghasilkan konversi biodiesel yang lebih baik.

Secara umum reaksi transesterifikasi berjalan optimal pada suhu reaksi ini dapat suhu mendekati titik didih metanol (60°C -70°C) pada tekanan atmosfer

Kecepatan reaksi secara kuat dipengaruhi oleh temperatur reaksi (Rahayu, 2003). Pada penelitian ini peneliti berinisiatif untuk melakukan penelitian tentang reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan memfokuskan penelitian pada variasi suhu. Penelitian ini menggunakan katalis heterogen zeolit alam Bandung. Katalis tersebut terlebih dahulu dimodifikasi dengan KOH menggunakan metode impregnasi untuk meningkatkan aktifitas katalitik sebagai katalis heterogen dalam proses transesterifikasi minyak jarak. Proses modifikasi KOH ke dalam zeolit menggunakan metode perndaman katalis selama 24 jam untuk memaksimalkan pertukaran ion K^+ seperti yang dilakukan oleh Kusuma, dkk. (2012). Sebelum dilakukan modifikasi, katalis terlebih dahulu diaktifasi menggunakan HCL 6 M untuk mengilangkan logam-logam pengotor yang terdapat dalam zeolit alam. Setelah itu komposit dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur material. Kemudian digunakan sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar (*Ricinus communis*). Selanjutnya biodiesel yang dihasilkan di karakterisasi bilangan asam, densitas, kadar air, serta analisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography–Mass Spectrometry*).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas permasalahan yang dapat dirumuskan yaitu, berapa suhu optimum untuk mengkonversi minyak jarak kepyar menjadi biodiesel menggunakan katalis 3% KOH/zeolit ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mendapatkan suhu optimum untuk mengkonversi minyak jarak *kepyar* menjadi biodisel menggunakan katalis 3% KOH/Zeolit.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Minyak jarak yang digunakan adalah minyak jarak (Castor Oil).
2. Senyawa yang digunakan sebagai katalis modifikasi adalah KOH dan zeolit alam Bandung, Jawa Barat.
3. Variasi suhu yang digunakan yaitu 60 °C, 65 °C dan 70 °C.
4. Waktu reaksi transesterifikasi berjalan 2 jam.
5. Berat katalis yang digunakan adalah 3% dari berat minyak.
6. Modifikasi KOH/zeolit menggunakan metode impregnasi.
7. Karakterisasi hasil impregnasi katalis dilakukan dengan XRD dan XRF
8. Analisis minyak dan hasil transesterifikasi dilakukan dengan GC-MS.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini adalah:

1. Dapat menggunakan sumber daya alam lokal secara maksimal dan meningkatkan nilai guna zeolit alam.
2. Dapat memberikan informasi ilmiah tentang struktur material morfologi, luas area katalisis, dan kondisi optimum KOH/zeolit alam teraktivasi yang dapat menjadi dasar pengembangan pemanfaatannya.

3. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh katalis basa KOH pada zeolit alam teraktivasi dalam reaksi reaksi transesterifikasi FFA minyak jarak (castor oil) untuk pembuatan biodiesel.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jarak Pagar *Kepyar* (*Ricinus communis L.*)

Tanaman jarak *Kepyar* termasuk famili *Euphorbiaceae*, satu famili dengan karet dan ubi kayu. Pohonnya berupa perdu dengan tinggi tanaman antara 1–7 m, bercabang tidak teratur. Batangnya berkayu, silindris, bila terluka mengeluarkan getah. Daunnya berupa daun tunggal, berlekuk, bersudut 3 atau 5, tulang daun menjari dengan 5–7 tulang utama, warna daun hijau (permukaan bagian bawah lebih pucat dibanding bagian atas). Panjang tangkai daun antara 4 – 15 cm. dapat tumbuh pada ketinggian 0 sampai 800 m di atas permukaan laut (Ketaren, 2008).

Tanaman jarak *Kepyar* tumbuh sepanjang tahun dan bahkan dapat hidup hingga puluhan tahun, mempunyai kemampuan untuk merontokkan daunnya pada musim kemarau untuk mengurangi transpirasi sehingga tahan terhadap kekeringan, dan sangat adaptif pada kondisi kering yang berkepanjangan. Kemampuan merontokkan daun pada musim kemarau merupakan bentuk adaptasi jarak pagar terhadap kondisi kekeringan (Kumar dan Sharma, 2008).

Salah satu produk utama dari tanaman jarak pagar adalah minyak biji sebagai sumber energi terbarukan. Untuk itu dalam budidaya tanaman jarak pagar harus diusahakan seefisien mungkin dalam penggunaan air agar kompetitif dibanding tanaman lain yang juga menghasilkan minyak sebagai sumber energi, seperti singkong, kedelai, jagung, dan lain-lain. Sebagai tanaman non-pangan yang menghasilkan minyak, tanaman jarak pagar sebenarnya cukup prospektif bila pengusahaannya dapat dilakukan di lahan marginal dengan input yang

minimal dan menghasilkan produksi biji yang tinggi (Riajaya dan Budi, 2011). Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surah an Naba' ayat 15 bahwa Allah SWT telah menumbuhkan berbagai biji-bijian yang digunakan untuk memenuhi kebutuhan manusia (tafsir Quraish Shihab).

لُخْرِجَ بِهِ حَبًّا وَنَبَاتًا ۝ ١٥

“supaya Kami tumbuhkan dengan air itu biji-bijian dan tumbuh-tumbuhan.”

Tanaman jarak pagar sebagai salah satu penghasil bahan baku energi alternatif mulai mendapat perhatian di Indonesia sejak tahun 2006. Hal ini berkaitan dengan pemenuhan kebutuhan energi di masa depan yang diperkirakan tidak dapat dipenuhi lagi dari energi yang berbasis fosil. Ketergantungan terhadap energi fosil tersebut harus perlahan-lahan dikurangi dan diganti dengan sumber energi lain yang ramah lingkungan dan tidak bersumber dari tanaman pangan untuk mengurangi kompetisi dengan konsumsi untuk pangan. Walaupun jarak pagar dapat tumbuh dimana saja, penyebaran paling luas terdapat di daerah kering di wilayah tropis dengan curah hujan tahunan 300-1.000 mm (Maes, dkk., 2009). Implementasi dari kebijakan pengembangan bahan bakar nabati (BBN) masih menghadapi banyak kendala diantaranya ketersediaan lahan dan keberlanjutan pasokan bahan baku BBN (Ariati, dkk; 2010).

Proses pengolahan minyak nabati dari biji buah jarak meliputi; pengeringan buah jarak untuk mengeluarkan biji dari buah jarak, pengeringan biji jarak hingga diperoleh kadar air biji 6%, pemisahan kulit biji (cangkang) dengan daging biji yang dapat dilakukan secara manual atau menggunakan mesin pemisah biji jarak, proses pemanasan daging biji (steam) pada suhu 170 °C selama 30 menit, penghancuran daging biji, pengepresan minyak dengan menggunakan mesin pengepres, dan penyaringan minyak (Trubus, 2005).

Kandungan asam lemak minyak jarak *kepyar* 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).

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak minyak biji jarak *kepyar*

Asam lemak	Jumlah (%)
Asam risinoleat	89,15
Asam oleat	3,30
Asam linoleat	4,61
Asam stearat	1,10
Asam Lignoreat	0,04

Sumber : Berman, dkk; (2011)

2.2 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang terbuat dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, meliputi minyak tumbuhan dan hewan. Bahan bakar minyak ini dihasilkan melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi. Kuncahyo, dkk; (2013) memprediksi produksi dan konsumsi Bahan Bakar Minyak (BBM) tanpa adanya suplementasi biodiesel, maka diperkirakan produksi crude oil mengalami penurunan dan akan habis pada tahun 2053.

Biodiesel memiliki berbagai kelebihan antara lain merupakan bahan bakar yang stabil, bersifat mengurangi tingkat emisi gas buang, bercampur secara sempurna dengan minyak diesel mineral (solar), bekerja dengan baik pada semua jenis mesin diesel, tidak diperlukan modifikasi mesin (Wijono, 2010). Biodiesel memiliki banyak keunggulan yang lain yaitu; dibanding minyak solar, diantaranya bahan bakar tidak beracun dan dapat dibiodegradasi, memiliki angka setana lebih tinggi dari solar. Solar yang dicampur biodiesel memberikan angka setana 64,

sedangkan solar tanpa campuran biodiesel hanya memberikan angka setana 48 (Susilowati, 2006). Mengurangi emisi CO, sulfur, NOx dan zat berbahaya lain. Widyanti (2002) menjelaskan pencampuran biodiesel pada solar mengurangi bahan penyebab polusi udara (Tabel 2.2).

Tabel 2.2 Penurunan tingkat polusi menggunakan biodiesel

No	Bahan Polusi	Biodiesel Murni	80% Solar, 20% Biodiesel
1.	<i>Total unburned hydrocarbon</i>	Turun hingga 93%	Turun hingga 30%
2.	<i>Carboon monoxydes</i>	Turun hingga 50%	Turun hingga 20%
3.	<i>Particulate matter</i>	Turun hingga 30%	Turun hingga 22%
4.	<i>Sulfates</i>	Turun hingga 100%	Turun hingga 20%

Sumber: Widyanti (2002).

Pemerintah sangat mendukung penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif untuk menanggulangi krisis minyak bumi. Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral menetapkan kewajiban pencampuran bahan bakar nabati (BBN) sebanyak 15% pada solar mulai 1 April 2015. Keputusan ini tertuang dalam Peraturan Menteri ESDM Nomor 12 Tahun 2015. Pembuatan biodiesel di Indonesia harus sesuai dengan karakteistik Standar Nasional Indonesia (SNI) (Tabel 2.3).

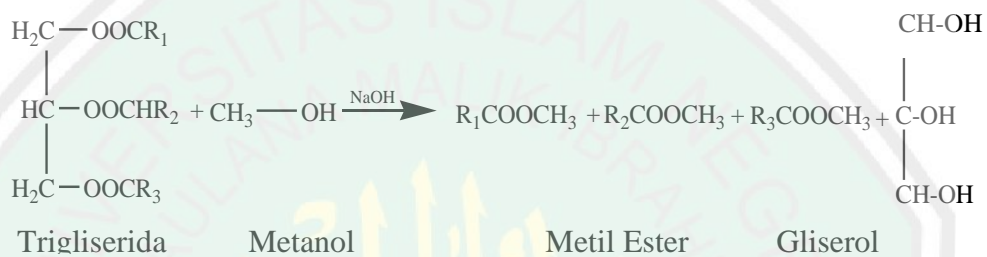
Tabel 2.3 Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI

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

Sumber: SNI-04-7182-2006

Produksi biodiesel dapat melalui dua cara yaitu reaksi transesterifikasi pada trigliserida atau reaksi esterifikasi pada FFA. Reaksi transesterifikasi adalah

suatu proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati ataupun lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol menghasilkan metil ester atau biodiesel dan gliserol sebagai produk samping. Katalis yang biasa digunakan adalah basa kuat seperti natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH). Berikut ini adalah reaksi transesterifikasi pada trigliserida (Corro, dkk., 2013):



Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi pada trigliserida

Reaksi tersebut menunjukkan bahwa trigliserida bereaksi dengan metanol dan katalis basa menghasilkan metil ester dan gliserol. Reaksi ini tidak akan berjalan sempurna apabila minyak mengandung asam lemak bebas (ALB), karena kandungan ALB yang tinggi akan bereaksi dengan katalis basa (reaksi penyabunan), membentuk hasil samping berupa sabun, sehingga dapat menghambat pembentukan biodiesel dan mempersulit proses pemisahan serta pemurnian biodiesel. Dengan demikian, perlu mengetahui terlebih dahulu kandungan ALB yang terdapat dalam minyak nabati. Apabila kandungan ALB relatif tinggi (>0,5%) (Corro, dkk., 2013), maka proses esterifikasi dilakukan mendahului proses transesterifikasi trigliserida. Namun jika kandungan ALB relatif rendah, maka dapat langsung dilakukan proses transesterifikasi trigliserida.

Asam lemak jenuh yang terdapat pada minyak nabati akan menentukan

sifat biodiesel. Perbedaan antara asam lemak jenuh dan tak jenuh terdapat pada ikatan rangkap. Asam lemak tak jenuh mempunyai ikatan rangkap cis pada rantai karbon, sedangkan asam lemak jenuh tidak punya. Ikatan rangkap cis pada rantai karbon menyebabkan senyawa tidak mampu membentuk kerapatan atom-atom, namun ia akan membentuk rantai melingkar. Hal ini akan membuat ikatan Van der Waals melemah, sehingga titik cair dari asam lemak tak jenuh juga rendah. (Ardiyanti, dkk; 2003).

Berikut adalah faktor-faktor yang mempengaruhi kecepatan transesterifikasi:

1. Suhu

Kecepatan reaksi secara kuat dipengaruhi oleh temperatur reaksi. Pada umumnya reaksi ini dapat dijalankan pada suhu mendekati titik didih metanol (60-70 °C) pada tekanan atmosfer. Kecepatan reaksi akan meningkat sejalan dengan kenaikan temperatur. Semakin tinggi temperatur, berarti semakin banyak energi yang dapat digunakan oleh reaktan untuk mencapai energi aktivasi. Ini akan menyebabkan tumbukan terjadi lebih sering diantara molekul-molekul reaktan untuk kemudian melakukan reaksi (Rahayu dan Rarasmedi 2003), sehingga kecepatan reaksi meningkat. Setyawardhani (2003) menggunakan temperatur reaksi 60 °C pada reaksi transesterifikasi untuk menghindari menguapnya metanol yang bertitik didih 65 °C. Darnoko dan Cheryan (2000) juga menggunakan suhu 60 °C untuk reaksi. Arrhenius mengatakan bahwa hubungan antara konstanta kecepatan reaksi dengan temperatur mengikuti persamaan:

$$K = A \exp (-E/RT)$$

Keterangan:

K = Konstanta kecepatan reaksi

R = Konstanta gas

A = Faktor frekuensi

T = Temperatur absolut

E = Energi aktivasi

2. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi, maka semakin banyak produk yang dihasilkan, karena hal ini akan memberikan kesempatan reaktan untuk bertumbukan satu sama lain. Namun jika kesetimbangan telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak akan mempengaruhi reaksi. Sofiyah (1995) mereaksikan minyak biji kapuk dengan etanol selama 60 menit untuk mencapai produk yang optimum. Darnoko dan Cheryan (2000) mendapatkan waktu tinggal yang optimum selama 60 menit untuk reaksi transesterifikasi minyak sawit dalam reaktor alir tangki berpengaduk. Penelitian lain yang juga menggunakan waktu reaksi selama 60 menit diantaranya adalah Azis (2005), dan Prakoso, dkk; (2003).

Kusuma, dkk. (2012) melakukan penelitian transesterifikasi minyak jarak sawit menggunakan katalis heterogen KOH yang diimpregnasikan dalam zeolit alam jenis mordenit. Zeolit alam yang diimpregnasi menggunakan logam KOH menunjukkan kenaikan sifat kebasahan dari katalis zeolit yang digunakan. Penggunaan perbandingan molar rasio minyak dan metanol adalah 1 : 7 selama 120 menit pada temperatur 60 °C dihasilkan produk 95,05 % dan persen katalis sebesar 3%.

