

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS
MENGUNAKAN FOTOKATALIS KOMPOSIT TiO₂-ZEOLIT
ALAM TERAKTIVASI**

SKRIPSI

Oleh:

KHOLIDAH ARI SUIVA

NIM. 10630013



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS KOMPOSIT TiO₂-ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI**

SKRIPSI

Diajukan Kepada:

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

Oleh:

**KHOLIDAH ARI SUIVA
NIM. 10630013**

JURUSAN KIMIA

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

2014

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS KOMPOSIT TiO₂-ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI**

SKRIPSI

**Oleh :
Kholidah Ari Suiva
NIM. 10630013**

Telah disetujui oleh:

Pembimbing Utama

Pembimbing Agama

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Ach. Nasichuddin, M.Ag
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS KOMPOSIT TiO₂-ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI**

SKRIPSI

Oleh:

**KHOLIDAH ARI SUIVA
NIM. 10630013**

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)
Tanggal: 10 September 2014

1. Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720 200312 2 001
2. Ketua Penguji : Elok Kamilah Hayati, M. Si (.....)
NIP. 19790620 200604 2 002
3. Sekr. Penguji : Suci Amalia, M. Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007
4. Anggota Penguji : Ach. Nasichuddin, M.Ag (.....)
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 00

PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbilalamin

Dengan senantiasa memanjatkan puji syukur ke hadirat Allah SWT, ku persembahkan karya sederhana ini untuk:

Ayah dan ibunda tercinta, Sucipto dan Musrifah terima kasih untuk semua yang telah engkau berikan selama ini, yang rela berkorban dengan segenap jiwa demi kesuksesanku, yang senantiasa meneteskan air mata dalam heningnya malam di setiap do'anya. Tak lupa pula untuk kakakku tersayang Helvizar, terima kasih banyak untuk dukungan dan nasihat yang telah kau berikan.

Sahabat-sahabatku yang sudah seperti keluargaku sendiri, Miftah, Fery, Alvin, Andri, Bibi, Fitri, Zakinah, Ucup yang selalu menghibur dan memberikan motivasi kepadaku, serta semua teman-teman chemistry A dan B 2010 terima kasih untuk kebersamaan selama menuntut ilmu 4 tahun ini. Khusus untuk teman spesial terima kasih telah memberikan ku semangat, walaupun jarak yang memisahkan kita tapi kau tak pernah luput memberikan doa dan dukungan.

Teman-teman seperjuangan di Lab. Anorganik (Selvi, Desy, Vina, Soifi, Iva, neng Alip dll) yang selalu memberikan dukungan dan bantuan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.

By:

Kholidah Vinetry

MOTTO

الْوَقْتُ كَالسَّيْفِ إِنْ لَمْ تَقْطَعْهَا قَطَعَكَ

“Waktu itu bagaikan pedang, jika kamu tidak memanfaatkannya menggunakan untuk memotong, ia akan memotongmu (menggilasmu)”
(H.R. Muslim)

“Learn from the mistakes in the past, try by using a different way, and always hope for a successful future”

Belajarlah dari kesalahan di masa lalu, mencoba dengan cara yang berbeda, dan selalu berharap untuk sebuah kesuksesan di masa depan.

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Kholidah Ari Suiva

NIM : 10630013

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Esterifikasi Minyak Goreng Bekas menggunakan
Fotokatalis Komposit TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 15 September 2014

Yang Membuat Pernyataan,

Kholidah Ari Suiva

NIM. 10630013

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT, pemilik dan penguasa alam semesta, karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi berjudul “Esterifikasi Minyak Goreng Bekas untuk menggunakan Fotokatalis Komposit TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi ”.

Penulis menyadari bahwa selama berlangsung penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini tak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu iringan do'a dan ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si.
2. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
4. Pembimbing dan Konsultan Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Nur Aini, M.Si.
5. Ibu penguji, Ibu Diana Candra D, M.Si dan Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
6. Penguji agama sekaligus pembimbing agama Bapak Ach. Nasichuddin, M.Ag.
7. Ibu Akyunul, M.Si selaku dosen wali yang telah membimbing penulis sejak awal masa studi.

8. Kedua orang tua tercinta yang dengan sepenuh hati memberikan dukungan dan do'a sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
9. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
10. Teman – teman seperjuangan angkatan 2010 Kimia A dan Kimia B Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang banyak membantu, berbagi semangat dan dukungan. Semoga kita semua sukses bersama.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik serta saran atas kekurangan skripsi ini sangat diharapkan. Akhir kata Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, 15 September 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR PERSAMAAN	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1 Kandungan dan Struktur Zeolit Alam	9
2.2 Aktivasi Zeolit	12
2.3 Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam menggunakan metode Hidrotermal	14
2.4 Semikonduktor TiO ₂ sebagai Fotokatalis	15
2.5 Biodiesel Sebagai Bahan Alternatif	22
2.6 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO ₂ /Zeolit Alam Teraktivasi	25
2.6.1 Identifikasi Struktur dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	26
2.6.2 Analisis Luas Permukaan Menggunakan Adsorpsi Methylen Blue.....	28
2.6.4 Analisis Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak.....	30
2.7 Pandangan Islam terhadap Kerusakan Lingkungan	32
BAB III METODE PENELITIAN	38
3.1 Waktu dan Tempat	38
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	38
3.2.1 Alat	38
3.2.2 Bahan	38
3.3 Tahapan Penelitian	39
3.4 Prosedur Penelitian	39
3.4.1 Preparasi Minyak Jelantah.....	39
3.4.2 Preparasi Zeolit Alam.....	40

3.4.3 Aktivasi Zeolit Alam	40
3.4.4 Sintesis Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal...	40
3.4.5 Karakterisasi Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi	41
3.4.5.1 Difraksi Sinar-X (XRD)	41
3.4.5.2 Methylen Blue	41
3.4.5.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum	41
3.4.5.2.2 Penentuan Waktu Operasional.....	41
3.4.5.2.3 Pembuatan Kurva Standar <i>Methylen Blue</i>	42
3.4.5.2.4 Penentuan Luas Permukaan	42
3.4.4.3 Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak	42
3.4.6 Uji Aktivitas Fotokatalis Material Komposit Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas	43
3.4.7 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Titration Asam Basa	44
3.4.7.1 Standarisasi NaOH	44
3.4.7.1 Penentuan Jumlah FFA.....	45
3.4.7.2 Penentuan Konversi FFA.....	45
3.5 Analisis Data	45
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	48
4.1 Preparasi Zeolit Alam	48
4.2 Aktivasi Zeolit Alam dengan Larutan NH ₄ NO ₃ 2 M	49
4.3 Hasil Sintesis Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal	54
4.4 Karakterisasi Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam	55
4.4.1 Karakterisasi dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	55
4.4.2 Karakterisasi Luas Permukaan dengan <i>Methylene Blue</i>	59
3.4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum	59
3.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku <i>Methylen Blue</i>	60
3.4.2.2 Penentuan Waktu Operasional.....	61
3.4.2.4 Penentuan Luas Permukaan	62
4.4.3 Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak.....	63
4.5 Uji Aktivasi Fotokatalis Material Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas	65
4.6 Pemanfaatan Limbah Minyak Goreng Bekas dalam Mengurangi Pencemaran Lingkungan Berdasarkan Perspektif Islam	70
BAB V PENUTUP.....	74
5.1 Kesimpulan	74
5.2 Saran	74
DAFTAR PUSTAKA.....	76

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik fisik zeolit alam	10
Tabel 2.2 Perbandingan sifat dari berbagai struktur kristal TiO_2	17
Tabel 2.3 SNI untuk biodiesel	23
Tabel 2.4 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium.....	30
Tabel 2.5 Hasil uji keasaman zeolit teraktivasi dan zeolit modifikasi.....	32
Tabel 3.1 Komposisi variasi komposit TiO_2 -Zeolit	41
Table 3.2 Uji reaksi esterifikasi dengan katalis komposit TiO_2 -zeolit.....	45
Tabel 4.1 Puncak-puncak khas pada TiO_2 , zeolit dan variasi komposit TiO_2 -zeolit Alam	57
Tabel 4.2 Nilai luas permukaan variasi komposit TiO_2 -zeolit alam	62
Tabel 4.3 Hasil uji keasaman katalis	64
Tabel 4.4 Nilai % konversi FFA pada variasi komposit TiO_2 -zeolit alam	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur modernit	11
Gambar 2.2	Penggabungan satuan (AlO ₄) ⁵⁻ dan (SiO ₄) ⁴⁻	12
Gambar 2.3	Daerah energi pada semikonduktor	16
Gambar 2.4	Struktur kristal rutil TiO ₂	17
Gambar 2.5	Struktur kristal anatas TiO ₂	17
Gambar 2.6	Skema proses fotokatalis pada suatu bahan semikonduktor ...	19
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam	24
Gambar 2.8	Mekanisme Reaksi Transesterifikasi dengan Katalis Basa	24
Gambar 2.9	Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % FFA	25
Gambar 2.10	Hasil analisis XRD zeolit alam dan TiO ₂ /zeolit	28
Gambar 3.1	Rangkaian reaktor uji reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis TiO ₂ -zeolit	44
Gambar 3.2	Efek radiasi UV pada konversi FFA (%) dengan variasi komposisi katalis TiO ₂ -zeolit	48
Gambar 4.1	Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit	51
Gambar 4.2	Hasil aktivasi zeolit (a) zeolit setelah pengeringan (b) zeolit setelah kalsinasi	54
Gambar 4.3	Difaktogram hasil karakterisasi (a) TiO ₂ (b) TiO ₂ -zeolit (10%:90%), (c) TiO ₂ -zeolit (20%:80%) dan (d) TiO ₂ -zeolit (25%:75%)	54
Gambar 4.4	Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang methylene blue	59
Gambar 4.5	Struktur methylene blue	60
Gambar 4.6	Kurva baku methylene blue konsentrasi 1-8 ppm	60
Gambar 4.7	Kurva waktu operasional methylene blue	61
Gambar 4.8	Hasil konversi FFA pada berbagai jenis fotokatalis	66
Gambar 4.9	Reaksi esterifikasi dari asam lemak bebas menjadi metil ester	67
Gambar 4.10	Hasil esterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan katalis H-zeolit	69
Gambar 4.11	Skema fotokatalisis reaksi esterifikasi FFA dengan metanol menggunakan radiasi UV	70
Gambar 4.12	Mekanisme reaksi esterifikasi FFA dengan metanol	71

