

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOH/ZEOLIT ALAM  
MENGUNAKAN METODE SONIKASI SEBAGAI KATALIS PADA  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT DENGAN VARIASI  
WAKTU REAKSI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MUHAMMAD SYAIFUDDIN BACHTIAR  
NIM. 14630077**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2020**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOH/ZEOLIT ALAM  
MENGUNAKAN METODE SONIKASI SEBAGAI KATALIS PADA  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT DENGAN VARIASI  
WAKTU REAKSI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MUHAMMAD SYAIFUDDIN BACHTIAR  
NIM. 14630077**

**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  
2020**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOH/ZEOLIT ALAM  
MENGUNAKAN METODE SONIKASI SEBAGAI KATALIS PADA  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT DENGAN VARIASI  
WAKTU REAKSI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MUHAMMAD SYAIFUDDIN BACHTIAR  
NIM. 14630077**

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal : 19 Desember 2020

Pembimbing I



Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc  
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Pembimbing II



M. Imamudin Lc, MA  
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengetahui,  
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOH/ZEOLIT ALAM  
MENGUNAKAN METODE SONIKASI SEBAGAI KATALIS PADA  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT DENGAN VARIASI  
WAKTU REAKSI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MUHAMMAD SYAIFUDDIN BACHTIAR  
NIM. 14630077**

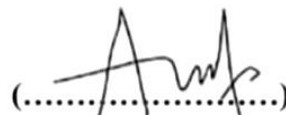
**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 19 Desember 2020**

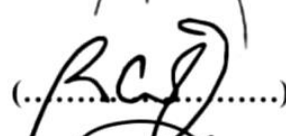
**Penguji Utama : Suci Amalia, M.Sc  
NIP. 19821101 200901 2 007**

**Ketua Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si  
NIDT. 19830125 20160801 2 068**


**Sekretaris Penguji : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc  
NIDT. 19900906 20180201 2 239**

**Anggota Penguji : M. Imamudin Lc, MA  
NIP. 19740602 200901 1 010**

  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan**

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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Syaifuddin Bachtiar  
NIM : 14630077  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi KOH/Zeolit Alam  
Menggunakan Metode Sonikasi sebagai Katalis Pada  
Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Variasi  
Waktu Reaksi

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 saftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 19 Desember 2020  
Yang membuat pernyataan,



Muhammad Syaifuddin Bachtiar  
NIM. 14630077

## **MOTTO**

*“Jika kamu menyegerakan sholat maka Allah akan menyegerakan jalan keluar dari ujian yang Allah berikan. Sebaliknya, jika kamu mengakhirkan sholat maka bantuan Allah akan datang disaat-saat terakhir”*

*“Jangan melakukan kesalahan yang sama,  
Karna banyak kesalahan lain yang belum kau lakukan”*

*“Kesalahan apapun yang pernah kau lakukan itu bukanlah kesalahan. Melainkan Takdir”*

*“Tidak ada kata terlambat kecuali maju terus  
Tidak ada kata menyesal kecuali perbaiki  
Tidak ada kata mengeluh kecuali pantang menyerah”*

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

*Rasa syukur yang sebesar-besarnya kepada Allah swt karena menjadikan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Kehendak Allah disalurkan lewat perantara Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia dan Teknik Informatika yang sabar membimbing dan mengarahkan saya ke arah yang lebih baik, bukan hanya dalam penyusunan skripsi dari awal sampai akhir namun juga pembentukan karakter (character building) agar siap dalam menghadapi dunia sesungguhnya di luar lingkungan kampus. Rasa terima kasih yang besar juga teruntuk Bapak/Ibu dosen dari hati dan pikiran terdalam.*

*Teruntuk orang tua yang selalu mendukung tanpa henti baik moril maupun materiil dengan harapan agar skripsi dapat terselesaikan dengan baik. Moril dan materiil yang tercukupi juga sangat membantu dalam perkembangan diri selama berada di perantauan.*

*Tidak lupa pula rasa terima kasih untuk semua teman-teman dari yang berasal dari berbagai aspek kehidupan (intelektual, spiritual, fisik, social, finansial dan kesenangan) yang telah berbagi kebahagiaan dan kesedihan karena semua itu dapat menempa diri agar menjadi manusia yang tangguh, berani, tanggung jawab, kritis, sabar dan ikhlas.*

## KATA PENGANTAR



Alhamdulillah, Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi KOH/Zeolit Alam Menggunakan Metode Sonikasi sebagai Katalis Pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Variasi Waktu Reaksi”**. Sholawat dan salam semoga selalu dilimpahkan oleh Allah kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi suri tauladan bagi seluruh umat Islam serta membawa umat manusia keluar dari jalan kegelapan menuju jalan yang terang benderang yaitu agama Islam.

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya skripsi ini berkat kerja keras, arahan, dukungan, bimbingan dan do'a dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan rasa hormat dan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua Bapak Chasan dan Ibu Siti Masturoh serta adik kandung Rizqiah Dwi Agustin yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, dukungan dan doa baik moril maupun materiil.
2. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si dan Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis sehingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Bapak M. Imamudin Lc, MA selaku dosen pembimbing agama yang telah mengarahkan dan membimbing penulis agar pengintegrasian sains dan Islam menjadi lebih baik.
4. Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik dan saran yang membangun terhadap penulisan skripsi ini.
5. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.



6. Seluruh dosen pengajar Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan dan wawasan yang sangat bermanfaat bagi penulis.
7. Seluruh teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2014 khususnya semua warga kelas C dan anggota tim riset zeolit yang selalu memberi bantuan dan motivasi dari awal hingga akhir perjuangan.
8. Teman-teman tim riset kimia anorganik dan juga tim zeolit 2014 serta seluruh adek tingkat yang telah membantu memberikan ilmu dan informasi yang belum penulis dapatkan.
9. Seluruh Bapak/Ibu laboran Jurusan Kimia yang telah membantu penulis selama proses penelitian di dalam laboratorium.
10. Semua pihak yang turut membantu penulis baik dalam aspek moral maupun spiritual dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat konstruktif dari berbagai pihak diharapkan demi terwujudnya karya yang lebih baik. Semoga skripsi ini dapat menambah ilmu pengetahuan bagi para pembaca dan bisa memberikan manfaat bagi kita semua. *Aaminn Ya Rabbal 'Alamin.*

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 19 Desember 2020

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xvi</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvii</b>
<b>مستخلص البحث</b> .....	<b>xviii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA</b> .....	<b>8</b>
2.1 Karakterisasi Zeolit Alam .....	8
2.2 Pengembangan KOH Pada Zeolit Alam .....	12
2.3 Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit .....	15
2.4 Karakterisasi Hasil Reaksi Transesterifikasi Metil Ester Menggunakan GC-MS (Gas-Chromatography-Mass Spectroscopy).....	17
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>19</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	19
3.2 Alat dan Bahan.....	19
3.2.1 Alat.....	19
3.2.2 Bahan .....	19
3.3 Rancangan Penelitian.....	20
3.4 Tahapan Penelitian.....	20
3.5 Prosedur Penelitian.....	21
3.5.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam .....	21
3.5.2 Pengembangan KOH Pada Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi.....	21
3.6 Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit Alam.....	22
3.6.1 Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan XRF ( <i>X-Ray Fluorescence</i> ).....	22
3.6.2 Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	22

3.6.3	Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan CO <sub>2</sub> -TPD ( <i>Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption</i> ) .....	22
3.7	Reaksi Transesterifikasi dengan Bantuan Katalis KOH/Zeolit Alam.....	23
3.8	Karakterisasi Metil Ester dari Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan GC-MS ( <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> ).....	24
3.9	Analisis Data.....	25
3.9.1	Analisis Data Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan XRF ( <i>X-Ray Fluorescence</i> ) .....	25
3.9.2	Analisis Data Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	25
3.9.3	Analisis Data Karakterisasi Katalis Zeolit Alam Menggunakan CO <sub>2</sub> -TPD ( <i>Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption</i> ) .....	25
3.9.4	Analisis Data Karakterisasi Metil Ester dari Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan GC-MS ( <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> ).....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>27</b>
4.1	Karakteristik Zeolit Alam .....	27
4.2	Karakteristik Zeolit Alam Setelah Aktivasi dan Modifikasi KOH/Zeolit Alam .....	28
4.3	Hasil Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit Alam Menggunakan CO <sub>2</sub> -TPD.....	32
4.4	Hasil Reaksi Transesterifikasi dengan Bantuan Katalis KOH/Zeolit Alam. .	35
4.5	Analisis Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan GC-MS ( <i>Gass-Chromatography-Mass Spectrophotometer</i> ).....	37
4.5.1	Analisis Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/ Zeolit Alam Selama 1 Jam .....	37
4.5.2	Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 2 Jam.....	49
4.5.3	Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 3 Jam.....	61
4.5.4	Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 4 Jam.....	68
4.6	Korelasi Transesterifikasi Metil Ester dengan Islam. ....	82
<b>BAB V PENUTUP.....</b>		<b>85</b>
5.1	Kesimpulan .....	85
5.2	Saran.....	85
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>87</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>92</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Kandungan unsur zeolit alam sebelum aktivasi.....	28
Tabel 4.2 Kandungan unsur zeolit alam setelah aktivasi dan modifikasi.....	31
Tabel 4.3 Nilai kebasaan katalis KOH/zeolit alam.....	35
Tabel 4.4 Hasil reaksi transesterifikasi 1, 2, 3 dan 4 jam.....	35
Tabel 4.5 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 1 jam.....	38
Tabel 4.6 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 2 jam.....	50
Tabel 4.7 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 3 jam.....	61
Tabel 4.8 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 4 jam.....	68

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur dasar zeolit. ....	8
Gambar 2.2	Struktur mordenit dalam ruang tiga dimensi.....	10
Gambar 2.3	Difraktogram XRD mordenit teraktivasi.....	11
Gambar 2.4	Spektra XRD KOH/zeolit alam.....	13
Gambar 2.5	Proses kavitasi ultrasonik.....	14
Gambar 2.6	Hasil transesterifikasi metil ester. ....	15
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi transesterifikasi .....	16
Gambar 2.8	Kromatogram gas metil ester dari minyak kelapa sawit .....	18
Gambar 2.9	Spektrum massa metil palmitat .....	18
Gambar 4.1	Difraktogram standar mordenit dan zeolit alam.....	27
Gambar 4.2	Skema pertukaran ion pada zeolit alam dengan KOH .....	30
Gambar 4.3	Difraktogram standar mordenit, zeolit alam teraktivasi NaCl dan KOH/zeolit alam.....	29
Gambar 4.4	Hasil karakterisasi KOH/zeolit alam menggunakan CO <sub>2</sub> -TPD.....	33
Gambar 4.5	Kurva kalibrasi hubungan antara luas area dengan Mol CO <sub>2</sub> .....	34
Gambar 4.6	Spektra massa metil kaprilat .....	38
Gambar 4.7	Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat .....	39
Gambar 4.8	Spektra massa metil laurat.....	39
Gambar 4.9	Perkiraan pola fragmentasi metil laurat .....	40
Gambar 4.10	Spektra massa metil tridekanoat.....	40
Gambar 4.11	Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat.....	41
Gambar 4.12	Spektra massa metil kaproat.....	41
Gambar 4.13	Perkiraan pola fragmentasi metil kaproat.....	42
Gambar 4.14	Spektra massa metil kaprinat.....	42
Gambar 4.15	Perkiraan pola fragmentasi metil kaprinat .....	43
Gambar 4.16	Spektra massa metil-10-undekanoat.....	43
Gambar 4.17	Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekanoat .....	44
Gambar 4.18	Spektra massa metil miristat .....	45
Gambar 4.19	Perkiraan pola fragmentasi metil miristat .....	45
Gambar 4.20	Spektra massa metil oleat.....	46
Gambar 4.21	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	46
Gambar 4.22	Spektra massa metil nonadekanoat .....	47
Gambar 4.23	Perkiraan pola fragmentasi metil nonadeknoat .....	47
Gambar 4.24	Spektra massa metil-15-metilheksadekanoat .....	48
Gambar 4.25	Perkiraan pola fragmentasi metil-15-metilheksadekanoat .....	48
Gambar 4.26	Spektra massa metil lignoserat.....	48
Gambar 4.27	Perkiraan pola fragmentasi metil lignoserat.....	49
Gambar 4.28	Spektra massa metil kaprilat .....	50
Gambar 4.29	Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat .....	50
Gambar 4.30	Spektra massa metil laurat.....	51
Gambar 4.31	Perkiraan pola fragmentasi metil laurat .....	51
Gambar 4.32	Spektra massa metil tridekanoat.....	52
Gambar 4.33	Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat.....	52
Gambar 4.34	Spektra massa metil palmitat.....	53
Gambar 4.35	Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat .....	53

Gambar 4.36	Spektra massa metil-10-undekanoat.....	54
Gambar 4.37	Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekanoat .....	54
Gambar 4.38	Spektra massa metil miristat .....	55
Gambar 4.39	Perkiraan pola fragmentasi metil miristat .....	55
Gambar 4.40	Spektra massa metil-15-metilheksadekanoat .....	56
Gambar 4.41	Perkiraan pola fragmentasi metil-15-metilheksadekanoat .....	56
Gambar 4.42	Spektra massa metil oleat.....	57
Gambar 4.43	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	57
Gambar 4.44	Spektra massa metil nonadekanoat .....	58
Gambar 4.45	Perkiraan pola fragmentasi metil nonadekanoat .....	58
Gambar 4.46	Spektra massa metil erukat.....	59
Gambar 4.47	Perkiraan pola fragmentasi metil erukat.....	59
Gambar 4.48	Spektra massa metil lignoserat.....	60
Gambar 4.49	Perkiraan pola fragmentasi metil lignoserat.....	60
Gambar 4.50	Spektra massa metil kaprilat .....	61
Gambar 4.51	Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat .....	62
Gambar 4.52	Spektra massa metil pelargonat.....	62
Gambar 4.53	Perkiraan pola fragmentasi metil pelargonat.....	63
Gambar 4.54	Spektra massa metil kaprinat.....	64
Gambar 4.55	Perkiraan pola fragmentasi metil kaprinat .....	64
Gambar 4.56	Spektra massa metil palmitat.....	65
Gambar 4.57	Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat .....	65
Gambar 4.58	Spektra massa metil oleat.....	66
Gambar 4.59	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	66
Gambar 4.60	Spektra massa metil stearat.....	67
Gambar 4.61	Perkiraan pola fragmentasi metil stearat .....	67
Gambar 4.62	Spektra massa metil kaproat.....	69
Gambar 4.63	Perkiraan pola fragmentasi metil kaproat.....	69
Gambar 4.64	Spektra massa metil pelargonat.....	70
Gambar 4.65	Perkiraan pola fragmentasi metil pelargonat.....	70
Gambar 4.66	Spektra massa metil laurat.....	71
Gambar 4.67	Perkiraan pola fragmentasi metil laurat .....	71
Gambar 4.68	Spektra massa metil tridekanoat.....	72
Gambar 4.69	Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat.....	72
Gambar 4.70	Spektra massa metil cis-4-oktenoat.....	73
Gambar 4.71	Perkiraan pola fragmentasi metil cis-4-oktenoat.....	73
Gambar 4.72	Spektra massa metil-10-undekanoat.....	74
Gambar 4.73	Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekanoat .....	74
Gambar 4.74	Spektra massa metil miristat .....	75
Gambar 4.75	Perkiraan pola fragmentasi metil miristat .....	75
Gambar 4.76	Spektra massa metil-15-metilheksadekanoat .....	76
Gambar 4.77	Perkiraan pola fragmentasi metil-15-metilheksadekanoat .....	76
Gambar 4.78	Spektra massa metil oleat.....	77
Gambar 4.79	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	77
Gambar 4.80	Spektra massa metil nonadekanoat .....	78
Gambar 4.81	Perkiraan pola fragmentasi metil nonadekanoat .....	78
Gambar 4.82	Spektra massa metil erukat.....	79
Gambar 4.83	Perkiraan pola fragmentasi metil erukat.....	79

Gambar 4.84 Spektra massa metil lignoserat.....	80
Gambar 4.85 Perkiraan pola fragmentasi metil lignoserat.....	80
Gambar 4.86 Struktur dasar mordenit.....	81

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian.....	92
Lampiran 2 Diagram Alir.....	93
Lampiran 3 Perhitungan.....	96
Lampiran 4 Data Penelitian.....	100
Lampiran 5 Dokumentasi.....	114



## ABSTRAK

Bachtiar, M. Syaifuddin. 2020. **Sintesis dan Karakterisasi KOH/Zeolit Alam Menggunakan Metode Sonikasi sebagai Katalis Pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Variasi Waktu Reaksi**. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Pembimbing II: M. Imamudin Lc, MA.

---

**Kata Kunci:** Katalis Heterogen, KOH/Zeolit Alam, Metil Ester, Sonikasi, Transesterifikasi

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis basa KOH/zeolit alam yang digunakan sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit. Penentuan nilai kebasaaan, struktur dan unsur-unsur yang terkandung dalam katalis hasil sintesis juga telah dipelajari serta uji aktivitasnya pada reaksi transesterifikasi.

Zeolit alam dipreparasi dan diaktivasi dengan larutan NaCl. Penambahan KOH pada zeolit alam dilakukan menggunakan metode sonikasi. Hasil sintesis KOH/Zeolit alam dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur zeolit dan pengembanan KOH. Keberhasilan penambahan KOH juga dianalisis menggunakan XRF dengan menganalisis penambahan unsur K pada zeolit sebelum dan setelah pengembanan KOH. Nilai kebasaaan pada KOH/Zeolit alam dianalisis menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD. KOH/zeolit alam diuji aktivitasnya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan variasi waktu reaksi 1, 2, 3 dan 4 jam. Produk reaksi tersebut dianalisis menggunakan GC-MS.

Analisis XRD menunjukkan bahwa zeolit alam memiliki struktur mordenite. Penambahan KOH pada zeolit alam hanya ditandai dengan menurunnya intensitas puncak mordenit dan tidak ditandai dengan munculnya puncak KOH maupun K<sub>2</sub>O. Keberhasilan pengembanan KOH pada zeolit juga ditandai dengan penambahan unsur K yang dianalisis menggunakan XRF. Nilai kebasaaan KOH/Zeolit alam dari hasil analisis CO<sub>2</sub>-TPD adalah 0,7792 mmol/gram. Uji katalis pada reaksi transesterifikasi yang dilakukan selama 1, 2 dan 4 jam menghasilkan metil ester berupa metil miristat ( $m/z = 74$ ) dan metil oleat ( $m/z = 55$ ). Sedangkan konversi selama 3 jam cenderung menghasilkan senyawa dominan metil palmitat ( $m/z=74$ ) dan metil oleat ( $m/z=55$ ).

## ABSTRACT

Bachtiar, M. Syaifuddin. 2020. **Synthesis and Characterization KOH/Natural Zeolite Using Sonication Method as Catalyst on Palm Oil Transesterification With Reaction Time Variation**. Advisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Advisor II: M. Imamudin Lc, MA.

---

**Keyword:** Heterogeneous Catalyst, KOH/Natural Zeolite, Methyl Ester, Sonication, Transesterification

In this research, a natural KOH / zeolite base catalyst has been synthesized as a heterogeneous catalyst for palm oil transesterification reaction. Determination of basicity value, structure and elements contained in the synthesized catalysts have been studied and their activity tests in transesterification reactions too.

Natural zeolite was prepared and activated with NaCl solution. KOH to natural zeolites addition was carried out using sonication method. KOH / natural zeolite synthesis results were characterized using XRD to determine zeolite structure and KOH development. KOH addition success also analyzed using XRF by analyzing K elements addition to zeolite before and after KOH expansion. KOH / natural zeolite basicity value analyzed using CO<sub>2</sub>-TPD. Activity of KOH / natural zeolite tested as a catalyst in palm oil transesterification reaction with reaction time variation of 1, 2, 3 and 4 hours. The reaction products were analyzed using GC-MS.

XRD analysis shows that natural zeolite has a mordenite structure. KOH to natural zeolites addition only indicated by a decrease in mordenite peaks intensity and not marked by KOH or K<sub>2</sub>O peaks appearance. KOH loading on zeolites success also indicated by K elements addition analyzed using XRF. The basicity value of KOH / natural zeolite from CO<sub>2</sub>-TPD analysis results is 0.7792 mmol / gram. The catalyst test in transesterification reaction was carried out for 1, 2 and 4 hours produced methyl esters in methyl myristate ( $m/z = 74$ ) and methyl oleate ( $m/z = 55$ ) form. Meanwhile, the conversion for 3 hours tended to produce methyl palmitate ( $m/z = 74$ ) and methyl oleate ( $m/z = 55$ ) dominant compounds).

## مستخلص البحث

بختیار، محمد سيف الدين. 2020. توليف وتوصيف KOH / الزيوليت الطبيعي باستخدام طريقة الصوتنة كعامل محفز في الأسترة التحويلية لزيت النخيل مع اختلاف زمن التفاعل. المشرفة الأولى : لؤلؤة الحميدة عليا، الماجستير، المشرف الثاني: محمد إمام الدين، الماجستير

**الكلمات الرئيسية:** محفز غير متجانس، KOH / الزيوليت الطبيعية، إستر الميثيل، الصوتنة، الأسترة التحويلية

في هذا البحث، أجرى الباحث محفز الزيوليت الطبيعي والذي يستخدم به كمحفز غير متجانس لتفاعل الأسترة التحويلية لزيت النخيل. كما تمت دراسة تحديد القاعدية والبنية والعناصر الموجودة في المحفز المركب واختبار نشاطه في تفاعل الأسترة التحويلية.

تحضير الزيوليت الطبيعي وتنشيطه بمحلول كلوريد الصوديوم. وإجراء إضافة KOH إلى الزيوليت الطبيعي باستخدام طريقة الصوتنة. وتوصيف نتائج التوليف الطبيعي لـ KOH / الزيوليت الطبيعية باستخدام XRD لتحديد بنية الزيوليت وتطور KOH. وتحليل نجاح إضافة KOH باستخدام XRF من خلال تحليل إضافة العنصر K إلى الزيوليت قبل وبعد إضافة KOH. وأما تحليل القيمة الأساسية لـ KOH / الزيوليت الطبيعية باستخدام CO<sub>2</sub>-TPD. اختبار تنشيط KOH / الزيوليت الطبيعية كمحفز في تفاعل الأسترة التحويلية لزيت النخيل مع اختلاف زمن التفاعل بمقدار 1 و 2 و 3 و 4 ساعات. وتحليل نواتج التفاعل باستخدام GC-MS.

يوضح تحليل XRD أن الزيوليت الطبيعي له بنية موردينييت. تشير إضافة KOH إلى الزيوليت الطبيعي فقط من خلال انخفاض في شدة قمم موردينييت ولم يتم تمييزها بظهور قمم KOH أو K<sub>2</sub>O. يشير أيضاً نجاح إضافة KOH إلى الزيوليت من خلال إضافة عناصر K التي يحللها XRF. القيمة الأساسية لـ KOH / الزيوليت الطبيعية من تحليل CO<sub>2</sub>-TPD هي 0.7792 مليمول / جرام. أنتج اختبار المحفز في تفاعل الأسترة التحويلية لمدة 1 و 2 و 4 ساعات استرات الميثيل على شكل ميثيل ميريسينات (74 = z/m) وميثيل أوليات (55 = z/m). بينما التحويل لمدة 3 ساعات يميل إلى إنتاج المركبات السائدة من ميثيل بالمينات (74 = z/m) وميثيل أوليات (55 = z/m).

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pemakaian minyak bumi sebagai sumber bahan bakar minyak khususnya diesel atau solar cenderung mengalami peningkatan. Keadaan ini mempengaruhi ketersediaan cadangan minyak bumi yang semakin berkurang dan pada waktu tertentu akan habis terkonsumsi. Pengembangan energi alternatif yang terbarukan perlu dilakukan sebagai langkah preventif untuk mencegah terjadinya krisis minyak bumi (Syah, 2006). Allah berfirman dalam Surat Shad ayat 29 sebagai berikut:

كِتَابٌ أَنْزَلْنَاهُ إِلَيْكَ مُبَارَكٌ لِيَدَّبَّرُوا آيَاتِهِ وَلِيَتَذَكَّرَ أُولُو الْأَلْبَابِ

*Artinya: “Kitab (Al-Qur’an) yang Kami turunkan kepadamu penuh dengan berkah agar mereka menghayati ayat-ayatnya dan agar orang-orang yang berakal sehat mendapat pelajaran” (Q.S. Shad: 29).*

Muhammad Quraish Shihab dalam Tafsir Al-Misbah menyebutkan bahwa kitab yang Allah turunkan kepada Nabi Muhammad saw. penuh dengan manfaat. Orang-orang yang memiliki hati yang jernih dan berakal sehat dapat mengambil pelajaran yang sangat berharga dari ayat-ayat Al-Qur’an jika mereka mampu memahami secara mendalam. Pemahaman yang matang dari ayat-ayat Al-Qur’an dapat menghantarkan pada pengembangan energi alternatif yang dapat menunjang mobilitas umat manusia dimana energi konvensional perlahan mulai berkurang ketersediaannya.

Energi alternatif yang sudah banyak berkembang berasal dari tanaman penghasil minyak seperti kelapa sawit (Yustira, dkk. 2015; Intarapong, dkk. 2013;

Kusuma, dkk. 2013; dan Noiroj, dkk. 2009). Minyak kelapa sawit merupakan salah satu sumber energi alternatif untuk memenuhi kebutuhan energi yang semakin meningkat. Keunggulan minyak kelapa sawit adalah memiliki kandungan asam lemak yang tinggi dan dapat dikonversi menjadi biodiesel (metil ester) melalui reaksi transesterifikasi (Usman, dkk. 2009).

Transesterifikasi merupakan reaksi bolak-balik yang relatif lambat. Proses pengadukan yang baik, penambahan katalis dan pemberian reaktan berlebih dilakukan untuk mempercepat jalannya reaksi dan meningkatkan hasil agar reaksi bergeser ke produk (Aziz, dkk. 2012). Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan penambahan katalis homogen (Borges, dkk. 2014) atau katalis heterogen (Intarapong, dkk. 2013). Penelitian Borges, dkk (2014) melaporkan proses transesterifikasi minyak nabati dengan katalis homogen dapat mengkonversi biodiesel hingga 93%. Namun katalis homogen memiliki banyak kelemahan, diantaranya adalah fasa yang sama antara reaktan dan katalis yang menyebabkan pemisahan *yield* yang rumit sehingga biaya produksi menjadi lebih mahal, reaksi samping hidrolisis dan saponifikasi mengurangi hasil optimum dari biodiesel, katalis yang tidak dapat digunakan kembali dan tidak ramah lingkungan karena tingginya jumlah limbah yang dihasilkan (Noiroj, dkk. 2009).

Katalis heterogen merupakan salah satu alternatif untuk mengatasi kelemahan katalis homogen. Katalis ini memiliki kelebihan diantaranya mudah dipisahkan, memiliki aktivitas katalis yang tinggi, stabil pada suhu tinggi, murah dan lebih ramah lingkungan (Taslim, dkk. 2017; Chouhan dan Sarma, 2011). Selain itu, penggunaannya tidak menimbulkan reaksi samping saponifikasi dan dapat digunakan kembali (Intarapong, dkk. 2013). Salah satu katalis heterogen yang telah

banyak digunakan dalam reaksi transesterifikasi yaitu zeolit. Zeolit adalah kristal aluminasilikat dengan struktur tiga dimensi yang membentuk pori-pori yang seragam (Kusuma, dkk. 2013). Zeolit terbagi menjadi dua yaitu zeolit sintetis (Xie, dkk 2007; Noiroj, dkk. 2009; dan Ma, dkk. 2014) dan alam (Kusuma, dkk. 2013; Intarapong, dkk. 2013; dan Dianursanti, dkk. 2017).

Karakteristik katalis heterogen seperti zeolit, memegang peranan penting dalam reaksi transesterifikasi. Modifikasi katalis tersebut pada sifat keasaman maupun kebasaan dapat mempengaruhi aktivitas katalitiknya dalam memproduksi biodiesel (metil ester). Reaksi transesterifikasi dapat terjadi disebabkan oleh situs aktif yang berkaitan dengan sifat asam dan basa. Penggunaan katalis heterogen basa lebih banyak memiliki keunggulan dibandingkan dengan katalis asam dimana katalis basa memberikan peningkatan aktivitas katalitik yang tinggi walaupun pada suhu rendah. Peningkatan tersebut disebabkan terbentuknya ion metoksida pada situs aktif katalis yang dapat menyerang gugus karbonil pada trigliserida (Nugraha, 2017). Aktivitas katalitik dari basa lebih tinggi daripada asam dan katalis asam lebih korosif sehingga katalis basa lebih dipilih dan sering dipergunakan daripada katalis asam (Xie, dkk. 2007).

Xie, dkk. (2007) melaporkan transesterifikasi minyak kedelai yang dilakukan selama 8 jam menggunakan katalis KOH/NaX sintetis menghasilkan konversi metil ester hingga 86.53%. Noiroj, dkk. (2009) melaporkan *yield* biodiesel hasil transesterifikasi 2 jam minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/NaY sintetis hingga 91.07%. Konversi biodiesel hingga 89.53% telah dilaporkan Ma, dkk (2014) melalui proses transesterifikasi *Chlorella vulgaris microalgae* menggunakan katalis KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> selama 5 jam.

Katalis heterogen KOH/zeolit alam juga banyak digunakan pada proses transesterifikasi. Dianursanti, dkk. (2017) melaporkan hasil transesterifikasi *microalgae* dengan katalis KOH/zeolit alam Lampung selama 3 jam mencapai 88.13%. Sedangkan Kusuma, dkk. (2013) melaporkan *yield* biodiesel hingga 95.09% didapat dengan transesterifikasi selama 2 jam minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/zeolit alam. Pada penelitian lain, Intarapong, dkk. (2013) melaporkan konversi metil ester yang tinggi hingga 96.7% melalui transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/mordenit selama 3 jam.

Katalis heterogen KOH/zeolit alam merupakan katalis hasil pengembangan basa kalium hidroksida terhadap zeolit untuk meningkatkan sifat-sifat dasar zeolit agar reaksi transesterifikasi berjalan dengan optimal. Pengembangan akan menghasilkan distribusi KOH secara merata sehingga terjadi distribusi situs aktif dan perluasan area spesifik sistem katalis secara keseluruhan pada permukaan zeolit (Intarapong, dkk. 2013). Jika zeolit digunakan pada proses katalitik maka akan terjadi difusi molekul ke dalam ruang kosong antar kristal dan reaksi kimia juga terjadi di permukaan zeolit (Majid, dkk. 2012).

Metode sonikasi dikembangkan untuk pengembangan KOH pada zeolit untuk mengatasi kelemahan metode impregnasi. Metode ini memanfaatkan radiasi ultrasonik dengan frekuensi tertentu terhadap sistem. Kekuatan radiasi ultrasonik digunakan untuk meningkatkan laju reaksi dan memfasilitasi reaksi yang tidak bisa terjadi dalam kondisi normal. Selain itu, distribusi/penyebaran nanopartikel lebih seragam, luas permukaan yang lebih besar, stabilitas termal dan fase kemurnian yang lebih baik (Jabbarnezhad, dkk. 2014; Rusdiana, dkk. 2018). Keunggulan lain

dari metode sonikasi yaitu titik equilibrium dapat dicapai dalam rentang waktu yang singkat pada temperatur ruang (Pukale, dkk. 2015). Satatariksa (2018) melaporkan transesterifikasi metil ester (biodiesel) selama 6 jam menggunakan katalis KOH/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dari hasil impregnasi basah, hidrotermal, dan sonikasi. Masing-masing metode berhasil mengkonversi metil ester sebesar 77.81%; 77.21%; dan 80.49%. Penelitian tersebut memberikan informasi bahwa pengembangan terbaik dari tiga metode tersebut adalah metode sonikasi.

Katalis hasil sonikasi digunakan dalam pembuatan biodiesel dalam rentang waktu tertentu. Kusuma, dkk (2011) melaporkan *yield* biodiesel didapatkan melalui variasi waktu reaksi 1-4 jam dan didapatkan kondisi optimum waktu reaksi transesterifikasi selama 2 jam sebesar 96,44%. Selanjutnya terjadi penurunan *yield* biodiesel seiring bertambahnya waktu reaksi. Pada penelitian lain, Taslim, dkk (2017) melaporkan bahwa konversi biodiesel sebesar 98,71% terjadi pada waktu reaksi optimum 2 jam dari rentang 1,5 jam sampai 3,5 jam. *Yield* biodiesel mengalami penurunan setelah waktu reaksi 2 jam karena reaksi transesterifikasi bersifat *reversible* (bolak-balik) sehingga menghasilkan asam lemak dan akan mengurangi *yield* biodiesel.

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui waktu reaksi terbaik pada reaksi transesterifikasi metil ester dari minyak kelapa sawit dan metanol dengan bantuan katalis KOH/zeolit alam yang disintesis dengan metode sonikasi pada variasi waktu transesterifikasi 1, 2, 3 dan 4 jam. Katalis KOH/zeolit hasil sonikasi dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui seberapa banyak KOH yang berhasil diimbangkan ke dalam zeolit alam dan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa dari katalis KOH/zeolit alam. Informasi tentang kemampuan



adsorpsi dan desorpsi katalis terhadap zat yang berpengaruh terhadap reaksi dapat diperoleh menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD (*Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption*). Katalis KOH/zeolit alam yang telah dikarakterisasi kemudian diuji aktivitasnya pada pembuatan biodiesel melalui proses transesterifikasi minyak kelapa sawit:metanol (1:15). Biodiesel yang dihasilkan selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) untuk mengetahui komponen-komponen hasil konversi biodiesel dari minyak kelapa sawit.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik katalis KOH/zeolit alam hasil pengembangan menggunakan metode sonikasi?
2. Berapa *yield* biodiesel yang dihasilkan dari hasil transesterifikasi menggunakan katalis KOH/zeolit alam?

## 1.3 Tujuan Penelitian

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

1. Mengetahui karakteristik katalis KOH/zeolit alam hasil pengembangan menggunakan metode sonikasi.
2. Mengetahui *yeild* biodiesel yang dihasilkan dari hasil transesterifikasi menggunakan katalis KOH/zeolit alam.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Minyak kelapa sawit yang digunakan adalah minyak kelapa sawit bermerek dagang X (minyak kelapa sawit komersil yang telah diolah).
2. Zeolit alam yang digunakan adalah zeolit alam Bandung.
3. Konsentrasi KOH sebesar 20% dari berat zeolit alam.
4. Metode sintesis yang digunakan adalah sonikasi.
5. Jumlah katalis KOH/zeolit alam 3 gram untuk transesterifikasi.
6. Karakterisasi katalis KOH/zeolit alam menggunakan XRF, XRD dan CO<sub>2</sub>-TPD.
7. Karakterisasi biodiesel menggunakan GC-MS.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

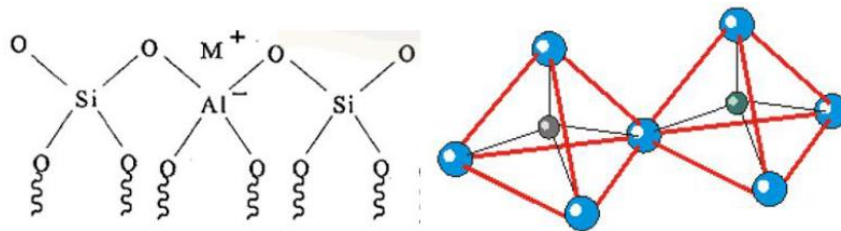
Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan potensi dan kualitas biodiesel untuk bahan bakar kendaraan bermotor sebagai pengganti bahan bakar fosil yang ketersediaannya semakin menipis.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Karakteristik Zeolit Alam

Zeolit adalah kristal aluminasilikat bertaut silang yang memiliki kerangka tiga dimensi terdiri dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang dihubungkan oleh atom oksigen sehingga membentuk kerangka tiga dimensi berongga terbuka yang terisi ion-ion logam didalamnya. Ion-ion logam tersebut biasanya adalah  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  yang mengimbangi muatan-muatan negatif di dalam zeolit. Rongga tiga dimensi membentuk cekungan yang saling terhubung dan setiap jenis zeolit memiliki struktur aluminasilikat yang berbeda (Elaiopoulos, dkk. 2010).



Gambar 2.1 Struktur dasar zeolit (Chasanah, 2017).

Secara umum, zeolit terbagi menjadi zeolit sintetis dan zeolit alam. Zeolit alam digunakan sebagai pengemban karena mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi, stabil terhadap temperatur tinggi, mempunyai porositas yang luas, serta menyebabkan katalis tidak mudah menggumpal. Selain harganya murah, kelebihan zeolit alam sebagai pengemban antara lain memiliki stabilitas termal yang tinggi, struktur kristalnya berpori, luas permukaan yang besar dan keberadaannya melimpah (Yustira, dkk. 2015). Ketersediaan zeolit alam yang sangat banyak

merupakan bukti keesaan Allah swt yang termaktub dalam Al-Qur'an Surat Al-Jatsiyah ayat 3 yang berbunyi:

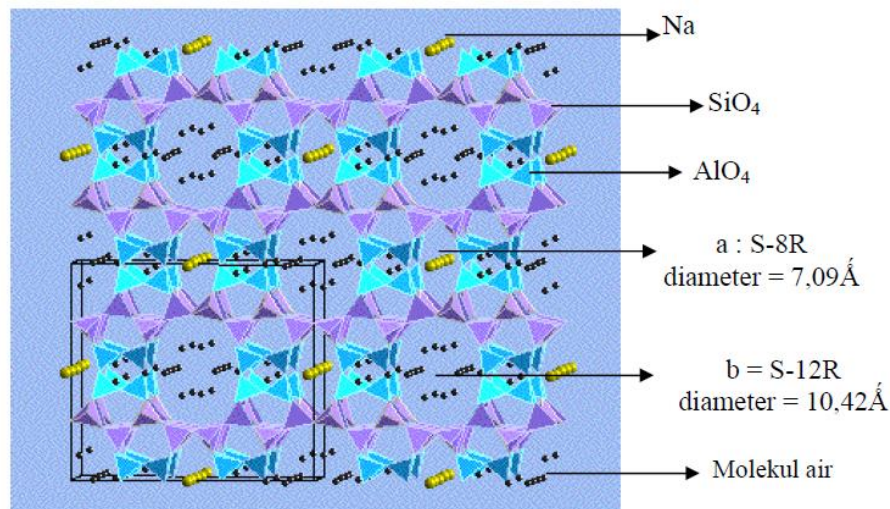
إِنَّ فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ لَآيَاتٍ لِّلْمُؤْمِنِينَ

*Artinya: "Sungguh, pada langit dan bumi benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi orang-orang mukmin" (Q.S. Al-Jatsiyah: 3).*

Imam as-Suyuthi dalam kitab Tafsir Jalalain menjelaskan penciptaan keduanya (langit dan bumi) serta segala yang ada didalamnya adalah bukti (tanda-tanda) bahwa Allah Maha Pencipta lagi Maha Kuasa. Hal ini menunjukkan bahwa Allah swt satu-satunya Tuhan yang wajib disembah bagi orang-orang yang beriman (untuk kaum yang meyakini Keesaan Allah swt). Ayat ini menjelaskan manfaat penciptaan langit, bumi dan isinya dapat diambil oleh orang beriman yang percaya bahwa tidak ada zat yang dapat menciptakan semua itu kecuali Allah swt. dengan cara memperhatikan tanda-tanda kekuasaan Allah swt. yang ada di langit dan di bumi serta mempercayai Al-Qur'an benar-benar wahyu Allah swt. yang diturunkan kepada Rasulullah saw. agar diterapkan dalam kehidupan mukmin sebagai pemandu jalan menuju akhirat. Salah satu tanda kekuasaan Allah swt. adalah bebatuan zeolit alam yang jumlahnya sangat melimpah yang jika dimanfaatkan dengan maksimal dapat menghasilkan nilai ekonomi yang lebih tinggi. Oleh karena itu, sebagai mukmin yang beriman dan berakal sudah seharusnya mempelajari dan mengimplementasikan Al-Qur'an dalam kehidupan sehari-hari.

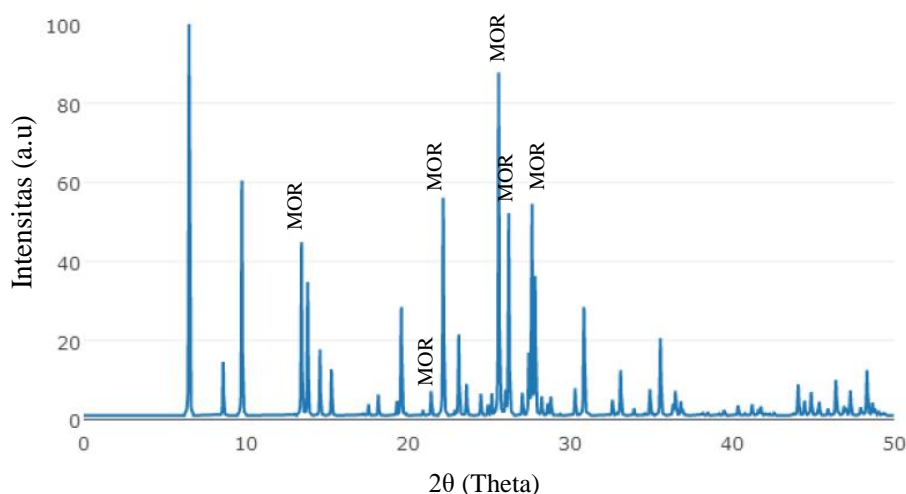
Salah satu jenis zeolit alam yang banyak dijumpai di Indonesia adalah mordenit. Mordenit mempunyai rumus kimia  $\text{Na}_8(\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}) \cdot 22\text{H}_2\text{O}$  dan memiliki pori besar sekitar 7 Å. Saluran dan rongga mordenit mampu digunakan sebagai katalisator, penukar ion dan adsorben. Mordenit termasuk zeolit berpori besar yang

tersusun dari 12 cincin sehingga dapat mengadsorpsi molekul berantai lurus, siklik maupun cabang. Stabilitas termal yang tinggi dari mordenit mampu untuk mempertahankan strukturnya sampai temperatur 800-900°C (Dyer, 1988).



Gambar 2.2 Struktur mordenit dalam ruang tiga dimensi a) rongga S-8R ditempati oleh logam alkali dan b) rongga kedua S-12R ditempati oleh molekul air (Suminta, S. 2005).