3. Katalis

Definisi katalis, pertama kali dikemukakan oleh Ostwald, yaitu suatu substansi yang mengubah laju suatu reaksi kimia tanpa mengubah besarnya energi yang menyertai reaksi tersebut. Beberapa faktor yang menentukan aktivitas katalis antara lain kuat ikatan, sisi aktif, dan koordinasi. Katalis umumnya bekerja dengan membentuk ikatan kimia dengan satu atau lebih reaktan. Pembentukan ikatan kimia antara adsorbat dengan permukaan katalis dan pemutusan ikatan tersebut pada langkah berikutnya merupakan langkah utama dalam katalisis heterogen. Ikatan kimia yang terlalu lemah mengakibatkan absorpsi kimia tidak akan terjadi, sedangkan ikatan terlalu kuat mengakibatkan desorpsi akan sukar terjadi (Siswodiharjo. 2006).

Menurut Siswodiharjo (2006) dalam skripsinya, bahwa proses katalisis berhubungan dengan luas permukaan katalis yang dapat berfungsi sebagai situs adsorpsi. Adsorpsi pada permukaan katalis agar dapat berlangsung harus mempunyai energi aktivasi yang relatif rendah dan mampu membentuk spesies permukaan yang reaktif. Reaksi dilakukan sesuai dengan energi yang dibutuhkan untuk pemutusan ikatan yang dihasilkan dari pembentukan ikatan yang sesuai. Energi yang terlalu besar dalam suatu reaksi akan berpengaruh terhadap pemutusan ikatan yang mengakibatkan pembentukan ikatan yang tidak diharapkan sedangkan energi yang terlalu kecil kurang mendukung proses pemutusan ikatan karena energi yang dibutuhkan tidak memadai.

Pada katalis heterogen, variabel lebih dipusatkan pada sifat-sifat kimia permukaan. Karakter utama untuk menentukan katalis yang akan dipakai dalam suatu reaksi adalah sifat-sifat reaktan, produk yang terlibat dalam reaksi, dan sifat-sifat permukaan katalisator yang mencakup sifat kimia dan fisiknya. Katalis

heterogen yang sering digunakan dalam sebuah reaksi berupa katalis logam-pengemban. Katalis logam-pengemban dapat berupa monometal, bimetal dan sebagainya (Siswodiharjo, 2006).

Katalis yang digunakan dapat berupa katalis homogen maupun heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fase yang sama dengan reaktan dan produk, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan reaktan dan produk. Katalis homogen yang banyak digunakan adalah alkoksida logam seperti KOH dan NaOH dalam alkohol. Selain itu, dapat pula digunakan katalis asam cair, misalnya asam sulfat, asam klorida, dan asam sulfonat (Kirk dan Othmer, 1992).

Penggunaan katalis homogen mempunyai kelemahan, yaitu: bersifat korosif, sulit dipisahkan dari produk, dan katalis tidak dapat digunakan kembali (Nijhuis, dkk; 2002). Saat ini banyak industri menggunakan katalis heterogen yang mempunyai banyak keuntungan dan sifatnya yang ramah lingkungan, yaitu tidak bersifat korosif, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi, serta dapat digunakan berulang kali dalam jangka waktu yang lama (Yadav dan Thathagar, 2002). Selain itu katalis heterogen meningkatkan kemurnian hasil karena reaksi samping dapat dieliminasi (Altiokka dan Citak, 2003). Contoh-contoh dari katalis heterogen adalah zeolit, oksida logam, dan resin *ion exchange*. Noiroj, dkk. (2009), membandingkan penggunaan katalis KOH/Al₂O₃ dan KOH/zeolit NaY didapatkan produk metil ester (biodiesel) berturut-turut 81,96% dan 91,07 % dengan waktu reaksi selama 3 jam. Intarapong, dkk. (2013) dengan katalis KOH/modernit didapatkan produk 96,7 %.

KOH sebelum kalsinasi merupakan kation K⁺ yang berada di permukaan

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

4. Perbandingan Reaktan

Variabel penting lain yang mempengaruhi hasil ester adalah rasio molar antara alkohol dan minyak nabati. Terlalu banyak alkohol yang dipakai menyebabkan biodiesel mempunyai viskositas yang terlalu rendah dibandingkan dengan minyak solar, juga akan menurunkan titik nyala biodiesel, karena pengaruh sifat alkohol yang mudah terbakar. Purwono (2003) menggunakan perbandingan pereaksi sebesar 1:22 (etanol:minyak), Ardiyanti (2003) dan Kusmiyati (1999) menggunakan rasio molar alkohol-minyak 1:6, dan Azis (2005) menggunakan rasio volume 1:4 metanol-minyak.

Produk biodiesel yang dihasilkan dari proses metanolisis biasanya harus dimurnikan dari pengotor-pengotor seperti sisa-sisa metanol, katalis, dan gliserin. Hal ini dapat dilakukan dengan menempatkan biodiesel mentah di dalam wadah berwujud kolom dan kemudian disemprot dengan air perlahan-lahan dari bagian atas. Tetesan-tetesan air akan bergerak ke bawah sambil membersihkan biodiesel dari pengotor-pengotor tersebut. Fasa gliserol-metanol-air dapat dibebaskan dari

sisa-sisa katalis dengan penetralan oleh asam sehingga membentuk garam yang mengendap dan dapat dipisahkan dengan penyaringan. Kemudian air dan metanol dievaporasikan untuk menghasilkan gliserol murni. Terakhir, larutan metanol-air didestilasi untuk mendapatkan metanol murni untuk didaur ulang.

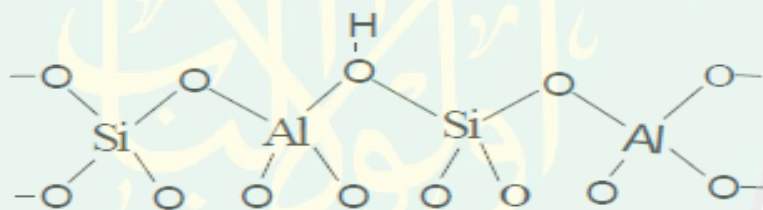
2.3 Zeolit

Zeolit merupakan suatu mineral berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air (Lestari, 2010). Rumus umum zeolit adalah $M_{x/n}[(SiO_2)_y(AlO_2)_x].mH_2O$. Dimana kation M dengan valensi n menetralkan muatan negatif pada kerangka aluminasilikat, sehingga kerangka menjadi bermuatan netral. *Primary Building Unit* (PBU) zeolit yaitu TO_4 , yang merupakan satuan pembangun dasar zeolit (T = Si atau Al) berupa $[AlO_4]^{5-}$ atau $[SiO_4]^{4-}$ tetrahedral yang terikat bersama membentuk jembatan oksigen (Trisunaryanti, 2009).

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Anggapan lain menyatakan proses terjadinya zeolit berawal dari debu-debu gunung berapi yang beterbangan kemudian mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu-debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam

perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen-sedimen yang mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut (Setyawan, 2002).

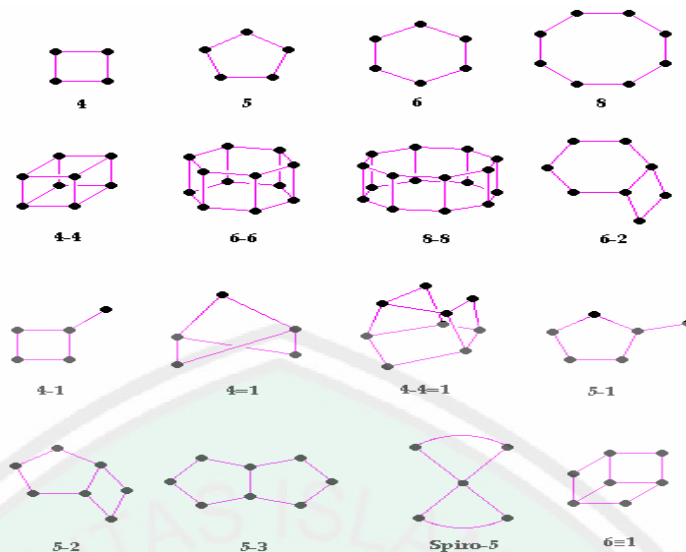
Zeolit adalah kristal aluminasilikat yang mempunyai kerangka tiga dimensi yang tersusun dari tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung melalui atom oksigen (Siswodiharjo, 2006). Kerangka struktur tiga dimensi senyawa alumina silikat terdiri dari dua bagian yakni bagian netral dan bagian bermuatan. Bagian netral dibangun oleh silikon dan oksigen dengan jenis bervariasi antara $[\text{SiO}_4]^{4-}$ sampai SiO_2 dengan perbandingan Si:O dari 1:4 sampai 1:2. Sedangkan bagian bermuatan dibangun oleh ion aluminium yang kecil dan oksigen. Dalam penggabungan satuan tetrahedron satu dengan lainnya terjadi dengan adanya pemakaian bersama satu atom oksigen oleh dua tetrahedral, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Penggabungan satuan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Siswodiharjo, 2006).

Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ bermuatan negatif, sehingga memerlukan ion logam alkali atau alkali tanah yang monovalen atau setengah ion logam divalen, seperti: Na^+ , K^+ , Ca^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , dan lain-lain untuk menetralkan muatan listriknya (Lestari, 2010).

Struktur zeolit berdasar pada *Secondary Building Unit* (SBU) terdiri dari 24 silika dan/atau alumina tetrahedral membentuk struktur seperti bola basket yang disebut sangkar sodalit. Jenis zeolit ditentukan dari pola penggabungan sangkar sodalit (SOD) (Trisunaryanti, 2009).



Gambar 2.3 Satuan pembangun sekunder dalam zeolit (Baerlocher, 2001)

Zeolit alam banyak dimanfaatkan sebagai agen pendehidrasi, penukar ion, penyerap bau, penyerap molekul polutan, pengatur sistem pemupukan tanaman, dan katalis (Trisunaryanti, 2009). Selain itu zeolit alam juga dapat berperan sebagai material pengemban atau *support* dari material aktif / katalis lain. Hal ini disebabkan potensi dari zeolit alam yang melimpah di Indonesia serta memiliki stabilitas yang tinggi. Sebagai material pengemban, zeolit cukup dominan peranannya terhadap luas permukaan spesifik sehingga dapat meningkatkan aktifitas katalisis dari material aktif yang diemban (Radiansono, dkk; 2009).

Aktivasi merupakan proses peningkatan mutu zeolit alam dengan cara mengurai pengotor-pengotor yang menutupi permukaan eksternal dan pori-pori zeolit yang dimaksudkan untuk memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun pertukaran ion (Fatimah, 2000). Adapun proses aktivasi zeolit alam dapat menggunakan dua cara, yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia.

Aktivasi fisika merupakan proses pemanasan zeolit yang dilakukan pada suhu sekitar 300-400 °C, baik secara kontak langsung (dengan udara panas) maupun secara kontak tidak langsung (sistem vakum) (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Perlakuan tersebut bertujuan untuk menguapkan air kristal yang terperangkap di dalam pori-pori zeolit, sehingga luas permukaan internal pori akan meningkat. Sedangkan aktivasi kimia merupakan pereaksi kimia yang dapat dipergunakan untuk proses aktivasi zeolit antara lain: H_2SO_4 , HCl , $NaOH$, HNO_3 (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Prinsip dari aktivasi kimia adalah penambahan pereaksi tertentu sehingga didapatkan pori-pori zeolit yang aktif (Fatimah, 2000). Tujuan aktivasi kimia adalah membersihkan dan memperluas permukaan pori, membuang senyawa pengotor, mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Sugiarti dan Amiruddin, 2008).

Zeolit Alam dipreparasi dengan cara mengimpregnasikan dengan larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda. Adapun prosedurnya yaitu sebagai berikut; KOH sejumlah 100 gram ditambahkan kedalam 100 mL akuades. Setelah itu ditambahkan bubuk zeolit alam 200 mesh kedalam larutan tersebut. Perbandingan berat antara zeolit alam dan KOH adalah 1 : 4 (Kusuma, dkk, 2012).

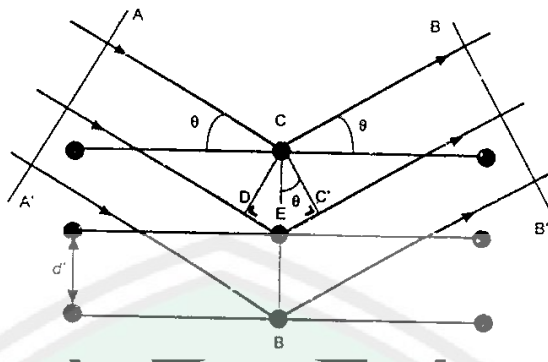
Tabel 2.4 Kandungan unsur-unsur pada zeolit alam Bandung dengan analisis XRF

Unsur	Zeolit Alam (%)	Unsur	Zeolit Alam (%)
Al	8,4	Cu	0,11
Si	56,9	Zn	0,03
K	8,75	Sr	1,0
Ca	10,5	Zr	0,5
Ti	0,90	Ba	0,1
V	0,04	Eu	0,2
Mn	0,41	Re	0,2
Fe	12,0		

2.4 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000). Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fase produk dan menghitung tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fase padatan sintesis diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001; Cheng, dkk; 2005).

Prinsip kerja dari XRD adalah suatu kristal yang dikenai oleh sinar-X tersebut berupa material (sampel), sehingga intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan (interferensi destruktif) dan ada juga yang saling menguatkan (interferensi konstruktif). Interferensi konstruktif ini merupakan peristiwa difraksi seperti pada Gambar 2.5 (Grant dan Suryanayana, 1998).



Gambar 2.4 Difraksi sinar-X (Grant dan Suryanayana, 1998)

Berdasarkan Gambar 2.4 dapat dituliskan suatu persamaan yang disebut dengan hukum Bragg. Persamaan tersebut adalah (Taqiyah, 2012) :

beda lintasan (δ) = $n \lambda$

$$\delta = DE + EC'$$

$$\delta = 2EC'$$

$$\delta = 2EC \sin\theta, \quad EC = d$$

$$\delta = 2 d \sin\theta$$

sehingga beda lintasannya:

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

dengan λ merupakan panjang gelombang, d adalah jarak antar bidang, n adalah bilangan bulat (1,2,3, ...) yang menyatakan orde berkas yang dihambur, dan θ adalah sudut difraksi.

Suatu material jika dikenai sinar-X maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang, hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling

menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya yang sama. Berkas sinar-X yang menguatkan (interferensi konstruktif) dari gelombang yang terhambur merupakan peristiwa difraksi. Sinar-X yang mengenai bidang kristal akan terhambur ke segala arah, agar terjadi interferensi konstruktif antara sinar yang terhambur dan beda jarak lintasnya maka harus memenuhi pola $n\lambda$ (Taqiyah, 2012).

2.5 Karakterisasi dengan GC-MS

GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) merupakan gabungan dari kromatografi gas dan spektrofotometer massa. Kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen senyawa dalam sampel. Sedangkan spektrofotometer massa berfungsi sebagai detektor untuk menganalisis komponen-komponen yang berhasil dipisahkan pada kromatografi gas. Kromatografi gas menggunakan fase gerak berupa gas yang inert, sedangkan fase diamnya berupa zat padat atau zat cair. Pemisahan pada kromatografi gas didasarkan pada titik didih suatu senyawa dan interaksi yang terjadi antara senyawa dengan fase diam (Rohman dan Gandjar, 2007). Senyawa yang lebih terdistribusi pada fase gerak keluar terlebih dahulu dari kolom.