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Pertukaran dengan ion amonium	13
Persamaan 2.2	Pertukaran dengan ion amonium	13
Persamaan 2.3	Pertukaran dengan ion polivalen.....	14
Persamaan 2.4	Pertukaran dengan ion polivalen.....	14
Persamaan 2.5	Reaksi fotokatalitik semikonduktor	19
Persamaan 2.6	Reaksi rekombinasi pasangan elektron-hole.....	20
Persamaan 2.7	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	20
Persamaan 2.8	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	20
Persamaan 2.9	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	20
Persamaan 2.10	Persamaan hukum bragg	26
Persamaan 3.1	Penentuan luas permukaan.....	46
Persamaan 3.2	Keasaman.....	46
Persamaan 3.3	Penentuan jumlah FFA (%) awal	47
Persamaan 3.4	Konversi % FFA	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram alir	84
Lampiran 2 Preparasi reagen	87
Lampiran 3 Data dan perhitungan	96
Lampiran 4 Data mentah karakterisasi	102
Lampiran 5 Dokumentasi penelitian	120



ABSTRAK

Suiva, K. 2014. **Esterifikasi Minyak Goreng Bekas menggunakan Fotokatalis Komposit TiO₂-zeolit Alam Teraktivasi**. Skripsi. Jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ach. Nasichuddin, M.Ag; Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: Komposit TiO₂-zeolit, esterifikasi, XRD, adsorpsi amoniak, adsorpsi *methylene blue*.

Zeolit alam merupakan salah satu katalis yang memiliki kegunaan sebagai adsorben yang banyak digunakan dalam proses adsorpsi untuk produksi biodiesel sebagai sumber energi alternatif. Modifikasi permukaan aktif zeolit sangat penting untuk meningkatkan selektivitas dan stabilitas katalisis material zeolit alam. Penelitian ini difokuskan pada uji kinerja zeolit alam yang dikompositkan dengan TiO₂ yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas katalis sehingga dapat menghasilkan konversi FFA yang tinggi dalam produksi biodiesel. Komposit TiO₂-zeolit disintesis melalui proses hidrotermal menggunakan suhu 90 °C selama 12 jam dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 400 °C selama 4 jam.

Uji aktivitas katalis dilakukan menggunakan fotokatalis pada reaksi esterifikasi dengan pereaksi metanol dengan perbandingan minyak dan metanol 10:120 (b/b) dengan variasi komposit TiO₂-zeolit yaitu, 10%:90%; 20%:80% dan 25%:75% (b/b) dan variasi rasio komposit terhadap minyak goreng bekas yaitu, 0; 1/10; 2/10; 1,5/10 dan 2/10 (b/b) menggunakan radiasi UV sedangkan 1/10 (b/b) tanpa radiasi UV selama 6 jam. Hasil esterifikasi dianalisis kandungan asam lemak bebasnya menggunakan metode titrasi. Karakterisasi katalis meliputi kristalinitas dengan XRD, luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue* dan keasaman total dengan adsorpsi amoniak.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan TiO₂ tidak mengalami perubahan struktur, namun perubahan intensitas akibat penambahan komposisi komposit TiO₂-zeolit. Keasaman komposit TiO₂-zeolit (10%:90%), (20%:80%) dan (25%:75%) berturut-turut adalah sebesar 0,3710; 0,9021 dan 1,4882 mmol/g, sedangkan luas permukaan berturut-turut adalah 13,9566; 16,7285 dan 14,6566 m²/gram. Aktivitas katalitik komposit TiO₂-zeolit (25%:75%) lebih baik daripada komposit TiO₂-zeolit (10%:90%) dan (20%:80%) dengan hasil konversi sebesar 69,89%. Hasil konversi rasio katalis yang optimal dari komposit TiO₂-zeolit pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas yaitu 1,5/10 (b/b) pada komposit TiO₂-zeolit (25 %:75 %) sebesar 69,85 %.

ABSTRACT

Suiva, K. 2014. **Esterification of Used Cooking Oil using Photocatalyst TiO₂-Zeolite Composite**. Thesis. Chemistry Department. Science and Technology Faculty. Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Ach. Nasichuddin, M.Ag; Consultant: Nur Aini, M.Si.

Key words: TiO₂-zeolite Composite, esterification, XRD, ammonia absorption, *methylene blue* absorption.

Natural zeolite is one of the catalysts which share many uses as adsorbents used in adsorption processes for the production of biodiesel as an alternative energy source. Active surface modification of zeolite is very important to improve the selectivity and stability of the natural zeolite catalysis material. This study focused on composite performance test conducted to increase the activity of the catalyst in order to produce the conversion of high FFA in biodiesel production. Composite of TiO₂-zeolite synthesized through a hydrothermal process using temperature 90° C for 12 hours and then followed by calcination process at 400° C for 4 hours.

Catalyst activity test was performed by using photocatalyst for the esterification reaction. It was done by methanol reagent in 10:120 (w/w) ratio of oil and methanol with TiO₂-zeolite composite variations; 10%:90%, 20%:80% and 25%:75% (w/w) and variations in the composite ratio of the used cooking oil that is, 0; 1/10; 2/10; 1,5/10 and 2/10 (w/w) using UV radiation, while 1/10 (w/w) without UV irradiation for 6 hours. The results of esterification of free fat acids were analyzed by titration method. Catalyst characters include crystallinity by XRD, surface area by adsorption of *methylene blue* and the total acidity by ammonia absorption.

XRD characterization results showed the structure of TiO₂ did not change, but the change in intensity due to the addition of TiO₂-zeolite composite composition. Acidity composite of TiO₂-zeolite (10%: 90%), (20%: 80%) and (25%: 75%) in a row equals to 0,3710; 0,9021 and 1,4882 mmol/g, while the surface area are 13,9566; 16,7285 and 14,6566 m²/gram. Catalytic activity of TiO₂-zeolite composite (25%: 75%) is better than the composite TiO₂-zeolite (10%: 90%) and (20%: 80%) with a conversion of 69,89%. The result of the conversion ratio of the optimal catalyst composite TiO₂-zeolite in the esterification reaction of used cooking oil that is 1.5 / 10 (w / w) in the composite TiO₂-zeolite (25%: 75%) of 69,85%.

المخلص

سويقي، ك . 2014 . مستعملة زيت الطهي باستخدام الأسترة TiO_2 - الزيوليت المجمع ضوئي المنشط الطبيعي. أطروحة .قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة ولاية الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: أماليا المقدسة، ماجستي. المشرف الثاني: ناصح الدين أحمد، مايستر الدين. مستشار: نور العيني، ماجستي العلوم.

كلمات البحث: مركب TiO_2 -الزيوليت، الأسترة، XRD، والأمونيا الامتزاز، الامتزاز من الميثيلين الأزرق.

الزيوليت الطبيعي هو واحد من المحفزات التي تشترك في العديد من الاستخدامات والمميزات المستخدمة في عمليات الامتزاز لإنتاج وقود الديزل الحيوي كمصدر بديل للطاقة. تعديل السطح النشط للزيوليت مهم جدا لتحسين الانتقائية والاستقرار للمواد الحفز الزيوليت الطبيعي. وركزت هذه الدراسة على اختبار أداء مركب أجريت لزيادة نشاط المحفز من أجل إنتاج تحويل FFA عالية في إنتاج وقود الديزل الحيوي. مركب TiO_2 -الزيوليت توليفها من خلال عملية الحرارية المائية باستخدام درجة حرارة $90^\circ C$ لمدة 12 ساعة تليها التكليل في درجة حرارة $400^\circ C$ لمدة 4 ساعات.

إجراء اختبار النشاط المحفز باستخدام حفاز ضوئي في رد فعل الأسترة مع الميثانول في نسبة المواد المتفاعلة النفط والميثانول 10: 120 (ث / ث) مع اختلاف في مركب TiO_2 -الزيوليت، 10%: 20%، 20%: 80% و 25%: 75% (وزن / وزن) والاختلافات في النسبة المركبة من زيت الطهي المستخدمة وهذا هو، 0؛ 1/10، 2/10، 1، 10 / 5 و (2/10 ث / ث) باستخدام الأشعة فوق البنفسجية، في حين 1/10 (ث / ث) دون أشعة فوق البنفسجية لمدة 6 ساعات . وقد تم تحليل نتائج أسترة الأحماض الدهنية الحرة باستخدام طريقة المعايرة. توصيف الحفازات تشمل التبلور بواسطة XRD، مساحة السطح بواسطة الامتزاز من الحموضة الميثيلين الأزرق ومجموع من الأمونيا الامتزاز.