Gambar 2.2 menunjukkan struktur mordenit dalam ruang tiga dimensi. Mordenit memiliki jumlah atom Al = 8, Si = 40 dan O = 96 serta grup ruang Cmc No. 63 dengan kisi Bravais *base-centered* ortorombik. Zeolit ini mempunyai sifat *moleculer-sieving* (penyaring molekul). Struktur sangkar mordenit memiliki kelas SBU: 5-1 yang terdiri dari 2 rongga utama. Rongga pertama dibatasi oleh 8 oksigen (S-8R) berdiameter 7.09 Å yang ditempati oleh logam alkali dan alkali tanah (K > Ca > Fe > Mg > Na > Mn). Sedangkan rongga kedua dibatasi oleh 12 oksigen (S-12R) berdiameter 10.42 Å yang ditempati oleh molekul air (Suminta, 2005).



Gambar 2.3 Difraktogram XRD mordenit teraktivasi (Chasanah, 2017).

Gambar 2.3 menunjukkan hasil aktivasi mordenit secara kimia menggunakan aktivator HCl 6 M dan aktivasi secara fisika dengan pemanasan suhu 550 °C. Data difraktogram pada Gambar 2.3 menunjukkan puncak-puncak khas mordenit teraktivasi pada sudut  $2\theta = 13,44^\circ; 21,85^\circ; 22,19^\circ; 25,58^\circ; 26,19^\circ$  dan  $27,61^\circ$ .

Aktivasi zeolit dilakukan untuk mengurangi keberadaan pengotor dan memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya (Kurniasari, dkk. 2011). Aktivasi zeolit juga difungsikan untuk memodifikasi sifat-sifat zeolit seperti luas permukaan dan keasaman. Peningkatan luas permukaan dan keasaman akan menyebabkan aktifitas katalisis dari zeolit meningkat. (Lestari, 2010).

Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan secara fisika maupun kimia. Aktivasi secara fisika dilakukan dengan mengecilkan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori dan memperluas permukaan. Sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan dengan memakai bahan kimia (Ertan, 2005). Beberapa keuntungan aktivasi secara kimia antara lain dapat mengontrol ukuran

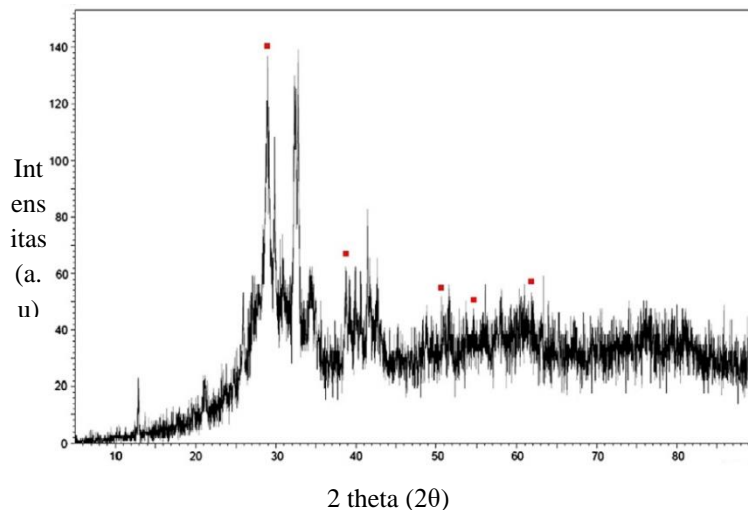
pori, memerlukan temperatur yang rendah dan menghasilkan *yield* yang lebih tinggi (Rodenas, dkk. 2003). Aktivator yang digunakan sebagai pengaktif biasanya bersifat mengikat molekul air seperti asam klorida, (HCl), natrium klorida (NaCl), kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ), magnesium klorida ( $\text{MgCl}_2$ ), seng klorida ( $\text{ZnCl}_2$ ), natrium hidroksida (NaOH), kalsium karbonat ( $\text{Ca}(\text{CO}_2)$ ), asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), asam pospat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) dan kalsium dipospat ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) (Kirk dan Othmer, 1978).

Salah satu bahan kimia yang sering digunakan sebagai aktivator adalah NaCl. NaCl merupakan aktivator yang tidak berbahaya, tidak beracun, mudah didapat dan harganya ekonomis (Nurhayati, dkk. 2018). Selain itu, harganya lebih murah dibandingkan garam-garam lainnya dan tidak menimbulkan pencemaran lingkungan (Hartini, 2014). NaCl digunakan sebagai aktivator pada zeolit alam untuk meningkatkan kinerjanya sebelum disintesis. Aktivasi zeolit dilakukan dengan perendaman di dalam larutan NaCl sampai zeolit terjenuhkan. Diasumsikan seluruh kation dalam zeolit tergantikan oleh ion  $\text{Na}^+$  saat proses aktivasi. Kation-kation tersebut merupakan spesi yang mudah bergerak tetapi mobilitasnya tergantung pada ekivalensi muatannya. Ion  $\text{Na}^+$  merupakan kation monovalen dengan ikatan elektrostatik lemah yang mudah bergerak sehingga sangat mudah ditukarkan dengan kation lain (Oliveira dan Rubio, 2007).

## **2.2 Pengembanan KOH Pada Zeolit Alam**

Karakteristik katalis mempengaruhi aktivitas dan selektivitas katalis dimana karakteristik tersebut bergantung pada metode preparasinya. Modifikasi katalis dapat meningkatkan sifat keasaman maupun kebasaan sehingga meningkatkan aktivitas dan katalitik katalis. Sifat keasaman dan kebasaan katalis berkaitan dengan

situs aktif yang menyebabkan reaksi dapat terjadi. Akan tetapi, ukuran pori, luas permukaan dan struktur katalis juga menjadi faktor yang saling terkait dengan sifat asam dan basa katalis (Nugraha, 2017).



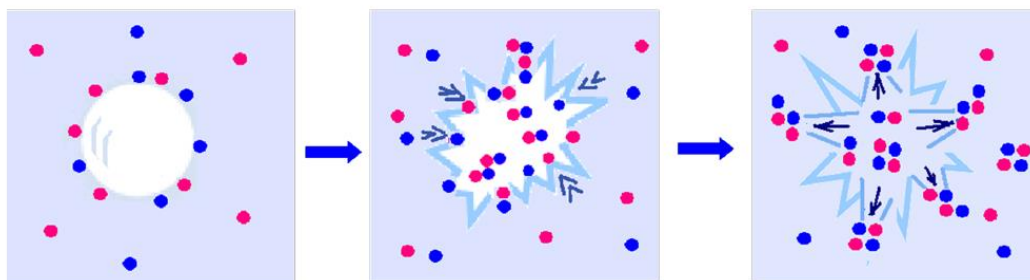
Gambar 2.4. Spektra XRD KOH/zeolit alam. Keterangan:  $\blacksquare$  = fase  $K_2O$  (Kusuma, dkk. 2013).

Gambar 2.4. Menggambarkan spektra XRD katalis KOH/zeolit alam dari hasil modifikasi. Fase  $K_2O$  dapat diobservasi pada sudut Bragg ( $2\theta$ ) =  $3^\circ$ ,  $39^\circ$ ,  $51^\circ$ ,  $55^\circ$  dan  $62^\circ$ . KOH yang diembankan ke permukaan zeolit ditransformasikan menjadi  $K_2O$  selama proses kalsinasi. Kalium oksida ( $K_2O$ ) berperan penting selama transesterifikasi metil ester karena memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Seiring dengan semakin besarnya konsentrasi KOH dalam zeolit, maka semakin banyak pula gugus  $K_2O$  yang terbentuk sehingga meningkatkan tingkat kebasahan dari katalis (Kusuma, 2011).

Pengembangan KOH pada zeolit alam bisa dilakukan menggunakan metode impregnasi basah, hidrotermal dan sonikasi (Falah, 2018). Metode sonikasi memiliki efek kimia dan fisika dalam sistem reaksi. Efek kimia yang ditimbulkan dari fenomena kavitasi pada cairan menghasilkan berbagai radikal seperti  $OH\cdot$  dan



H• selama ketidakstabilan gelembung (*bubble collapse*). Sedangkan efek fisika yang terjadi berdasarkan pusaran mikro yang dihasilkan karena gerak radial gelembung yang mengarah ke pencampuran dari fasa cairan/padatan yang tidak saling bercampur di dalam reaksi (Korkut dan Bayramoglu, 2016).



Gambar 2.5. Proses kavitasi ultrasonik (Kiel, dkk. 2012).

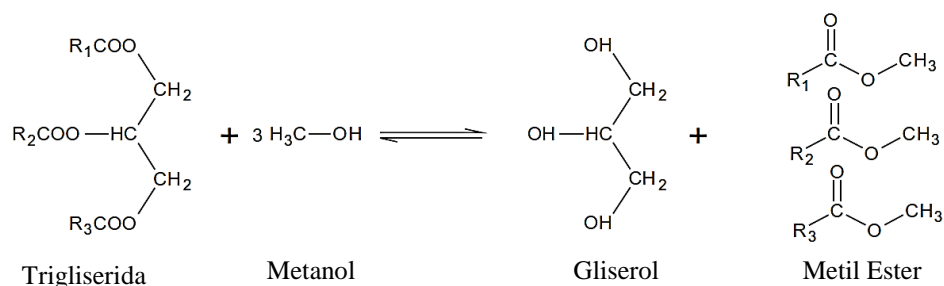
Proses sonikasi dilakukan menggunakan gelombang ultrasonik pada rentang frekuensi 20 kHz sampai 10 MHz dengan cara ditembakkan ke dalam medium cair untuk menghasilkan gelembung kavitasi. Pada Gambar 2.5 menunjukkan bahwa energi yang diberikan gelombang ultrasonik akan menggetarkan partikel dalam medium hingga bisa memecah ikatan antar molekul yang dapat membuat partikel berukuran nano. Gelombang ultrasonik dapat menimbulkan kavitasi akustik bila berada dalam medium cair. *Bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung) yaitu pecahnya gelembung kecil akibat suara akan terjadi selama proses kavitasi mengakibatkan terjadinya peristiwa *hotspot* yang melibatkan energi yang sangat tinggi. Hotspot adalah pemanasan lokal secara intens sekitar 5000 K bertekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginan terjadi sangat cepat yaitu  $10^{10}$ K/s (Suslick dan Price, 1999).

Falah (2018) memodifikasi katalis KOH dan zeolit alam menggunakan metode sonikasi dengan gelombang ultrasonik pada 43 kHz selama 10 menit. Efek

kavitasi yang ditimbulkan dari gelombang ultrasonik dapat menjadikan proses modifikasi berlangsung lebih cepat dibandingkan dengan metode lain seperti perendaman biasa atau *refluks*. Selain itu, kelebihan lain dari metode sonikasi adalah dapat berlangsung pada suhu yang rendah.

### 2.3 Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit

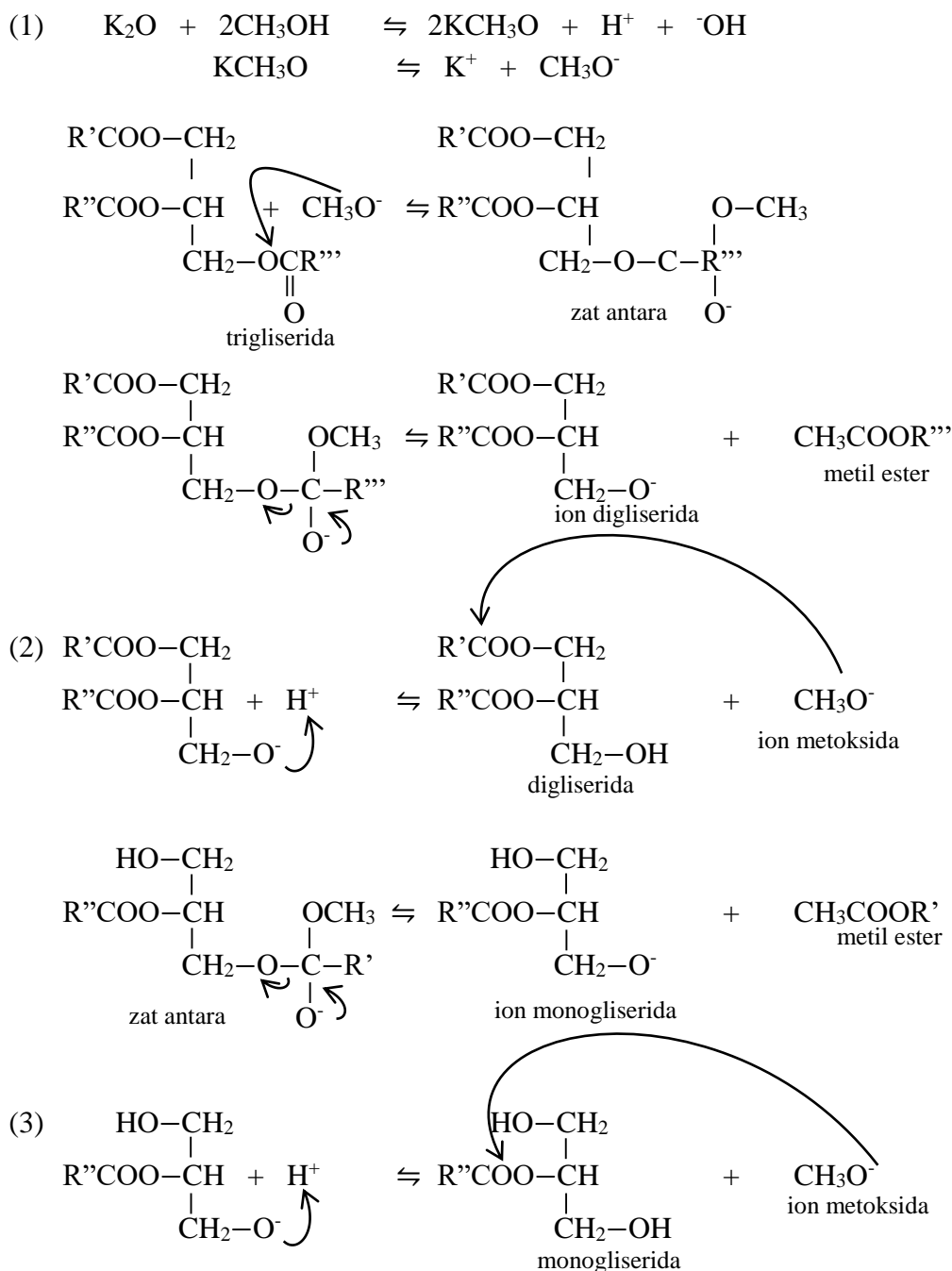
Pembuatan biodiesel (metil ester) dari minyak kelapa sawit dapat dilakukan melalui proses transesterifikasi. Transesterifikasi adalah sebuah reaksi dimana minyak tumbuhan atau hewan direaksikan dengan alkohol menggunakan bantuan katalis untuk membentuk *Fatty Acid Methyl Ester (FAME)* dan gliserol sebagai produk samping. Alkohol yang biasa digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah metanol dan etanol. Metanol merupakan jenis alkohol yang sering digunakan karena lebih reaktif daripada etanol. Selain itu, metanol salah satu jenis alkohol yang sering digunakan karena ketersediaannya yang melimpah, dan nilai setana yang tinggi (Noiroj, dkk. 2009). Reaksi transesterifikasi minyak dan metanol dengan bantuan katalis ditunjukkan pada Gambar 2.6:

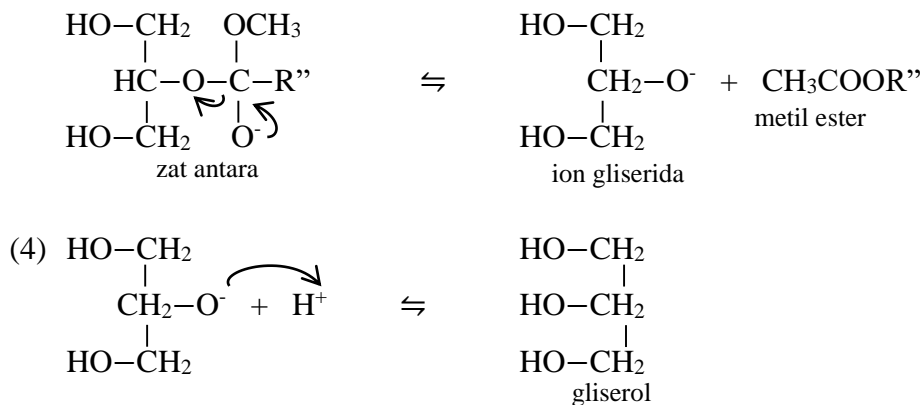


Gambar 2.6 Reaksi transesterifikasi metil ester (Pukale, dkk. 2015).

Secara umum, faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah katalis, pengadukan, suhu, waktu reaksi dan perbandingan pereaksi (Sibarani, 2007). Reaksi transesterifikasi berlangsung pada rentang suhu kamar

sampai mendekati titik didih metanol. Suhu yang semakin tinggi akan menyebabkan metanol menguap sehingga mengurangi rasio mol minyak dan metanol untuk pembuatan biodiesel yang berdampak pada berkurangnya *yield* biodiesel yang dihasilkan (Liu, dkk. 2008). Berikut adalah mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis KOH/zeolit alam:





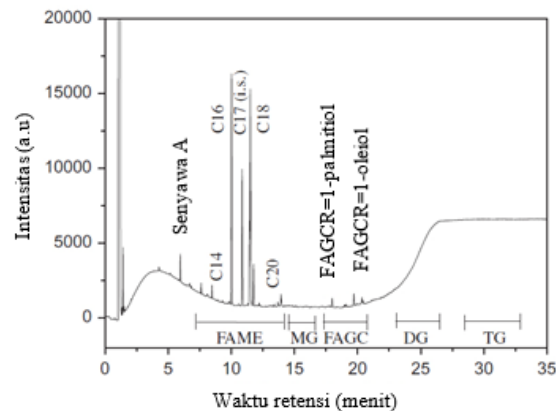
Gambar 2.7 Mekanisme reaksi transesterifikasi (Kusuma, dkk. 2013).

Senyawa metil ester terbentuk melalui reaksi transesterifikasi yang diawali dari proses pembentukan ion metoksida dari metanol dengan sisi aktif katalis KOH/zeolit alam. Karbonil pada trigliserida diserang ion metoksida yang sangat reaktif kemudian akan terbentuk zat antara tetrahedral. Ion oksida sangat reaktif menyebabkan zat antara tetrahedral untuk mengalami penataan ulang yang akan mengarahkan pada pembentukan ion digliserida dan satu molekul metil ester. Selanjutnya, digliserida memungkinkan untuk bereaksi dengan ion metoksida untuk dapat menghasilkan ion monogliserida dan satu buah molekul metil ester. Tahap terakhir pada mekanisme reaksi adalah Ion metoksida menyerang monogliserida sehingga terbentuk metil ester dan gliserol (Elyana, 2016).

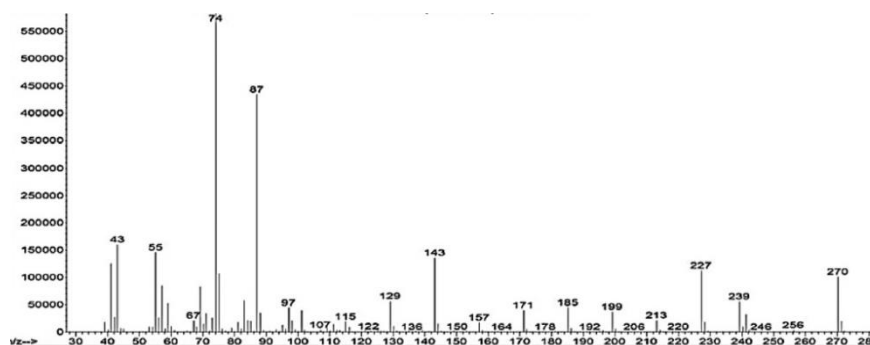
#### 2.4 Karakterisasi Hasil Reaksi Transesterifikasi Metil Ester Menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*)

Instrumentasi GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) digunakan untuk menentukan komponen-komponen dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit. Metode GC-MS dapat menyeleksi jenis-jenis metil ester berdasarkan berat atau muatannya. Zhang, dkk (2010) dan Maulidiyah, dkk

(2017) melakukan penelitian tentang kandungan metil ester dari hasil transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan GC-MS yang hasilnya akan dibandingkan dengan standar referensi dari GC-MS. Hasil kromatogram metil ester hasil transesterifikasi minyak kelapa sawit tersaji pada Gambar 2.8:



Gambar 2.8 Kromatogram gas metil ester dari minyak kelapa sawit. Keterangan: FAME: Asam lemak metil ester; MG: Monogliserida; FAGC: Asam lemak gliserol karbonat; DG: Digliserida; dan TG: Trigliserida (Zhang, dkk. 2010).



Gambar 2.9 Spektrum massa metil palmitat (Maulidiyah, dkk. 2017).

Pada Gambar 2.9 menunjukkan hasil instrumentasi GC-MS tentang analisa spektrum massa metil palmitat. Fragmentasi metil palmitat pada  $m/z$  270 dari ion molekul  $C_{17}H_{34}O_2^+$ . Kemudian ion molekul  $C_{17}H_{34}O_2^+$  terfragmentasi dengan melepas radikal  $C_3H_7$  (metoksil) membentuk fragmentasi  $C_{14}H_{27}O_2^+$  pada  $m/z$  227. Namun puncak dasar terkuat berasal dari  $C_3H_6O_2^+$  memiliki kelimpahan relatif tinggi karena mengalami penataan ulang *McLafferty*.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Pelaksanaan Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2019 – Juni 2020 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam (UIN) Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang (LSUM) dan Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (LSIH) Universitas brawijaya, Unit Layanan Laboratorium Analisa Kimia Pusat Penelitian LIPI.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, *magnetic stirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven, corong pisah, botol akuades, pH universal, *furnace*, keramik krusibel, ayakan 200 mesh, seperangkat alat penyaring vakum, sonikator (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption* (CO<sub>2</sub>-TPD) dan *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer* (GC-MS).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan adalah zeolit alam, kalium hidroksida pro analis (KOH p.a, Merck), natrium klorida pro analis (NaCl p.a, Merck), minyak

kelapa sawit komersil, metanol pro analis ( $\text{CH}_3\text{OH}$  p.a, Merck), natrium sulfat anhidrat pro analis ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), kertas saring dan akuades.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat deskriptif meliputi karakterisasi zeolit alam teraktivasi dan karakterisasi hasil pengembanan KOH terhadap zeolit alam melalui metode sonikasi menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi mineral dan XRD yang digunakan untuk mengetahui kristalinitas KOH/zeolit alam. Sedangkan kemampuan adsorpsi dan desorpsi katalis terhadap zat yang berpengaruh terhadap reaksi dapat dilakukan dengan karakterisasi menggunakan  $\text{CO}_2$ -TPD. Kemudian katalis KOH/zeolit alam diaplikasikan dalam pembuatan metil ester (biodiesel) pada transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan variasi waktu reaksi transesterifikasi 1, 2, 3 dan 4 jam dengan suhu konstan  $60\text{ }^\circ\text{C}$  dan katalis 20% KOH/zeolit alam sebanyak 3 gram untuk proses transesterifikasi. Perbandingan rasio mol metanol:minyak kelapa sawit sebesar 15:1. Hasil reaksi transesterifikasi yang dibantu oleh katalis KOH/zeolit alam dikarakterisasi menggunakan GC-MS untuk menentukan struktur kimia dari metil ester berdasarkan perhitungan massa dari molekul tersebut dan pola fragmentasinya

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam menggunakan natrium klorida.
2. Pengembanan katalis KOH 20% ke dalam pengembanan zeolit alam dengan metode sonikasi.
3. Karakterisasi zeolit alam, zeolit teraktivasi dan katalis KOH/zeolit alam menggunakan XRF, XRD dan  $\text{CO}_2$ -TPD.

4. Reaksi transesterifikasi metanol:minyak kelapa sawit 15:1 dengan katalis KOH/zeolit alam hasil pengembangan menggunakan metode sonikasi.
5. Karakterisasi metil ester dari transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan GC-MS.
6. Analisis data.

### **3.5 Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam**

Sampel zeolit alam dihaluskan dan diayak hingga berukuran 200 dan 230 mesh. Selanjutnya zeolit alam ditimbang sebanyak 30 gram dan ditambahkan 600 ml natrium klorida (NaCl) 2 M. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu 70 °C (Lin, dkk. 2013). Filtrat dipisahkan dari residu lalu dicuci dengan akuades. Setelah itu dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Kusuma, dkk. 2013). Zeolit teraktivasi dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.

#### **3.5.2 Pengembangan KOH Pada Zeolit Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi**

Modifikasi katalis dibuat dengan cara merendam 30 gram zeolit teraktivasi ke dalam 20% larutan KOH dari berat zeolit (dilarutkan 6 gram KOH ke dalam 30 ml akuades). Proses tersebut dilakukan pada suhu kamar selama 24 jam di dalam gelas beaker dibantu dengan *magnetic stirrer* (Intarapong, dkk. 2013). Modifikasi katalis dilakukan dalam *batch sonicator* selama 1 jam. Kemudian, katalis KOH/zeolit alam disaring untuk dipisahkan dari filtrat. Katalis KOH/zeolit alam yang tertahan di kertas saring dikeringkan dalam oven bersuhu 110 °C selama 24



jam untuk menghilangkan kadar air dan dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Kusuma, dkk. 2013).

### **3.6 Karakterisasi Katalis**

#### **3.6.1 Karakterisasi Zeolit Alam dan Zeolit Teraktivasi Menggunakan XRF (X-Ray Fluorescence)**

Karakterisasi menggunakan XRF bertujuan untuk mengetahui unsur dan konsentrasinya di dalam zeolit alam, zeolit teraktivasi dan katalis KOH/zeolit alam. Sampel tersebut ditambahkan agen pengikat. Selanjutnya dihaluskan dan dipress menggunakan *hydraulic press fused beads* lalu diletakkan dalam *sample holder*.

#### **3.6.2 Karakterisasi Zeolit Alam, Zeolit Teraktivasi dan KOH/Zeolit Alam Menggunakan XRD (X-Ray Diffraction)**

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk menyelidiki struktur dan kristalinitas sampel. Sampel tersebut dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan cetakan. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari sinar-X dengan radiasi monokromator Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$  dengan sudut difraksi  $2\theta=5-60^\circ$  pada 40 kV dan 40 mA dan kecepatan *scan* 0.02°/0.5 detik (Intarapong, dkk. 2013).

#### **3.6.3 Karakterisasi Katalis KOH/zeolit Alam menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD (Carbondioxide -Temperature Programmed Desorption)**

Karakterisasi katalis KOH/zeolit alam menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD dilakukan untuk menentukan kebasaaan di dalam katalis. Tingkat kebasaaan katalis tinggi jika CO<sub>2</sub> terdesorpsi pada suhu tinggi karena CO<sub>2</sub> sebagai senyawa yang bersifat asam. Berlaku sebaliknya, tingkat kebasaaan katalis rendah jika CO<sub>2</sub> terdesorpsi pada suhu rendah. Karakterisasi CO<sub>2</sub>-TPD menggunakan gas helium sebagai gas *carrier* dapat

dilakukan di dalam sebuah TPD/TPR 2900 buatan *Micrometric Instruments Corporation* yang dilengkapi dengan TCD (*Thermal Conductivity Detector*).

Sampel katalis sekitar 0,005 gram mula-mula dikalkinasi pada suhu 400 °C dengan dialiri gas helium (inert) selama 90 menit. Kemudian didinginkan sampai suhu kamar selama 30 menit dengan adsorpsi gas CO<sub>2</sub> untuk menjenuhkan sampel. Kemudian dibersihkan (*purged*) dengan gas helium (inert) pada suhu tersebut selama 30 menit. Selanjutnya, desorpsi CO<sub>2</sub> dilakukan pada suhu 100-700 °C dengan laju kenaikan suhu 10 °C/menit kemudian ditahan selama 10 menit pada suhu 700 °C.

### **3.7 Reaksi Transesterifikasi dengan Bantuan Katalis KOH/Zeolit Alam**

Proses transesterifikasi dilakukan dengan mengkonversi trigliserida yang terdapat dalam minyak kelapa sawit untuk mendapatkan metil ester (biodiesel). Katalis 20% KOH/zeolit alam sebanyak 3 gram dan rasio mol metanol:minyak kelapa sawit 15:1 yaitu 12 ml metanol : 19,4 ml minyak kelapa sawit dimasukkan ke dalam labu disertai dengan pemasangan kondensor, termometer dan pengaduk *stirrer*. Selanjutnya dipanaskan pada suhu 60 °C sambil diaduk dengan kecepatan 600 rpm (Intarapong, dkk. 2013). Reaksi dilakukan dengan variasi waktu transesterifikasi 1, 2, 3 dan 4 jam.

Setelah proses transesterifikasi selesai, campuran yang telah terbentuk dipisahkan dari katalis. Selanjutnya dilakukan proses pemisahan di dalam corong pisah selama 24 jam sampai terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah. Lapisan atas terdiri dari metanol sisa reaksi dan metil ester sedangkan lapisan bawah merupakan gliserol. Kemudian diambil lapisan atas (metil ester) lalu dimurnikan dengan aquades panas sebanyak 10% dari volume minyak serta didiamkan selama 1 jam di

dalam corong pisah. Diambil lapisan organik yang merupakan biodiesel (metil ester) kemudian ditambahkan 1% b/v Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat untuk menghilangkan residu air. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan GC-MS (Arifin dan Latifah, 2015). Konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut (Fitriana, dkk. 2018):

$$Yield (\%) = \frac{\text{Berat biodiesel (metil ester)} \times \% \text{ FAME dalam sampel}}{\text{Berat minyak kelapa sawit}} \times 100\%$$

Berat biodiesel (metil ester) = berat terukur – kadar air

% FAME = % total metil ester yang dihasilkan dari konversi

### 3.8 Karakterisasi Metil Ester dari Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit

#### Menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*)

Instrumentasi ini digunakan untuk menentukan struktur kimia dari molekul organik berdasarkan perhitungan massa dari molekul tersebut, pola fragmentasinya, kadar dan jenis metil ester. Metil ester hasil transesterifikasi sebanyak 2 µL diinjeksikan pada instrumentasi GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) yang dikondisikan pada:

Jenis kolom	: RastekRXi-5MS
Panjang kolom	: 30 meter
ID	: 0.25 mm
Gas Pembawa	: Helium
Sistem ionisasi	: <i>Electron impact</i>
Energi ionisasi	: 70 eV
Suhu kolom	: 80 °C
Suhu injektor	: 310 °C
Mode injeksi	: Split
Tekanan gas pembawa	: 13.7 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0.5 mL/menit
Suhu detektor	: 250 °C

### **3.9 Analisis Data**

#### **3.9.1 Analisis Karakteristik Zeolit Alam, Zeolit Teraktivasi dan KOH/Zeolit Alam Menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*)**

Data karakterisasi zeolit alam, zeolit teraktivasi dan KOH/zeolit alam berupa difraktogram yang didapat dengan menggunakan XRF. KOH yang telah teremban dalam zeolit alam ditunjukkan dengan munculnya puncak pada difraktogram. Intensitas puncak yang terbentuk mengimplementasikan KOH telah teremban dalam zeolit alam. Hasil difraktogram disajikan dalam bentuk tabel untuk mempermudah pemahaman.

#### **3.9.2 Analisis Karakteristik Zeolit Alam, Zeolit Teraktivasi dan KOH/Zeolit Alam Menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Data hasil karakterisasi zeolit alam, zeolit teraktivasi dan KOH/zeolit alam menggunakan XRD didapatkan dalam bentuk difraktogram. Difraktogram tersebut membawa informasi yang berkaitan dengan kristalinitas katalis KOH/zeolit alam yang diperoleh dari kemunculan puncak difraksi pada daerah  $2\theta$ . Kemudian setiap puncak yang terbentuk dibandingkan dengan standar referensi *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)/International Centre of Diffraction Data (ICDD)* dan standar zeolit (*IZA structure*) untuk mengetahui kesesuaian puncak antara katalis hasil sintesis dengan referensi.

#### **3.9.3 Analisis Karakteristik KOH/Zeolit Alam Menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD (*Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption*)**

Data hasil karakterisasi katalis KOH/zeolit alam didapatkan dari instrumentasi CO<sub>2</sub>-TPD berupa kurva desorpsi. kurva puncak yang didapatkan bisa digunakan untuk mengetahui tingkat kebasaaan katalis KOH/zeolit alam.

#### **3.9.4 Analisis Karakteristik Metil Ester dari Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography – Mass Spectroscopy*)**

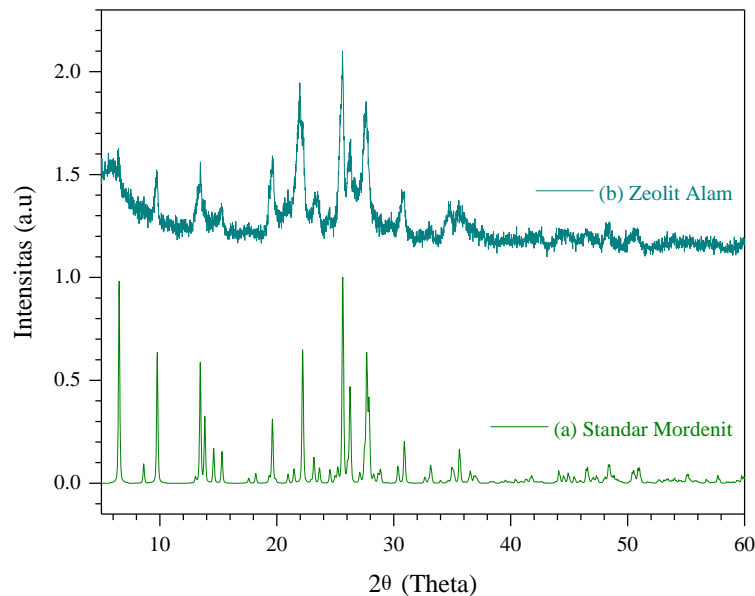
Data hasil karakterisasi metil ester dari transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan GC-MS didapatkan dalam bentuk kromatogram. Puncak-puncak yang muncul dalam kromatogram disesuaikan dengan standar referensi untuk mengetahui terbentuknya metil ester dari transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis KOH/zeolit alam. Banyaknya komponen di dalam metil ester dapat diketahui berdasarkan banyaknya puncak dan luas area yang terdapat pada kromatogram.

## BAB IV

### PEMBAHASAN

#### 4.1 Karakteristik Zeolit Alam

Zeolit alam memiliki kemurnian yang lebih rendah jika dibandingkan dengan zeolit sintetik. Akan tetapi, stabilitas termal yang tinggi dan keberadaannya yang melimpah di alam juga perlu dimanfaatkan. Maka zeolit alam sebelum dimanfaatkan, dianalisis terlebih dahulu kemurniannya dan kandungan kation penyeimbangannya menggunakan XRD dan XRF.



Gambar 4.1. Difraktogram (a) Standar Mordenit (JCPDS no. 01-073-1490); dan (b) Zeolit Alam

Gambar 4.1 memperlihatkan perbedaan intensitas antara standar mordenit dan zeolit alam Bandung. Zeolit alam yang telah dipreparasi mempunyai puncak khas mordenit  $((K_{2.8}Na_2Ca_2)(Al_{8.8}Si_{39.2}O_{96})(H_2O)_{34})$  pada  $2\theta = 6,51^\circ; 9,77^\circ; 13,45^\circ; 19,61^\circ; 22,20^\circ; 25,63^\circ; 26,25^\circ; 27,67^\circ; 27,87^\circ; 30,89^\circ; \text{ dan } 35,61^\circ$ . Hal ini

menandakan zeolit alam Bandung banyak mengandung mordenit yang akan digunakan sebagai pengemban dalam sintesis katalis KOH/zeolit alam.

Tabel 4.1 Kandungan unsur zeolit alam sebelum aktivasi

Kandungan Unsur (% massa)					
Unsur	Tanpa Helium	Helium*	Unsur	Tanpa Helium	Helium*
Si	59,2	52,5	Cu	0,13	-
K	10,9	11,7	Zn	0,05	-
Ca	11,2	12,8	Sr	1,2	-
Ti	1,2	1,1	Ba	0,2	4,4
V	0,02	0,34	Eu	0,3	-
Cr	0,061	1,4	Re	0,2	-
Mn	0,49	8,9	Mg	-	0,3
Fe	14,9	-	Al	-	6,5

\* Instrumen XRF dilengkapi dengan gas helium

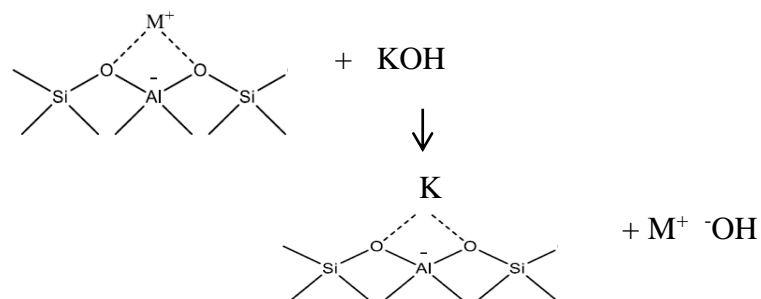
Tabel 4.1 menjelaskan unsur-unsur yang terkandung dalam zeolit alam. Analisis XRF-Helium digunakan untuk mengetahui kandungan pasti logam-logam alkali dan alkali tanah yang merupakan unsur ringan (*low Z*). Pada hasil analisis XRF ini dapat diketahui bahwa zeolit alam mengandung banyak logam sebagai kation penyeimbang.

#### 4.2 Karakteristik Zeolit Alam Setelah Aktivasi dan Modifikasi KOH/Zeolit Alam

Aktivasi zeolit alam dilakukan untuk mengurangi kandungan berbagai macam logam (sebagai kation penyeimbang) pada zeolit alam menggunakan NaCl, sehingga kation penyeimbang menjadi lebih seragam yaitu Na<sup>+</sup>. Akan tetapi, pada Tabel 4.2 hasil analisis XRF menunjukkan ion Na<sup>+</sup> dari garam NaCl tidak mampu menggantikan (*replace*) logam-logam yang terkandung pada zeolit alam. Terbukti bahwa tidak adanya kandungan Na dan tidak berkurangnya logam-logam

penyeimbang dari zeolit alam setelah proses aktivasi NaCl. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan logam penyeimbang pada zeolit alam tidak mudah untuk dihilangkan atau digantikan.

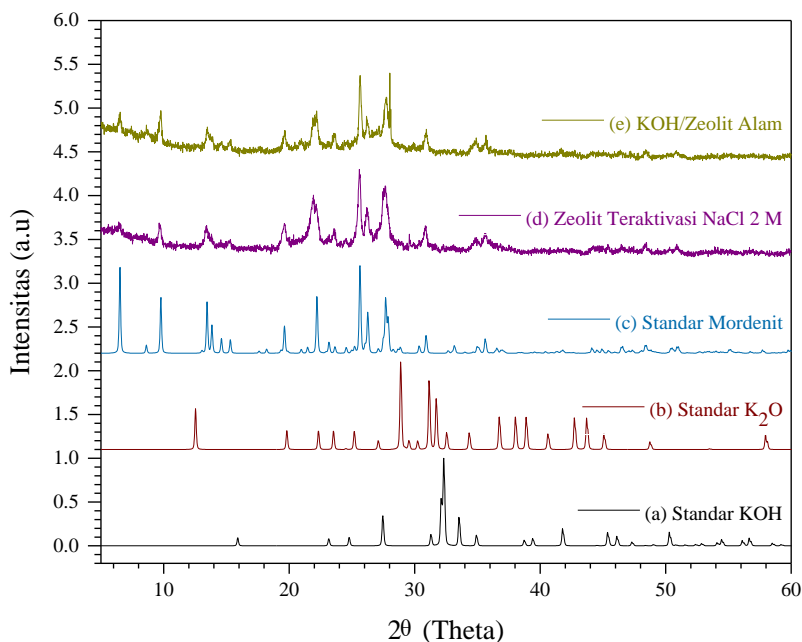
Setelah proses aktivasi, zeolit alam dimodifikasi dengan menambahkan KOH yang bertujuan untuk menghasilkan katalis basa heterogen. Reaksi antara KOH dengan zeolit teraktivasi menyebabkan terjadinya interaksi antara keduanya yang kemungkinan membentuk ikatan Si-O-K/Al-O-K dan air.



Gambar 4.2 Skema pertukaran ion pada zeolit alam dengan KOH

Sintesis KOH/zeolit dilakukan saat proses sonikasi. Efek kavitasi yang ditimbulkan akan mempercepat dan memaksimalkan proses sintesis. Kemudian dilakukan penguapan untuk menghilangkan air dan menjaga agar KOH yang kemungkinan tidak bereaksi tetap berada di permukaan zeolit. Langkah selanjutnya adalah kalsinasi KOH/zeolit untuk memaksimalkan kinerja zeolit sebagai katalis.





Gambar 4.3. (a) Standar KOH (JCPDS no. 01-078-0190); (b) Standar  $K_2O$  (JCPDS no. 00-026-1327); (c) Standar Mordenit (JCPDS no. 01-073-1490); (d) Zeolit Teraktivasi NaCl 2 M; dan (e) KOH/Zeolit Alam.

Gambar 4.3 menunjukkan difraktogram katalis KOH/zeolit alam dengan intensitas yang lebih rendah daripada zeolit teraktivasi yang dapat diartikan bahwa belum terjadi perubahan yang signifikan terhadap struktur zeolit alam. Keduanya identik dengan standar mordenit (JCPDS 01-073-1490) yang memiliki puncak khas pada  $2\theta = 6,44^\circ; 9,72^\circ; 13,44^\circ; 19,65^\circ; 22,18^\circ; 25,65^\circ; 26,25^\circ; 27,69^\circ; 30,86^\circ;$  dan  $35,70^\circ$ . Penurunan intensitas puncak katalis menunjukkan kristalinitas berkurang akibat bertambahnya jumlah K.