Komponen yang telah dipisahkan oleh kromatografi gas selanjutnya masuk ke dalam instrument spektrofotometer massa. Komponen 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. Spektra 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).

Ola, dkk. (2013) melaporkan bahwa hasil analisis GC-MS metil ester dari hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar (*Riccinus Communis*) seperti ditunjukkan pada Tabel 2.5

Tabel 2.5 Metil ester hasil analisis GC-MS

Tg (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).

2.6 Impregnasi KOH pada Zeolit

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

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni-Desember 2017 di Laboratorium Instrumentasi, Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Kimia Organik Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: corong pisah, penyaring vakum, *erlenmeyer*, *hot plate*, *magnetic stirrer*, *stirrer*, *beaker glass*, labu leher tiga yang berukuran 500 mL dilengkapi dengan *reflux condensor* serta pengontrol temperatur pada *water bath*, ayakan 200 mesh, corong gelas, corong pisah, cawan, pipet tetes, pipet volume, *stopwatch*, pH meter, neraca analitik, oven pengering, seperangkat difraksi sinar-X (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *Kromatografi Gas-Spektrometri Massa* (GC-MS).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: zeolit alam Bandung, Jawa Barat, minyak jarak kepyar pasaran, metanol, aquades, kalium hidroksida (KOH), $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, aluminium foil dan kertas saring,

indikator felolftalein, asam oksalat, natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), aluminium foil dan kertas saring.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Preparasi, aktivasi, dan modifikasi katalis.
- 2) Uji katalis zeolit termodifikasi dengan XRF dan XRD.
- 3) Uji aktivitas katalis KOH/zeolit alam termodifikasi pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar.
- 4) Karakterisasi minyak jarak (*castor oil*) sebelum reaksi transesterifikasi dan metil ester setelah reaksi transesterifikasi.
 - a. Uji Densitas
 - b. Uji Kadar Air
 - c. Analisis Angka Asam
- 5) Karakterisasi GC-MS (*Gas Chromatography–Mass Spectrometry*) metil ester hasil reaksi transesterifikasi.
- 6) Analisis persen (%) Yield

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit (Kusuma dkk., 2011; Ernawati, 2003)

Ditumbuk dan diayak zeolit untuk mendapatkan ukuran 200 mesh. Ditimbang sebanyak 100 gram, direndam dalam 500 mL aquades *distirrer* selama 24 jam. Setelah itu disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam. Kemudian 100 gram zeolit direndam dalam 200 mL larutan HCl 6 M

(Ernawati, 2003). Campuran direndam selama 4 jam kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral. Kemudian endapan yang terbentuk dikeringkan dalam oven yang bersuhu 110°C selama 24 jam untuk menghilangkan air dan dikalsinasi selama 4 jam pada temperatur 450°C (Ernawati, 2003).

3.4.2 Modifikasi Zeolit Alam Dengan Metode Impregnasi Basah (Kusuma dkk., 2011; Intarapong, dkk., 2013)

Ditimbang 20 gram KOH dan dilarutkan ke dalam 100 mL aquades. Ditimbang 100 gram zeolit, dicampur dengan larutan KOH setelah itu campuran direndam pada suhu 60°C selama 24 jam. Kemudian dikeringkan dalam oven yang bersuhu 110°C selama 24 jam. Selanjutnya zeolit dikalsinasi pada suhu 450°C selama 4 jam. (Kusuma, 2011)

3.4.3 Karakterisasi Katalis dengan XRF

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

3.4.4 Karakterisasi Katalis Menggunakan XRD

Difraksi sinar-X (*X-Ray Diffractometer*) adalah instrument yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur material kristalit maupun non-kristalit, dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Analisis XRD

menggunakan radiasi monokromator Cu K_{α} ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5-60^{\circ}$, step 0.020° , dan waktu step 1 detik.

3.4.5 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi minyak jarak *kepyar* menjadi biodiesel dilakukan dalam labu leher tiga (500 mL) dilengkapi dengan kondensor *refluks*, termometer, serta motor pengaduk. Reaktor diletakkan pada sebuah penangas air yang dilengkapi dengan pengatur suhu. Minyak jarak dimasukkan ke dalam reaktor kemudian diikuti dengan penambahan metanol pada perbandingan rasio molar metanol : minyak jarak adalah 12 : 1. Minyak jarak kepyar sebanyak 100 gram minyak jarak dicampurkan dengan metanol sebanyak 41,472 gram metanol dengan katalis 3 % b/b. Proses transesterifikasi dijalankan selama 2 jam. Penelitian ini menggunakan variasi katalis 60, 65 dan 70 °C. Pada akhir reaksi katalis dipisahkan menggunakan *filtrate vakum*. Setelah itu campuran hasil reaksi dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam agar metil ester (biodiesel) dan gliserol terpisah sempurna. Lapisan gliserol kemudian dipisahkan dari lapisan metil ester secara gravitasi. Metil ester yang telah terpisah kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C untuk menghilangkan sisa metanol.

3.4.6 Karakterisasi Metil Ester dan Minyak Jarak Kepyar

3.4.6.1 Analisis Asam Lemak Bebas Minyak Jarak Kepyar

3.4.6.1.1 Pembakuan NaOH

Analisis konsentrasi NaOH dilakukan dengan pembakuan NaOH. Pembakuan dilakukan dengan titrasi asam basa. 10 mL asam oksalat 0,1 M

dipipet dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL, selanjutnya ditambah dengan 1 mL indikator *phenolphthalein*. Kemudian dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,1 M. Konsentrasi NaOH dapat diukur dengan persamaan :

$$M_{\text{asam oksalat}} \times V_{\text{asam oksalat}} = M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{titrasi}} \dots \dots \dots 3.1$$

3.4.6.1.2 Analisis Kandungan Asam Lemak Bebas Awal dan Akhir (AOAC 940.28)

Sampel minyak jarak ditimbang 3,525 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan 25 mL etanol 95 % dan 1 mL indikator *phenolphthalein*. Selanjutnya dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,1 M. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda bening. Untuk menghitung % ALB dapat digunakan persamaan berikut :

$$\% \text{ALB} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times Mr_{\text{NaOH}}}{\text{Gram Sampel} \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots 3.2$$

3.4.6.2 Analisis Hasil Reaksi Transterifikasi Minyak Jarak Kepyar menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS).

Analisis kandungan metil ester dalam biodisel hasil reaksi transesterifikasi menggunakan kromatografi gas dengan detektor FID dilakukan pada suhu terprogram dari 80-230 °C. Kolom yang digunakan adalah kolom kapiler dan sebagai standar internal digunakan metil-heptadekanoat. Sampel yang dianalisis merupakan hasil terbaik dari reaksi transesterifikasi. Gas pembawa yang digunakan berupa gas helium dengan laju alir sebesar 40 cm/s. Suhu oven diprogram pada suhu 190 °C, ditahan selama 2 menit, kemudian dinaikkan hingga 230 °C dengan kecepatan 10 °C per menit. Waktu separasi diprogram 8 menit.

Sampel dengan volume 0,6 μL diinjeksikan ke dalam tempat injeksi. Ditunggu hingga waktu separasi berakhir. Hasil analisis berupa spektrum massa dibandingkan dengan *library software GCMS postrum analysis*.

3.4.6.3 Uji Densitas

Piknometer dibilas dengan aquades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditimbang piknometer (W_1). Piknometer diisi dengan sampel minyak, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2) (Aziz, dkk, 2012). Perlakuan ini juga dilakukan untuk metil ester yang dihasilkan.

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots 3.5$$

Keterangan:

ρ : densitas (g/mL)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

W_1 : massa piknometer (g)

3.4.6.4 Uji Kadar Air

Cawan porselen kosong di oven selama 15 menit, lalu didinginkan di dalam desikator. Minyak ditimbang sebanyak 5 gram (W_1) dan dimasukkan ke dalam cawan porselen. Cawan porselen dan minyak ditimbang (W_2) dan dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 $^{\circ}\text{C}$. Selanjutnya cawan porselen berisi sampel minyak dimasukkan dalam desikator dan ditimbang (W_3) hingga konstan (Aziz dkk, 2012). Perlakuan ini juga dilakukan untuk metil ester yang dihasilkan.

$$\% \text{ kadar air} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100 \dots\dots\dots 3.6$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

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

W_3 : berat cawan + sampel minyak setelah dipanaskan (g).

3.4.6.6 Analisa %Yield Biodiesel

Biodiesel atau metil ester yang diperoleh dimasukkan ke dalam gelas beker yang terlebih dahulu sudah ditimbang. Kemudian ditimbang gelas beker dan biodiesel. Massa gelas beker dan biodiesel dikurangi massa gelas beker merupakan massa biodiesel. Yield atau rendemen dihitung dengan persamaan:

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat biodiesel (gram)} \times \% \text{ Asam lemak metil ester}}{\text{berat minyak jarak (gram)}} \times 100$$

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Preparasi, Aktivasi dan Modifikasi Zeolit

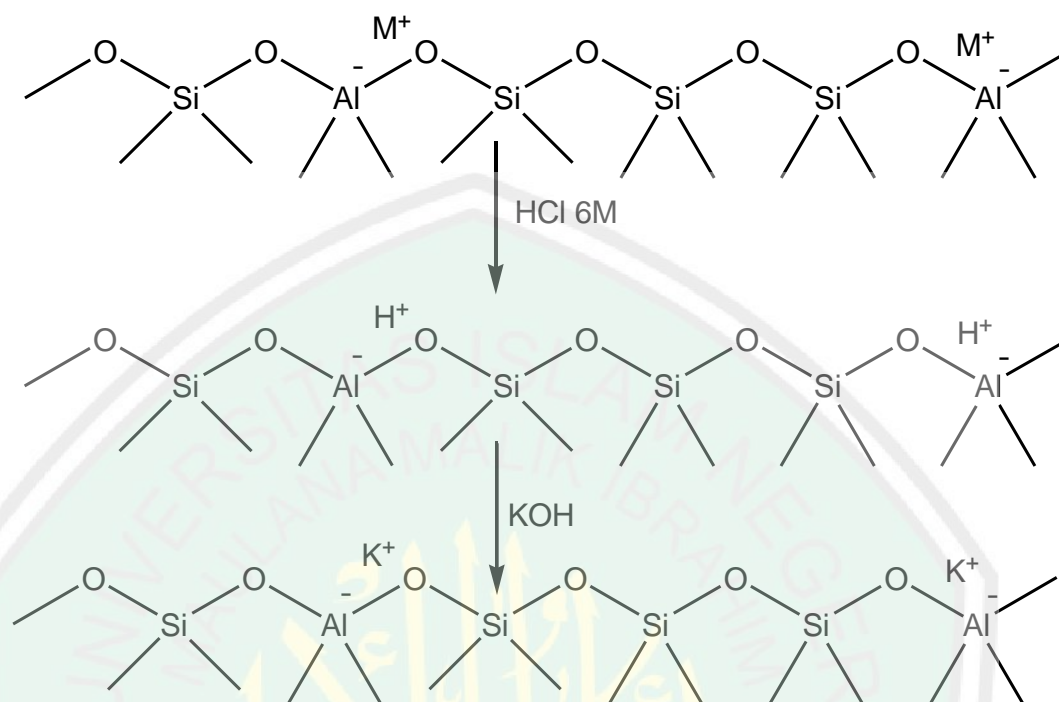
Preparasi digunakan untuk meningkatkan luas permukaan zeolit dilakukan dengan penghalusan dan pengayakan 200–300 mesh. Sedangkan untuk menghilangkan kandungan pengotor pada zeolit dilakukan aktivasi kimia menggunakan HCl 6 M. Selanjutnya untuk meningkatkan fungsinya sebagai katalis basa pada reaksi transesterifikasi, maka zeolit dimodifikasi dengan penambahan KOH.

Tabel 4.1: Kandungan unsur-unsur pada zeolit alam Bandung dan zeolit modifikasi dengan analisis XRF

Unsur	Zeolit Alam (%)	Zeolit Modifikasi (%)
Al	8,4	-
Si	56,9	37,2
K	8,75	45,0
Ca	10,5	8,57
Ti	0,90	0,95
V	0,04	0,04
Mn	0,41	0,21
Fe	12,0	6,96
Cu	0,11	0,096
Zn	0,03	-
Sr	1,0	0,64
Zr	0,5	-
Ba	0,1	0,2
Eu	0,2	0,1
Re	0,2	-

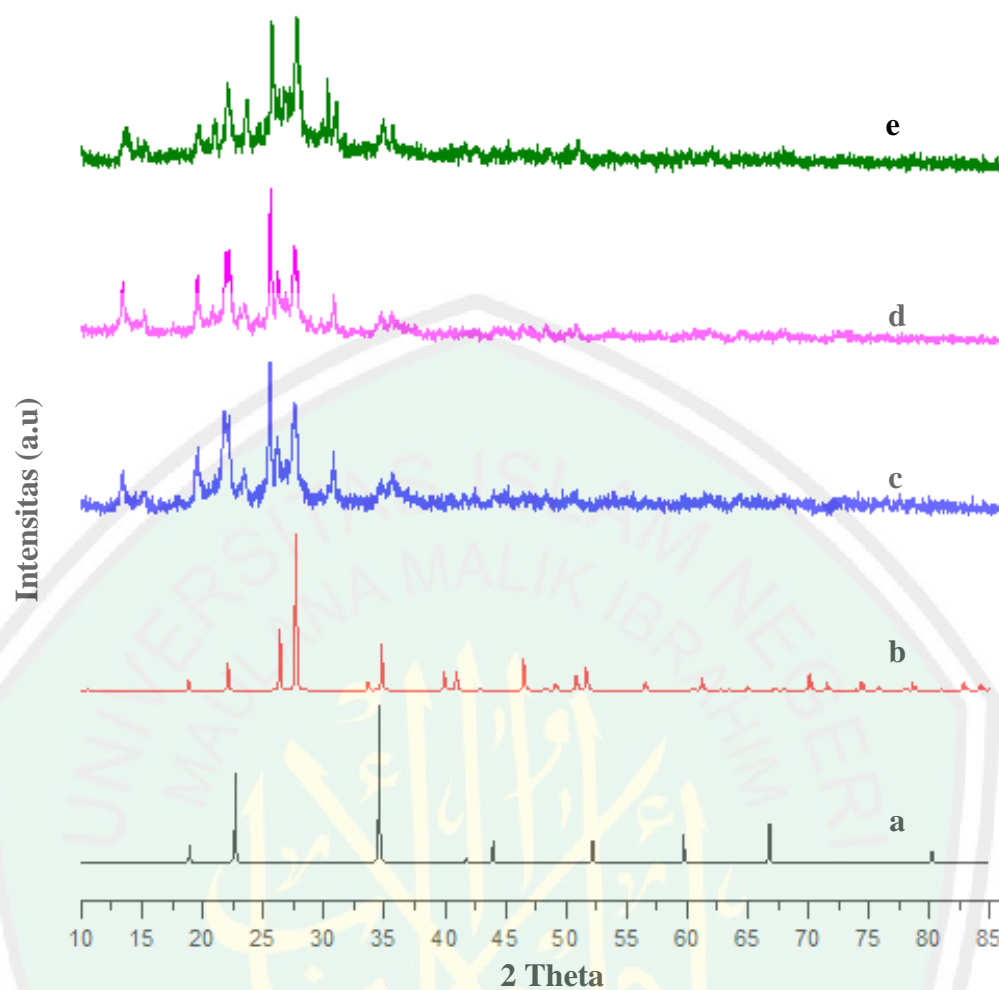
Pada Tabel 4.1 diketahui bahwa kadar logam-logam pengotor seperti Fe, Ca, Mn dan lainnya berkurang setelah diaktivasi dan penambahan KOH. Selain itu, terjadi penambahan logam K setelah dilakukan modifikasi dengan perendaman

menggunakan larutan KOH. Proses aktivasi dan modifikasi akan menyebabkan pertukaran ion alkali ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Proses pertukaran ion dan penempelan gugus aktif

Pada Gambar 4.1 menunjukkan terjadi pergantian logam-logam pengotor (M⁺) oleh ion H⁺ dari HCl pada saat dilakukan aktivasi. Kemudian ion H⁺ digantikan oleh ion K⁺ dari KOH pada saat proses modifikasi. Pada proses pemanasan suhu 450 °C sisa-sisa zat organik dan sisa air akan menguap. KOH sebelum kalsinasi merupakan kation K⁺ yang berada di permukaan zeolit. Kation K⁺ mempunyai kemampuan mendesak kation-kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit terutama kation H⁺ dan Na⁺. Kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan sebagai berikut: K⁺ > NH₄⁺ > Na⁺ > H⁺ > Li⁺ (Kin, dkk., 2012).



