

**SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN METODE SONIKASI SEBAGAI  
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK (*Ricinus  
communis*) DENGAN VARIASI WAKTU**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**AMBARI GUSTI SALSHABILLA**  
NIM .18630032



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2023**



**SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN METODE SONIKASI SEBAGAI  
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK (*Ricinus  
communis*) DENGAN VARIASI WAKTU**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**AMBARI GUSTI SALSHABILLA**  
NIM .18630032

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.)

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2023**



**SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN METODE SONIKASI SEBAGAI  
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK (*Ricinus communis*)  
DENGAN VARIASI WAKTU**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**AMBARI GUSTI SALSHABILLA**  
NIM.18630032


Telah diperiksa dan disetujui :  
Tanggal: 15 Desember 2023

**Pembimbing I**



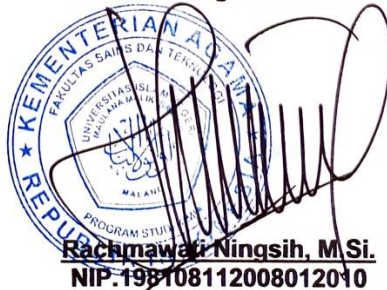
**Susi Nurul Khalifah, M.Si.**  
NIP.19851020 201903 2 012

**Pembimbing II**



**Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I**  
NIDT. 19790502201802021 2 208

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si.**  
NIP.198108112008012010









**SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN METODE SONIKASI SEBAGAI  
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK (*Ricinus  
communis*) DENGAN VARIASI WAKTU**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**AMBARI GUSTI SALSHABILLA**  
NIM.18630032

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si.)  
Tanggal: 15 Desember 2023

- |                       |  |         |
|-----------------------|--|---------|
| 1. Penguji Utama      | : Dr. Suci Amalia M.Sc.<br>NIP. 19821104 200901 2 007          | (.....) |
| 2. Ketua Penguji      | : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.<br>NIP. 19831226 2019203 2 008 | (.....) |
| 3. Sekretaris Penguji | : Susi Nurul Khalifah, M.Si.<br>NIP. 19851020 201903 2 012     | (.....) |
| 4. Anggota Penguji    | : Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I<br>NIDT. 19790502201802021 2 208     | (.....) |

Mengesahkan,  
Ketua Program Studi



**Rachimawati Wingsih, M.Si.**  
NIP. 1981081 1200801 1 010



### PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ambari Gusti Salshabilla  
NIM : 18630032  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis Zeolit X dari Kaolin dengan Metode Sonikasi sebagai Katalis Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak (*Ricinus communis*) dengan Variasi Waktu.

Malang, 15 Desember 2023

Yang membuat pernyataan



Ambari Gusti Salshabilla  
Nim.18630032







## HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillah, atas berkat dan rahmat Allah SWT serta dengan penuh rasa syukur saya ucapkan Alhamdulillah karena akhirnya saya dapat menyelesaikan tugas akhir. tanpa kehendak-Nya dan dukungan dari orang-orang sekitar, tentunya saya tidak dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan karya sederhana ini di persembahkan untuk:

Kedua orang tua saya, Bapak **Budi Setioaji** dan Ibu saya **Tri Handayani** yang selama ini telah memerikan segala bentuk dukungan baik berupa materi hingga doa dan kasih sayang beliau yang sampai saat ini masih saya rasakan hingga saya dapat memperoleh gelar sarjana ini. Untuk adik saya **Ahmad Dairobyy**, terima kasih sudah selalu memberikan dukungan dan menemani saya selama pengerjaan skripsi ini, dan untuk kakek saya Bapak **Sarmin** terima kasih sudah memberikan dukungan dan doa. Terima kasih untuk segala yang telah diberikan dan didedikasikan untuk saya, mungkin kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang bisa saya persembahkan untuk kalian berdua, karena semua kebaikan kalian berdua tak akan bisa terbalas dengan apa pun. Semoga kalian berdua senantiasa dalam lindungan dan kasih sayang Allah SWT, senantiasa diberikan kesehatan, umur panjang, dan kebaikan kebaikan di dunia sampai akhirat.

Untuk Ibu **Susi Nurul Khalifah, M.Si., Ibu Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I**, serta Bapak dan Ibu dosen lainnya. Terima kasih karena telah mendidik dan membimbing saya selama ini. Baik dalam ilmu kimia maupun ilmu sebagai bekal kehidupan saya. Semoga segala pemberian bapak dan ibu dosen serta mbak dan mas dibalas kebaikan, keberkahan, dan kebahagiaan oleh Allah SWT, Aamiin.

Dan untuk orang-orang baik yang Allah Swt. hadirkan dalam hidup penulis, **Mokhammad Ridho Maulana, Siti Musyarofah, Diyah Umul Sholekhah, Agie Pratama Setiawan** dan **Umi Nur Khabibah** terima kasih atas dukungan, semangat, canda tawa dan segala bantuan selama perkuliahan hingga penulis berada di titik ini. Dan terima kasih untuk kakak-kakak tingkat yang sudah banyak membantu saya dalam pengerjaan skripsi ini. Terima kasih banyak sudah menjadi bagian terindah selama perkuliahan ini sehingga penulis banyak pengalaman, kenangan, dan pelajaran. Semoga Allah balas kebaikan kalian.

Untuk **Dokter Winarni Dian Dwiastuti Wisnu Putri, Sp.KJ** yang sudah memberikan saya banyak sekali dukungan, dan motivasi. ibu dibalas kebaikan, keberkahan, dan kebahagiaan oleh Allah SWT, Aamiin. Dan terakhir terima kasih untuk diri saya sendiri karena sudah tidak menyerah sampai di titik ini.









## MOTTO

مِئِّي وَاشْتَعَلَ الرَّأْسُ شَيْبًا وَلَمْ أَكُنْ بِدُعَائِكَ رَبِّ شَقِيًّا

*“Jangan merasa tertinggal, setiap orang punya proses dan rezekinya masing-masing”*  
[Qs. Maryam: 4]

*Orang lain tidak akan paham dan tidak akan mau tahu struggle dan masa sulit yang kamu hadapi, tapi yang mereka tahu hanya success stories. Berjuanglah sendiri walaupun tanpa ada yang bertepuk tangan. Kelak kita yang di masa depan akan sangat bangga dengan apa yang kita perjuangkan sekarang.*

Prosesmu memang tidak semudah orang lain, akan selalu ada harga di setiap perjuanganmu, lebarkan selalu sabarmu, nikmati masa lelahmu, nikmati prosesmu, investasikan semua itu untuk kamu yang lebih baik di masa depan, dan selalu percaya bahwa Allah menakdirkan sesuatu di hidupmu agar kamu belajar dan selalu bersyukur.







## KATA PENGANTAR

Puji syukur alhamdulillah, atas kehendak Allah S.W.T yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan proposal penelitian ini dapat diselesaikan. Proposal penelitian ini berjudul “ **Sintesis Zeolit X Dari Kaolin Dengan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak (*Ricinus communis*) Dengan Variasi Waktu**”.

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

1. Kedua Orang tua yang telah memberikan perhatian, nasihat dan doa, serta dukungan moril dan materil sehingga penyusunan proposal penelitian ini dapat terselesaikan.
2. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. Zainuddin, MA.
3. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Sri Harini, M.Si.
4. Ketua program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si.
5. Dosen Konsultan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si. dan Ibu Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I karena atas masukan dan sarannya, proposal penelitian ini menjadi lebih baik.

Semoga proposal ini dapat bermanfaat dan menambah Khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 12 November 2023

Penulis









## DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN .....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	Error! Bookmark not defined.
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	ix
MOTTO .....	xi
KATA PENGANTAR .....	xiii
DAFTAR ISI .....	xv
DAFTAR GAMBAR .....	xvii
DAFTAR TABEL .....	xix
DAFTAR LAMPIRAN .....	xxi
ABSTRAK .....	xxiii
ABSTRACT .....	xxv
مستخلص البحث.....	xxvii
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Kaolin Sebagai Material Sintesis Zeolit X .....	5
2.2 Sintesis Kaolin Menjadi Metakaolin Dengan Metode Alkali Fusi .....	6
2.3 Karakter Zeolit X .....	8
2.5 Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak .....	10
2.6 Karakterisasi Metil Ester Menggunakan GC-MS ( <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> ).....	12
<b>BAB III METODOLOGI.....</b>	<b>15</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	15
3.2 Alat dan Bahan .....	15
3.2.1 Alat .....	15
3.2.2 Bahan .....	15
3.3 Rancangan Penelitian .....	15
3.4 Tahapan Penelitian .....	16
3.5 Prosedur Penelitian.....	16
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin .....	16
3.5.2 Pengubahan Kaolin menjadi Metakaolin melalui proses Alkali Fusi.....	16
3.5.2 Ekstraksi SiO <sub>2</sub> dari kaolin.....	16
3.5.4 Sintesis Zeolit X dengan metode sonikasi.....	17
3.6 Proses Reaksi Transesterifikasi dengan Katalis Zeolit X dari minyak jarak .....	17
3.7 Karakterisasi Material Sintesis .....	17
3.7.1 Karakterisasi Kaolin dengan menggunakan XRF .....	17
3.7.2 Karakterisasi menggunakan XRD .....	17
3.7.3 Karakterisasi Zeolit X menggunakan adsorpsi N <sub>2</sub> .....	18
3.7.5 Karakterisasi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi dengan Menggunakan Spektrofotometer GC-MS .....	18
3.8 Analisis Data .....	19

3.8.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF).....	19
3.8.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit X Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD).....	19
3.8.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit X menggunakan Adsorpsi N <sub>2</sub> .....	19
3.8.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Metil Ester dari Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Menggunakan GC-MS.....	21
<b>BAB IV PEMBAHASAN .....</b>	<b>23</b>
4.1 Kandungan Unsur dan Struktur Kaolin Alam .....	23
4.3 Perubahan struktur kaolin alam dengan pretreatment alkali fusi.....	25
4.3 Sintesis Zeolit X metode sonikasi variasi waktu.....	27
4.4 Analisis Luas Permukaan Zeolit Hasil Sintesis Menggunakan Adsorpsi Nitrogen....	30
4.5 Analisis Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Katalis Zeolit Hasil Sintesis Dengan GCMS.....	30
4.6 Hasil Penelitian Dalam Perspektif Islam .....	36
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>39</b>
5.1 Kesimpulan .....	39
5.2 Saran .....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>41</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>45</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2 1</b>	Gambar struktur mineral kaolin .....	5
<b>Gambar 2 2</b>	Difaktogram Kaolin Alam Blitar .....	6
<b>Gambar 2 3</b>	Difraktogram kaolin menjadi metakaolin metode konvensional, kaolin (A), kaolin terpurifikasi (B), dan metakaolin (C).....	7
<b>Gambar 2.4</b>	Konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi (a) standar kuarsa, (b) standar sodium silikat, (c) standar kaolin, (d) kaolin alam, (e) metakaolin.....	7
<b>Gambar 2.5</b>	Struktur kimia zeolit .....	8
<b>Gambar 2 6</b>	Tahapan transformasi fasa Na-zeolit dengan meningkatnya suhu dan waktu sintesis .....	9
<b>Gambar 2.7</b>	Pola difraktogram XRD zeolit X standar.....	10
<b>Gambar 2.8</b>	Reaksi transesterifikasi.....	11
<b>Gambar 2.9</b>	Kromatografi FAME dari minyak jarak ( <i>Ricinus communis</i> ).....	14
<b>Gambar 2.10</b>	Spektra massa metil ester risinoleat .....	14
<b>Gambar 2.11</b>	Pola fragmentasi metil ester risinoleat .....	14
<b>Gambar 4. 1</b>	(a) Difraktogram standar kaolin (00-014-0164), (b) standar kuarsa (01-074- 1811), (c) standar kuarsa (01-086-1565) (d) kaolin alam Blitar sebelum dicuci, (e) kaolin alam Blitar sesudah dicuci (K: kaolin, Q; kuarsa) .....	24
<b>Gambar 4.2</b>	Difraktogram standar sodium ortosilicate (01-078-1432) (a), (b) standar stishovite (96-154-4732), (c) standar stishovite (96-900-7155) (d) standar tridimit (96-810-4537), (e) metakaolin kalsinasi 2 jam, (f) metakaolin kalsinasi 3 jam (St: stishovite, ss: sodium ortosilicate, T: trydimite).....	25
<b>Gambar 4. 3</b>	Difraktogram SiO <sub>2</sub> dari kaolin alam Blitar. ....	27
<b>Gambar 4. 4</b>	Difraktogram sintesis zeolit metode sonikasi (70°C), (a) standar zeolit p (01- 071-0962), (b) standar zeolit X (01-072-2422), zeolit variasi waktu (c) sonikasi 2 jam stirer 2 hari, (d) sonikasi 2 jam stirer 8 hari, (e) sonikasi 4 jam stirer 9 hari.....	29
<b>Gambar 4. 5</b>	Difratogram GC biodisel dengan waktu reaksi 5 jam.....	29
<b>Gambar 4. 6</b>	Hasil spektra dari massa puncak dengan waktu retensi 17.035.....	29
<b>Gambar 4. 7</b>	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	29
<b>Gambar 4. 8</b>	Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 19.615.....	30
<b>Gambar 4. 9</b>	Perkiraan pola fragmentasi metil risinoleat .....	30
<b>Gambar 4. 10</b>	Kromatogram GC biodisel dengan waktu reaksi 7 jam.....	31
<b>Gambar 4. 11</b>	Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 17.080.....	31
<b>Gambar 4. 12</b>	Perkiraan pola fragmentasi metil oleat.....	34
<b>Gambar 4. 13</b>	Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 20.065.....	32
<b>Gambar 4. 14</b>	Perkiraan pola fragmentasi metil risinoleat .....	33









## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2. 1</b> Kadar unsur dalam kaolin Blitar .....	5
<b>Tabel 2. 2</b> Metil ester hasil analisis GC-MS .....	12
<b>Tabel 2. 3</b> Komposisi FAMES minyak jarak ditentukan dengan GC-MS .....	13
<b>Tabel 3. 1</b> Variasi waktu yang digunakan pada reaksi transesterifikasi.....	17
<b>Tabel 3. 2</b> Kurva Plot BET .....	20
<b>Tabel 4.1</b> Kandungan Mineral Kaolin.....	23
<b>Tabel 4. 2</b> Hasil ekstraksi SiO <sub>2</sub> dari kaolin alam Blitar dengan instrumen XRF .....	27
<b>Tabel 4. 3</b> Luas permukaan sintesis zeolit X dengan variasi sonikasi dan stirer .....	30
<b>Tabel 4. 4</b> komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi 5 dan 7 jam.....	35







## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran 1</b> Diagram Alir .....	45
<b>Lampiran 2</b> Perhitungan .....	50
<b>Lampiran 3</b> Data Karakterisasi XRF .....	56
<b>Lampiran 4</b> Data Karakterisasi XRD .....	57
<b>Lampiran 5</b> Hasil SAA.....	62
<b>Lampiran 6</b> Hasil GCMS .....	64
<b>Lampiran 7</b> Dokumentasi kegiatan.....	70



## ABSTRAK

**Salsabila, A. G. 2023. Sintesis Zeolit X dari Kaolin Dengan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak (*Ricinus Communis*) Dengan Variasi Waktu.** Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Susi Nurul Khalifah M.Si. ; Pembimbing II : Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I.

---

**Kata Kunci** : Zeolit X, Sonikasi, Reaksi Transesterifikasi.

Sintesis zeolit X faujasit menggunakan sumber silika kaolin alam Blitar telah dilakukan. Kaolin dilakukan dengan proses alkali fusi untuk mengubah dari material yang tidak reaktif menjadi material yang lebih reaktif. Silika dari kaolin didapatkan yang lebih murni dan lebih reaktif dengan cara proses ekstraksi silika. Hasil ekstraksi silika digunakan sebagai raw material untuk sintesis zeolit X. Zeolit hasil sintesis digunakan sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak jarak.

Metode ekstraksi kaolin menggunakan asam, basa dan metode sintesis zeolit X menggunakan sonikasi. Hasil sintesis zeolit X dianalisis menggunakan XRD, dan luas permukaan. Uji katalis zeolit hasil sintesis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak dilakukan selama 5 jam dan 7 jam.

Hasil XRD menunjukkan bahwa sintesis zeolit X didapatkan dengan pengotor zeolit P pada berbagai variasi sintesis. Analisis luas permukaan dari *Surface Area Analyzer* (SAA) didapatkan 81,942 m<sup>2</sup>/g – 88,309 m<sup>2</sup>/g. Hasil uji katalis zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak selama 5 jam dan 7 jam didapatkan metil risinoleat 92,70%-54,81%.









## ABSTRACT

**Salsabila, A. G. 2023. *Synthesis of Zeolite X from Kaolin By Sonication Method as a Catalyst for Castor Oil Transesterification Reaction (Richinus communis) With Time Variation.*** Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I : Susi Nurul Khalifah M.Si. ; Supervisor II : Mubasyiroh, S.S, M.Pd.I.

---

**Keywords :** Zeolite X , Sonication, Transesterification Reaction.

extraction results are used as raw material for zeolite synthesis. The kaolin extraction method uses acid bases, and the zeolite X synthesis method uses sonication. The results of the Synthesis of zeolite X were analyzed using XRD, and the Synthesis of zeolite Kaolin was made using an alkali fusion process to change the material from an unreactive material to a more reactive material. Silica from Kaolin is obtained to be purer and more reactive using a silica extraction process. The silica extraction results are used as raw material for the zeolite synthesis.

alkali fusion process to change the material from an unreactive material to a more reactive material. Silica from Kaolin is obtained to be purer and more reactive utilizing a silica extraction process. The silica The kaolin extraction method uses acid bases, and the zeolite X synthesis method uses sonication. The results of the synthesis of zeolite X were analyzed using XRD and surface area. The test of the synthesized zeolite catalyst in the castor oil transesterification reaction was carried out for 5 and 7 hours.

Synthesis of zeolite Kaolin is made using a The XRD results show that the synthesis of zeolite X was obtained with zeolite P impurities in various variations of synthesis. Surface area analysis from the Surface Area Analyzer (SAA) was 81,942 m<sup>2</sup>/g – 88,309 m<sup>2</sup>/g. The results of the zeolite catalyst test in the castor oil transesterification reaction for 5 hours and 7 hours showed that methyl ricinoleate was 92.70% -54.81%.



## مستخلص البحث

سلسبيلا، أمباري غوستي. ٢٠٢٣. توليف زيوليت إكس من الكاولين بطريقة الصوت كوكاش حفاز لتفاعل التحويل الإستراتيجي لزيت الخروع (ريسينوس كومونيس) بتغيير في الزمن. بحث جامعي. قسم كيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوسي نور الخليفة، الماجستير، المشرفة الثانية: مباشرة، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الزيوليت X ، السونيكشن ، تفاعل الأسترة العابرة

تم إجراء توليف زيوليت إكس فوجاسيت باستخدام مصدر السيليكا من الكاولين الطبيعي في بليتار. تمت معالجة الكاولين بواسطة عملية الانصهار القلوي لتحويله من مادة غير متفاعلة إلى مادة أكثر تفاعلاً. تم الحصول على سيليكا من الكاولين بشكل أكثر نقاء وتفاعلاً من خلال عملية استخراج السيليكا. تم استخدام نتائج استخراج السيليكا كمادة خام لتوليف زيوليت إكس. تم استخدام الزيوليت الناتج عن التوليف كحفاز في تفاعل ترانستريستيريبيكاسي لزيت الخروع.

طريقة استخراج الكاولين باستخدام الحمض والقاعدة، وطريقة توليف زيوليت إكس باستخدام التحسين بالصوت. تم تحليل نتائج توليف زيوليت إكس باستخدام تقنيات XRD وقياس المساحة السطحية. تم إجراء اختبار كفاءة الزيوليت الناتج من التوليف في تفاعل ترانستريستيريبيكاسي لزيت الخروع لمدة ٥ ساعات و ٧ ساعات.

أظهرت نتائج تحليل الأشعة السينية (XRD) أن توليف زيوليت إكس تم بنجاح باستخدام ملوثات من زيوليت في مختلف تجارب التوليف. تمثل تحليل مساحة السطح باستخدام جهاز فاحص مساحة السطح (SAA) نتائج تتراوح بين ٨١.٩٤٢ متر مربع/جم و ٨٨.٣٠٩ متر مربع/جم. أظهرت نتائج اختبار كفاءة الزيوليت في تفاعل ترانستريستيريبيكاسي لزيت الخروع لمدة ٥ ساعات و ٧ ساعات تكوين ميثيل ريسينولات بنسب تتراوح بين ٩٢.٧٠% و ٥٤.٨١%









# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zeolit adalah mineral aluminosilikat terhidrasi, kristal berpori. Memiliki struktur rangka tiga dimensi yang terdiri dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  (Cheetham & day, 1992). Zeolit X adalah zeolit yang memiliki kandungan silika yang rendah dengan rasio molar Si/Al 1-1,5. Zeolit X merupakan salah satu zeolit faujasit yang memiliki Rumus kimia  $\text{Na}_{86}(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106} \cdot 264\text{H}_2\text{O}$  dan memiliki besar pori 0,74nm. Zeolit X memiliki banyak kegunaan, sebagai penyaring molekul, penukar ion dan katalis pada proses *fluid catalytic cracking* (FCC), katalis pemurnian dan pemisahan gas maupun komponen organik (Chandrasekhar & Pramada, 2004; Masoudian *et al.*, 2003; Zhao *et al.*, 1996).

Kaolin dapat di gunakan sebagai raw material untuk sintesis zeolit, karena memiliki kandungan silika dan alumina yang tinggi. Kaolin merupakan bahan alam yang terbentuk melalui proses bertahap secara sempurna sebagaimana yang telah diciptakan Allah SWT. Salah satu tanda-tanda kebesaran Allah SWT. yaitu kekayaan alam yang dapat berupa tumbuhan, gunung, hutan, batuan dan sebagainya. Merujuk pada tanda kekuasaan Allah SWT. dapat dirasakan oleh mereka yang beriman kepada Allah SWT, sebagaimana dijelaskan dalam kitab suci Al-Qur'an tentang manusia *ulul albab* surat Al-Imran ayat 190 - 191 sebagaimana berikut:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَبْصَارِ [١٩٠] الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ فِقْعَاعَدَابِ النَّارِ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ [١٩١]

*Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka." Ali Imran 190-191.*

Dalam tafsir Al-Misbah, surat Al-Imran ayat 190-191 menjelaskan terkait kehidupan manusia di bumi tidak terlepas dari penggunaan akal. Menggunakan akal berarti menjadi manusia yang menggunakan kemampuannya untuk memahami semua fenomena kehidupan, baik yang berupa fenomena fisik maupun mental. Sebagai manusia menggunakan akal untuk memahami ilmu yang telah di berikan Allah kepada mereka terkandung dan dikontekstualisasikan dalam Al-Qur'an dan Hadist. Berlatih dan mengadopsi kebijakan yang tepat untuk memanfaatkan masing-masing anugerah dari Tuhan untuk selalu berusaha berkontribusi sesuai dengan tugasnya sebagai khalifah di muka bumi. Jika akal manusia membaca, mengetahui, berpikir, menyelidiki, mempelajari fenomena akan muncul penemuan

ilmu. Ilmu teknologi dan ilmu pengetahuan yang akan membawa orang-orang cerdas untuk bersyukur dan percaya bahwa semua ciptaan Allah SWT. Sangat bermanfaat dan tidak ada yang membentuk kesombongan.

Pada ayat di atas menjelaskan bahwa tidak ada yang Allah SWT ciptakan dengan sia-sia. Berdasarkan ayat diatas juga sangat relevan jika dikaitkan dengan sintesis zeolit dari batuan kaolin, karena zeolit memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan kaolin, kelebihan dari zeolit yaitu memiliki luas permukaan yang lebih tinggi, memiliki stabilitas termal dan keasaman yang lebih tinggi. Sehingga, dengan beberapa kelebihan yang dimiliki zeolit tersebut, aplikasinya bisa menjadi lebih luas (Barquist & Larsen, 2010).

Proses konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode konvensional (pemanasan) atau alkali fusi (penambahan NaOH dengan pemanasan). Pada metode konvensional yang sudah dilakukan oleh Yifei Wang (2014) kaolin murni dipanaskan dengan suhu 700°C – 900°C akan melepaskan air dan membentuk material amorf. konversi kaolin alam menjadi metakaolin yang menggunakan metode konvensional dengan suhu 600-650°C selama 1jam sampai 2 jam yang menghasilkan metakaolin dengan pengotor kuarsa (Kim,2010; carlos,2012),. Sementara itu Pada penelitian yang dilakukan oleh Cahyawati (2017), konversi kaolin alam Blitar menjadi metakaolin menggunakan suhu 630-800°C dalam 3-24 jam yang dimana menghasilkan metakaolin dengan zat pengotor yang berupa kuarsa tinggi dan masih terdapat puncak kaolin. Pada penelitian yang dilakukan oleh Yan (2014) Konversi kaolin murni menjadi metakaolin dengan menggunakan variasi waktu 4 jam dengan suhu 200°C menghasilkan metakaolin dengan fasa amorf.

Untuk mendapatkan SiO<sub>2</sub> yang lebih murni dan reaktif, dapat dilakukan metode ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari kaolin alam. Penelitian yang dilakukan oleh Ulfindrayani, *et al* (2019) melakukan ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari lumpur lapindo dengan pelarut NaOH dan agen presipitasi berupa HCl diperoleh kemurnian silika meningkat dari 50% menjadi 78,6%. Penelitian yang dilakukan oleh Ulfatafia (2016) mengekstraksi SiO<sub>2</sub>dari abu sekam padi menggunakan pelarut NaOH 7M pada suhu 80°C selama 5 jam dengan agen presipitasi HCl 3 M dengan diperoleh persentase silikanya sebesar 94,7%. Penelitian yang dilakukan oleh Khalifah, *et al* (2022) mengekstraksi SiO<sub>2</sub> dari lumpur lapindo dengan menggunakan pelarut alkali NaOH 7M dengan menggunakan suhu 80°C selama 4 jam dan agen presipitasi 1M pada suhu 40°C diperoleh persentase SiO<sub>2</sub> sebanyak 96,8%. Silika hasil ekstraksi selanjutnya akan digunakan sebagai material sintesis zeolit X.

Konversi kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi dapat diaplikasikan pada kaolin alam yang banyak mengandung pengotor. Pengotor yang biasanya ada pada kaolin alam adalah kuarsa. Dengan penambahan NaOH, maka kuarsa akan berubah menjadi sodium silikat yang lebih relatif, sehingga dengan metode alkali fusi kaolin alam dapat terkonversi menjadi metakaolin dan sodium silikat yang dapat digunakan sebagai raw material untuk sintesis zeolit (Wang & Lin, 2009).

Metode sintesis zeolit pada umumnya menggunakan metode hidrotermal, namun pada metode ini memiliki kelemahan yaitu membutuhkan waktu untuk kristalisasi yang lama. Maka banyak dari peneliti menggunakan metode baru untuk mendapatkan kristalinitas yang baik dan waktu yang relatif singkat dengan menggunakan metode sonikasi. Pada penelitian Azizi (2010), menggunakan metode sonikasi dengan variasi waktu 1 jam pada proses pembuatan zeolit menghasilkan zeolit NaX yang murni. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Tran (2021) menggunakan metode sonikasi dengan pengaruh waktu reaksi terhadap sintesis zeolit X dengan waktu 2 jam, mendapatkan hasil puncak karakteristik zeolit X dengan intensitas rendah akan tetapi tetap mendapatkan zeolit X murni. Sementara pada penelitian yang dilakukan oleh Arifah (2018) sintesis zeolit x menggunakan metode sonikasi ( $70^{\circ}\text{C}$ ) 2 jam menghasilkan ukuran kristal 36,5 nm dan pada 4 jam menghasilkan ukuran kristal 47 nm dan zeolit x yang murni. Selanjutnya zeolit hasil sintesis menggunakan metode sonikasi digunakan sebagai katalis pada transesterifikasi menggunakan minyak nabati yaitu minyak jarak.

Reaksi transesterifikasi yang dilakukan dengan menggunakan katalis basa karena rendahnya nilai asam dari minyak jarak yang murni. Katalis homogen pada NaOH, KOH,  $\text{CH}_3\text{O}$ ,  $\text{CH}_3$  memiliki aktivitas katalitik yang tinggi untuk reaksi transesterifikasi, pada penggunaan katalis homogen memiliki beberapa kelemahan karena memerlukan proses yang lebih kompleks pada proses pencucian dan pemurnian produk, akan menghasilkan air limbah dalam jumlah besar. Selain itu pada katalis homogen dapat menyebabkan korosi pada peralatan yang digunakan, dan saponifikasi pada bahan baku. Penggunaan katalis heterogen dapat mengurangi masalah yang berhubungan dengan katalis homogen karena pada katalis heterogen dapat dengan mudah dipisahkan dari produk cair (Du et al., 2018).

Faktor-faktor yang mempengaruhi kecepatan reaksi transesterifikasi yaitu suhu, jumlah katalis, perbandingan rasio molar minyak : metanol, dan waktu reaksi. Penelitian yang sudah dilakukan oleh Noiroj (2009) menggunakan variasi waktu 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 jam, didapatkan waktu optimum 6 jam menggunakan katalis KOH/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan konversi metil ester sebesar 87,5%. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Rakmae (2016), reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis zeolit Na-Y dengan menggunakan metode ultrasonik selama 10 menit dengan metode konvensional atau perendaman. diperoleh hasil % yield biodiesel sebesar 55%. Selanjutnya pada penelitian yang dilakukan oleh Setyadji (2005) dengan variasi waktu 1; 1,5; 2; 2,5; 3; dan 3,5 jam untuk mengonversi minyak menjadi biodiesel dengan katalis natrium hidroksida diperoleh hasil optimum pada waktu 2 jam sebesar 88,39% dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa variasi waktu dengan katalis berpengaruh terhadap kuantitas biodiesel. Penelitian yang dilakukan oleh Kusuma (2013) hasil konversi metil ester yang didapatkan sebesar 95,09% dengan transesterifikasi selama 2 jam minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/zeolit alam. Sementara itu penelitian yang sudah dilakukan Intrapong (2013) hasil dari konversi metil ester yang tinggi hingga 96,7%

melalui proses reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/mordenit selama 3 jam.