Komposisi struktur zeolit masih utuh meskipun terjadi penurunan intensitas puncak XRD dari zeolit teraktivasi ke zeolit modifikasi. Pengamatan ini dimungkinkan akibat dari pertukaran kation yang terjadi ketika proses sintesis. Kation  $K^+$  diketahui memiliki persentase yang cukup tinggi setelah proses modifikasi tetapi bukan menunjukkan secara spesifik terbentuknya  $K_2O$  yang

signifikan melainkan identik dengan struktur dari standar mordenit atau juga dimungkinkan kation  $K^+$  menempel pada permukaan katalis. Di samping itu, puncak KOH dan  $K_2O$  yang tidak teramati menunjukkan bahwa intensitas puncak sangat rendah di dalam katalis KOH/zeolit alam atau memungkinkan senyawa  $K_2O$  amorf atau terdispersi di permukaan zeolit. Dispersi ini diperlukan untuk katalisis pada reaksi transesterifikasi. Kemungkinan lain adalah penurunan kristalinitas zeolit dari hidrolisis ikatan Si-O-Al selama kalsinasi. Fitriana, dkk. (2018) menyebutkan bahwa minimnya puncak  $K_2O$  yang teramati kemungkinan karena adanya partikel  $K_2O$  yang terdispersi atau amorf.

Tabel 4.2 Kandungan unsur zeolit alam setelah aktivasi dan modifikasi

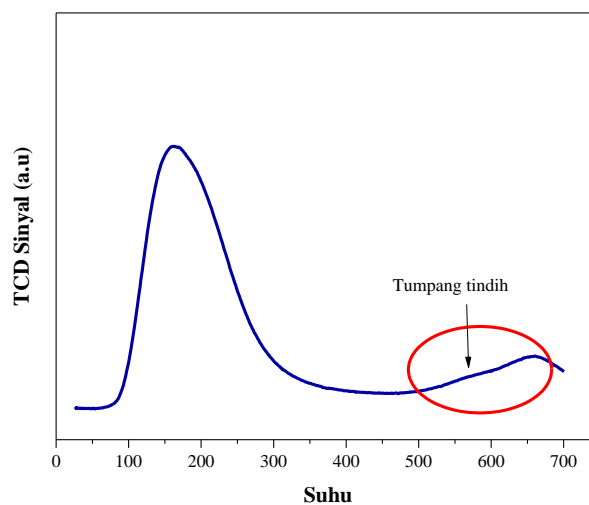
Unsur	Setelah Aktivasi (% massa)		Setelah Modifikasi (% massa)	
	Tanpa Helium	Helium*	Tanpa Helium	Helium*
	Si	67,2	61,0	48,8
K	11,3	9,19	37,5	34,5
Ca	3,13	2,49	-	-
Ti	1,19	0,83	1,0	0,62
V	0,01	0,3	0,03	0,42
Cr	0,071	0,8	-	-
Mn	0,5	6,2	0,41	6,7
Fe	15,7	-	11,6	-
Cu	0,16	-	0,1	-
Zn	0,06	-	0,03	-
Sr	-	-	-	-
Ba	-	2,7	0,09	3,6
Eu	0,4	-	0,2	-
Re	0,2	-	0,2	-
Mg	-	0,3	-	-
Al	-	8,02	-	6,4
Nd	-	8,2	-	-
P	-	-	-	0,4
Br	-	-	-	0,4
Zr	-	-	-	0,3

\* Instrumen XRF dilengkapi dengan gas helium

Unsur yang terkandung pada zeolit teraktivasi dan zeolit termodifikasi dapat diketahui melalui hasil XRF dengan helium atau tanpa helium seperti yang telah ditampilkan pada Tabel 4.2. Analisa XRF-Helium digunakan untuk mencari logam-logam alkali dan alkali tanah yang jumlahnya sedikit di dalam sampel. Tabel 4.2 menunjukkan bahwa Kation  $\text{Na}^+$  tidak terdeteksi setelah proses aktivasi yang menunjukkan bahwa kation  $\text{Na}^+$  tidak memiliki pengaruh yang besar untuk menggantikan kation lain di dalam zeolit ketika di aktivasi. Sedangkan zeolit setelah modifikasi dengan penambahan KOH, terdapat penambahan signifikan prosentase unsur K. Hal ini menunjukkan bahwa modifikasi penambahan KOH pada zeolit alam berhasil dilakukan, meskipun pada hasil XRD tidak dapat teramati.

#### **4.3 Hasil Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit Alam Menggunakan $\text{CO}_2$ -TPD**

Kebasaan katalis dapat diketahui melalui instrumentasi desorpsi suhu terprogram menggunakan  $\text{CO}_2$  sebagai molekul yang diselidiki ( $\text{CO}_2$ -TPD) yang dilengkapi dengan detektor konduktifitas termal (TCD). Instrumen ini dapat melakukan analisis yang akurat tentang desorpsi secara otomatis dengan suhu yang terkontrol 100-700 °C dengan laju pemanasan yang terprogram. Desorpsi  $\text{CO}_2$  yang terjadi pada suhu tinggi menandakan tingkat kebasaaan katalis yang tinggi. Begitu pula desorpsi  $\text{CO}_2$  yang terjadi pada suhu rendah menandakan tingkat kebasaaan katalis yang rendah. Hasil karakterisasi katalis menggunakan  $\text{CO}_2$ -TPD ditunjukkan pada Gambar 4.4.



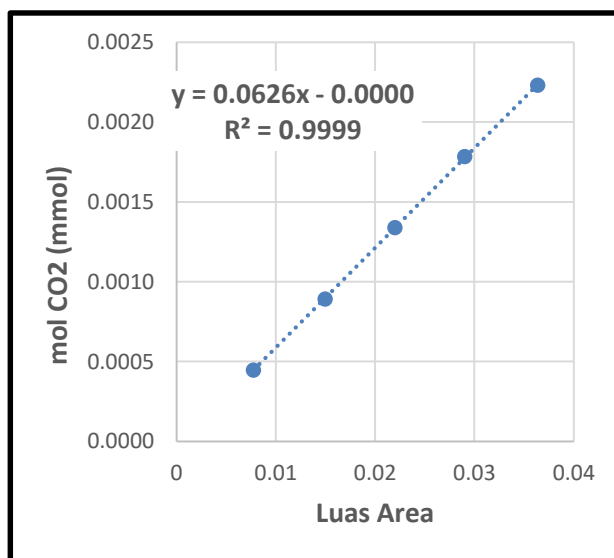
Gambar 4.4. Hasil karakterisasi KOH/Zeolit alam menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD.

Gambar 4.4 menggambarkan profil CO<sub>2</sub>-TPD dari katalis KOH/zeolit alam yang dapat menjelaskan bahwa katalis memberikan fungsi basa. Sifat basa dari katalis dianggap sebagai faktor kunci untuk menghasilkan biodiesel yang optimal. Puncak desorpsi yang teramati pada suhu 100-200 °C memiliki sinyal konduktivitas termal yang tinggi sedangkan pada suhu 600-700 °C teramati rendah. Hal itu mengindikasikan tingkat kebasaaan yang lemah. Hakim, dkk. (2015) menjelaskan kurva desorpsi mengetahui sifat basa dari beberapa katalis seperti zeolit, alumina dan saringan molekuler. Kekuatan desorpsi berkorelasi dengan ikatan yang keduanya sama-sama kuat yang membutuhkan suhu desorpsi tinggi. Semakin tinggi suhu maka akan semakin kuat ikatannya. Akan tetapi, desorpsi terjadi pada suhu yang rendah maka tingkat kebasaaannya tergolong rendah yang berpengaruh pada kinerja katalitiknya yang lemah.

Hal tersebut bukan berarti situs aktif yang diperoleh memiliki kekuatan yang lemah. Melainkan situs aktif yang diperoleh justru sangat kuat, hanya saja populasinya yang rendah menyebabkan puncak yang diperoleh rendah. Rakic dan

Damjanovic (2013) melaporkan bahwa adsorpsi yang dilakukan pada suhu tinggi menghasilkan profil TPD berbentuk puncak tunggal dan atau puncak tumpang tindih yang kurang jelas. Hal ini memungkinkan untuk mengungkapkan keberadaan situs aktif yang sangat kuat namun polupasinya rendah.

Analisis nilai kebasaaan dari material hasil sintesis dilakukan menggunakan rumus (Nilai Kebasaan = desorpsi CO<sub>2</sub>/berat sampel). Nilai ini didapatkan dari regresi kurva kalibrasi pada adsorpsi gas CO<sub>2</sub>-TPD. Kurva ini menjelaskan tentang mol CO<sub>2</sub> (mmol) saat gas CO<sub>2</sub> diadsorpsikan dan jumlah luas area katalis yang digunakan untuk mengadsorpsi gas CO<sub>2</sub>. Selanjutnya, *Slope* (nilai a) pada kurva ini digunakan untuk mencari Mol CO<sub>2</sub> (mmol) setelah desorpsi untuk mendapatkan nilai kebasaaan.



Gambar 4.5 Kurva kalibrasi hubungan antara luas area dengan Mol CO<sub>2</sub> (mmol)

Berdasarkan kurva kalibrasi, hubungan antara luas area dengan mol CO<sub>2</sub> (mmol) didapatkan persamaan  $y=ax-b$  di mana  $a$  adalah *slope* dan  $b$  adalah *intercept*. Nilai ( $a=slope$ ) digunakan untuk mencari mol CO<sub>2</sub> (mmol) pada sampel

katalis setelah melalui tahap desorpsi (0,0626xluas area hasil analisis). Kemudian mol CO<sub>2</sub> (mmol) dibagi berat sampel menghasilkan nilai kebasaaan sebesar 0,7792 (mmol/g) seperti pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Nilai kebasaaan katalis KOH/Zeolit alam

<b>Sampel</b>	<b>Berat Sampel</b>	<b>Luas Area Hasil Analisis</b>	<b>Mol CO<sub>2</sub> (mmol)</b>	<b>Kebasaan (mmol/g)</b>
Katalis KOH/Zeolit Alam	0,0391	0,4867	0,03046742	0,7792

#### 4.4 Hasil Reaksi Transesterifikasi dengan Bantuan Katalis KOH/Zeolit Alam

Proses transesterifikasi untuk membuat biodiesel dilakukan selama 1, 2, 3 dan 4 jam pada suhu 60° C dengan perbandingan metanol:minyak 15:1 dan dibantu katalis KOH/zeolit alam hasil modifikasi. Waktu paling optimum dalam reaksi ini adalah 4 jam dalam menghasilkan *yield*. Pada awal reaksi transesterifikasi metanol dan minyak dengan katalis KOH/zeolit alam akan berlangsung secara perlahan untuk mendispersikan minyak dan alkohol. kemudian reaksi akan berjalan cepat hingga menghasilkan *yield* biodiesel (metil ester) terbaik. Aktivitas katalisis KOH/zeolit alam dalam reaksi transesterifikasi ditentukan melalui konversi *yield* metil ester berdasarkan keempat variasi waktu reaksi. Variasi tersebut dilakukan untuk mengetahui waktu terbaik dalam pembuatan metil ester. Konversi *yield* yang diperoleh kemudian disajikan dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Konversi *yield* transesterifikasi 1, 2, 3 dan 4 jam

<b>Sampel</b>	<b>Waktu Reaksi</b>	<b>Yield (%)</b>
Metil Ester	1 jam	67,47
	2 jam	73.30
	3 jam	77,727
	4 jam	78,93

Tabel 4.4 menunjukkan bahwa *yield* metil ester mengalami tren kenaikan secara berurutan dari jam pertama sampai keempat. Waktu reaksi yang semakin lama akan memperbesar kontak antar metanol dan minyak sawit yang dibantu dengan katalis KOH/zeolit alam sehingga akan menghasilkan konversi metil ester (biodiesel) yang tinggi. Namun jika kesetimbangan reaksi telah tercapai maka penambahan waktu reaksi tidak memperbesar jumlah metil ester yang diperoleh karena reaksi yang terjadi dalam proses transesterifikasi adalah bolak-balik (*reversible*) sehingga akan mempengaruhi *yield* bahkan menghasilkan reaksi balik membentuk asam lemak. Pukale, dkk. (2015) melaporkan bahwa peningkatan suhu reaksi mendekati titik didih metanol juga menghasilkan kontak yang lebih baik dari reaktan yang mengarah ke hasil biodiesel yang lebih tinggi. Suhu yang lebih tinggi di bawah yang optimal dapat mengurangi waktu yang diperlukan untuk mencapai konversi maksimum.

Penggunaan rasio mol metanol/minyak yang berlebih bertujuan agar reaksi bergerak ke arah produk karena reaksi yang terjadi adalah reaksi kesetimbangan. Jika kesetimbangan telah tercapai maka penambahan metanol hanya akan menyebabkan biaya produksi meningkat namun *yield* metil ester tidak mengalami kenaikan yang signifikan. Taslim, dkk. (2017) menyebutkan bahwa perbandingan rasio mol yang terlalu tinggi (kelebihan metanol) akan melarutkan gliserol sebagai reaksi samping sehingga dapat menghambat reaksi metanol, minyak dan katalis. Selain itu, gugus polar hidroksil metanol akan menjadi *emulsifier* yang akan menyulitkan proses pemisahan metil ester dari campuran reaksi sehingga *yield* biodiesel berkurang.

Senyawa-senyawa metil ester yang terbentuk dapat diketahui melalui karakterisasi GC-MS berdasarkan banyaknya puncak kromatogram GC yang teramati dan dapat meramalkan struktur senyawa berdasarkan pola fragmentasi MS. Setiap puncak pada kromatogram memiliki perbedaan waktu retensi dan luas area yang menunjukkan perbedaan waktu munculnya komponen dan kadar dari setiap komponen. Pola fragmentasi dari spektra massa menunjukkan ciri khas dari metil ester yang berbeda-beda.

#### **4.5 Analisis Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan GC-MS (*Gas-Chromatography-Mass Spectrophotometer*)**

Analisis produk metil ester dilakukan menggunakan GC-MS untuk mengetahui komponen dalam produk berdasarkan luas area dan banyaknya puncak pada kromatogram. Puncak-puncak yang muncul dalam kromatogram disesuaikan dengan standar referensi untuk mengetahui terbentuknya metil ester dari transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis KOH/zeolit alam. Transesterifikasi dilakukan dengan variasi waktu reaksi berurutan selama 1, 2, 3 dan 4 jam.

##### **4.5.1 Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 1 Jam**

Hasil kromatogram transesterifikasi selama 1 jam memperlihatkan adanya 15 senyawa yang teramati. Akan tetapi, hanya terdapat 11 senyawa yang tergolong ke dalam persenyawaan metil ester. Setiap senyawa yang terdeteksi memiliki luas area yang menunjukkan kadar tiap komponen dan waktu retensi yang menunjukkan waktu munculnya komponennya. Masing-masing senyawa mempunyai spektra

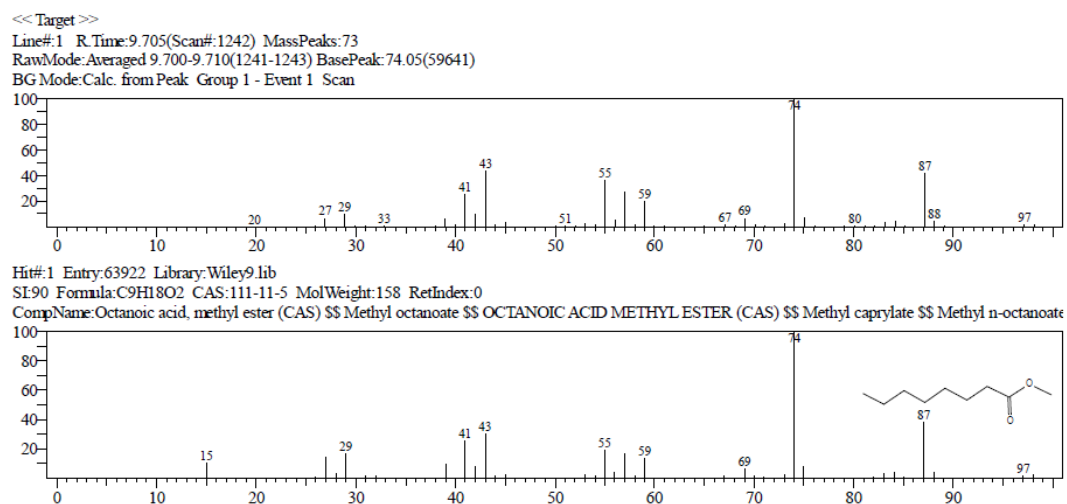


massa dengan pola fragmentasi yang berbeda sekaligus merupakan ciri khas dari jenis metil esternya. Senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.5:

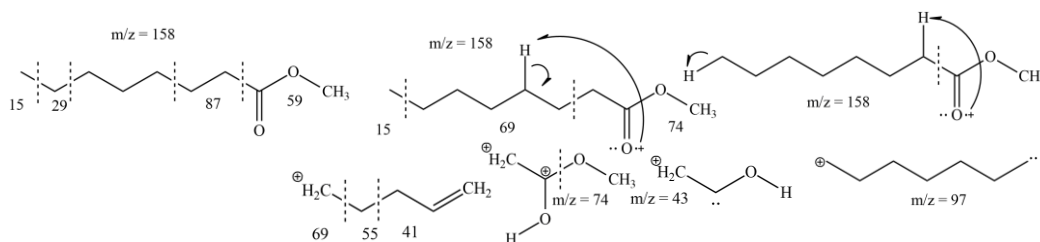
Tabel 4.5 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 1 jam

Waktu Reaksi	Senyawa Metil Ester	Waktu Retensi (menit)	m/z	Konsentrasi (%)
1 Jam	Metil Kaprilat (C9:0)	9,705	74	0,211
	Metil Laurat (C13:0)	15,178	74	0,173
	Metil Tridekanoat (C14:0)	20,297	74	1,955
	Metil Kaproat (C7:0)	24,915	74	4,443
	Metil Kaprinat (C11:0)	27,042	74	0,144
	Metil-10-Undekenoat (C12:1)	28,599	55	0,506
	Metil Miristat (C15:0)	29,247	74	46,792
	Metil Oleat (C19:1)	32,560	55	24,615
	Metil Nonadekanoat (C20:0)	32,929	74	9,434
	Metil-15-Tetrakosenoat (C25:1)	35,870	55	0,407
	Metil Lignoserat (C25:0)	36,355	74	0,851

Senyawa pertama muncul pada waktu retensi 9,705 menit dengan konsentrasi 0,211%. Pola spektra muncul pada m/z 15, 29, 41, 43, 55, 59, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaprilat (wiley9.lib entry: 63922).



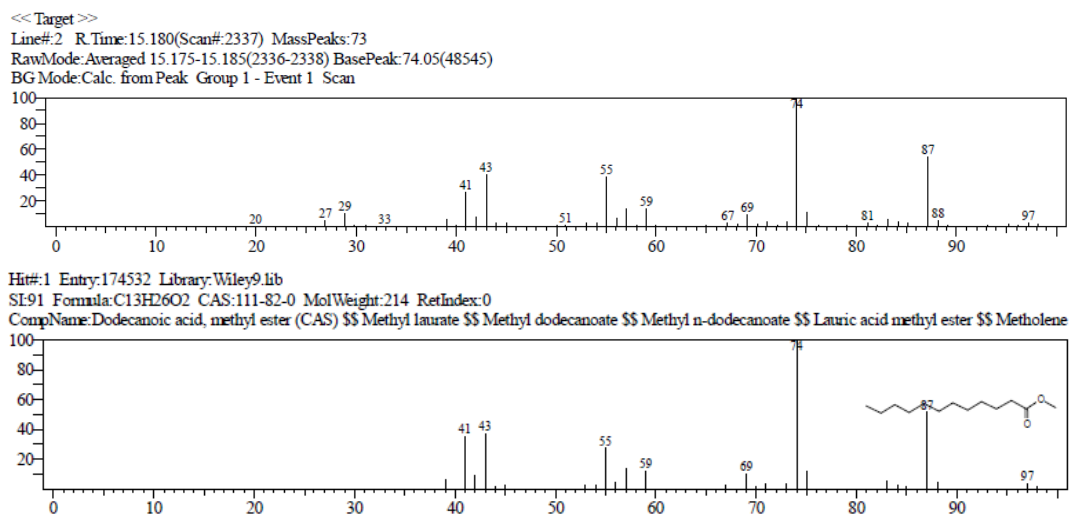
Gambar 4.6 Spektra massa metil kaprilat



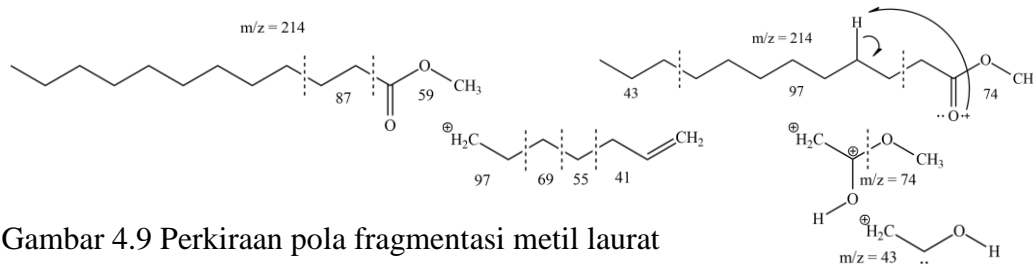
Gambar 4.7 Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat

Gambar 4.6 dan 4.7 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaprilat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 59$  dan  $87$ .

Senyawa kedua muncul pada waktu retensi 15,178 menit dengan konsentrasi 0,173%. Pola spektra muncul pada  $m/z 41, 43, 55, 59, 69, 74, 87$  dan  $97$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil laurat (wiley9.lib entry: 174532).



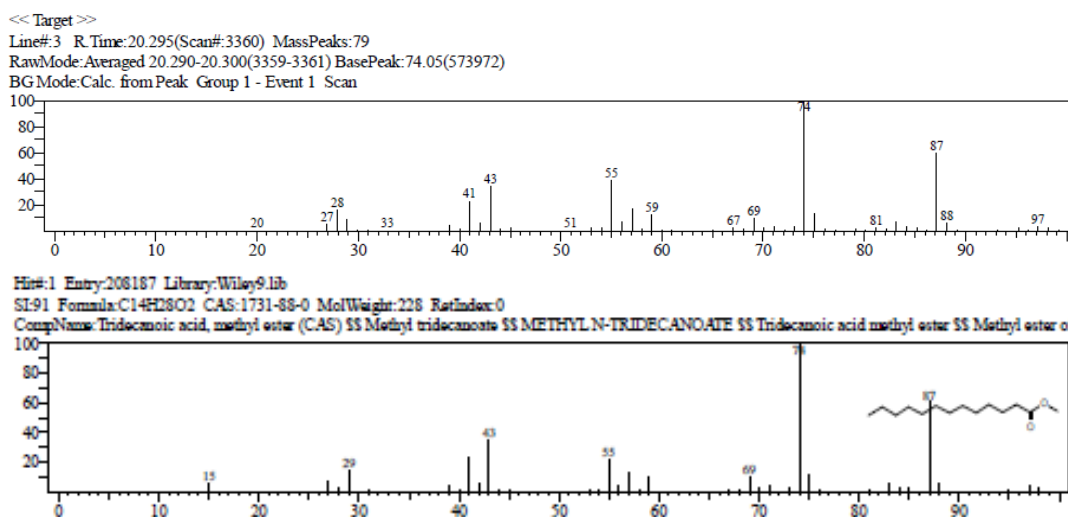
Gambar 4.8 Spektra massa metil laurat



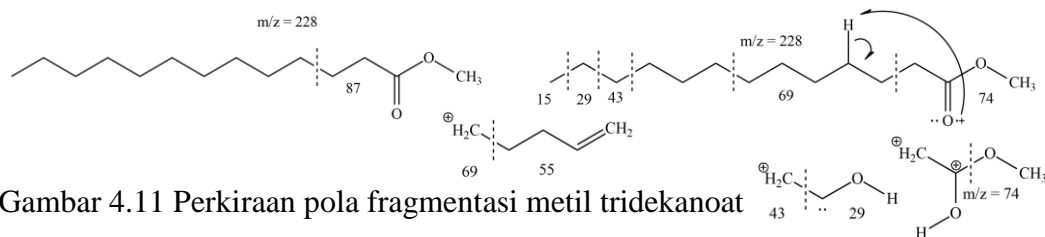
Gambar 4.9 Perkiraan pola fragmentasi metil laurat

Gambar 4.8 dan 4.9 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil laurat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 59$  dan  $87$ .

Senyawa ketiga muncul pada waktu retensi 20,297 menit dengan konsentrasi 1,955%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 29, 43, 55, 69, 74 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil tridekanoat (wiley9.lib entry: 208187).



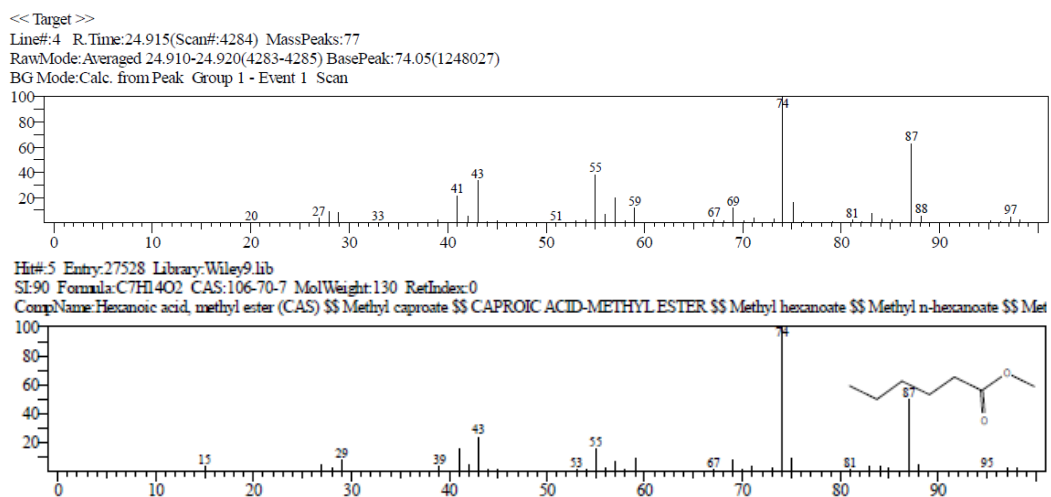
Gambar 4.10 Spektra massa metil tridekanoat



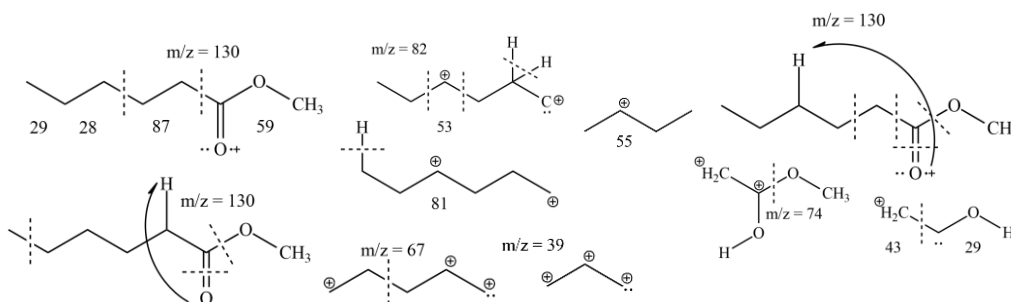
Gambar 4.11 Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat

Gambar 4.10 dan 4.11 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil tridekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 55$  dan  $69$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan  $43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 43$  dan  $87$ .

Senyawa keempat muncul pada waktu retensi 24,915 dengan konsentrasi 4,443%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 29, 39, 43, 53, 55, 67, 74, 81 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaproat (wiley9.lib entry: 27528).



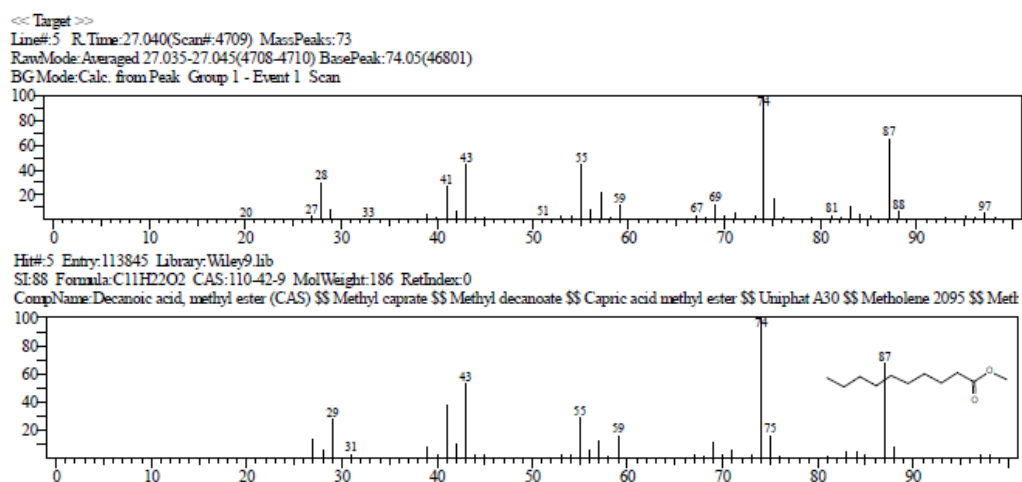
Gambar 4.12 Spektra massa metil kaproat



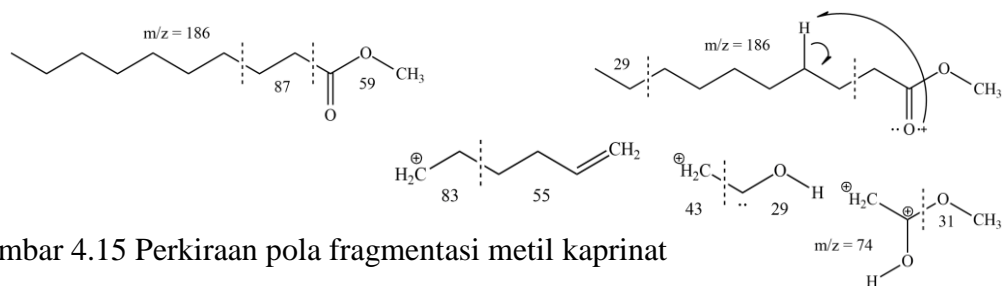
Gambar 4.13 Perkiraan pola fragmentasi metil kaproat

Gambar 4.12 dan 4.13 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaproat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 39, 53, 55, 67$  dan  $81$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan  $43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan O- $\text{CH}_3$  dan ikatan C-C sehingga memiliki  $m/z = 44$ . Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kelima muncul pada waktu retensi 27,042 menit dengan konsentrasi 0,144%. Pola spektra muncul pada  $m/z 29, 31, 43, 55, 59, 74, 75$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaprinat (wiley9.lib entry: 113845).



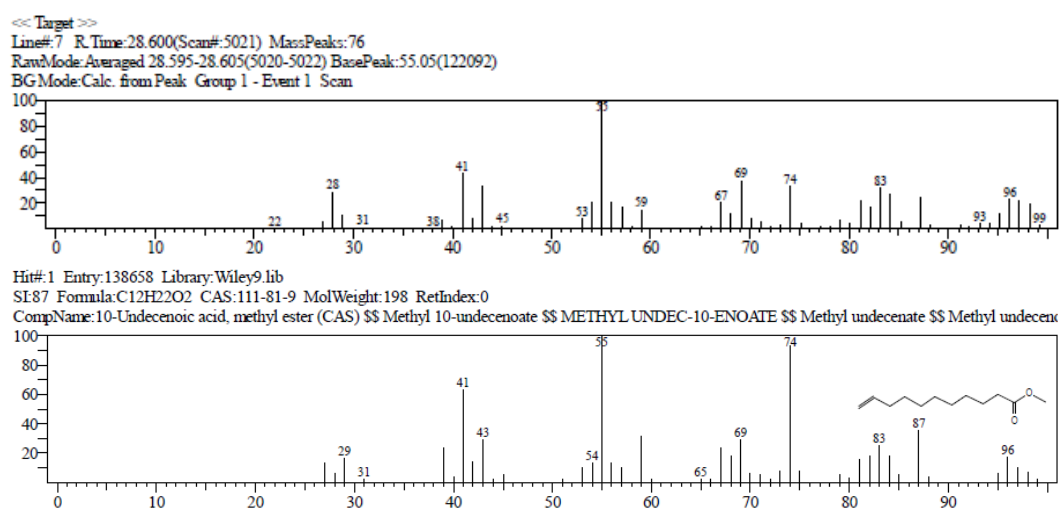
Gambar 4.14 Spektra massa metil kaprinat



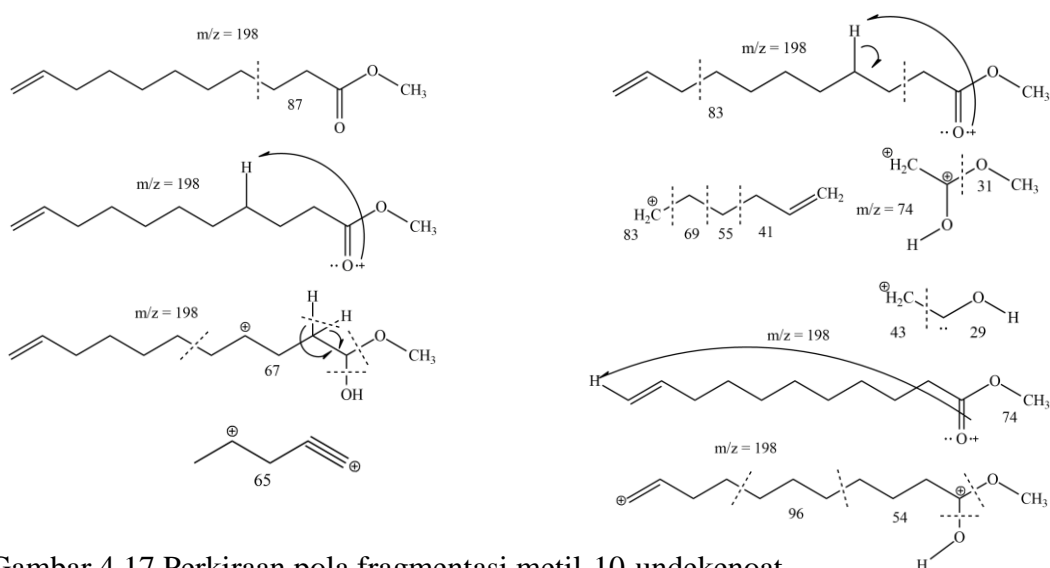
Gambar 4.15 Perkiraan pola fragmentasi metil kaprinat

Gambar 4.14 dan 4.15 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaprinat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 29, 43$  dan  $55$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan  $m/z = 31$  berasal dari pemutusan ikatan C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Disisi lain, puncak  $m/z = 59$  dan  $87$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C pada mekanisme yang tidak menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa keenam muncul pada waktu retensi 28,599 menit dengan konsentrasi 0,506%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 31, 41, 43, 54, 55, 65, 69, 74, 83, 87 dan 96. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-10-undekenoat (wiley9.lib entry: 138658).



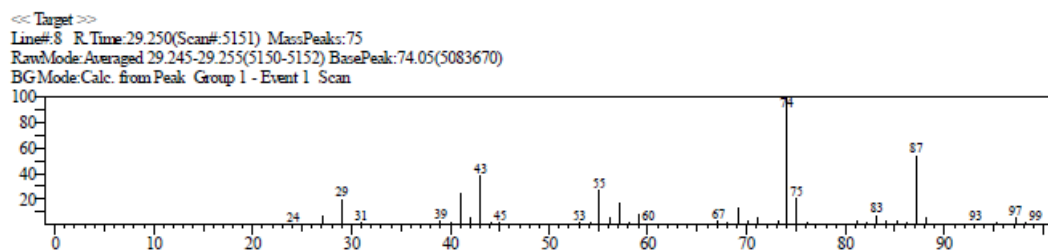
Gambar 4.16 Spektra massa metil-10-undekenoat

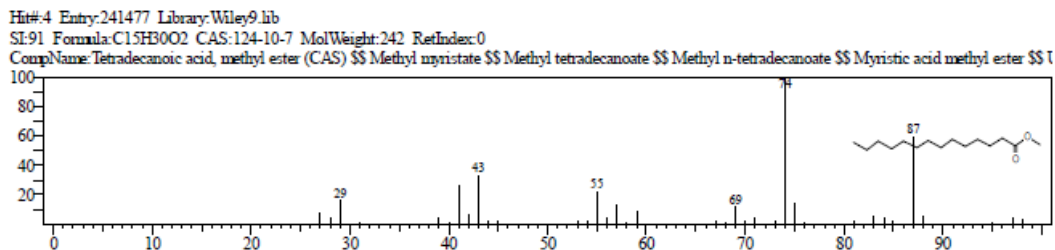


Gambar 4.17 Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekenoat

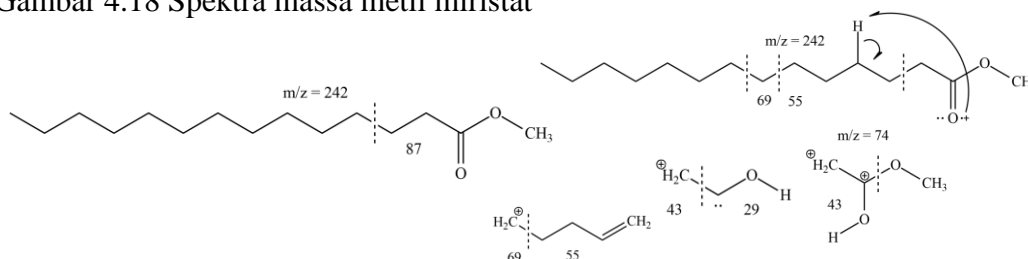
Gambar 4.16 dan 4.17 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil-10-undekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  dan  $74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $83$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29, 31$  dan  $43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C,  $\text{OCH}_3$ ,  $\text{OH}$  dan dua ikatan hidrogen yang memiliki  $m/z = 65, 54$  dan  $96$ . Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa ketujuh muncul pada waktu retensi 29,247 menit dengan konsentrasi 46,792%. Pola spektra muncul pada  $m/z 29, 43, 55, 69, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil miristat (wiley9.lib entry: 241477).





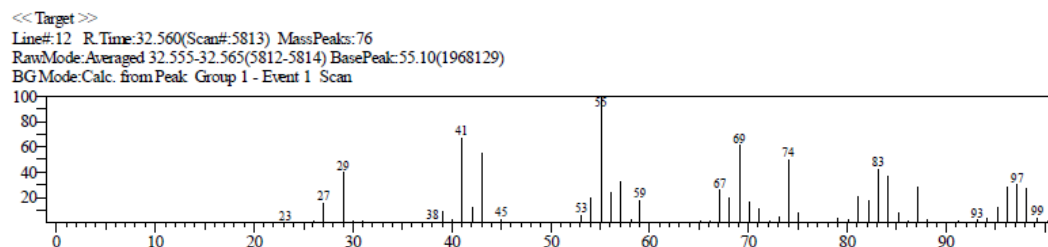
Gambar 4.18 Spektra massa metil miristat



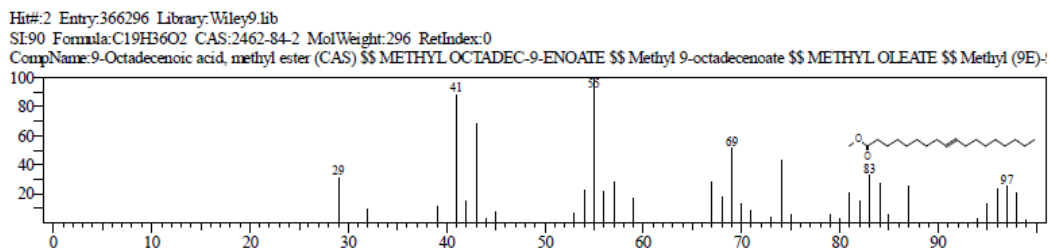
Gambar 4.19 Perkiraan pola fragmentasi metil miristat

Gambar 4.18 dan 4.19 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil miristat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 29$ ,  $55$  dan  $69$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

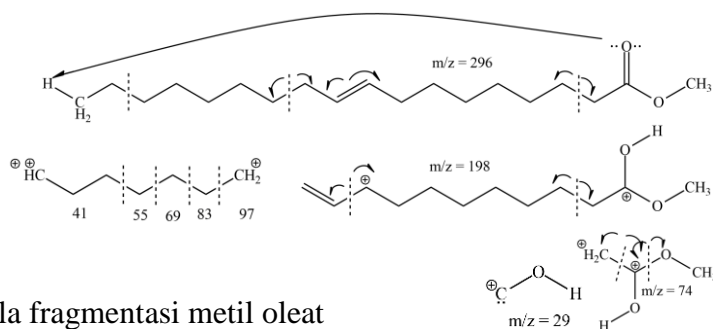
Senyawa kedelapan muncul pada waktu retensi 32,560 menit dengan konsentrasi 24,615%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 41, 55, 69, 83 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (wiley9.lib entry: 366296).