وأظهرت النتائج توصيف XRD لم هيكل TiO_2 لم تتغير، ولكن التغيير في كثافة نظرا إلى إضافة TiO_2 -الزيوليت مركب التكوين. الحموضة مركب TiO_2 -الزيوليت (10%: 90%)، (20%: 80%) و (25%: 75%) على التوالي يساوي 0.3710 و 1.4882 0.9021 مليون / ز، في حين أن مساحة على التوالي هي 13.9566 و 16.7285 14.6566 m^2 / ز. النشاط التحفيزي من TiO_2 -الزيوليت مركب (25%: 75%) أفضل من مركب TiO_2 -الزيوليت (10%: 90%) و (20%: 80%) مع تحويل 89,69%. نتيجة لنسبة التحويل الأمثل للمحفز مركب TiO_2 -الزيوليت في رد فعل الأسترة من زيت الطهي المستخدمة التي هي 10 / 1.5 (ث / ث) في مركب TiO_2 -الزيوليت (25%: 75%) (من 69,85%).

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang kaya dengan sumber daya energi baik energi yang bersifat tidak dapat diperbaharui maupun yang bersifat dapat diperbaharui. Namun demikian, eksplorasi sumberdaya energi lebih banyak difokuskan pada energi fosil yang bersifat tidak dapat diperbarui sedangkan energi yang bersifat dapat diperbarui relatif belum banyak dimanfaatkan. Kondisi ini menyebabkan ketersediaan energi fosil, khususnya minyak bumi akan semakin menipis persediaannya seiring dengan bertambahnya industri yang akan mengakibatkan peningkatan konsumsi bahan bakar minyak. Menurut Kementerian Energi dan Sumberdaya Mineral (2009) cadangan energi minyak bumi Indonesia hanya dapat diproduksi atau akan habis dalam kurun waktu 22,99 tahun, gas selama 58,95 tahun dan batubara selama 82,01 tahun (Elinur, 2010).

Semakin menipisnya cadangan energi fosil pada satu sisi, sementara disisi lain konsumsi energi terus mengalami peningkatan menjadi ancaman terhadap perkembangan perekonomian Indonesia. Oleh karena itu, berbagai upaya perlu dilakukan untuk mengembangkan energi alternatif yang bersifat dapat diperbaharui. Salah satunya adalah energi alternatif yang berasal dari minyak nabati/minyak hewani (Akbar, 2012). Biodiesel merupakan salah satu solusi dari berbagai masalah tersebut. Hal ini sesuai dengan firman Allah menciptakan segala sesuatu dari langit dan bumi dengan banyak hikmah yang sesuai dengan surat Al-

Imron ayat 190-191 yang menyatakan bahwa segala ciptaan Allah tak ada yang tidak memiliki manfaat yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ
 السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka"* (QS. Al-Imron 190-191).

Dalam tafsir Al Maraghi (1993) memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat-maslahat yang besar.

Biodiesel secara kimia didefinisikan sebagai golongan mono alkil ester atau metil ester dengan panjang rantai karbon antara 12 sampai 20 (Darnoko, *et al.* 2001). Biodiesel mudah digunakan karena, bersifat *biodegradable*, tidak beracun dan bebas dari sulfur. Kendala yang dihadapi dalam penggunaan biodiesel adalah harga produksi yang tinggi, karena bahan dasar dari minyak nabati relatif mahal. Suatu cara untuk mengurangi biaya pada produksi biodiesel adalah menggunakan bahan yang lebih murah dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi, salah satunya menggunakan minyak goreng bekas melalui

reaksi esterifikasi (Khalifah, 2010). Minyak goreng bekas mempunyai kandungan asam lemak bebas yang tinggi hingga 5-30 % (Van, 2004), 3-40 % (Srivastava dan Prasad, 2000).

Esterifikasi dapat dilakukan dengan katalis asam seperti HCl dan H₂SO₄ (Pinto, *et al.* 2005), namun dengan pertimbangan kemudahan pemisahan dan ekonomis maka perlu dicari katalis alternatif menggunakan katalis heterogen. Penggunaan katalis asam heterogen juga dilaporkan memiliki beberapa keunggulan dari pada katalis homogen yaitu, mudah dipisahkan dari campuran reaksi dengan filtrasi, dapat digunakan kembali (*recovery*), dan memiliki sedikit sifat korosif (Carmo, *et al.* 2009). Zeolit alam merupakan salah satu katalis heterogen, yang ketersediaannya melimpah di Indonesia. Sumber daya alam ini dapat dimanfaatkan untuk produksi biodiesel sebagai sumber energi alternatif. Beberapa reaksi esterifikasi untuk produksi biodiesel menggunakan katalis zeolit diantaranya menggunakan tiga tipe zeolit yaitu H-ZSM5, zeolit Y, dan zeolit beta (Kiss, *et al.* 2006).

Produksi biodiesel bisa digunakan dalam reaksi esterifikasi asam lemak bebas dengan menggunakan proses fotokatalisis. Fotokatalisis merupakan suatu proses yang memanfaatkan foton (cahaya) tampak atau ultraviolet untuk mengaktifkan katalis yang kemudian bereaksi dengan senyawa yang berada dekat dengan permukaan katalis. Penggunaan fotokatalis untuk produksi biodiesel dapat meningkatkan konversi FFA (*Free Fatty Acid*). Salah satu bahan yang dapat dijadikan fotokatalis yaitu semikonduktor. Semikonduktor merupakan bahan yang memiliki daerah energi kosong yang disebut celah pita *band gap energy* (E_g) yang

berada diantara pita valensi dan pita konduksi. Material semikonduktor yang biasa digunakan dalam fotokatalis yaitu TiO_2 , ZnO dan Fe_2O_3 .

Penggunaan material TiO_2 yang digunakan sebagai katalis dalam produksi biodiesel menghasilkan konversi 74,02 % selama 1 jam (Zahriyah, 2009), sedangkan pada ZnO menghasilkan konversi 98 % dengan waktu reaksi 1 jam (Kawashima *et al*, 2008). Corro, *et al* (2013), telah membandingkan hasil konversi biodiesel menggunakan katalis ZnO/SiO_2 pada reaksi esterifikasi dengan proses fotokatalisis menghasilkan 96 % dengan kurun waktu 4 jam, sedangkan reaksi esterifikasi tanpa proses fotokatalisis hanya menghasilkan konversi 3 %.

Diantara berbagai macam semikonduktor oksida logam, titanium dioksida (TiO_2) merupakan salah satu material semikonduktor yang aktif sebagai fotokatalis. Hal ini karena TiO_2 memiliki stabilitas kimiawi yang baik, aktivitas fotokatalisis yang tinggi, material yang relatif murah, mudah diperoleh, tidak beracun, bersifat ampifilik, tahan korosi serta aman bagi lingkungan dan makhluk hidup. Keunggulan sifat-sifat inilah yang menyebabkan TiO_2 lebih diminati sebagai material terapan dibandingkan semikonduktor lainnya (Gunlazuardi, 2001). Meskipun material ZnO memberikan efisiensi yang lebih baik dibandingkan dengan TiO_2 sebagai fotokatalisis dalam larutan air (Gouveia, 2000), akan tetapi material semikonduktor ZnO ini memiliki beberapa kelemahan dibandingkan dengan TiO_2 karena pada sintesis ZnO dengan metode reaksi pada kondisi padat menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur (Hutabarat, 2012) selain itu harga material yang relatif mahal dan beracun.

TiO₂ memiliki tiga fase struktur kristal yaitu, anatas, rutil dan brookit. Dua struktur kristal TiO₂, anatas dan rutil yang paling umum digunakan dalam fotokatalisis karena keberadaannya yang cukup stabil di alam (Palupi, 2006). Kemampuan fotoaktivitas semikonduktor TiO₂ dipengaruhi oleh morfologi, luas permukaan, kristanilitas dan ukuran partikel. Anatas diketahui sebagai kristal titania yang lebih fotoaktif daripada rutil. Hal ini disebabkan harga Eg TiO₂ jenis anatas yang lebih tinggi yaitu sebesar 3,2 eV sedangkan rutil sebesar 3,0 eV. Harga Eg yang lebih tinggi akan menghasilkan luas permukaan aktif yang lebih besar sehingga menghasilkan fotoaktivitas yang lebih efektif (Fujishima, *et al.*, 1999).

Meskipun TiO₂ mempunyai banyak keunggulan sebagai bahan semikonduktor, akan tetapi TiO₂ ini juga mempunyai kelemahan dalam penggunaannya sebagai material fotokatalis yaitu sulitnya pemisahan katalis dari suspensi setelah reaksi. Berdasarkan hal tersebut, maka pada penelitian ini material fotokatalis TiO₂ diimbangkan pada matrik zeolit alam teraktivasi dalam sistem komposit untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO₂. Sumartono (2007) melaporkan bahwa penggunaan komposit TiO₂-zeolit dalam proses penguraian zat warna *erionil red* lebih efektif menggunakan sinar UV dilihat dari penurunan intensitas spektrum 24 jam sebesar 78,9 % dibandingkan tanpa UV menghasilkan 30 %. Corro, *et al* (2013) juga melaporkan dengan menggunakan komposit ZnO/SiO₂ pada uji kinerja fotokatalis di bawah radiasi UV dapat meningkatkan konversi FFA sebesar 96 % dengan perbandingan massa katalis/JCCO (*jatropha curcas crude oil*) yaitu 15 %.