Berdasarkan uraian diatas, penelitian ini akan dilakukan dengan cara mengonversi kaolin alam Blitar menjadi metakaolin dengan menggunakan metode alkali fusi. Sintesis zeolit X dilakukan dengan menggunakan metode sonikasi dalam keadaan basa, sehingga katalis yang dihasilkan bersifat basa. Katalis yang bersifat basa tersebut akan digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus communis*) dengan menggunakan variasi waktu 5 dan 7 jam untuk menemukan waktu yang optimum katalis KOH/zeolit alam. Perbandingan minyak dan metanol 1:15 dan katalis sebanyak 5-10% berat. Pembuatan biodiesel dilakukan pada suhu optimum yang didasarkan pada penelitian sebelumnya yaitu 60°C. Kaolin akan di karakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*), hasil sintesis zeolit akan di karakterisasi kembali menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), dan adsorpsi N<sub>2</sub>. Selanjutnya hasil transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus communis*) di karakterisasi dengan menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*).

## 1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang di atas rumusan masalah yang dapat di susun dalam penelitian ini adalah

1. Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis menggunakan metode sonikasi ?
2. Bagaimana hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan katalis zeolit x selama 5 jam dan 7 jam ?

## 1.3 Tujuan

Berdasarkan latar belakang yang sudah disusun tujuan dari penelitian ini yaitu

1. Untuk mengetahui hasil dari karakterisasi zeolit X dengan hasil sintesis menggunakan metode sonikasi.
2. Untuk mengetahui hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan katalis zeolit x selama 5 jam dan 7 jam.

## 1.4 Batasan Masalah

1. Kaolin yang digunakan berasal dari Blitar.
2. Menggunakan metode sonikasi dengan waktu 2jam dan 4 jam.
3. Bahan alam yang digunakan untuk sintesis yaitu kaolin.
4. Menggunakan reaksi transesterifikasi.

## 1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah, dapat mengetahui hubungan ilmu kimia secara teoritis dan praktis khususnya sintesis zeolit dari bahan alam kaolin yang efektif dengan menggunakan metode sonikasi sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak jarak, sehingga kaolin alam dapat lebih dimanfaatkan oleh masyarakat.

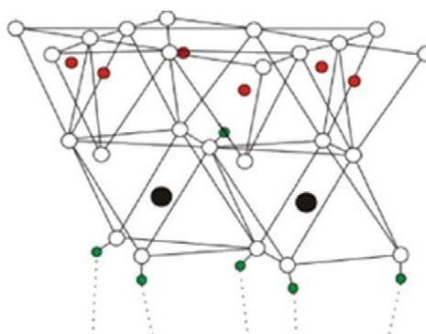
## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Kaolin Sebagai Material Sintesis Zeolit X

Kaolin merupakan jenis mineral lempung dengan rumus kimia  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan memiliki struktur lembaran  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dan lembaran  $\text{AlO}_5$  oktahedral dengan rasio perbandingan 1 :1 (Murray, 2000). Kristal kaolin terdiri dari tumpukan aluminium dan lembar silika. Silika tetrahedral dan lembaran aluminium oktahedral di hubungkan dengan atom oksigen di satu sisi dan hidrogen dari gugus hidroksil disisi lainnya. Selanjutnya membentuk tumpukan dengan ikatan hidrogen yang kuat (Kim et al., 1991). Susunan atom pada mineral kaolin dapat di lihat pada Gambar 2.1 :

Ket :

- Oksigen
- Hidrogen
- Aluminium
- Silikon



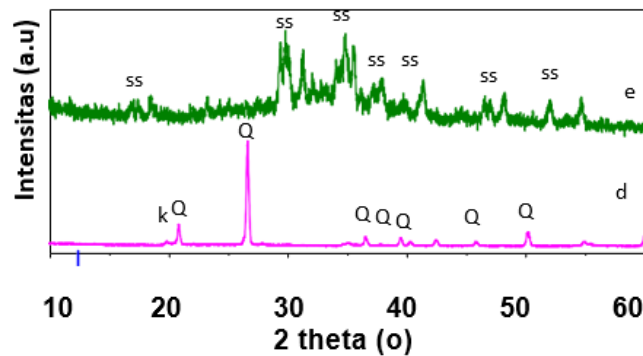
**Gambar 2 1** Gambar struktur mineral kaolin

Kaolin merupakan satu jenis pengisi yang penting diterapkan pada banyak *sector industry*, termasuk lukisan, fiberglass, perekat, enamel, farmasi, krayon, dan *industry* kertas. Karena kaolin memiliki kandungan silika dan aluminanya yang *relatif* tinggi memungkinkan kaolin digunakan sebagai material dalam pembuatan sintesis zeolit. Dan kaolin dari Blitar digunakan sebagai starting material (Naijian et al., 2019). dari penelitian yang dilakukan oleh Aminatus pada tahun 2018 didapatkan hasil kandungan Al sebesar 14% dan silika 65,7% serta sedikit kandungan logam. Hasil tersebut ditunjukkan oleh Analisa dengan XRF pada Tabel 2.1 (Aminatus, 2018).

**Tabel 2. 1** Kadar unsur dalam kaolin Blitar (Amanatus, 2018)

Unsur	Al	Si	K	Ca	Cr	Ti	V	Mn	Fe	Ni	Cu	Yb
Kadar %	12	65,4	6,18	5,41	0,14	3,01	0,11	0,19	2,23	0,087	0,071	0,07

Permasalahan yang muncul dalam proses sintesis zeolit Na-X dari kaolin yaitu adanya zat pengotor pada kaolin seperti kuarsa, muskovit, felspar, dan mineral lainnya. Dan hasil dari analisa kaolin Blitar menggunakan XRD pada gambar 2.2 menunjukkan kaolin Blitar memiliki pengotor berupa kuarsa yang tinggi.



**Gambar 2 2** Difaktogram Kaolin Alam Blitar (Aminatus, 2018)

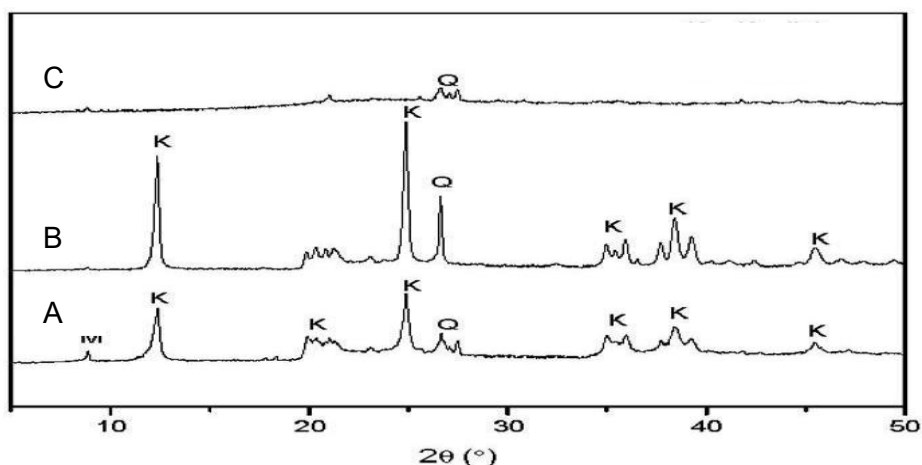
Pada proses sintesis zeolit dari kaolin jika dilakukan secara langsung akan menghasilkan zat pengotor berupa sodalit dan kankrinit yang akan mengarah pada konsentrasi Si/Al kaolin Blitar yang tinggi. Selain itu juga akan menghasilkan kristalinitas yang rendah (Ríos *et al.*, 2009). Pada beberapa peneliti yang sudah melaporkan hasil dari sintesis kaolin yang memiliki kristalinitas dan kemurnian yang tinggi dengan mengubah kaolin menjadi metakaolin (Ayle *et al.*, 2016; Chasandrasekhar & Pramada, 2004; Halim *et al.*, 2013; Hartati *et al.*, 2017; Kovo *et al.*, 2009; Salahudeen & Ahmed, 2017).

## 2.2 Sintesis Kaolin Menjadi Metakaolin Dengan Metode Alkali Fusi

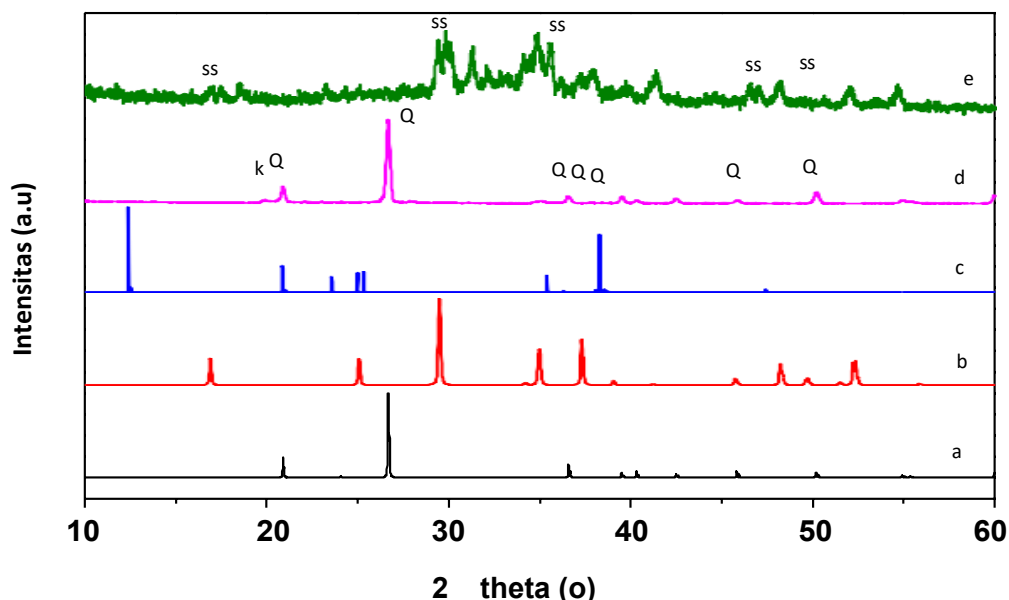
Kaolin merupakan mineral yang stabil pada saat suhu tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai material dalam sintesis zeolit secara langsung (Kovo *et al.*, 2009). Sebelum di sintesis menjadi zeolit X kaolin harus diubah menjadi metakaolin. Metakaolin ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) merupakan material yang amorf didapatkan dari material alam seperti kaolin (dehidrokilasi) dan sangat relatif. Kaolin memiliki aktivitas termal antara 600-900oC dapat menyebabkan dehidroksilasi sehingga dapat merusak sebagian dari struktur kaolin dalam membentuk sebuah fase metastabil dengan aktivitas yang tergolong tinggi (Ono & Baak, 2014).

Metode yang digunakan untuk konversi kaolin menjadi metakaolin dibagi menjadi dua yaitu metode konvensional dan metode alkali fusi. Metode konvensional dilakukan dengan metode pemanasan (Chasandrasekhar & Pramada, 2004). Dan metode alkali fusi dengan metode pemanasan dan penambahan NaOH (Hartati *et al.*, 2017). Beberapa peneliti yang menggunakan metode konvensional telah dilaporkan menghasilkan metakaolin dan pengotor (Cahyawati & Melinda, 2017; De Materiales *et.al.*, 2012; W. Kim *et.al.*, 2010; Ma, Yan, Alshameri, Qiu, Zhou, & Li, 2014; Wang *et.al.*, 2014. Sintesis dengan menggunakan metode konvensional dengan menggunakan suhu 600°C selama 3 jam yang dilakukan oleh Ayele, dkk (2016) menghasilkan metakaolin dengan pengotor berupa kuarsa. Pada hasil XRD metakaolin menunjukkan bahwa puncak kuarsa tetap muncul, kuarsa merupakan material yang memiliki kestabilan termal tinggi sehingga sulit

dihilangkan meskipun terdapat dalam jumlah yang kecil pada kaolin. Hasil XRD bisa dilihat pada Gambar 2.3:

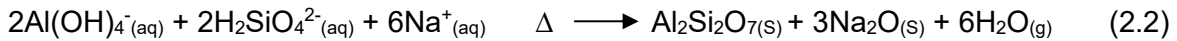
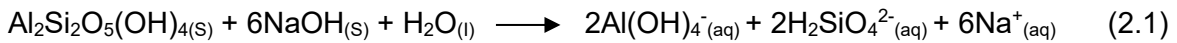


**Gambar 2 3** Difraktogram kaolin menjadi metakaolin metode konvensional, kaolin (A), kaolin terpurifikasi (B), dan metakaolin (C)(Ayele et al., 2016)



**Gambar 2.4** Konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi (a) standar kuarsa, (b) standar sodium silikat, (c) standar kaolin, (d) kaolin alam, (e) metakaolin (600°C, 1 jam, Q= kuarsa, K= kaolin, ss= sodium silikat) ( Arifah,2018)

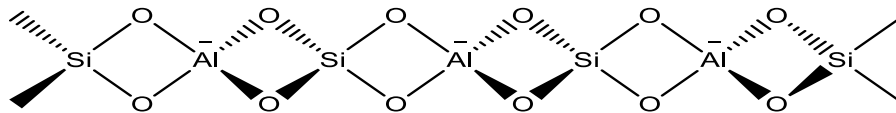
Hasil XRD di atas merupakan penelitian yang dilakukan oleh Arifa (2018) merupakan konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi metode pemanasan dengan penambahan NaOH. Dengan rasio kaolin/NaOH yaitu 1:2 pada suhu 600°C selama 1 jam yang didapatkan kaolin alam memiliki pengotor berupa kuarsa yang tinggi, setelah proses alkali fusi dengan penambahan NAOH struktur kaolin dan kuarsa tidak bertransformasi menjadi metakaolin melainkan menjadi sodium silikat. Reaksi konversi kaolin menjadi metakaolin yang terbentuk menggunakan metode alkali fusi pada persamaan 2.1 dan persamaan 2.2 (Ma et.al., 2014).



Dari hasil persamaan reaksi tersebut penambahan basa pada pemanasan kaolin menyebabkan adanya disolusi kaolin dengan melepaskan Si dan Al. reaksi di ikuti dengan pemanasan akan terbentuk campuran metakaolin dan natrium oksida.

### 2.3 Karakter Zeolit X

Zeolit merupakan mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Kedua tetrahedral dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga didalam-Nya diisi atom-atom logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Beck, 1993). Pada umumnya struktur zeolit merupakan polimer anorganik berbentuk tetrahedral  $\text{TO}_4$ , T merupakan  $\text{Si}^{4+}$  atau  $\text{Al}^{3+}$  dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti Gambar 2.5:



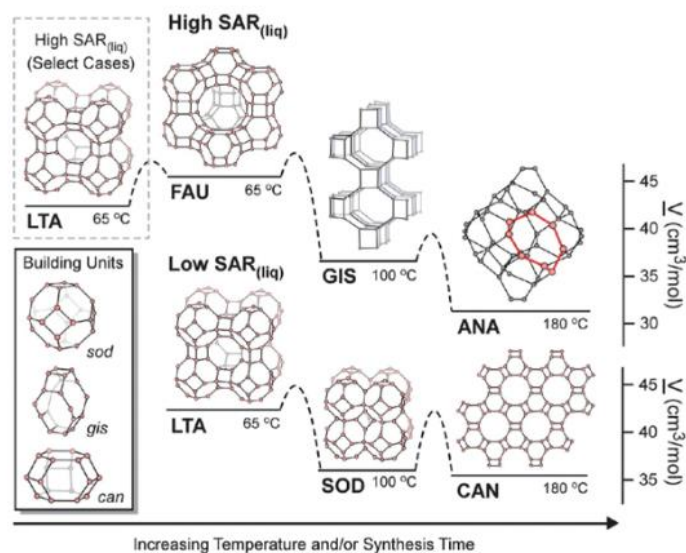
**Gambar 2.5** Struktur kimia zeolit

Struktur zeolit faujasite terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$  yang bergabung membentuk oktahedral terpancung (sodalite). Prisma hexagonal terhubung dengan 6 sodalite membentuk tumpukan tetrahedral. Membentuk lubang besar (supercages) dan berdiameter  $13\text{\AA}$ . Lubang-lubang (supercages) terbentuk oleh 4 kristal tetrahedral yang terbesar. Masing-masingnya memiliki 12 cincin oksigen dan memiliki diameter  $7,4\text{\AA}$ . Jika lubang-lubang bergabung menjadi 1 akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit. Atom aluminium dikoordinat tetrahedral dalam kerangka membawa muatan negatif (Suslick, 1989).

Zeolit X merupakan tipe zeolit sintetik yang termasuk dalam kelompok faujasit (FAU) banyak diketahui karena aktivitas katalitik dan struktur porinya (aslahudeen *et al.*, 2017). Zeolit X termasuk zeolit yang memiliki banyak kegunaan, sebagai kation exchange, absorben, molekular sieve, katalis, dapat diaplikasikan pada pemurnian dan pemisahan gas maupun komponen organik (Wajima *et al.*, 2008). Difaktogram standart analisa zeolit Na-X menggunakan XRD ditunjukkan pada Gambar 2.6 puncak spesifik pada difaktogram zeolit Na-X ditunjukkan pada daerah  $2\theta$  dari  $15^\circ$  sampai  $35^\circ$ . Difaktogram tersebut dapat dijadikan acuan penentu zeolit dan kemurnian zeolit yang sudah disintesis dengan membandingkan



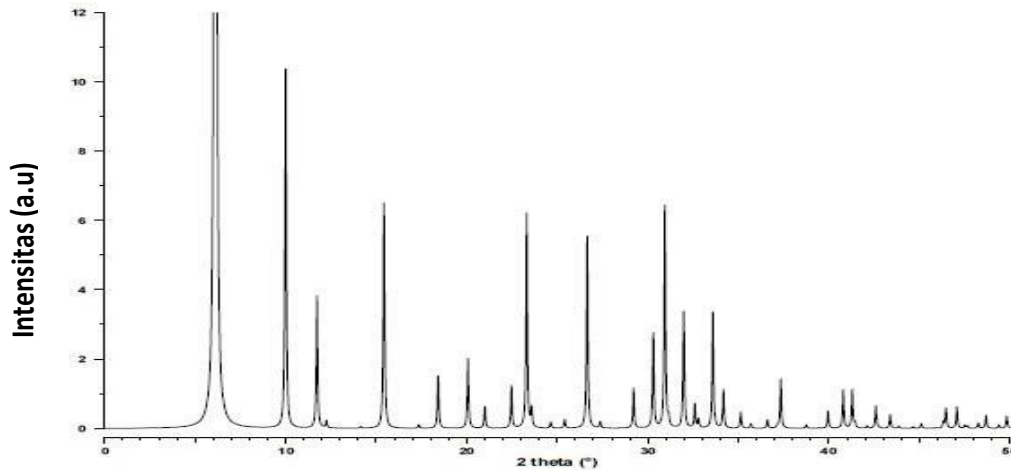
difaktogram hasil dari sintesis dengan difaktogram standar dari zeolit. zeolit FAU memiliki rentang suhu optimum yang dimana jika suhu pada saat sintesis berlangsung terlalu tinggi maka dapat menyebabkan bergesernya struktur dari zeolit FAU menjadi GIS. zeolit FAU memiliki suhu optimum yaitu 65°C dan zeolit GIS memiliki suhu optimum yaitu 100°C (Maldonado et al., 2013).



**Gambar 2 6** Tahapan transformasi fasa Na-zeolit dengan meningkatnya suhu dan waktu sintesis

## 2.4 Sintesis Zeolit X Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan metode sintesis yang memanfaatkan radiasi ultrasonik sehingga menyebabkan munculnya kavitasi dalam larutan. Interaksi antara radiasi dengan larutan menyebabkan adanya ekspansi dan kompresi gelombang ultrasonik dengan larutan menyebabkan adanya ekspansi dan kompresi gelombang ultrasonik sehingga menimbulkan kavitasi atau gelembung-gelembung. Gelembung tersebut akan bergetar oleh adanya radiasi ultrasonik dan saling bertumbukan satu sama lain sehingga terjadi pelepasan energi dan menyebabkan tekanan suhu pada sistem meningkat. Peningkatan suhu pada sistem dapat mempercepat reaksi kimia spesies reaktan (Bang *et al.*, 2010). Pada metode ini tergolong lebih efektif dan efisien dalam sintesis zeolit karena memerlukan waktu yang relatif lebih singkat dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang. Jika di lihat dari segi keamanan, metode ini aman karena menggunakan frekuensi yang tidak tinggi. Selain itu, reaksi dengan bahan padatan gelombang ultrasonik dapat memecah padatan dari energi yang ditimbulkan dan berakibat pecahnya kavitasi. Menimbulkan efek pada komponen reaktan padat luas permukaannya lebih besar untuk meningkatkan laju reaksi (Suslick, 1989).



**Gambar 2.7** Pola difraktogram XRD zeolit X standar (Treacy et al., 2001).

Hasil sintesis dapat digunakan untuk melihat Kemurnian zeolit X dengan membandingkan nilai sudut  $2\theta$  dan intensitasnya dengan zeolit X standar *Collection of Simulated XRD Power Patterns for Zeolites* (Treacy et al., 2001). Struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik. Difraktogram zeolit X standar pada Gambar 2.7 berdasarkan difraktogram zeolit X standar tersebut, puncak-puncak tertinggi zeolit X terdapat pada sudut  $2\theta = 6,1^\circ; 10,7^\circ; 16^\circ; 27^\circ$  dan  $34,08^\circ$  (Georgiev et al., 2013). Jika pada puncak-puncak hasil difraktogram zeolit X tidak muncul pada  $2\theta$  maka zeolit X kurang berhasil. Sintesis zeolit NaX menggunakan metode sonikasi masih tergolong sedikit (Belviso et al., 2013).

## 2.5 Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Minyak jarak (*Ricinus communis*) merupakan minyak nabati yang didapatkan dari biji tanaman jarak dengan proses pengolahan yaitu pengepresan atau ekstraksi pelarut. Minyak jarak merupakan bahan alam yang telah diciptakan oleh Allah SWT. Salah satu tanda-tanda kebesaran Allah SWT. yaitu kekayaan alam yang dapat berupa tumbuhan, gunung, hutan, batuan dan sebagainya. Merujuk pada tanda kekuasaan Allah SWT. dapat dirasakan oleh mereka yang beriman kepada Allah SWT, sebagaimana dijelaskan dalam kitab suci Al-Qur'an tentang manusia *ulul albab* surat An-Nahl ayat 11 :

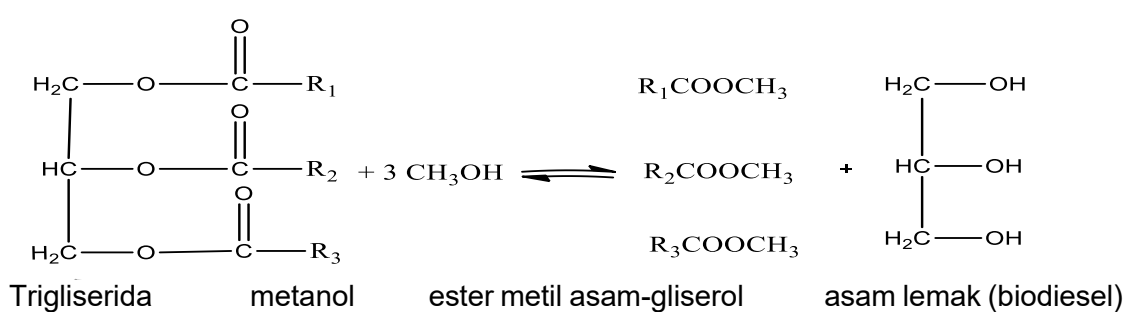
يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ [١١]

*Artinya* : “Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan”.

Kandungan ayat tersebut dari tafsir Syaikh Abu Bakar al-Jazairi, Mudarris tafsir di Masjid Nabawi yaitu “dengan itu Allah menumbuhkan untuk kamu” dengan air yang Allah turunkan dari langit. “tanaman-tanaman seperti tanaman jarak, zaitun, kurma, anggur dan segala jenis buah-buahan dengan segala jenisnya, karena semuanya tergantung kepada air.

firman-Nya “sungguh, pada yang demikian” dari yang telah disebutkan berupa turunnya air dari langit dan diperoleh berbagai manfaatnya. “benar-benar terdapat tanda” tanya jelas akan keberadaan Allah, kekuasaan, ilmu, hikmah, dan kasih sayang-Nya untuk beribadah kepada-Nya dan meninggalkan beribadah kepada selain Allah. Dapat diambil pelajaran bahwa orang-orang yang mirip dengan hewan ternak yaitu orang-orang yang tidak berpikir, dan mereka tidak akan mendapatkan suatu tanda apa pun yang ada di alam ini padahal mereka hidup didalam-Nya. Dari ayat diatas menjelaskan bahwa Allah telah menciptakan tumbuhan dengan bermacam-macam jenis. Keanekaragaman tumbuhan merupakan fenomena alam yang harus dikaji dan dipelajari untuk dapat dimanfaatkan oleh manusia. Dan salah satunya yaitu minyak jarak. Minyak jarak termasuk dalam golongan tanaman tropis dari keluarga Euphorbiaceae. Minyak jarak mengandung asam risinoleat 89% dan adanya gugus fungsi karboksil dan hidroksil, gugus karboksil berperan untuk memperbesar batas esterifikasi-transesterifikasi dan diatur dengan proses hidrogenasi atau epoksidasi.

Reaksi transesterifikasi merupakan suatu reaksi pada senyawa ester yang diubah menjadi senyawa ester lain yang lebih sederhana. Pada pembuatan biodiesel, reaksi transesterifikasi terjadi pada trigliserida (ester) dengan alkohol rantai pendek yang menghasilkan ester. Faktor-faktor yang mempengaruhi proses transesterifikasi adalah suhu, katalis, rasio alkohol terhadap minyak, kemurnian reaktan, dan waktu reaksi. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi reaksi transesterifikasi yaitu pengadukan, suhu, katalis, perbandingan pereaksi, dan waktu reaksi. Reaksi transesterifikasi memiliki sifat yang reversibel, agar konversi maksimal kesetimbangannya harus bergeser ke produk. Cara untuk mencapai kondisi ini yaitu melalui penambahan reaktan metanol secara berlebih (Ralph et al., 1992). Reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 2.8



**Gambar 2.8** Reaksi transesterifikasi (Ralph et al., 1992).

Mekanisme pada reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis heterogen basa biasanya diawali dengan terjadinya reaksi antara situs aktif katalis heterogen basa (K<sub>2</sub>O) dengan menggunakan metanol dan membentuk senyawa ion metoksida yang bertindak sebagai nukleofil kuat (Kusuma et al., 2013).

Pada sintesis biodiesel yang dilakukan oleh Amalia (2008) melaporkan bahwa komponen utamanya yaitu metil risinoleat, merupakan campuran dari metil ester hasil dari reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar, dilakukan analisis menggunakan GC menghasilkan metil risinoleat dengan kadar 86,19% pada retensi waktu 8,3 menit. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Ola et al., (2013) melaporkan hasil dari analisis GC-MS metil ester dari reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar (*Ricinus communis*) dapat dilihat pada Tabel 2.2

**Tabel 2. 2** Metil ester hasil analisis GC-MS

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

Sumber : (Ola et al., 2013).

Pada komponen yang sudah terpisah dari kromatografi gas masuk ke dalam instrumen spektrofotometer massa, komponen cuplikan di tembak dengan berkas elektron sehingga didapatkan ion yang bermuatan positif dengan energi yang tinggi karena adanya elektron yang terlepas dari molekul menjadi ion yang lebih kecil (sastromanidjojo.H, 2001). (Supratman, 2010).

## 2.6 Karakterisasi Metil Ester Menggunakan GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectroscopy).

GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry) adalah gabungan dari kromatografi gas dan spektrofotometer massa. Kromatografi gas memiliki fungsi yaitu untuk memisahkan komponen senyawa dalam sampel. Kromatografi massa berfungsi sebagai detektor untuk analisis komponen yang berhasil dipisahkan pada kromatografi gas menggunakan fase gerak berupa gas yang inert, fase diamnya berupa zat padat atau cair. Pemisahan kromatografi gas didasarkan pada titik didih senyawa dan interaksi yang terjadi antara senyawa dengan fase diam (Rohman dan Gandjar, 2007). Pada senyawa yang terdistribusi dahulu pada fase gerak akan keluar lebih dahulu dari kolom.