Gambar 4.2 a) Difraktogram XRD standar K_2O , b) Difraktogram XRD standar KOH, c) Difraktogram XRD standar zeolit modernit, d) Difraktogram XRD zeolit alam Bandung dan e) Difraktogram zeolit penambahan KOH

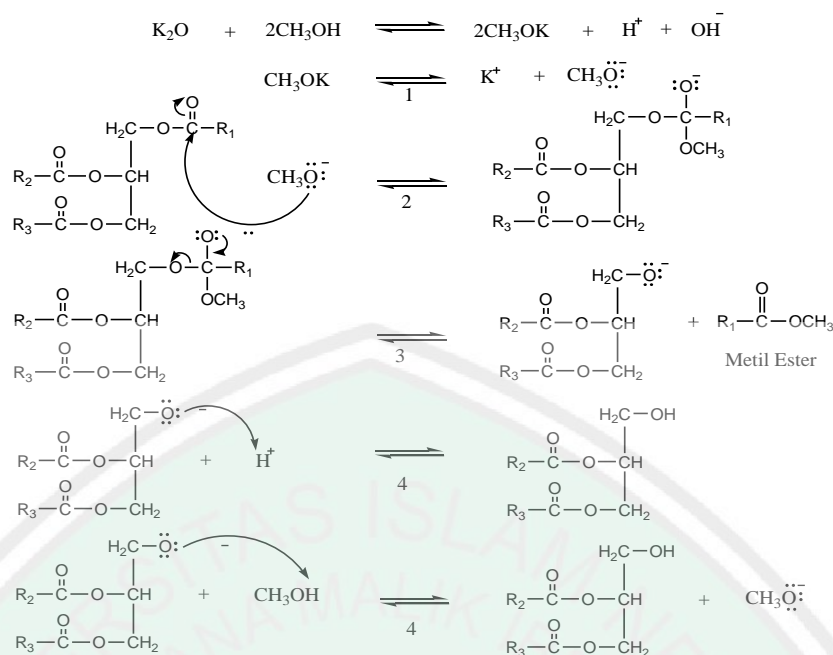
Pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa zeolit alam Bandung merupakan jenis zeolit modernit dan tidak adanya jenis zeolit lain. Selain itu, setelah dimodifikasi tidak terjadi penambahan puncak K dan tidak terjadi perubahan struktur dari zeolit. Walaupun pada difraktogram XRD tidak terjadi pembentukan puncak K akan tetapi logam K dimungkinkan telah menempel pada zeolit sesuai dengan hasil XRF pada Tabel 4.1.

4.2 Uji Aktivitas Komposit K_2O /zeolit pada Reaksi Transesterifikasi

Komposit material yang telah komposit K_2O /zeolit diujikan pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Pada penelitian ini digunakan perbandingan rasio molar minyak dan metanol sebesar 1 : 12. Digunakan metanol berlebih untuk bisa menggeser reaksi transesterifikasi ke arah produk sehingga menghasilkan biodiesel dengan lebih optimum dan juga sebagai pelarut Ramezani, dkk., (2010).

Biodiesel yang dihasilkan masih bercampur dengan reaktan yang tidak ikut bereaksi yaitu gliserol, metanol dan minyak. Biodiesel dipisahkan menggunakan corong pisah, didalam corong pisah terbentuk 2 lapisan, lapisan atas (biodiesel), lapisan tengah (gliserol). Lapisan atas (biodiesel) masih dimungkinkan bercampur dengan metanol dan sisa produk samping sehingga dimurnikan dengan aquades. 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) dan metanol akan larut ke dalam aquades sedangkan fasa non polar (biodiesel dan minyak) tidak ikut larut. Proses pemurnian dengan aquades dilakukan berulang untuk lebih memaksimalkan pemisahan biodiesel dan gliserol.

Reaksi transesterifikasi dengan komposit K_2O /zeolit dapat diilustrasikan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen K_2O /zeolit

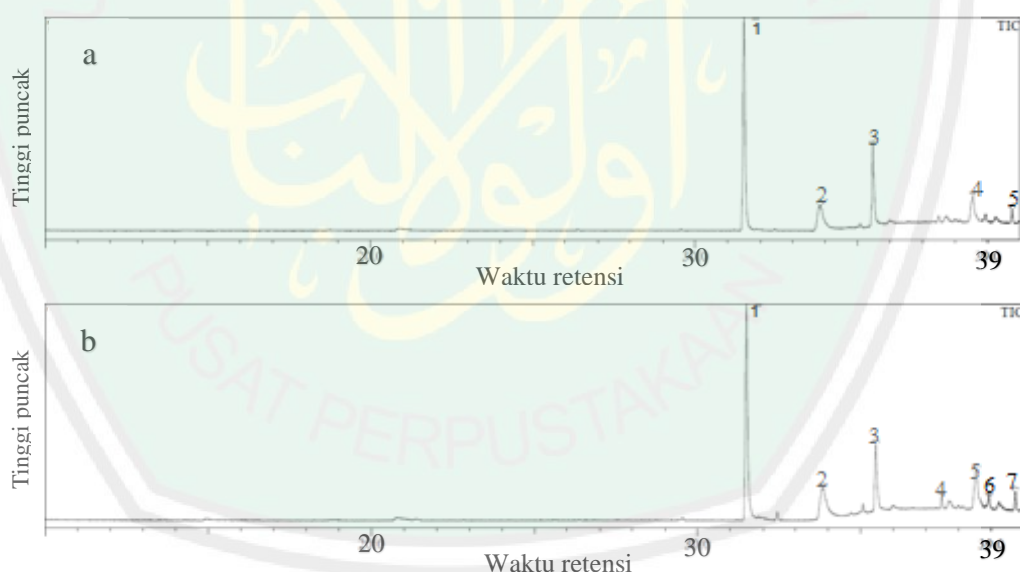
Sisi aktif dari katalis basa heterogen (K_2O) bereaksi dengan metanol untuk membentuk ion metoksida yang bersifat nukleofil kuat (Kusuma, dkk., 2013). Gugus karbonil pada trigliserida akan diserang oleh ion metoksida. Penyerangan ion metoksida menyebabkan ikatan π pada $\text{C}=\text{O}$ menjadi putus dan akan menyebabkan adanya pasangan elektron bebas pada atom O, sehingga atom O akan bermuatan negatif dan terbentuk zat antara tetrahedral. Kurang sestabilnya zat antara tetrahedral menyebabkan terjadinya penataan ulang. Ikatan π terbentuk kembali antara atom C dan atom O yang akan menghasilkan 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, sehingga terbentuk molekul digliserida. Pembentukan ion metoksida selanjutnya dapat terjadi dari atom O yang bermuatan (-) terikat pada digliserida akan menyerang H pada metanol.

Mekanisme transesterifikasi berlanjut sampai dihasilkan tiga molekul metil ester dan terbentuk 1 molekul gliserol. Persentase metil ester dari hasil analisis GC-MS dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Persentasi metil ester dari hasil analisis GC-MS

Katalis	Kondisi reaksi	Temperatur (°C)	Rasio Molar (minyak : metanol)	Persen Metil Ester (%)
K ₂ O/zeolite	Refluk; 2 jam	60	1 : 12	28,76 %
K ₂ O/zeolite	Refluk; 2 jam	65	1 : 12	17,35%
K ₂ O/zeolit	Refluk; 2 jam	70	1 : 12	-

Berdasarkan kromatogram GC dan spektra massa yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dapat diramalkan senyawa metil ester yang dihasilkan. Senyawa metil ester diperkirakan dari pola fragmentasinya.

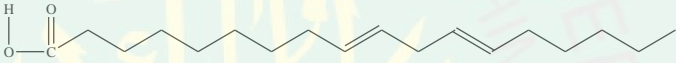
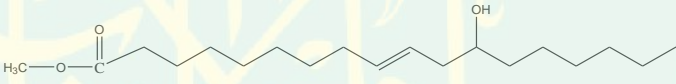
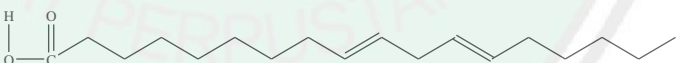
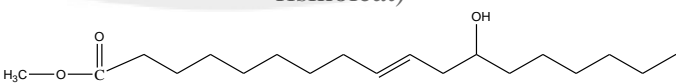


Gambar 4.4 : (a) reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 60 °C (K₂O/zeolit) dan (b) reaksi transesterifikasi 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 65 °C (K₂O/zeolit)

Fragmentasi senyawa yang diperoleh dibandingkan dengan data SDBS (*Spectral Database for Organic Compounds*) untuk memperkirakan

struktur senyawa. Berdasarkan kromatogram GC biodiesel hasil reaksi transesterifikasi dari minyak jarak kepyar (*Ricinus Communis*) Gambar 4.4 (a) menunjukkan terbentuknya 5 puncak pada kromatogram yang artinya terdapat 5 senyawa penyusun dalam sampel. Sedangkan pada Gambar 4.4 (b) menunjukan terbentuknya 7 puncak kromatogram yang menunjukkan terdapat 7 senyawa dalam sampel. Berikut ini adalah analisis komposisi metil ester yang terbentuk dan sisa asam lemak bebas:

Tabel 4.3 Komposisi senyawa hasil reaksi transesterifikasi suhu 60 °C

No	Waktu retensi (menit)	Metil ester reaksi transesterifikasi	(%) Area relatif
1.	31,498	 Asam linoleat 280 g/mol	57,60
3.	35,463	 Metil 12-Hidroksi, 9 Oktadekadienoat (metil risinoleat) 312 g/mol	20,03
No	Waktu retensi (menit)	Metil ester reaksi transesterifikasi	% Area relatif
1.	31,498	 Asam linoleat 280 g/mol	53,99
3.	35,458	 Metil 12-Hidroksi, 9 Oktadekadienoat (metil risinoleat) 312 g/mol	15,62

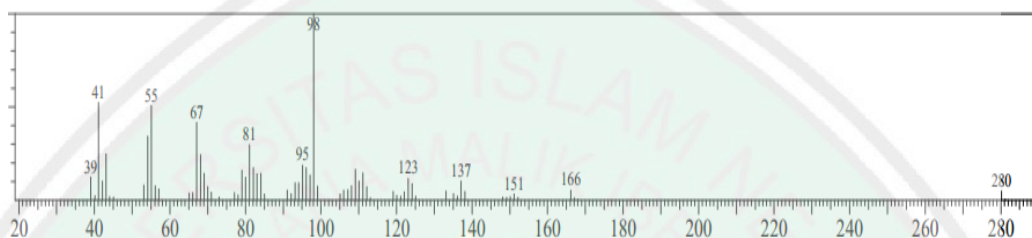
Nilai % area dihasilkan dari luas puncak dibagi dengan luas puncak total. Lima puncak yang muncul pada kromatogram reaksi transesterifikasi (a) tidak

semua senyawa adalah metil ester hal ini telah dibuktikan dengan analisis spektra yang dihasilkan. Senyawa yang muncul pada reaksi transesterifikasi (a) diantaranya; metil ester, asam lemak bebas yang belum bereaksi dengan alkohol dan senyawa-senyawa pengotor lain yang terbentuk pada saat reaksi. Sedangkan pada kromatogram reaksi transesterifikasi senyawa (b) menunjukkan terbentuknya 7 puncak. Berdasarkan analisis yang dilakukan pada spektra menunjukkan bahwa senyawa-senyawa yang muncul pada reaksi transesterifikasi (b) tidak semua berbentuk metil ester. Senyawa yang terbentuk diantaranya metil ester, asam lemak bebas yang belum bereaksi dengan alkohol dan senyawa-senyawa lain yang terbentuk secara tidak sengaja pada saat reaksi.

Puncak GC yang muncul setelah metil risenoleat dipastikan bukan metil ester pada reaksi transesterifikasi asam lemak bebas dari minyak jarak, hal ini dikarenakan metil risinoleat merupakan senyawa metil yang memiliki titik didih paling tinggi. Hasil transesterifikasi ini didukung dengan uji fisik diantaranya; uji kadar air, uji densitas, dan uji angka asam (asam lemak bebas). Nilai kadar air menunjukkan dalam biodiesel tersebut masih terdapat molekul H_2O , molekul H_2O mampu membentuk ikatan hidrogen antar molekulnya yang menaikkan titik didih senyawa yang dianalisis. Nilai angka asam menunjukkan bahwa masih adanya asam lemak bebas pada biodiesel, asam lemak bebas memiliki gugus $-OH$ menyebabkan titik didih senyawa menjadi tinggi karena dapat terjadi ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen terjadi apabila atom hidrogen terikat oleh atom yang memiliki keelektronegatifan tinggi (N, O dan F). Adanya gliserol juga mempengaruhi hasil kromatogra GC, karena hal ini juga akan meningkatkan titik didihnya. Selain itu senyawa-senyawa yang muncul puncak setelah metil

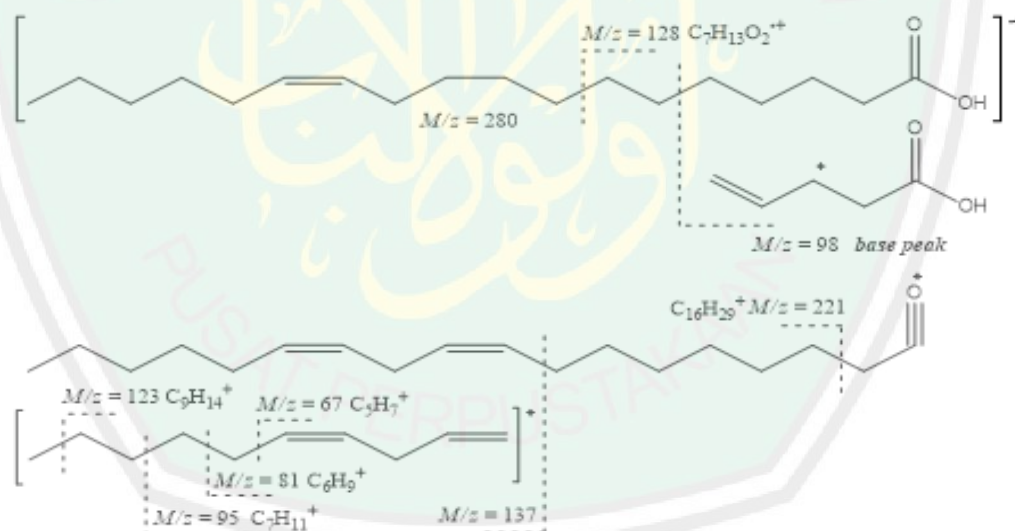
resinoleat merupakan senyawa-senyawa yang memiliki titik didih tinggi karena terjadi reaksi antara silika yang ada pada zeolit dan atom O yang ada pada alkohol ataupun asam lemak bebas.