Pada penelitian ini komposit TiO_2 -zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa kristal, analisis luas permukaan menggunakan adsorpsi *methylen blue*, penentuan keasaman menggunakan adsorpsi amoniak. Kemudian dilakukan uji aktivitas fotokatalis pada material komposit dengan variasi komposisi TiO_2 -zeolit (10 %:90 %, 20 %:80 % dan 25 %:75 %) pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas. Uji aktifitas fotokatalis dilakukan pada variasi rasio komposit terhadap minyak goreng bekas berat katalis/berat minyak (0, 1/10, 1,5/10 dan 2/10 (b/b)) dengan radiasi UV pada panjang gelombang 366 nm dan 1/10 (b/b) tanpa radiasi UV untuk melihat pengaruhnya terhadap perubahan aktivitas fotokatalis komposit TiO_2 -zeolit pada reaksi esterifikasi. Hasil reaksi esterifikasi untuk konversi biodiesel ditentukan dengan titrasi asam basa.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Berapa keasaman dan luas permukaan pada komposit TiO_2 -zeolit (10 %:90%), (20 %:80 %) dan (25 %:75 %)?
2. Bagaimana aktivitas katalitik pada variasi komposit TiO_2 -zeolit dalam teraktivasi pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas?
3. Berapa rasio katalis yang optimal dari komposit TiO_2 -zeolit dalam teraktivasi pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui karakter struktur material komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi.
2. Mengetahui aktivitas katalitik pada variasi komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas.
3. Mengetahui rasio katalis optimal dari komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Zeolit alam yang digunakan adalah zeolit alam Malang dari daerah Turen, Malang Selatan.
2. Minyak goreng bekas berasal dari minyak goreng merk X yang telah digunakan selama 10 kali penggorengan.
3. TiO₂ yang digunakan adalah TiO₂ berstruktur anatase.
4. Perbandingan komposit TiO₂-zeolit : 10 %:90 %, 20 %:80 % dan 25 %:75 %.
5. Perbandingan berat katalis/berat minyak adalah 0, 1/10, 1,5/10 dan 2/10 (b/b) menggunakan radiasi UV dan 1/10 (b/b) tanpa radiasi UV.
6. Karakterisasi yang dilakukan adalah penentuan fase kristal menggunakan XRD, analisis keasaman dengan adsorpsi amoniak dan luas permukaan dengan adsorpsi *mehtylen blue*.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan manfaat yaitu, dapat memberikan informasi ilmiah tentang struktur material morfologi, luas area katalisis, karakter pori dan pola interaksi antara TiO_2 -zeolit alam teraktivasi yang dapat menjadi dasar pengembangan pemanfaatannya.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kandungan dan Struktur Zeolit Alam

Nama zeolit berasal dari kata “*zein*” yang berarti mendidih dan “*lithos*” yang artinya batuan, disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau mengembang apabila dipanaskan. Zeolit merupakan batuan atau mineral alam yang secara kimiawi termasuk golongan mineral silika dan dinyatakan sebagai alumina silika terhidrasi, berbentuk halus dan merupakan hasil produk sekunder yang stabil pada kondisi permukaan karena berasal dari proses sedimentasi, pelapukan maupun aktivitas hidrotermal. Zeolit alam merupakan jenis mineral yang biasanya ditemukan dalam lubang-lubang batuan lava basalt (*traps rock*) dan batuan sedimen piroklastik berbutir halus (*tuff*). Zeolit di alam bercampur dengan mineral lain seperti *felspar*, *sodali*, *naphelit* dan *leusit*. Kristal-kristalnya terbentuk dari proses hidrotermal yang melibatkan reaksi antara larutan garam atau dengan aliran lava (Barrer, 1982).

Zeolit alam yang terkandung dalam sumber daya mineral mempunyai kelimpahan yang cukup besar di Indonesia khususnya pada lokasi yang secara geografis terletak di jalur pegunungan vulkanik. Indonesia memiliki sejumlah sumber zeolit alam yang terdapat di beberapa daerah seperti Malang, Wonosari dan Bogor (Arryanto, *et al.*, 2009). Zeolit biasanya ditulis dengan rumus kimia $M_x/n [(AlO_2)_x(SiO_2)_y \cdot zH_2O]$, dengan x dan y adalah bilangan bulat, y/x sebanding atau lebih besar dari 1, n adalah valensi logam M , z adalah jumlah

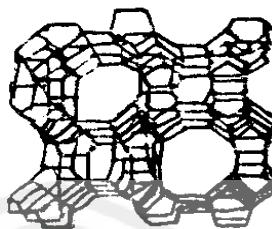
molekul air dalam masing-masing unit, x dan y adalah masing-masing jumlah alumina dan silika (Tang, 2003). Beberapa jenis zeolit yang telah diketahui karakteristiknya diperlihatkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik fisik zeolit alam (Polat, *et al.*, 2004)

Jenis	Porositas (%)	Stabilitas Panas	Kapasitas Tukar Kation (meq/g)	Spesifikasi Gravitasi (g/cm^3)	Bulk Densitas (g/cm^3)
Analsim	18	Tinggi	4,54	2,24-2,29	1,85
Kabasit	47	Tinggi	3,84	2,05-2,10	1,45
Klinoptilotit	34	Tinggi	2,16	2,15-2,25	1,15
Erionit	35	Tinggi	3,12	2,02-2,08	1,51
Heulandit	39	Rendah	2,91	2,18-2,20	1,69
Mordenit	28	Tinggi	4,29	2,12-2,15	1,70
Filipsit	31	Sedang	3,31	2,15-2,20	1,58

Zeolit alam Malang banyak mengandung zeolit jenis mordenit. Mordenit memiliki rumus empiris $(\text{Ca}, \text{Na}_2, \text{K}_2)\text{Al}_2\text{Si}_{10}\text{O}_{24} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Sistem kristal mordenit adalah ortorombik. Biasanya ditemukan dalam batuan vulkanik bersama-sama dengan stilbit dan heulandit. Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam dengan rasio Si/Al yang tinggi. Hal ini menyebabkan mordenit memiliki stabilitas termal yang tinggi untuk dehidrasi terjadi pada range 80-4000 °C (Rahmawati, 2008).

Mordenit dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena berpori cukup besar ($\pm 7\text{\AA}$). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Pori Mordenit tersusun dari cincin-12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, cabang maupun siklik (Dyer, 1988).

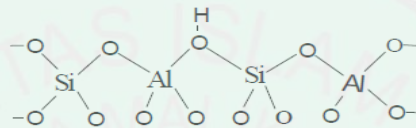


Gambar 2.1 Struktur mordenit (Utubira, *et al.*, 2006)

Struktur zeolit tersusun dari unit-unit berulang terkecil berupa tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 . Ikatan antar tetrahedral terbentuk dengan pemakaian bersama atom oksigen oleh dua tetrahedral (*sharing* atom O), sehingga setiap tetrahedral akan berikatan dengan 4 tetrahedral lainnya karena adanya *sharing* atom O maka kerangka 3 dimensi zeolit sedikit terbuka sehingga membentuk pori ataupun rongga. Zeolit tersusun atas substitusi parsial Si^{4+} dan Al^{3+} yang menyebabkan zeolit bermuatan negatif yang umumnya diseimbangkan dengan molekul air dan kation-kation. Kation alkali dan alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Mg^{2+} dan lainnya mempunyai mobilitas yang cukup baik untuk menyeimbangkan muatan negatif dalam zeolit. Kation-kation ini bergerak bebas dalam zeolit dan dikelilingi oleh molekul air sehingga mudah untuk menggantikan kation ini dengan kation lainnya tanpa merusak kerangka zeolit (Dutta, 2000).

Perbandingan Al:Si dalam suatu zeolit akan menentukan kerapatan muatan di dalam kristal. Jika perbandingan besar maka dalam struktur kerapatan muatan akan tinggi, molekulnya polar dan kemampuan untuk mengikat molekul besar akan bertambah, dengan kata lain kapasitas tukarnya tinggi (Komar, 1985). Perbandingan Si/Al dalam zeolit minimum 1, dengan setiap atom aluminium berikatan dengan empat atom silikon yang dihubungkan oleh atom oksigen. Oleh

karena itu, tidak ada ikatan Al–O–Al dalam struktur, hanya ikatan Al–O–Si dan Si–O–Si yang stabil. Selain itu kandungan aluminium juga berkaitan dengan sifat keasaman dari zeolit. Kehadiran $(\text{AlO}_4)^{5-}$ menyebabkan kerangka zeolit bermuatan negatif. Penggabungan satuan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ dan $(\text{SiO}_4)^{4-}$ ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Penggabungan satuan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ dan $(\text{SiO}_4)^{4-}$
(Smart dan Moore, 1993)

Sifat zeolit disebabkan oleh struktur dan komposisi yang khas, sehingga dapat dikelompokkan sebagai berikut (Subagio, 1993) :

1. Sangat berpori, karena susunan dan jaringan tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ serta pori-porinya mempunyai ukuran sebesar ukuran molekul.
2. Dapat dimodifikasi dengan mempertukarkan kation yang disebabkan adanya muatan antara Si (IV) dan Al (III) yang menyebabkan adanya muatan negatif pada kerangka kristal.
3. Bersifat asam oleh karena penggantian kation penetral proton sehingga menimbulkan pusat asam (Bronsted).
4. Dapat digunakan sebagai bahan penyerap dimana daya serap zeolit tergantung pada besarnya pori-pori dan luas permukaan.