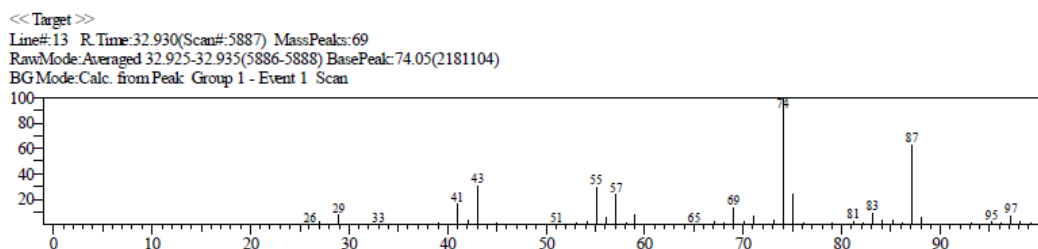
Gambar 4.20 Spektra massa metil oleat

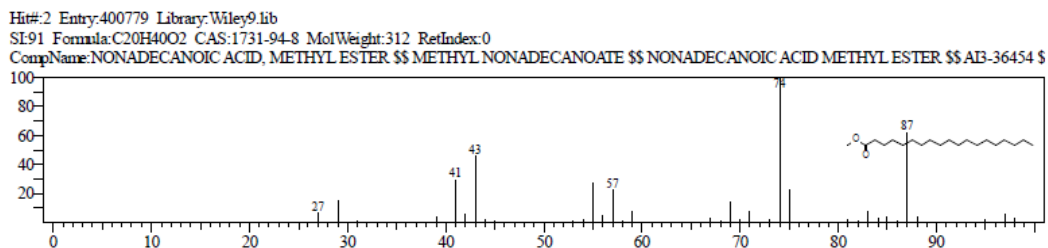


Gambar 4.21 Perkiraan pola fragmentasi metil oleat

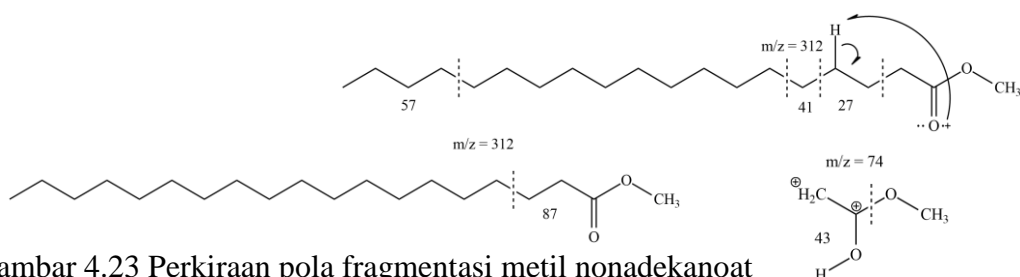
Gambar 4.20 dan 4.21 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil oleat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$ . Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69, 83$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C di cabang paling ujung dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ) pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa kesembilan muncul pada waktu retensi 32,929 menit dengan konsentrasi 9,434%. Pola spektra muncul pada  $m/z 27, 41, 43, 57, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil nonadekanoat (wiley9.lib entry: 400779).





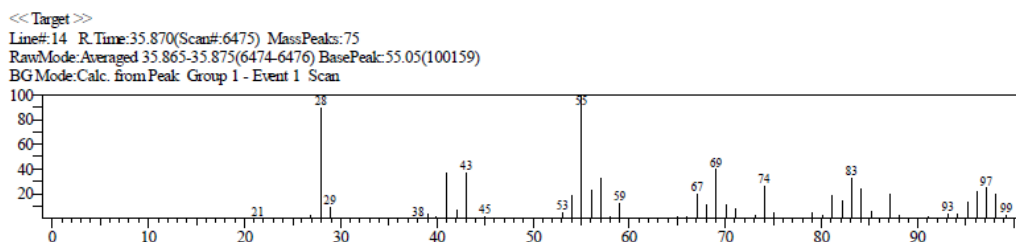
Gambar 4.22 Spektra massa metil nonadekanoat

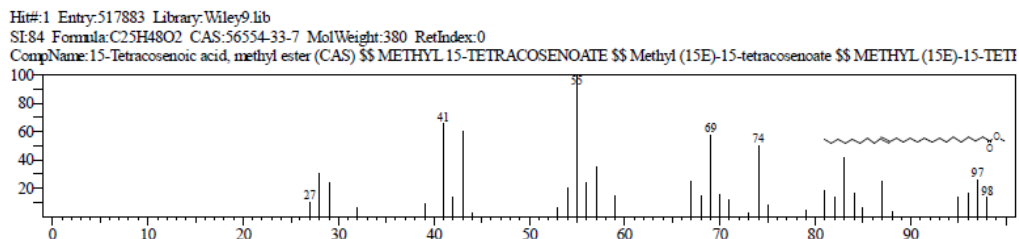


Gambar 4.23 Perkiraan pola fragmentasi metil nonadekanoat

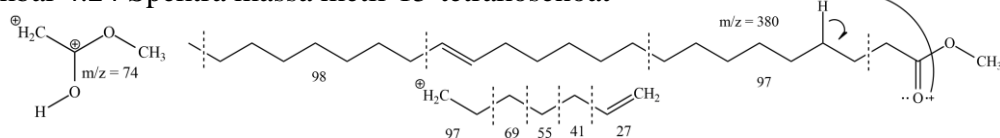
Gambar 4.22 dan 4.23 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil nonadekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kesepuluh muncul pada waktu retensi 35,870 menit dengan konsentrasi 0,407%. Pola spektra muncul pada  $m/z 27, 41, 55, 69, 74, 97$  dan  $98$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-15-tetrakosenoat (wiley9.lib entry: 517883).





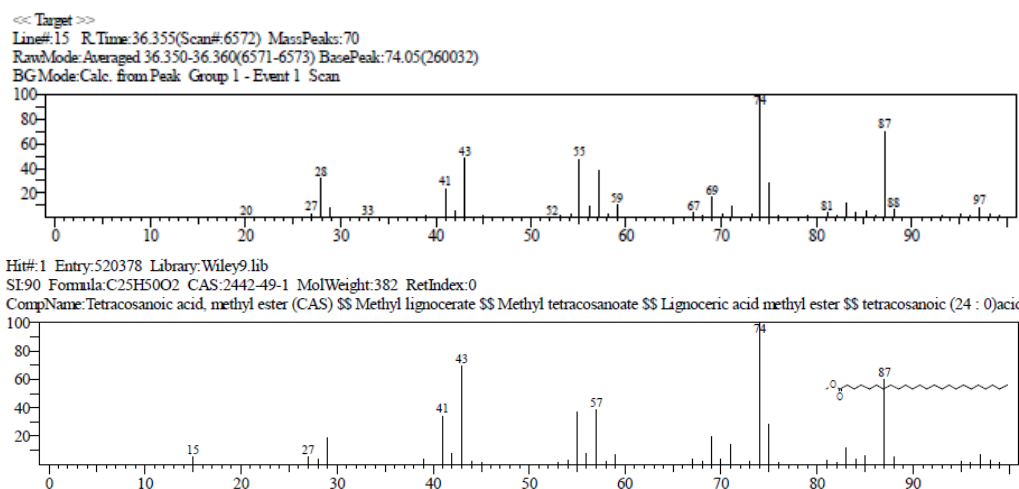
Gambar 4.24 Spektra massa metil-15-tetrakosenoat



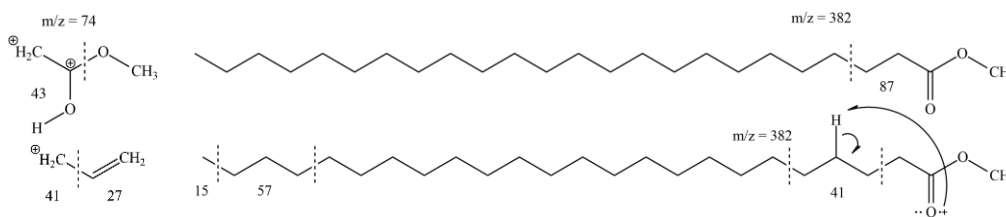
Gambar 4.25 Perkiraan pola fragmentasi metil-15-tetrakosenoat

Gambar 4.24 dan 4.25 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil-15-tetrakosenoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 41, 55, 69, 97$  dan  $98$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 74$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan penyerangan atom hidrogen oleh oksigen pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa kesebelas muncul pada waktu retensi 36,355 menit dengan konsentrasi 0,851%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 27, 41, 43, 57, 74 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil lignoserat (wiley9.lib entry: 520378).



Gambar 4.26 Spektra massa metil lignoserat



Gambar 4.27 Perkiraan pola fragmentasi metil lignoserat

Gambar 4.26 dan 4.27 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari lignoserat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Hasil kromatogram dari reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan instrumentasi GC-MS diimplementasikan ke dalam bentuk tabel yang berisikan berbagai jenis metil ester yang pola fragmentasinya dibandingkan dengan standar Wiley9.lib. Waktu reaksi transesterifikasi selama 1 jam menghasilkan dua senyawa yang paling dominan dengan  $m/z$  masing-masing yaitu metil miristat ( $m/z = 74$ ) sebesar 46,792% dan metil oleat ( $m/z = 55$ ) sebesar 24,615%.

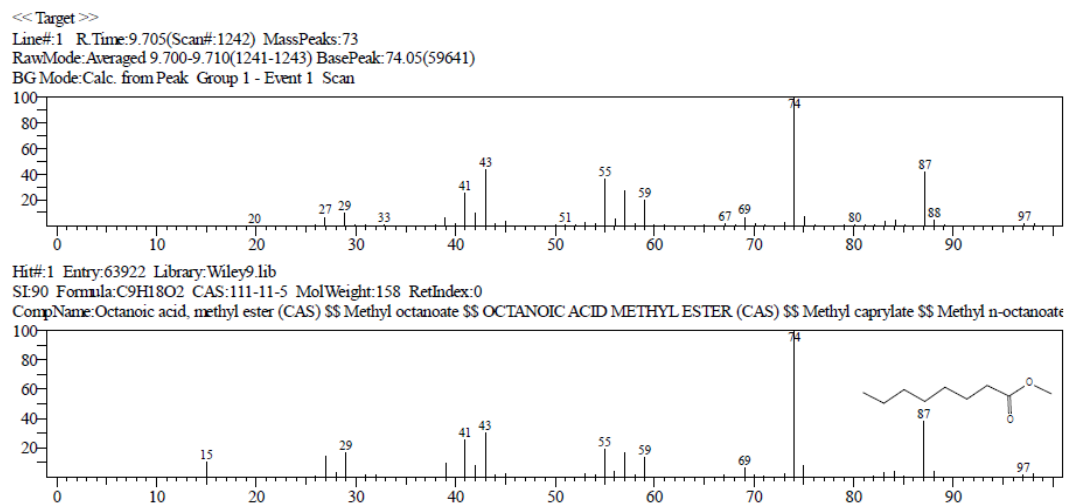
#### 4.5.2 Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 2 Jam

Kromatogram transesterifikasi selama 2 jam memperlihatkan adanya 13 senyawa yang teramati. Namun, hanya 11 senyawa yang tergolong ke dalam persenyawaan metil ester. Senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.6:

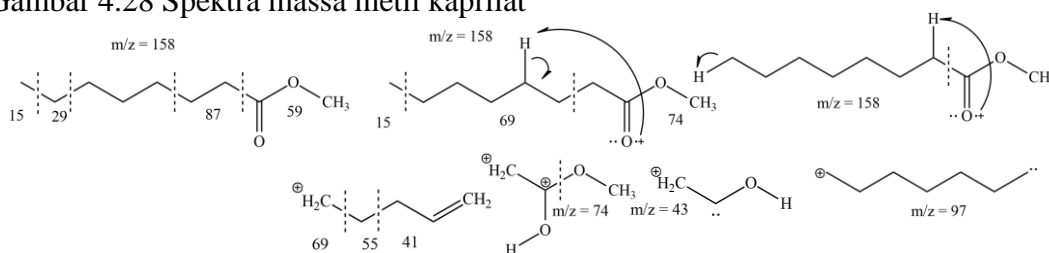
Tabel 4.6 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 2 jam

Waktu Reaksi	Senyawa Metil Ester	Waktu Retensi (menit)	m/z	Konsentrasi (%)
2 Jam	Metil Kaprilat (C9:0)	9,707	74	0,213
	Metil Laurat (C13:0)	15,186	74	0,164
	Metil Tridekanoat (C14:0)	20,305	74	1,866
	Metil Palmitat (C17:0)	24,922	74	4,368
	Metil-10-Undekenoat (12:1)	28,606	55	0,524
	Metil Miristat (C15:0)	29,250	74	46,597
	Metil-15-Metilheksadekanoat (18:0)	31,034	74	0,241
	Metil Oleat (C19:1)	32,552	55	24,464
	Metil Nonadekanoat (20:0)	32,933	74	9,749
	Metil Erukat (23:1)	35,872	55	0,695
	Metil Lignoserat (C25:0)	36,367	74	0,981

Senyawa pertama muncul pada waktu retensi 9,707 menit dengan konsentrasi 0,213%. Pola spektra muncul pada m/z 15, 29, 41, 43, 55, 59, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaprilat (wiley9.lib entry: 63922).



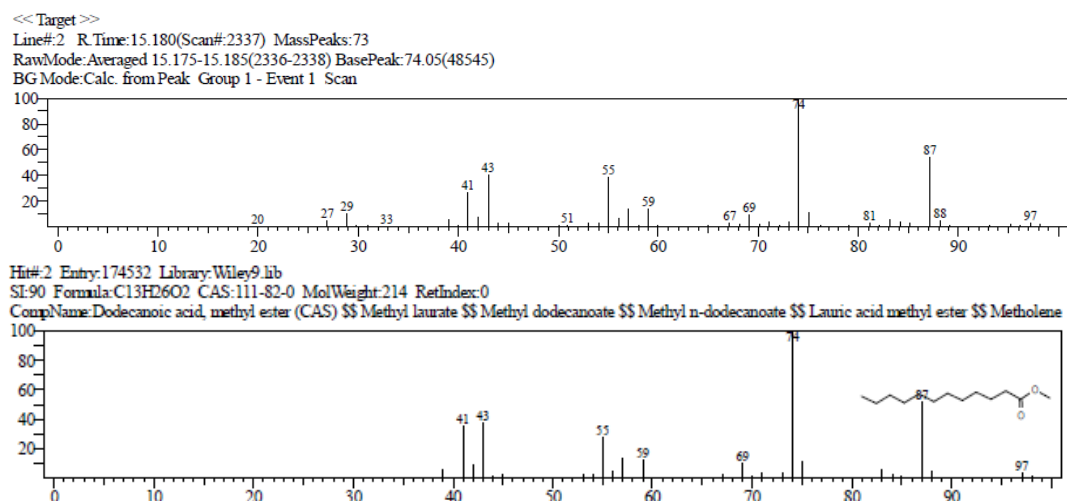
Gambar 4.28 Spektra massa metil kaprilat



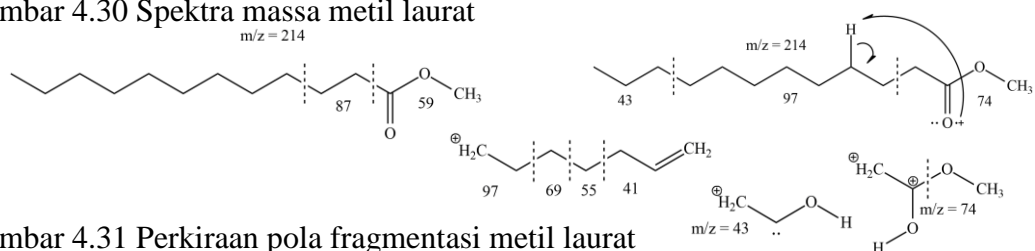
Gambar 4.29 Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat

Gambar 4.28 dan 4.29 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaprilat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 59$  dan  $87$ .

Senyawa kedua muncul pada waktu retensi 15,186 menit dengan konsentrasi 0,164%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  41, 43, 55, 59, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil laurat (wiley9.lib entry: 174532).



Gambar 4.30 Spektra massa metil laurat

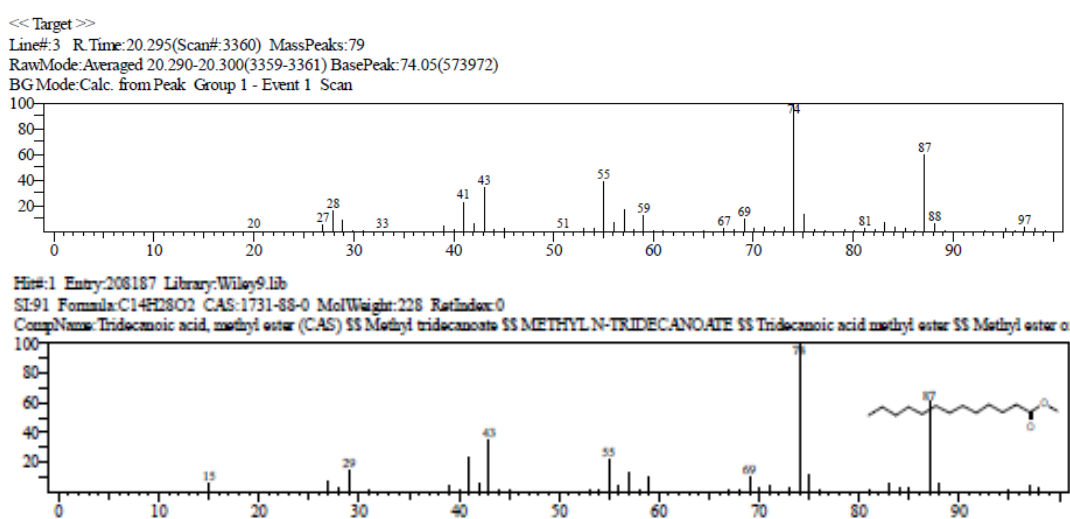


Gambar 4.31 Perkiraan pola fragmentasi metil laurat

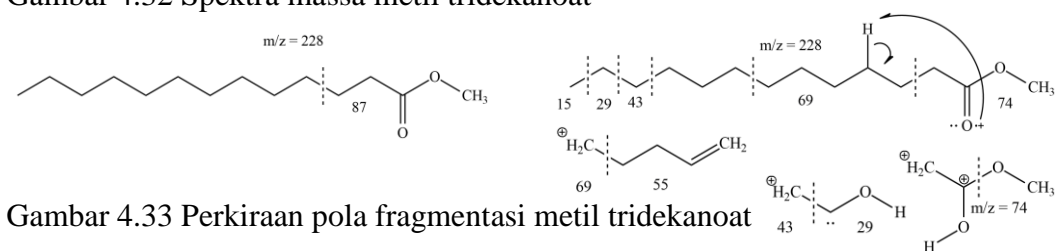
Gambar 4.30 dan 4.31 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil laurat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan

dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 59$  dan 87.

Senyawa ketiga muncul pada waktu retensi 20,305 menit dengan konsentrasi 1,866%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 29, 43, 55, 69, 74 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil tridekanoat (wiley9.lib entry: 208187).



Gambar 4.32 Spektra massa metil tridekanoat

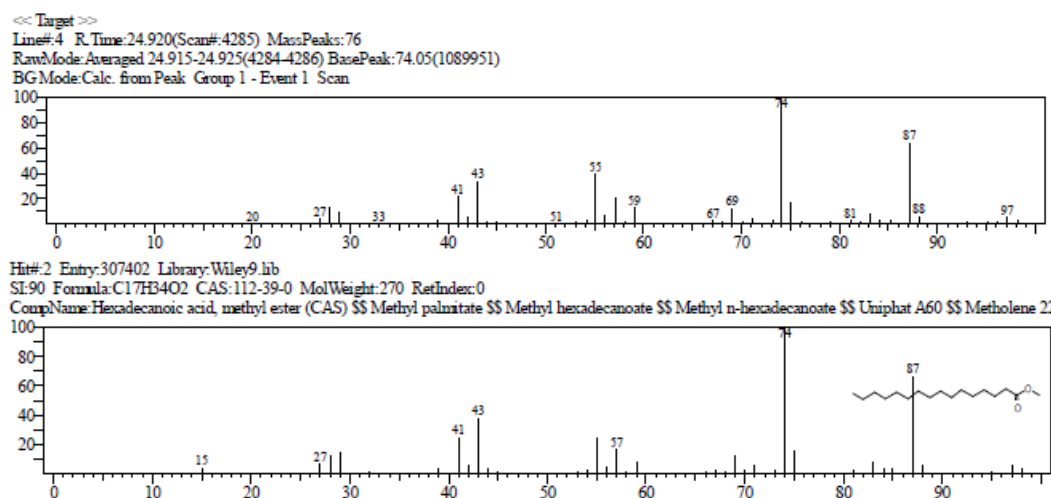


Gambar 4.33 Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat

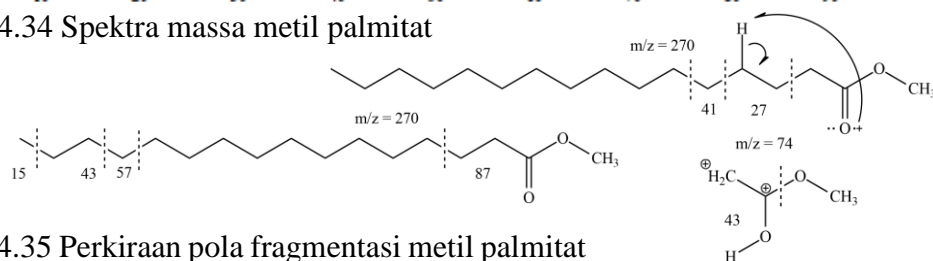
Gambar 4.32 dan 4.33 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil tridekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 55$  dan 69 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi

pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 43$  dan  $87$ .

Senyawa keempat muncul pada waktu retensi  $24,922$  menit dengan konsentrasi  $4,368\%$ . Pola spektra muncul pada  $m/z 15, 27, 41, 43, 57, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil palmitat (wiley9.lib entry: 307402).



Gambar 4.34 Spektra massa metil palmitat



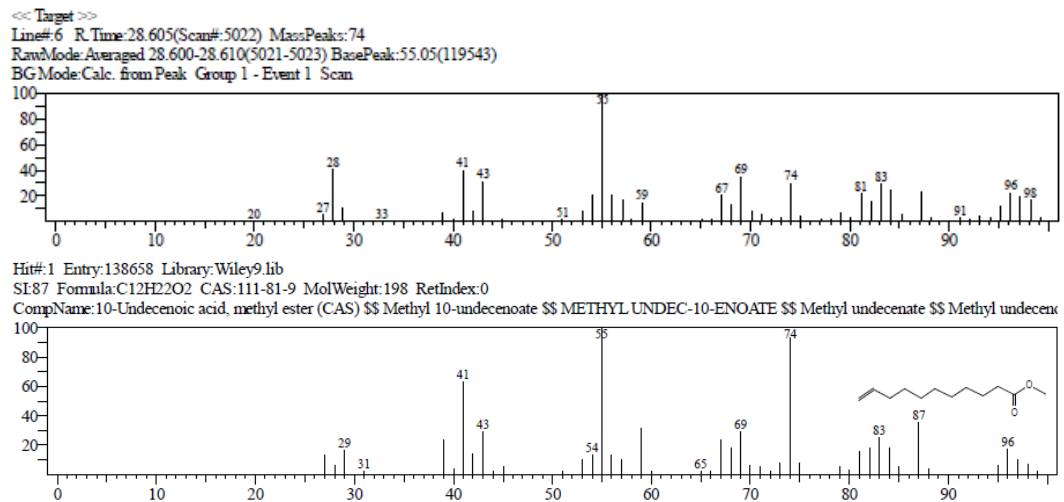
Gambar 4.35 Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat

Gambar 4.34 dan 4.35 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil palmitat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 27, 41, 57$  dan  $87$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ).

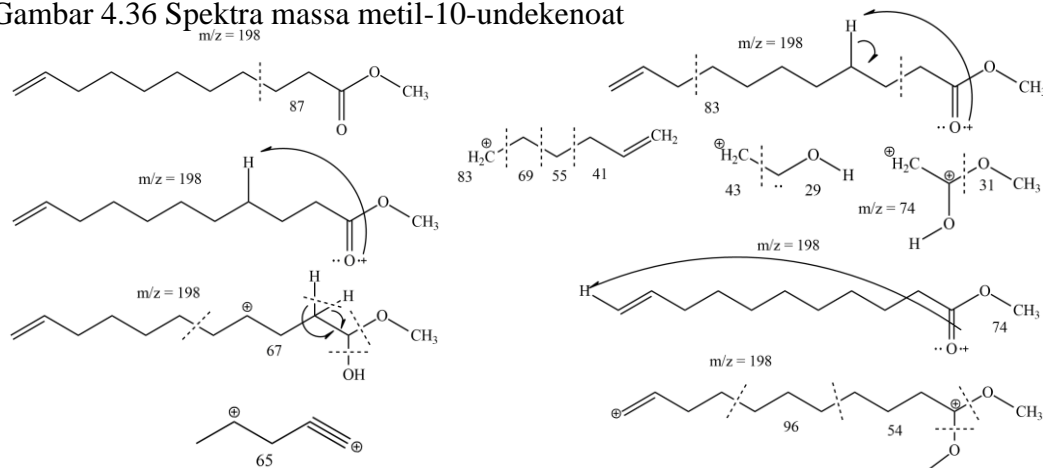
Senyawa kelima muncul pada waktu retensi  $28,606$  menit dengan konsentrasi  $0,524\%$ . Pola spektra muncul pada  $m/z 29, 31, 41, 43, 54, 55, 65, 69, 74, 83, 87$  dan



96. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-10-undekenoat (wiley9.lib entry: 138658).



Gambar 4.36 Spektra massa metil-10-undekenoat

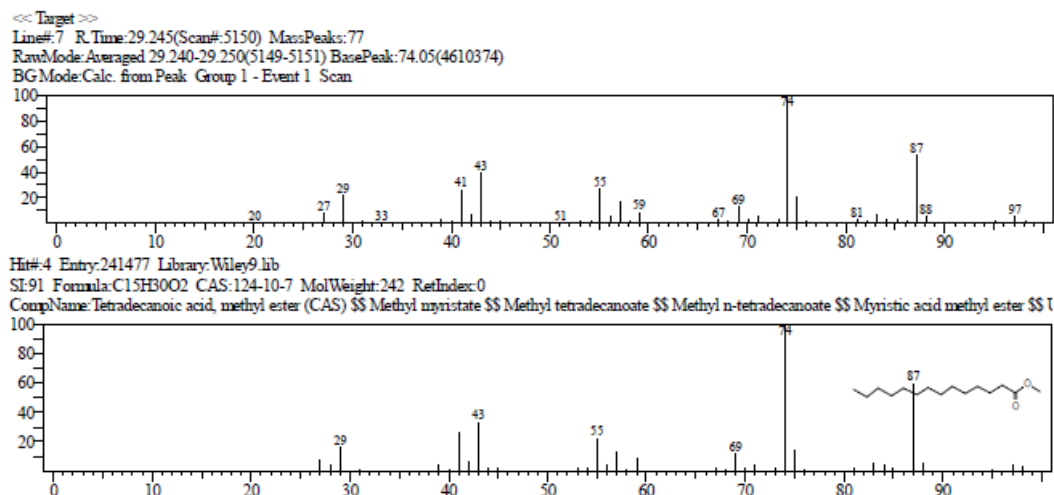


Gambar 4.37 Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekenoat

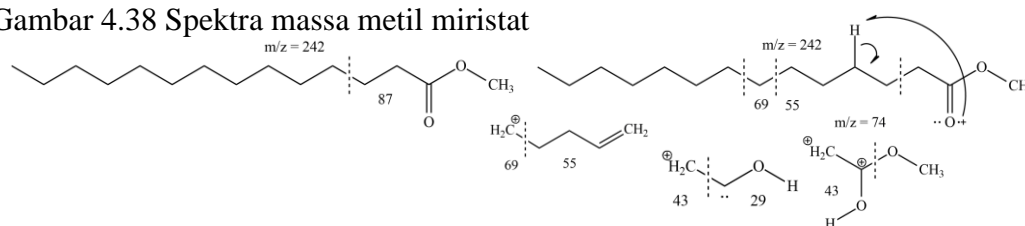
Gambar 4.36 dan 4.37 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil-10-undekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  dan  $74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $83$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29, 31$  dan  $43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C,  $\text{OCH}_3$ ,  $\text{OH}$  dan dua ikatan hidrogen yang

memiliki  $m/z = 65, 54$  dan  $96$ . Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa keenam muncul pada waktu retensi 29,250 menit dengan konsentrasi 46,597%. Pola spektra muncul pada  $m/z 29, 43, 55, 69, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil miristat (wiley9.lib entry: 241477).



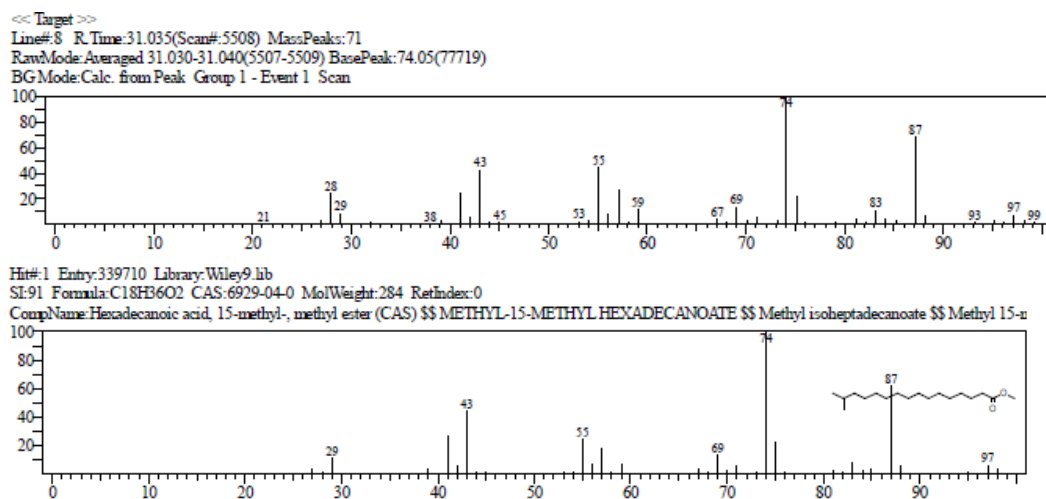
Gambar 4.38 Spektra massa metil miristat



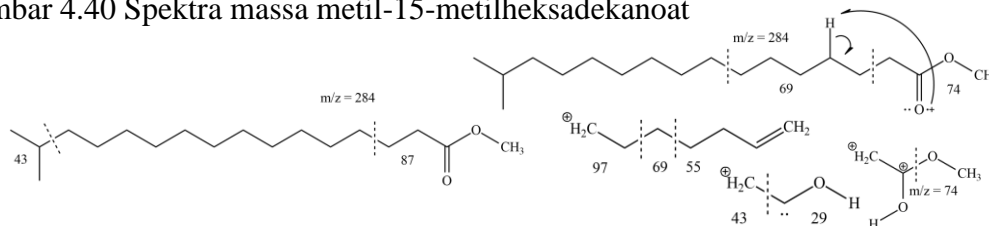
Gambar 4.39 Perkiraan pola fragmentasi metil miristat

Gambar 4.38 dan 4.39 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil miristat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 29, 55$  dan  $69$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa ketujuh muncul pada waktu retensi 31,034 menit dengan konsentrasi 0,241 Pola spektra muncul pada m/z 29, 43, 55, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-15-metilheksadekanoat (wiley9.lib entry: 339710).



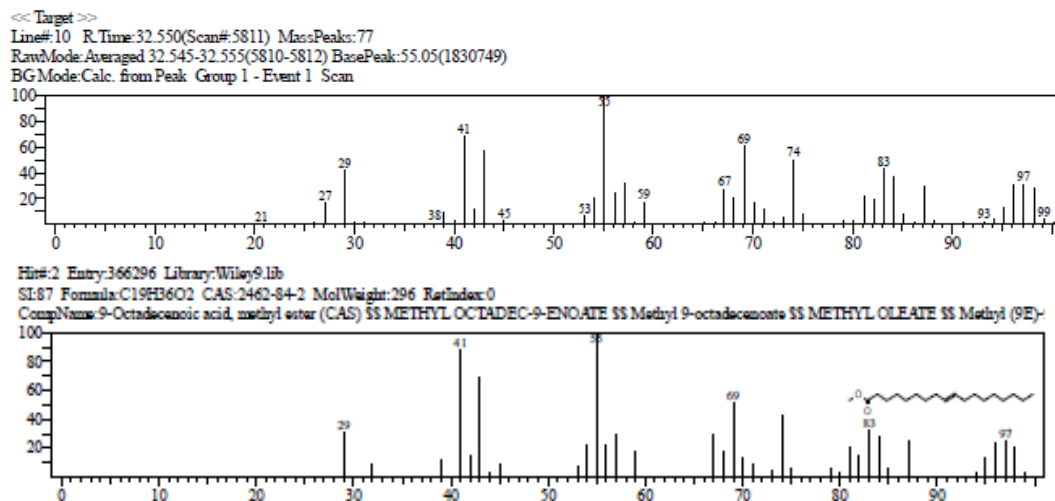
Gambar 4.40 Spektra massa metil-15-metilheksadekanoat



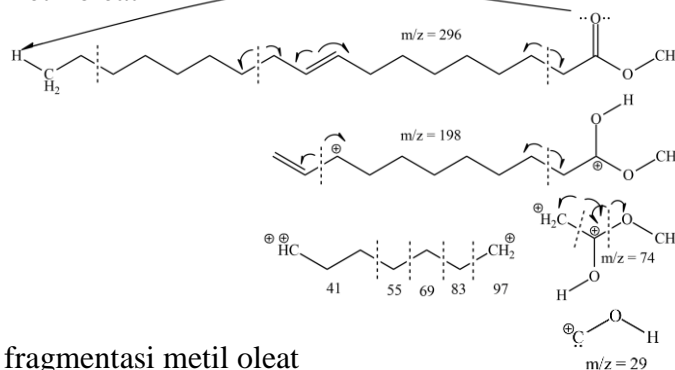
Gambar 4.41 Perkiraan pola fragmentasi metil-15-metilheksadekanoat

Gambar 4.40 dan 4.41 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil-15-metilheksadekanoat dengan puncak utamanya adalah m/z = 74 melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan m/z = 55, 69 dan 97 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak m/z = 29 dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak m/z = 87.

Senyawa kedelapan muncul pada waktu retensi 32,552 menit dengan konsentrasi 24,464%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 41, 55, 69, 83 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (wiley9.lib entry: 366296).



Gambar 4.42 Spektra massa metil oleat

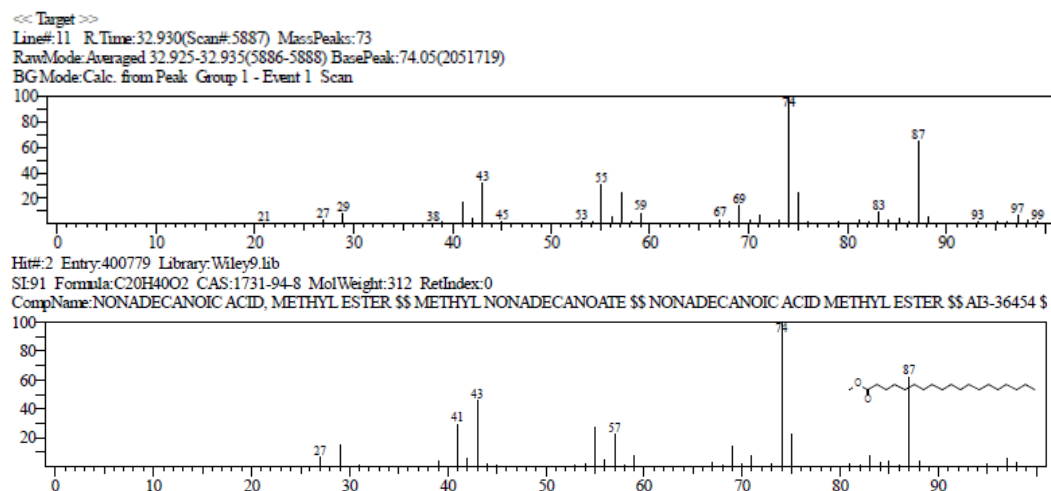


Gambar 4.43 Perkiraan pola fragmentasi metil oleat

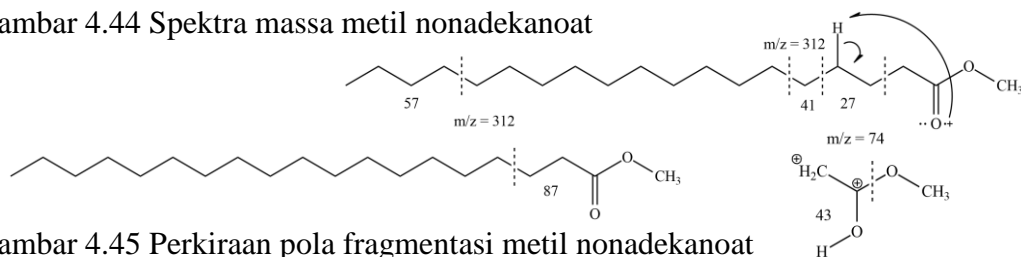
Gambar 4.42 dan 4.43 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil oleat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$ . Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69, 83$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C di cabang paling ujung dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ) pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa kesembilan muncul pada waktu retensi 32,933 menit dengan konsentrasi 9,749%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  27, 41, 43, 57, 74 dan 87. Pola

ini memiliki kesesuaian dengan standar metil nonadekanoat (wiley9.lib entry: 400779).



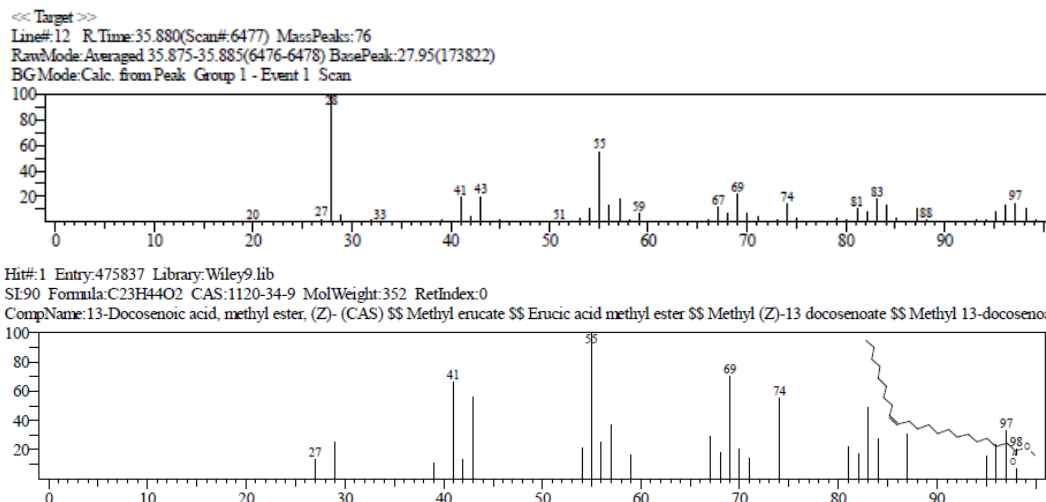
Gambar 4.44 Spektra massa metil nonadekanoat



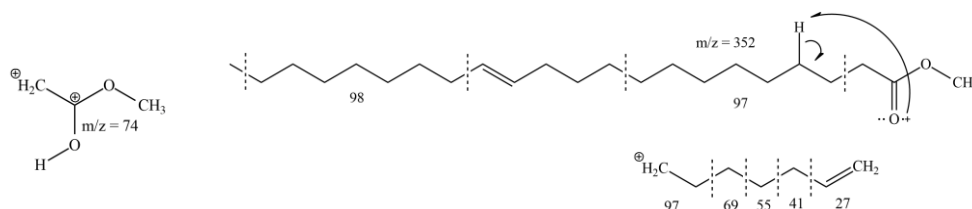
Gambar 4.45 Perkiraan pola fragmentasi metil nonadekanoat

Gambar 4.44 dan 4.45 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil nonadekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kesepuluh muncul pada waktu retensi 32,872 menit dengan konsentrasi 0,695%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  27, 41, 55, 69, 74, 97 dan 98. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil erukat (wiley9.lib entry: 475837).



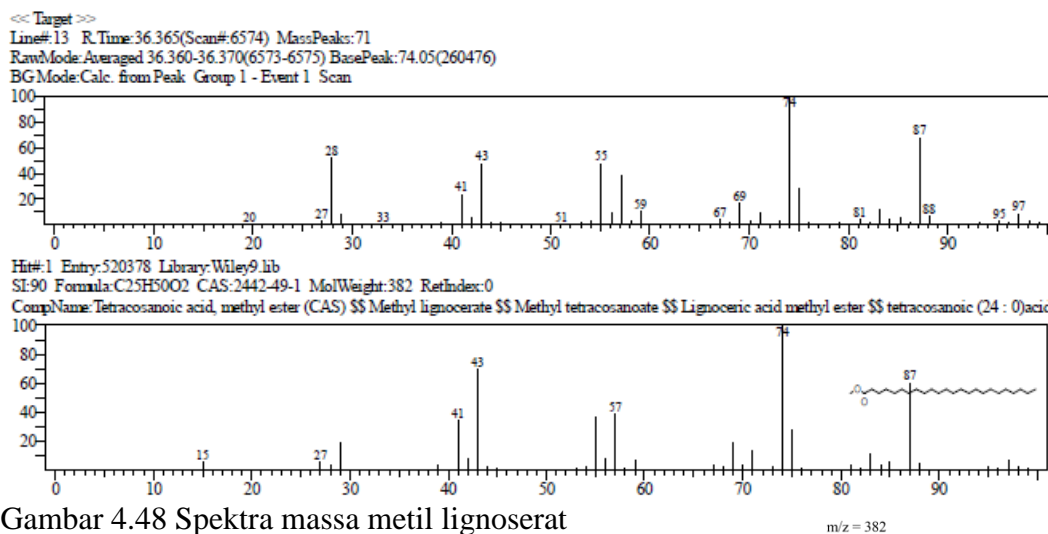
Gambar 4.46 Spektra massa metil erukat



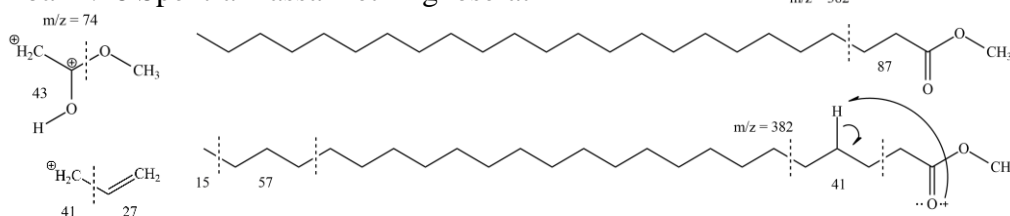
Gambar 4.47 Perkiraan pola fragmentasi metil erukat

Gambar 4.46 dan 4.47 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil erukat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 41, 55, 69, 97$  dan  $98$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 74$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan penyerangan atom hidrogen oleh oksigen pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa kesebelas muncul pada waktu retensi 36,367 menit dengan konsentrasi 0,981%. Pola spektra muncul pada  $m/z 15, 27, 41, 43, 57, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil lignoserat (wiley9.lib entry: 520378).