Hasil analisis dari GC-MS yaitu berupa metil ester. Metil ester merupakan monoalkil ester asam-basa lemak yang memiliki rantai panjang terkandung dalam minyak nabati atau hewani digunakan sebagai pengganti bahan bakar mesin disel (Ma dan Hanna, 1999). Biodiesel diperoleh dari proses transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester dengan produk samping gliserol. Ada beberapa faktor yang berpengaruh pada Proses transesterifikasi yaitu: rasio molar minyak dan alkohol, suhu, waktu lama reaksi, tingkat kemurnian minyak, terdapat air di dalamnya, berat katalis terhadap minyak, dan FFA. Biodiesel merupakan bahan bakar

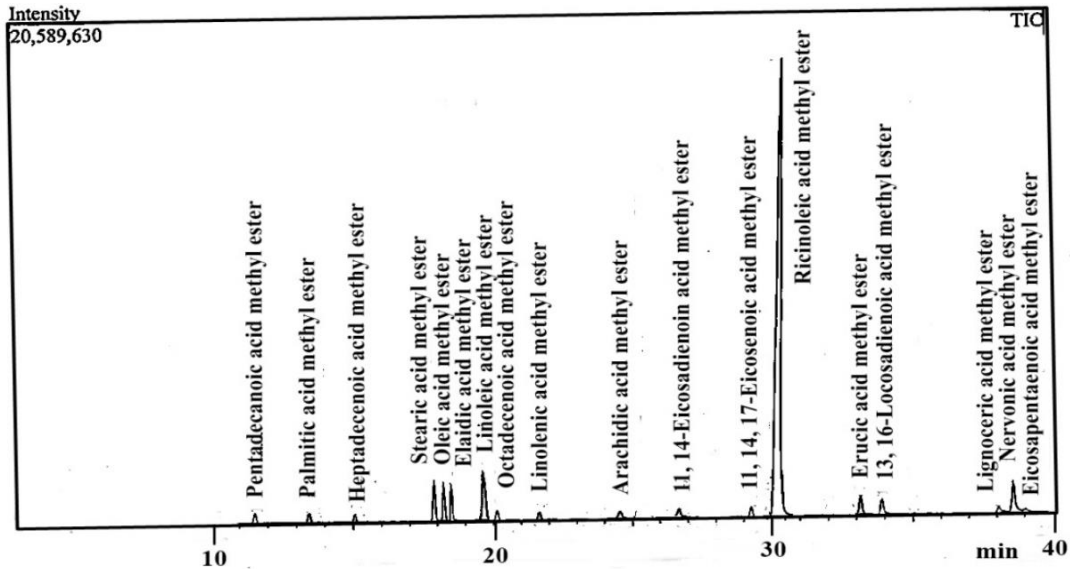
alternatif yang terbuat dari sumber daya alam dan dapat diperbarui, meliputi minyak tumbuhan dan hewan (Sibarani *et.al.*, 2007). dari faktor yang dapat mempengaruhi, proses transestrifikasi agar mendapat hasil yang maksimal, harus menggunakan minyak bebas dari air dan kandungan asam lemak bebas dan minyak harus kurang dari 2% (Grepen *et.al.*, 2004). Metil eter dikarakterisasi secara kuantitatif menggunakan GC-MS. Hasil analisis metil ester dari transesterifikasi minyak jarak di tunjukkan pada Tabel 2.2

**Tabel 2. 3** Komposisi FAMEs minyak jarak ditentukan dengan GC-MS

<b>Jenis FAME</b>	<b>Rumus FAME</b>	<b>Waktu retensi</b>	<b>Konsentrasi %</b>
<i>Pentadecanoic acid methyl ester</i>	C15:0	11.267	01.08
<i>Palamitic acid methyl ester</i>	C16:0	13.424	01.39
<i>Hepradecenoic acid methyl ester</i>	C17:1	15.943	0.27
<i>Stearic acid methyl ester</i>	C18:0	17.897	04.08
<i>Oleic acid methyl ester</i>	C18: 1c	18.375	03.49
<i>Elaidic acid methyl ester</i>	C18 : 1n9t	18.506	02.20
<i>Linoleic acid methyl ester</i>	C18 : 2c	19.659	05.21
<i>Octadecenoic acid methyl ester</i>	C18 : 2t	20.817	1.25
<i>Linolenic acid methyl ester</i>	C18 : 3n3	21.743	0.91
<i>Arachidic acid methyl ester</i>	C20 : 0	24.661	0.81
<i>11,14-Ecosadienoic acid methyl ester</i>	C20 : 2	26.948	0.39
<i>11, 14, 17-Eisosenoic acid methyl ester</i>	C20 : 1n9	29.259	0.90
<i>Ricinoleic acid methyl ester</i>	C18 : 1-OH	30.189	67.35
<i>Erucic acid methyl ester</i>	C22: 1n9	33.91	02.41
<i>13, 16-Docosadoenoic acid methyl ester</i>	C22 : 2c	35.03	01.19
<i>Lignoceric acid methyl ester</i>	C24 : 0	38.08	0.82
<i>Nervonic acid methyl ester</i>	C24 : 1	38.611	4.97
<i>Eicosapentaenoic acid methyl ester</i>	C20 :5n3	39.28	0.46

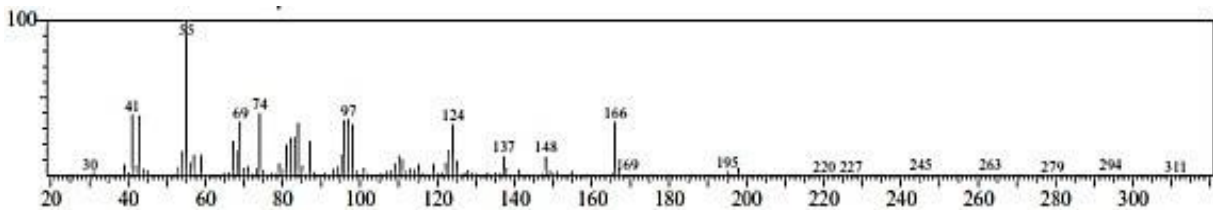
Sumber : Ahmad Jan, *et al.* (2022).

Diperoleh 18 puncak berbagai jenis FEME minyak jarak (*Ricinus Communis*). Berdasarkan puncak komponen terbesar yaitu metil ester risinoleat sebesar (67,35), metil ester linoleat (05,21), metil seter saraf (4,97), dan metil ester stereat (04,08) (Ahmad Jan *et al.*, 2022). Dari spektrum masa yang diperoleh menunjukkan perbandingan masa fragmen ( $m/Z$ ) dengan kelimpahan relatif berdasarkan tingkat kestabilannya. Semakin stabil fragmen, kelimpahannya relatif dan hasil yang diperoleh semakin tinggi (supratman, 2010). Hasil kromatogram FAME dari minyak jarak dapat dilihat pada Gambar 2.9



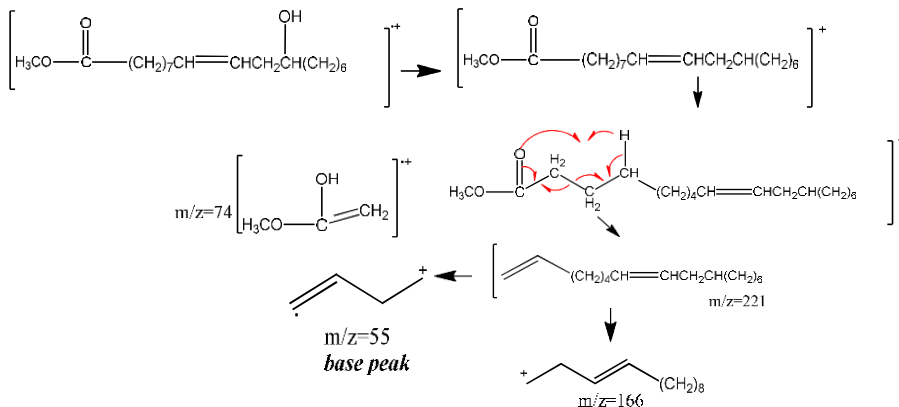
**Gambar 2.9** Kromatografi FAME dari minyak jarak (*Ricinus communis*) (Ahmad jan, et al., 2022).

Spektra metil ester risinolat terdapat puncak basa yang mirip dengan metil risinoleat standar pada  $m/z$  55 dengan waktu retensi 35,7-36,7 yang terdapat dalam biodisel. Ciri dari fragmentasi dari metil risinoleat yaitu, terdapat puncak dengan intensitas yang tinggi pada  $m/z$  166 dan 55, dan puncak yang muncul pada  $m/z$  74 disebabkan adanya pengaruh Mc Laffetry's kembali (Amalia *et al.*, 2019) Spektra perbandingan massa fragmen ( $m/z$ ) dari metil ester risinoleat ditunjukkan pada Gambar 2.9



**Gambar 2.10** Spektra massa metil ester risinoleat (Amalia *et al.*, 2019)

Pola fragmen dari senyawa ini ditunjukkan pada Gambar 2.11



**Gambar 2.11** Pola fragmentasi metil ester risinoleat (Amalia *et al.*, 2019)

## BAB III METODOLOGI

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret tahun 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Sedangkan Karakterisasi menggunakan XRD akan dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya, adsorpsi N<sub>2</sub> di Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dan menggunakan spektrofotometer GC-MS di Universitas Airlangga Surabaya.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut *hotplate*, *magnetic stirrer*, *beaker glass*, corong pisah 250 ml, cawan, *erlenmeyer* 250ml, pipet tetes, tanur, pipet volume, pH universal, neraca analitik, oven, alu dan mortar, botol semprot, instrumen XRF, instrumen XRD, Adsorpsi nitrogen, spektrofotometer GC-MS.

#### 3.2.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut kaolin alam, NaOH, Kertas Saring, dan Akuades, HCl 1M, minyak jarak (*Ricinus communis*), aseton, metanol.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian dilakukan dengan mengaktifkan kaolin menjadi metakaolin melalui metode alkali fusi, peningkatan persentase dan reaktivitas SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan ekstraksi SiO<sub>2</sub> dengan metode asam dan basa. Sintesis Zeolit X dengan menggunakan metode sonikasi, dan hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRF dan luas area. Selanjutnya katalis zeolit diaplikasikan dalam pembuatan metil ester pada transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus communis*) dengan menggunakan variasi waktu 5, 6, dan 7 jam. Dengan menggunakan suhu 70°C dengan katalis 3-6% dengan berat zeolit sebanyak 1,6 gram untuk proses transesterifikasi. Perbandingan rasio mol metanol: minyak jarak (*Ricinus communis*) 1:15 hasil dari reaksi transesterifikasi dibantu oleh katalis di karakterisasi 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 dilakukan sebagai berikut :

- 1) Preparasi kaolin
- 2) Karakterisasi XRD dan XRF]
- 3) Konversi kaolin menjadi metakaolin melalui proses alkali fusi.
- 4) Karakterisasi kaolin hasil alkali fusi dengan XRD dan XRF.
- 5) Ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari kaolin alam.
- 6) Karakterisasi hasil sintesis zeolit dengan XRD dan XRF.
- 7) Sintesis zeolit dengan menggunakan metode sonikasi.
- 8) Karakterisasi zeolit dengan menggunakan XRD dan SAA.
- 9) Uji katalis zeolit hasil sintesis pada reaksi transesterifikasi.
- 10) Analisis GC-MS hasil reaksi.

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin (Arifah,2018)

Sampel kaolin dicuci dengan menggunakan akuades untuk menghilangkan tanah yang menutupi permukaan kaolin lalu dikeringkan. Setelah kering kaolin dihaluskan dan diayak dengan ayakan 200-230 mess (Ismail, 2013). Sampel yang tidak lolos pada 230 mess dicuci dengan 20 ml HCL dengan jumlah kaolin 10 gram dan diaduk menggunakan stirer selama 1 jam, selanjutnya sampel dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH filtrat 7 dan di keringkan dengan temperatur 100°C selama 1 jam, lalu kaolin di karakterisasi dengan XRF, XRD.

#### 3.5.2 Pengubahan Kaolin menjadi Metakaolin melalui proses Alkali Fusi

Pengubahan kaolin menjadi metakaolin dilakukan dengan penambahan NaOH dan pemanasan. Campuran kaolin dan NaOH dengan rasio 1 : 2 yakni 6,44 g kaolin dan 12,88 g NaOH digerus selama 30 menit dan dipanaskan pada suhu 600°C selama 1 jam. Selanjutnya, digerus kembali hingga menjadi serbuk, selanjutnya di karakterisasi dengan XRD dan XRF.

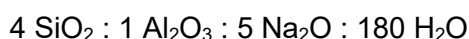
#### 3.5.2 Ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari kaolin

Kaolin yang sudah dicuci dengan HCl 1 M ditambahkan dengan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (*b/v*) dan distirer selama 4 jam pada suhu 80°C. Endapan dipisahkan melalui penyaringan. Filtrat dipanaskan pada suhu 40°C kemudian di titrasi dengan HCl 3 M sambil distirer pada suhu 40°C hingga pH mendekati 7 dan terbentuk endapan putih silika. Endapan putih silika yang dihasilkan kemudian disaring dan dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan pengotor yang berupa garam NaCl dari endapan SiO<sub>2</sub>. Endapan lalu dikeringkan selama 1 jam pada suhu 100°C.



### 3.5.4 Sintesis Zeolit X dengan metode sonikasi (Kim *et al.*, .2010)

Sintesis zeolit NaX dilakukan dengan menggunakan rasio molar :



6,04 gram  $\text{SiO}_2$ , ditambah 2,55 gram  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dicampur dengan 81,24 mL  $\text{H}_2\text{O}$ , ditambah 10 gram NaOH. Campuran kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 10 hari kemudian dimasukkan dalam vial HDPE. Sonikasi dilakukan dengan frekuensi gelombang 42 KHz dan daya 100 W selama 2 jam dan 4 jam. Setelah disonikasi kemudian material hasil sintesis disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH 9 atau 10. Zeolit NaX kemudian dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 hari dan di karakterisasi menggunakan, XRD, adsorpsi  $\text{N}_2$ .

### 3.6 Proses Reaksi Transesterifikasi dengan Katalis Zeolit X dari minyak jarak (*Ricinus Communis*) (Bachtiar, 2020)

Pada reaksi transesterifikasi dilakukan dengan cara mengonversi trigliserida pada minyak jarak (*Ricinus Communis*) untuk memperoleh metil ester. Katalis Zeolit X di tambahkan sebanyak 3 gram dengan menggunakan rasio mol metanol : minyak jarak 15 : 1. Campuran dimasukkan ke dalam labu ukur bersama dengan pemasangan kondensor, termometer dan pengaduk stirer. selanjutnya dipanaskan dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  dengan variasi waktu 5 dan 7 jam dengan menggunakan kecepatan 600 rpm. Variasi waktu yang digunakan pada reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Tabel 3.1

**Tabel 3. 1** Variasi waktu yang digunakan pada reaksi transesterifikasi

Volume Metanol	Volume Minyak jarak	Suhu	Waktu Kontak
6,2722 mL	9 mL	$60^\circ\text{C}$	5 jam
6,2722 mL	9 mL	$60^\circ\text{C}$	7 jam

### 3.7 Karakterisasi Material Sintesis

#### 3.7.1 Karakterisasi Kaolin dengan menggunakan XRF

Karakterisasi XRF yang dilakukan pada sampel kaolin alam, kaolin setelah proses alkali fusi dan hasil ekstraksi  $\text{SiO}_2$  dari kaolin, memiliki tujuan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat didalam-Nya. Sampel dihaluskan menjadi ukuran 200 mesh kemudian diletakkan dalam *sampel holder*, XRF diatur dengan menggunakan radiasi foton 20 kV, arus 128 uA selama 60 detik.

#### 3.7.2 Karakterisasi menggunakan XRD (Arifah,2018).

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada sampel kaolin, XRD dilakukan pada sampel kaolin alam, kaolin setelah proses alkali fusi dan hasil ekstraksi  $\text{SiO}_2$  dari kaolin, dan zeolit X yang telah disintesis. Masing-masing sampel dihaluskan menjadi bubuk kemudian ditempatkan pada *sampel holder*. XRD diatur menggunakan radiasi sinar-X Cu  $\text{K}\alpha$  sebesar  $1,541 \text{ \AA}$  dengan sudut  $2\theta$  rentang  $5-60^\circ$  dan kecepatan Scan  $3^\circ/\text{menit}$ .

### 3.7.3 Karakterisasi Zeolit X menggunakan adsorpsi N<sub>2</sub>

Karakterisasi Zeolit X dengan isoterm adsorpsi nitrogen diamati dengan menggunakan *Quantachrome Corporation* (Nova-1200). Hal yang perlu dilakukan sebelum analisis ini adalah sampel sebanyak 0,2 gram divakum selama 3 jam pada 300°C. Kemudian dialiri gas Nitrogen pada 77 K. Luas permukaan spesifik (SBET) dihitung dengan persamaan BET (*Brunauer Emmet-Teller*), sedangkan distribusi ukuran pori (pore size distribution / PSD) dianalisis menggunakan BJH (*Barret Joiner Halenda*). Berat gas Nitrogen dapat membentuk lapisan monolayer ( $W_m$ ) dengan menggunakan persamaan BET sebagai berikut:  $W_m = 1\delta - i$  Selanjutnya luas permukaan spesifik dapat dihitung menggunakan persamaan rumus sebagai berikut:

$$S_t = W_m M \cdot N \cdot A_{cs}$$

Keterangan:

$W_m$  = Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (g)

$i$  = Intersep

$N$  = Bilangan Avogadro ( $6,0225 \times 10^{23}$  molekul/mol)

$A_{cs}$  = *Molecular cross section area* dari N<sub>2</sub> ( $16,2 \times 10^{-20}$  m<sup>2</sup>)

$S_t$  = Luas permukaan

### 3.7.5 Karakterisasi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi dengan Menggunakan Spektrofotometer GC-MS. (Umam, 2018)

Karakterisasi metil ester hasil transesterifikasi di karakterisasi dengan menggunakan GC-MS, dengan menginjeksikan sebanyak 2 µL metil ester pada instrumen GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) yang dikondisikan pada:

Jenis Kolom	: RastekRXi0-5MS
Panjang Kolom	: 30 meter
IDE	: 0,25 mm
Gas Pembawa	: Helium
Sistem ionisasi	: <i>Electron impact</i>
Energi Ionisasi	: 70 eV
Suhu Kolom	: 80°C
Suhu injektor	: 250°C
Mode injeksi	: Split
Tekanan gas pembawa	: 12 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,46 mL/menit
Suhu detektor	: 250°C

Memiliki prinsip teknik pemisahan berdasarkan kecepatan migrasi dari komponen penyusun senyawa instrumen. Sampel cair yang diinjeksikan pada injektor dan diuapkan. Uap

sampel akan bergerak menuju kolom untuk proses pemisahan. Komponen akan melewati ruang mengionisasikan dan akan dibombardir oleh elektron sehingga terjadi proses ionisasi, dan fragmen ion akan tertangkap oleh detektor.

### **3.8 Analisis Data.**

#### **3.8.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF).**

Hasil dari karakterisasi kaolin dengan menggunakan XRF disajikan dalam bentuk tabel. Persentase kandungan Si/Al dihitung, jika rasio Si/Al kurang dari 5 atau biasa jadi lebih maka diperlukan penambahan silika atau alumina agar rasio Si/Al sesuai dengan rasio zeolit X.

#### **3.8.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit X Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD).**

Hasil dari karakterisasi dengan menggunakan XRD dapat diperoleh berupa difraktogram. Data XRD kaolin digunakan untuk menentukan puncak spesifik kaolin dan juga pengotornya. Data difraktogram metakaolin digunakan untuk menunjukkan keberhasilan sintesis metakaolin yang merupakan material amorf. Pada pembentukan struktur zeolit X ditentukan oleh kemunculan puncak didaerah  $2\theta$  pada difraktogram. Selanjutnya pola puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya kristal zeolit X. Semakin tinggi intensitas puncak menandakan bahwa kristal zeolit X semakin banyak yang terbentuk.

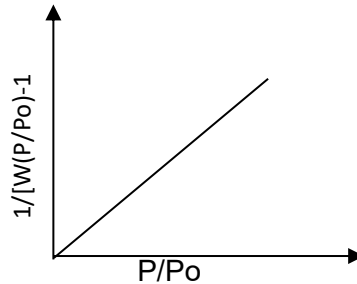
#### **3.8.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit X menggunakan Adsorpsi N<sub>2</sub>.**

Pengukuran luas permukaan dan distribusi ukuran pori suatu material dilakukan dengan instrumen *surface Area Analyzer*. Pengukuran ini isothermal adsorpsi N<sub>2</sub> menggunakan nitrogen. Data yang diperoleh dari analisis menggunakan adsorpsi N<sub>2</sub> berupa relatif ( $P/P_0$ ). Volume gas N<sub>2</sub> yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel ( $V$ ), dan ( $1/[W((P/P_0)-1)]$ ). Selanjutnya dibuat grafik penentuan luas permukaan dari sampel yang menghubungkan tekanan ( $P/P_0$ ) sumbu  $x$  dengan ( $1/[W((P/P_0)-1)]$ ) sumbu  $y$ . Kemudian hasil grafik dibandingkan dengan tipe grafik isothermal adsorpsi-desorpsi yang telah ditetapkan oleh *Internasional Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)*, dapat diketahui tipe isotherm suatu material. Kemudian akan diperoleh grafik dan didapatkan sebuah persamaan  $y = ax + b$ . Selanjutnya dapat menerapkan teori BET (*Braunauer-Emmet-Teller*) dalam menentukan luas permukaan padatan. Persamaan BET ditampilkan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W(P_0/P)-1} = \frac{1}{WmC} + \frac{C-1}{WmC} (P/P_0)$$

Keterangan :

- W : Berat gas yang teradsorpsi
- P<sub>0</sub>/p : Tekanan Relatif
- P<sub>0</sub> : tekanan uap saturasi
- W<sub>m</sub> : Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan Monolayer (g)
- C : konstanta BET



**Tabel 3. 2** Kurva Plot BET (Anggoro,2017)

Selanjutnya diperoleh persamaan nilai *slope* (s) dan *intersep* (i). Berat gas nitrogen yang dapat membentuk lapisan monolayer (W<sub>m</sub>) didapatkan dengan menggunakan persamaan (3.1) (Anggoro, 2017).

*Slope* (s) dan *intersep* (i)

$$s = \frac{C-1}{WmC} \qquad i = \frac{1}{WmC}$$

W<sub>m</sub> (Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer)

$$Wm = \frac{1}{s+i} \dots \dots \dots (3.1)$$

Selanjutnya dihitung luas permukaan (St) menggunakan persamaan (3.2)

$$St = \frac{Wm \times N \times Acs}{M} \dots \dots \dots (3.2)$$

Keterangan :

- W<sub>m</sub> = berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (g)
- I = intersep
- N = bilangan Avogadro (6,0225 x 10<sup>23</sup> molekul/mol)
- Acs = *Molecular cross section area* dari N<sub>2</sub> (16,2 x 10<sup>-20</sup> m<sup>2</sup>)
- St = luas permukaan.

### 3.8.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Metil Ester dari Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Menggunakan GC-MS

Data yang di dapatkan dari hasil karakterisasi metil ester dari transesterifikasi minyak jarak dengan menggunakan GC-MS didapatkan dalam bentuk kromatogram. Puncak yang muncul dalam kromatogram disesuaikan dengan standar referensi untuk mengetahui terbentuknya metil ester dari transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus communis*) dengan menggunakan katalis zeolit. Banyaknya komponen yang terkandung dalam metil ester dapat diketahui dengan banyaknya puncak dan luas area pada kromatogram. Hasil dari konversi minyak jarak (*Ricinus communis*) menjadi metil ester dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

Persen metil ester :

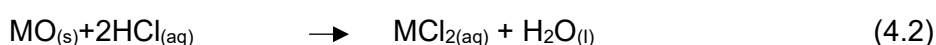
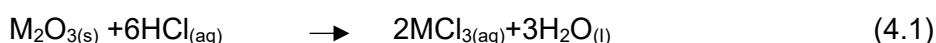
$$\% \text{metil ester} = \frac{\text{luas area}}{\text{total luas area}} \times 100\%.$$



## BAB IV PEMBAHASAN

### 4.1 Kandungan Unsur dan Struktur Kaolin Alam

Pada penelitian ini proses sintesis zeolit X menggunakan sumber silika dan alumina dari kaolin alam Blitar. Pada umumnya kaolin alam banyak mengandung mineral, senyawa dan logam-logam lain. Kaolin alam perlu dilakukan proses pencucian dengan akuades untuk menghilangkan kandungan logam-logam lain dapat dikurangi dengan menggunakan HCl 1M. Proses pelarutan logam dengan menggunakan HCl dapat dilihat dari reaksi yang di tampilkan pada Persamaan 4.1 atau 4.2. Perubahan kandungan logam dalam kaolin sebelum dan sesudah dianalisa dengan menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1.



M = Methal

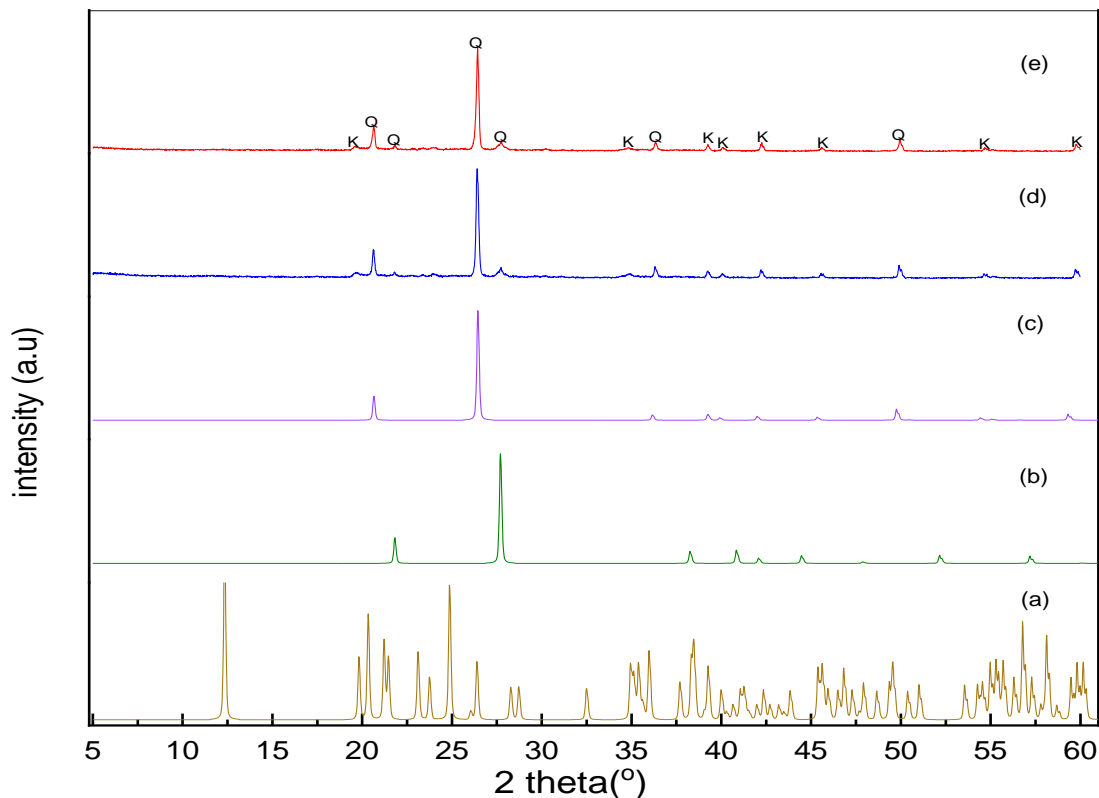
**Tabel 4.1** Kandungan Mineral Kaolin

Logam	Persentase logam (%) sebelum dicuci HCl 1M	Persentase logam (%) setelah dicuci HCL 1M
Al	13	11
Si	62,5	65
K	5,25	4,99
Ca	2,22	1,1
Ti	1,74	1,67
V	0,02	0,03
Cr	0,047	0,047
Mn	0,12	0,13
Fe	14,6	15,3
Cu	0,096	0,10
Zn	0,008	0,04
Re	0,2	0,1

Berdasarkan Tabel 4.1 hasil dari karakterisasi dengan menggunakan XRF, menunjukkan bahwa logam Si, V, Ni, Mn, Fe, dan Zn mengalami peningkatan persentase, sementara pada logam Al, K, Ca, Ti, Cu, dan Re mengalami penurunan persentase. Unsur logam K dan Ca mengalami penurunan persentase karena unsur K dan Ca mudah larut dalam asam. Unsur logam V mengalami peningkatan persentase karena pada unsur logam V yang memiliki sifat sukar larut dalam asam klorida maupun asam sulfat encer. Logam Mn juga tidak mengalami pengurangan persentase, karena pada logam Mn akan tereduksi dalam asam membentuk logam  $Mn^{2+}$ . Logam besi pada umumnya mudah larut dalam asam klorida encer maupun pekat. Akan tetapi, pada hasil data XRF logam Fe tidak mengalami pengurangan persentase dengan pencucian HCL 1M. Hal ini disebabkan oleh kemungkinan, yaitu Fe pada mineral kaolin alam berupa  $Fe_2O_3$  yang sangat stabil hanya mengalami reduksi dari besi (III)

menjadi besi (II) jika bereaksi dengan zat pereduksi berupa asam encer dan reaksi tanpa pemanasan (Vogel, 1990). Unsur logam Zn yang terkandung merupakan unsur logam murni dan tergolong lambat larut dalam asam. Unsur logam Ti mengalami penurunan persentase karena memiliki sifat yang larut dalam asam sulfat. Unsur logam Cu mengalami penurunan persentase karena unsur logam Cu mudah larut dalam asam sulfat (Vogel, 1990). Persentase silika mengalami peningkatan karena  $\text{SiO}_2$  yang relatif tidak reaktif terhadap asam-asam pada suhu ruang atau pada suhu yang lebih tinggi (Cotton dan Wilkison, 1989).

Berdasarkan hasil Analisa yang sudah didapatkan pada proses pencucian dengan menggunakan asam (HCl 1M) tidak mengalami penurunan yang signifikan, akan tetapi dapat menurunkan konsentrasi dari beberapa logam yang memiliki sifat larut dalam asam, pada logam aluminium mengalami penurunan setelah proses pencucian disebabkan karena memiliki sifat yang amfoter sehingga dapat larut dalam asam maupun basa. Logam-logam tertentu tidak mengalami penurunan karena kaolin alam memiliki struktur yang rigid sehingga menyebabkan kation penyeimbang yang berupa logam tidak dapat dihilangkan meskipun dengan pencucian asam.



**Gambar 4. 1** (a) Difraktogram standar kaolin (00-014-0164), (b) standar kuarsa (01-074-1811), (c) standar kuarsa (01-086-1565) (d) kaolin alam Blitar sebelum dicuci, (e) kaolin alam Blitar sesudah dicuci (K: kaolin, Q: kuarsa).