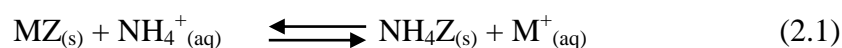
2.2 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam pada umumnya masih mengandung pengotor-pengotor organik dan anorganik yang menutupi porinya, sehingga untuk meningkatkan kemampuan

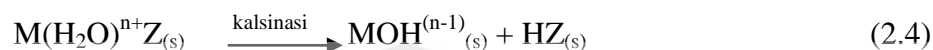
daya serap zeolit alam harus diaktivasi terlebih dahulu (Sariman, *et al*, 1998). Peningkatan daya guna atau optimalisasi zeolit dapat dilakukan melalui aktivasi secara fisis maupun kimia. Proses aktivasi secara fisis dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi). Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga jumlah pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah (Sutarti, 1994). Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam klorida dan asam sulfat yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengganggu dan menata kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Suyartono dan Husaini, 1991). Kation Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} yang dapat dipertukarkan oleh kation lain menjadikan zeolit sebagai penukar ion yang baik. Sifat pemilihan terhadap kation mengikut urutan sebagai berikut : $\text{Cs}^+ > \text{K}^+ > \text{NH}_4^+ > \text{Na}^+ > \text{H}^+ > \text{Li}^+$ (Hussain, *et al.*, 2000).

Aktivasi zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam Brønsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk melalui pertukaran dengan amonium atau kation polivalen diikuti dengan kalsinasi (Dyer, 1988). Mekanisme pembentukan asam Brønsted melalui pertukaran dengan amonium atau ion polivalen adalah sebagai berikut:

a) Pertukaran dengan ion amonium:



b) Pertukaran dengan ion polivalen



Rodiansono (2009) mengaktivasi zeolit alam dengan menggunakan larutan NH_4Cl . Zeolit yang telah teraktivasi tersebut diimpregnasi dengan logam. Rianto (2012) mengaktivasi zeolit alam Malang secara kimia dengan menggunakan NH_4NO_3 2 M. Penggunaan NH_4NO_3 terletak pada keefektifan NH_4NO_3 sebagai pengganti ion-ion pada zeolit khususnya ion logam alkali/alkali tanah. Ion pengganggu yang terdapat dalam zeolit dapat disubstitusi dengan kation NH_4^+ yang terdapat pada permukaan zeolit. Zeolit kemudian menjadi H-Zeolit dengan kalsinasi.

2.3 Komposit TiO_2 -Zeolit menggunakan Metode Hidrotermal

Komposit adalah material hasil kombinasi makroskopis dari dua atau lebih komponen yang berbeda, dengan tujuan untuk mendapatkan sifat-sifat fisik dan mekanik tertentu yang lebih baik daripada sifat masing-masing komponen penyusunnya. Komponen penyusun dari komposit, yaitu berupa penguat (*reinforcement*) dan pengikat (*matrix*) (Matthew dan Rawlijns, 1994).

Hidrotermal terbentuk dari kata hidro yang berarti air dan termal yang berarti panas, sehingga dapat diperkirakan metode hidrotermal menggunakan panas dan air. Septiyana (2012) melakukan sintesis ZSM-5 (Zeolit Sintesis Mesopori) dengan kaolin menggunakan metode hidrotermal yang bertujuan

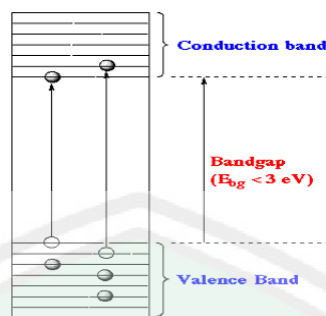
sebagai sumber aluminium dan silikon. Metode ini menghasilkan kristalinisasi dan kemurnian yang tinggi.

Saat terjadi proses hidrotermal maka campuran larutan akan mengalami reaksi kondensasi. Reaksi kondensasi memungkinkan adanya pemutusan dan pembentukan ikatan baru Si-Al-O-Si-Al (T-O-T). Selain itu, proses hidrotermal sangat berpengaruh terhadap porositas dari suatu sintesis padatan berpori. Barrer (1982) menambahkan reaksi yang terjadi dalam proses hidrotermal adalah pembentukan inti kerangka zeolit yang pada proses kalsinasi nantinya akan tumbuh sebagai kristal.

2.4 Semikonduktor TiO_2 sebagai Fotokatalis

Fotokatalis merupakan suatu proses yang dapat diterapkan untuk pemulihan lingkungan. Fotokatalisis memanfaatkan foton (cahaya) tampak atau ultraviolet untuk mengaktifkan katalis yang kemudian bereaksi dengan senyawa kimia yang berada pada atau dekat dengan permukaan katalis (Palupi, 2006).

Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang atau energi sela (*band gap energy*). Berdasarkan pengertian ini, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* tersebut yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi (Gambar 2.3). Semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalconide* (oksida: TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2 atau sulfida: ZnS , CdS) (Afrozi, 2010).



Gambar 2.3 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)

Di antara bahan semikonduktor tersebut, TiO_2 merupakan bahan yang paling banyak digunakan dalam proses fotodegradasi (Fatimah, 2005). Kemampuan TiO_2 sebagai fotokatalis akan meningkat pada distribusi yang merata pada padatan. Hal ini disebabkan oleh peningkatan efektifitas semikonduktor suatu padatan pada ukuran partikel yang kecil atau dalam skala nanometer (Utubira, *et al.*, 2006). TiO_2 merupakan oksida logam semikonduktor yang sering digunakan pada proses pengolahan limbah baik senyawa organik toksik seperti zat warna (Arief, *et al.*, (2007), Safni, *et al.*, (2007) dan Fatimah, *et al.*, (2006)) maupun pestisida (Hagen, Jens. 2006) karena aktifitas fotokatalitiknya cukup besar, stabil secara kimia, ramah lingkungan dan memiliki harga yang ekonomis.

TiO_2 memegang peranan utama dalam proses-proses fotokatalis karena berbagai kelebihan sifat-sifat kimia fisiknya seperti aktivitas fotokatalisisnya yang tinggi, stabil dan tidak beracun. Berikut ini adalah kelebihan TiO_2 dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya (Othmer, 1995):

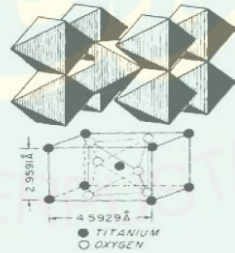
1. Bersifat inert dalam reaksi.
2. Mempunyai sifat stabil dalam cahaya (fotostabil).
3. Mampu menyerap cahaya Ultraviolet dengan baik.

4. Memiliki kemampuan oksida yang tinggi, termasuk zat organik yang sulit terurai sekalipun seperti haloaromatik, polimer, herbisida dan pestisida.
5. Relatif murah jika digunakan dalam jumlah besar.

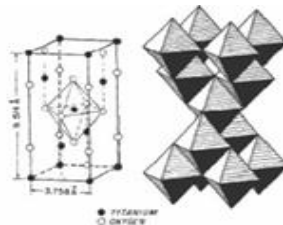
Terdapat tiga jenis struktur kristal TiO_2 yaitu, anatase, rutil dan brokit. Kristal-kristal ini terkadang memiliki pengotor seperti, besi, kromium dan vanadium dalam jumlah kecil. Perbedaan dari ketiga struktur TiO_2 dapat dilihat pada Tabel 2.2:

Tabel 2.2 Perbandingan sifat dari berbagai struktur kristal TiO_2 (Othmer, 1995)

Sifat	Anatas	Rutil	Brukit
Bentuk Kristal	Tetragonal	Orthorombik	Tetragonal
Band gap, eV	3.2	3.1	3.0
Banyak TiO_2 per unit sel	4	8	2
Volume per TiO_2 , nm^3	0.03407	0.03211	0.3122
Massa jenis teoritis, kg/m^3	3895	4133	4250
Tingkat kekerasan, skala Moh	5.5 – 6	-	7 – 7.5



Gambar 2.4 Struktur kristal *rutil* TiO_2 (Licciulli, 2002)

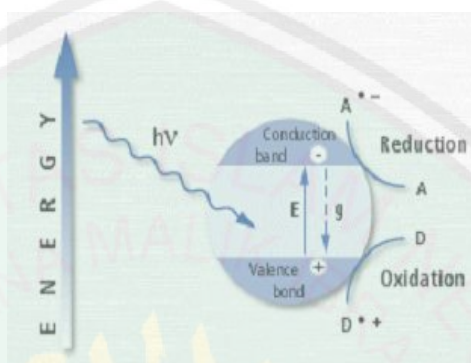


Gambar 2.5 Struktur kristal *anatae* TiO_2 (Licciulli, 2002)

Struktur anatase dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO_6 . Struktur kedua kristal dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedronnya. Setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam atom O^{2-} . Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi orthorombik, sedangkan oktahedron pada anatase memperlihatkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri. Jarak Ti-Ti pada anatase lebih besar (3,79 dan 3,04 Å serta 3,57 dan 2,96 Å untuk rutil), sedangkan jarak ion Ti-O lebih pendek dibandingkan rutil (1,937 Å dan 1,966 Å pada anatase dan 1,946 Å dan 1,983 Å untuk rutil). Pada rutil setiap oktahedronnya mengalami kontak dengan 10 oktahedron tetangganya, sedangkan pada anatase mengalami kontak delapan oktahedron tetangganya. Perbedaan dalam struktur kisi ini menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk TiO_2 , yaitu anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan dengan rutil sehingga kristal tersebut menjadi reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil (Palupi, 2006).

Secara fotokatalitik, struktur anatase menunjukkan aktivitas yang lebih baik dari segi kereaktifan dibandingkan dengan struktur rutil. Struktur anatase merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan struktur rutil dan struktur ini muncul pada rentang suhu pemanasan senyawa titanium 400°C-650°C. Selain itu *band gap energi* anatase lebih besar daripada rutil sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Licciuli, 2002).