Gambar 4.48 Spektra massa metil lignoserat



Gambar 4.49 Perkiraan pola fragmentasi lignoserat

Gambar 4.48 dan 4.49 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari lignoserat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  dan  $74$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan penyerangan atom hidrogen oleh oksigen pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*. Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Hasil kromatogram dari reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan instrumentasi GC-MS diimplementasikan ke dalam bentuk tabel yang berisikan berbagai jenis metil ester yang pola fragmentasinya dibandingkan dengan standar Wiley9.lib. Waktu reaksi transesterifikasi selama 2 jam menghasilkan dua senyawa yang paling dominan dengan  $m/z$  masing-masing yaitu metil miristat ( $m/z = 74$ ) sebesar 46,597% dan metil oleat ( $m/z = 55$ ) sebesar 24,464%.

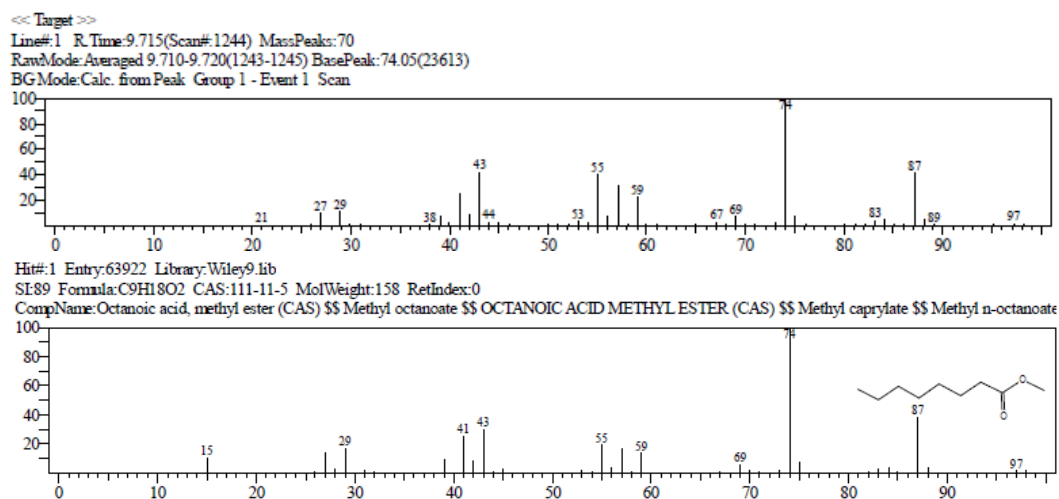
### 4.5.3 Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 3 Jam

Kromatogram dari transesterifikasi selama 3 jam memperlihatkan 8 yang teramati. Namun hanya 6 senyawa yang tergolong dalam persenyawaan metil ester. Senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.7:

Tabel 4.7 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 3 jam

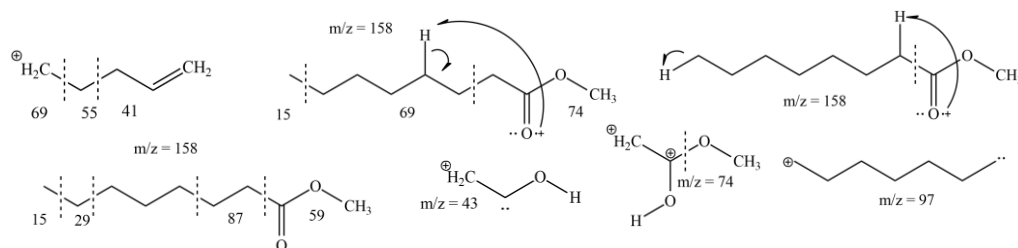
Waktu Reaksi	Senyawa Metil Ester	Waktu Retensi (menit)	m/z	Konsentrasi (%)
3 Jam	Metil Kaprilat (C9:0)	9,715	74	0,771
	Metil Pelargonat (C10:0)	20,310	74	1,644
	Metil Kaprinat (C11:0)	24,921	74	2,597
	Metil Palmitat (C17:0)	29,112	74	48,556
	Metil Oleat (C19:1)	32,384	55	32,792
	Metil Stearat (C19:0)	32,895	74	4,144

Senyawa pertama muncul pada waktu retensi 9,715 menit dengan konsentrasi 0,771%. Pola spektra muncul pada m/z 15, 29, 41, 43, 55, 59, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaprilat (wiley9.lib entry: 63922).



Gambar 4.50 Spektra massa metil kaprilat

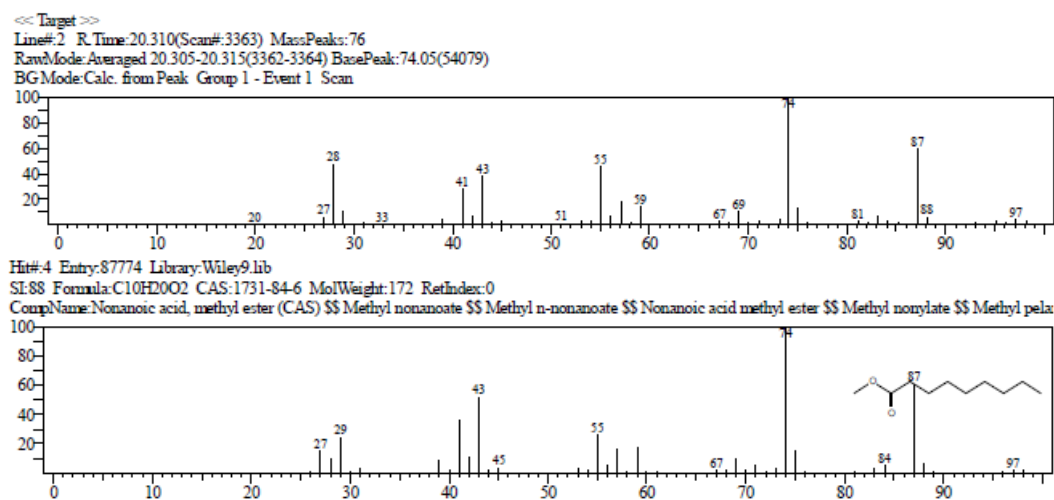




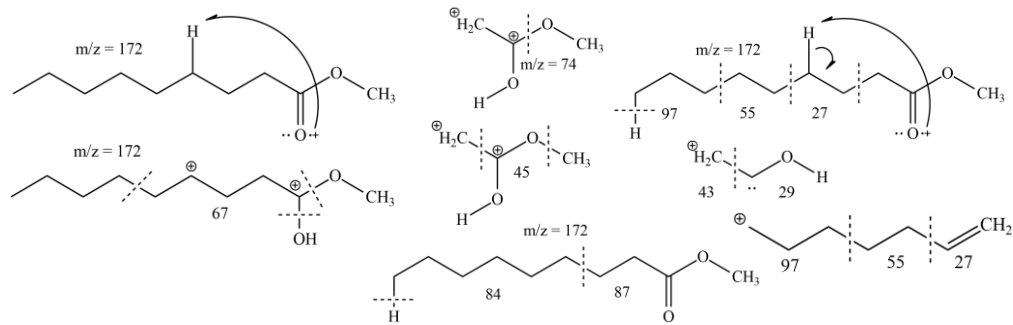
Gambar 4.51 Perkiraan pola fragmentasi metil kaprilat

Gambar 4.50 dan 4.51 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaprilat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 59$  dan  $87$ .

Senyawa kedua muncul pada waktu retensi 20,310 menit dengan konsentrasi 1,644%. Pola spektra muncul pada  $m/z 27, 29, 43, 45, 55, 67, 74, 84, 87$  dan  $97$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil pelargonat (wiley9.lib entry: 87774).



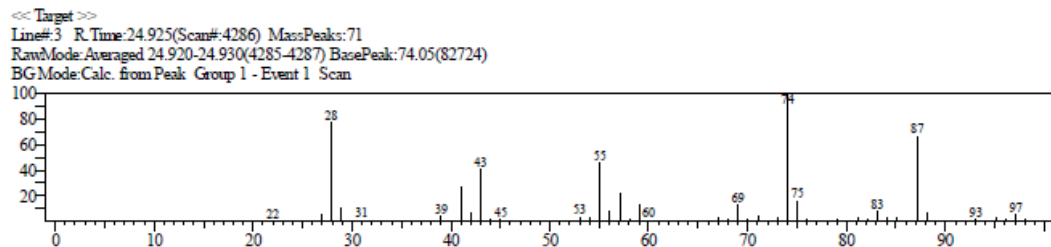
Gambar 4.52 Spektra massa metil pelargonat

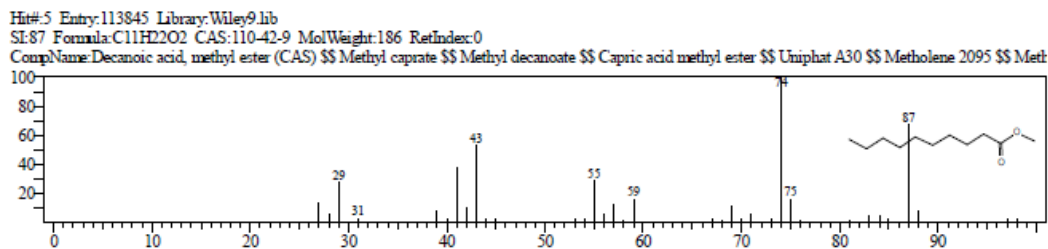


Gambar 4.53 Perkiraan pola fragmentasi metil pelargonat

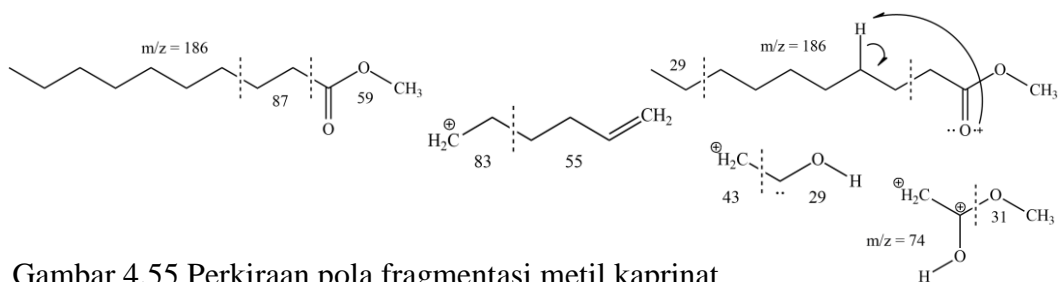
Gambar 4.52 dan 4.53 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil pelargonat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 55$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan  $43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Disisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 84$  dan  $87$ . Puncak  $m/z = 45$  didapatkan melalui pemutusan ikatan C-C dan ikatan O- $\text{CH}_3$ . Sedangkan puncak  $m/z = 81, 97$  dan  $99$  didapatkan melalui penyerangan atom O kepada atom H pada rantai yang paling ujung. Pemutusan ikatan C-C, C-O-H dan O- $\text{CH}_3$  menghasilkan  $m/z = 67$ .

Senyawa ketiga muncul pada waktu retensi 24,921 menit dengan konsentrasi 2,597%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 31, 43, 55, 59, 74, 75 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaprinat (wiley9.lib entry: 113845).





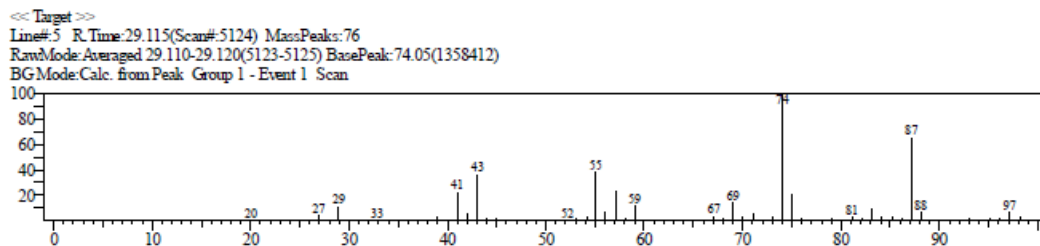
Gambar 4.54 Spektra massa metil kaprinat

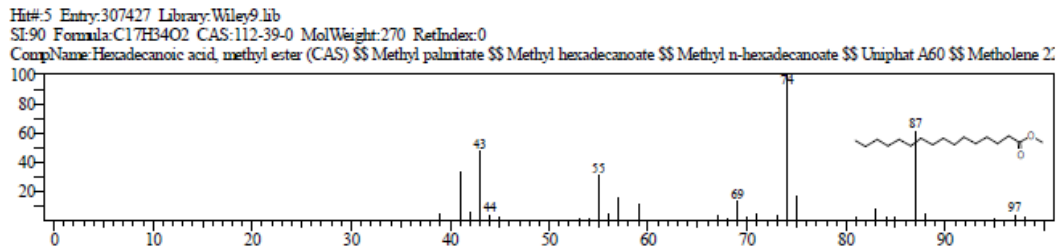


Gambar 4.55 Perkiraan pola fragmentasi metil kaprinat

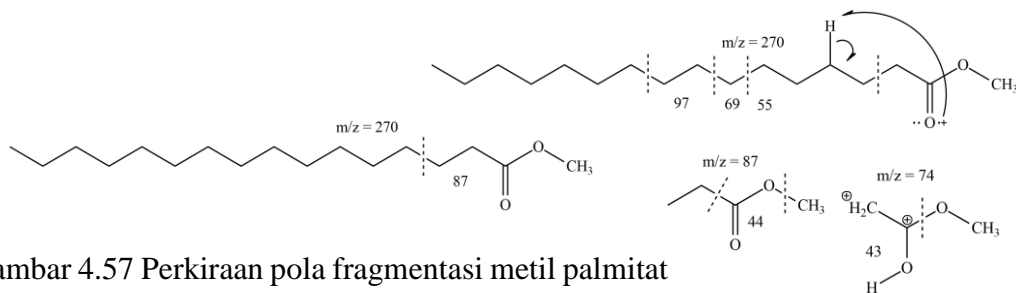
Gambar 4.54 dan 4.55 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaprinat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 29, 43,$  dan  $55$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan  $m/z = 31$  berasal dari pemutusan ikatan C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Disisi lain, puncak  $m/z = 59$  dan  $87$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C pada mekanisme yang tidak menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa keempat muncul pada waktu retensi 29,112 menit dengan konsentrasi 48,556%. Pola spektra muncul pada  $m/z 43, 44, 55, 69, 74, 87$  dan  $97$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil palmitat (wiley9.lib entry: 307427).





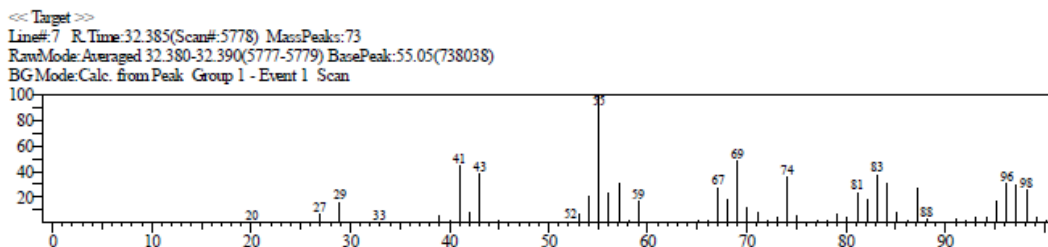
Gambar 4.56 Spektra massa metil palmitat

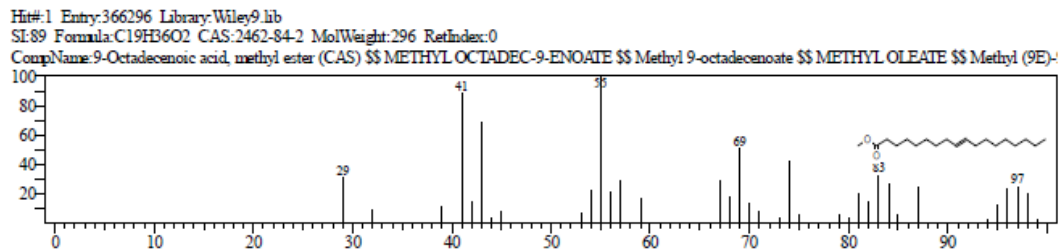


Gambar 4.57 Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat

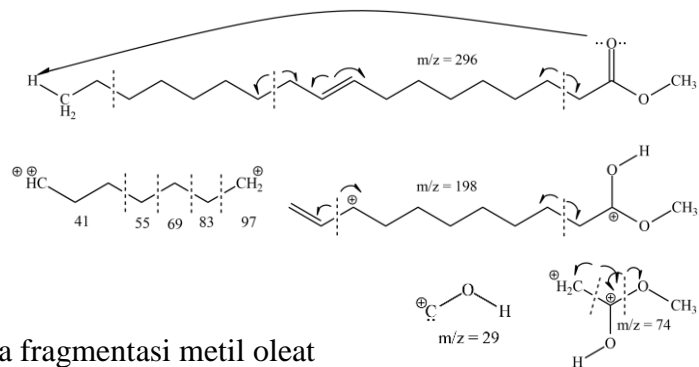
Gambar 4.56 dan 4.57 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil palmitat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 55$ ,  $69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan O- $\text{CH}_3$  dan ikatan C-C sehingga memiliki  $m/z = 44$ . Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kelima muncul pada waktu retensi 32,384 menit dengan konsentrasi 32,796%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 41, 55, 69, 83 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (wiley9.lib entry: 366296).





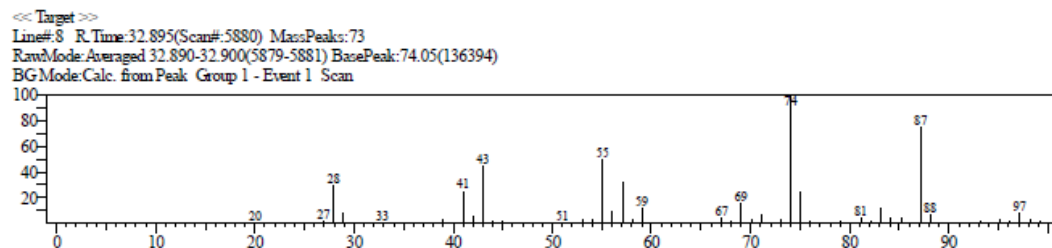
Gambar 4.58 Spektra massa metil oleat

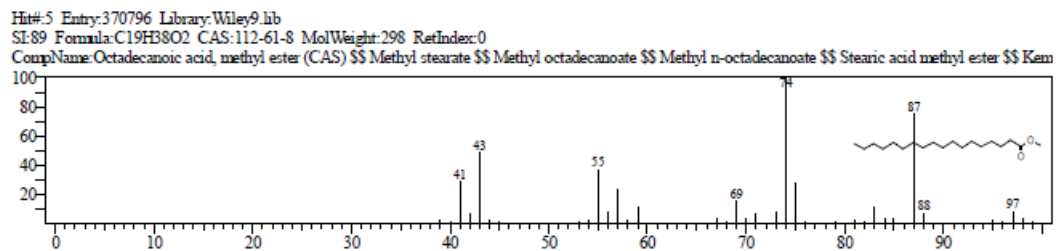


Gambar 4.59 Perkiraan pola fragmentasi metil oleat

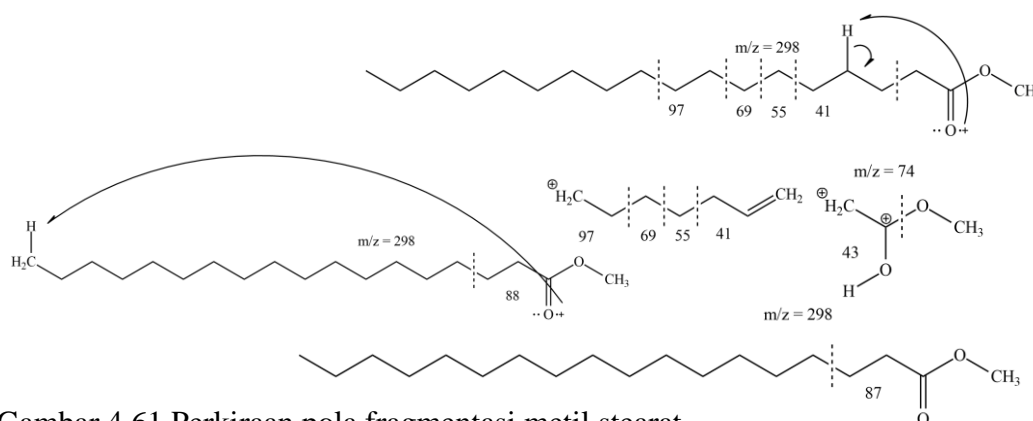
Gambar 4.58 dan 4.59 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil oleat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$ . Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69, 83$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C di cabang paling ujung dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ) pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

Senyawa keenam muncul pada waktu retensi 32,895 menit dengan konsentrasi 4,144%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  41, 43, 55, 69, 74, 87, 88 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil stearat (wiley9.lib entry: 370796).





Gambar 4.60 Spektra massa metil stearat



Gambar 4.61 Perkiraan pola fragmentasi metil stearat

Gambar 4.60 dan 4.61 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil stearat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C di cabang paling ujung dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Sedangkan pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$  dan  $88$ .

Hasil kromatogram dari reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan instrumentasi GC-MS diimplementasikan ke dalam bentuk tabel yang berisikan berbagai jenis metil ester yang pola fragmentasinya dibandingkan dengan standar Wiley9.lib. Waktu reaksi transesterifikasi selama 3 jam menghasilkan dua senyawa yang paling dominan dengan  $m/z$  masing-masing yaitu metil palmitat ( $m/z = 74$ ) sebesar 48,556% dan metil oleat ( $m/z = 55$ ) sebesar 32,796%.

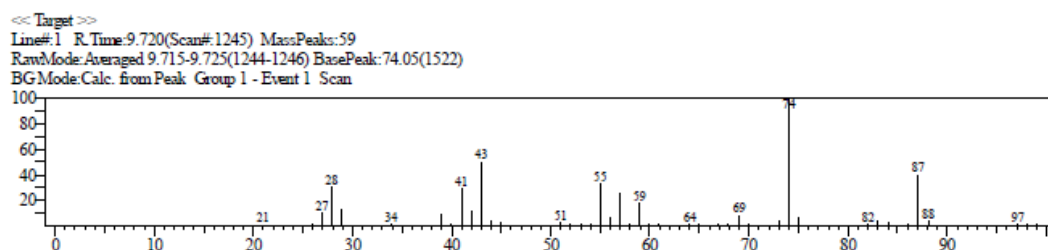
#### 4.5.4 Analisis Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/Zeolit Alam Selama 4 Jam

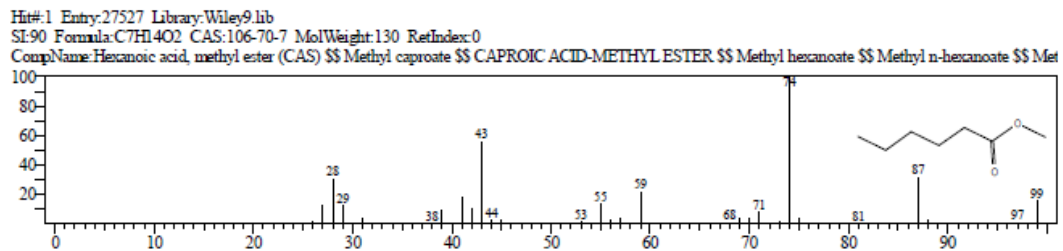
Terdapat 15 senyawa yang teramati dalam hasil kromatogram transesterifikasi selama 4 jam. Namun, hanya terdapat 12 senyawa yang tergolong ke dalam persenyawaan metil ester. Senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.8:

Tabel 4.8 Komposisi metil ester dari transesterifikasi selama 4 jam

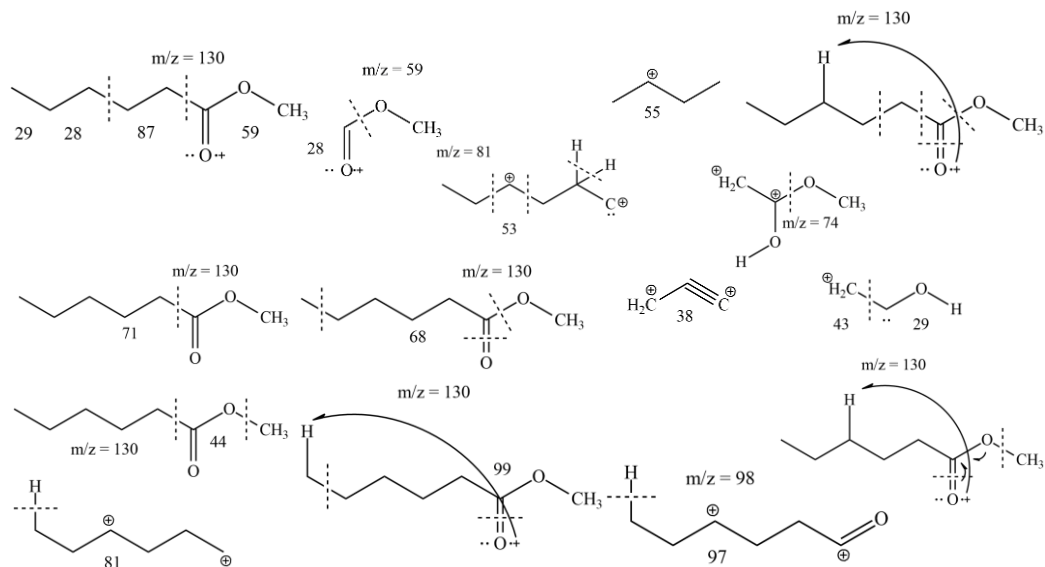
Waktu Reaksi	Senyawa Metil Ester	Waktu Retensi (menit)	m/z	Konsentrasi (%)
4 Jam	Metil Kaprilat (C9:0)	9,711	74	0,297
	Metil pelargonat (C10:0)	15,186	74	0,230
	Metil Laurat (C13:0)	20,300	74	2,288
	Metil Tridekanoat (C14:0)	24,922	74	5,783
	Metil Cis-4-Oktenoat (C9:1)	28,518	74	0,256
	Metil-10-Undekenoat (C12:1)	28,605	55	0,621
	Metil Miristat (C15:0)	29,270	74	40,389
	Metil-15-Metilheksanoat (C18:0)	31,034	74	0,367
	Metil Oleat (C19:1)	32,605	55	30,730
	Metil Nonadekanoat (C20:0)	32,959	74	11,210
	Metil Erukat (C23:1)	35,871	55	0,381
	Metil Lignoserat (C25:0)	36,360	74	1,087

Senyawa pertama muncul pada waktu retensi 9,711 menit dengan konsentrasi 0,297%. Pola spektra muncul pada m/z 28, 29, 38, 43, 44, 53, 55, 59, 68, 71, 74, 81, 87, 97 dan 99. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil kaproat (wiley9.lib entry: 27527).





Gambar 4.62 Spektra massa metil kaproat

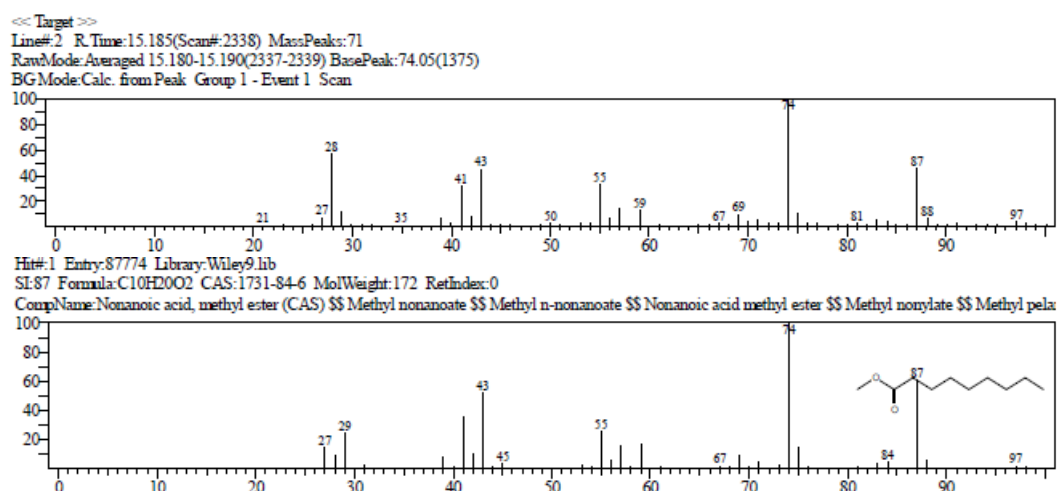


Gambar 4.63 Perkiraan pola fragmentasi metil kaproat

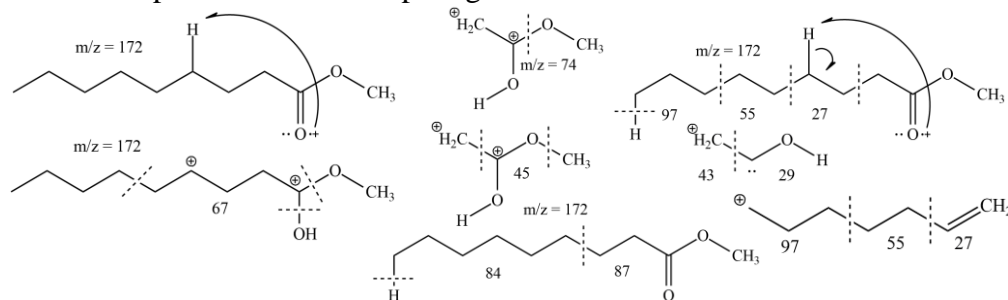
Gambar 4.62 dan 4.63 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil kaproat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29, 43$  dan  $71$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C. Disisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 28, 29, 59$  dan  $87$ . Pemutusan ikatan C-C dan ikatan hidrogen memiliki  $m/z = 38, 53$  dan  $55$ . Puncak  $m/z = 44$  didapatkan melalui pemutusan ikatan C-C dan ikatan O-CH<sub>3</sub>. Sedangkan puncak  $m/z = 81, 97$  dan  $99$  didapatkan melalui penyerangan atom O kepada atom H pada rantai yang paling ujung. Pemutusan ikatan C-C, C-O-H dan O-CH<sub>3</sub> menghasilkan  $m/z = 68$ .



Senyawa kedua muncul pada waktu retensi 15,186 menit dengan konsentrasi 0,230%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  27, 29, 43, 45, 55, 67, 74, 84, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil pelargonat (wiley9.lib entry: 87774).



Gambar 4.64 Spektra massa metil pelargonat

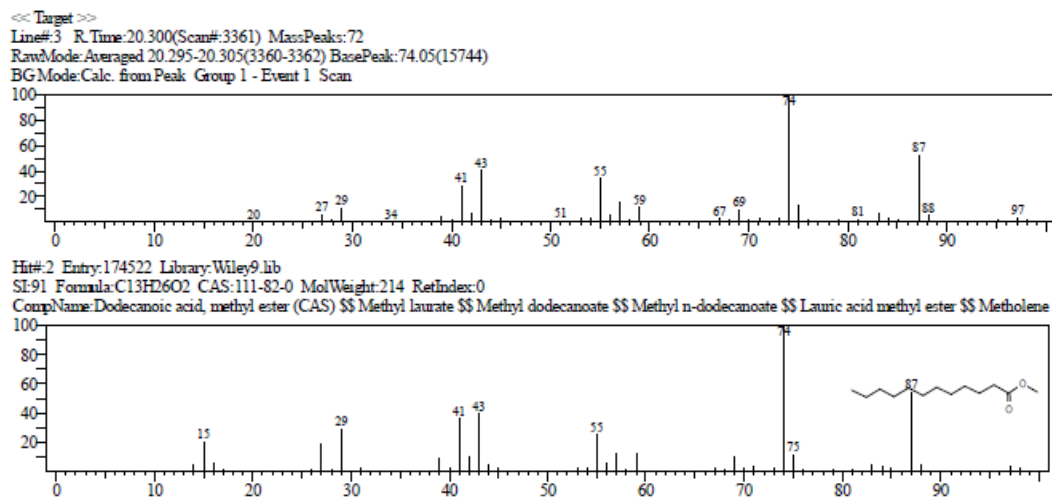


Gambar 4.65 Perkiraan pola fragmentasi metil pelargonat

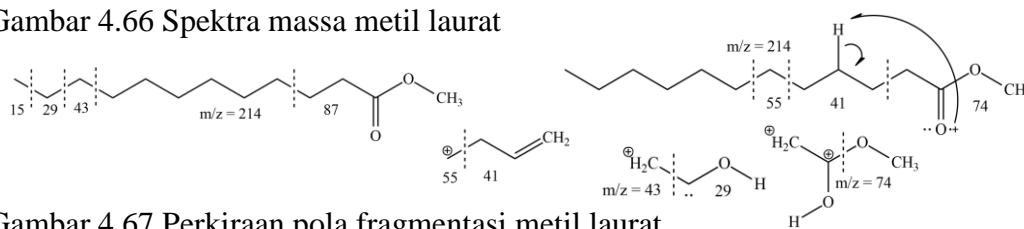
Gambar 4.64 dan 4.65 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil pelargonat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27$ , 55 dan 97 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Disisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 84$  dan 87. Puncak  $m/z = 45$  didapatkan melalui pemutusan ikatan C dan ikatan O- $\text{CH}_3$ . Sedangkan puncak  $m/z = 81$ , 97 dan 99 didapatkan melalui

penyerangan atom O kepada atom H pada rantai yang paling ujung. Pemutusan ikatan C-C, C-O-H dan O-CH<sub>3</sub> menghasilkan  $m/z = 67$ .

Senyawa ketiga muncul pada waktu retensi 20,300 menit dengan konsentrasi 2,288%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 29, 41, 43, 55, 74, 75 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil laurat (wiley9.lib entry: 174532).



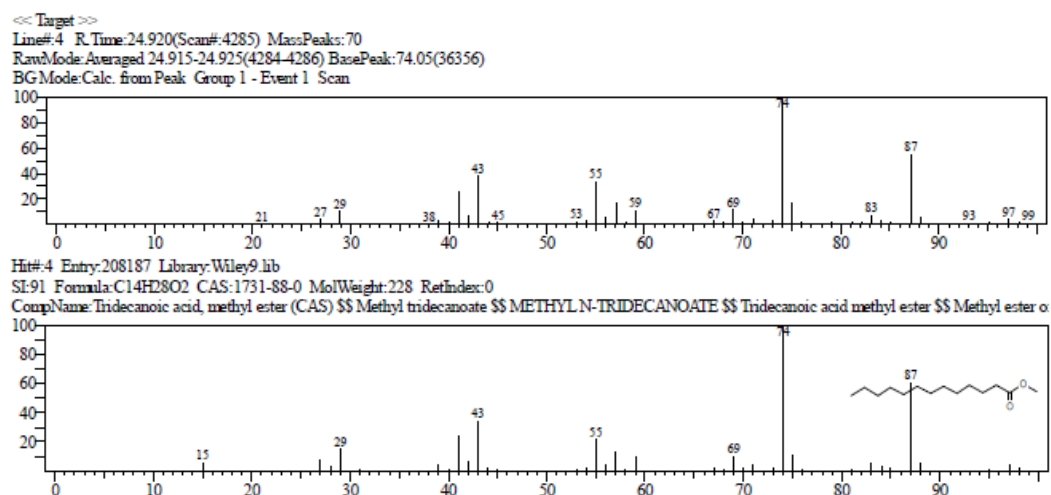
Gambar 4.66 Spektra massa metil laurat



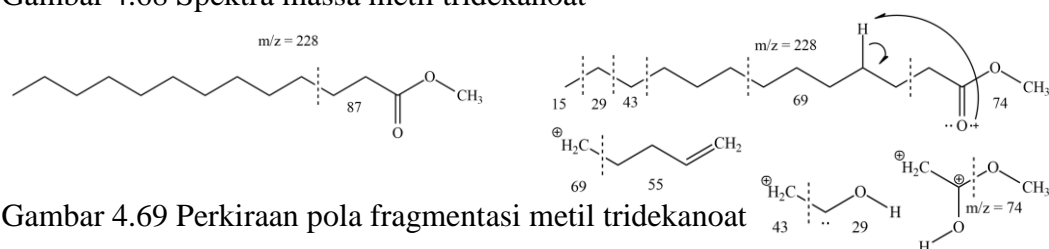
Gambar 4.67 Perkiraan pola fragmentasi metil laurat

Gambar 4.66 dan 4.67 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil laurat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 29, 41, 43,$  dan  $55$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan  $43$  yang lain diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida (CH<sub>3</sub>O<sup>+</sup>). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa keempat muncul pada waktu retensi 24,922 menit dengan konsentrasi 5,783%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  15, 29, 43, 55, 69, 74 dan 87. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil tridekanoat (wiley9.lib entry: 208187).



Gambar 4.68 Spektra massa metil tridekanoat

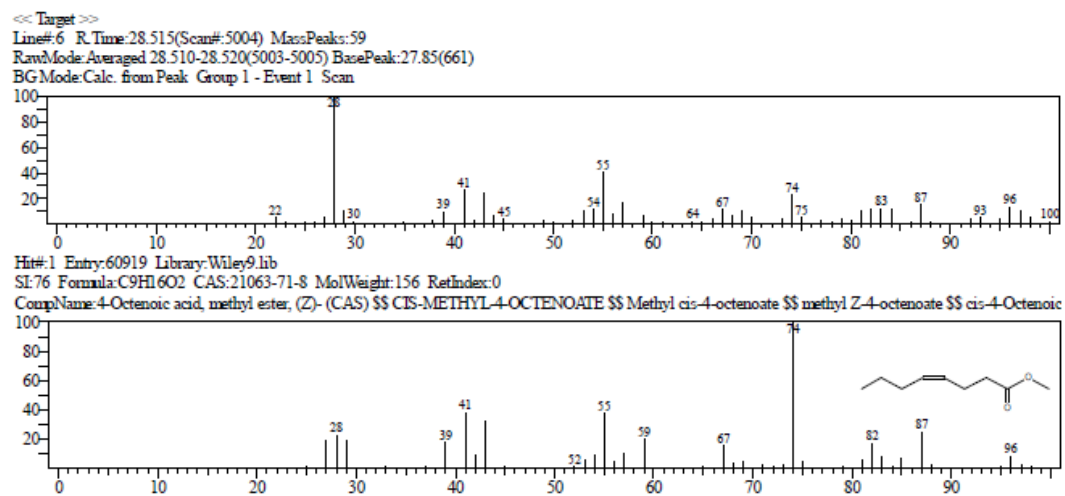


Gambar 4.69 Perkiraan pola fragmentasi metil tridekanoat

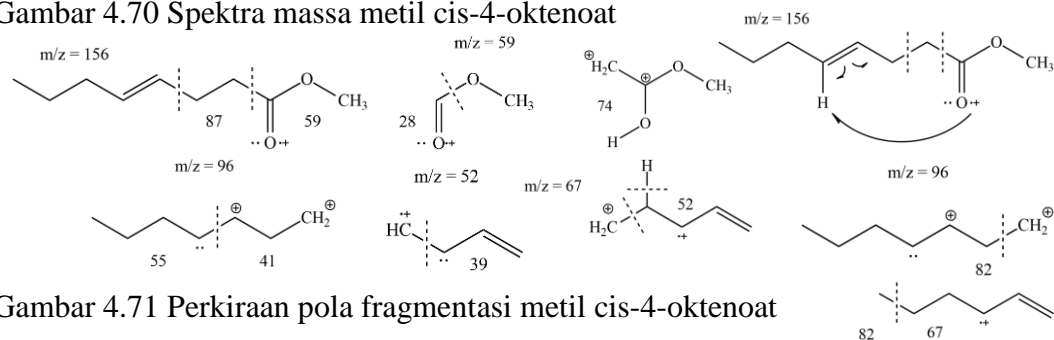
Gambar 4.68 dan 4.69 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil tridekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 55$  dan 69 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 15, 29, 43$  dan 87.

Senyawa kelima muncul pada waktu retensi 28,518 menit dengan konsentrasi 0,256%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  28, 39, 41, 52, 55, 59, 67, 74, 82, 87 dan 96.

Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil cis-4-oktenoat (wiley9.lib entry: 60919).



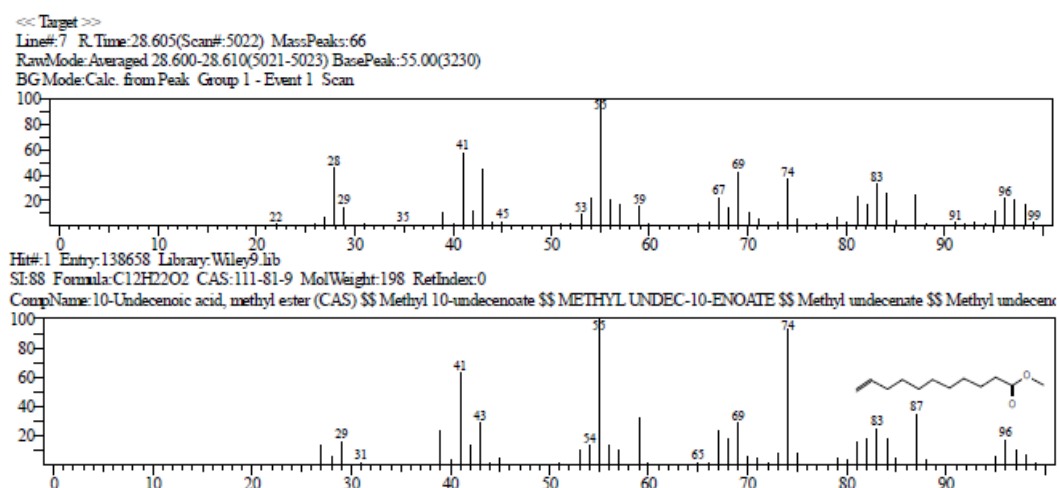
Gambar 4.70 Spektra massa metil cis-4-oktenoat



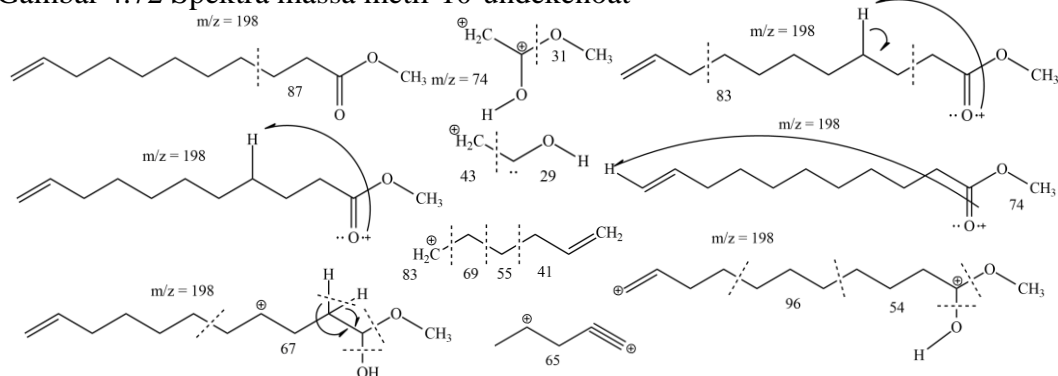
Gambar 4.71 Perkiraan pola fragmentasi metil cis-4-oktenoat

Gambar 4.70 dan 4.71 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil cis-4-oktenoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 39$ ,  $41$ ,  $55$ ,  $59$ ,  $67$  dan  $82$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ . Pemutusan ikatan C-C dan ikatan hidrogen memiliki  $m/z = 52$ . Puncak  $m/z = 52$  didapatkan melalui pemutusan ikatan C-C dan ikatan hidrogen. Sedangkan puncak  $m/z = 96$  didapatkan melalui penyerangan atom O kepada atom H. Pemutusan ikatan O-CH<sub>3</sub> menghasilkan  $m/z = 28$ .