Selain kandungan unsur dalam kaolin alam, struktur kaolin alam juga perlu diketahui dengan menggunakan analisa XRD. Hasil analisa kaolin dengan menggunakan XRD

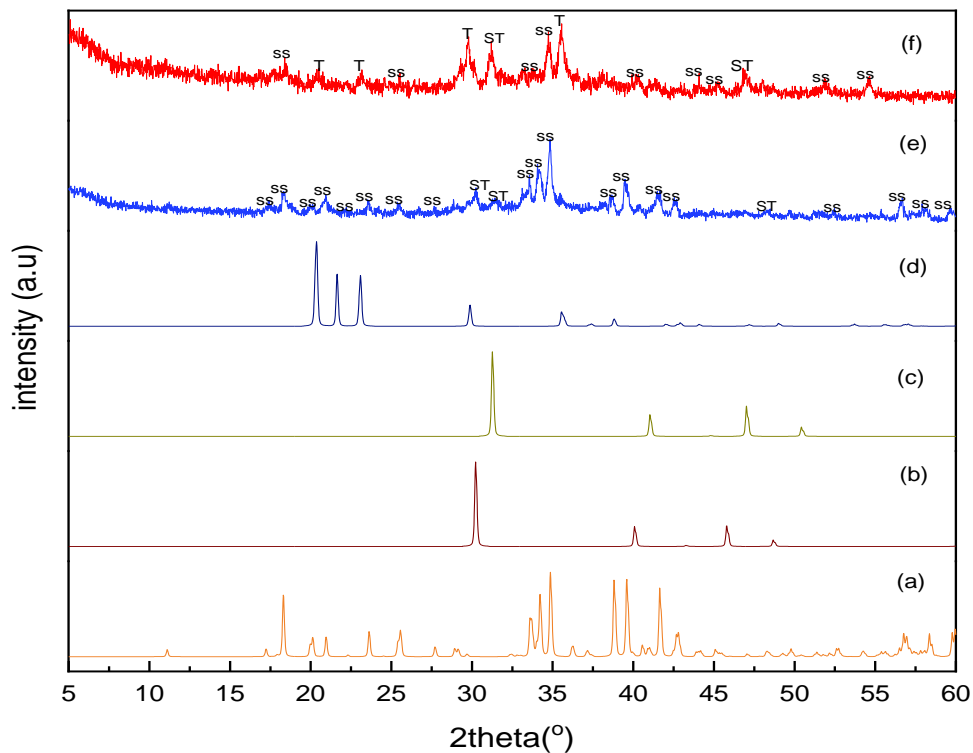


ditampilkan pada Gambar 4.1 pada gambar tersebut menunjukkan bahwa kaolin yang sudah dicuci dengan menggunakan HCl tidak mengalami perubahan struktur. Mineral kaolin juga banyak mengandung mineral kuarsa. Pengotor mineral lain di dalam kaolin menunjukkan bahwa kaolin Blitar termasuk dalam golongan *low-grade* prekursor.

Hasil difraktogram berdasarkan Gambar 4.1 menggunakan dua standar kuarsa. Dari kedua standar tersebut memiliki perbedaan yaitu pada strukturnya. Pada gambar tersebut ponit (d) merupakan standar kuarsa alpha dan (c) standar kuarsa low. Pada kuarsa alpha memiliki bentuk kristal yang paling stabil dari kuarsa dengan kondisi normal suhu dan tekanan, strukturnya tersusun dari silika ( $\text{SiO}_2$ ) dengan pola yang beraturan. Sedangkan pada bentuk struktur kuarsa low berbeda dengan kuarsa alpha, kuarsa low memiliki variasi struktur dalam bentuk polimorf, termasuk tridimit dan stishovite. Bentuk struktur ini terbentuk dalam suhu dan tekanan yang berbeda dari kuarsa alpha. Pada kuarsa low memiliki sifat yang berbeda dalam transparansi, kekerasan, dan sifat termal dibandingkan kuarsa alpha (Ralph Khller, 1979) .

#### 4.3 Perubahan Struktur Kaolin Alam dengan Pretreatment Alkali Fusi

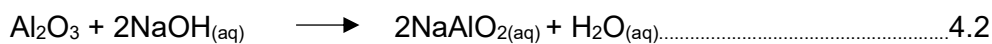
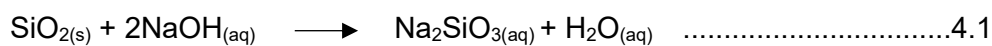
Proses perubahan struktur kaolin dengan metode alkali fusi menghasilkan sodium silikat, stishovite, dan tridimit. Pretreatment alkali fusi pada kaolin bertujuan untuk mengubah kaolin menjadi material yang lebih reaktif, sehingga dapat digunakan sebagai raw material untuk sintesis zeolit.



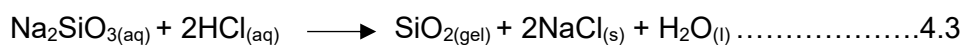
**Gambar 4.2** Difraktogram standar sodium orthosilicate (01-078-1432) (a), (b) standar stishovite (96-154-4732), (c) standar stishovite (96-900-7155) (d) standar tridimit (96-810-4537), (e) metakaolin kalsinasi 2 jam, (f) metakaolin kalsinasi 3 jam (St: stishovite, ss: sodium orthosilicate, T: trydimite).

Pada Gambar 4.2 menunjukkan hasil dari pretreatment alkali fusi yang menghasilkan metakaolin, sodium silikat, tridimit, dan stishovite. Hal ini disebabkan oleh sumber kaolin alam yang juga mengandung mineral kuarsa yang tidak reaktif. Kaolin dapat berubah menjadi metakaolin, kemudian pada kuarsa yang bereaksi dengan NaOH (sodium hidroksida) berubah menjadi sodium silikat. Sedangkan stishovite dan tridimit merupakan struktur polimorf dari kuarsa. Faktor penyebab terbentuknya kuarsa berupa tridimit dan stishovite yaitu karena pengaruh suhu tinggi (Anthony, 2011). Karena pada hasil difaktogram metakaolin masih terdapat kandungan kuarsa, kuarsa merupakan mineral yang memiliki kristalinitas yang tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai raw material dalam sintesis zeolit X. maka dilakukan proses pretreatment ekstraksi SiO<sub>2</sub>. Untuk mendapatkan SiO<sub>2</sub> yang murni yang akan di gunakan sebagai raw material sintesis.

Proses ekstraksi SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan cara merendam kaolin dengan HCl 1M, direaksikan dengan NaOH 7M. Reaksi silika dan alumina dengan menggunakan pelarut NaOH ditunjukkan pada persamaan 4.1 dan 4.2 (Zaemi et al., 2013).



Pemanasan pada larutan natrium silikat dilakukan penambahan HCl 3M sampai pH 7. SiO<sub>2</sub> akan terbentuk dan mengendap. Proses penambahan larutan asam bertujuan untuk memisahkan senyawa SiO<sub>2</sub> dengan senyawa lain. Proses ini akan terjadi endapan koloid putih yang diperkirakan SiO<sub>2</sub> dan terbentuk pada pH 9 dan penambahan HCl dilakukan sampai pH 7. Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi ekstraksi antara lain suhu dan konsentrasi larutan. Setelah silika terbentuk dilakukan pencucian dengan akuades sampai netral. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 4.3 (Ahmad et al., 2013) :



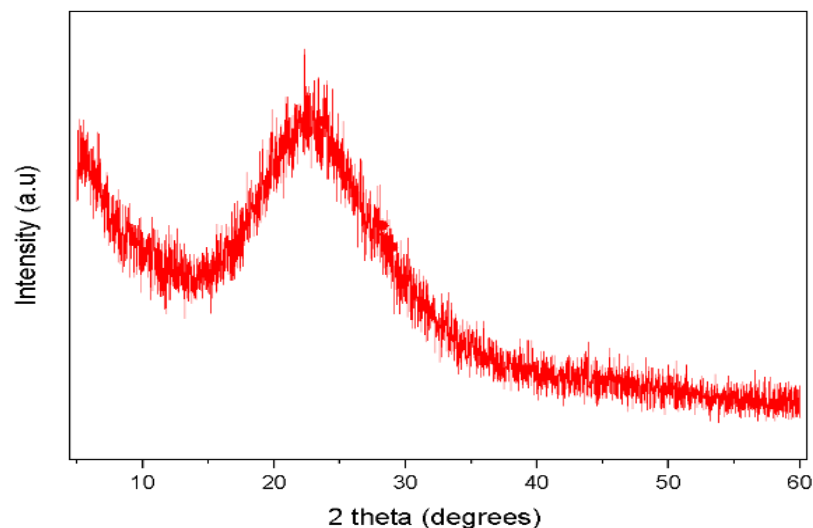
Pencucian pada SiO<sub>2</sub> dengan menggunakan akuades bertujuan untuk memisahkan dan menetralkan SiO<sub>2</sub> dari ion pengotor yaitu Cl<sup>-</sup> yang diperoleh ketika penambahan larutan asam klorida ke dalam larutan panas natrium silikat. Larutan AgNO<sub>3</sub> 10% digunakan untuk mendeteksi adanya senyawa Cl<sup>-</sup> yang ditandai dengan munculnya endapan putih dalam filtrat ketika penambahan AgNO<sub>3</sub>. Data hasil ekstraksi dapat diamati dari hasil *X-Ray Fluorescence* yang tertera pada Tabel 4.2.

Pada Tabel 4.2 diketahui bahwa terjadi peningkatan dari senyawa SiO<sub>2</sub> terjadi karena proses ekstraksi dengan menggunakan pengikat larutan basa, sehingga menyebabkan beberapa senyawa ikut larut didalamnya. Untuk mengetahui fasa kristalinitasnya maka dilakukan analisis menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction*, yang dimana hasilnya akan

berupa puncak intensitas. Silika yang digunakan harus memiliki sifat yang amorf, jika silika memiliki sifat yang kristalin maka pada proses sintesis kurang maksimal. Pada proses ekstraksi kaolin dengan berat 400 gram menghasilkan rendemen  $\text{SiO}_2$  sebanyak 8 gram. proses ekstraksi ke dua dilakukan dengan berat yang sama dan menghasilkan jumlah randemen lebih banyak yaitu 13 gram. untuk mendapatkan hasil randemen yang banyak maka kita harus lebih memperhatikan tingkat keasaman pada saat proses ekstraksi jika terlampau asam maka randemen yang dihasilkan akan sedikit. Hasil dari analisis dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* dapat dilihat pada Gambar 4.2

**Tabel 4. 2** Hasil ekstraksi  $\text{SiO}_2$  dari kaolin alam Blitar dengan instrumen XRF

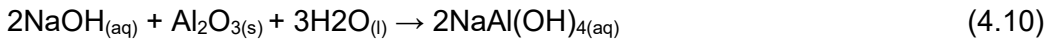
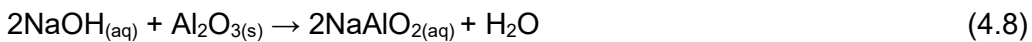
Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)
$\text{SiO}_2$	99,2
$\text{CaO}$	0,32
$\text{TiO}_2$	0,04
$\text{MnO}$	0,037
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,11
$\text{NiO}$	0,014
$\text{CuO}$	0,034
$\text{ZnO}$	0,12
$\text{Ga}_2\text{O}_3$	0,038
$\text{BaO}$	0,05
$\text{Eu}_2\text{O}_3$	0,03
$\text{Re}_2\text{O}_7$	0,06



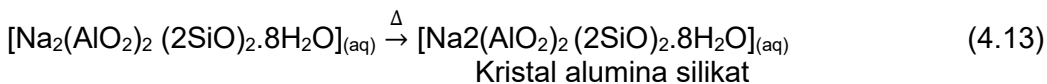
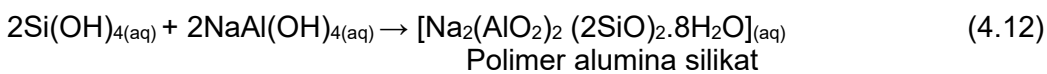
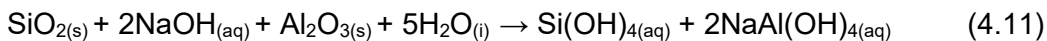
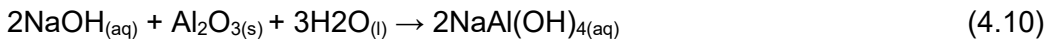
**Gambar 4. 3** Difraktogram  $\text{SiO}_2$  dari kaolin alam Blitar.

#### 4.3 Sintesis Zeolit X Metode Sonikasi Variasi Waktu

$\text{SiO}_2$  yang sudah dihasilkan dalam proses ekstraksi akan digunakan sebagai bahan utama pada proses sintesis Zeolit X. Rasio molar Si/Al 2 dan rasio molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  1,25. Dengan ditambah NaOH sehingga terbentuk larutan natrium silikat dan natrium aluminat. Adapun reaksi yang terjadi pada sintesis zeolit ditampilkan pada Persamaan 4.4 – 4.13



Penjumlahan reaksi persamaan 4.7 dan 4.10

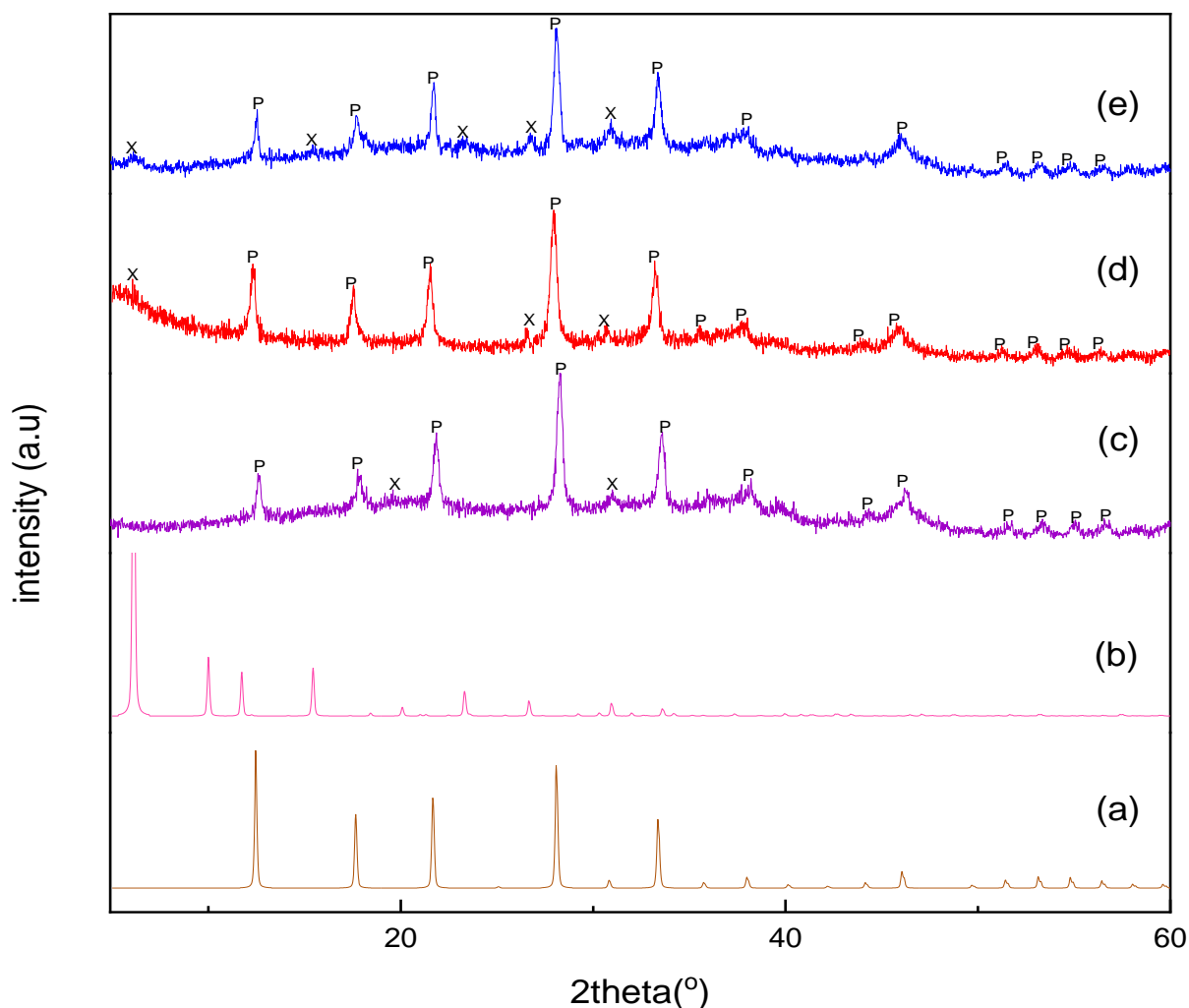


Proses *aging* dilakukan pengadukan menggunakan stirer dengan variasi 2 hari, 8 hari dan 9 hari dan proses *aging* dilakukan selama 10 hari. Proses pembentukan kristal pada zeolit dimulai saat waktu *aging* atau pemeraman. pada proses ini bertujuan untuk meningkatkan kristalinitas produk juga berfungsi untuk menghomogenkan reaktan sehingga reaksi akan berjalan dengan maksimal. Waktu *aging* dilakukan selama 10 hari. semakin lama waktu *aging* maka akan menghasilkan produk yang beragam disebabkan karena jumlah silikat yang masuk ke dalam polimer alumina silikat yang semakin banyak sehingga menyebabkan jumlah inti yang terbentuk lebih beragam (Johnson & Arshad, 2014).

Setelah proses *aging* dilakukan Proses sintesis zeolit X menggunakan metode sonikasi dengan variasi waktu 2 jam dan 4 jam proses ini bertujuan agar pertumbuhan kristal zeolit terbentuk dengan sempurna. Proses sintesis dengan metode sonikasi campuran alumina silikat mengalami pemetaan ulang sehingga strukturnya menjadi lebih teratur dan membentuk kristal. Hasil difraktogram dari sintesis zeolit X dapat dilihat pada Gambar 4.4.

Difraktogram pada Gambar 4.4 dapat diamati pada variasi waktu stirer 9 hari dengan metode sonikasi 4 jam menunjukkan bahwa sintesis zeolit X yang dihasilkan mengandung pengotor jenis zeolit lain yaitu zeolit P. Zeolit p lebih dominan terbentuk dari pada zeolit x, hal ini dapat terjadi disebabkan oleh beberapa kemungkinan diantara-Nya, zeolit X dengan struktur FAU yang merupakan fasa metastabil. Sehingga dengan penggunaan metode sonikasi yang memiliki energi lebih tinggi dapat mendorong pembentukan struktur yang lebih stabil yaitu struktur GIS (zeolit P). Selain itu, struktur FAU memiliki SBU (*Secondary Building Unit*) yang sama dengan GIS yaitu sama – sama memiliki SBU 4. Hal itu diperkuat dengan hasil penelitian Maldonado (2013) menyatakan bahwa zeolit FAU dapat berubah menjadi zeolit

GIS di pengaruhi oleh suhu, semakin tinggi suhu pada saat proses sintesis terjadi maka dapat menyebabkan perubahan struktur dari zeolit FAU menjadi zeolit GIS. Hal itu dapat dilihat pada Gambar 2.6.



**Gambar 4. 4** Difraktogram sintesis zeolit metode sonikasi ( $70^{\circ}\text{C}$ ), (a) standar zeolit p (01-071-0962), (b) standar zeolit X (01-072-2422), zeolit variasi waktu (c) sonikasi 2 jam stirer 2 hari, (d) sonikasi 2 jam stirer 8 hari, (e) sonikasi 4 jam stirer 9 hari.

Puncak zeolit X yang lebih banyak muncul pada variasi stirer 9 hari dengan sonikasi 4 jam. Hal itu dikarenakan pada proses sintesis variasi stirer 9 hari dengan sonikasi 4 jam tidak mengalami pengurangan jumlah pelarut. Sedangkan proses sintesis dengan stirer 8 hari dengan sonikasi 2 jam terjadi pengurangan jumlah pelarut dan dilakukan penambahan pelarut kembali. Pada proses sintesis stirer 2 hari dengan sonikasi 2 jam juga mengalami pengurangan jumlah pelarut, akan tetapi tidak dilakukan penambahan pelarut kembali. Hal ini membuktikan bahwa pentingnya pelarut dalam proses disintesis zeolit X. Semakin terjaga jumlah pelarut maka semakin banyak terbentuk zeolit X. Selain itu terjadinya pergeseran dari zeolit X FAU ke zeolit P GIS dapat disebabkan karena suhu tinggi pada saat proses sonikasi. Hal ini juga dibuktikan pada penelitian yang dilakukan oleh Maldonado (2013) beliau

menjelaskan bahwa zeolit FAU memiliki rentang suhu optimum yang dimana jika suhu pada saat sintesis berlangsung terlalu tinggi maka dapat menyebabkan bergesernya struktur dari zeolit FAU menjadi GIS. zeolit FAU memiliki suhu optimum yaitu 65°C dan zeolit GIS memiliki suhu optimum yaitu 100°C. Dan dapat dilihat pada gambar 2.6.

#### 4.4 Analisis Luas Permukaan Zeolit Hasil Sintesis Menggunakan Adsorpsi Nitrogen

Adsorpsi nitrogen adalah adsorpsi fisik yang banyak digunakan dalam metode BET untuk menentukan luas permukaan dan struktur pori padatan (Haber et al., 1995). Analisis Adsorpsi gas N<sub>2</sub> bertujuan untuk mengetahui luas permukaan dan karakteristik pori dari zeolit X.

**Tabel 4. 3** Luas permukaan sintesis zeolit X dengan variasi sonikasi dan stirer

Variasi sonikasi dan stirer	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)
Sonikasi 2 jam stirer 2 hari	81,943
Sonikasi 4 jam stirer 9 hari	88,309

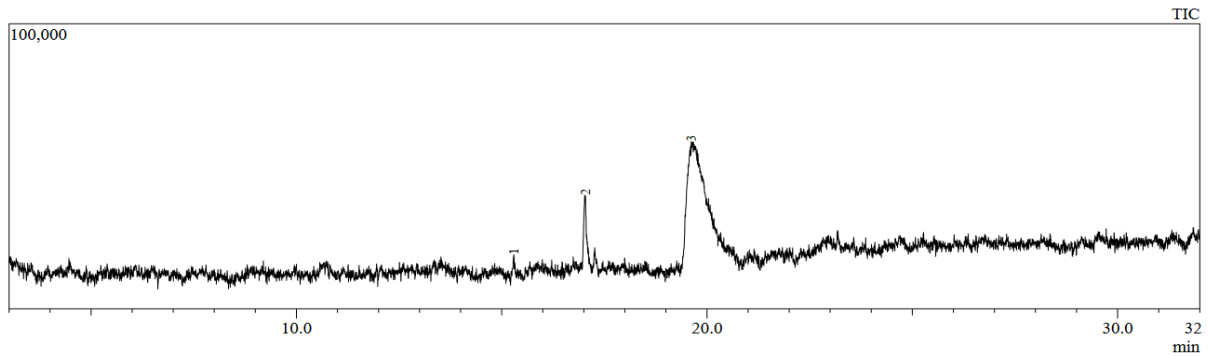
Hasil dari analisis luas permukaan zeolit dengan menggunakan instrumen *Surface Area Analyzer* (AAS) pada Tabel 4.3. Menunjukkan bahwa luas permukaan pada variasi sonikasi 4 jam dengan stirer 9 hari, semakin lama waktu stirer dan waktu sonikasi maka semakin besar luas permukaan. Luas permukaan variasi sonikasi 4 jam dengan stirer 9 hari menunjukkan luas permukaannya lebih besar daripada variasi sonikasi 2 jam dengan stirer 2 hari. Hal ini terjadi karena pada variasi sonikasi 4 jam didapatkan zeolit X yang lebih banyak (puncak zeolit X dari hasil XRD), dimana zeolit X memiliki diameter pori 7,5 Å lebih besar dari pada zeolit P memiliki diameter pori 4,8 Å. Sehingga semakin banyak zeolit X yang dihasilkan, menyebabkan semakin luas permukaannya.

#### 4.5 Analisis Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Katalis Zeolit Hasil Sintesis Dengan GCMS

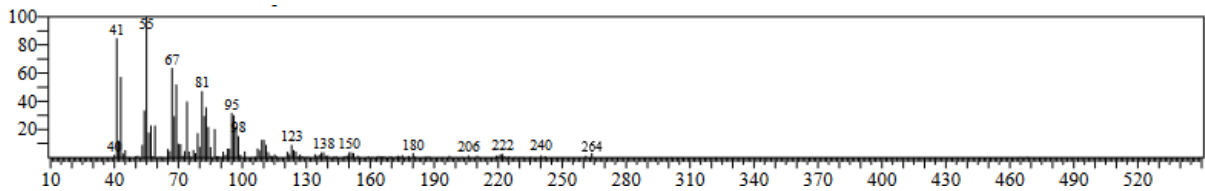
Analisis minyak jarak (*Ricinus communis*) dengan katalis zeolit metode sonikasi menggunakan GC-MS menunjukkan adanya senyawa yang terkandung dalam reaksi transesterifikasi dapat diketahui melalui analisis dengan menggunakan kromatografi gas dan spektroskopi massa. Tujuan dari spektroskopi massa yaitu untuk mempermudah dugaan jenis senyawa yang dihasilkan dari nilai m/z hasil fragmentasi. Pola fragmentasi yang dibandingkan dengan standar WILLEY7.LIB. Hasil GC metil ester dengan menggunakan variasi waktu 5 jam ditampilkan pada Gambar 4.5

erdasarkan kromatogram GC (Gambar 4.5) terdapat tiga puncak yang muncul menandakan adanya tiga komponen yang berhasil dipisahkan pada produk hasil reaksi transesterifikasi. Masing-masing puncak memiliki waktu retensi yang menunjukkan waktu munculnya komponen dan luas area yang menunjukkan kadar tiap komponennya. Hasil

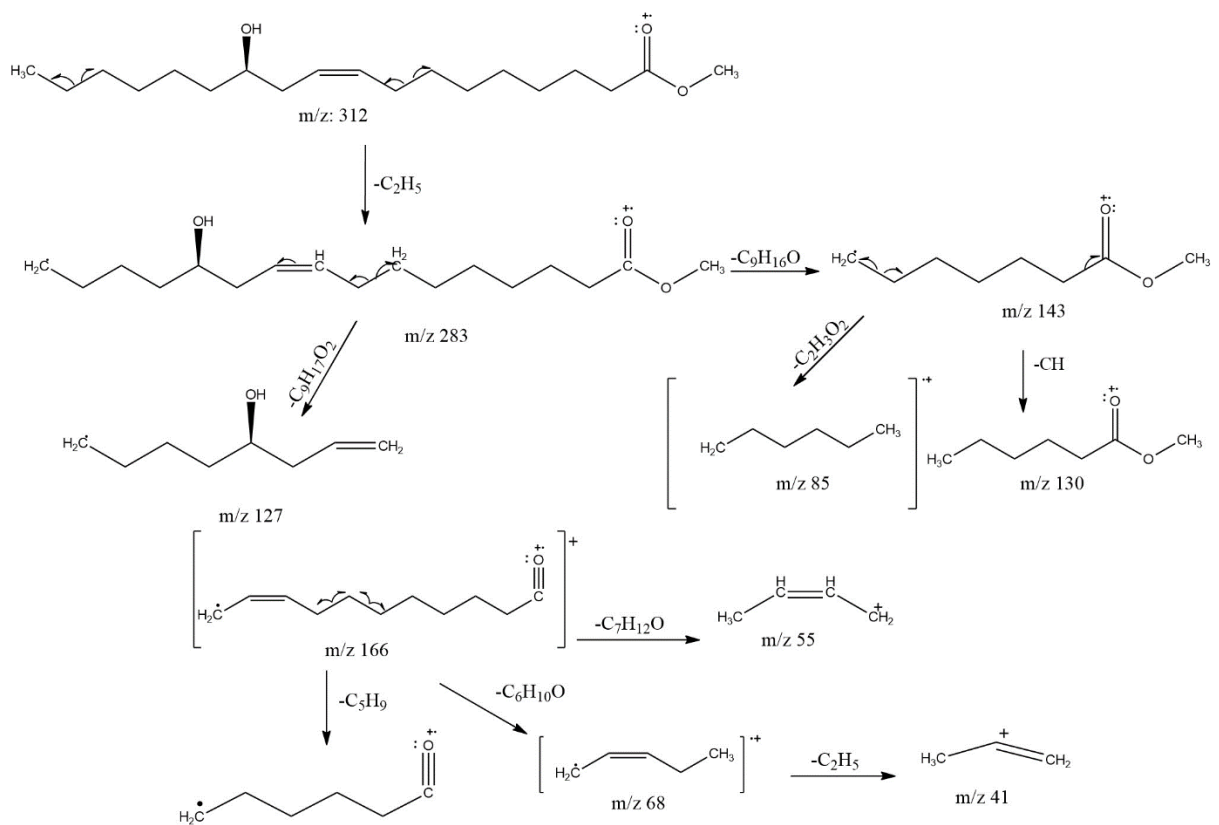
spektra massa dari setiap puncak memiliki pola fragmentasi yang berbeda yang merupakan ciri khas metil esternya. berdasarkan standar WILLEY7.LIB pada puncak pertama muncul pada waktu retensi 15.295 menit memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil margarate. Pada puncak ke dua muncul pada waktu retensi 17.035 menit memiliki kemiripan hasil spektra dengan metil oleat (*9-Octadecenoic acid, methyl ester*). Dan pada puncak ke tiga muncul pada waktu retensi 19.615 memiliki kemiripan hasil spektra dengan metil risinoleat..