Puncak pertama dari reaksi transesterifikasi pada suhu 60 °C memiliki kelimpahan sebesar 57,60 %. Berdasarkan penelusuran library (standar internal) spektra puncak pertama merupakan asam linoleat.



Gambar 4.5 Spektra target reaksi transesterifikasi puncak pertama

Dengan dugaan pola fragmentasi sebagai berikut :

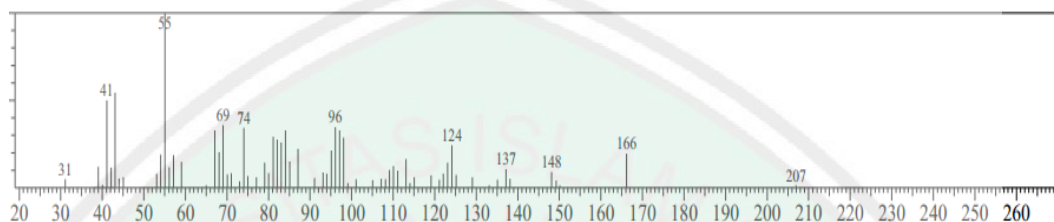


Gambar 4.6 Dugaan fragmentasi senyawa biodiesel transesterifikasi puncak pertama

Hasil pola fragmentasi yang diperoleh puncak pertama (Gambar 4.6) adalah m/z 280, 137, 123, 98, 67, 95. Senyawa yang dihasilkan diduga asam linoleat. Puncak ion molekuler m/z 280 berasal dari $C_{18}H_{32}O_2^+$. Puncak dasar ion

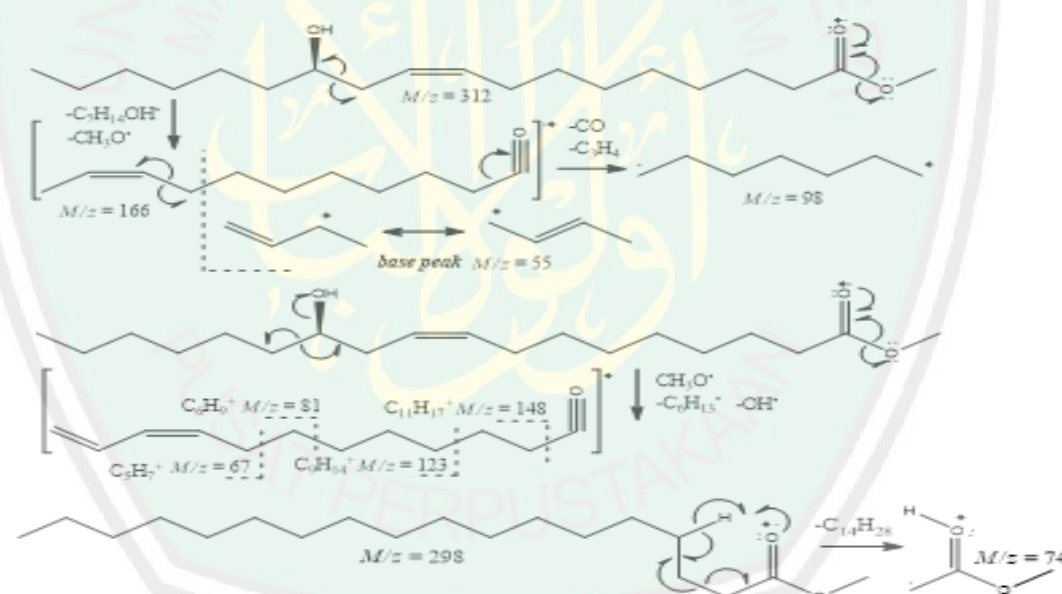
molekul (*base peak*) m/z 98 berasal dari mekanisme pemutusan yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.

Puncak ketiga dari reaksi transesterifikasi pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki kelimpahan sebesar 22,69 %. Berdasarkan penelusuran library (standar internal) spektra puncak ketiga merupakan metil resinoleat.



Gambar 4.7 Spektra target reaksi transesterifikasi puncak ketiga

Hal ini sesuai spektra GC-MS dan pola fragmentasi sebagai berikut :

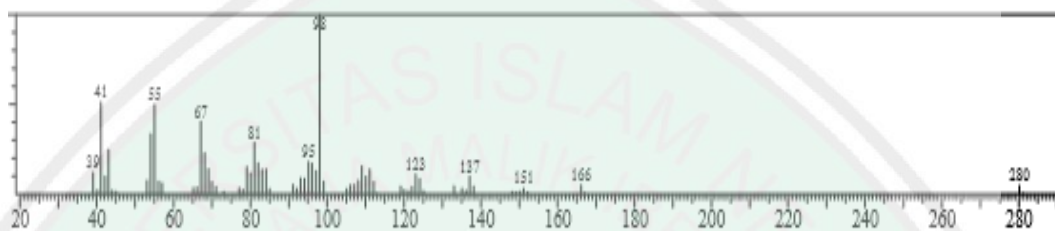


Gambar 4.8 Dugaan fragmentasi biodiesel transesterifikasi puncak ketiga

Berdasarkan hasil MS (*Massa Spectrometry*) puncak tersebut memiliki pola fragmentasi pada m/z : 43, 55, 74, 98, 123, 148 dan 166 dengan m/z 55 sebagai puncak dasar (puncak dengan intensitas tertinggi) (Gambar 4.8). Pola frangmentasi tersebut sesuai dengan standart metil risinoleat (Massbank. No.

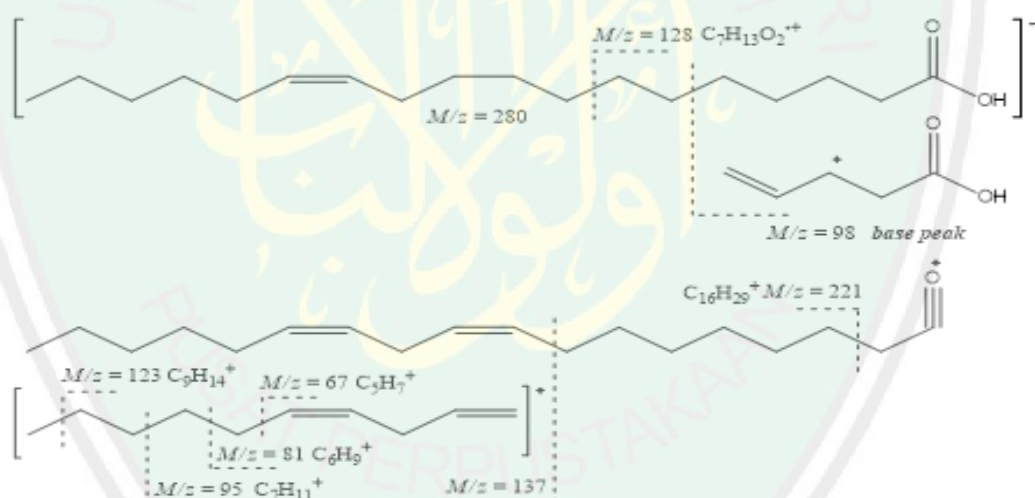
Jp010882). Berdasarkan *MAINLIB Library* diketahui bahwa probabilitas tertinggi senyawa tersebut adalah metil risinoleat ditunjukkan pada Gambar 4.7.

Puncak pertama dari reaksi transesterifikasi pada suhu 65 °C memiliki kelimpahan sebesar 53,99 %. Berdasarkan penelusuran library (standar internal) spektra puncak pertama merupakan asam linoleat.



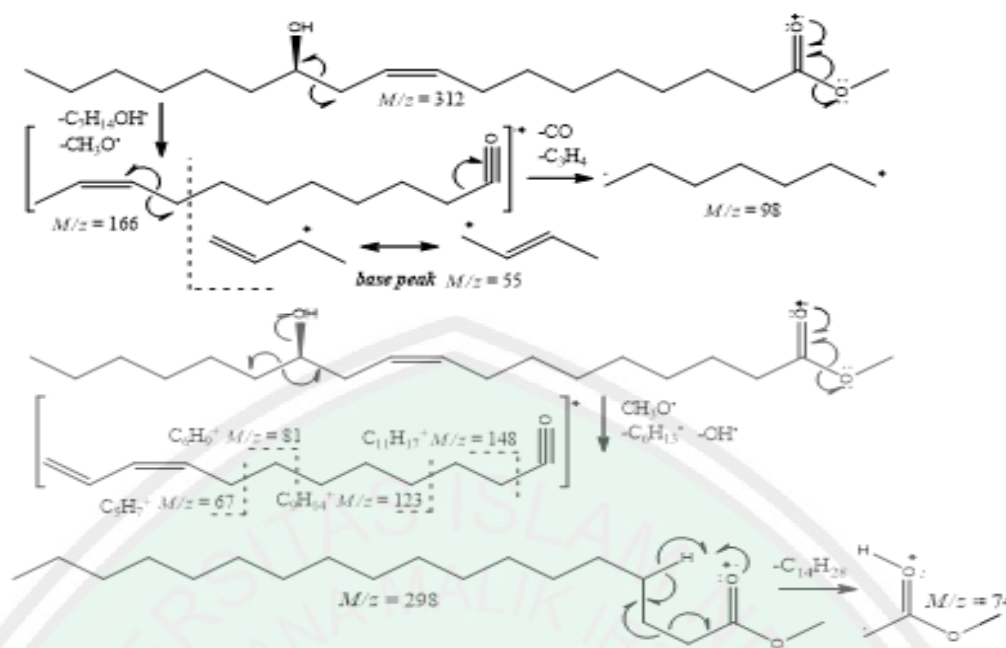
Gambar 4.9 Spektra target reaksi transesterifikasi puncak pertama

Hal ini sesuai spektra GC-MS dan pola fragmentasi sebagai berikut :



Gambar 4.10 Dugaan fragmentasi senyawa biodiesel transesterifikasi puncak pertama

Puncak ketiga dari reaksi transesterifikasi pada suhu 60 °C memiliki kelimpahan sebesar 15,62 %. Berdasarkan penelusuran library (standar internal) spektra puncak ketiga merupakan metil resinoleat. Hal ini sesuai spektra GC-MS dan pola fragmentasi sebagai berikut :



Gambar 4.11 Dugaan fragmentasi biodiesel transesterifikasi puncak ketiga

Berdasarkan hasil MS (*Massa Spectrometry*) puncak tersebut memiliki pola fragmentasi pada m/z : 43, 55, 74, 98, 123, 148 dan 166 dengan m/z 55 sebagai puncak dasar (puncak dengan intensitas tertinggi) (Gambar 4.10). Pola fragmentasi tersebut sesuai dengan standart metil risinoleat (Massbank. No. Jp010882). Berdasarkan *MAINLIB Library* diketahui bahwa probabilitas tertinggi senyawa tersebut adalah metil risinoleat ditunjukkan pada Gambar 4.11.

4.3 Karakterisasi Minyak Jarak (*castor oil*) Sebelum Reaksi Transesterifikasi dan Metil Ester Setelah Reaksi Transesterifikasi

4.3.1 Uji Densitas

Densitas adalah salah satu parameter kualitas dari biodiesel. Biodiesel yang dihasilkan seharusnya harus sesuai dengan standar SNI (max 850-890 kg/m^3). Nilai massa jenis yang tinggi akan mengganggu dalam proses pembakaran. Nilai massa jenis yang diperoleh dapat dilihat pad Tabel 4.4

Tabel 4.4 Densitas metil ester dan minyak jarak

Sampel	Temperatur (°C)	Massa jenis (Kg/m ³)
Minyak jarak	-	940
Metil ester 1	60	843
Metil ester 2	65	915
Metil ester 3	70	921

Keterangan : Metil ester 1 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 60 °C
 Metil ester 2 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 65 °C
 Metil ester 3 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 70 °C

Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai massa jenis reaksi transesterifikasi pada suhu 60 °C memiliki nilai yang masih berkisar dengan SNI, sedangkan pada suhu 65 °C dan 70 °C nilai massa jenis yang dihasilkan masih tinggi. Nilai massa jenis yang tinggi merupakan salah satu ciri yang dimiliki oleh minyak jarak kepyar. Nilai massa jenis yang diperoleh juga memiliki nilai yang sama pada penelitian-penelitian sebelumnya yaitu sebesar 920 Kg/m³ sampai 940 Kg/m³. Nilai densitas yang tinggi dikarenakan komposisi tertinggi asam lemak bebas adalah asam risinoleat yang memiliki gugus –OH (Conceicao, dkk; 2007).

4.3.2 Uji Kadar Air

Kadar air adalah salah satu tolak ukur dari kualitas biodiesel. Kadar air yang tinggi dalam biodiesel akan menyebabkan turunnya panas pembakaran dan bersifat korosif jika bereaksi dengan sulfur. Kadar air yang tinggi pada minyak juga dapat menyebabkan proses hidrolisis sehingga menurunkan *yield* biodiesel yang dihasilkan. Kadar air dalam biodiesel dapat dilihat pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Kadar air metil ester dan minyak jarak

Sampel	Temperatur (°C)	Kadar air (%)	Kadar air SNI 04-7182-2006
Minyak jarak	-	0,05	
Metil ester 1	60	1,141	0,05 %
Metil ester 2	65	1,0384	
Metil ester 3	70	1,002	

Keterangan : Metil ester 1 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 60 °C
 Metil ester 1 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 65 °C
 Metil ester 1 reaksi transesterifikasi dengan 3 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 70 °C

Kadar air yang dihasilkan melampaui standar SNI, hal ini dimungkinkan kurang sempurnanya proses pemisahan setelah dilakukan reaksi. Pada saat reaksi transesterifikasi tidak ada reaksi yang melibatkan air, akan tetapi kadar air yang tinggi pada metil ester dimungkinkan berasal dari proses pencucian yang kurang sempurna.

4.3.3 Analisis Angka Asam

Angka asam adalah 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 Angka asam metil ester dan minyak jarak

Sampel	Temperatur (°C)	Angka asam (mg-NaOH/g)	Angka asam SNI 047182
Minyak jarak	-	1,8	
Metil ester 1	60	0,004	maks 0,8 mg-
Metil ester 2	65	0,013	KOH/g
Metil ester 3	70	0.01	

Keterangan : Metil ester 1 reaksi transesterifikasi dengan 2 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 60 °C
 Metil ester 2 reaksi transesterifikasi dengan 2 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 65 °C
 Metil ester 2 reaksi transesterifikasi dengan 2 % berat katalis selama 2 jam dengan kondisi refluks 70 °C

Hasil uji asam lemak bebas yang terdapat pada sampel minyak dan biodiesel yang dihasilkan menunjukkan bahwa kandungan asam lemak bebas yang terdapat pada sampel sangat rendah. Hasil yang diperoleh masih dibawah standar SNI. Angka asam yang sangat kecil ini menunjukkan bahwa konsentrasi asam

lemak yang terdapat biodiesel sangat sedikit sehingga tidak akan menyebabkan kerusakan pada mesin dalam proses pembakaran.