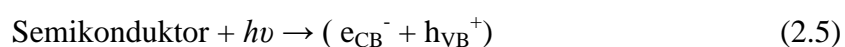
Reaksi fotokatalisis diawali ketika partikel TiO_2 mengabsorpsi foton dari cahaya, kemudian pasangan elektron-hole akan terbentuk dalam semikonduktor seperti diperlihatkan pada Gambar 2.6:



Gambar 2.6 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron akan pindah dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (hole^+ , disingkat h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau di dalam bulk partikel. Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001).

Jadi, pada proses fotoeksitasi dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada peristiwa ini adalah (Afrozi, 2010) :

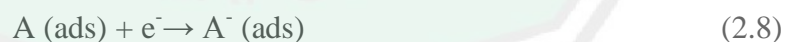


Ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pasangan elektron-*hole* yang terbentuk, yaitu (Afrozi, 2010) :

1. Sebagian pasangan berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*).
2. Pasangan elektron-*hole* berekombinasi di permukaan (*surface recombination*) atau pada bulk partikel hanya dalam waktu beberapa nanodetik (energi hilang sebagai panas). Reaksi rekombinasi pasangan elektron-*hole* dapat dituliskan sebagai berikut:



3. Pasangan elektron-*hole* masing-masing dapat bereaksi dengan spesies donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal hidroksil. Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Energi pita valensi dan pita konduksi semikonduktor akan mengontrol kemampuan transfer muatan yang diawali oleh radiasi molekul teradsorpsi pada permukaan semikonduktor. Molekul penerima muatan (akseptor) harus memiliki tingkat potensial yang lebih positif (terletak lebih di bawah pada kurva energi potensial) daripada tingkat energi potensial pita konduksi semikonduktor.

Sedangkan untuk molekul donor muatan harus memiliki tingkat potensial yang lebih negatif (lebih atas pada kurva energi potensial) daripada tingkat potensial pita valensi semikonduktor tersebut (Afrozi, 2010).

Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan *hole* untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu, dan kombinasi semikonduktor atau bahan matrik lainnya (Hoffman, *et al.*, 1995: 73).

Kemampuan TiO_2 sebagai fotokatalis akan meningkat pada distribusi yang merata pada padatan. Hal ini disebabkan oleh peningkatan efektifitas semikonduktor suatu padatan pada ukuran partikel yang kecil atau dalam skala nanometer (Utubira, *et al.* 2006). Dengan mengembankan bahan TiO_2 kedalam pori-pori zeolit, maka penggunaan bahan menjadi lebih irit dan juga lebih mudah menanganinya. Material TiO_2 teremban pada zeolit alam memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis (Fatimah, 2005). Penggunaan zeolit sebagai pengemban material untuk oksida logam telah banyak dilaporkan diantaranya, (Utubira, *et al.* 2006) digunakan untuk degradasi limbah industri secara fotokatlitik, Rodiansono, *et al.* (2008) untuk degradasi fenol dengan lampu UV dan Fatimah, *et al.* (2006) untuk reaksi fotodegradasi *congo red*. Pemanfaatan

zeolit sebagai matriks untuk sintesis oksida-oksida logam disebabkan karena zeolit mempunyai pori-pori yang berdimensi nanometer (Utubira, *et al.* 2006).

2.5 Biodiesel sebagai Bahan Bakar Alternatif

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang terbuat dari minyak tumbuh-tumbuhan atau lemak hewan. Biodiesel merupakan nama yang diberikan untuk bahan bakar yang terdiri dari *mono-alkyl ester* yang berasal dari asam lemak yang sumbernya *renewable limit*, dikenal sebagai bahan bakar yang ramah lingkungan dan menghasilkan emisi gas buang yang relatif lebih bersih dibandingkan bahan bakar konvensional. Biodiesel tidak beracun, bebas dari belerang, aplikasinya sederhana dan berbau harum (Haryahto, 2002). Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas (Akbar, 2012).

Bahan baku utama untuk pembuatan biodiesel salah satunya adalah minyak goreng bekas. Minyak goreng bekas (*fried palm oil*) merupakan limbah dan bila ditinjau dari komposisi kimianya, minyak goreng bekas mengandung senyawa-senyawa yang bersifat karsinogenik, yang terjadi selama proses penggorengan. Hal ini dapat dilakukan karena minyak goreng bekas mengandung trigliserida, asam lemak bebas dan zat pencemar dimana tergantung pada pendahuluan dari bahan baku tersebut. Biodiesel dari minyak goreng bekas ini juga memenuhi persyaratan SNI untuk biodiesel (Akbar, 2012).

Tabel 2.3 Tabel SNI untuk biodiesel

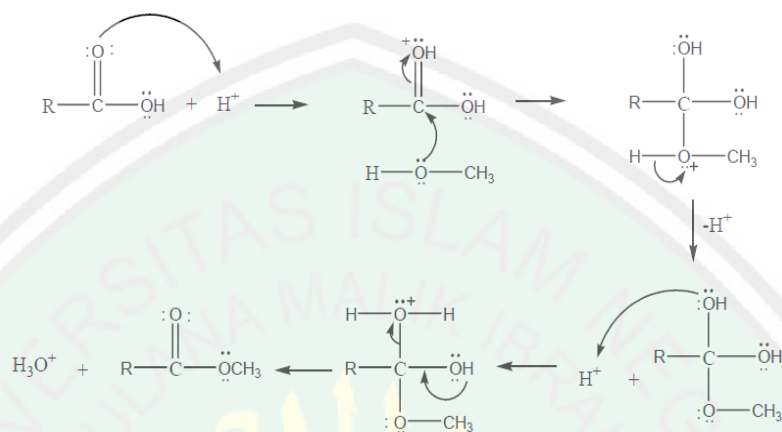
No.	Karakteristik	Satuan	Nilai
1.	Angka Setana		min. 51
2.	Massa Jenis	kg/m ³	820 – 860
3.	Viskositas Kinematik	mm ² /s(cSt)	2.3 - 6.0
4.	Titik Nyala (Flash Point)	⁰ C	min. 100
5.	Titik Kabut (Cloud Point)	⁰ C	max. 18
6.	Titik Tuang (Pour Point)	⁰ C	max. 18
7.	Kandungan Air	%-volume	max. 0.05
8.	Gliserol Bebas	%-massa	max. 0.02
9.	Gliserol Total	%-massa	max. 0.24
10.	Total Acik Number (TAN)	mgKOH/gr	max. 0.8
11.	Saponification Number	mg KOH/gr	-
12.	Ester Content	%-massa	min. 96.5

Sumber : BPPT, *Standard Biodiesel Indonesia(SNI)* , *Workshop Pemanfaatan Biodiesel sebagai Bahan Bakar Alternatif Mesin Diesel* ,Jakarta 26 Mei 2005 ,(www.coderat.com).

Minyak atau lemak memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi seperti pada minyak jelantah (5-15 %) dan lemak hewan (5-30 %). Untuk mengatasi tingginya asam lemak bebas dalam memproduksi biodiesel maka terdapat dua langkah reaksi dengan katalis asam dan basa. Reaksi terkatalis asam dapat mengubah asam lemak bebas menjadi metil ester. Berkurangnya asam lemak bebas menghindari terjadinya reaksi saponifikasi yang terjadi jika asam lemak bebas bereaksi dengan katalis basa.

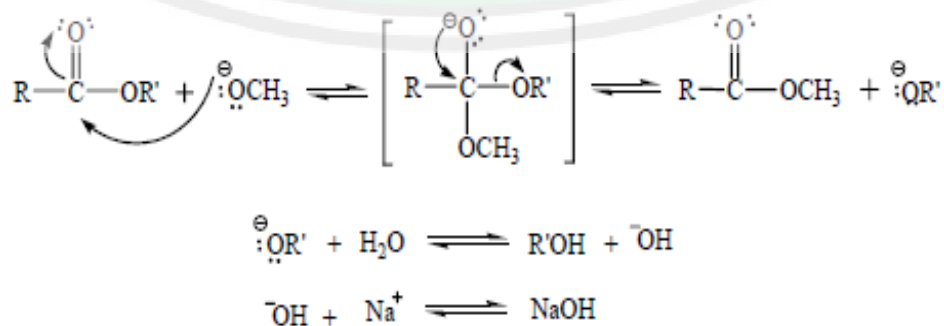
Esterifikasi adalah proses reaksi perubahan dari suatu asam karboksilat dan alkohol menjadi suatu ester dengan menggunakan katalis asam. Katalis asam kuat seperti asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat. Turunan asam karboksilat membentuk ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-CO_2 R$ dengan R dapat berupa alkil maupun aril (Fessenden, 1994).

Reaksi esterifikasi suatu asam lemak bebas dengan katalis asam dapat terjadi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.



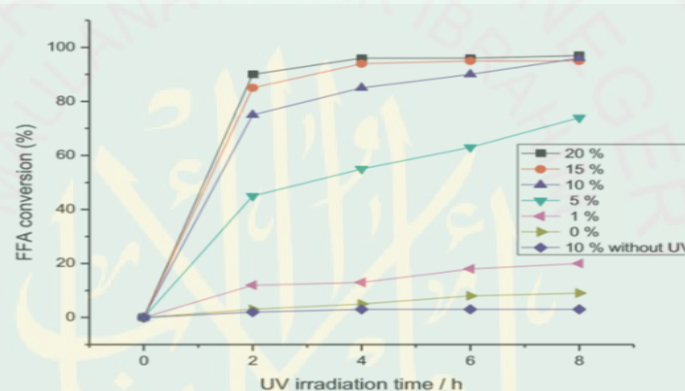
Gambar 2.7 Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam (Chi, 1999)

Transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol (pada saat ini sebagian besar produksi biodiesel menggunakan metanol) menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters*) FAME atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa/alkali, biasanya digunakan natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH) (Haryahito, 2002).