**Gambar 4. 5** Difratomogram GC biodisel dengan waktu reaksi 5 jam

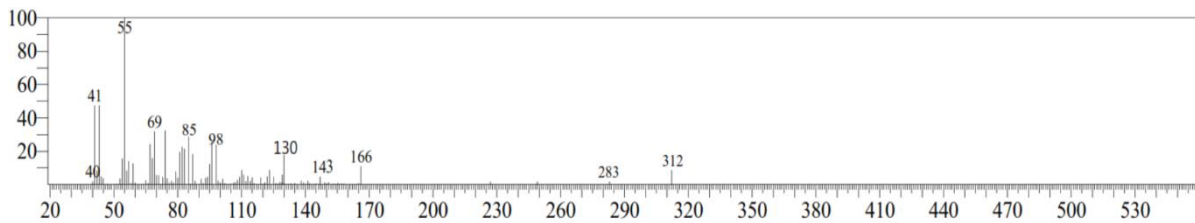


**Gambar 4. 6** Hasil spektra dari massa puncak dengan waktu retensi 17.035

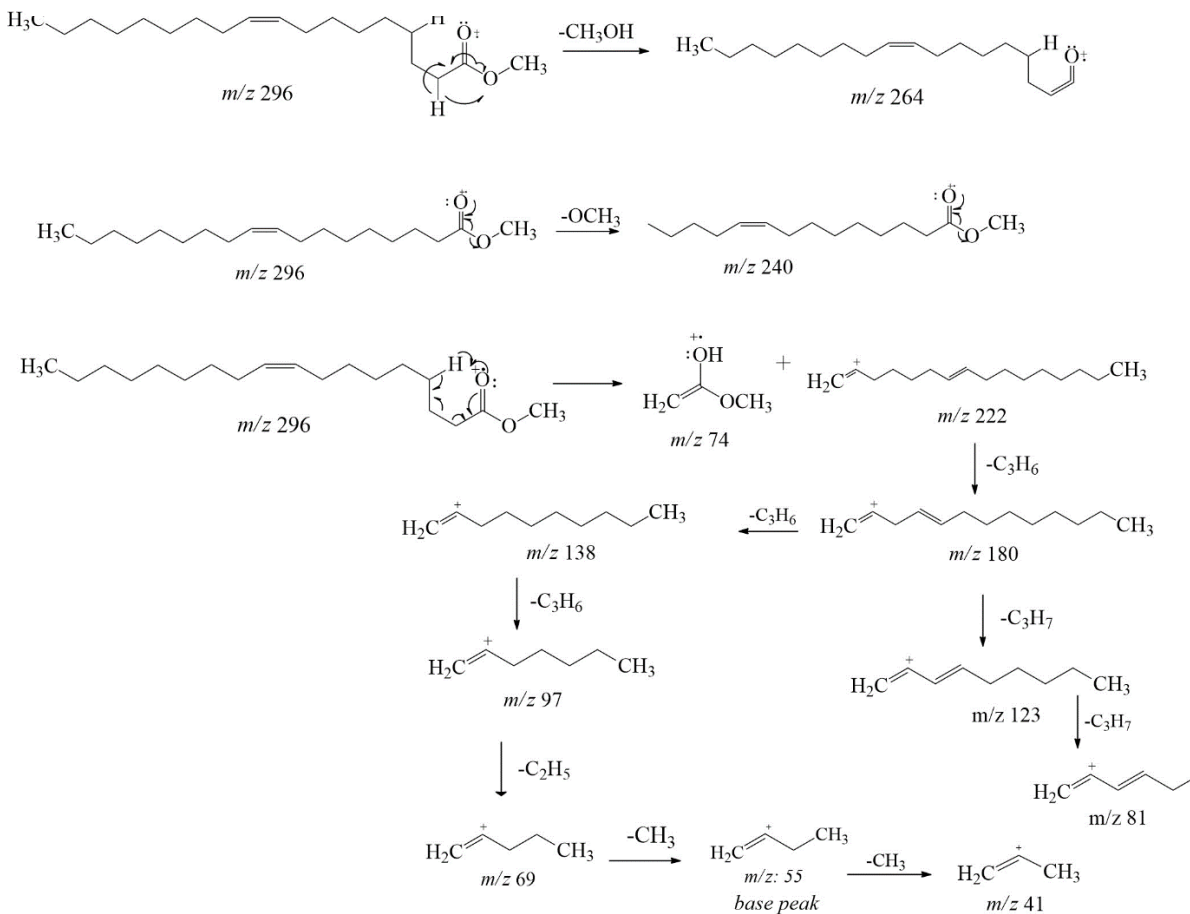


**Gambar 4. 7** perkiraan pola fragmentasi metil oleat

Pola spektra massa (Gambar 4.6) puncak kedua yang muncul pada tR 17.035 dan luas area sebesar 90905 count, dan memiliki pola spektra yang muncul pada m/z: 41, 55, 67, 81, 95, 123, 138, 150, 180, 206, 222, 240, dan 264. Perbandingan spektra dengan standar WILEY7.LIB library memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (WILEY7.LIB entry207865). Berdasarkan (Gambar 4.8) puncak M<sup>+</sup> dengan m/z = 296 tidak teridentifikasi melainkan munculnya ion molekular [M<sup>+</sup>] pada puncak m/z 264, hal itu dapat terjadi karena metil oleat yang tidak stabil. Puncak dasar yang muncul (*base peak*) muncul pada m/z 55 yang berasal dari C<sub>4</sub>H<sub>7</sub><sup>+</sup> akibat terlepasnya gugus CH<sub>2</sub>. Kemudian puncak m/z 264 berasal dari C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>O<sup>+</sup> akibat terlepasnya gugus CH<sub>3</sub>OH pada ion molekularnya. Pada puncak m/z 41 berasal dari terlepasnya gugus CH<sub>2</sub> melalui penataan ulang Mc Lefferty sehingga membentuk C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>. Seangkan pada puncak puncak 240, 222, 180, 150, 138, 123, 95, 81, dan 67 merupakan puncak yang berasal dari pemutusan C-C.



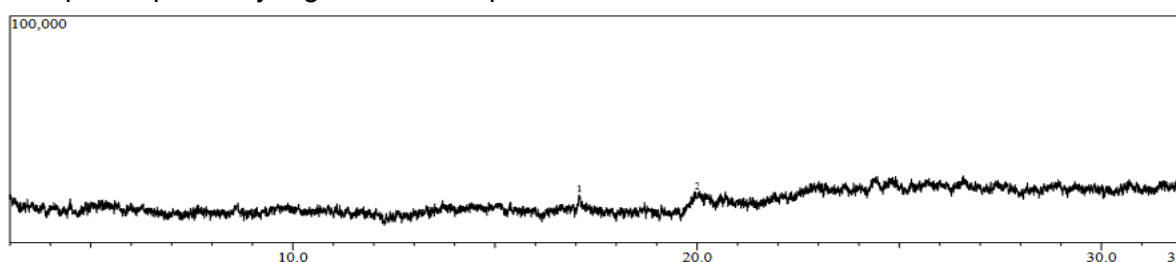
**Gambar 4. 8** Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 19.615



**Gambar 4. 9** perkiraan pola fragmentasi metil risinoleat

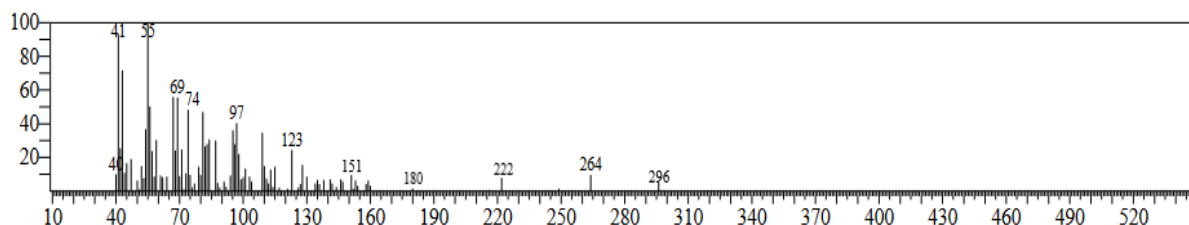


Pola spektra massa (Gambar 4.8) puncak kedua yang muncul pada tR 17.035 dan luas area sebesar 90905 count, dan memiliki pola spektra yang muncul pada m/z: 41, 55, 69, 85, 98, 127, 130, 143, 166, 283, dan 312. Perbandingan spektra dengan standar WILEY7.LIB library memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (WILEY7.LIB entry223327). Berdasarkan (Gambar 4.9) puncak M<sup>+</sup> dengan m/z = 312 teridentifikasi sehingga kandungan metil risinoleat tergolong stabil. Puncak dasar yang muncul (*base peak*) muncul pada m/z 55 yang berasal dari C<sub>4</sub>H<sub>7</sub><sup>+</sup> akibat terlepasnya gugus CH<sub>2</sub>. Kemudian puncak m/z 264 berasal dari C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>O<sup>+</sup> akibat terlepasnya gugus CH<sub>3</sub>OH pada ion molekularnya. Pada puncak m/z 41 berasal dari terlepasnya gugus CH<sub>2</sub> melalui penataan ulang Mc Lefferty sehingga membentuk C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>. Seangkan pada puncak puncak 240, 222, 180, 150, 138, 123, 95, 81, dan 67 merupakan puncak yang berasal dari pemutusan C-C.



**Gambar 4. 5** Kromatogram GC biodiesel dengan waktu reaksi 7 jam

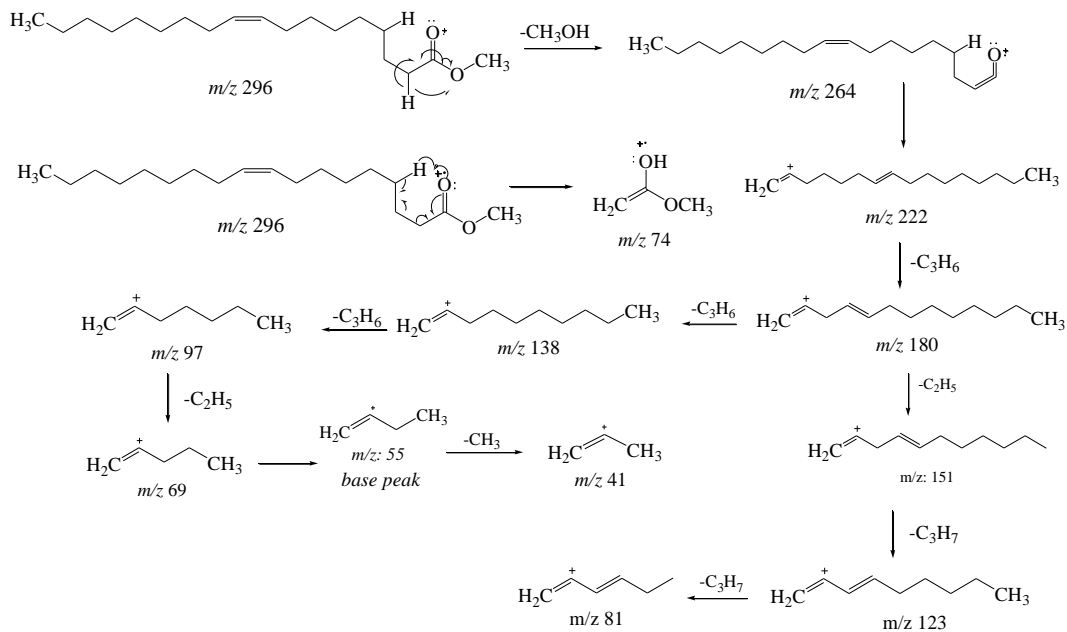
Berdasarkan kromatogram GC (Gambar 4.10) terdapat dua puncak yang muncul menandakan adanya dua komponen yang berhasil dipisahkan pada produk hasil reaksi transesterifikasi. Masing-masing puncak memiliki waktu retensi yang menunjukkan waktu munculnya komponen dan luas area yang menunjukkan kadar tiap komponennya. Hasil spektra massa dari setiap puncak memiliki pola fragmentasi yang berbeda yang merupakan ciri khas metil esternya. berdasarkan standar WILEY7.LIB pada puncak pertama muncul pada waktu retensi 17.079 menit memiliki kemiripan hasil spektra massa fragmentasi metil. oleat (*9-Octadecenoic acid, methyl ester*). Dan pada puncak ke duamuncul pada waktu retensi 20.065 memiliki kemiripan hasil spektra dengan metil risinoleat.



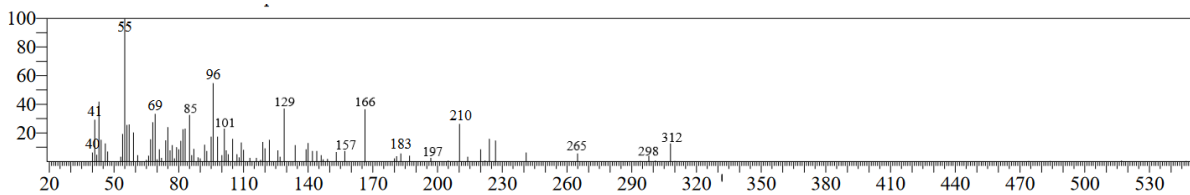
**Gambar 4. 6** Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 17.080

Pola spektra massa (Gambar 4.11) puncak kedua yang muncul pada tR 17.035 dan luas area sebesar 90905 count, dan memiliki pola spektra yang muncul pada m/z: 41, 55, 67, 74, 97, 123, 151, 180, 222, 264, dan 296. Perbandingan spektra dengan standar WILEY7.LIB library memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (WILEY7.LIB entry207865). Berdasarkan (Gambar 4.13) puncak M<sup>+</sup> dengan m/z = 296 teridentifikasi sehingga kandungan

metil risinoleat tergolong stabil. Puncak dasar yang muncul (*base peak*) muncul pada  $m/z$  55 yang berasal dari  $C_4H_7^+$  akibat terlepasnya gugus  $CH_2$ . Kemudian puncak  $m/z$  264 berasal dari  $C_{18}H_{35}O^+$  akibat terlepasnya gugus  $CH_3OH$  pada ion molekularnya. Pada puncak  $m/z$  41 berasal dari terlepasnya gugus  $CH_2$  melalui penataan ulang Mc Lefferty sehingga membentuk  $C_4H_7O_2$ . Seangkan pada puncak puncak 222, 180, 151, 123, 97, 74, 67, 55 dan 41 merupakan puncak yang berasal dari pemutusan C-C.



**Gambar 4. 7** perkiraan pola fragmentasi metil oleat

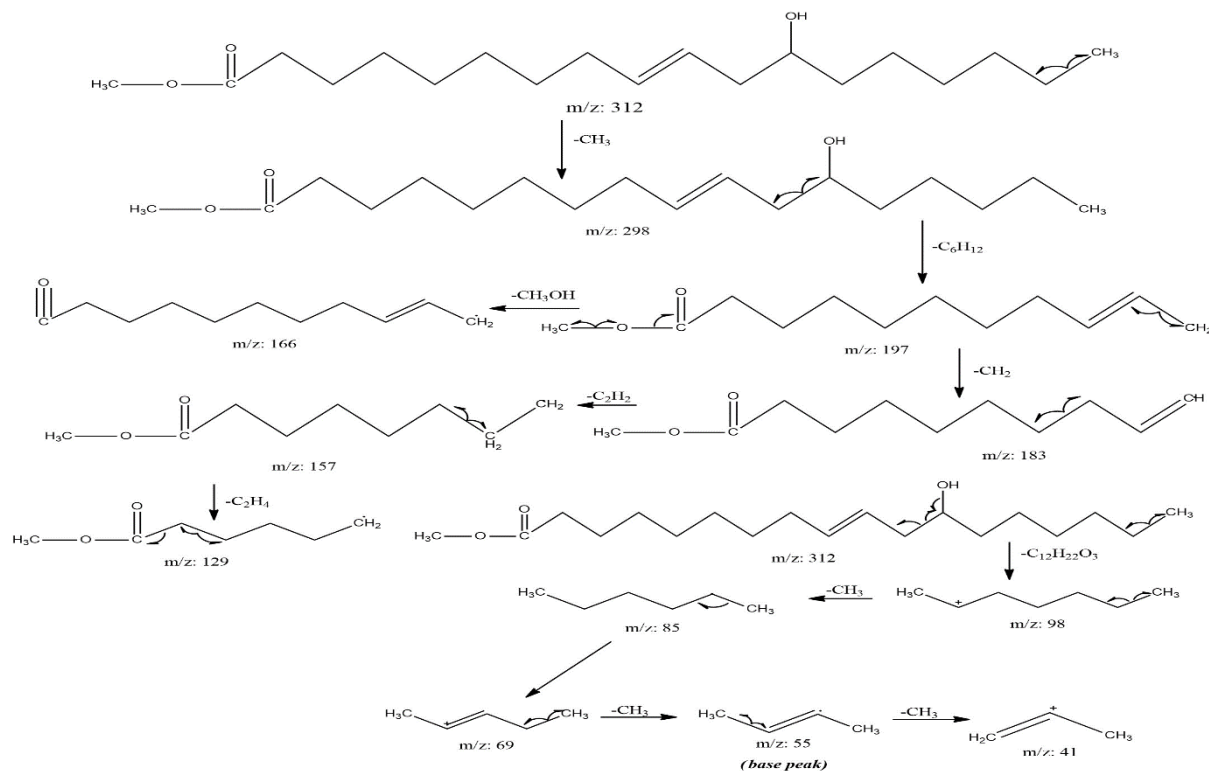


**Gambar 4. 8** Hasil spektra dari masa puncak dengan retensi waktu 20.065

Pola spektra massa (Gambar 4.13) puncak kedua yang muncul pada  $tR$  17.035 dan luas area sebesar 90905 count, dan memiliki pola spektra yang muncul pada  $m/z$ : 41, 55, 69, 85, 98, 127, 130, 143, 166, 283, dan 312. Perbandingan spektra dengan standar WLEY7.LIB library memiliki kesesuaian dengan standar metil oleat (WILEY7.LIB *entry*223327). Berdasarkan (Gambar 4.9) puncak  $M^+$  dengan  $m/z = 312$  teridentifikasi sehingga kandungan metil risinoleat tergolong stabil. Puncak dasar yang muncul (*base peak*) muncul pada  $m/z$  55 yang berasal dari  $C_4H_7^+$  akibat terlepasnya gugus  $CH_2$ . Kemudian puncak  $m/z$  264 berasal dari  $C_{18}H_{35}O^+$  akibat terlepasnya gugus  $CH_3OH$  pada ion molekularnya. Pada puncak  $m/z$  41

berasal dari terlepasnya gugus  $\text{CH}_2$  melalui penataan ulang Mc Lefferty sehingga membentuk  $\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2$ . Seangkan pada puncak puncak 240, 222, 180, 150, 138, 123, 95, 81, dan 67 merupakan puncak yang berasal dari pemutusan C-C.

Berdasarkan hasil kromatogram pada waktu reaksi transesterifikasi 5 dan 7 jam. Pada



**Gambar 4. 9** perkiraan pola fragmentasi metil risinoleat

waktu reaksi transesterifikasi dengan variasi waktu 5 jam terdapat 3 puncak yang terintensitas tinggi pada kromatogram. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat 3 senyawa yang terkandung dalam sampel, dan puncak tertinggi yaitu puncak ke 3. Kemudian reaksi transesterifikasi pada variasi 7 jam terdapat 2 puncak yang terintensitas tinggi pada kromatogram.

**Tabel 4. 4** komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi 5 dan 7 jam

Waktu reaksi	Waktu retensi (menit)	Metil ester	Area Relatif %
5 jam	17.036	Metil Oleat	6.50
	<b>19.617</b>	<b>Metil Risinoleat</b>	<b>92.70</b>
7 jam	17.079	Metil Oleat	45.18
	<b>20.065</b>	<b>Metil Risinoleat</b>	<b>54.81</b>

Pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa pada variasi 5 dan 7 jam Menunjukkan bahwa waktu 5 jam memiliki persen metil risinoleat lebih tinggi dari pada waktu 7 jam. pada variasi 5 jam menghasilkan metil risinoleat sebesar 92.70%, menghasilkan metil Oleat sebesar 6.50% dan menghasilkan metil tridecanoic sebesar 0.80%. Sedangkan pada variasi 7 jam menghasilkan metil risinoleat sebesar 54.81% dan metil Oleat sebesar 45.18%. pada waktu

reaksi 5 jam, produk metil risinoleat yang tinggi dikarenakan pada umumnya, minyak jarak banyak mengandung asam lemak berupa asam risinoleat yang akan berubah menjadi metil risinoleat setelah direaksikan dengan metanol dengan bantuan katalis.

Sedangkan pada waktu reaksi 7 jam, produk metil risinoleat mengalami penurunan dan metil oleat semakin banyak terbentuk. Hal ini disebabkan asam risinoleat pada minyak jarak dengan adanya katalis dapat juga mengalami hidrosil menjadi karbonil sehingga berubah menjadi asam oleat. Hal ini juga dijelaskan pada penelitian yang dilakukan oleh Ba (2016), yang juga menggunakan minyak jarak untuk reaksi transesterifikasi dengan menghasilkan metil oleat dan metil risinoleat.

#### 4.6 Hasil Penelitian Dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian yang sudah dilakukan didapatkan hasil bahwa reaksi berpengaruh terhadap produk yang sudah dilakukan dalam proses transesterifikasi. Didapatkan nilai rendemennya pada waktu 5 jam sebesar 92.70% dan pada variasi waktu 7 jam didapatkan rendemennya sebesar 54.81%. dari hasil yang sudah didapatkan menunjukkan waktu yang sudah dimiliki sangat berpengaruh terhadap kesuksesan yang sudah mereka usahakan. Dan kerugian yang dialami manusia disebabkan karena sudah menya-siakan waktu mereka.

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

وَالْعَصْرِ (١) إِنَّ الْإِنْسَانَ لَفِي خُسْرٍ (٢) إِلَّا الَّذِينَ آمَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ وَتَوَّصَوْا بِالْحَقِّ وَتَوَّصَوْا بِالصَّبْرِ (٣)

*Artinya : Demi masa (1) sesungguhnya manusia itu benar-besar dalam kerugian (2) kecuali orang-orang yang beriman dan mengerjakan amal saleh dan nasehat. Menasihati supaya menaati kebenaran dan nasehat menasihati supaya menetapi kebenaran . (QS. Al 'Ashr. ;1-3).*

Ayat tersebut membuktikan sumpah Allah SWT terhadap waktu. dari hal itu menjelaskan bawa sangat penting waktu sehingga Allah bersumpah dengannya. Selain itu ayat tersebut juga menjelaskan bahwa banyak manusia yang dalam keadaan merugi, tetapi manusia tidak sadar akan hal tersebut. Kerugian tersebut adalah sikap manusia yang tidak bisa memanfaatkan waktu dengan baik. Dari ayat terakhir menjelaskan bahwa manusia tidak tergolong akan merugi apabila beriman kepada Allah, dengan mengerjakan amal Sholeh dan saling menasihati dalam kebenaran dan kesabaran(M. Quraisy Syihab, 2000).

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ (۱۳)

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

Al Qarni (2007) menyampaikan bahwa Allah SWT menundukkan segala sesuatu yang ada dilangit, seperti matahari, bulan, bintang, galaksi dan awan bagi hamba hambanya. Allah juga menundukkan semua yang ada di bumi, seperti hewan, tumbuhan dan benda-benda mati agar semua dimanfaatkan oleh hamba-hamba-Nya. Semua nikmat yang diberikan kepada manusia agar mereka bersyukur dan mengikhlaskan ibadah hanya kepada Allah. Semua yang Allah tundukkan dengan mengandung bukti-bukti kekuasaannya, ke-Esaanya, dan keagungannya Allah SWT nyata bagi orang yang mau memikirkan, merenungi dan mengambil manfaat darinya.

Dari ayat tersebut menunjukkan bahwa pada penelitian ini bahan-bahan alam seperti kaolin dan minyak biji jarak yang sudah disediakan oleh Allah SWT untuk memenuhi kebutuhan hidup hambanya. Allah menjadikan minyak biji jarak sebagai salah satu sumber daya alam yang mampu menggantikan bahan bakar mesin disel. Berdasarkan firman Allah SWT *“Dia telah menundukkan untukmu apa yang ada di langit dan di bumi semuanya”*. Dengan menunjukkan nilai dan manfaat dari minyak biji jarak yang sebelumnya dikenal sebagai minyak yang beracun untuk dikonsumsi. Kelebihan manusia dari makhluk lainnya adalah dengan diberikan akal dan pikiran, sehingga manusia agar berpikir tentang apa yang telah Allah SWT ciptakan di muka bumi ini. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT yang artinya *“Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berpikir”*, dari firman tersebut manusia telah mengetahui tanda-tanda kebesaran Allah SWT melalui kemanfaatan minyak biji jarak sebagai bahan biodiesel.



## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian tentang sintesis zeolit x dari kaolin dengan metode sonikasi sebagai katalis transesterifikasi minyak jarak (*Ricinus Communis*) dengan variasi waktu dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis dengan menggunakan metode sonikasi lama waktu 2 jam dengan lama stirer 2 hari pada saat proses aging menghasilkan zeolit X dengan pengotor zeolit P tergolong banyak, sedangkan sintesis dengan metode sonikasi lama waktu 2 jam dengan waktu stirer 8 hari pada saat waktu aging menghasilkan zeolit p dengan pengotor zeolit P yang tergolong banyak. Kemudian sintesis dengan metode sonikasi lama waktu 4 jam lama stirer 9 hari pada saat proses aging menghasilkan zeolit X dengan pengotor zeolit P yang lebih sedikit.
2. Pengaruh variasi waktu pada pada reaksi transesterifikasi 5 jam dan 7 jam. Didapatkan nilai rendemennya pada waktu 5 jam sebesar 92.70% dan pada variasi waktu 7 jam didapatkan rendemennya sebesar 54.81%.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan disarankan untuk melakukan beberapa langkah penelitian lanjutan yaitu :

1. Mencari waktu stabilitas *stirer* saat *aging* dan waktu stabilitas sonikasi saat sintesis.
2. Dilakukan pengecekan suhu pada saat proses sintesis, secara berkala agar suhu pada saat sintesis tetap stabil.
3. Uji karakteristik metil ester sebagai biodiesel yaitu uji titik nyala, uji densitas, uji viskositas, bilangan setana, titik kabut dan stabilitas oksidatif metil ester hasil.





## DAFTAR PUSTAKA

- Abid, R., Delahay, G., & Tounsi, H. (2020). *Selective catalytic reduction of NO by NH<sub>3</sub> on cerium modified faujasite zeolite prepared from aluminum scraps and industrial metasilicate*. *Journal of Rare Earths*, 38(3), 250–256
- Ahmad Fauzan 'Adziimaa, Doty Dewi Risanti, & Lizda Johar Mawarn. (2013). 3533-13881-1-PB. JURNAL TEKNIK POMITS , 2.
- Amalia, s., Khalifah, S. N., Baroroh, H., Muiz, A., Rahmatullah, A., Aini, N., Hs, M. R. A., Umam, M. N., Isnaini, I. A., & Suryana, R. 2019. *Biodisel production from castor oil using heterogeneous catalyst KOH/zeolite of natural zeolite Bandung Indonesia*. *AIP Conference Proceedings*, 2021(July), 3-10
- Aminatus Arifah. (2018). Sintesis Zeolit NaX Dari Kaolin Blitar dengan alkali fusi menggunakan metode hidrotermal dan sonikasi variasi waktu kristalisasi.
- Ayele, L., Pérez-Pariente, J., Chebude, Y., & Díaz, I. (2016). *Conventional versus alkali fusion synthesis of zeolite A from low grade kaolin*. *Applied Clay Science*, 132–133, 485–490.
- Bachtiar, 2020. Sintesis dan Karakterisasi KOH/Zeolit alam Menggunakan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Dengan Variasi Waktu Reaksi. Skripsi. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Bang, J. H., & Suslick, K. S. (2010). *Applications of Ultrasound to the Synthesis of Nanostructured Materials*. *Advanced Materials*, 22(10), 1039–1059.
- Barquist, K., & Larsen, S. C. (2010). *Chromate adsorption on bifunctional, magnetic zeolite composites*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 130(1–3), 197–202
- Beck, J. (1993). *Solid State Chemistry. An Introduction*. Von L. Smart und E. Moore. Chapman & Hall, London, 1992. XII, 292 S., Broschur 15.95 £. -ISBN 0-412-40040-5. *Angewandte Chemie*, 105(10), 1562–1562.
- Cahyawati, & Melinda. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Nay dari Kaolin dengan Variasi Suhu Kristalisasi Menggunakan Metode Hidrotermal . UIN Malang.
- Chandrasekha, S., & Pramada, P. (2004). Kaolin-based zeolite Y, a precursor for cordierite ceramics. *Applied Clay Science*, 27(3–4), 187–198.
- de Materiales, I., Ríos, C. A., Williams, C. D., & Castellanos, O. M. (2012). *Crystallization of low silica Na-A and Na-X zeolites from transformation of kaolin and obsidian by alkaline fusion* *Cristalizacion de zeolitas Na-A y Na-X bajas en sílice a partir de la transformación de caolín y obsidiana por fusión alcalina* (Vol. 14, Issue 2).
- Du, L., Ding, S., Li, Z., Lv, E., Lu, J., & Ding, J. (2018). *Transesterification of castor oil to biodiesel using NaY zeolite-supported La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts*. *Energy Conversion and Management*, 173, 728–734.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., & Hristov, Y. (2013). *A Study on the Synthesis and Structure of Zeolite NaX*. *Journal Chemical Technology and Metallurgy*, 48, 168-173.
- Haber, J., Block, J. H., & Delmon, B. (1995). *Manual of methods and procedures for catalyst characterization (Technical Report)*. *Pure and Applied Chemistry*, 67(8–9), 1257–1306.
- Halim, A., Karim, A., Ibtehal, M., Shakir, K., Khalifa Esgair, K., & Mohammed, A. K. (2013). *The use of Prepared Zeolite Y from Iraqi kaolin for Fluid Catalytic Cracking of Vacuum Gas Oil* ، *الكازولين انتاج، المائع الحفازي التكسير الكلمات: الرئيسية الفراغي الغاز زيت تكسير ، The use of Prepared*

*Zeolite Y from Iraqi kaolin for Ibtehal Kareem Shakir Fluid Catalytic Cracking of Vacuum Gas (Vol. 10)Journal of EngineeringOil. In.*

- Hartati, H., Widati, A. A., Dewi, T. K., & Prasetyoko, D. (2017). *Direct synthesis of highly crystalline ZSM-5 from Indonesian kaolin. Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 12(2), 251–255
- Johnson, E. B. G., & Arshad, S. E. (2014). Hydrothermally synthesized zeolites based on kaolinite: A review. *Applied Clay Science*, 97–98, 215–221.
- K. Cheetham, & P. Day. (1992). *Solid State Chemistry: Compounds Edited by A. . Clarendon Press.*
- Khalifah, S. N., Tyas, U., Fiddaroini, S., & Amalia, S. (2022). Pengaruh Pemeraman dan Suhu Pada Sintesis Zeolit Y dari Lumpur. *ALCHEMY:Journal of Chemistry*, 10(1), 27–32.
- Kim, H. T., Didiek Hajar Gunadi, Rajagukguk, & Bostang. (1991). *Dasar-dasar kimia tanah . Gadjah Mada Universitay Press.*
- Kim, W., Choi, D., & Kim, S. (2010). *Sonochemical synthesis of zeolite a from metakaolinite in NaOH solution. Materials Transactions*, 51(9), 1694–1698.
- Kovo, A. S., Hernandez, O., & Holmes, S. M. (2009). *Synthesis and characterization of zeolite y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin using a novel, lower temperature, metakaolinization technique. Journal of Materials Chemistry*, 19(34), 6207–6212.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F. E., & Ismadji, S. (2013). *Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of palm oil. Applied Clay Science*, 74, 121–126.
- M. Quraish Shihab. (2000). *Wawasan al-Qur'an; Tafsir Maudlu'i atas berbagai persoalan Umat. Mizan.*
- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., & li, D. (2014). *Synthesis and characterization of 13X zeolite from low-grade natural kaolin. Advanced Powder Technology*, 25(2), 495–499.
- Maldonano, M.; Oleksiak, MD; Chinta, S.; Rimer, JD Mengontrol polimorfisme kristal dalam sintesis Na-zeolit bebas organik.*JACS*2013,135, 2641–2652.
- Murray, H. H. (2000). *Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview. In Applied Clay Science (Vol. 17).* www.elsevier.nl/locater/clay
- Naijian, F., Rudi, H., Resalati, H., & Torshizi, H. J. (2019). *Application of bio-based modified kaolin clay engineered as papermaking additive for improving the properties of filled recycled papers. Applied Clay Science*, 182.
- Ola, P. D., Karim, R. A., & Suherdin, M. F. (2013). *The Optimum Condition for Synthesis of Biodiesel from Castor (Ricinus communis) Oil through Transesterification Reaction. In Journal of Applied Chemical Science (Vol. 2).*
- Ono, M., & Baak, S. (2014). *Revisiting the J-Curve for Japan. Modern Economy, salahudee05(01)*, 32–47
- Ralph J. Fessenden, & Joan S. Fessenden. (1992). *Kimia organik (tiga).* Erlangga.
- Ralph K. Iler. (1979). *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica (eighth printing, Vol. 1).* Wiley-Interscience.