4.4 Integrasi Penelitian dengan Islam

Allah SWT menurunkan air hujan dan meumbuhkan segala tumbuh-tumbuhan yang ada di bumi semuanya bermanfaat bagi manusia dan sebagai tanda kekuasaan-Nya. Sebagaimana firman Allah dalam surah An-Nahl ayat 10 dan 11:

هُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً لَكُمْ مِنْهُ شَرَابٌ وَمِنْهُ شَجَرٌ فِيهِ تُسِيمُونَ ۝ ۱۰ يُنبِئُكُمْ بِهِ الرَّزْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ النَّمْرُوتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ۝ ۱۱

“Dialah, Yang telah menurunkan air hujan dari langit untuk kamu, sebahagiannya menjadi minuman dan sebahagiannya (menyuburkan) tumbuh-tumbuhan, yang pada (tempat tumbuhnya) kamu menggembalakan ternakmu. Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan.”

Menurut tafsir Ibnu Katsir, Maka Allah berfirman: لَكُمْ مِنْهُ شَرَابٌ *“dan untukmu sebahagiannya menjadi minuman.”* Maksudnya Allah menjadikan tawar lagi cair, yang mudah bagimu untuk meminumnya, dan Allah tidak menjadikannya asin lagi pahit. وَمِنْهُ شَجَرٌ فِيهِ تُسِيمُونَ *“dan sebahagiannya menyuburkan tumbuh-tumbuhan yang pada tempat tumbuhnya kamu menggembalakan ternakmu.”* Maksudnya Allah menumbuhkan tumbuhan dari hujan itu untukmu, yang kamu semua menggembalakan ternak-ternakmu di tempat itu. يُنبِئُكُمْ بِهِ الرَّزْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ *“dia menumbuhkan bagimu dengan air hujan itu tanaman-tanaman, zaitun, kurma, anggur, dan segala macam buah-buahan.”* Maksudnya Allah mengeluarkannya dari bumi, dengan air yang hanya satu macam ini, keluarlah buah-buahan itu dengan segala perbedaan, macamnya, rasanya, warnanya, baunya, dan bentuknya. إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ *“sesungguhnya pada*

yang demikian itu benar-benar ada tanda kekuasaan Allah bagi kaum yang memikirkannya.” Maksudnya sebagai dalil atau bukti bahwasanya tidak ada tuhan yang lain berhak disembah kecuali Allah SWT.

Salah satu tanaman yang ditumbuhkan oleh Allah adalah tanaman Jarak. Tanaman jarak memiliki buah yang indah dipandang tetapi tidak dapat dimakan karena bersifat racun. Namun pada penelitian ini buah jarak akan diolah dengan diambil bijinya dan diperas minyaknya untuk dijadikan bahan bakar nabati (biodiesel). Ini merupakan salah satu tanda kekuasaan Allah, bahwa semua yang Allah tumbuhkan di bumi ini tidaklah sia-sia. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surah al-Hijr ayat 21:

وَأِنْ مِنْ شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ ۚ ٢١

“Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya; dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu.”

Contoh lain bahwa Allah tidak menciptakan sesuatu dengan sia-sia adalah Allah menciptakan zeolit. Zeolit merupakan mineral yang diciptakan oleh Allah dengan segudang manfaat. Zeolit telah banyak digunakan dalam bidang industri maupun untuk memperbaiki lingkungan misalnya sebagai agen penukar ion, adsorpsi katalis, penjernihan air dan lain sebagainya. Namun pada penelitian ini zeolit akan digunakan sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dari minyak jarak. Pada penelitian ini menggunakan zeolit Bandung sehingga kualitas biodiesel tidak sebaik seperti penelitian yang menggunakan zeolit Malang. Hal ini dikarenakan kandungan serta sifat dari zeolit Bandung dan Malang berbeda. Sebagaimana ayat Allah وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ *“dan kami tidak menurunkannya melainkan dengan kadar (ukuran) tertentu.”* Allah menciptakan semua yang ada di bumi ini sesuai kadar dan ketentuannya. Dan semua itu tidaklah

sia sia; وَإِنْ مِنْ شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِرٌ “*dan tidaklah sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya.*” Penggunaan zeolite dan jarak dalam pembuatan biodiesel merupakan bentuk usaha amal soleh yaitu memikirkan pemanfaatan sumber daya alam yang belum optimal.

Perbuatan amal soleh yang diajarkan dalam Islam adalah melakukan sesuatu yang bermanfaat bagi umat manusia. Pada penelitian ini peneliti telah mencoba untuk memanfaatkan sumber daya alam berupa zeolit dan jarak. Allah SWT memerintahkan untuk melakukan amal soleh sesuai dengan firman-NYA dalam al Qur’an surat an-Nahl ayat 97:

مَنْ عَمِلَ صَالِحًا مِّنْ ذَكَرٍ أَوْ أُنْثَىٰ وَهُوَ مُؤْمِنٌ فَلَنُحْيِيَنَّهٗ حَيٰوةً طَيِّبَةً وَلَنَجْزِيَنَّهُمْ أَجْرَهُمْ بِأَحْسَنِ مَا كَانُوا يَعْمَلُونَ ٩٧

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”

BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi dengan variasi suhu 60, 65 dan 70°C pada pembuatan biodiesel dari minyak jarak didapatkan persen area biodiesel dari hasil analisis GC-MS secara berturut-turut adalah 28,76 %; 17,35% dan 0. Hasil ini menunjukkan bahwa suhu optimum reaksi transesterifikasi adalah 60 °C.

5.2. Saran

1. Perlu dilakukan uji kebasahan katalis hasil modifikasi penambahan KOH.
2. Perlu dilakukan uji transesterifikasi tanpa menggunakan katalis sebagai perbandingan

DAFTAR PUSTAKA

- Altiokka M. R. dan Citak A. 2003. Kinetics Study of Esterification of Acetic Acid with butanol in The Presence of Amberlite Catalyst, *Applied Catalyst A. General*, 239, 141-148.
- Ardiyanti, A. R., Utomo, J., Chandra, G., dan Koharudin. 2003, Pengaruh Kejenuhan Minyak, Jenis, dan Jumlah Katalis Basa NaOH, K₂CO₃, serta Jenis dan Jumlah Alkohol (Metanol dan Etanol) pada Produksi Biodiesel. *Seminar Nasional teknik kimia Indonesia. Yogyakarta.*
- Ariati, M.R., Kusdiana, D., dan Dewi, P. 2010. *Kebijakan Pemerintah Mendukung Pengembangan Jarak Pagar Sebagai Sumber Energi Alternatif BBN. Prosiding Lokakarya Nasional V Inovasi Teknologi dan Cluster Pioneer menuju DME Berbasis Jarak Pagar.* Tunggal Mandiri Publication, Malang. Hal 1-6.
- Aziz I., Nurbayti, S., dan Rahman, A. 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel. *Valensi*, Vol 2 No 4, 511-515.
- Baerlocher, Ch. .2001. Atlas of Zeolite Framework of Types. *USA: Fifth Revised Edisition.*
- Berman P., Nizri S., dan Wiesman Z. .2011. Castor Oil Biodiesel and its Blends as Alternative Fuel. *Applied Biomass and Bioenergy*, Vol 35: 2861-2866
- Cejka J., Bekkum, H. V, and Corma A. 2007. Introduction to Zeolite Science and Practice, *Oxford, Elsvier.*
- Chen C. Y, Yeh K. L, Aisyah R, Lee D. J, dan Chang J. S. 2011. Cultivation, Photobioreactor Design and Harvesting of Microalgae for Biodiesel Production: a Critical Re-view. *Bioresouce Technology*, Vol 88: 399-410
- Conceicao, M. M., Candeia, R. A., Silva, F. C., Bezerra, A. F., Fernandes, V. J., Souza, A. G. 2007. Thermoanalytical Characterization of Castor Oil Biodiesel. *Renewable Sustainable Energy*, Vol. 11. Hal. 964-975
- Corro G., Pal, U., dan Tellez N. 2013. Biodiesel Production from Jatropha Curcas Crude Oil using ZnO/SiO₂ Photocatalysts for Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B: Environmental*, Vol 129: 39-47.
- Darnoko, D dan Cheryan M. 2000. Continous Production of Palm Methyl Ester. *J. Am. Oil Chem. Soc*, 77, 1269-1272.
- Ernawati, Y., 2003, Pengaruh konsentrasi HCl dan NH₄NO₃ Terhadap Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari, *Skripsi.* Semarang: Jur. FMIPA Universitas Diponegoro

- Fatimah, I.. 2000. *Penggunaan Na-Zeolit Alam Teraktivasi sebagai Penukar Ion Cr³⁺ dalam Larutan*. Logika, Vol 4 No 5.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction : A Partical Approach*. New York: Plenum Press
- Kin, C. M., Aslah, H., Zalnab, R. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Plastik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 7: 69-79.
- Intarapong, P., Iangthanarata S., Phanthonga P., Luengnaruemitchai A., dan Jai-In, A. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm oil. *Journal of Energy Chemistry* 22. Vol 22: 690–700
- Kirk R. E. dan Othmer, D. F. 1992. *Encyclopedia of Chemical Technology*. The Interscience Encyclopedia Inc. New York.
- Kumar A. dan Sharma S. 2008. An Evaluation Of Multipurpose Oil Seed Crop For Industrial Uses (*Jatropha curcas* L.): *Applied Clay Science*. Doi:10.1016.j. indcrop.2008. 01.001. 10p.
- Kusuma R. I., Hadinoto J. P., Ayucitra A., Soetaredjo F. E, dan Ismadji S. 2012. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Transesterification of Palm Oil. *Aplied Clay Science*. Vol 74: 121-126
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia UNY*. 30 Oktober 2010.
- Lopez, D. E., Goodwin, J. G., Bruce, D. A., dan Lotero, E. 2005. Transesterification of Triacetin with Methanol on Solid Acid and Base Catalysts. *Applied Catalyst*, Vol 295: 97-105.
- Maes, W.H., A. Trabucco, W.M.J. Achten, and B. MUYS.2009. Climatic growing conditions of (*Jatropha curcas* L.) Short communication. *Biomass and Bioenergy*. (33):1481-1485.
- Nijhuis, T. A., beers, A. E. W., Kapteijn, F., and Moulijn, J. A. 2002. Water removal by Reactive Stripping for Solid-Acid Catalyzed Esterification in A Monolithic Reactor. *Chem. Eng.Sci.*, 57, 1627-1632.
- Noiroj K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A., dan Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel

Production Via Transesterification from Palm Oil. *Applied Renewable Energy*. Vol 34: 1145–1150

Noiroj; Krisada; Pisitpong I.; Apanee L. dan Samai Jai-In. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Science Direct*. Volume 34: 1145–1150

Nugroho, A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar, Bahan Bakar Alternatif Yang Ramah Lingkungan*, Tangerang, PTAgroMedia.

Ola, Pius Dore, Ria A. Karim, Maria F. Suherdin. 2013. The Optimum Condition for Synthesis of Biodiesel from Castor (*Ricinus communis*) Oil through Transesterification Reaction. *Journal of Applied Chemical Science*. Vol. 2. Issue 2: 267-272.

Prakoso, T., Indra, B. K., dan Nugroho, R. H. 2003. Esterifikasi Asam Lemak Bebas dalam CPO untuk Produksi Metil Ester. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. Yogyakarta.

Purwono, S., Yulianto, N., dan Pasaribu, R. 2003. Biodiesel dari Minyak Kelapa. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. Yogyakarta.

Radiansono, Irawan, Ch., dan Mujiyanti, D.R.. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni,Co yang Diimbangkan pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer. *Sains dan Terapan Kimia*, Vol.2, No.1: 1-13.

Rahayu, S. S., dan Rarasmedi, I. 2003. Biodiesel dari Minyak Sawit dan Fraksi Ringan minyak Fusel. *Seminar Nasional teknik kimia Indonesia*. Yogyakarta.

Ramezani, K., Rowshanzamir, S., Eikani, M. H., 2010. Castor Oil Transesterification Reaction: a Kinetic Study and Optimization of Parameters. *Applied Energy*, Vol. 35. Hal. 4142-4148

Riajaya dan Budi. 2011. Pengaruh Pengairan Terhadap Produksi Dan Kandungan Minyak Biji Tiga Provenan Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) *Balai Penelitian Tanaman Tembakau dan Serat*. Malang.

Rustamaji, Heri, Arief Budiman, Hary Sulistyoy, 2010. Alkoholisasi Minyak Jarak Pagar Dengan Katalisator Asam Padat. *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*. ISSN : 1411-4216

Setyawan, D.. 2002. *Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis*. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 3 No. 2.

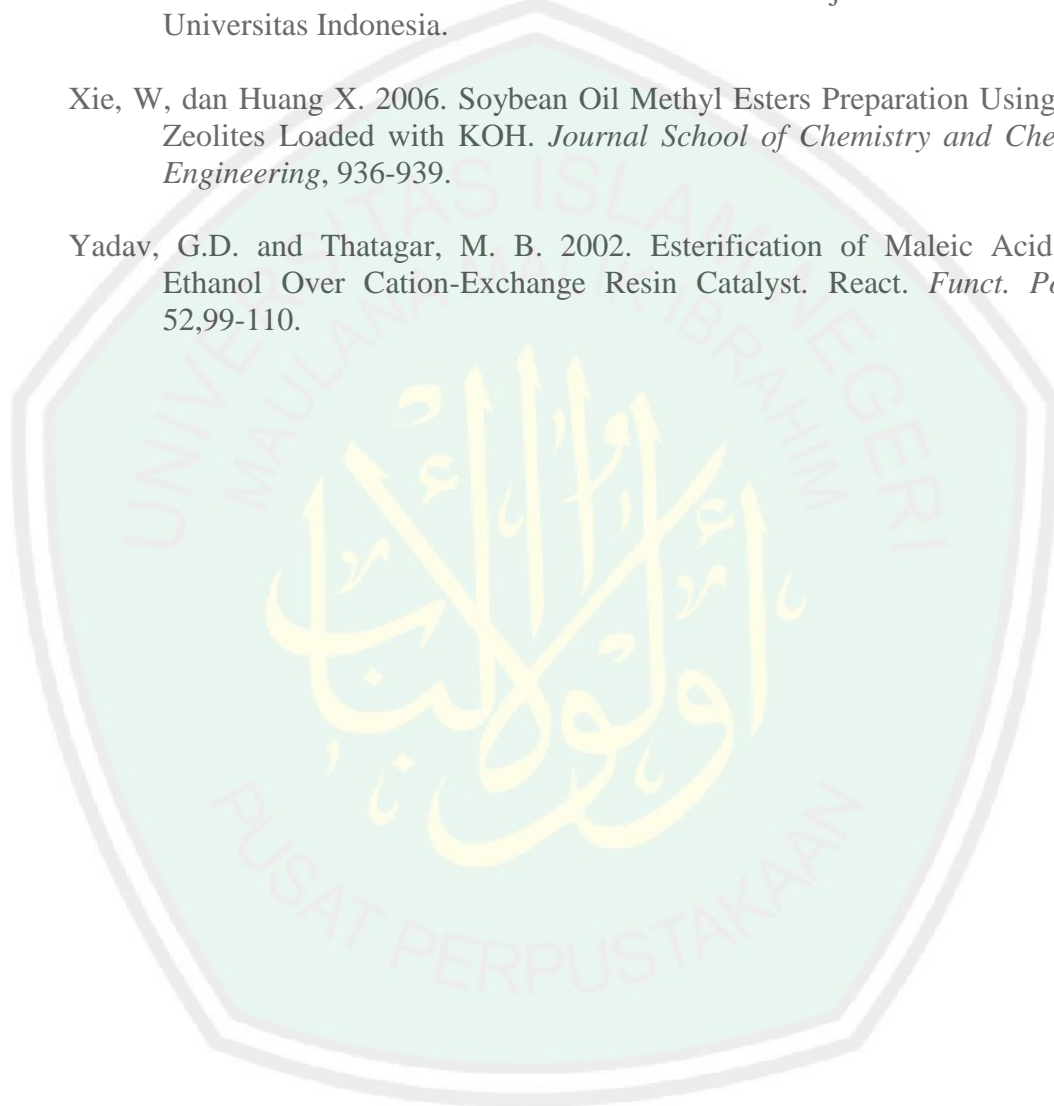
- Setyawardhani, A. S. 2003. *Metanolisis Asam Lemak dari Minyak Kacang Tanah untuk Pembuatan Biodiesel*. Tesis diajukan kepada Fakultas pasca Sarjana UGM. Yogyakarta.
- Shihab, M. Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Siswodiharjo.2006. *Reaksi Hidrorengkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit terhadap Parafin*. Tugas Akhir/Skripsi. Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern, edisi keempat*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama
- Sofiyah. 1995. Kinetika Reaksi Etanolisis Minyak Biji Kapuk dengan Katalisator Natrium Hidroksida dan Penambahan Garam anorganik. *Tesis*, diajukan kepada Fakultas pasca Sarjana UGM. Yogyakarta.
- Sugiarti dan Amiruddin, St. Z.. 2008. Pengaruh Jenis Aktivasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit pada Ion Kromium (VI). *Jurnal chemica*, Vol 9 No 2: 20-25.
- Sunlick, K. S., dan Bang, B. J. H. 2010. Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. *Advanced Materials*. 22: 295-326
- Susilowati. 2006. Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Katalis Zeolit. *Jurnal Teknik Kimia*. Volume 1: 10-14.
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Surakarta: Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites, 4th ed*. New York: Elsevier Science Publishers B.V
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. *Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam*. *Jurnal Teknoin*, Vol. 10 No. 4: 269 -282.
- Trisunaryanti, W.. 2009. *Zeolit Alam Indonesia: Sebagai Absorben Dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.
- Trubus, 2005. *Bahan Bakar Kendaraan Masa Depan*. Juni 2005. Edisi V.