Gambar 2.8 Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis basa (Saefudin, 2005)

Corro, *et al.*, (2013) melaporkan dengan menggunakan minyak mentah *Jatropha curcas* (JCCO) untuk produksi biodiesel menggunakan komposit ZnO/SiO_2 melalui reaksi esterifikasi dengan metanol dibawah lampu UV pada suhu kamar. Hal ini mengindikasikan dengan adanya radiasi UV dapat meningkatkan konversi FFA. Konversi FFA dihasilkan 96 % dalam kurun waktu 4 jam dengan perbandingan massa katalis/JCCO 15 %.



Gambar 2.9 Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi %FFA (Corro, *et al.*, 2013)

Secara teoritis reaksi katalitis melalui beberapa tahapan yaitu, (1) adsorpsi, (2) pembentukan *activated complex* (Richardson, 1989). Pada saat tahapan adsorpsi, reaktan akan berdifusi ke permukaan untuk membentuk *activated complex*. Berdasarkan hukum *Ficks*, adsorpsi reaktan ke katalis dipengaruhi oleh perbedaan konsentrasi katalis dengan reaktan, perbedaan tekanan dan perbedaan suhu.

2.6 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi

Karakterisasi material komposit bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik material. Data-data ini digunakan untuk menganalisa karakteristik

material komposit yang telah disintesis. Karakterisasi katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD, *Methylen Blue* dan Keasaman Total.

2.6.1 Identifikasi Struktur dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X (Aji *et al.*, 2009). Metode ini dapat digunakan untuk menentukan jenis struktur, ukuran butir dan konstanta kisi. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang diantara 400-800 nm (Smallman dan Bishop, 1999).

Berdasarkan pendekatan Bragg, kristal dipandang terdiri dari bidang-bidang datar yang masing-masing berfungsi sebagai cermin semi transparan. Jika sinar-X ditembakkan pada tumpukan bidang datar tersebut, maka beberapa akan dipantulkan dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya, sedangkan sisanya diteruskan. Persamaan Bragg adalah sebagai berikut (West, 1999) :

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta \quad (2.10)$$

dengan:

λ : panjang gelombang sinar-X yang digunakan

d : jarak antara dua bidang kisi

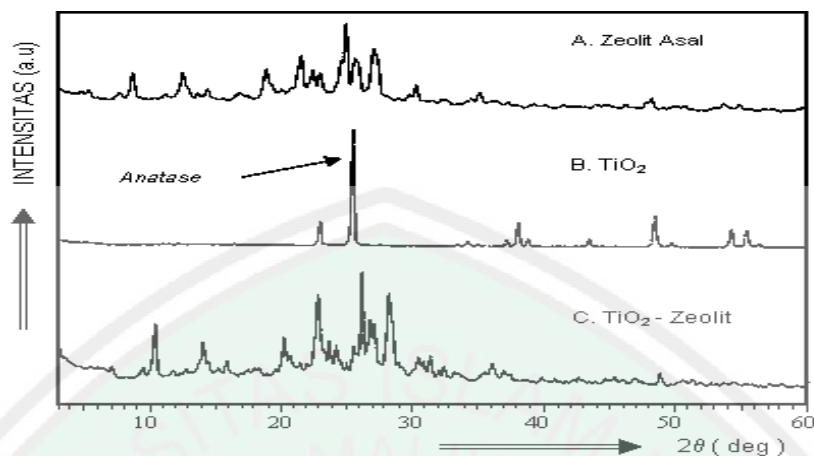
θ : sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan

n : bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Beberapa informasi yang dapat diperoleh dari difraksi sinar X (X-ray diffraction/XRD) adalah sebagai berikut (Ginting, *et al.*, 2005):

- a. Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan.
- b. Intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan.
- c. Bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi.

Utubira (2006) melaporkan hasil analisis dengan difraksi sinar X dari zeolit alam serta zeolit alam yang termodifikasi titan oksida ditampilkan pada difraktogram Gambar 12. Dari hasil analisis XRD dapat diketahui bahwa zeolit alam yang digunakan pada penelitian ini mengandung campuran mineral mordenit dan klinoptilolit. Dari difraktogram TiO₂-zeolit tidak terlihat refleksi TiO₂ secara jelas di daerah $2\theta = 20$ sampai 25° . Hal ini mungkin disebabkan oleh tumpang tindihnya refleksi TiO₂ dengan zeolit. Namun dari difraktogram terlihat puncak-puncak kecil yang mungkin disebabkan oleh refleksi TiO₂ *anatase* pada daerah $2\theta = 35,78^\circ$; $48,54^\circ$ dan $56,91^\circ$ dengan jarak $d = 2,50 \text{ \AA}$; $1,87 \text{ \AA}$ dan $1,61 \text{ \AA}$ (difraktogram C) yang sebelumnya tidak muncul pada difraktogram zeolit alam (A). Dari difraktogram ini belum dapat dipastikan apakah TiO₂ telah terdispersi di dalam pori-pori atau permukaan eksternal zeolit.



Gambar 2.10 Hasil analisis XRD zeolit alam dan TiO₂/zeolit

2.6.2 Analisis Luas Permukaan Spesifik menggunakan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

Penentuan luas permukaan spesifik dengan metode metilen biru karena metode ini sederhana dan relatif murah. Terdapat tiga tahap yang dilakukan pada metode ini yaitu, tahap penentuan panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*, tahap pembuatan kurva kalibrasi dan tahap penentuan konsentrasi *methylene blue* yang terserap. Banyaknya molekul *methylene blue* yang dapat diadsorpsi sebanding dengan luas permukaan adsorben (Riesthandie, 2010).

Waktu setimbang adsorpsi merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi proses penyerapan. Penentuan waktu setimbang adsorpsi bertujuan untuk mengetahui berapa lama *methylene blue* teradsorpsi maksimal oleh komposit TiO₂-zeolit. Dalam prosesnya, adsorpsi akan berlangsung secara terus-menerus selama belum terjadi suatu kesetimbangan. Berdasarkan Alberty (1983), adsorpsi akan bertambah besar sesuai dengan bertambahnya ukuran molekul. Makin besar pori-pori adsorben maka adsorpsi molekul dari larutan akan terjadi dengan baik, artinya semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak

molekul yang terserap. Proses pengocokan akan mempercepat migrasi antara adsorbat dengan adsorben. Semakin lama pengocokan maka peluang interaksi komposit dengan *methylene blue* semakin besar, sehingga mengakibatkan peluang *methylene blue* masuk ke dalam rongga pori zeolit semakin besar.

Penentuan panjang gelombang maksimum ini dikarenakan, kepekaan analisis juga maksimal karena pada panjang gelombang maksimal terdapat perubahan absorbansi untuk setiap konsentrasi adalah yang paling besar dan disekitar panjang gelombang maksimum, bentuk kurva absorbansi datar dan pada kondisi tersebut hukum Lambert Beer akan terpenuhi (Gandjar, 2007). Absorbansi *methylene blue* dapat diukur dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis karena merupakan senyawa berwarna. Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi inilah yang menyebabkan terjadinya penyerapan energi radiasi elektromagnetik (Hang dan Brindley, 2006). Menurut Skykes, (2008) melaporkan bahwa warna dari *methylene blue* disebabkan oleh perpanjangan sistem konjugasi dimana hal ini dapat terjadi karena sistem konjugasi akan mengecilkan jarak antara tingkat energi dasar dan tingkat energi eksitasi. Dengan jarak yang kecil ini menyebabkan energi yang diperlukan untuk melakukan eksitasi elektron dari keadaan dasar ke keadaan yang lebih tinggi (eksitasi) akan berkurang, sehingga akan menyebabkan panjang gelombang untuk terjadinya serapan pancaran sinar yang diperlukan akan meningkat.

Rianto (2012) telah melakukan pengukuran luas permukaan Ti-Zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi Ti 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M. Adapun hasil luas permukaan spesifik zeolit modifikasi yang terbaik dalam setiap konsentrasi dapat dilihat dalam Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium (Rianto, 2012)

Konsentrasi Ti dalam zeolit alam Malang (M)	Luas Permukaan (m ² /gram)
0,1	23,159
0,2	23,365
0,3	21,530

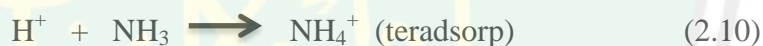
2.6.3 Analisis Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak

Keasamaan adalah jumlah milimol asam per satuan berat atau luas permukaan. Besaran ini diperoleh melalui pengukuran jumlah basa amoniak dari fasa gas yang diadsorpsi oleh permukaan padatan adalah ekuivalen dengan jumlah asam pada permukaan padatan yang menyerap basa tersebut. Keasaman padatan pada zeolit berasal dari situs asam Bronsted dan situs asam Lewis (Trisunaryati, 2000). Uji keasaman ini dilakukan untuk mengetahui banyaknya situs asam didalam katalis tanpa melihat seberapa kuat situsnya.