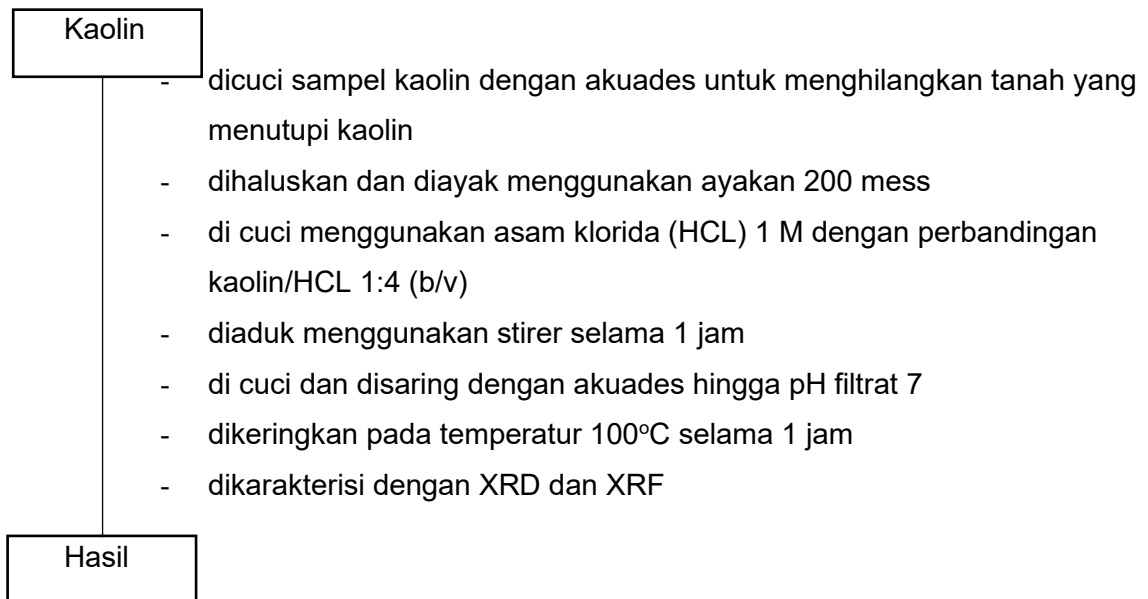
- Ríos, C. A., Williams, C. D., & Fullen, M. A. (2009). *Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods*. *Applied Clay Science*, 42(3–4), 446–454.
- Salahudeen, N., & Ahmed, A. S. (2017). *Synthesis of hexagonal zeolite Y from Kankara kaolin using a split technique*. *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry*, 87(1–2), 149–156
- Sai Ba., Hao Zhang., Yiqin Jasmine Lee., Chee Wee Ng & Tianhu Li. (2016). *Chemical Modifications of Ricinolein in Castor Oil and Methyl Ricinoleic For Reduction of Facilitate Their Use As Biodiesel*. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 118(4) 651-657
- Sastromanidjojo.H. (2001). *Dasar-dasar spektroskopi*. Liberty.
- Supratman, U. (2010). *Elucidasi Struktur Molekul Organik*. UNY Press .
- Suslick, K. S. . (1989). *The Chemical Effects of Ultrasound*. *Scientific American*, : Vol. 260 (2).
- Treacy, & M.MJ dan Higgins J.B. (2001). *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. *Structure Commission of the International Zeolite Association*.
- Vogel, Setiono. , L. dan P. (1990). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro* (L. Setiono. & Pudhaatmaka, Eds.; lima). Kalman Media Pustaka.
- Wajima, T., & Ikegami, Y. (2008). *Zeolite synthesis from paper sludge ash via acid leaching*. *Chemical Engineering Communications*, 195(3), 305–315.
- Wang, J. Q., Huang, Y. X., Pan, Y., & Mi, J. X. (2014). *Hydrothermal synthesis of high purity zeolite A from natural kaolin without calcination*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 199, 50–56.
- Zaemi, H., & Triandi Tjahjanto, R. (n.d.). *Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetilklorosilan (TMCS)*. In Universitas Brawijaya (Vol. 1, Issue 2).



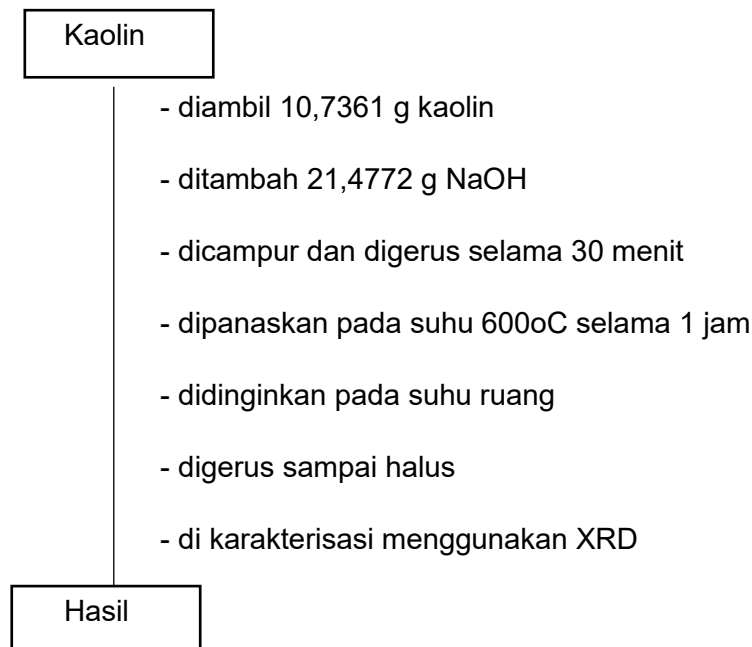
## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Diagram Alir

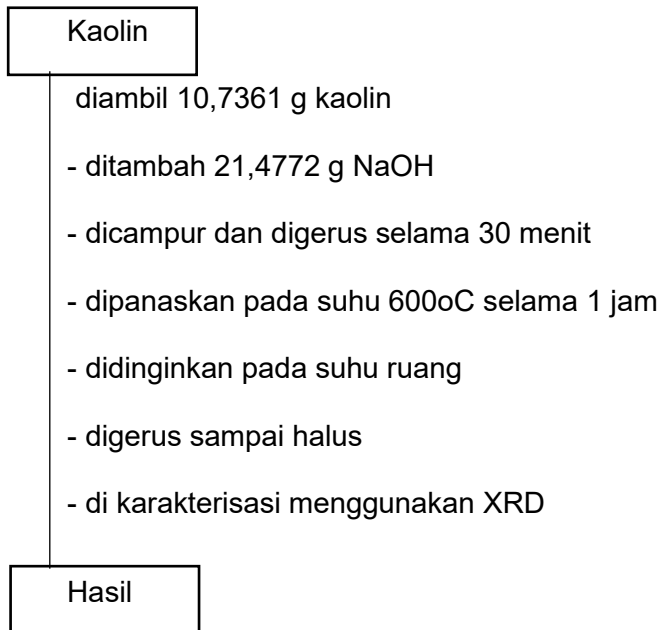
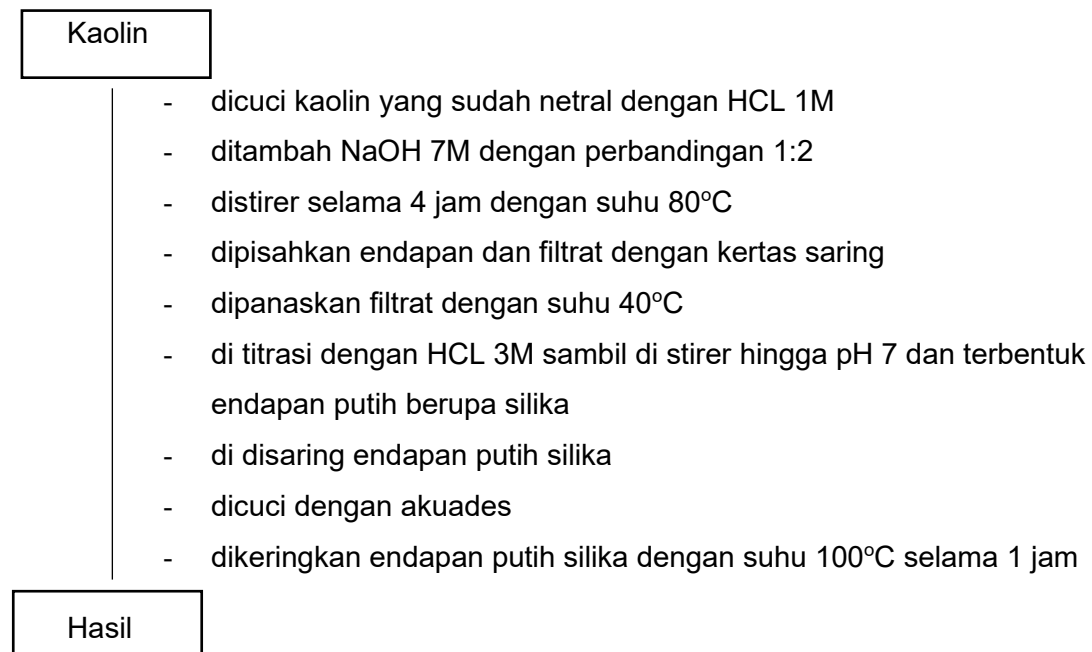
#### 1.1 Preparasi Sampel



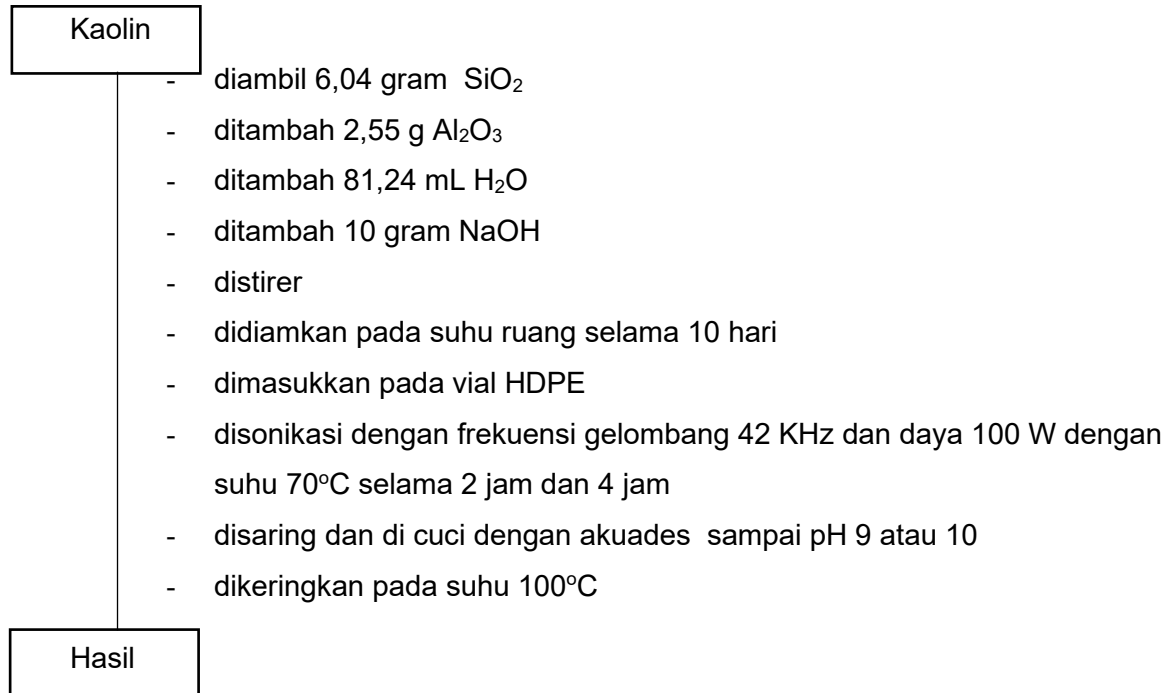
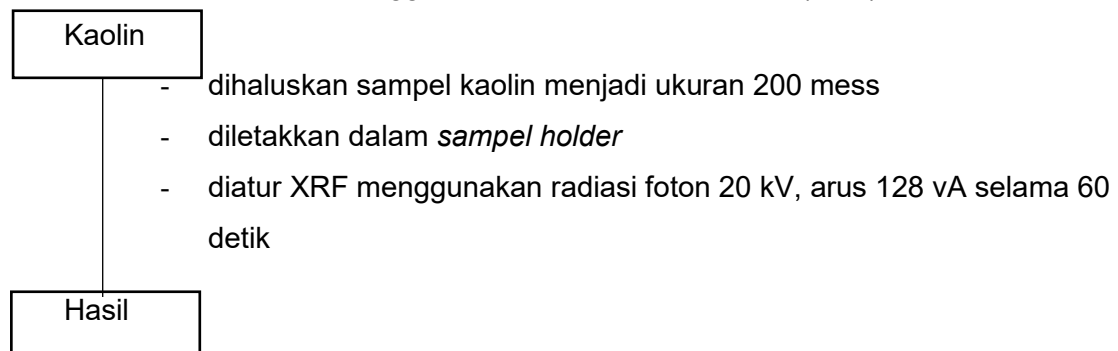
#### 1.2 Sintesis Metakaolin



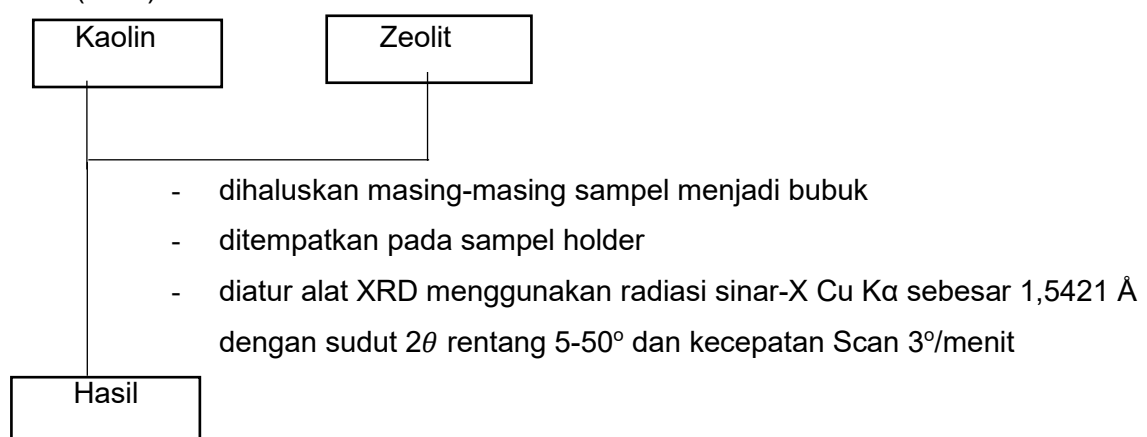
## 1.2 Sintesis Metakaolin

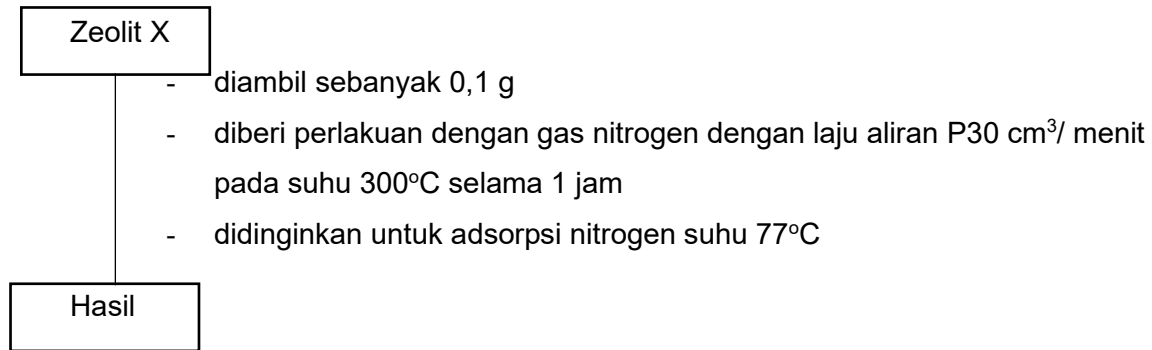
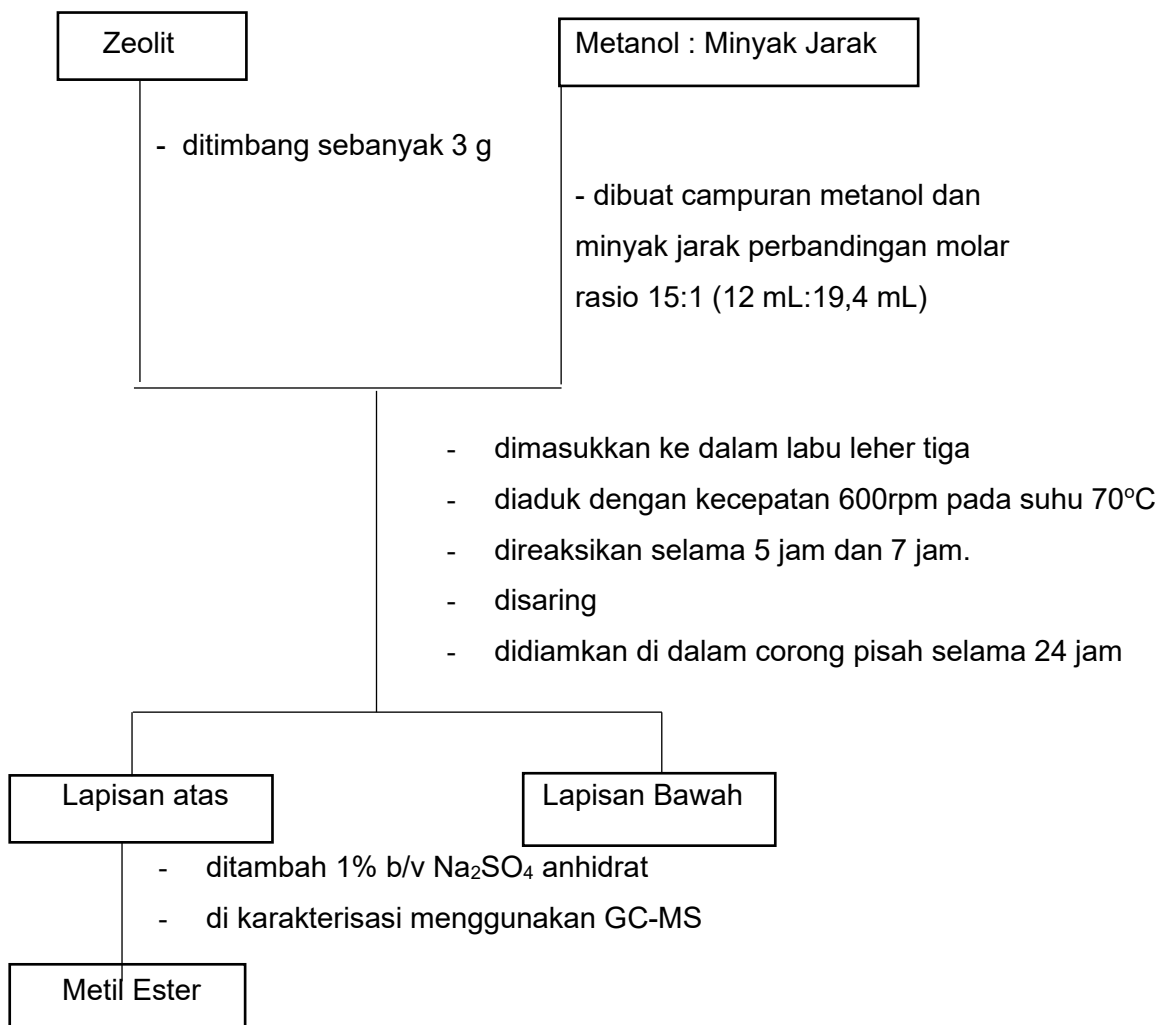
1.3 Ekstraksi SiO<sub>2</sub>

## 1.4 Sintesis Zeolit X metode sonikasi

1.5 Karakterisasi Kaolin Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

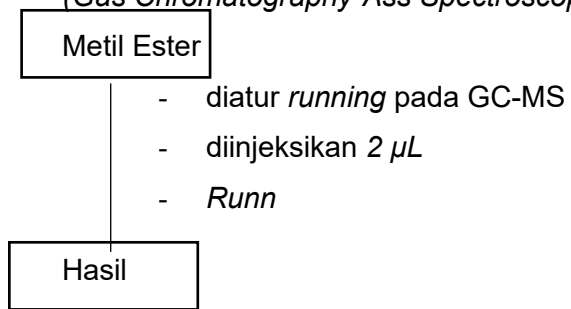
## 1.6 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit X menggunakan Teknik Difraksi sinar-X (XRD)



1.7 Karakterisasi Zeolit X menggunakan adsorpsi nitrogen ( $N_2$ )1.8 Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak (*Ricinus communis*)



1.9 Karakterisasi Metil Ester Dari Transesterifikasi Minyak Jarak Menggunakan GC-MS  
(*Gas Chromatography-Ass Spectroscopy*)



## Lampiran .2 Perhitungan

### 3.1 Rasio Molar Si/Al Kaolin Blitar

Hasil XRF Kaolin :

$$\text{Si} = 99,2\%$$

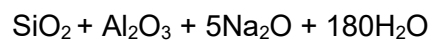
Sintesis Zeolit

$$\text{SiO}_2 = 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{Ar SiO}_2 = 28,082 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr SiO}_2 = 60,082 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa SiO}_2 = \text{Mol} \times \text{Mr SiO}_2$$



$$0,1 \quad 0,0025 \quad 0,125 \quad 4,5$$

$$\text{Berat SiO}_2 = 60,082 \times 0,1$$

$$= 6,0082 \text{ gram}$$

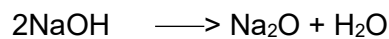
$$\frac{100\%}{99,2\%} \times 6,0082 = 6,04 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Al}_2\text{O}_3 = 0,025 \text{ mol}$$

$$\text{Mr Al}_2\text{O}_3 = 102 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = 0,025 \text{ mol} \times 102 \text{ gram/mol}$$

$$= 2,55 \text{ gram}$$



$$0,25 \quad \quad \quad 0,125$$

$$\text{Mol NaOH} = 0,25 \text{ mol}$$

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa NaOH} = \text{Mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,25 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol}$$

$$= 10 \text{ gram}$$

$$\text{Mol H}_2\text{O} = 4,5 \text{ mol}$$

$$\text{Mr H}_2\text{O} = 18 \text{ gram/mol}$$

$$\rho = 0,9970 \text{ gram/mL}$$

$$\text{Massa H}_2\text{O} = \text{Mol} \times \text{Mr}$$

$$= 4,5 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol}$$

$$= 81 \text{ gram}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \frac{81 \text{ gram}}{0,9970 \text{ gram/mL}}$$

$$= 81,24 \text{ mL}$$

Sintesis zeolit X

1. SiO<sub>2</sub> 6,04 gram
2. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2,55 gram
3. NaOH 81 gram
4. H<sub>2</sub>O 81,24 mL

### 3.2 Pembuatan Larutan HCL

Larutan HCL 1 M (BM = 35,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCL pekat 37% dalam labu ukur 100,L. Perhitungan pengenceran sebagai berikut :

Konsentrasi HCL dalam molar

$$\text{HCL } 37\% \left(\frac{b}{b}\right) = \frac{37 \text{ g HCL}}{100 \text{ g larutan}}$$

$$\rho = 1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$\frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g}} = \frac{X}{1 \text{ mL}}$$

$$100 \text{ g} = 1,19 \text{ g/L} \times X$$

$$X = \frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g}} = 84,03 \text{ mL} = 0,08403 \text{ L}$$

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

$$N = \frac{g}{Mr} = \frac{37 \text{ g}}{36,6 \text{ g/mol}} = 1,01 \text{ mol}$$

$$M = \frac{1,01 \text{ mol}}{0,08403 \text{ L}} = 12,063 \text{ M}$$

Pengenceran HCL : M1 x V1

$$12,063\text{M} \times V1 = 1\text{M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V1 = 8,289 \text{ mL}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1M sebanyak 100 mL maka diambil 8,3 mL larutan HCL pekat 37% dan dimasukkan dalam beaker glass dengan akuades dimasukkan terlebih dahulu. Setelah HCL ditambahkan, selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan lagi akuades hingga 100 mL.

Larutan HCL 3 M (BM = 35,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCL pekat 37% dalam labu ukur 100,L. Perhitungan pengenceran sebagai berikut :

Konsentrasi HCL dalam molar

$$\text{HCL } 37\% \left(\frac{b}{b}\right) = \frac{37 \text{ g HCL}}{100 \text{ g larutan}}$$

$$\rho = 1,19 \frac{g}{mL}$$

$$\frac{100 g}{1,19 g} = \frac{X}{1 mL}$$

$$100 g = 1,19 g/L \times X$$

$$X = \frac{100 g}{1,19 g} = 84,03 mL = 0,08403 L$$

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

$$N = \frac{g}{Mr} = \frac{37 g}{36,6 g/mol} = 1,01 mol$$

$$M = \frac{1,01 mol}{0,08403 L} = 12,063 M$$

$$\text{Pengenceran HCL} : M_1 \times V_1$$

$$12,063M \times V_1 = 3M \times 100 mL$$

$$V_1 = 124,3 mL$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1M sebanyak 100 mL maka diambil 124,3 mL larutan HCl pekat 37% dan dimasukkan dalam beaker glass dengan akuades dimasukkan terlebih dahulu. Setelah HCl ditambahkan, selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan lagi akuades hingga 100 mL.

### 3.3 Pembuatan Larutan NaOH

$$\text{Berat molekul NaOH} = 39,99 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = 7 M$$

NaOH dalam 100 ml akuades

$$\begin{aligned} M &= BM \times M \times V \\ &= 39,99 \text{ gram/mol} \times 7M \times 1 \\ &= 280 \text{ gram} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan NaOH 7M sebanyak 100 mL maka diambil 280 gram NaOH. Lalu ditambah dengan akuades diaduk hingga NaOH larut dalam akuades selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100mL dan ditanda batasan, selanjutnya dihomogenkan.