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

Wijono, R.A..2010. Rancangan Strategi Perencanaan Industri Biodiesel KelapaSawit yang Ramah Lingkungan dan Berkelanjutan. *Tesis Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Fakultas Teknik Pascasarjana Teknik Industri Universitas Indonesia.

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

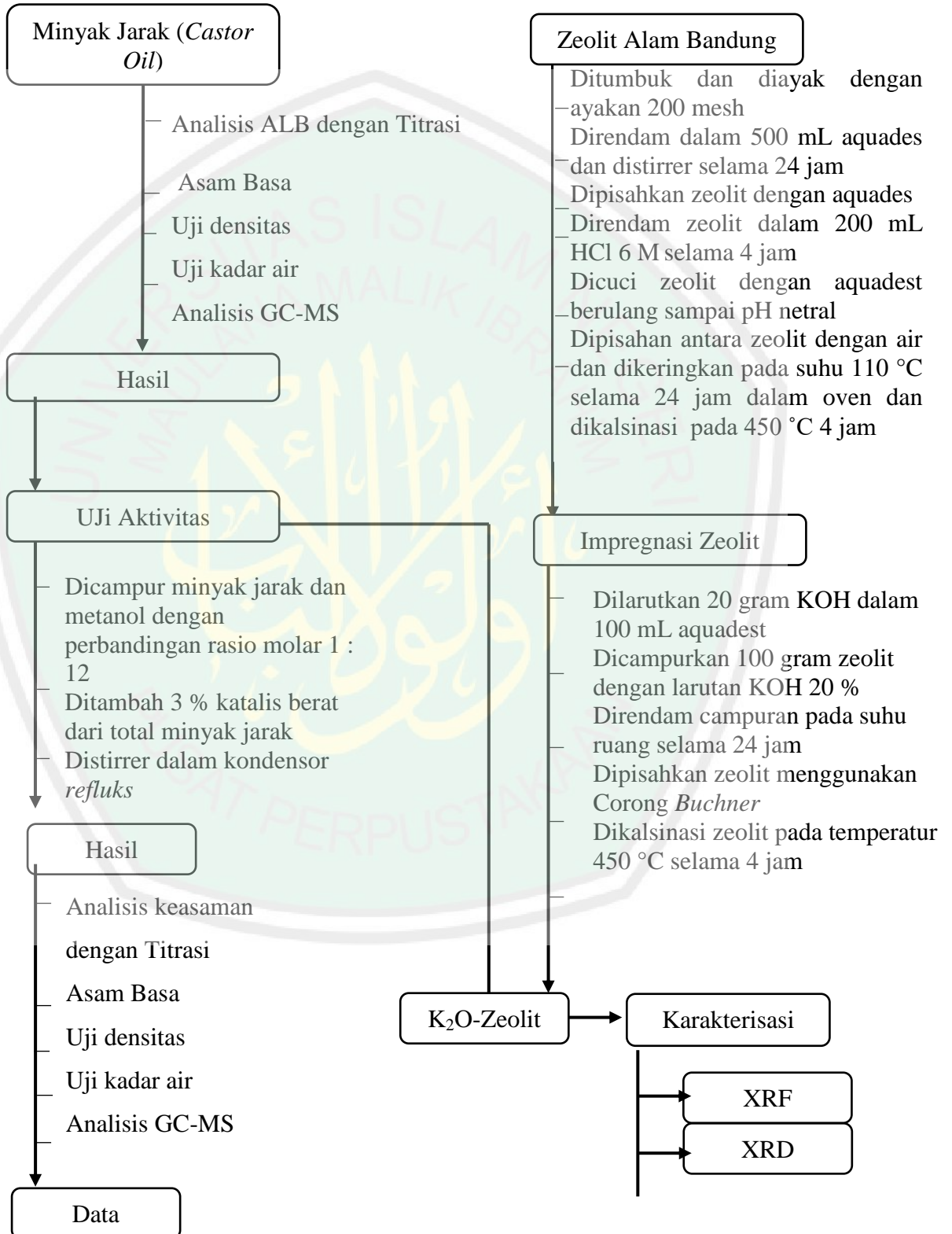
Yadav, G.D. and Thatagar, M. B. 2002. Esterification of Maleic Acid with Ethanol Over Cation-Exchange Resin Catalyst. *React. Funct. Polym.*, 52,99-110.



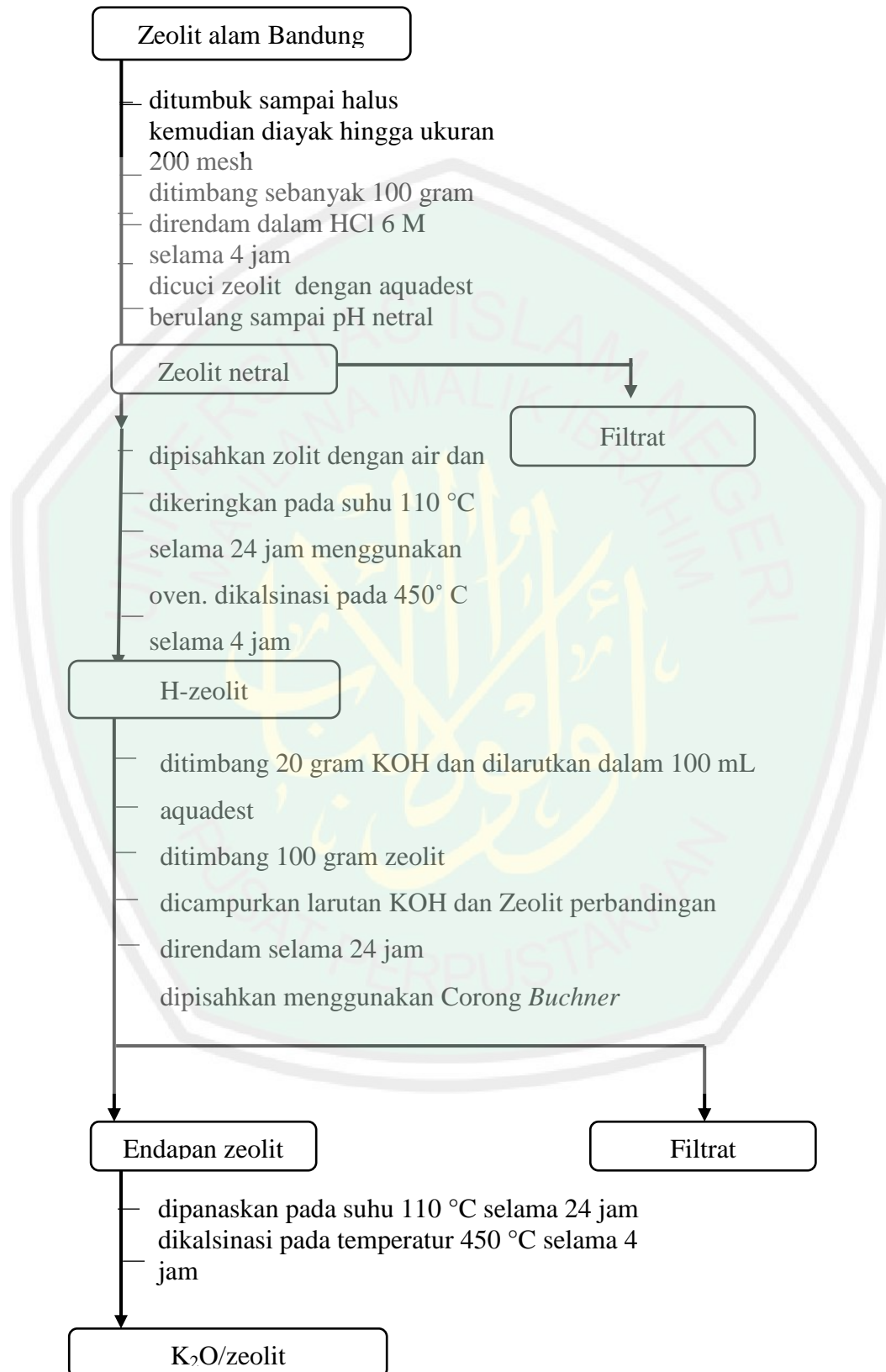
LAMPIRAN

L.1 Diagram Alir

L.1.1 Diagram Alir Tahap Penelitian Penelitian



L.1.2 Preparasi dan aktivasi zeolit

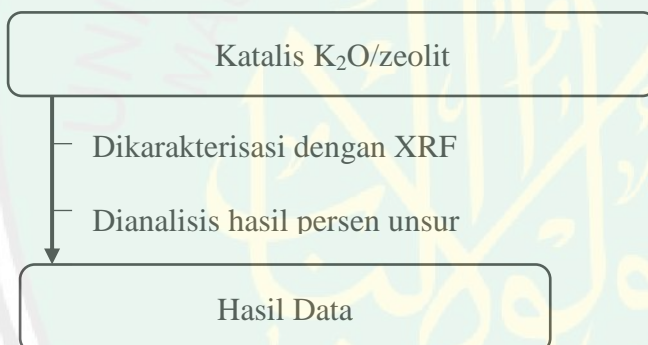


L.2.2 Karakterisasi KOH/zeolit

L.2.2.1 Karakterisasi struktur dengan menggunakan XRD



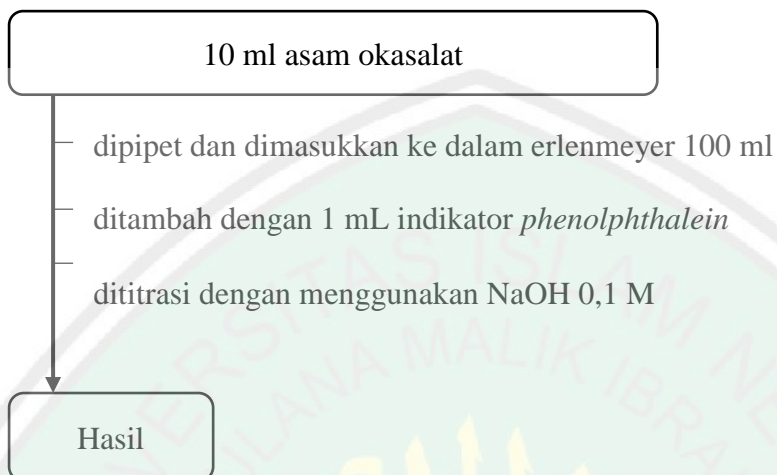
L.2.2.2 Karakterisasi zeolit sebelum dan sesudah modifikasi dengan XRF



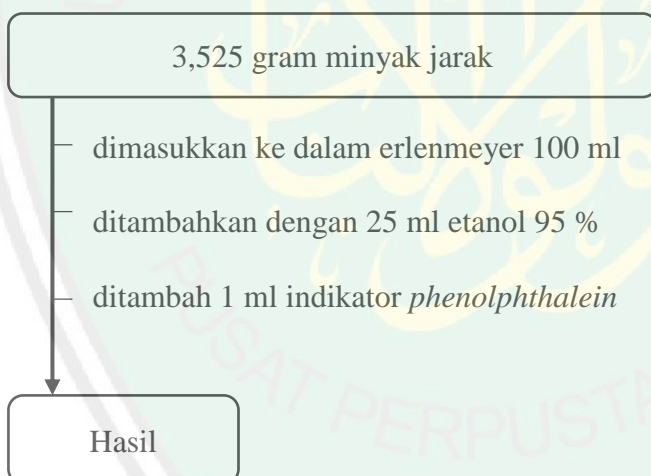
2.3 Karakterisasi minyak jarak (*Ricinus communis*) dan metil ester

2.3.1 Penentuan asam lemak bebas dan angka asam

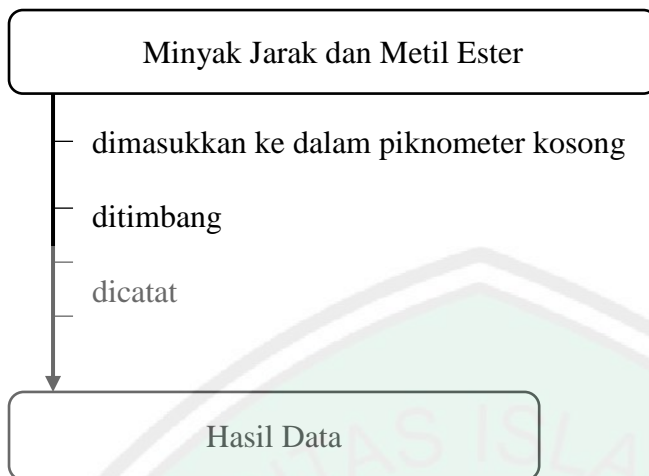
2.3.1.1 Analisis konsentrasi NaOH



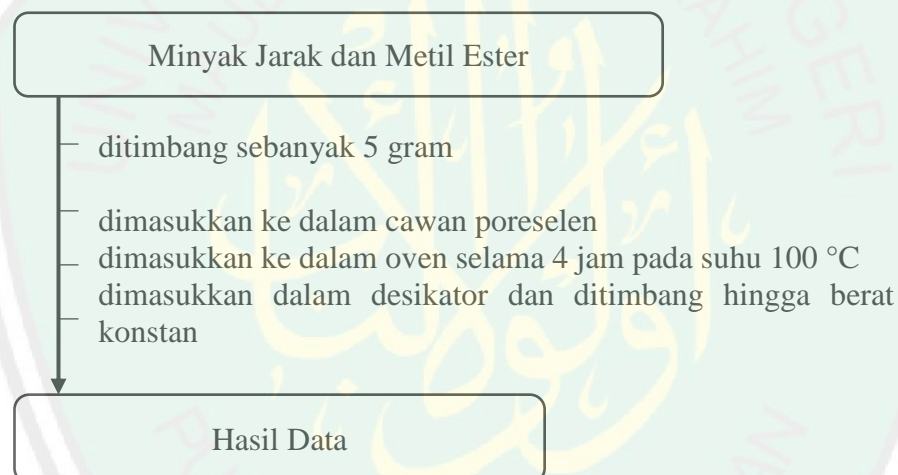
2.3.1.2 Analisis kandungan asam lemak bebas