Senyawa keenam muncul pada waktu retensi 28,605 menit dengan konsentrasi 0,621%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  28, 31, 41, 43, 54, 55, 65, 69, 74, 83, 87 dan 96. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-10-undekenoat (wiley9.lib entry: 138658).



Gambar 4.72 Spektra massa metil-10-undekenoat

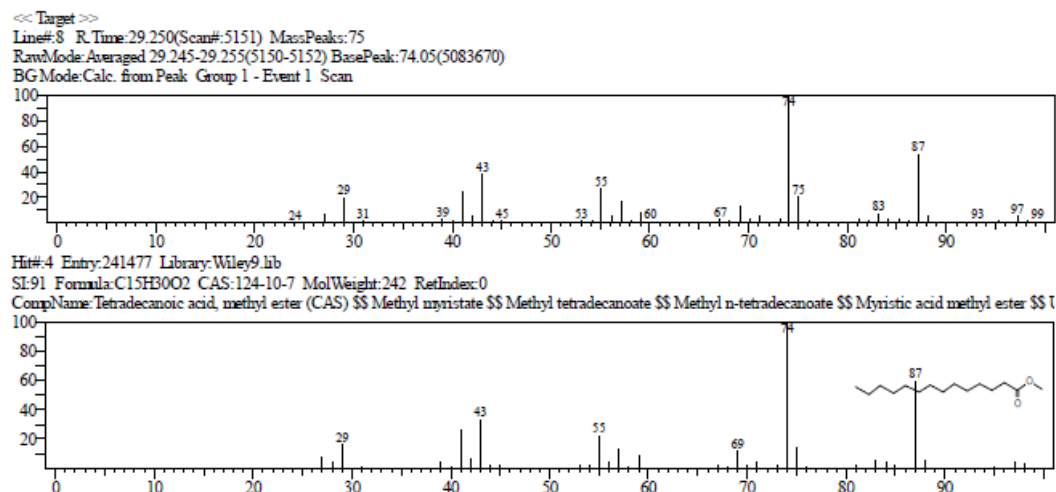


Gambar 4.73 Perkiraan pola fragmentasi metil-10-undekenoat

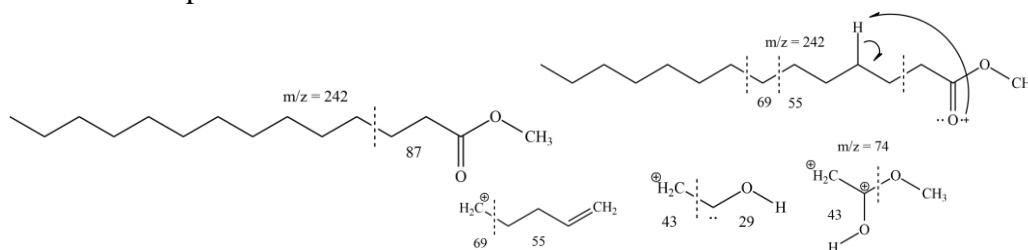
Gambar 4.72 dan 4.73 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil-10-undekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  dan 74 melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69$  dan 83 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29, 31$  dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C,  $\text{OCH}_3$ , OH dan dua ikatan hidrogen yang

memiliki  $m/z = 65, 54$  dan  $96$ . Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa ketujuh muncul pada waktu retensi 29,270 menit dengan konsentrasi 40,389%. Pola spektra muncul pada  $m/z 29, 43, 55, 69, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil miristat (wiley9.lib entry: 241477).



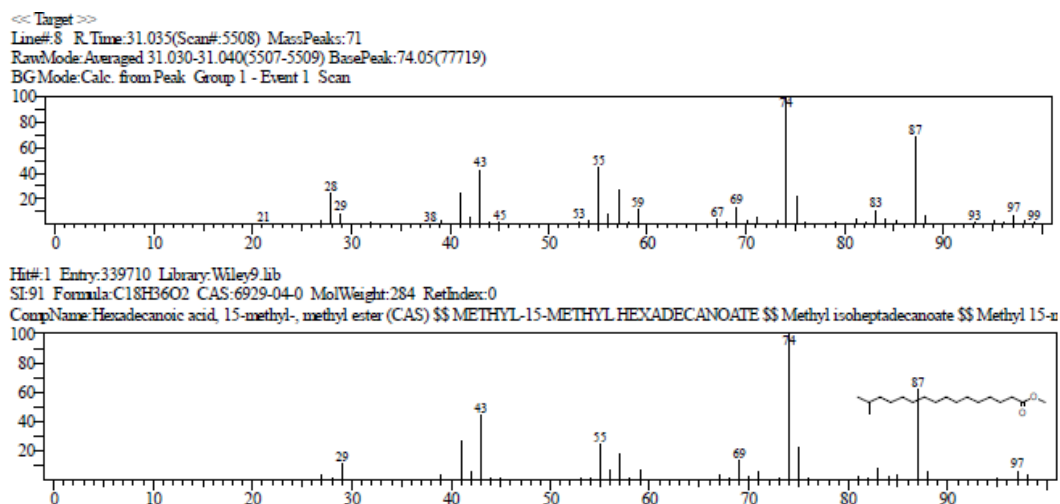
Gambar 4.74 Spektra massa metil miristat



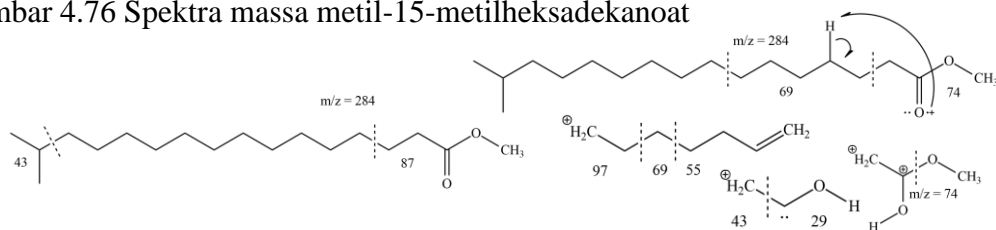
Gambar 4.75 Perkiraan pola fragmentasi metil miristat

Gambar 4.74 dan 4.75 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil miristat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 29, 55$  dan  $69$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kedelapan muncul pada waktu retensi 31,034 menit dengan konsentrasi 0,367%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 43, 55, 69, 74, 87 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil-15-metilheksadekanoat (wiley9.lib entry: 339710).



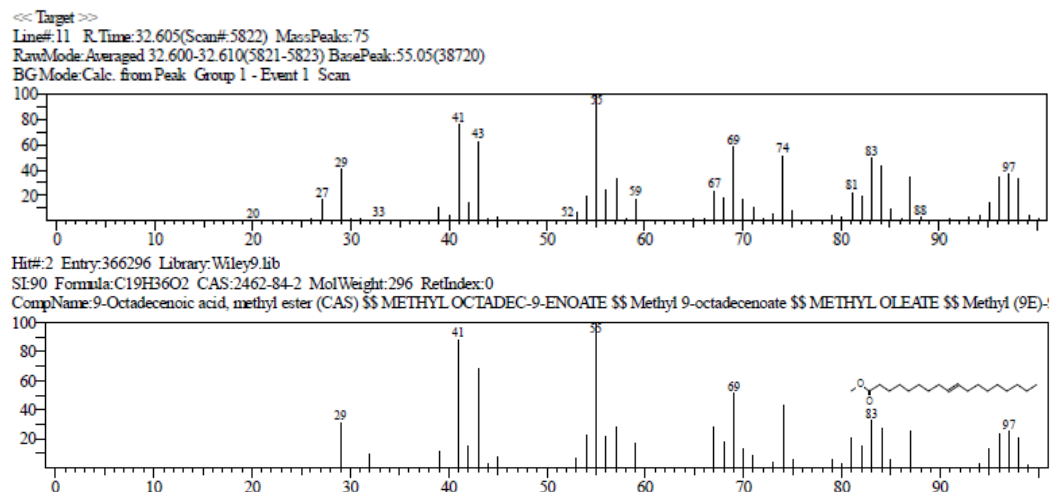
Gambar 4.76 Spektra massa metil-15-metilheksadekanoat



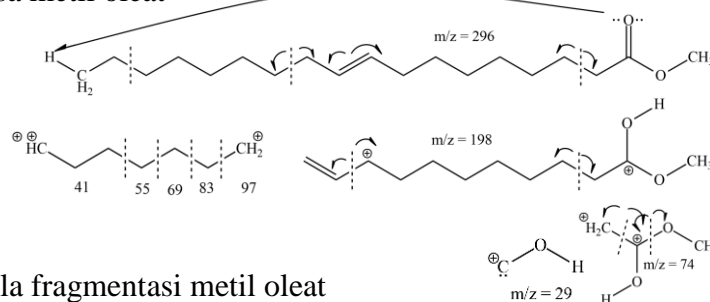
Gambar 4.77 Perkiraan pola fragmentasi metil-15-metilheksadekanoat

Gambar 4.76 dan 4.77 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil isoheptanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 55$ , 69 dan 97 dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  dan 43 diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kesembilan muncul pada waktu retensi 32,605 menit dengan konsentrasi 30,730%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  29, 41, 55, 69, 83 dan 97. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (wiley9.lib entry: 366296).



Gambar 4.78 Spektra massa metil oleat



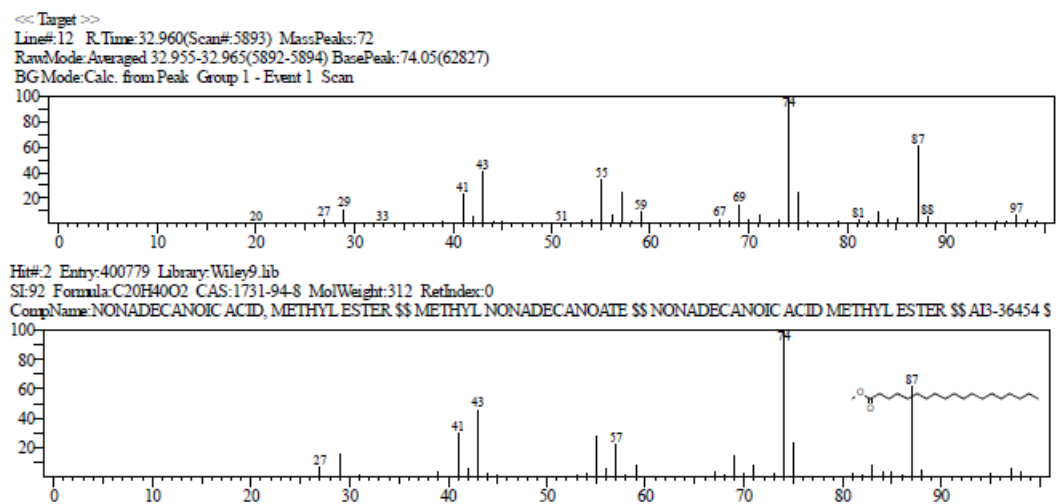
Gambar 4.79 Perkiraan pola fragmentasi metil oleat

Gambar 4.78 dan 4.79 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil oleat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$ . Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69, 83$  dan  $97$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 29$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C di cabang paling ujung dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ) pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

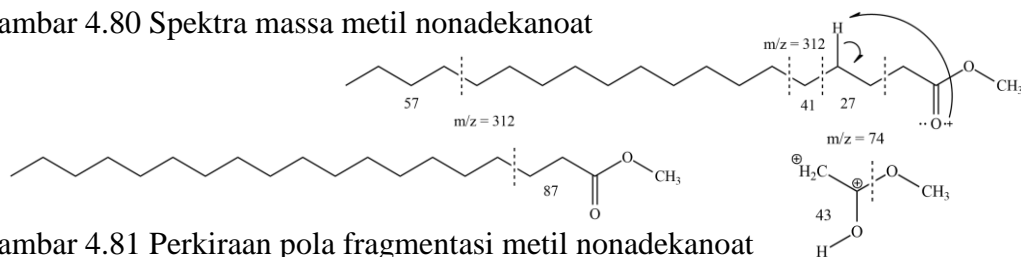
Senyawa kesepuluh muncul pada waktu retensi 32,959 menit dengan konsentrasi 11,210%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  27, 41, 43, 57, 74 dan 87. Pola



ini memiliki kesesuaian dengan standar metil nonadekanoat (wiley9.lib entry: 400779).



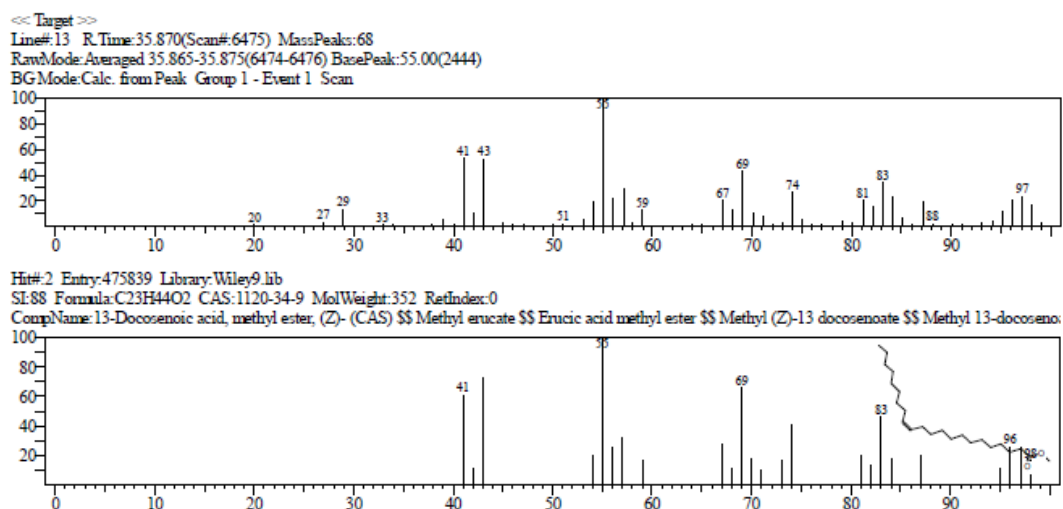
Gambar 4.80 Spektra massa metil nonadekanoat



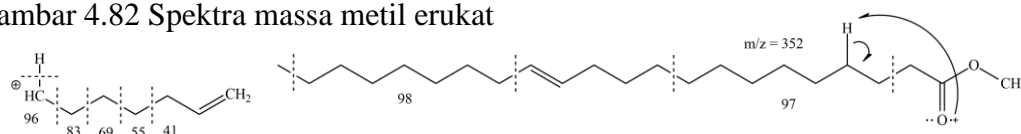
Gambar 4.81 Perkiraan pola fragmentasi metil nonadekanoat

Gambar 4.80 dan 4.81 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil nonadekanoat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Di sisi lain, terjadi pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* yang menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Senyawa kesebelas muncul pada waktu retensi 35,871 menit dengan konsentrasi 0,381%. Pola spektra muncul pada  $m/z$  41, 55, 69, 83, 96 dan 98. Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil erukat (wiley9.lib entry: 475839).



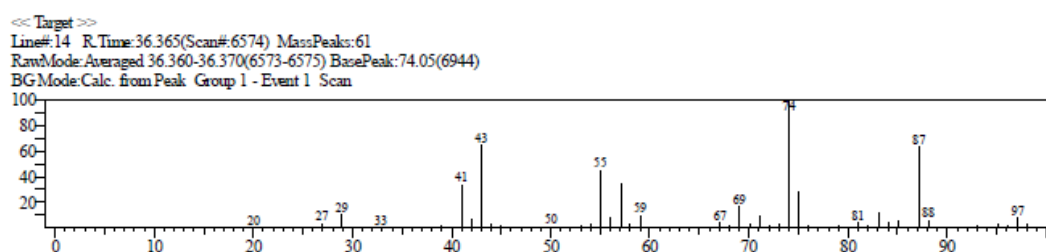
Gambar 4.82 Spektra massa metil erukat



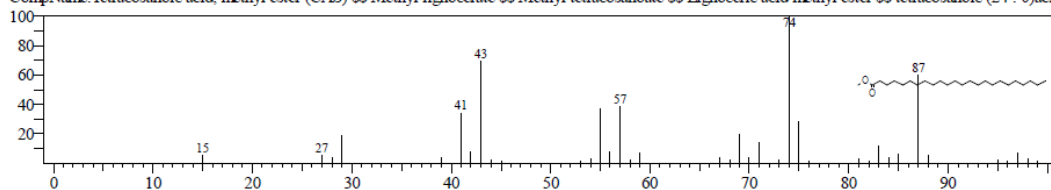
Gambar 4.83 Perkiraan pola fragmentasi metil erukat

Gambar 4.82 dan 4.83 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari metil erukat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 55$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 41, 55, 69, 83$  dan  $96$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan  $m/z = 98$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan penyerangan atom hidrogen oleh oksigen pada mekanisme yang menyebabkan penataan *Mc Lafferty*.

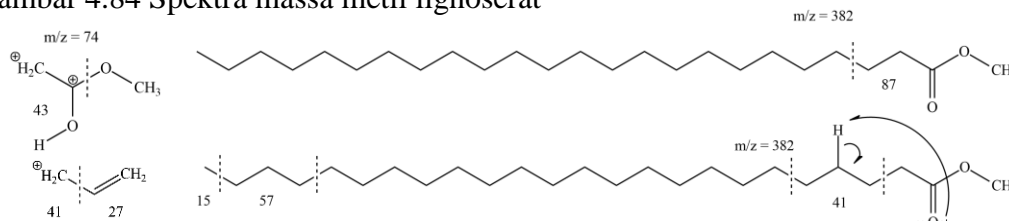
Senyawa keduabelas muncul pada waktu retensi 36,360 menit dengan konsentrasi 1,087%. Pola spektra muncul pada  $m/z 15, 27, 41, 43, 57, 74$  dan  $87$ . Pola ini memiliki kesesuaian dengan standar metil lignoserat (wiley9.lib entry: 520378).



Hit# 1 Entry: 520378 Library: Wiley9.lib  
 SI: 90 Formula: C<sub>25</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub> CAS: 2442-49-1 MolWeight: 382 RetIndex: 0  
 CompName: Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl lignocerate Methyl tetracosanoate Lignoceric acid methyl ester tetracosanoic (24 : 0) acid



Gambar 4.84 Spektra massa metil lignoserat



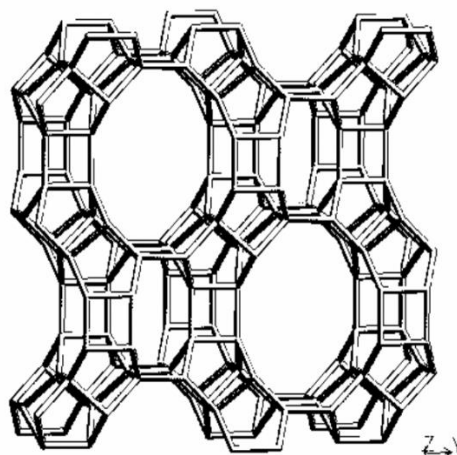
Gambar 4.85 Perkiraan pola fragmentasi metil lignoserat

Gambar 4.84 dan 4.85 menunjukkan spektrum massa dan perkiraan pola fragmentasi dari lignoserat dengan puncak utamanya adalah  $m/z = 74$  melalui penataan ulang *Mc Lafferty*. Puncak dengan  $m/z = 15, 27, 41$  dan  $57$  dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Sedangkan puncak  $m/z = 43$  diperkirakan berasal dari pemutusan ikatan C-C dan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^+$ ). Pemutusan ikatan C-C sebelum terjadinya penataan *Mc Lafferty* menghasilkan puncak  $m/z = 87$ .

Hasil kromatogram dari reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan instrumentasi GC-MS yang diimplementasikan ke dalam bentuk tabel berisikan berbagai jenis metil ester yang pola fragmentasinya dibandingkan dengan standar Wiley9.lib. Waktu reaksi transesterifikasi selama 4 jam menghasilkan dua senyawa yang paling dominan dengan  $m/z$  masing-masing yaitu metil miristat ( $m/z = 74$ ) sebesar 40,389% dan metil oleat ( $m/z = 55$ ) sebesar 30,730%.

Falah (2018) melaporkan bahwa spektrum massa etil ester mempunyai pola tertentu yaitu puncak utama  $m/z = 74$  ditunjukkan oleh metil ester berikatan jenuh dan metil ester tak jenuh menghasilkan puncak utama  $m/z = 55$ . Puncak utama  $m/z = 74$  pada metil ester yang berikatan jenuh merupakan fragmen yang paling stabil

terjadi penstabilan oleh adanya penataan ulang *Mc Lafferty* pada gugus  $C_3H_6O_2^+$ . Sedangkan fragmen yang paling stabil dibandingkan fragmen lainnya ada pada gugus ( $C_4H_7^+$ ) yang memiliki puncak utama  $m/z$  55.



Gambar 4.86 Struktur dasar mordenit

Pada lama reaksi 1, 2 dan 4 jam dihasilkan produk metil ester tertinggi dengan senyawa yang sama yaitu metil miristat, metil oleat dan metil nonadekanoat. Sedangkan waktu reaksi selama 3 jam dihasilkan produk tertinggi metil palmitat, metil oleat dan metil stearat. Marek, dkk. (2014) melaporkan bahwa mordenit memiliki 2 ukuran pori yaitu  $6.5 \times 7.0 \text{ \AA}$  dan  $2.6 \times 5.7 \text{ \AA}$  yang tergolong kecil sehingga sebagian besar molekul hidrokarbon sulit untuk berdifusi. Pori-pori mordenit yang kecil membuat reaktan yang memiliki ukuran besar mengalami kesulitan bereaksi selama transfer massa yang akan berpengaruh pada aktifitas katalitiknya. Oleh karena itu, pada penelitian ini zeolit berfungsi sebagai katalis untuk *cracking*, yaitu proses penguraian atau pemecahan molekul senyawa hidrokarbon berukuran besar menjadi molekul senyawa berukuran lebih kecil. Hal ini berpengaruh terhadap waktu reaksi yang lebih cepat dan menghasilkan metil ester dengan rantai yang lebih pendek. Pada waktu reaksi 1, 2 dan 4 jam dihasilkan

metil ester dengan rantai yang lebih pendek, yaitu metil miristat. Sedangkan pada waktu reaksi 3 jam dihasilkan metil dengan rantai yang lebih panjang, yaitu metil palmitat.

#### 4.6 Korelasi Transesterifikasi Metil Ester dengan Islam

Mukmin yang taat adalah seseorang yang beragama Islam yang mempelajari dan mengimplementasikan Al-Qur'an ke dalam kehidupan sehari-hari. Meskipun Allah telah memberikan banyak pengetahuan, akan tetapi jika dibandingkan dengan pengetahuan Allah maka hanya sedikit yang dapat diketahui seseorang. Begitu pula pengetahuan tentang penciptaan langit dan bumi serta seluruh kenikmatan didalamnya yang ditujukan untuk kesejahteraan manusia. Salah satu kenikmatan yang bisa dirasakan saat ini adalah pemanfaatan olahan minyak bumi seperti biodiesel (metil ester) sebagai energi alternatif untuk bahan bakar kendaraan bermotor guna memenuhi kebutuhan hidup manusia yang tidak akan bisa hidup di satu tempat dan cenderung berpindah-pindah. Hal ini berkaitan dengan perkembangan ilmu pengetahuan yang semakin pesat sehingga menghantarkan derajat manusia ke tingkat yang lebih tinggi. Allah berfirman dalam surat Al-A'raf ayat 10:

وَلَقَدْ مَكَّنَّاكُمْ فِي الْأَرْضِ وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعَايِشَ ۗ قَلِيلًا مَّا تَشْكُرُونَ

*Artinya: "Dan sungguh, Kami telah menempatkan kamu di bumi dan di sana Kami sediakan (sumber) penghidupan untukmu (tetapi) sedikit sekali kamu bersyukur" (Q.S. Al-A'raf (7): 10).*

As-Suyuthi dalam tafsir Jalalain menjelaskan bahwa sesungguhnya Allah telah menempatkan anak-anak Adam di muka bumi beserta isinya sebagai sumber-sumber penghidupan (مَعَايِشَ) jamak dari kata (مَعِيشَةٌ) yang memiliki arti

“kehidupan” sebagai sarana untuk menjalani hidup. Namun, (قَلِيلًا) sebagai makna pengukuh keminiman yang berarti “sangat sedikit” dari anak-anak Adam yang bersyukur terhadap kehidupan yang telah diberikan. Allah menegaskan tentang anugerah-Nya kepada manusia dengan menempatkan manusia di muka bumi untuk menjadi pemimpin dan pengelola berbagai sumber kehidupan didalamnya. Allah telah menyiapkan bumi untuk bisa dibangun bangunan-bangunan diatasnya, tambang bumi, berbagai macam kerajinan dan perniagaan serta tempat bercocok tanam agar dapat diambil manfaat untuk kelangsungan hidup manusia. Akan tetapi, sedikit sekali manusia yang mau bersyukur. Padahal mensyukuri nikmat yang telah diberikan dapat menambah iman dan memurnikan ketaatan kepada Allah. Sebagaimana firman Allah dalam surat Al-Baqarah ayat 152:

فَاذْكُرُونِي أَذْكُرْكُمْ وَاشْكُرُوا لِي وَلَا تَكْفُرُونَ

*Artinya: “Maka ingatlah kepada-Ku, Aku pun akan ingat kepadamu. Bersyukurlah kepada-Ku, dan janganlah kamu ingkar kepada-Ku” (Q.S. Al-Baqarah (2): 152).*

Pemahaman dari makna ayat di atas dapat menghantarkan manusia untuk bermuhasabah diri dengan menjaga dan merawat alam agar kerusakan tidak semakin parah. Bersyukur dan mencari cara untuk mencari sumber daya alam yang dapat diperbarui dengan memanfaatkan ilmu pengetahuan yang telah didapatkan. Allah swt. menerangkan tanda-tanda kekuasaan dan kebesaran kepada hamba-Nya melalui penciptaan bumi yang dihamparkan luas sehingga memudahkan manusia untuk bepergian mencari rizki yang halal dan melakukan kegiatan seperti bercocok tanam di atasnya. Aneka ragam tanaman yang Allah ciptakan memiliki ukuran dan kadarnya masing-masing seperti yang disebutkan dalam Surat Al-Hijr ayat 19:

وَالْأَرْضَ مَدَدْنَاهَا وَأَلْقَيْنَا فِيهَا رَوَاسِيَ وَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ شَيْءٍ مَّوْزُونٍ

*Artinya: "Dan Kami telah menghamparkan bumi dan Kami pancangkan padanya gunung-gunung serta Kami tumbuhkan di sana segala sesuatu menurut ukuran" (Q.S. Al-Hijr: 19).*

Tafsir Al-Misbah menjelaskan bahwa Allah swt. telah menciptakan dan menghamparkan bumi terbentang luas beserta gunung-gunung yang kokoh dan menumbuhkan beranekaragam tanaman untuk keberlangsungan hidup manusia. Setiap tanaman memiliki bentuk, habitat, masa tumbuh dan masa panen tertentu sesuai dengan kebutuhan dan kuantitasnya masing-masing. Segala sesuatu yang ada di bumi diciptakan menurut kadar dan ukuran yang sesuai seperti halnya pada tanaman kelapa sawit yang tumbuh subur jika ditanam di wilayah yang memiliki iklim tropis. Di samping itu, tata kelola lahan yang tepat akan memaksimalkan hasil panen kelapa sawit sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif untuk kendaraan bermotor yang disebut dengan nama biodiesel atau metil ester yang dihasilkan dari proses transesterifikasi. Penelitian ini merupakan salah satu langkah menuju pemanfaatan kelapa sawit yang lebih maksimal demi menjaga bumi agar tidak semakin rusak akibat ulah manusia yang serakah dan tidak bertanggungjawab.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Kesimpulan yang didapat berdasarkan penelitian yang dilakukan antara lain:

1. Adanya penambahan KOH pada zeolit alam ditandai dengan penurunan intensitas puncak struktur mordenit (zeolit alam) melalui analisis XRD, sedangkan puncak KOH maupun K<sub>2</sub>O tidak muncul. Keberhasilan penambahan KOH pada zeolit alam juga ditandai dengan adanya penambahan unsur K melalui analisis XRF. Nilai kebasahan KOH/zeolit alam dengan analisis CO<sub>2</sub>-TPD adalah 0,7792 mmol/gram.
2. Konversi *yield* metil ester yang didapatkan dari proses transesterifikasi selama 1, 2, 3 dan 4 jam berturut-turut sebesar 67,47%; 73,30%; 77,73%; 78,93%.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan perlu adanya langkah penelitian lanjutan, antara lain:

1. Pengujian menggunakan alat uji *Surface Area Analyzer* (SAA) dengan metode BET untuk menentukan luas permukaan, distribusi pori dan isotherm adsorpsi pada katalis KOH/zeolit alam.
2. Pengujian karakteristik metil ester meliputi uji viskositas, uji densitas, stabilitas oksidatif, konsentrasi asam lemak bebas dan uji bilangan setana agar sesuai dengan SNI biodiesel.



3. Pengujian lanjutan untuk memperbesar pori sehingga dapat memaksimalkan transfer massa yang berpengaruh pada aktivitas katalitik KOH/zeolit alam.

## DAFTAR PUSTAKA

- As-Suyuthi, J. 1994. *Al-Durr al-Mantsur Fi al-Tafsir al-Ma'tsur*. Bairut: Darr A;-Fikr
- Arifin dan Latifah. 2015. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Menggunakan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*. Vol. 4 pp 138-143 ISSN: 2252-6951.
- Aziz, I., Nurbayti, S., dan Rahman, A. 2012. Penggunaan Zeolit sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel. *Valensi*. Vol. 2 pp 511-515.
- Borges, K. A., Squissato, A. L., Santos, D. Q., Neto, W. B., Batista, A. C. F., Silva, T. A., Vieira, A. T., Olivieira, M. F., dan Hernandez-Terrones, M. G. 2014. Homogeneous Catalysis of Soybean Oil Transesterification via Methylic and Ethylic Routes: Multivariate Comparison. *Elsevier: Energy*. Vol 67 pp 569-574.
- Chasanah, S. N. 2017. Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-Vanadium (0,03%) Diembankan Pada Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Komposisi TiO<sub>2</sub>-V/Zeorlit. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Chouhan, A. P. S., dan Sarma, A. K. 2011. Modern Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production: A Comprehensive Review. *Elsevier: Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 15 pp 4378-4399.
- Dianursanti, Hayati, S. Z., dan Putri, D. N. 2017. Biodiesel Synthesis Via Transesterification of Lipid Chlorophyta Cultivated in Walne Rich Carbon Medium Using KOH/Zeolite Catalyst. *Proceeding of the 3<sup>rd</sup> International Symposium on Applied Chemistry*. AIP Conf. Proc. 1904, 020065-1-020065-9.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Moleculer Sieves*. John Willey&Sons Ltd. Chichester.
- Elaiopoulos, K., Perraki, T., dan Grigoropoulou, E. 2010. Monitoring The Effect of Hydrothermal Treatment on the Structure of a Natural Zeolite Through a Combined XRD, FTIR, XRF, SEM and N<sub>2</sub>-Porosimetry Analysis. *Elsevier: Microporous and Mesoporous Mterials* Vol. 134 pp 29-43.
- Elyana, D. 2016. Transesterifikasi Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan dengan Katalis KOH/Zeolit Alam Menggunakan Variasi Jumlah Metanol. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.

- Ertan, A., dan Ozkan. 2005. CO<sub>2</sub> and N<sub>2</sub> Adsorption on The Acid (HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) Treated Zeolites. *Adsorption*. Vol. 11 pp 151-156.
- Falah, A.S.A. 2018. Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida dan Aplikasinya untuk Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak (*Ricinus Communis*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Fitriana, N., Husin, H., Yanti, D., Pontas, K., Alam, P. N., Ridlo, M., dan Iskandar. 2018. Synthesis of K<sub>2</sub>O/Zeolite catalysts by KOH impregnation for biodiesel production from waste frying oil. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* Vol 344
- Hakim, A., Tahari, M. N. A., Marliza, T. S., Isahak, W. N. R. W., Yusap, M. R., Hisham, M. W. M., dan Yarmoa, M. A. 2015. Study of CO<sub>2</sub> Adsorption and Desorption on Activated Carbon Supported Iron Oxide by Temperature Programmed Desorption. *Jurnal Teknologi (Sciences & Engineering)* 77:33 pp 75-84 eISSN 2180-3722.
- Hartini, L. 2014. Karakterisasi Karbon Aktif Teraktivasi NaCl dari Ampas Tahu. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Intarapong, P., Iangthanarat, S., Phanthong, P., Leungnaruemitchai. A., dan Jai-In, S. 2013. Activity an Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Elsevier: Journal of Energy Chemistry*. Vol. 22 pp 690-700.
- Jabbarnezhad, P., Haghghi, M., dan Taghavinezhad, P. 2014. Sonochemical synthesis of NiMo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> Nanocatalyst: Effect of Sonication and Zirconia Loading on Catalytic Properties and Performance in Hydrodesulfurization reaction. *Elsevier: Fuel processing Technology*. Vol. 126 pp 392-401.
- Kiel, S., Grinberg, O., Perkas, N., Charmet, J., Kepner, H., dan Gedanken, A. 2012. Forming Nanoparticles of Water-Soluble Ionic Molecules and Embedding Them into Polymer and Glass Substrates. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. Vol. 3 pp 267-276.
- Korkut, I., dan Bayramoglu, M. 2016. Ultrasound Assisted Biodiesel Production in Presence of Dolomite Catalyst. *Elsevier: Fuel*. Vol. 180 pp 624-629.
- Kurniasari, L., Djaeni, M., dan Purbasari, A. 2011. Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorben Pada Alat Pengering Bersuhu Rendah. *Reaktor*. Vol. 13 No. 3 pp 178-184.

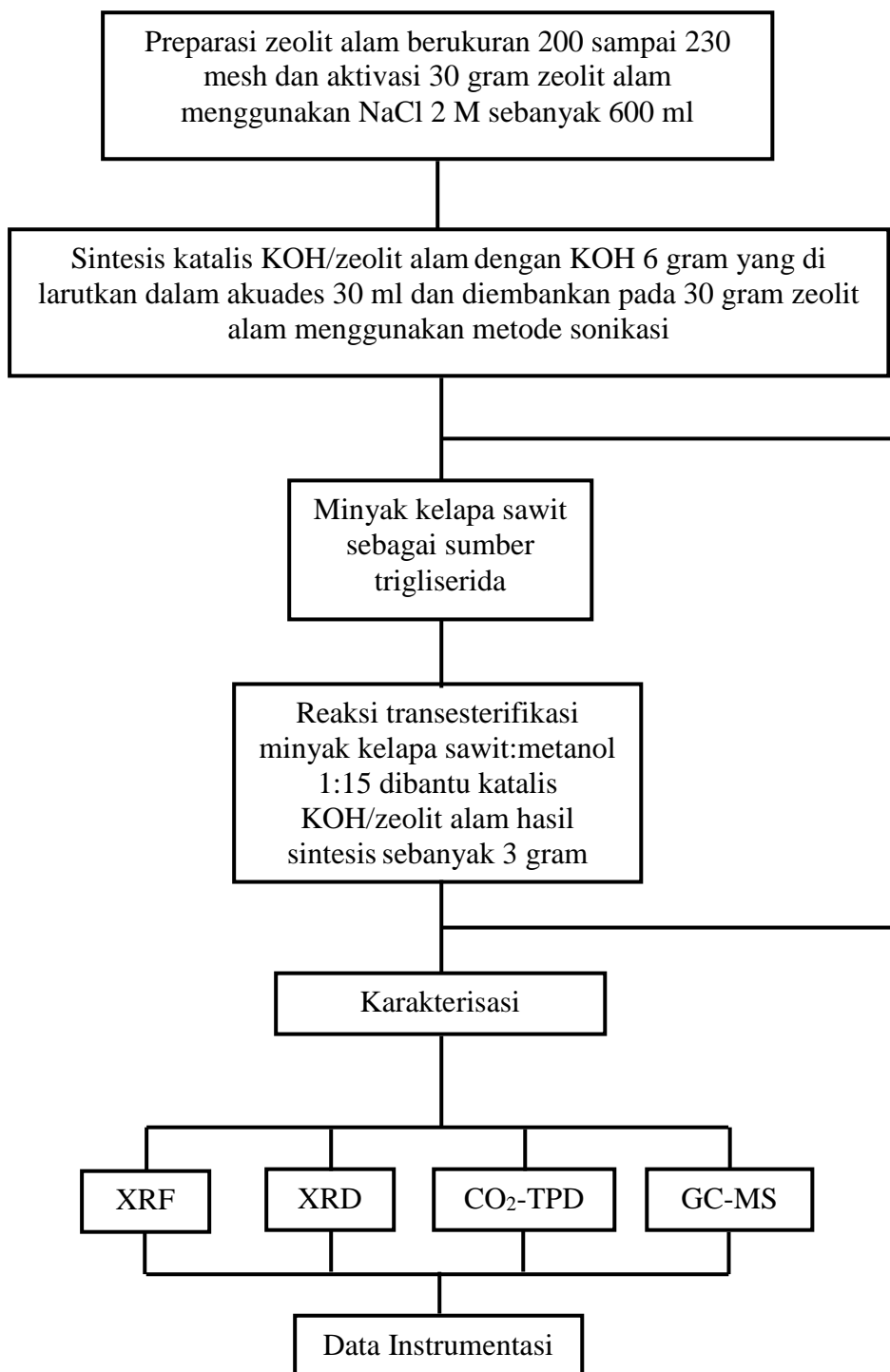
- Kusuma, R.I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., dan Ismadji, S. 2011. Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis Murah dalam Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Tenik Kimia ITS*.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F. E., dan Ismadji, S. 2013. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Transesterification of Palm Oil. *Elsevier: Applied Clay Science*. Vol 74 pp 121-126.
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*.
- Lin, L., Lei, Z., Wang, L., Liu, X., Zhang, Y., Wan, C., Lee, D-J., dan Tay, J. H. 2013. Adsorption Mechanisms of High-Levels of Ammonium onto Natural and NaCl-Modified Zeolites. *Elsevier: Separation and Purification Technology*. Vol. 103 pp 15-20.
- Liu, X., He, H., Wang, Y., Zhu, S., dan Piao, X. 2008. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using CaO as a Solid Base Catalyst. *Elsevier: Fuel*. Vol 87 pp 216-221.
- Ma, G., Hu, W., Pei, H., Jiang, L., Ji, Y., dan Mu, R. 2014. Study of KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production Via in situ Transesterification from Microalgae. *Environmental Technology* pp 1-6.
- Majid, A.B., Trisunaryanti, W., Priastomo, Y., Febriyanti, E., Hasyati, S., dan Nugroho, A. 2012. Karakterisasi dan Uji Aktivitas Zeolit Alam Indonesia Pada Hidrorengkah Ban Bekas dengan Preparasi Sederhana. *Prosiding Seminar Nasioinal Kimia UNESA* pp 215-224 ISBN: 978-979-028-550-7.
- Marek, K.G., Tarach, K., Tekla, J., Olejniczak, Z., Kustrowski, P., Cheng, L., Triguero, J.M., dan Rey, F. 2014. Hierarchical Mordenite Dedicated to The Fluid Catalytic Cracking Process Catalytic Performance Regarding Textural and Acidic Properties. *ACS Publications: J. Phys. Chem. C* pp 1-34.
- Maulidiyah., Nurdin, M., Fatma, F., Natsir, M., dan Wibowo, D. 2017. Characterization of Methyl Ester Compound of Biodiesel from Industrial Liquid Waste of Crude Palm Oil Processing. *Elsevier: Analytical Chemistry Research*. Vol. 12 pp 1-9.
- Noiroj, K., Intarapong, P., Leungnaruemitchai, A., dan Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production via Transesterification from Palm Oil. *Elsevier: Renewable Energy*. Vol. 34 pp 1145-1150.