### 3.4 Penentuan Jumlah Metanol : Minyak Jarak

perbandingan molar rasio metanol dan minyak jarak yang digunakan yakni 15:1

Minyak jarak (10mL)

$$\rho \text{ Trigliserida} = 0,9 \text{ gram/mL}$$

$$\text{Berat molekul Minyak jarak} = 871 \text{ gram / mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Minyak jarak} &= V \times \rho \\ &= 10 \text{ mL} \times 0,9 \text{ gram/mL} \\ &= 9 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol minyak jarak} &= \frac{\text{massa minyak jarak}}{\text{berat molekul}} \\ &= \frac{9 \text{ gram}}{871 \text{ gram/mol}} \\ &= 0,0103 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\text{Minyak jarak : Metanol} = 1 : 15$$

$$\text{Berat molekul metanol} = 32,0422 \text{ gram/mol}$$

$$\rho \text{ Methanol} = 0,7918 \text{ gram/mL}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol Metanol} &= \text{perbandingan metanol} \times \\ &= 15 \times 0,0103 \\ &= 0,1549 \text{ mol}\end{aligned}$$

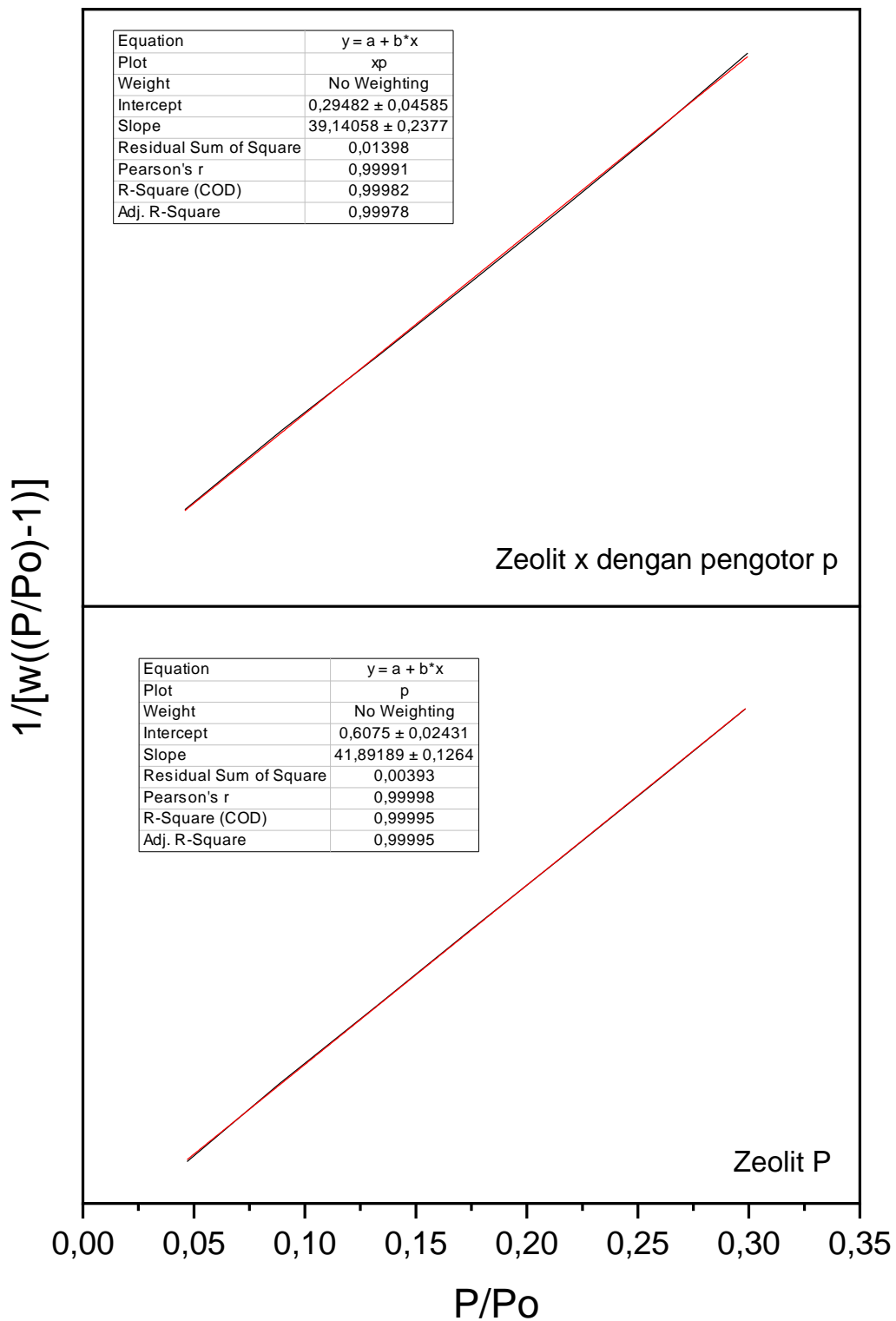
$$\begin{aligned}\text{Massa Metanol} &= \text{mol metanol} : \text{Berat molekul metanol} \\ &= 0,1549 \text{ mol} \times 32,0422 \text{ gram/mol} \\ &= 4,966 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume Metanol} &= \frac{\text{massa methanol}}{\rho \text{ Methanol}} \\ &= \frac{4,966 \text{ gram}}{0,7918 \text{ gram/mL}} \\ &= 6,2722 \text{ mL}\end{aligned}$$

Katalis zeolit :

$$5\% = \frac{5\%}{100\%} = 0,81 \text{ gram}$$

### 3.5 Luas Permukaan Zeolit Hasil Sintesis



#### 3.5.1 Zeolit X dengan pengotor P

$$N = 6,0225 \times 10^{23} \text{ molekul/mol}$$

$$Acs = 16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$W = 28,013 \text{ g/mol}$$

$$s = 39.1409 \quad i = 0.294761$$

$$W_m = \frac{1}{s+i}$$

$$W_m = \frac{1}{39.1409 + 0.294761} = 0.32030$$

$$S_t = \frac{W_m}{M} \cdot N \cdot Acs$$

$$S_t = \frac{0.32030}{28,013} \cdot 6,0225 \times 10^{23} \cdot 16,2 \times 10^{-20}$$

$$S_t = 88,30 \text{ m}^2/\text{g}$$

### 3.5.2 Zeolit P

$$N = 6,0225 \times 10^{23} \text{ molekul/mol}$$

$$Acs = 16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$W = 28,013 \text{ g/mol}$$

$$s = 41.8919 \quad i = 0.607497$$

$$W_m = \frac{1}{s+i}$$

$$W_m = \frac{1}{41.8919 + 0.607497} = 0.63136$$

$$S_t = \frac{W_m}{M} \cdot N \cdot Acs$$

$$S_t = \frac{0.63136}{28,013} \cdot 6,0225 \times 10^{23} \cdot 16,2 \times 10^{-20}$$

$$S_t = 81,94 \text{ m}^2/\text{g}$$

### 3.6 Penentuan Persen Metil Ester yang Berhasil Dikonversi

$$\% \text{ Metil Ester} = \frac{\text{Luas Area}}{\text{Total Luas Area}} \times 100\%$$

#### 3.6.1 Persen metil ester menggunakan zeolit x dengan pengotor p 5 jam

$$\% \text{ Metil miristat} = \frac{11220}{1399003} \times 100 \% = 0,80 \%$$

$$\% \text{ Metil oleat} = \frac{90905}{1399003} \times 100 \% = 6,50 \%$$

$$\% \text{ Metil risinoleat} = \frac{1296878}{1399003} \times 100 \% = 92,70 \%$$

#### 3.6.2 Persen metil ester menggunakan zeolit x dengan pengotor p 7 jam

$$\% \text{ Metil oleat} = \frac{14892}{51454} \times 100 \% = 28,94 \%$$

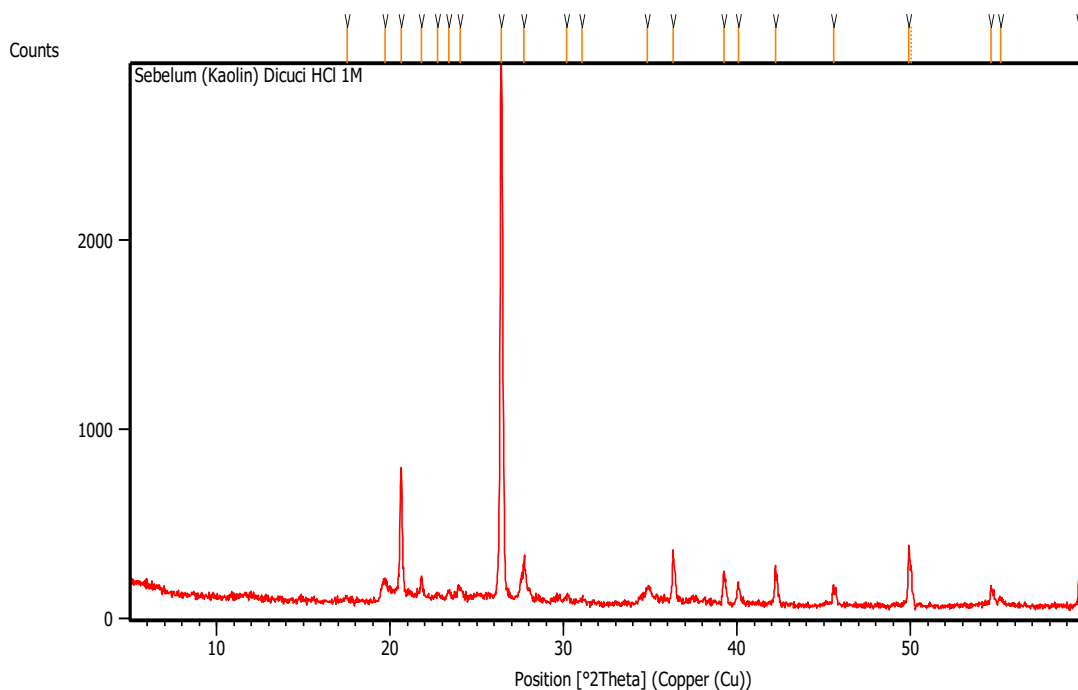
$$\% \text{ metil risinoleat} = \frac{18063}{51454} \times 100 \% = 35,11 \%$$





## Lampiran 4 Data Karakterisasi XRD

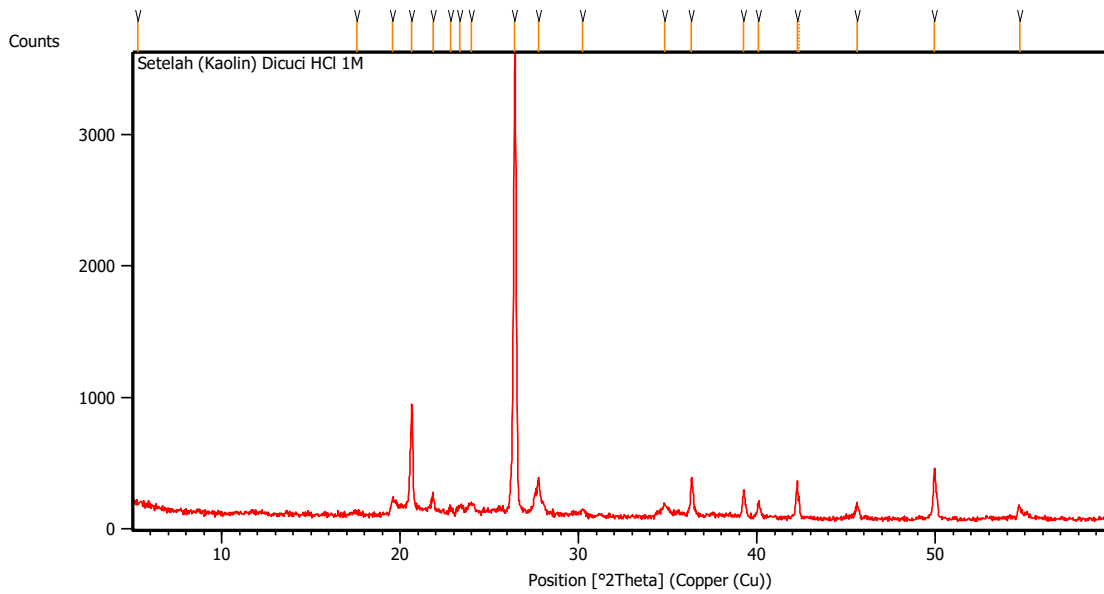
### 1. Hasil Karakterisasi XRD Kaolin Alam Blitar Sebelum dicuci dengan HCl 1M



#### Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.5157	18.20	0.4015	5.06332	0.65
19.6854	120.98	0.3011	4.50989	4.35
20.6170	716.64	0.0836	4.30816	25.75
21.8012	137.53	0.0669	4.07675	4.94
22.7090	48.24	0.2676	3.91579	1.73
23.3719	57.29	0.2007	3.80621	2.06
24.0228	77.69	0.2676	3.70453	2.79
26.3870	2782.96	0.1506	3.37774	100.00
27.7081	211.79	0.0836	3.21963	7.61
30.1816	35.29	0.2007	2.96116	1.27
31.0651	24.00	0.4015	2.87893	0.86
34.8375	87.19	0.2342	2.57534	3.13
36.2974	273.54	0.0669	2.47504	9.83
39.2258	158.79	0.0836	2.29676	5.71
40.0613	104.36	0.1673	2.25076	3.75
42.2002	207.03	0.0669	2.14150	7.44
45.5558	109.14	0.0612	1.98961	3.92
49.8950	328.41	0.1020	1.82627	11.80
50.0383	202.70	0.0612	1.82590	7.28
54.6400	94.69	0.0816	1.67836	3.40
55.1889	34.04	0.2448	1.66296	1.22
59.7112	229.06	0.0816	1.54736	8.23
59.8734	173.08	0.0816	1.54355	6.22

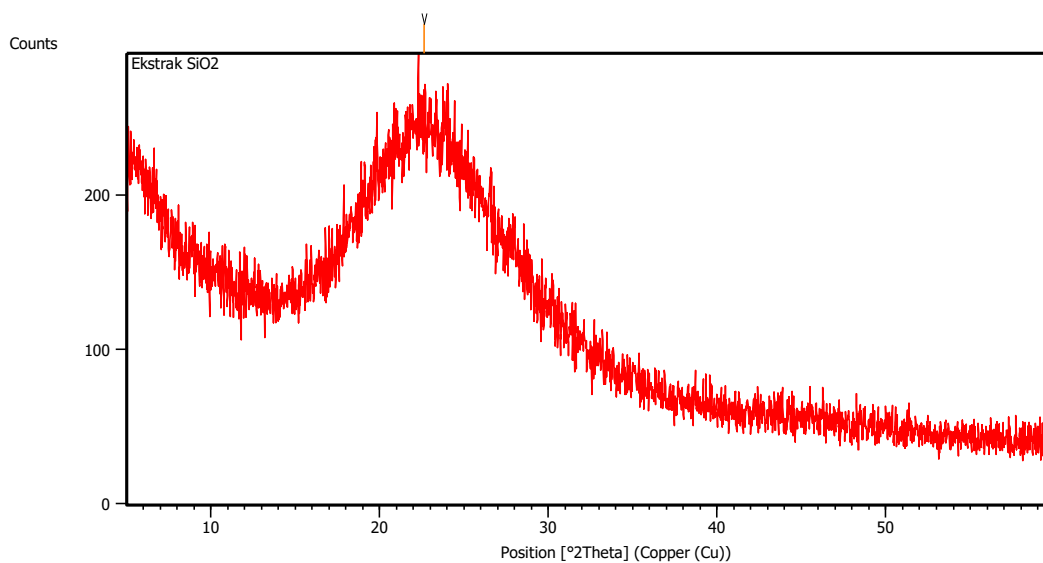
## 2. Hasil Karakterisasi XRD Kaolin Setelah Pencucian dengan HCl 1M



### Peak List:

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.2919	56.89	0.8029	16.69998	1.64
17.5501	25.75	0.5353	5.05348	0.74
19.5798	129.83	0.1004	4.53398	3.74
20.6367	844.17	0.1171	4.30410	24.34
21.8336	154.92	0.1338	4.07078	4.47
22.8213	55.19	0.2007	3.89678	1.59
23.3325	71.04	0.2676	3.81254	2.05
24.0063	89.02	0.2676	3.70705	2.57
26.4196	3468.27	0.1338	3.37364	100.00
27.7581	294.43	0.0669	3.21394	8.49
30.2363	54.59	0.2676	2.95593	1.57
34.8159	97.83	0.1338	2.57689	2.82
36.3233	295.40	0.1004	2.47334	8.52
39.2474	214.48	0.0836	2.29554	6.18
40.0937	130.75	0.0836	2.24902	3.77
42.2430	242.70	0.0612	2.13766	7.00
42.3626	138.09	0.0612	2.13720	3.98
45.6009	133.84	0.0816	1.98775	3.86
49.9434	388.08	0.1020	1.82462	11.19
54.7077	86.16	0.1632	1.67644	2.48
59.7592	229.28	0.1224	1.54623	6.61

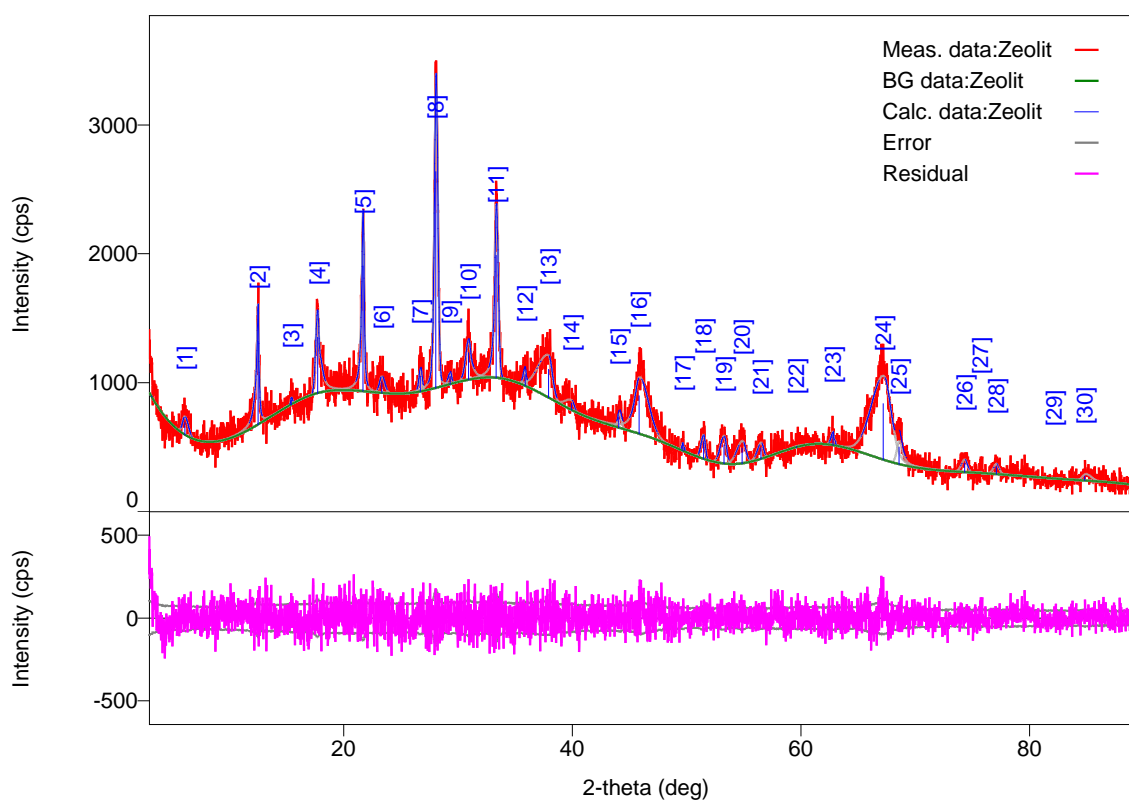
### 3. Hasil XRD Ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari Kaolin Alam Blitar



#### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.6563	54.49	0.0900	3.92154	100.00

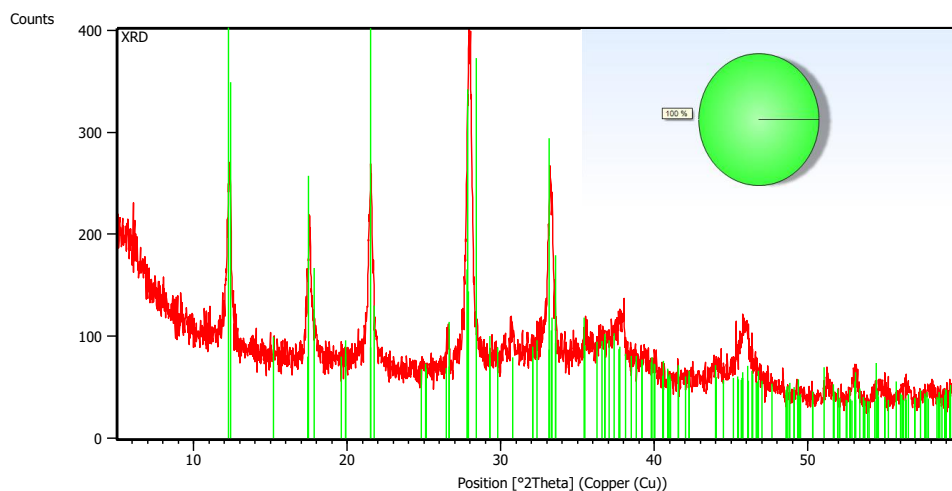
### 4. Hasil XRD Sintesis zeolit X variasi stirrer 9 hari sonikasi 4 jam



## Peak list

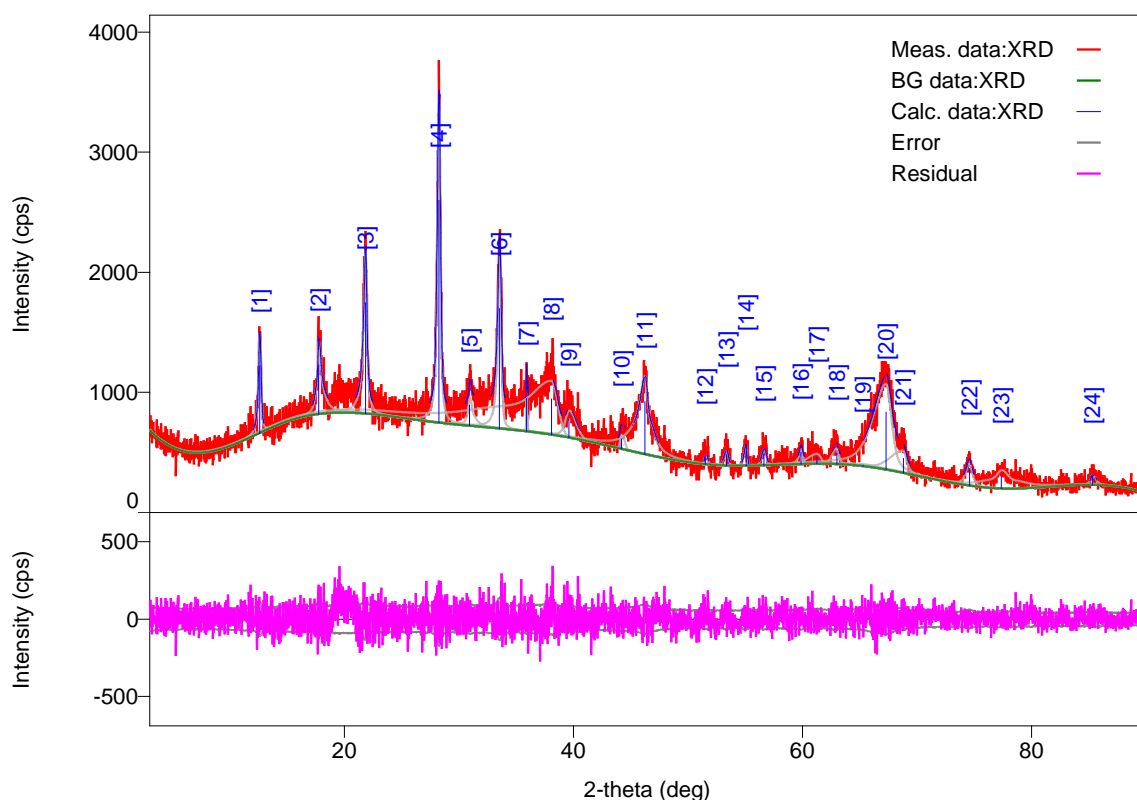
No.	2-theta(deg)	d(an.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	6.12(12)	14.4(3)	97(28)	0.58(11)	59(16)	0.6(3)	0.7(6)
2	12.530(6)	7.059(3)	645(73)	0.21(3)	253(11)	0.39(6)	2.7(13)
3	15.42(6)	5.74(2)	38(18)	0.17(17)	7(9)	0.2(3)	1(3)
4	17.73(2)	4.999(6)	434(60)	0.37(3)	250(17)	0.58(12)	1.2(2)
5	21.71(2)	4.090(4)	974(90)	0.23(2)	347(13)	0.36(5)	1.8(10)
6	23.34(5)	3.808(8)	87(27)	0.53(14)	49(18)	0.6(4)	0.8(11)
7	26.73(10)	3.333(12)	121(32)	0.30(8)	39(14)	0.3(2)	1.3(16)
8	28.074(10)	3.1759(11)	1679(118)	0.345(8)	694(15)	0.41(4)	0.93(11)
9	29.34(6)	3.042(6)	61(23)	0.32(11)	21(7)	0.4(2)	2.0(15)
10	30.95(7)	2.887(7)	212(42)	0.53(9)	152(18)	0.7(2)	1.6(13)
11	33.33(2)	2.6859(19)	951(89)	0.33(3)	417(18)	0.44(6)	0.7(3)
12	35.88(4)	2.501(3)	87(27)	0.26(10)	24(7)	0.27(17)	2.9(10)
13	37.92(9)	2.371(5)	221(43)	1.47(9)	345(32)	1.6(5)	2.9(10)
14	39.93(11)	2.256(6)	52(21)	0.9(4)	49(17)	0.9(7)	2.9(10)

## 5. Hasil XRD Sintesis zeolit X variasi stirrer 8 hari sonikasi 2 jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.3590	159.34	0.2007	7.16194	51.76
17.5390	140.91	0.1004	5.05666	45.78
21.5993	153.59	0.1171	4.11440	49.89
26.5993	32.83	0.1338	3.35126	10.66
28.0118	307.83	0.3346	3.18541	100.00
30.7197	27.56	0.2007	2.91051	8.95
33.2190	179.19	0.2342	2.69702	58.21
37.9638	37.64	0.4015	2.37015	12.23
43.9874	13.72	0.4015	2.05855	4.46
46.0118	55.34	0.4015	1.97258	17.98
51.2891	17.02	0.2676	1.78133	5.53
52.9841	25.55	0.4015	1.72827	8.30
54.6514	15.47	0.6691	1.67943	5.03
56.3685	12.20	0.6691	1.63227	3.96
57.9131	8.77	0.6691	1.59236	2.85

## 6. Hasil XRD Sintesis zeolit X variasi stirrer 2 hari sonikasi 2




### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	12.62(2)	7.009(13)	562(68)	0.27(2)	213(12)	0.38(7)	1.0(4)
2	17.777(12)	4.985(3)	413(59)	0.40(6)	310(17)	0.75(15)	0.5(2)
3	21.87(2)	4.061(4)	923(88)	0.33(3)	508(16)	0.55(7)	2.0(8)
4	28.264(13)	3.1549(14)	1853(124)	0.326(11)	834(20)	0.45(4)	1.3(2)
5	30.95(3)	2.887(3)	173(38)	0.34(15)	119(23)	0.7(3)	0.5(6)
6	33.56(2)	2.6683(17)	1003(91)	0.34(2)	485(21)	0.48(7)	1.4(4)
7	35.917(10)	2.4983(6)	277(48)	0.04(3)	18(6)	0.07(3)	1(3)
8	38.10(3)	2.360(2)	299(50)	3.6(2)	2115(83)	7.1(15)	5.0(12)
9	39.60(4)	2.274(2)	152(36)	1.09(10)	195(15)	1.3(4)	0.6(6)
10	44.19(4)	2.0479(18)	82(26)	0.42(11)	36(12)	0.4(3)	0.5(9)
11	46.26(2)	1.9608(10)	441(61)	1.05(5)	878(27)	2.0(3)	2.05(1)
12	51.5(2)	1.772(6)	59(22)	0.27(16)	17(10)	0.3(3)	0.6(5)
13	53.37(3)	1.7152(10)	86(27)	0.42(11)	39(13)	0.4(3)	2(3)
14	55.086(19)	1.6658(5)	123(32)	0.28(5)	36(6)	0.29(12)	5(7)
15	56.65(3)	1.6234(9)	94(28)	0.43(10)	43(12)	0.5(3)	1.5(19)
16	59.89(4)	1.5432(8)	99(29)	0.30(16)	43(12)	0.4(2)	2(4)
17	61.28(8)	1.5114(18)	55(21)	1.3(3)	76(20)	1.4(9)	3(5)
18	63.02(5)	1.4739(10)	92(28)	0.58(15)	65(18)	0.7(4)	5(9)
19	65.3(16)	1.43(3)	11(9)	4(4)	66(67)	6(12)	1(3)
20	67.30(2)	1.3902(4)	479(63)	1.89(10)	1211(82)	2.5(5)	2.7(18)
21	68.83(4)	1.3630(7)	124(32)	1.63(17)	242(25)	2.0(7)	5(5)
22	74.60(5)	1.2712(7)	145(35)	0.51(9)	115(22)	0.8(3)	2.9(14)
23	77.37(13)	1.2325(17)	105(30)	1.7(3)	379(33)	3.6(13)	0.9(4)
24	85.33(7)	1.1366(7)	75(25)	0.31(14)	41(8)	0.5(3)	1.3(11)

## Lampiran 5 Hasil SAA

## 1. Hasil SAA Zeolit X dengan pengotor P

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA		Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta LABORATORIUM TERPADU Quantachrome TouchWin v1.22			
Report date:	Mon Aug 14 2023	Operator:	Yusuf		
Filename:	09670823_1.qcuPhysIso				
Analysis Information					
Sample ID	0967_1	Weight	0.0716g		
Description	Zeolit XP 2jam sonikasi				
Analysis Data ID	(012b1ab8-08c0-4521-bd2f-9805564704ca)				
Operator	Yusuf	Date	2023.08.14	Duration	31.5min
Instrument	St 3 on NOVA touch 4LX (s/n:170170510001)			Firmware	1.07
Comments	description of sample				
Ambient Temp.	21.31°C	Void Volume Mode	NOVA mode	Cell ID	23
Cell Type	9mm w/o rod	Thermal Delay	300sec	Po Mode	Continuous
Adsorbate Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013g/mol	Cross Section Area	16.2Å <sup>2</sup> /mol
Non-ideality	6.580000e-051/mbar	Bath Temperature	77.35K		
Degas information Time	3.0min	Temp	300.000000°C		
Data Reduction Parameters					
Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0Å		
Eff. Cell Diameter	0mm				
Adsorbate Model Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.0134g	Cross Section Area	16.2Å <sup>2</sup> /molecc
Bath Temperature	77.35K				
BET Multi-point BET results					
Isotherm Branch	Adsorption				
Slope	39.1409				
Intercept	0.294761				
Correlation coeff., r	0.999908				
C constant	133.788				
Surface area	88.309 m <sup>2</sup> /g				
Table - BET Multi-point BET					
Relative Pressure	Volume Adsorbed @ STP		1 / [ W((P/Po) - 1) ]		
	cc/g				
0.0459018	18.2109		2.1138		
0.0898602	20.4859		3.8562		
0.133252	22.4183		5.4869		
0.174505	23.8938		7.0788		
0.214801	25.3015		8.6509		
0.257216	26.7927		10.3411		
0.299514	28.2881		12.0938		