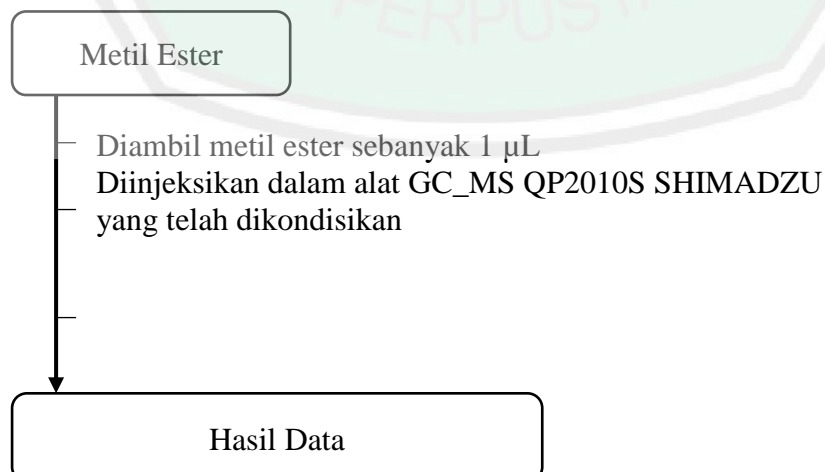
2.3.1.3 Uji densitas



2.3.1.4 Uji kadar air minyak jarak dan metil ester



2.3.1.5 Analisis Kromatografi Gas Spektroskopi Massa (GC-MS)



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Pengenceran HCl

1. Penentuan Konsentrasi Larutan pekat HCl

Massa jenis HCl = 1,19 kg/L

$$= 1190 \text{ g/L}$$

Massa 1 L HCl pekat = 1190 g/L x 1 L

$$= 1190 \text{ gram}$$

Massa HCl dalam 1 L larutan pekat = 37 % x 1190 g

$$= 440,3 \text{ g}$$

Mr HCl = 36,5 g/mol

[HCl 37 %] = 440,3 g / (36,5 g/mol x 1L)

$$= 12,06 \text{ M}$$

2. Pengenceran HCl menjadi 6 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 6 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = 248,75 \text{ mL}$$

L.2.2 Persen KOH dalam Zeolit

Diketahui massa zeolit yang digunakan = 50 gram

Untuk = 20% KOH = 20 % x 50 = 10 gram

L.2.3 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Perbandingan mol minyak dengan metanol 1:12

Volume minyak = 100 mL

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

Berat molekul minyak jarak dengan kadar asam resinoleat mencapai 90 % =

928,30 g/mol

Massa minyak = ρ minyak x volume minyak

= 0,94 g/mL x 100 mL = 94 gram

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

= $\frac{94 \text{ gram}}{928,30 \text{ gram/mol}}$

= 0,101 mol

Mol metanol = 12/1 x mol minyak

= 12/1 x 0,108 mol

= 1,215 mol

Massa metanol = BM metanol x mol metanol

= 32 g/mol x 1,215 mol

= 38,883 gram

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

= $\frac{38,883 \text{ gram}}{0,7918 \text{ g/mL}} = 49,108 \text{ mL}$

L.2.4 Perhitungan Kadar Air

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

1. Minyak Jarak

$$\frac{67,886 - 67,884}{67,886 - 62,423} \times 100 = 0,03\%$$

2. Biodiesel pada suhu 60 °C

$$\frac{53,775 - 53,769}{53,775 - 48,772} \times 100 = 0,12\%$$

3. Biodiesel pada suhu 65 °C

$$\frac{78,913 - 78,845}{78,913 - 73,956} \times 100 = 1,52 \%$$

4. Biodiesel pada suhu 70°C

$$\frac{62,880 - 62,904}{62,984 - 57,880} \times 100 = 1,56 \%$$

L.2.5 Perhitungan Densitas

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

1. Densitas pada suhu 60 °C

$$\rho = \frac{21,083}{25} = 0,843 \text{ g/mL}$$

2. Densitas pada suhu 65 °C

$$\rho = \frac{22,879}{25} = 0,915 \text{ g/mL}$$

3. Densitas pada suhu 70 °C

$$\rho = \frac{22,898}{25} = 0,916 \text{ g/mL}$$

4. Densitas Minyak Jarak

$$\rho = \frac{23,6181}{25} = 0,944 \text{ g/mL}$$

L.2.6 Perhitungan kadar asam lemak bebas (FFA)

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

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

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

$$N = n \times M$$

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

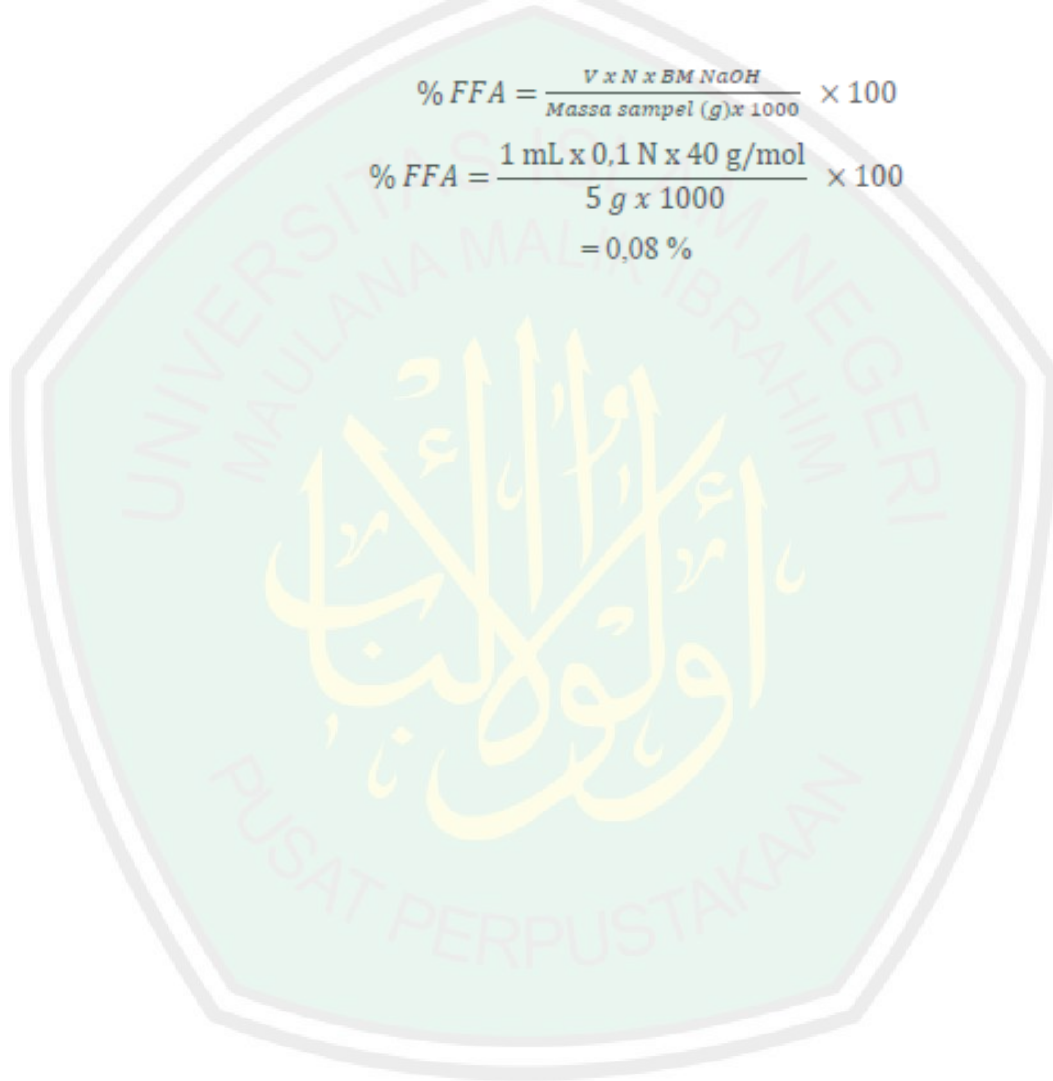
$$= 0,1 \text{ N}$$

Volume NaOH yang digunakan dalam titrasi = 1 mL

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

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

$$= 0,08 \%$$



Lampiran 3. Dokumentasi





LAMPIRAN 4

L.4.1 Hasil Analisis GC-MS biodiesel pada suhu 60 °C

Admin Analyzed by : Admin
 Sample Name : Buah jarak
 Sample ID : 05.10.17
 Data File : C:\GCMSolution\Data\sintesis\Bairis Sabili_367.QGD
 Method File : C:\GCMSolution\Data\sintesis\Trans Esterifikasi.qgm
 Tuning File : C:\GCMSolution\System1\tuning_25_09_2017.qft



Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Peak Report	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	31.498	31.350	31.658	3461305	57.60	709332	60.75	4.87	MI		
2	33.851	33.642	33.992	664479	11.06	68648	5.88	9.56	MI		
3	35.463	35.367	35.600	1203631	20.03	264873	22.69	4.54	MI		
4	38.537	38.375	38.658	524522	8.73	75759	6.49	6.87	MI		
5	39.743	39.667	39.833	155005	2.58	48941	4.19	3.16	MI		
				6008942	100.00	1167553	100.00				

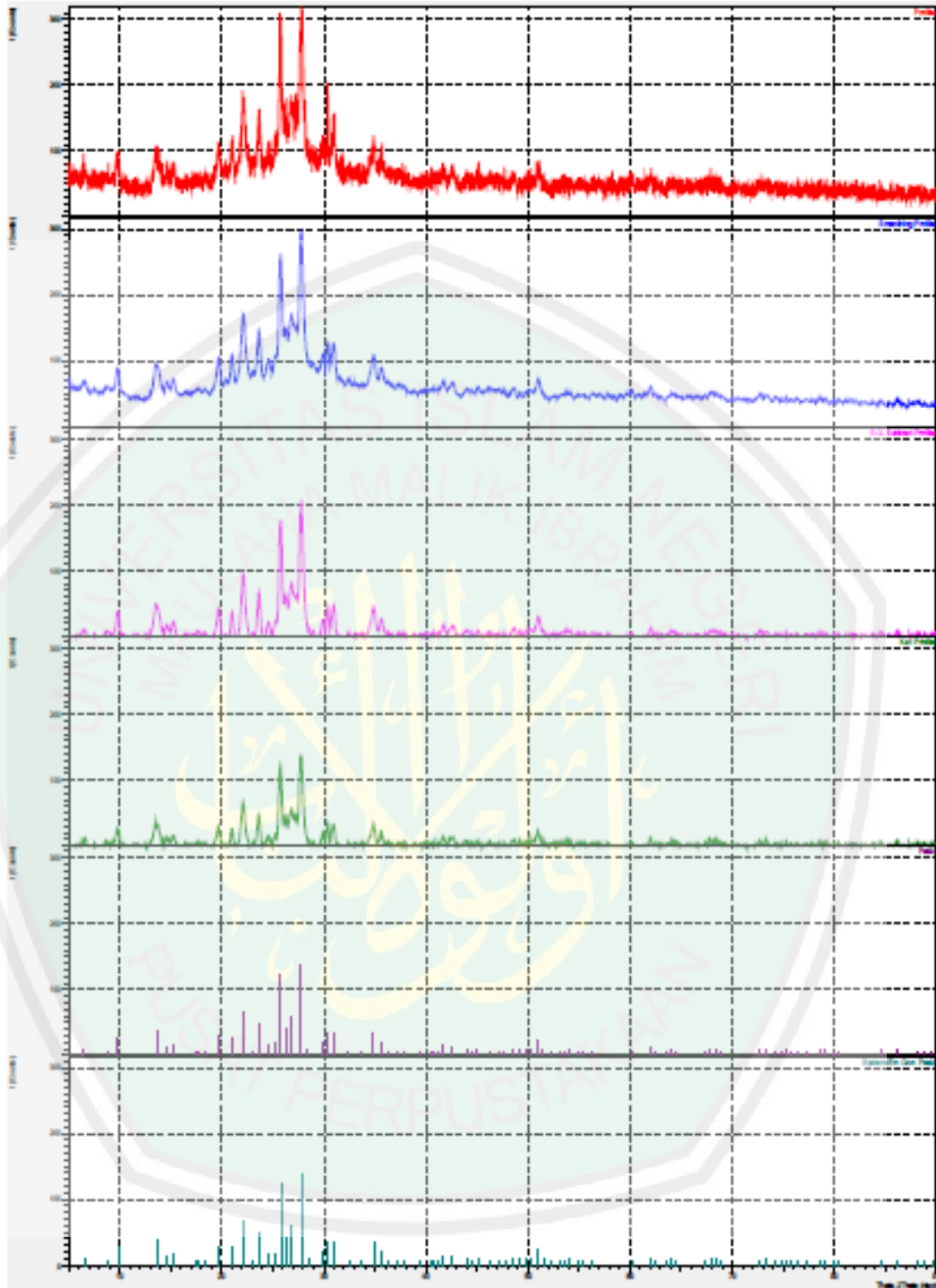
Admin-Analyzed by : Admin
 Sample Name : Buah Jarak
 Sample ID : 1610 17
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\sintesis\Baits Sabili 369_QGD
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\sintesis\Trans Esterifikasi.qgm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tuning 25 09 2017.qgt



L.4.2 Hasil Analisis GC-MS biodiesel pada suhu 65 °C

Peak#	R Time	I Time	F Time	Area	Area%	Peak Report TIC	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	31.498	31.350	31.683	3707858	53.99	740367	5656	5.00	MI		
2	33.832	33.658	33.967	781304	11.38	78596	6.00	9.59	MI		
3	35.458	35.367	35.583	1072661	15.62	223636	17.08	4.79	MI		
4	37.480	37.392	37.558	118961	1.73	41023	3.13	2.89	MI		
5	38.536	38.367	38.683	860718	12.53	124835	9.54	6.86	MI		
6	38.923	38.842	38.992	127262	1.85	35863	2.74	3.55	MI		
7	39.736	39.675	39.808	199279	2.90	64781	4.95	3.08	MI		
				6868043	100.00	1309101	100.00				

L.4.3 Hasil Analisis Zeolit Kalsinasi Dengan X-Ray Difrraction



L.4.4 Hasil Analisis Zeolit Alam Bandung Dengan X-Ray Difrraction