- Nugraha, R.E. 2017. Review: Pengaruh Sifat Keasaman dan Kebasaan Katalis Terhadap Aktivitas Katalitik Reaksi Pembuatan Biodiesel. *Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Jurusan Kimia Fakultas Ilmu Alam*.
- Nurhayati, I., Sutrisno, J., dan Zainudin M.S. 2018. Pengaruh Konsentrasi dan Waktu Aktivasi Terhadap Karakterisasi Karbon Aktif Ampas Tebu dan Fungsinya sebagai Adsorben Pada Limbah Cair Laboratorium. *Jurnal Teknik: Waktu*. Vol. 16 pp 62-71 ISSN: 14121867.
- Oliveira, C.R., dan Rubio, J. 2007. New Basis for Adsorption of Ionic Pollutants onto Modified Zeolites. *Elsevier: Minerals Engineering*. Vol. 20 pp 552-558.
- Pukale, D. D., Maddikeri, G. L., Gogate, P. R., Pandit, A. B., dan Pratap, A. P. 2015. Ultrasound Assisted Transesterification of Waste Cooking Oil Using Heterogeneous Solid Catalyst. *Elsevier: Ultrasonics Sonochemistry*. Vol. 22 pp 278-286.
- Rakic. V., dan Damjanovic, L. 2013. Temperature-Programmed Desorption. *Springer Series in Materials Science: Calorimetry and Thermal Methods in Catalysis*. Vol. 154 pp 131-173.
- Rodenas, M.A.L., Amoros, D.C., dan Solano, A.L. 2003. Understanding Chemical Reaction Between Carbons and NaOH and KOH an Insight into Chemical Activation Mechanism. *Pergamon: Carbon*. Vol. 41 pp 267-275.
- Rusdiana, I.A., Hambali, E., dan Rahayuningsih M. 2018. Pengaruh Sonikasi Terhadap Sifat Fisik Formula Herbisida yang Ditambahkan Surfaktan Dietanolamida. *Agroradix* Vol. 1 pp 34-41 ISSN: 2621-0665.
- Satatariksa, R.Y. 2018. Sintesis dan Karakterisasi KOH/  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan Metode Impregnasi Basah, Hidrotermal, dan Sonikasi sebagai Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Shihab, M. Quraish. 2010. *Al-Quran dan Maknanya*. Tangerang: Lentera Hati.
- Sibarani, J., Khairi, S., Yoeswono., Wijaya, K., dan Tahir, I. 2007. Pengaruh Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. *Indo. J. Chem*. Vol. 7 No. 3 pp 314-319.
- Suminta, S. 2005. Penghalusan Struktur Sangkar Kristal Mordenit dan Klinoptilolit Alam dengan Metode Rietveld. *Jurnal Zeolit Indonesia* Vol. 4 pp ISSN: 1411-6723.
- Suslick, K. S., dan Price, G. J. 1999. Application of Ultrasound to Materials Chemistry. *Annual Review Mater Science*. Vol. 29 pp 295-326.

- Syah, A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar: Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. Jakarta: Agromedia Pustaka.
- Taslim., Parinduri, S. Z. D. M., dan Ningsih, P. R. W. 2017. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Dedak Padi dengan Reaksi Transeserifikasi Menggunakan Katalis Heterogen Zeolit Alam yang Dimodifikasi dengan KOH. *Jurnal Teknik USU*. Vol. 6 pp 12-18.
- Usman, T., Ariany, L., Rahmalia, W., dan Advant, R. 2009. Esterifikasi Asam Lemak dari Limbah Kelapa Sawit (Sludge Oil) Menggunakan Katalis Tawas. *Indo. J. Chem.* Vol. 9 pp 474-478.
- Xie, W., Huang, X., dan Li, H. 2007. Soybean Oil Methyl Esters Preparation using NaX Zeolites Loaded with KOH as a Heterogeneous Catalyst. *Elsevier: Bioresource Technology*. Vol. 98 pp 936-939.
- Yustira, Y., Usman, T., dan Wahyuni, N. 2015. Sintesis Katalis Sn/Zeorlit dan Uji Aktivitas Pada Reaksi Esterifikasi Limbah Minyak Kelapa Sawit (Palm Sludge Oil). *JKK*. Vol. 4 pp 58-66 ISSN 2303-1077.
- Zhang, L., Sun, S., Xin, Z., Sheng, B., dan Liu, Q. 2010. Synthesis and Component Confirmation of Biodiesel from Palm Oil and Dimethyl Carbonate Catalyzed by Immobilized-Lipase in Solvent-Free System. Vol. 89 pp 3960-3965.

## LAMPIRAN 1

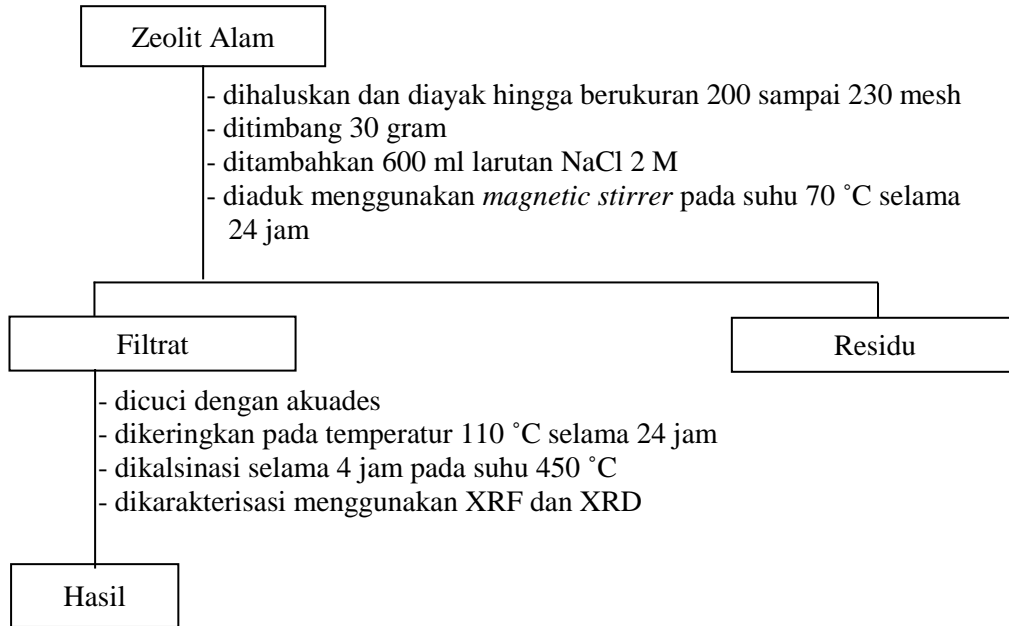
### KERANGKA PENELITIAN



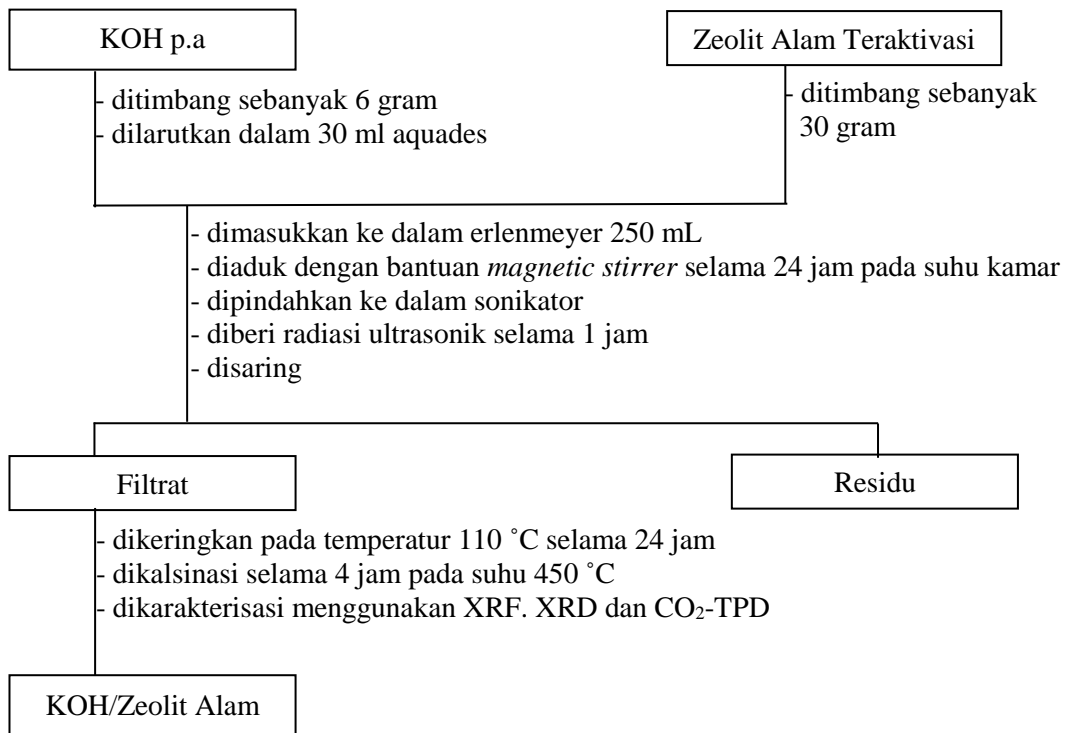
## LAMPIRAN 2

### DIAGRAM ALIR

#### 2.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam



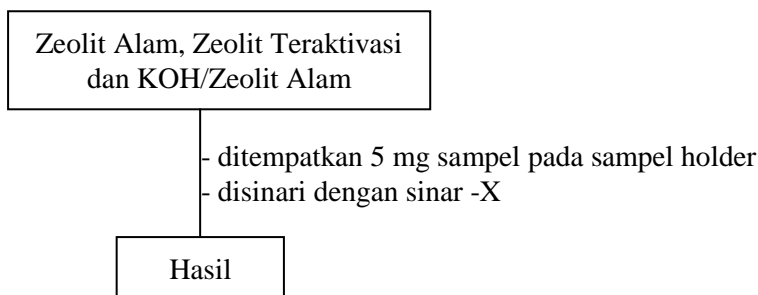
#### 2.2 Sintesis KOH/Zeolit Alam Metode Sonikasi



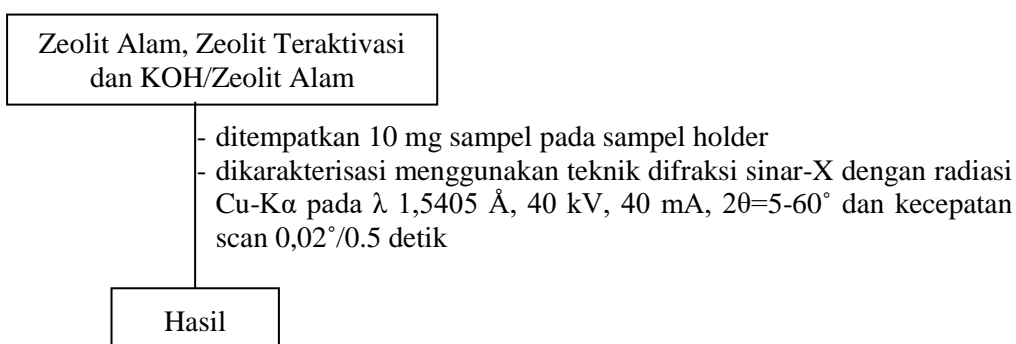


## 2.3 Karakterisasi Katalis KOH/Zeolit Alam

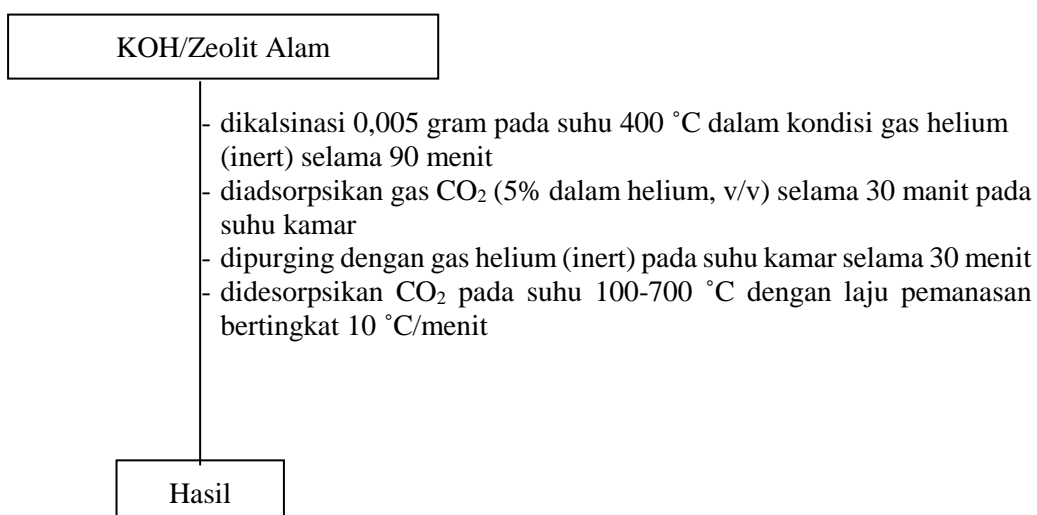
### 2.3.1 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)



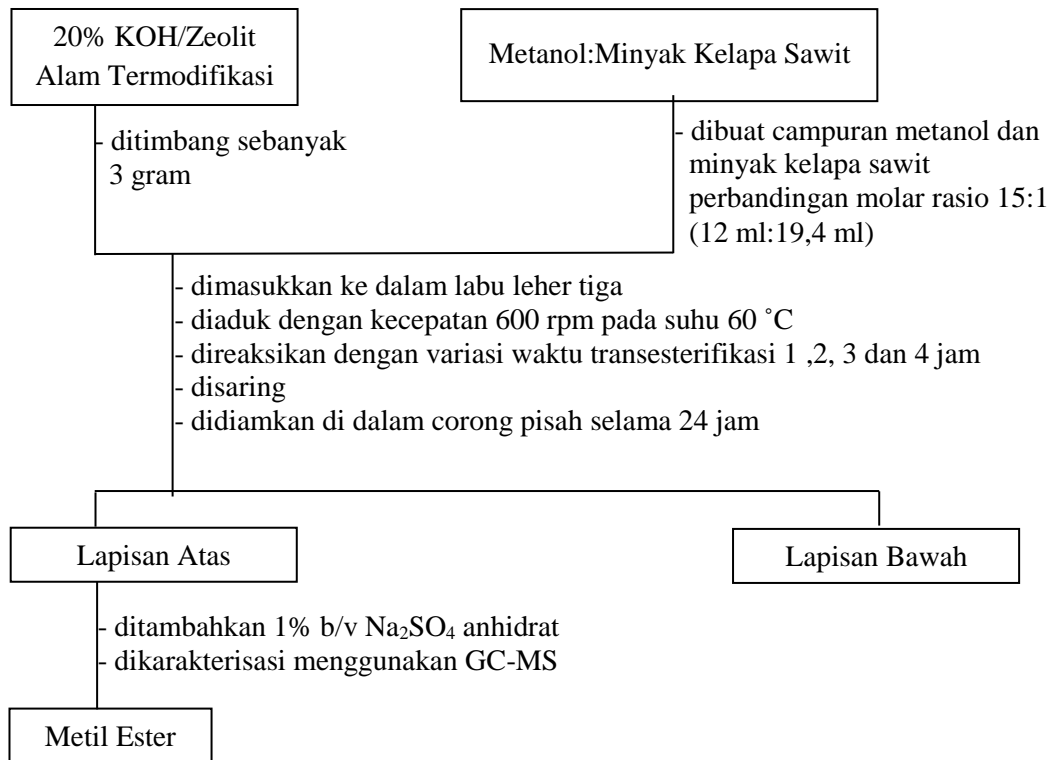
### 2.3.2 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)



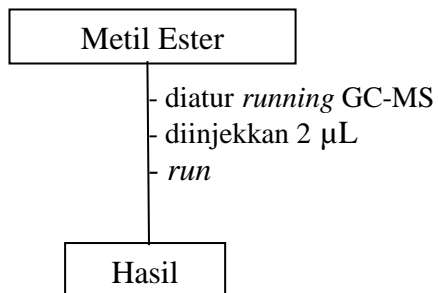
### 2.3.3 Karakterisasi Menggunakan *Carbondioxide-Temperature Programmed Desorption* (CO<sub>2</sub>-TPD)



## 2.4 Reaksi Transesterifikasi Metil Ester



## 2.5 Karakterisasi Metil Ester Hasil Transesterifikasi Menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS)



**LAMPIRAN 3**  
**PERHITUNGAN**

**3.1 Pembuatan 600 mL Larutan NaCl 2 M**

$$Mr \text{ NaCl} = 58,44 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n}{V}$$

$$n = M \times V$$

$$n = 2 \text{ M} \times 600 \text{ ml} = 1200 \text{ mmol}$$

$$n = \frac{g}{Mr}$$

$$1,2 \text{ mol} = \frac{g}{58,44 \text{ g/mol}}$$

$$g = 1,2 \text{ mol} \times 58,44 \text{ g/mol} = 70,128 \text{ gram}$$

**3.2 Persen KOH dalam Zeolit Alam**

20% Larutan KOH dari berat zeolit alam 30 gram didapatkan dengan cara:

$$20\% \text{ KOH} = \frac{20}{100} \times 30 \text{ gram} = 6 \text{ gram KOH}$$

**3.3 Penentuan Jumlah Metanol:Minyak Kelapa Sawit**

Perbandingan molar rasio metanol dan minyak kelapa sawit yang digunakan

15:1

$$\rho \text{ Triglicerida (TG)} = 0,9 \text{ gr/ml}$$

$$\text{Berat Molekul} = 871$$

$$1 \text{ Mol TG} = 1 \times 871 = 871 \text{ gr}$$

$$\text{Volume 1 mol TG} = \frac{871 \text{ gr}}{0,9 \text{ gr/ml}} = 967,78 \text{ ml}$$

$$\rho \text{ Metanol} = 0,8 \text{ gr/ml}$$

$$\text{Berat Molekul} = 32$$

$$15 \text{ mol metanol} = 15 \times 32 = 480 \text{ gr}$$

$$\text{Volume 15 Mol metanol} = \frac{480 \text{ gr}}{0,8 \text{ gr/ml}} = 600 \text{ ml}$$

Penelitian ini menggunakan  $\frac{1}{50}$  resep sehingga volume minyak kelapa sawit dan metanol yang digunakan adalah sebagai berikut:

$$\text{Berat minyak kelapa sawit} = 871 \times \frac{1}{50} = 17,42 \text{ gr}$$

$$\text{Volume minyak kelapa sawit} = 967,78 \text{ ml} \times \frac{1}{50} = 19,4 \text{ ml}$$

$$\text{Berat metanol} = 480 \times \frac{1}{50} = 9,6 \text{ gr}$$

$$\text{Volume metanol} = 600 \text{ ml} \times \frac{1}{50} = 12 \text{ ml}$$

### 3.4 Penentuan Rendemen Metil Ester

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 1 jam} &= \frac{\text{Berat Produk}}{\text{Berat awal minyak}} \times 100\% \\ &= \frac{13,127 \text{ gram}}{17,42 \text{ gram}} \times 100\% = 75,36\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 2 jam} &= \frac{\text{Berat Produk}}{\text{Berat awal minyak}} \times 100\% \\ &= \frac{14,21 \text{ gram}}{17,42 \text{ gram}} \times 100\% = 81,57\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 3 jam} &= \frac{\text{Berat Produk}}{\text{Berat awal minyak}} \times 100\% \\ &= \frac{14,96 \text{ gram}}{17,42 \text{ gram}} \times 100\% = 85,88\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 4 jam} &= \frac{\text{Berat Produk}}{\text{Berat awal minyak}} \times 100\% \\ &= \frac{14,685 \text{ gram}}{17,42 \text{ gram}} \times 100\% = 84,3 \% \end{aligned}$$

### 3.5 Prosentase Metil Ester dari Hasil GC-MS

Variasi Waktu Transesterifikasi (Jam)	Prosentase Metil Ester (%)
1	89,531
2	89,862
3	90,508
4	93,639

### 3.6 Penentuan *Yield* Metil Ester

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat biodiesel (metil ester)} \times \% \text{ FAME dalam sampel}}{\text{Berat minyak kelapa sawit}} \times 100\%$$

Berat biodiesel (metil ester) = berat terukur – kadar air

% FAME = % total metil ester yang dihasilkan dari konversi

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 1 jam} &= \frac{13,127 \times 89,531 \%}{17,42} \times 100\% \\ &= \frac{11,753}{17,42} \times 100\% \\ &= 67,47 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 2 jam} &= \frac{14,21 \times 89,862 \%}{17,42} \times 100\% \\ &= \frac{12,769}{17,42} \times 100\% \\ &= 73,30 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Biodiesel 3 jam} &= \frac{14,96 \times 90,508 \%}{17,42} \times 100\% \\ &= \frac{13,54}{17,42} \times 100\% \\ &= 77,73 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Biodiesel 4 jam} &= \frac{14,685 \times 93,639 \%}{17,42} \times 100\% \\ &= \frac{13,75}{17,42} \times 100\% \\ &= 78,93 \%\end{aligned}$$

## LAMPIRAN 4

### DATA PENELITIAN

#### 4.1 Hasil Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)

##### 4.1.1 Zeolit Alam

##### Daftar Unsur yang Terdeteksi Pada Sampel Zeolit Alam

18-jun-2019 11:40:59

##### Sample results

Page 1

Sample ident	
<b>E</b>	<b>716</b>

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	18-jun-2019 09:19:54
<b>Position</b>	6

Compound	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Sr	Ba	Eu	Re
<b>Conc</b>	59,2	10,9	11,2	1,2	0,02	0,061	0,49	14,9	0,13	0,05	1,2	0,2	0,3	0,2
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

18-jun-2019 11:47:38

##### Sample results

Page 1

Sample ident	
<b>E</b>	<b>716 HELIUM</b>

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	18-jun-2019 09:45:49
<b>Position</b>	6

Compound	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Ba
<b>Conc</b>	0,3	6,50	52,5	11,7	12,8	1,1	0,34	1,4	8,9	4,4
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

##### 4.1.2 Zeolit Teraktivasi

##### Daftar Unsur yang Terdeteksi Pada Sampel Zeolit Teraktivasi

18-jun-2019 11:41:27

##### Sample results

Page 1

Sample ident	
<b>E</b>	<b>717</b>

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	18-jun-2019 09:21:54
<b>Position</b>	7

Compound	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Eu	Re
<b>Conc</b>	67,2	11,3	3,13	1,19	0,01	0,071	0,50	15,7	0,16	0,06	0,4	0,2
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

**Sample results**

Sample ident	
<b>E 717 HELIUM</b>	

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	18-jun-2019 09:49:00
<b>Position</b>	7

Compound	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Ba	Nd
<b>Conc</b>	0,3	8,02	61,0	9,19	2,49	0,83	0,30	0,80	6,2	2,7	8,2
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

**4.1.3 Zeolit Modifikasi**

**Daftar Unsur yang Terdeteksi Pada Sampel Zeolit Modifikasi**

**Sample results**

Sample ident	
<b>E 30</b>	

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	13-jan-2020 08:03:52
<b>Position</b>	5

Compound	Si	K	Ti	V	Mn	Fe	Cu	Zn	Ba	Eu	Re
<b>Conc</b>	48,8	37,5	1,00	0,03	0,41	11,6	0,10	0,03	0,09	0,2	0,2
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

**Sample results**

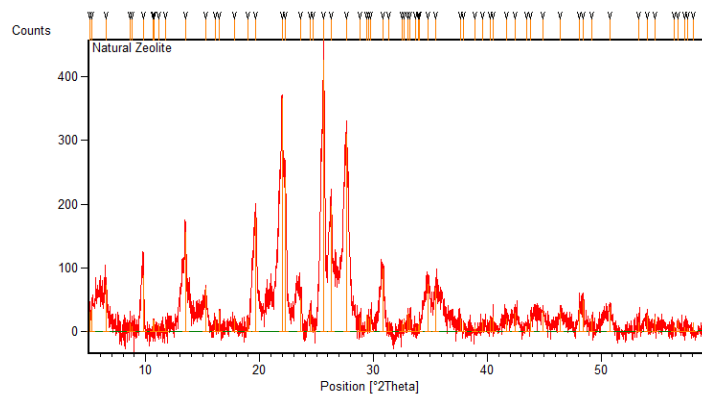
Sample ident	
<b>E 30 Helium</b>	

<b>Application</b>	<Standardless>
<b>Sequence</b>	1 of 1
<b>Measurement time</b>	13-jan-2020 08:31:03
<b>Position</b>	5

Compound	Al	Si	P	K	Ti	V	Mn	Br	Zr	Ba
<b>Conc</b>	6,4	46,6	0,40	34,5	0,62	0,42	6,7	0,4	0,3	3,6
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

**4.2 Hasil Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)**

**4.2.1 Zeolit Alam**

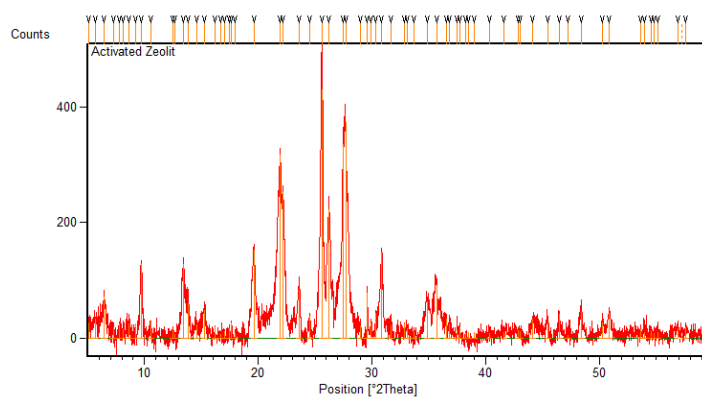




### Daftar Senyawa yang Terdeteksi Pada Sampel Analisis Zeolit Alam

Candidates:				
	Ref. Code	Score	Compound Name	Chemical Formula
▶	1 00-048-0513	49	Sodium Iron Silico...	Na - Fe - Si - O lx ...
	2 01-070-0232	43	Mordenite (rehydr...	Ca3.38 (Al8 Si40 ...
	3 01-071-1033	43	Mordenite (Ca-exc...	Ca3.4 Al7.4 Si40...
	4 00-029-1257	43	Mordenite	(Na2 , Ca , K2 )A...
	5 01-073-1490	42	Mordenite	(K2.8 Na2 Ca2 )(...
	6 00-011-0155	39	calcium mordenite	Ca Al2 Si10 O24 !...
	7 01-071-0785	39	Cristobalite low	Si O2
	8 00-006-0239	37	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 )A...
	9 00-006-0240	37	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 )A...
	10 01-078-1765	36	Mordenite (Ca-exc...	Ca0.40 Al0.98 Si5...
	11 01-080-0642	35	Mordenite, syn	Na7.79 (Al7.87 Si...
	12 00-049-0924	33	Mordenite, syn	Na2 Al2 Si13.3 O...
	13 00-048-0512	33	Sodium Aluminum ...	Na - Al - Si - O lx ...
	14 01-076-0936	33	Cristobalite low	Si O2
	15 01-076-0935	33	Cristobalite low	Si O2
	16 01-086-0439	33	Orthoclase	K ( Al Si3 O8 )
	17 01-080-0644	33	Mordenite, syn	Na4.56 (Al4.55 Si...
	18 01-076-0823	32	Orthoclase	( K0.94 Na0.06 ) (...
	19 01-075-1190	32	Orthoclase	K ( Al Si3 ) O8
	20 01-080-0643	32	Mordenite, syn	Na5.76 (Al5.75 Si...

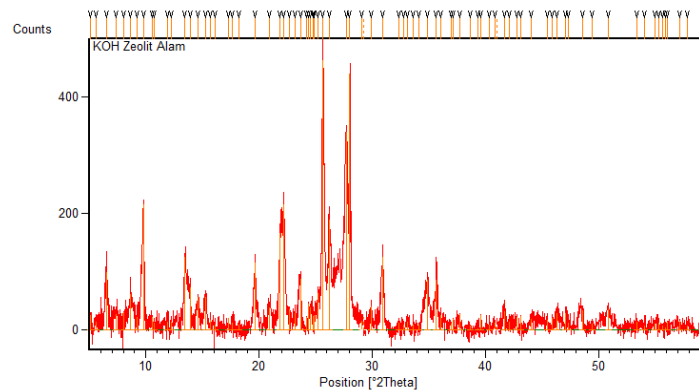
### 4.2.2 Zeolit Teraktivasi



### Daftar Senyawa yang Terdeteksi Pada Sampel Analisis Zeolit Teraktivasi

Candidates:				
	Ref. Code	Score	Compound Name	Chemical Formula
▶	1 00-048-0513	48	Sodium Iron Silico...	Na - Fe - Si - O lx ...
	2 01-073-1490	48	Mordenite	(K2.8 Na2 Ca2 )(...
	3 00-029-1257	46	Mordenite	(Na2 , Ca , K2 )A...
	4 01-070-0232	44	Mordenite (rehydr...	Ca3.38 (Al8 Si40 ...
	5 01-071-1033	42	Mordenite (Ca-exc...	Ca3.4 Al7.4 Si40...
	6 00-006-0240	41	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 )A...
	7 00-006-0239	41	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 )A...
	8 00-011-0155	40	calcium mordenite	Ca Al2 Si10 O24 !...
	9 01-076-0936	38	Cristobalite low	Si O2
	10 01-080-0642	36	Mordenite, syn	Na7.79 (Al7.87 Si...
	11 01-080-0644	36	Mordenite, syn	Na4.56 (Al4.55 Si...
	12 01-078-1765	35	Mordenite (Ca-exc...	Ca0.40 Al0.98 Si5...
	13 01-077-1317	35	Cristobalite low, syn	Si O2
	14 00-015-0890	35	Potassium Hydroxi...	K O H
	15 01-083-1608	34	Albite high	Na ( Al Si3 O8 )
	16 01-083-1607	34	Albite high	Na ( Al Si3 O8 )
	17 00-009-0478	34	Anorthoclase, diso...	( Na , K ) ( Si3 Al ) ...
	18 01-076-0938	33	Cristobalite low	Si O2
	19 01-083-1657	33	Sanidine	K0.65 Na0.35 Al ...
	20 01-080-0643	33	Mordenite, syn	Na5.76 (Al5.75 Si...

### 4.2.3 Katalis KOH/Zeolit Alam



#### Daftar Senyawa yang Terdeteksi Pada Sampel Analisis Zeolit Modifikasi

Ref. Code	Score	Compound Name	Chemical Formula
1 00-048-0513	47	Sodium Iron Silico...	Na - Fe - Si - O lx ...
2 01-073-1490	47	Mordenite	( K2.8 Na2 Ca2 ) [ ...
3 01-078-1765	45	Mordenite (Ca-exc...	Ca0.40 Al0.98 Si5...
4 01-071-1033	45	Mordenite (Ca-exc...	Ca3.4 Al7.4 Si40...
5 00-029-1257	45	Mordenite	( Na2 , Ca , K2 ) A...
6 01-070-0232	45	Mordenite (rehydr...	Ca3.38 ( Al8 Si40 ...
7 01-080-0642	42	Mordenite, syn	Na7.79 ( Al7.87 Si...
8 01-080-0644	40	Mordenite, syn	Na4.56 ( Al4.55 Si...
9 01-080-0643	39	Mordenite, syn	Na5.76 ( Al5.75 Si...
10 00-011-0155	37	calcium mordenite	Ca Al2 Si10 O24 l...
11 01-075-1634	36	Anorthoclase	( Na0.85 K0.14 ) { ...
12 01-071-1152	34	Albite high	Na ( Al Si3 O8 )
13 01-089-9572	33	Feldspar (K-comp...	K ( Al Si3 O8 )
14 01-083-1607	33	Albite high	Na ( Al Si3 O8 )
15 01-089-9573	33	Feldspar (K-comp...	K ( Al Si3 O8 )
16 01-083-1608	33	Albite high	Na ( Al Si3 O8 )
17 00-006-0239	33	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 ) A...
18 00-006-0240	33	Mordenite	( Ca , Na2 , K2 ) A...
19 00-020-0528	33	Anorthite, sodian, ...	( Ca , Na ) ( Al , Si ...
20 01-073-0603	32	Hematite, syn	Fe2 O3

## 4.3 Hasil Karakterisasi CO<sub>2</sub>-TPD Katalis KOH/Zeolit Alam

### 4.3.1 Kalibrasi Gas CO<sub>2</sub>-TPD

Konsentrasi gas campuran = 5% CO<sub>2</sub> (He balance, v/v)

Diketahui:  $R$  (L.atm/K/mol) = 0,082057338

$P$  (stp) = 1 atm

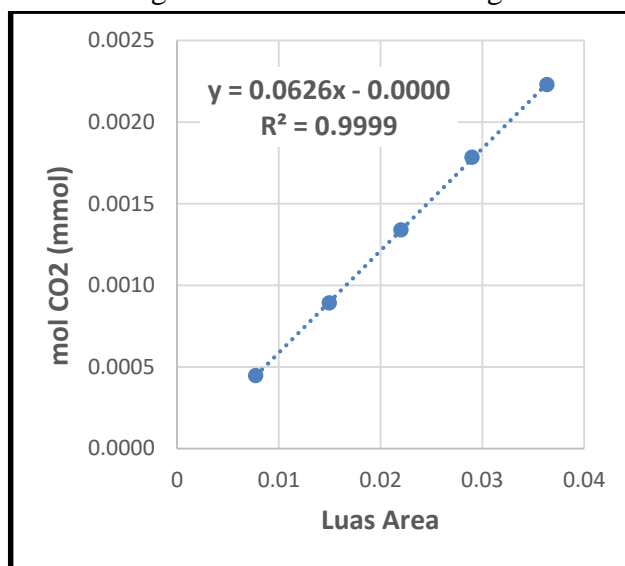
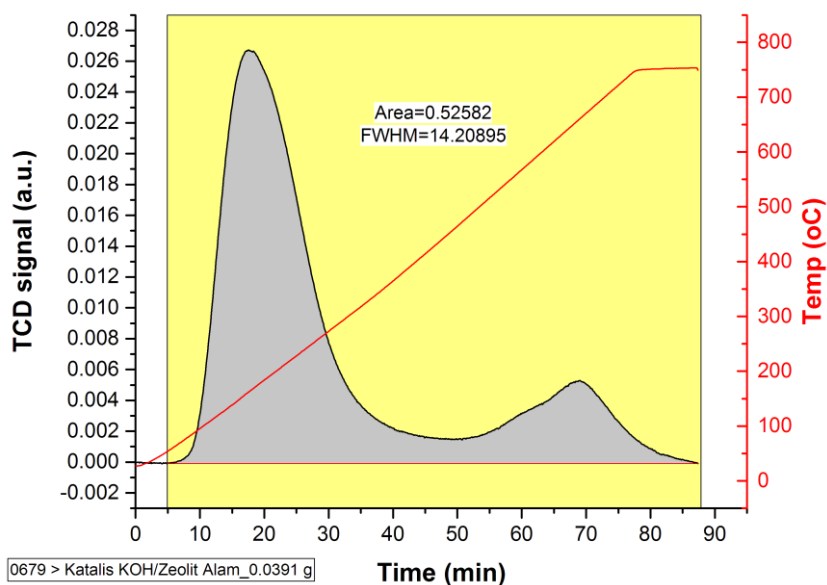
$T$  (stp) = 273,15 K

$$\text{Mol CO}_2 \text{ (mol)} = \frac{P \text{ (stp)} \times \frac{\text{Volume } 5\% \text{ CO}_2}{1000}}{\left( R \left( \frac{\text{L.atm}}{\text{K.mol}} \right) \times T \text{ (stp)} \right)}$$

$$\text{Mol CO}_2 \text{ (mmol)} = \frac{\text{Mol CO}_2 \text{ (mol)}}{1000}$$

## Data Kalibrasi

Area	Volume Mixed Gas (mL)	Volume 5% CO <sub>2</sub> (mL)	mol CO <sub>2</sub> (mol)	Mol CO <sub>2</sub> (mmol)
0,00774	0,2	0,01	4,4615E-07	0,000446
0,01498	0,4	0,02	8,92301E-07	0,000892
0,02201	0,6	0,03	1,33845E-06	0,001338
0,02901	0,8	0,04	1,7846E-06	0,001785
0,03637	1	0,05	2,23075E-06	0,002231

Kurva Kalibrasi Hubungan Antara Luas Area dengan Mol CO<sub>2</sub> (mmol)4.3.2 Hasil Karakterisasi Menggunakan CO<sub>2</sub>-TPD

## Hasil Analisis

Sampel	Berat Sampel	Luas Area Hasil Analisis	Mol CO <sub>2</sub> (mmol)	Kebasaan (mmol/g)
0679	0,0391	0,4867	0,03046742	0,7792

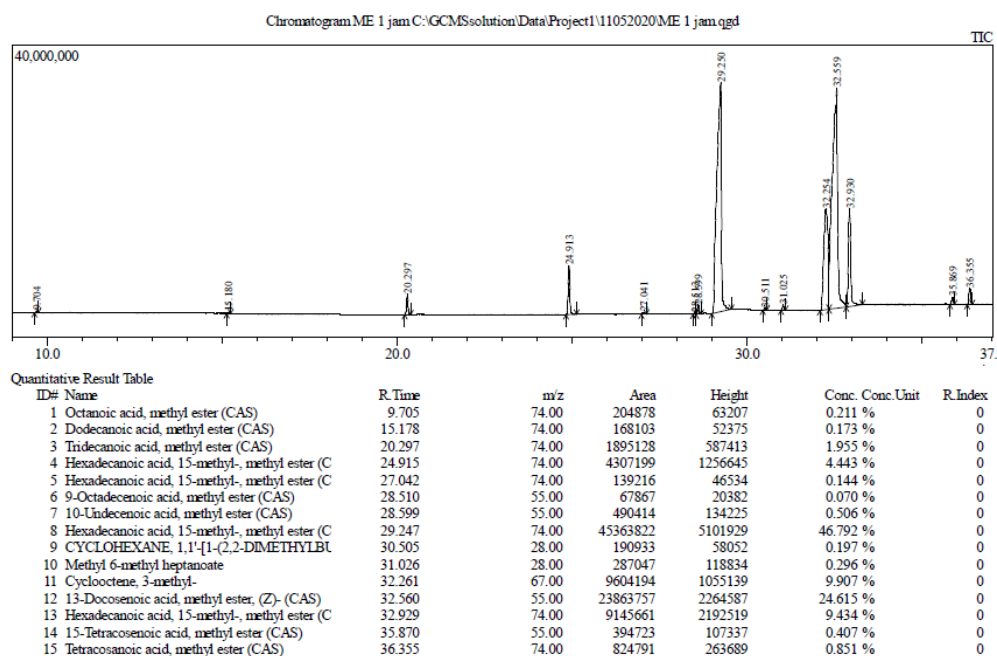
Persamaan:

$$\text{Mol CO}_2 \text{ (mmol)} = 0,0626 \times \text{Luas Area Hasil Analisis}$$

$$\text{Kebasaan (mmol/g)} = \frac{\text{Mol CO}_2 \text{ (mmol)}}{\text{Berat Sampel}}$$

## 4.4 Hasil Karakterisasi GC-MS Reaksi Transesterifikasi

## 4.4.1 Kromatogram Metil Ester Hasil Transesterifikasi 1 Jam

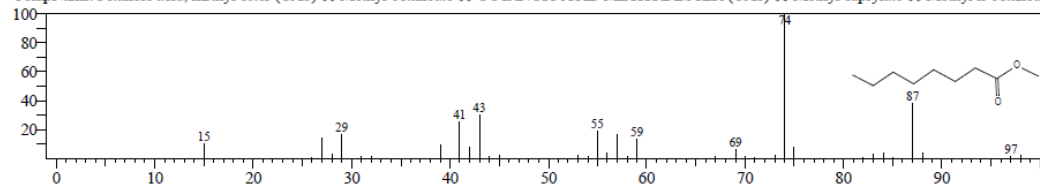


## Senyawa yang Teridentifikasi Pada Transesterifikasi Selama 1 jam

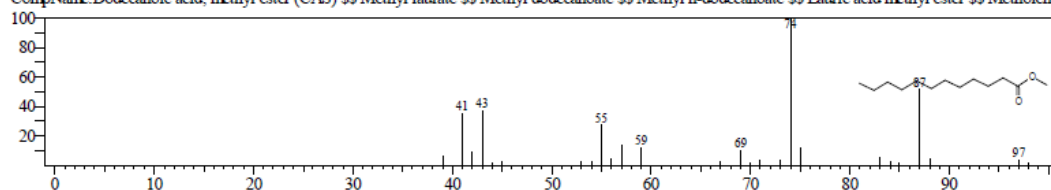
Hit#:1 Entry:63922 Library:Wiley9.lib

SI:90 Formula:C9H18O2 CAS:111-11-5 MolWeight:158 RetIndex:0

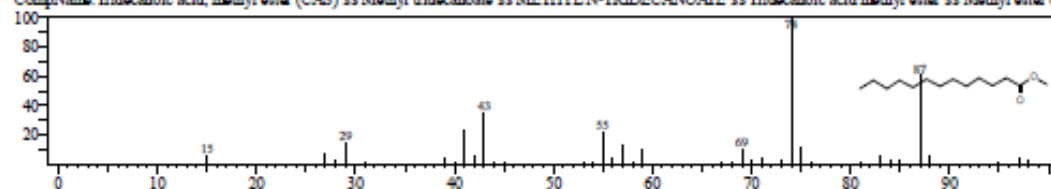
CompName:Octanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl octanoate \$\$ OCTANOIC ACID METHYL ESTER (CAS) \$\$ Methyl caprylate \$\$ Methyl n-octanoate



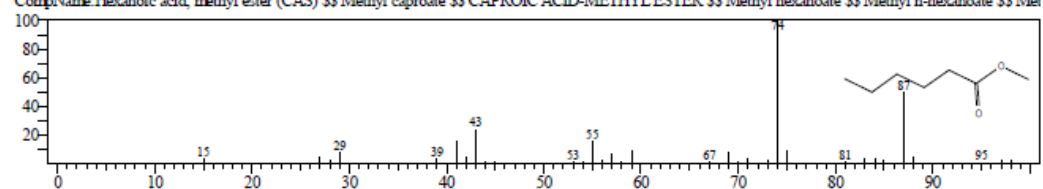
Hit#:1 Entry:174532 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C13H26O2 CAS:111-82-0 MolWeight:214 RetIndex:0  
 CompName:Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl laurate \$\$ Methyl dodecanoate \$\$ Methyl n-dodecanoate \$\$ Lauric acid methyl ester \$\$ Metholene



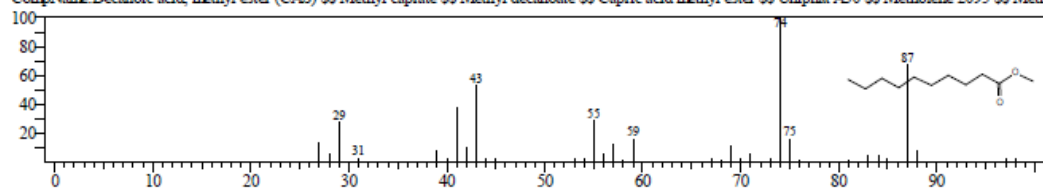
Hit#:1 Entry:208187 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C14H28O2 CAS:1731-88-0 MolWeight:228 RetIndex:0  
 CompName:Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl tridecanoate \$\$ METHYL N-TRIDECANOATE \$\$ Tridecanoic acid methyl ester \$\$ Methyl ester o