## 2. Hasil SAA Zeolit X dengan pengotor P

## UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta  
 LABORATORIUM TERPADU  
 Quantachrome TouchWin v1.22

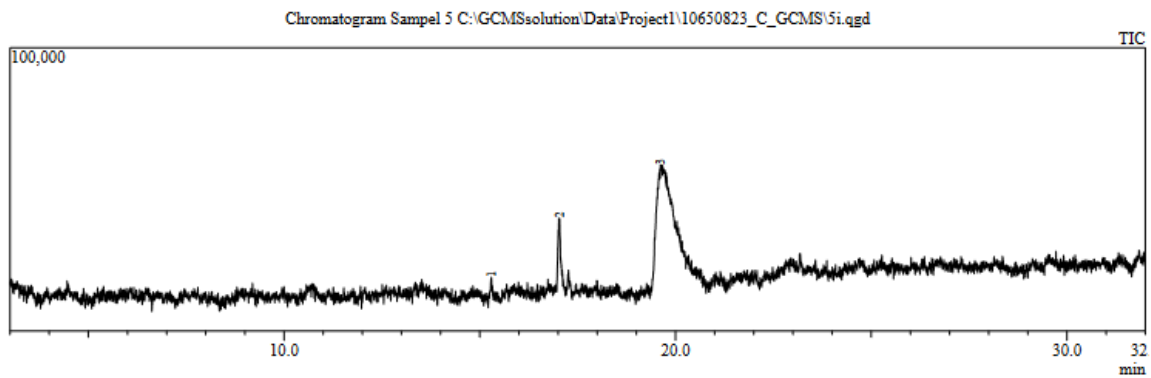


Report date: Tue Jul 18 2023 Operator: Yusuf  
 Filename: 08440723\_3.qcuPhysIso

Sample		Analysis Information	
ID	0844_3	Weight	0.0797g
Description	Zeolit P sonikasi		
<b>Analysis</b>			
Data ID	(439d48a3-500f-405d-81d1-aa55c97fc18c)		
Operator	Yusuf	Date	2023.07.18
Instrument	St 3 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]	Duration	56.4 min
Comments	description of sample		
Ambient Temp.	21.83 °C	Void Volume Mode	NOVA mode
Cell Type	9mm w/o rod	Thermal Delay	300 sec
Cell ID	43	Po Mode	Continuous
<b>Adsorbate</b>			
Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013 g/mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature	77.35 °C
Cross Section Area	16.25 m <sup>2</sup> /mol		
<b>Degas information</b>			
Time	3.0 min	Temp	300.000000 °C
<b>Data Reduction Parameters</b>			
Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0 Å
Eff. Cell Diameter	0 mm		
<b>Adsorbate Model</b>			
Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.0134 g
Bath Temperature	77.35 °C	Cross Section Area	16.25 m <sup>2</sup> /mol
<b>BET Multi-point BET results</b>			
Isotherm Branch	Adsorption		
Slope	41.8919		
Intercept	0.607497		
Correlation coeff., r	0.999977		
C constant	69.9582		
Surface area	81.943 m <sup>2</sup> /g		
<b>Table - BET Multi-point BET</b>			
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [ W((P/Po) - 1) ]	
0.0469169	15.5741	2.5290	
0.0885632	17.8631	4.3523	
0.132637	19.8013	6.1790	
0.173115	21.2625	7.8782	
0.215104	22.8129	9.6118	
0.256544	24.3412	11.3427	
0.298531	25.9777	13.1078	

**Lampiran 6 Hasil GCMS****1. Hasil GCMS 5 jam**

Sample Information  
Analyzed by : Admin  
Analyzed : 30/08/2023 17.56.52  
Sample Name : Sampel 5  
Sample ID : 5  
Vial # : 4  
Injection Volume : 2.00  
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\11\_07\_2023.qgt



Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%
1	15.295	15.250	15.315	11220	0.80
2	17.036	16.935	17.130	90905	6.50
3	19.617	19.390	20.440	1296878	92.70
				1399003	100.00



C:\GCMSolution Data Project\10650823\_C\_GCMS-51.apd

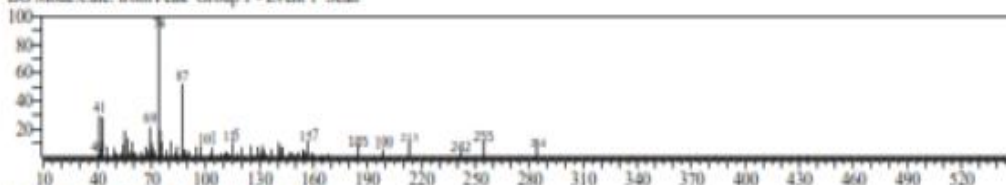
Similarity Search Result

<< Target >>

Line# 1 RTime: 15.295(Scan#: 3060) MassPeaks: 314

RawMode: Averaged 15.290-15.300(3059-3061) BasePeak: 74.00(481)

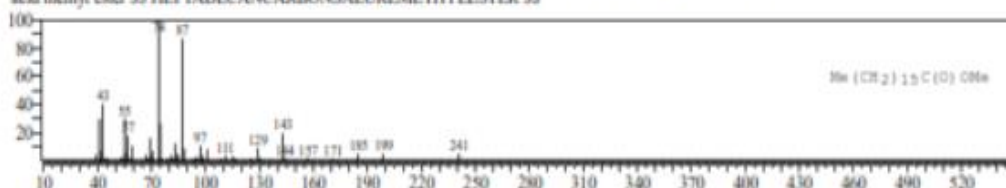
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



Hit# 1 Entry: 195588 Library: WILEY7.LIB

SI: 68 Formula: C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub> CAS: 1731-92-6 MolWeight: 284 RefIndex: 0

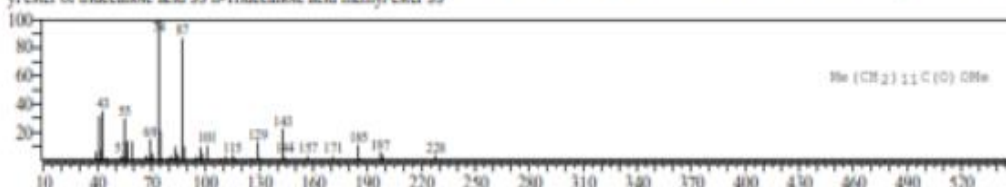
CompName: Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS n-Heptadecanoic acid methyl ester SS HEPTADECANOCARBONSAEUREMETHYLESTER SS



Hit# 2 Entry: 131461 Library: WILEY7.LIB

SI: 67 Formula: C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub> CAS: 1731-88-0 MolWeight: 228 RefIndex: 0

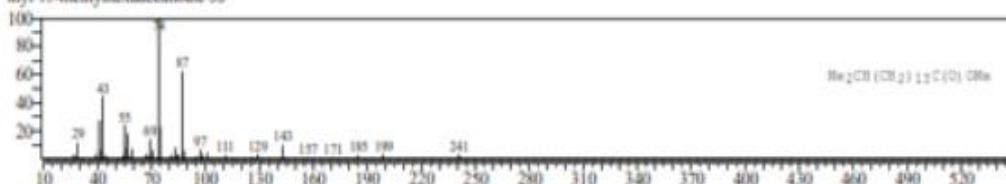
CompName: Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl tridecanoate SS METHYL N-TRIDECANOATE SS Tridecanoic acid methyl ester SS Methyl ester of tridecanoic acid SS n-Tridecanoic acid methyl ester SS



Hit# 3 Entry: 195602 Library: WILEY7.LIB

SI: 67 Formula: C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub> CAS: 6929-04-0 MolWeight: 284 RefIndex: 0

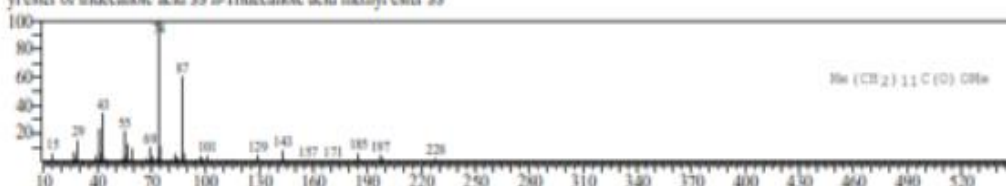
CompName: Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (CAS) METHYL-15-METHYL HEXADECANOATE SS Methyl isohexadecanoate SS Methyl 15-methylhexadecanoate SS



Hit# 4 Entry: 131462 Library: WILEY7.LIB

SI: 67 Formula: C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub> CAS: 1731-88-0 MolWeight: 228 RefIndex: 0

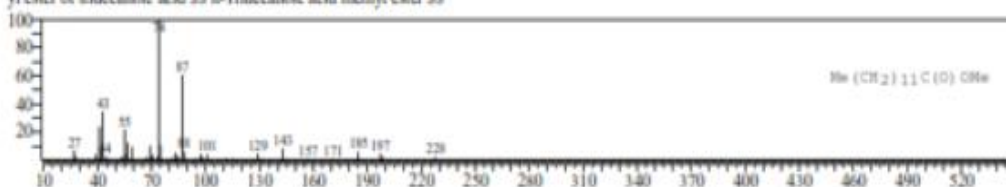
CompName: Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl tridecanoate SS METHYL N-TRIDECANOATE SS Tridecanoic acid methyl ester SS Methyl ester of tridecanoic acid SS n-Tridecanoic acid methyl ester SS



Hit# 5 Entry: 131463 Library: WILEY7.LIB

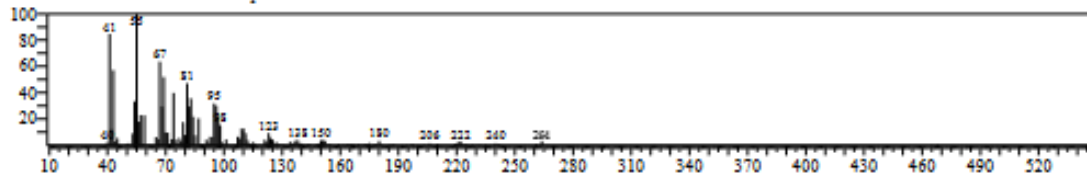
SI: 67 Formula: C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub> CAS: 1731-88-0 MolWeight: 228 RefIndex: 0

CompName: Tridecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl tridecanoate SS METHYL N-TRIDECANOATE SS Tridecanoic acid methyl ester SS Methyl ester of tridecanoic acid SS n-Tridecanoic acid methyl ester SS

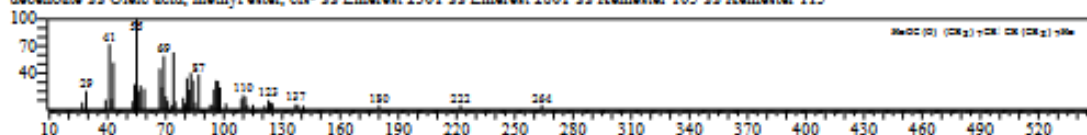


<< Target >>

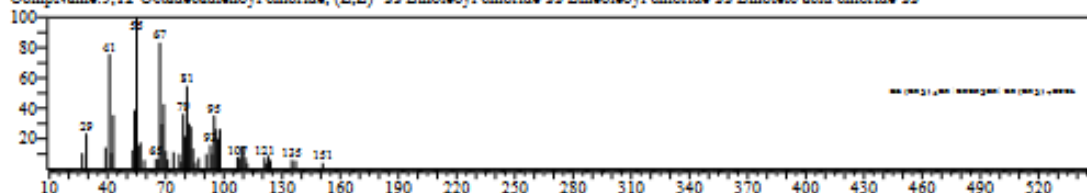
Line#2 R.Time:17.035(Scan#:3408) MassPeaks:274  
 RunMode:Averaged 17.030-17.040(3407-3409) BasePeak:55.00(2163)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



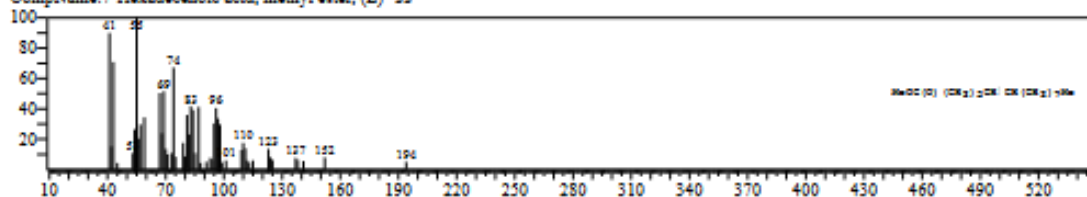
Hit#1 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB  
 SI:91 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$ Emery oleic acid ester 2301 \$\$ OLEIC ACID-METHYL ESTER \$\$ (Z)-9-OCTADECENOIC ACID, METHYL ESTER \$\$ (Z)-9-Octadecenoic acid methyl ester \$\$ Methyl-o-octadecenoate \$\$ cis-9-Octyldecenoic acid, methyl ester \$\$ Emery \$\$ Emery, oleic acid ester \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ Oleic acid, methyl ester, cis- \$\$ Emerest 2301 \$\$ Emerest 2801 \$\$ Kemester 105 \$\$ Kemester 115



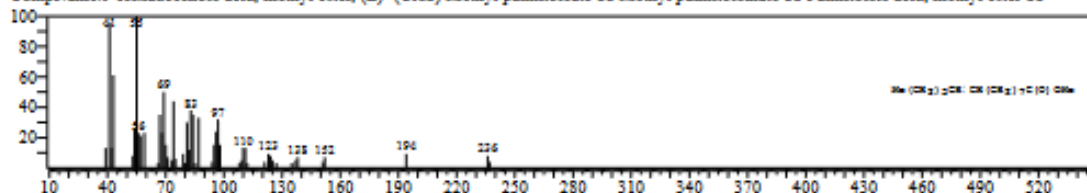
Hit#2 Entry:209385 Library:WILEY7.LIB  
 SI:91 Formula:C18 H31 Cl O CAS:7459-33-8 MolWeight:298 RefIndex:0  
 CompName:9,12-Octadecadienoyl chloride, (Z,Z)- \$\$ Linoleoyl chloride \$\$ Linoleoyl chloride \$\$ Linoleic acid chloride \$\$



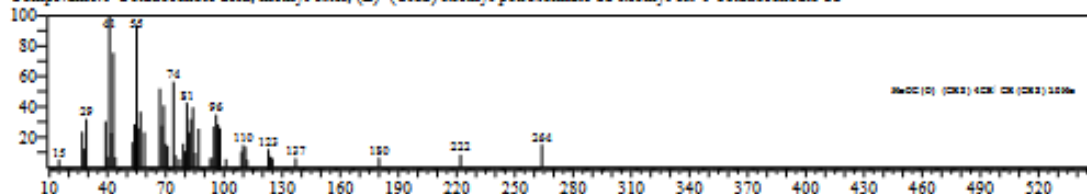
Hit#3 Entry:177667 Library:WILEY7.LIB  
 SI:90 Formula:C17 H32 O2 CAS:56875-67-3 MolWeight:268 RefIndex:0  
 CompName:7-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- \$\$



Hit#4 Entry:178117 Library:WILEY7.LIB  
 SI:90 Formula:C17 H32 O2 CAS:1120-25-8 MolWeight:268 RefIndex:0  
 CompName:9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate \$\$ Methyl palmitoleinate \$\$ Palmitoleic acid, methyl ester \$\$

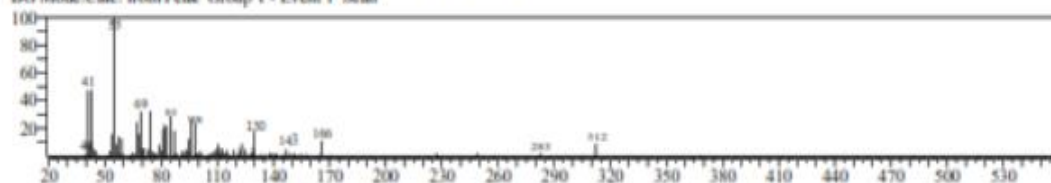


Hit#5 Entry:207847 Library:WILEY7.LIB  
 SI:90 Formula:C19 H36 O2 CAS:2777-58-4 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:6-Octadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl petroselinate \$\$ Methyl cis-6-octadecenoate \$\$

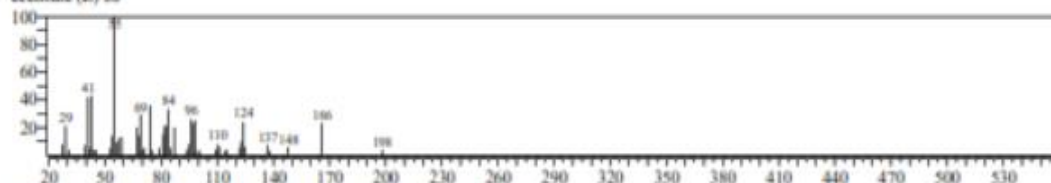


&lt;&lt; Target &gt;&gt;

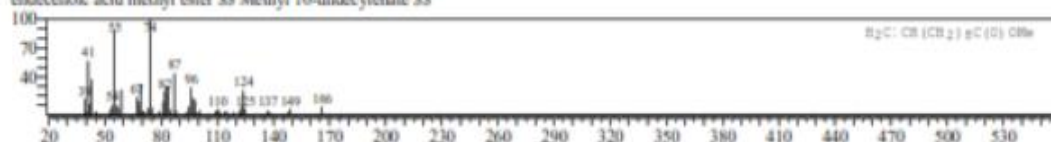
Line#3 R.Time:19.615(Scan#:3924) MassPeak:341  
 RawMode:Averaged 19.610-19.620(3923-3925) BasePeak:55.00(5080)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



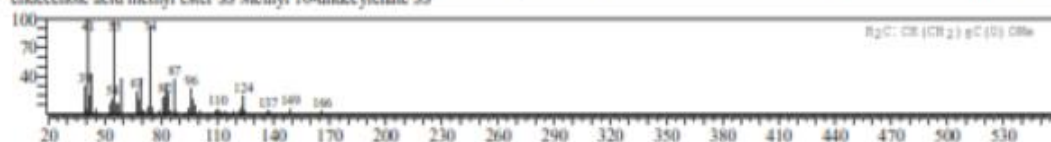
Hit#1 Entry:223327 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H36 O3 CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0  
 CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID SS Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate SS methyl ricinoleate SS methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate (Z) SS



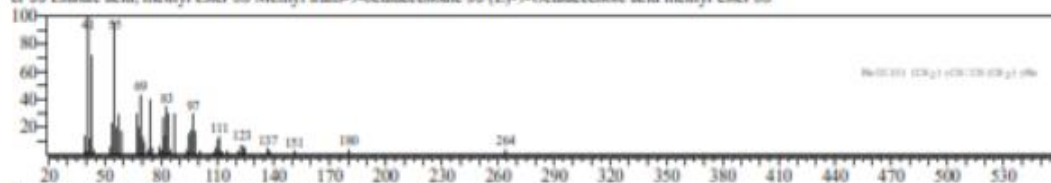
Hit#2 Entry:93463 Library:WILEY7.LIB  
 SI:89 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0  
 CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate SS METHYL UNDEC-10-ENOATE SS Methyl undecenoate SS Methyl undecenoate SS Methyl 10-undecenoate SS Undecenoic acid, methyl ester SS Undecylenic acid, methyl ester SS 10-Hendecenoic acid, methyl ester SS Undecylenic acid methyl ester SS METHYL UNDECYLENATE SS Methyl ester of 10-Undecenoic acid SS METHYL-10-UNDECENOATE SS 10-H endecenoic acid methyl ester SS Methyl 10-undecylenate SS



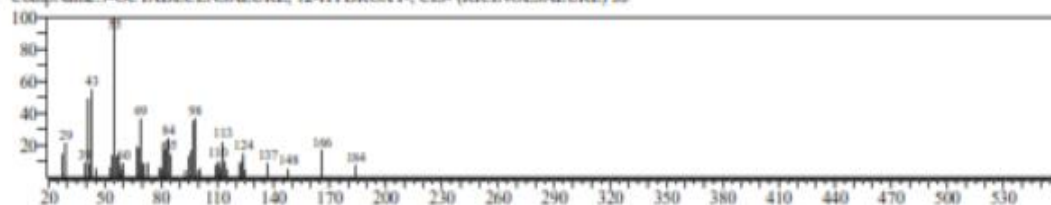
Hit#3 Entry:93465 Library:WILEY7.LIB  
 SI:88 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0  
 CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate SS METHYL UNDEC-10-ENOATE SS Methyl undecenoate SS Methyl undecenoate SS Methyl 10-undecenoate SS Undecenoic acid, methyl ester SS Undecylenic acid, methyl ester SS 10-Hendecenoic acid, methyl ester SS Undecylenic acid methyl ester SS METHYL UNDECYLENATE SS Methyl ester of 10-Undecenoic acid SS METHYL-10-UNDECENOATE SS 10-H endecenoic acid methyl ester SS Methyl 10-undecylenate SS



Hit#4 Entry:207873 Library:WILEY7.LIB  
 SI:88 Formula:C19 H36 O2 CAS:1937-62-8 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)- (CAS) Methyl elaidate SS METHYL-TRANS 9-OCTADECENOATE SS Elaidic acid methyl ester SS Elaidic acid, methyl ester SS Methyl trans-9-octadecenoate SS (E)-9-Octadecenoic acid methyl ester SS

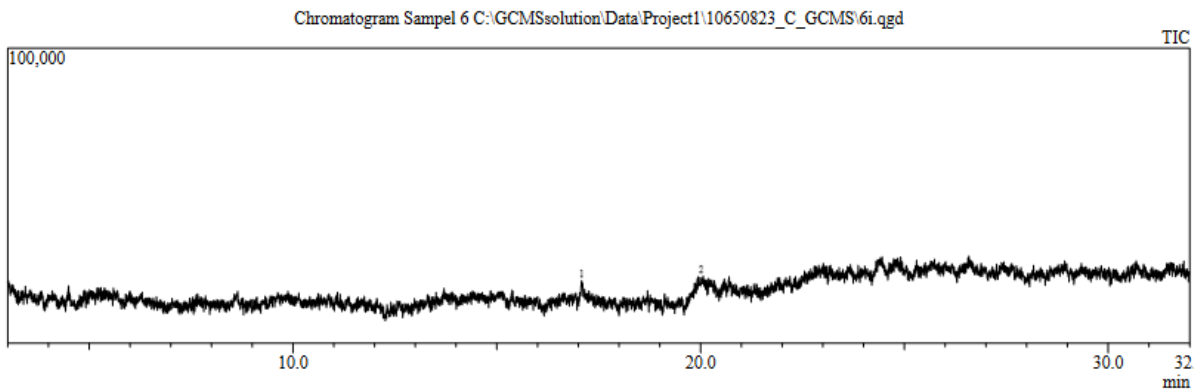


Hit#5 Entry:209403 Library:WILEY7.LIB  
 SI:87 Formula:C18 H34 O3 CAS:141-22-0 MolWeight:298 RetIndex:0  
 CompName:9-OCTADECENSAEURE, 12-HYDROXY-, CIS- (RICINOLSAEURE) SS



## 2. Hasil GCMS 7 jam

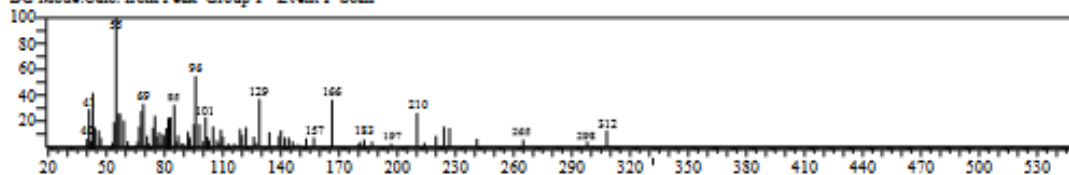
Sample Information  
Analyzed by : Admin  
Analyzed : 30/08/2023 18.34.35  
Sample Name : Sampel 6  
Sample ID : 6  
Vial # : 5  
Injection Volume : 2.00  
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\11\_07\_2023.qgt



Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Peak Report TIC	
				Area	Area%
1	17.079	17.030	17.130	14892	45.18
2	20.065	19.705	20.150	18063	54.81
				32955	100.00

--> Target -->

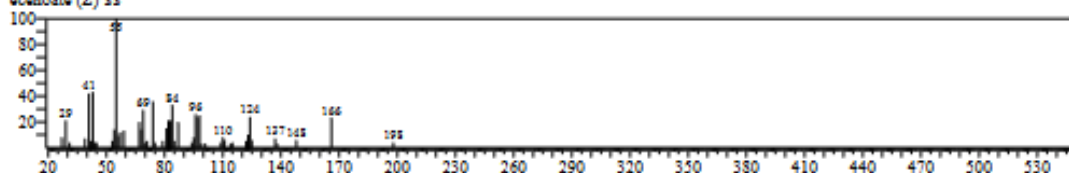
Line#:2 R.Time:20.065(Scan#:4014) MassPeak:264  
 RawMode:Averaged 20.060-20.070(4013-4015) BasePeak:55.00(270)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan



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

SI:60 Formula:C19 H36 O5 CAS:141-24-2 MolWeight:312 RetIndex:0

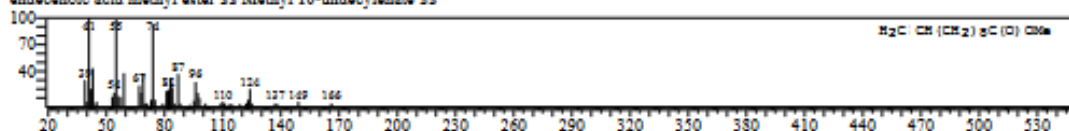
CompName:METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID \$\$ Methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate \$\$ methyl ricinoleate \$\$ methyl 12-hydroxy-9-octadecenoate (Z) \$\$



Hit#:2 Entry:93465 Library:WILEY7.LIB

SI:60 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0

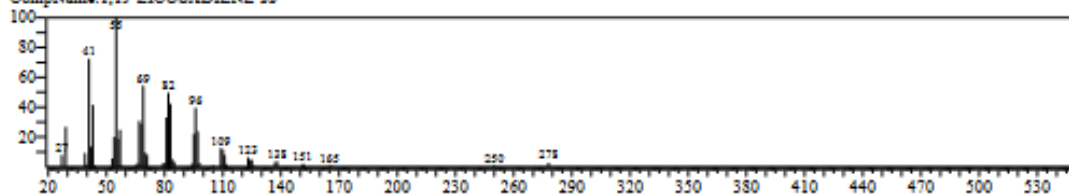
CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenoate \$\$ Methyl undecanoate \$\$ Methyl 10-undecanoate \$\$ Undecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid, methyl ester \$\$ 10-Hendecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid methyl ester \$\$ METHYL UNDECYLENATE \$\$ Methyl ester of 10-Undecenoic acid \$\$ METHYL-10-UNDECENOATE \$\$ 10-H undecenoic acid methyl ester \$\$ Methyl 10-undecylenate \$\$



Hit#:3 Entry:188801 Library:WILEY7.LIB

SI:59 Formula:C20 H38 CAS:14811-95-1 MolWeight:278 RetIndex:0

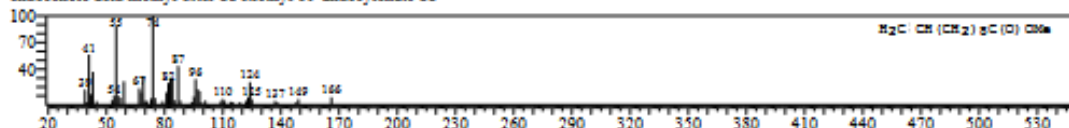
CompName:1,19-EICOSADIENE \$\$



Hit#:4 Entry:93465 Library:WILEY7.LIB

SI:59 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0

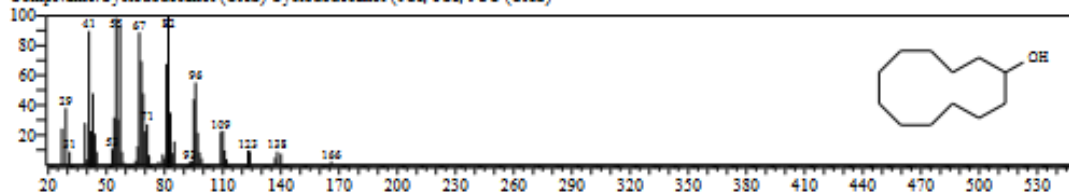
CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenoate \$\$ Methyl undecanoate \$\$ Methyl 10-undecanoate \$\$ Undecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid, methyl ester \$\$ 10-Hendecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid methyl ester \$\$ METHYL UNDECYLENATE \$\$ Methyl ester of 10-Undecenoic acid \$\$ METHYL-10-UNDECENOATE \$\$ 10-H undecenoic acid methyl ester \$\$ Methyl 10-undecylenate \$\$



Hit#:5 Entry:77012 Library:WILEY7.LIB

SI:58 Formula:C12 H24 O CAS:1724-39-6 MolWeight:184 RetIndex:0

CompName:Cyclododecanol (CAS) Cyclododecanol (6CI, 8CI, 9CC (CAS))



Lampiran 7 Dokumentasi kegiatan



Penggerusan Kaolin



Pengayakan kaolin



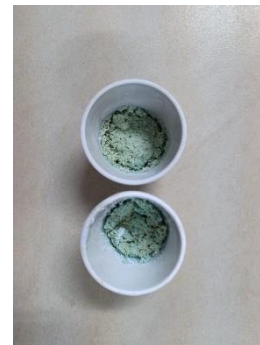
Proses Pencucian kaolin



Proses penyaringan



Hasil kaolin



Metakaolin kalsinasi 2 jam



Metakaolin kalsinasi 3 jam



Penambahan NaOH



Penambahan HCl



Proses penyaringan SiO<sub>2</sub>



Proses pengovenan SiO<sub>2</sub>



Proses pencucian SiO<sub>2</sub>

Hasil ekstraksi  $\text{SiO}_2$ 

Proses aging dan stirrer



Hasil sintesis



Proses refluks



Proses pencucian aquades panas



Hasil metil ester