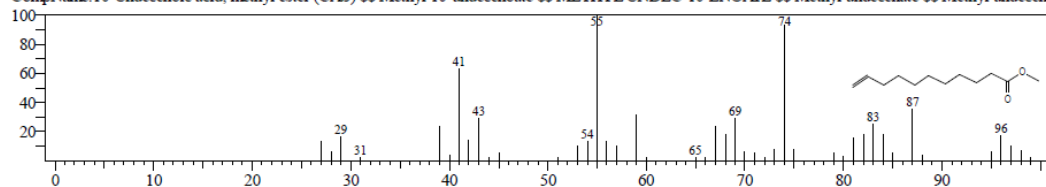
Hit#:5 Entry:27528 Library:Wiley9.lib  
 SI:90 Formula:C7H14O2 CAS:106-70-7 MolWeight:130 RetIndex:0  
 CompName:Hexanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl caproate \$\$ CAPROIC ACID-METHYL ESTER, \$\$ Methyl hexanoate \$\$ Methyl n-hexanoate \$\$ Met



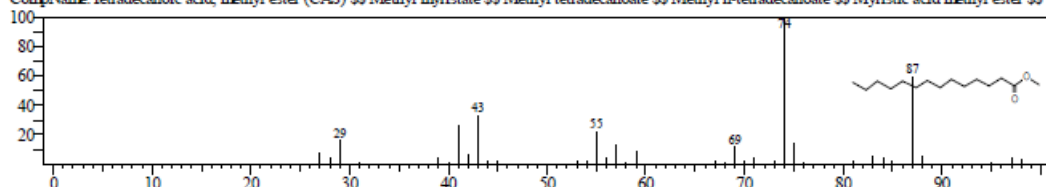
Hit#:5 Entry:113845 Library:Wiley9.lib  
 SI:88 Formula:C11H22O2 CAS:110-42-9 MolWeight:186 RetIndex:0  
 CompName:Decanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl caprate \$\$ Methyl decanoate \$\$ Capric acid methyl ester \$\$ Uniphat A30 \$\$ Metholene 2095 \$\$ Meth



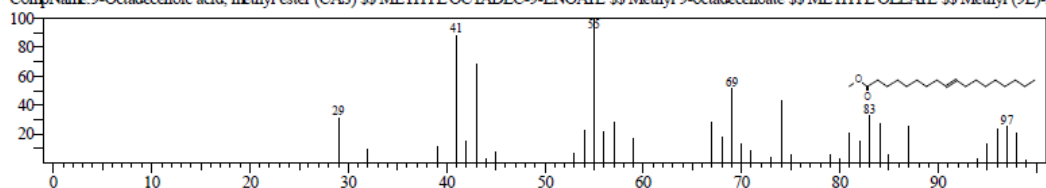
Hit#:1 Entry:138658 Library:Wiley9.lib  
 SI:88 Formula:C12H22O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0  
 CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl undecen



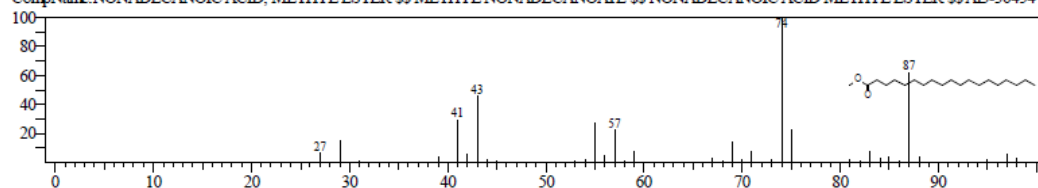
Hit#:4 Entry:241477 Library:Wiley9.lib  
 SI:87 Formula:C15H30O2 CAS:124-10-7 MolWeight:242 RetIndex:0  
 CompName:Tetradecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl myristate \$\$ Methyl tetradecanoate \$\$ Methyl n-tetradecanoate \$\$ Myristic acid methyl ester \$\$ T



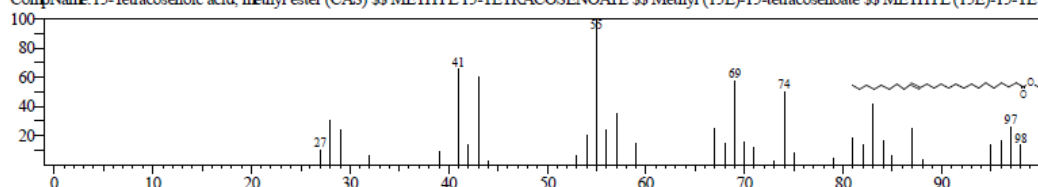
Hit#:2 Entry:366296 Library:Wiley9.lib  
 SI:90 Formula:C19H36O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$ Methyl (9E)-



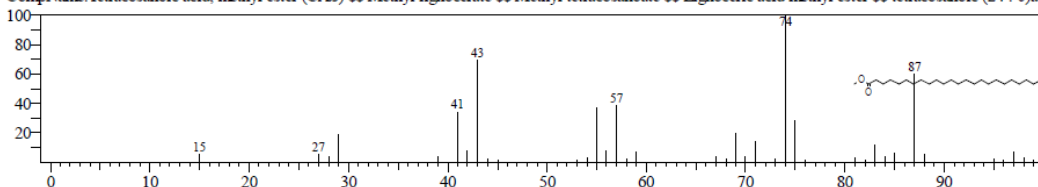
Hit#:2 Entry:400779 Library:Wiley9.lib  
 SE:91 Formula:C20H40O2 CAS:1731-94-8 MolWeight:312 RetIndex:0  
 CompName:NONADECANOIC ACID, METHYL ESTER \$\$ METHYL NONADECANOATE \$\$ NONADECANOIC ACID METHYL ESTER \$\$ A13-36454 \$



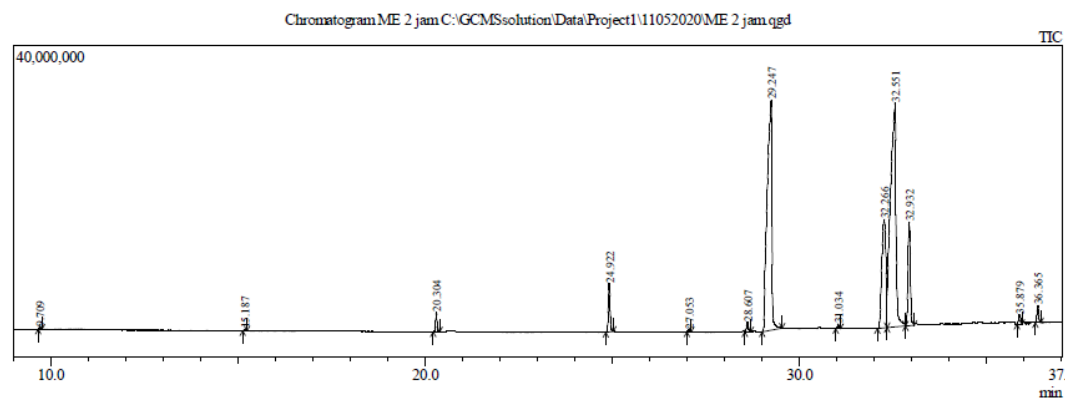
Hit#:1 Entry:517883 Library:Wiley9.lib  
 SE:84 Formula:C25H48O2 CAS:56554-33-7 MolWeight:380 RetIndex:0  
 CompName:15-Tetracosenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL 15-TETRACOSENOATE \$\$ Methyl (15E)-15-tetracosenoate \$\$ METHYL (15E)-15-TET



Hit#:1 Entry:520378 Library:Wiley9.lib  
 SE:90 Formula:C25H50O2 CAS:2442-49-1 MolWeight:382 RetIndex:0  
 CompName:Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl lignocerate \$\$ Methyl tetracosanoate \$\$ Lignoceric acid methyl ester \$\$ tetracosanoic (24 : 0)ac



#### 4.4.2 Kromatogram Metil Ester Hasil Transesterifikasi 2 Jam

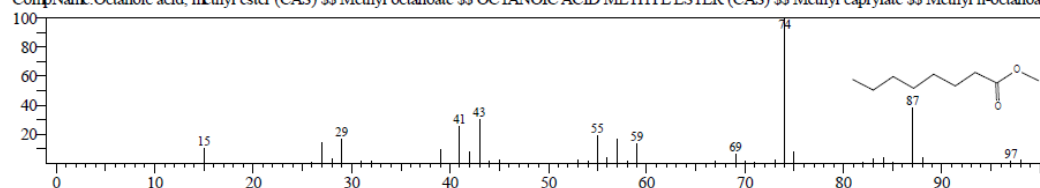


Quantitative Result Table

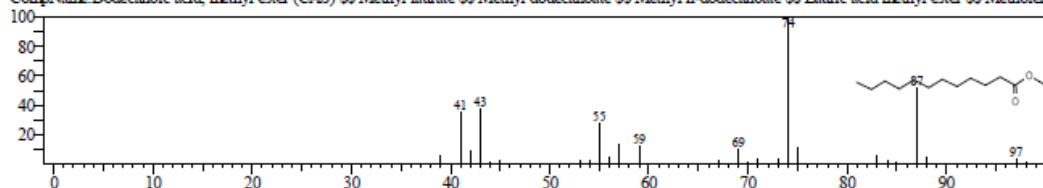
ID#	Name	R.Time	m/z	Area	Height	Conc.	Conc.Unit	R.Index
1	Octanoic acid, methyl ester (CAS)	9.707	74.00	184335	57648	0.213 %		0
2	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS)	15.186	74.00	141347	44659	0.164 %		0
3	Tridecanoic acid, methyl ester (CAS)	20.305	74.00	1611571	493596	1.866 %		0
4	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	24.922	74.00	3773028	1112486	4.368 %		0
5	Methyl 6-methyl heptanoate	27.052	74.00	126910	42187	0.147 %		0
6	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	28.606	55.00	452246	131216	0.524 %		0
7	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	29.250	74.00	40249000	4679837	46.597 %		0
8	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	31.034	74.00	208061	71716	0.241 %		0
9	Cyclooctene, 3-methyl-	32.264	67.00	8631223	1070280	9.992 %		0
10	13-Docosenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS)	32.552	55.00	21131174	2034267	24.464 %		0
11	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	32.933	74.00	8420687	2081459	9.749 %		0
12	13-Docosenoic acid, methyl ester (CAS)	35.872	28.00	600608	192347	0.695 %		0
13	Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS)	36.367	74.00	847427	267691	0.981 %		0

## Senyawa yang Teridentifikasi Pada Transesterifikasi Selama 2 jam

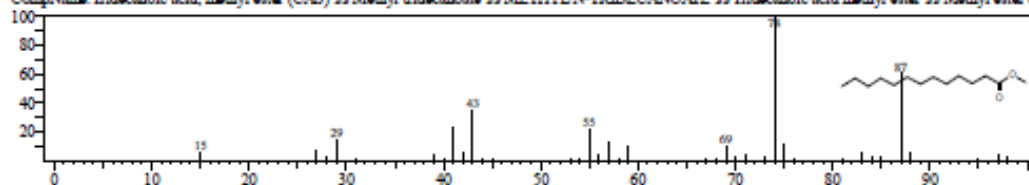
Hit#1 Entry:63922 Library:Wiley9.lib  
 SE:90 Formula:C9H18O2 CAS:111-11-5 MolWeight:158 RetIndex:0  
 CompName:Octanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl octanoate \$\$ OCTANOIC ACID METHYL ESTER (CAS) \$\$ Methyl caprylate \$\$ Methyl n-octanoate



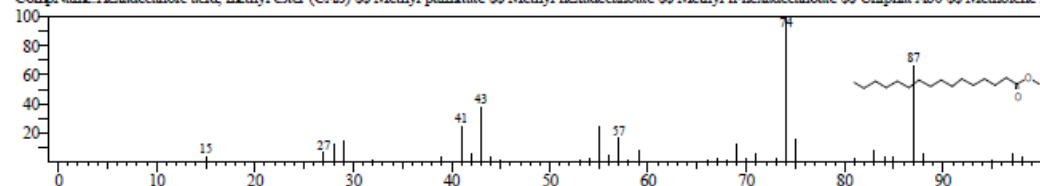
Hit#2 Entry:174532 Library:Wiley9.lib  
 SE:90 Formula:C13H26O2 CAS:111-82-0 MolWeight:214 RetIndex:0  
 CompName:Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl laurate \$\$ Methyl dodecanoate \$\$ Methyl n-dodecanoate \$\$ Lauric acid methyl ester \$\$ Metholene



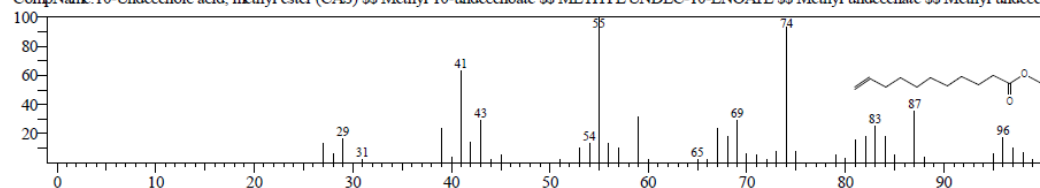
Hit#1 Entry:208187 Library:Wiley9.lib  
 SE:91 Formula:C14H28O2 CAS:1731-88-0 MolWeight:228 RetIndex:0  
 CompName:Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl tridecanoate \$\$ METHYL N-TRIDECANOATE \$\$ Tridecanoic acid methyl ester \$\$ Methyl ester o



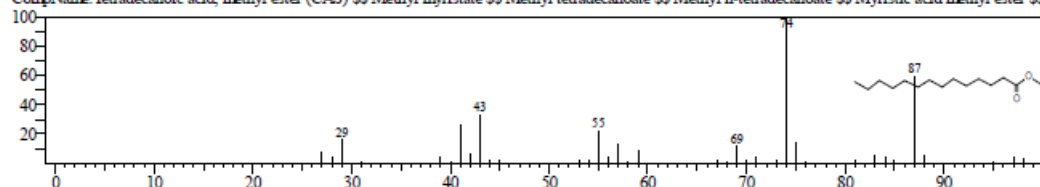
Hit#2 Entry:307402 Library:Wiley9.lib  
 SE:90 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphart A60 \$\$ Metholene 2



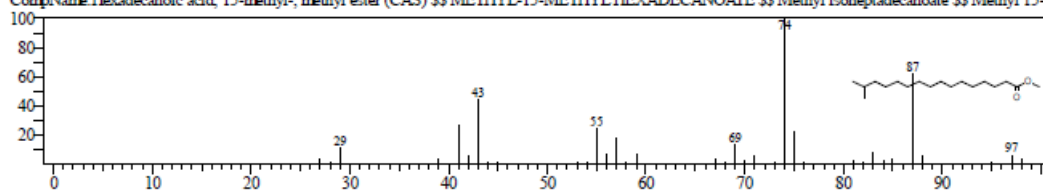
Hit#1 Entry:138658 Library:Wiley9.lib  
 SE:87 Formula:C12H22O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0  
 CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl undecen



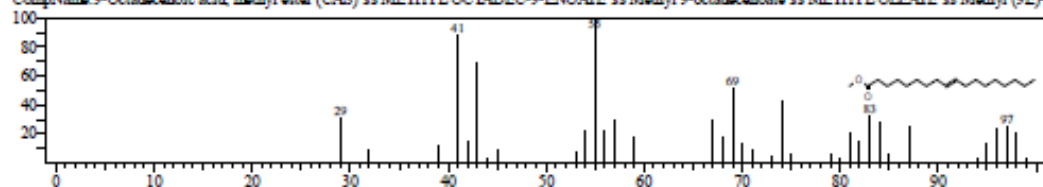
Hit#4 Entry:241477 Library:Wiley9.lib  
 SE:91 Formula:C15H30O2 CAS:124-10-7 MolWeight:242 RetIndex:0  
 CompName:Tetradecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl myristate \$\$ Methyl tetradecanoate \$\$ Methyl n-tetradecanoate \$\$ Myristic acid methyl ester \$\$ T



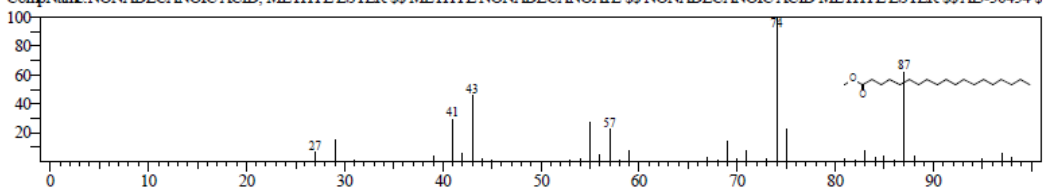
Hit#1 Entry:339710 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C18H36O2 CAS:6929-04-0 MolWeight:284 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL-15-METHYL HEXADECANOATE \$\$ Methyl isoheptadecanoate \$\$ Methyl 15-



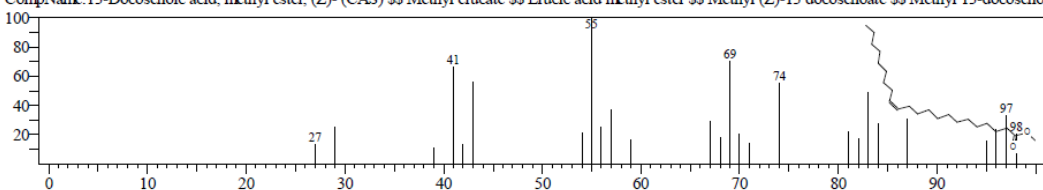
Hit#2 Entry:366296 Library:Wiley9.lib  
 SI:87 Formula:C19H36O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$ Methyl (9E)-



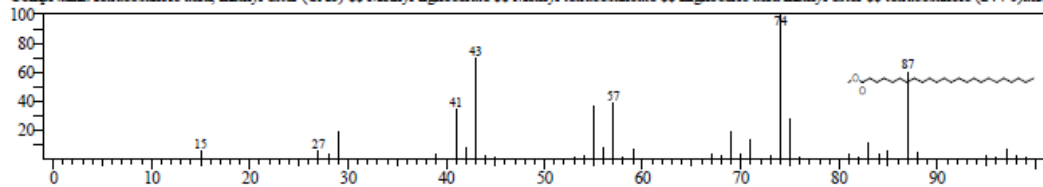
Hit#2 Entry:400779 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C20H40O2 CAS:1731-94-8 MolWeight:312 RetIndex:0  
 CompName:NONADECANOIC ACID, METHYL ESTER \$\$ METHYL NONADECANOATE \$\$ NONADECANOIC ACID METHYL ESTER \$\$ A13-36454 \$



Hit#1 Entry:475837 Library:Wiley9.lib  
 SI:90 Formula:C23H44O2 CAS:1120-34-9 MolWeight:352 RetIndex:0  
 CompName:13-Docosenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) \$\$ Methyl erucate \$\$ Erucic acid methyl ester \$\$ Methyl (Z)-13 docosenoate \$\$ Methyl 13-docoseno-

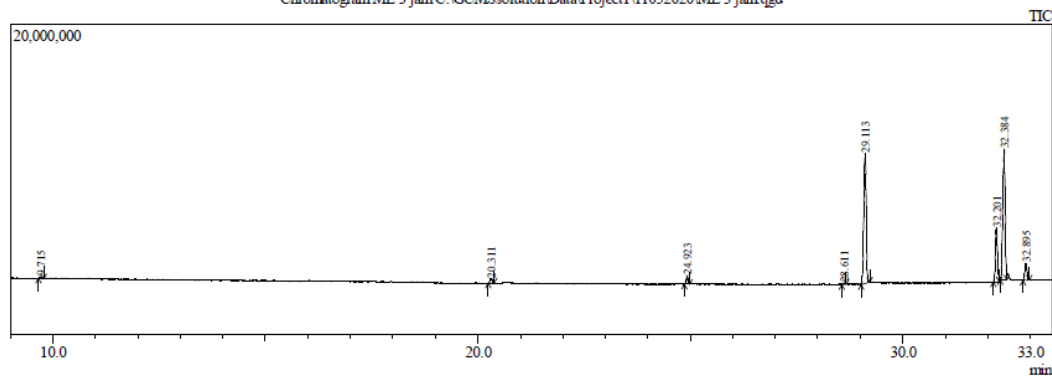


Hit#1 Entry:520378 Library:Wiley9.lib  
 SI:90 Formula:C25H50O2 CAS:2442-49-1 MolWeight:382 RetIndex:0  
 CompName:Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl lignocerate \$\$ Lignoceric acid methyl ester \$\$ tetracosanoic (24 : 0)acid



### 4.4.3 Kromatogram Metil Ester Hasil Transesterifikasi 3 Jam

Chromatogram ME 3 jam C:\GCMSsolution\Data\Project1\11052020\ME 3 jam.qgd





## Quantitative Result Table

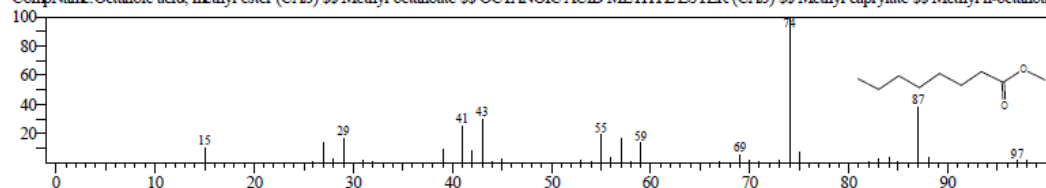
ID#	Name	R.Time	m/z	Area	Height	Conc.	Conc.Unit	R.Index
1	Octanoic acid, methyl ester (CAS)	9.715	74.00	82911	25666	0.771 %		0
2	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	20.310	74.00	176897	56048	1.644 %		0
3	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	24.921	74.00	279447	85663	2.597 %		0
4	2-Isononenal (CAS)	28.625	28.00	125542	40402	1.167 %		0
5	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	29.112	74.00	5224799	1374067	48.556 %		0
6	5-OCTADECYNE	32.201	67.00	895882	268859	8.326 %		0
7	9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS)	32.384	55.00	3528911	774017	32.796 %		0
8	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	32.895	74.00	445888	138576	4.144 %		0

## Senyawa yang Teridentifikasi Pada Transesterifikasi Selama 3 jam

Hit#:1 Entry:63922 Library:Wiley9.lib

SI:89 Formula:C9H18O2 CAS:111-11-5 MolWeight:158 RetIndex:0

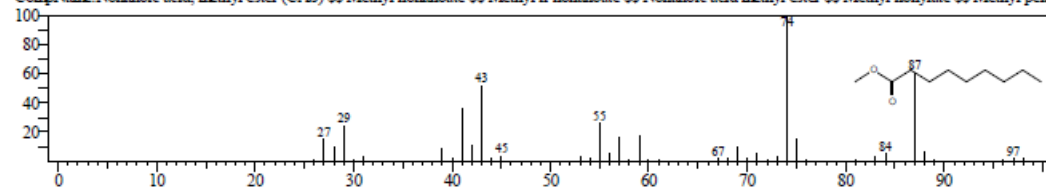
CompName:Octanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl octanoate \$\$ OCTANOIC ACID METHYL ESTER (CAS) \$\$ Methyl caprylate \$\$ Methyl n-octanoate



Hit#:4 Entry:87774 Library:Wiley9.lib

SI:88 Formula:C10H20O2 CAS:1731-84-6 MolWeight:172 RetIndex:0

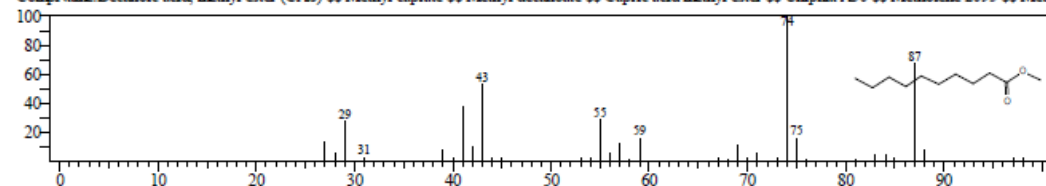
CompName:Nonanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl nonanoate \$\$ Methyl n-nonanoate \$\$ Nonanoic acid methyl ester \$\$ Methyl nonylate \$\$ Methyl pelal



Hit#:5 Entry:113845 Library:Wiley9.lib

SI:87 Formula:C11H22O2 CAS:110-42-9 MolWeight:186 RetIndex:0

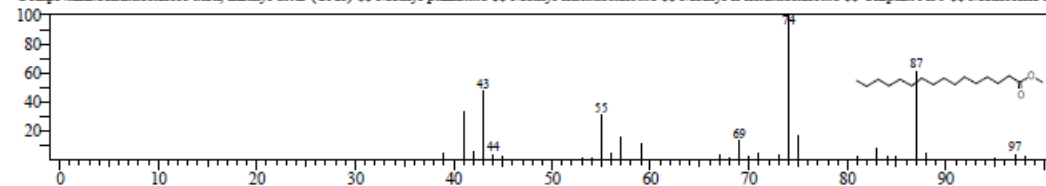
CompName:Decanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl caprate \$\$ Methyl decanoate \$\$ Capric acid methyl ester \$\$ Uniphat A30 \$\$ Metholene 2095 \$\$ Meth



Hit#:5 Entry:307427 Library:Wiley9.lib

SI:90 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

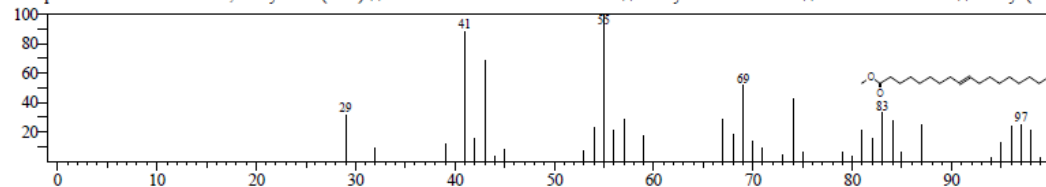
CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ Metholene 2:



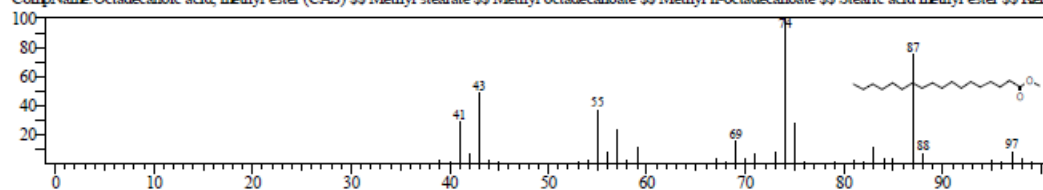
Hit#:1 Entry:366296 Library:Wiley9.lib

SI:89 Formula:C19H36O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0

CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$ Methyl (9E)-

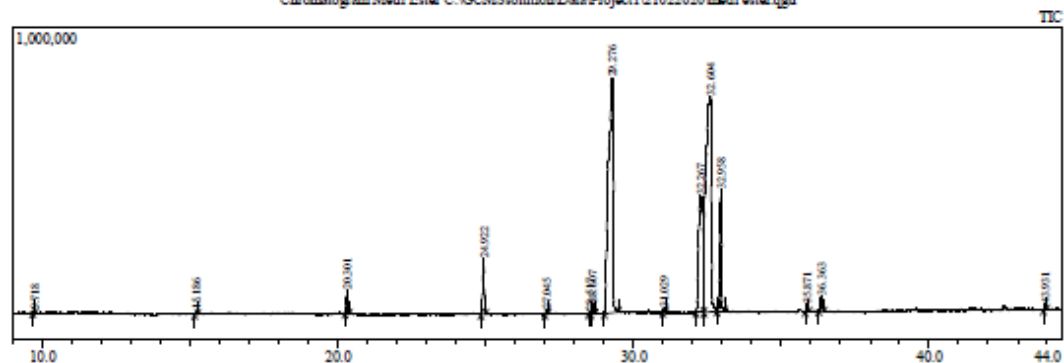


Hit# 5 Entry: 370796 Library: Wiley9.lib  
 SI: 89 Formula: C19H38O2 CAS: 112-61-8 MolWeight: 298 RefIndex: 0  
 CompName: Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate Methyl octadecanoate Methyl n-octadecanoate Stearic acid methyl ester Kam



#### 4.4.4 Kromatogram Metil Ester Hasil Transesterifikasi 4 Jam

Chromatogram: Metil Ester C:\GCMSolution\Data\Project1\21022020\metil ester.qcd

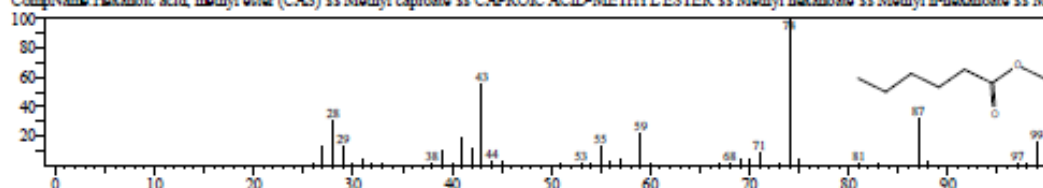


Quantitative Result Table

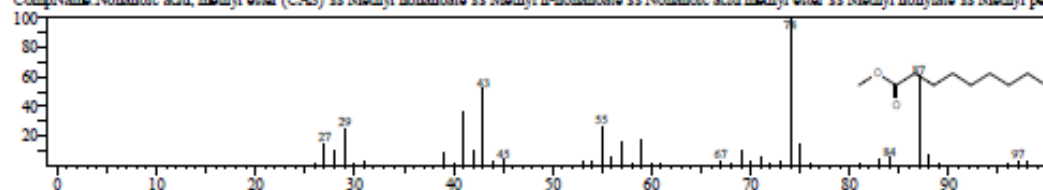
ID#	Name	R. Time	m/z	Area	Height	Conc.	Conc. Unit	R. Index
1	Hexanoic acid, methyl ester (CAS)	9.711	74.00	6779	1953	0.297 %		0
2	Nonanoic acid, methyl ester (CAS)	15.186	74.00	5244	1545	0.230 %		0
3	Tridecanoic acid, methyl ester (CAS)	20.300	74.00	52233	16093	2.288 %		0
4	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	24.922	74.00	132021	36989	5.783 %		0
5	Methyl 6-methyl heptanoate	27.048	28.00	6587	2139	0.289 %		0
6	4-Octanoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS)	28.518	28.00	5840	1677	0.256 %		0
7	10-Undecanoic acid, methyl ester (CAS)	28.605	55.00	14170	3605	0.621 %		0
8	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	29.270	74.00	921988	120004	40.389 %		0
9	NONADECANOIC ACID, METHYL ESTER	31.034	74.00	8382	2240	0.367 %		0
10	6-dodecynoic (CAS)	32.240	67.00	125827	31451	5.512 %		0
11	13-Docosanoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS)	32.605	55.00	701490	50113	30.730 %		0
12	Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (C)	32.959	74.00	255889	63991	11.210 %		0
13	9-Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	35.871	55.00	8696	2633	0.381 %		0
14	Tetrasanoic acid, methyl ester (CAS)	36.360	74.00	24811	7259	1.087 %		0
15	1,5-Heptadiene, 2,6-dimethyl-	43.928	69.00	12827	3904	0.562 %		0

#### Senyawa yang Teridentifikasi Pada Transesterifikasi Selama 4 jam

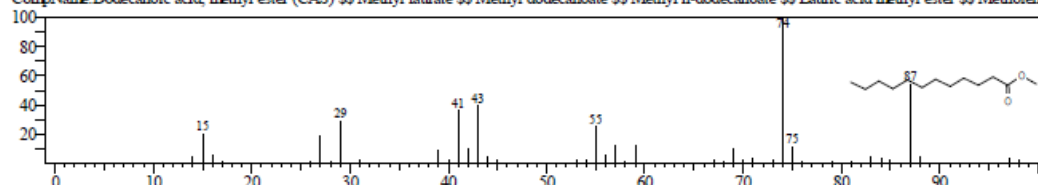
Hit# 1 Entry: 27527 Library: Wiley9.lib  
 SI: 90 Formula: C7H14O2 CAS: 106-70-7 MolWeight: 130 RefIndex: 0  
 CompName: Hexanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl caproate CAPROIC ACID-METHYL ESTER Methyl hexanoate Methyl n-hexanoate Met



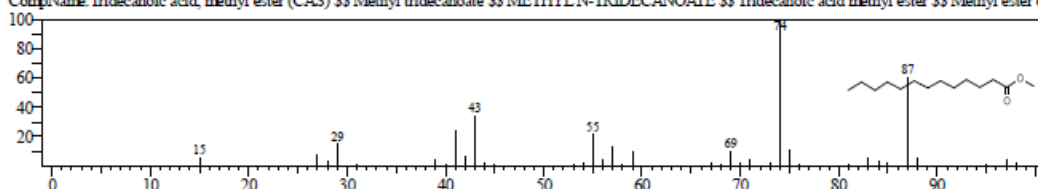
Hit# 1 Entry: 8774 Library: Wiley9.lib  
 SI: 87 Formula: C10H20O2 CAS: 1731-84-6 MolWeight: 172 RefIndex: 0  
 CompName: Nonanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl nonanoate Methyl n-nonanoate Nonanoic acid methyl ester Methyl nonylate Methyl pelu



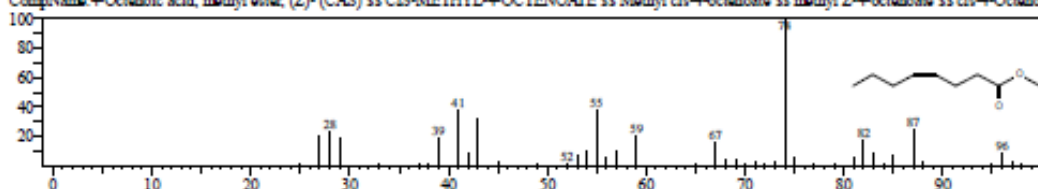
Hit# 2 Entry:174522 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C13H26O2 CAS:111-82-0 MolWeight:214 RetIndex:0  
 CompName:Dodecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl laurate \$\$ Methyl dodecanoate \$\$ Lauric acid methyl ester \$\$ Metholene



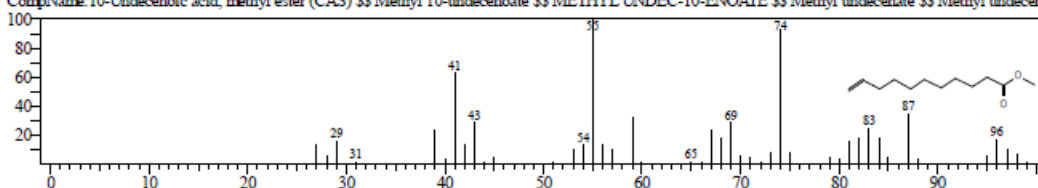
Hit# 4 Entry:208187 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C14H28O2 CAS:1731-88-0 MolWeight:228 RetIndex:0  
 CompName:Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl tridecanoate \$\$ METHYL N-TRIDECANOATE \$\$ Tridecanoic acid methyl ester \$\$ Methyl ester o



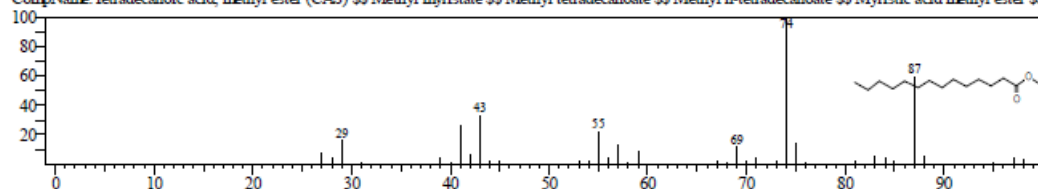
Hit# 1 Entry:60919 Library:Wiley9.lib  
 SI:76 Formula:C9H16O2 CAS:21063-71-8 MolWeight:156 RetIndex:0  
 CompName:4-Octenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) \$\$ CIS-METHYL-4-OCTENOATE \$\$ Methyl cis-4-octenoate \$\$ methyl Z-4-octenoate \$\$ cis-4-Octenoic



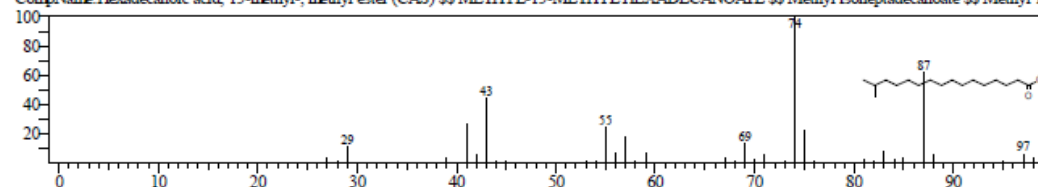
Hit# 1 Entry:138658 Library:Wiley9.lib  
 SI:88 Formula:C12H22O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0  
 CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenoate \$\$ Methyl undecen



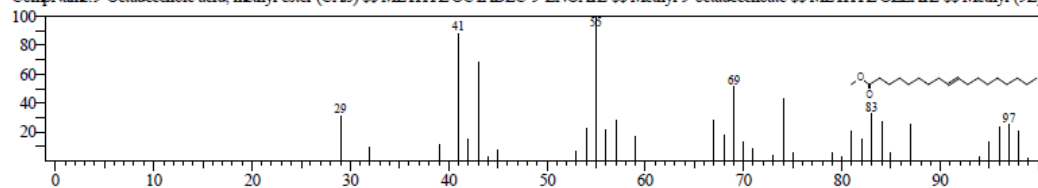
Hit# 4 Entry:241477 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C15H30O2 CAS:124-10-7 MolWeight:242 RetIndex:0  
 CompName:Tetradecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl myristate \$\$ Methyl tetradecanoate \$\$ Methyl n-tetradecanoate \$\$ Myristic acid methyl ester \$\$ T



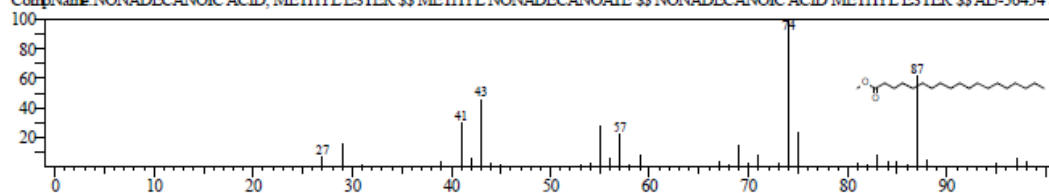
Hit# 1 Entry:339710 Library:Wiley9.lib  
 SI:91 Formula:C18H36O2 CAS:6929-04-0 MolWeight:284 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL-15-METHYL HEXADECANOATE \$\$ Methyl isoheptadecanoate \$\$ Methyl 15-n



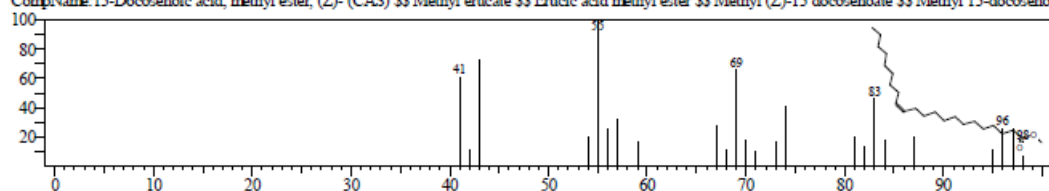
Hit# 2 Entry:366296 Library:Wiley9.lib  
 SI:90 Formula:C19H36O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$ Methyl (9E)-



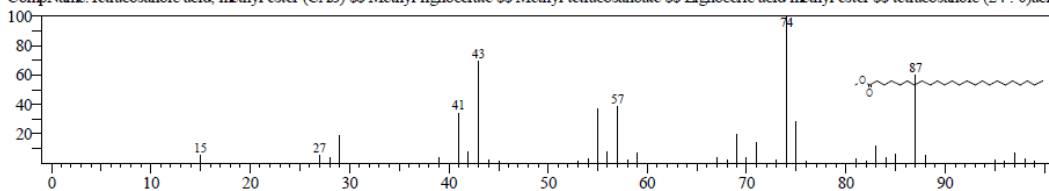
Hit# 2 Entry: 400779 Library: Wiley9.lib  
 SI: 92 Formula: C20H40O2 CAS: 1731-94-8 MolWeight: 312 RetIndex: 0  
 CompName: NONADECANOIC ACID, METHYL ESTER \$\$ METHYL NONADECANOATE \$\$ NONADECANOIC ACID METHYL ESTER \$\$ AB-36454 S




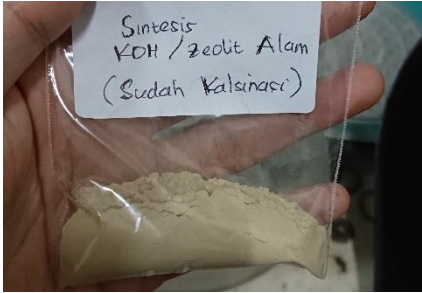

Hit# 2 Entry: 475839 Library: Wiley9.lib  
 SI: 88 Formula: C23H44O2 CAS: 1120-34-9 MolWeight: 352 RetIndex: 0  
 CompName: 13-Docosenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) \$\$ Methyl erucate \$\$ Erucic acid methyl ester \$\$ Methyl (Z)-13 docosenoate \$\$ Methyl 13-docosenoate



Hit# 1 Entry: 520378 Library: Wiley9.lib  
 SI: 90 Formula: C25H50O2 CAS: 2442-49-1 MolWeight: 382 RetIndex: 0  
 CompName: Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl lignocerate \$\$ Methyl tetracosanoate \$\$ Lignoceric acid methyl ester \$\$ tetracosanoic (24 : 0) acid



**LAMPIRAN 5**  
**DOKUMENTASI**

1	 <p style="text-align: center;">Zeolit Alam Bandung</p>	2	 <p style="text-align: center;">Zeolit Teraktivasi</p>
3	 <p style="text-align: center;">Proses Sonikasi</p>	4	 <p style="text-align: center;">Zeolit Termodifikasi</p>
5	 <p style="text-align: center;">Proses Transesterifikasi</p>	6	 <p style="text-align: center;">Hasil Transesterifikasi</p>