Sifat keasaman zeolit merupakan karakter penting dan menentukan aktifitas katalis. Jumlah keasaman (kuantitatif) dalam zeolit diukur dengan metode gravimetri, yaitu dengan mengukur selisih antara berat sampel katalis zeolit yang mengadsorpsi amoniak dan berat sampel zeolit tanpa amoniak. Jumlah keasaman zeolit (Suharto, 2007). Pohan dan Tjiptahadi (1987) menyatakan bahwa proses adsorpsi dapat dipengaruhi beberapa faktor, antara lain: konsentrasi adsorbat,

temperatur, dan tegangan permukaan. Konsentrasi adsorbat yang semakin meningkat, menyebabkan terjadinya interaksi antara adsorben dengan adsorbat menjadi lebih besar. Hal tersebut memungkinkan proses adsorpsi berlangsung lebih baik.

Pengaruh kalsinasi dapat juga menyebabkan keasaman dari zeolit meningkat. Proses kalsinasi dapat menghilangkan NH_3 yang masih terdapat dalam zeolit sehingga akan menyebabkan pori dari zeolit terbuka. Terbukanya pori zeolit akan mengakibatkan adsorpsi dari amoniak meningkat. Peningkatan nilai keasaman disumbangkan oleh ion H^+ yang ada pada zeolit. Adanya basa amoniak yang teradsorpsi pada katalis mengakibatkan terjadinya reaksi pembentukan ion ammonium (NH_4^+) (Yusnani, 2008) :



Rianto (2010) telah melakukan uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi. Dengan keasaman pada zeolit modifikasi Ti 0,1 M dan Ti 0,2 M mengalami kenaikan maksimum dan mengalami penurunan pada zeolit modifikasi Ti 0,3 M. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit modifikasi Ti 0,2 M memiliki tingkat keasaman paling tinggi diantara zeolit lain. Hal ini juga dikarenakan logam titanium teremban dalam pori zeolit memiliki elektron tak berpasangan pada orbital d-nya. Elektron tersebut memiliki peran sebagai akseptor pasangan elektron dari basa adsorbatnya. Sedangkan modifikasi Ti 0,3 memiliki tingkat keasaman paling rendah, hal ini berkaitan dengan penggabungan logam titanium pada zeolit. Banyaknya kandungan logam akan memberikan tingkat keasaman

besar jika disertai dengan pendispersian titanium yang merata pada permukaan zeolit. Menurut Trisunaryanti, *et al* (2005) yang menjelaskan bahwa keasaman zeolit dapat ditingkatkan dengan cara pengembanan logam-logam transisi yang memiliki orbital d belum terisi penuh oleh elektron, sedangkan Numgrahaningtyas, *et al* (2009) logam mampu menyumbangkan situs asam lewis sehingga memberikan kontribusi dalam meningkatkan keasaman zeolit yang telah dimodifikasi dengan titanium.

Tabel 2.5 Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi (Rianto, 2012)

Nama Zeolit	Keasaman (mmol/gram)
Zeolit alam teraktivasi	0,352
0,1 Ti-zeolit alam	0,419
0,2 Ti-zeolit alam	0,502
0,3 Ti-zeolit alam	0,268

2.7 Pandangan Islam Terhadap Kerusakan Lingkungan

Permasalahan kerusakan lingkungan yang terjadi sebenarnya berakar dari cara pandang dan perilaku manusia terhadap alam lingkungannya. Kerusakan yang terjadi akhir-akhir ini diakibatkan oleh ulah manusia. Sebagai salah satu contohnya yaitu pencemaran lingkungan akibat limbah minyak goreng bekas. Limbah yang dibuang ke lingkungan tanpa pengolahan terlebih dahulu akan mengakibatkan pencemaran air, tanah dan udara, oleh karena itu dalam Al-Qur'an surat Al-Baqarah ayat 205 Allah swt telah memperingatkan kepada mereka yang mengadakan kerusakan lingkungan:

وَإِذَا تَوَلَّى سَعَىٰ فِي الْأَرْضِ لِيُفْسِدَ فِيهَا وَيُهْلِكَ الْحَرْثَ وَالنَّسْلَ ۗ وَاللَّهُ لَا يُحِبُّ الْفُسَادَ

“Dan apabila ia berpaling (dari kamu), ia berjalan di bumi untuk mengadakan kerusakan padanya, dan merusak tanam-tanaman dan binatang ternak, dan Allah tidak menyukai kebinasaan” (QS. Al-Baqarah: 205).

Salah satu timbulnya kerusakan di muka bumi ini adalah akibat adanya pencemaran lingkungan. Hal ini harus senantiasa diimbangi oleh kesadaran lebih tinggi tentang dampak negatif terhadap kesehatan dan kelestarian lingkungan. Allah swt berfirman dalam Al-Qu'ran surat Ar-Rum ayat 41, yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ

يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan Karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (QS. Ar-Rum 41).

Ayat di atas menjelaskan bahwa telah terjadi kerusakan lingkungan hidup yang disebabkan oleh perbuatan manusia yang tidak bertanggung jawab, sehingga menyebabkan berbagai masalah lingkungan hidup. Limbah hasil industri seringkali menimbulkan kerusakan lingkungan, hal ini disebabkan tidak diimbangi oleh analisis dampak lingkungan yang memadai. Menurut Shihab (2002), menyatakan bahwa kata *zhahara* pada mulanya berarti terjadinya sesuatu di permukaan bumi, sehingga karena dipermukaan, maka nampak dan terang serta diketahui. Sedangkan kata (الفساد) *alfasad* menurut Al-Ashfahani dalam Shihab (2002) merupakan keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak. Ulama kontemporer memahaminya dalam arti kerusakan lingkungan, karena ayat di atas mengaitkan *fasad* atau kerusakan dengan kata darat dan laut. Menurut (Qurthubi, 2008) berpendapat bahwa makna (الفساد) *alfasad* (kerusakan) adalah kekeringan, sedikitnya hasil tanaman, hilangnya berkah. Seperti ini juga

pendapat yang dikemukakan oleh Ibnu Abbas Ra. Dia berkata, "kurangnya berkah pada pekerjaan hamba, agar mereka bertobat". Sedangkan menurut (Syaiikh, 2007) (ضهر الفساد) artinya "Telah nampak kerusakan", yaitu terhentinya hujan didaratan yang diiringi oleh masa paceklik serta dari lautan, yaitu mengenai binatang-binatangnya.

Menurut (Qarni, 2008), menafsirkan bahwa kerusakan telah tampak didaratan dan lautan, seperti penyakit, kemiskinan, kelaparan, wabah, musibah dan bala bencana akibat dosa-dosa manusia. Allah menguji mereka akibat dosa-dosa yang mereka perbuat agar mereka kembali kepada Tuhannya dengan benar-benar bertobat serta menjauhi dosa-dosa. Hal ini juga ditafsirkan (Basyir, 2011) bahwa telah nampak kerusakan didarat dan dilaut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (kejalan yang benar).

Islam sebagai agama yang tidak hanya mengatur hubungan manusia dengan Tuhannya, tetapi juga hubungan manusia dengan sesama makhluk (termasuk lingkungan hidupnya) sebenarnya telah memiliki landasan normatif baik secara implisit maupun eksplisit tentang pengelolaan lingkungan ini. Dalam al-Qur'an dijelaskan bahwa manusia diciptakan sebagai khalifah di bumi. Kewajiban manusia sebagai khalifah di bumi adalah dengan menjaga dan mengurus bumi dan segala yang ada di dalamnya untuk dikelola sebagaimana mestinya. Dalam hal ini kekhalifahan sebagai tugas dari Allah untuk mengurus bumi harus dijalankan sesuai dengan kehendak penciptanya dan tujuan penciptaannya (Nasution, 1992).

Sebagai disiplin ilmu yang mengatur hubungan manusia terhadap Tuhannya, hubungan manusia terhadap dirinya sendiri, hubungan manusia terhadap sesama manusia, hubungan manusia terhadap lingkungan hidup di sekitarnya, maka tidak diragukan bila fikih memiliki peran yang krusial dalam merumuskan tata kelola lingkungan hidup yang sesuai dengan hukum-hukum syara'. Konsep pelestarian lingkungan dalam perspektif fikih yaitu (Sukarn,2011):

1. Melakukan pencemaran lingkungan

- Pencemaran lingkungan disebabkan oleh perusahaan dan perilaku yang menyebabkan pencemaran secara nyata membahayakan lingkungan hidup, hukumnya haram.
- Adapun apabila pencemaran tersebut memiliki tingkat yang rendah dibanding maslahat yang diperoleh, maka hukumnya dibolehkan dengan catatan:
 - ✓ Pembangunannya harus di tempat yang jauh dari pemukiman penduduk. Berusaha melakukan inovasi teknologi untuk mengurangi dampak pencemaran yang ditimbulkan
 - ✓ Fungsi kontrol harus dilakukan oleh pemerintah secara ketat agar tidak menimbulkan dampak yang berbahaya.
- Air merupakan fasilitas umum yang harus dijaga kemaslahatan dan kemanfaatannya

2. Fenomena sampah

- Memelihara kebersihan adalah perintah agama yang harus dilaksanakan
- Dilarang untuk membuang sampah sembarangan yang dapat mengakibatkan mudharat bagi lingkungan sekitar baik karena penyakit maupun menimbulkan bau yang tidak nyaman
- Pemerintah berhak memberikan sanksi terhadap pembuang tidak pada tempatnya

3. Melakukan penghijauan dan penanaman pohon

- Diperintahkan dan dianjurkan
- Melakukannya mendapatkan pahala
- Pemerintah berhak untuk menentukan tempat tertentu untuk dijadikan sebagai wilayah konservasi
- Islam memerintahkan pemilik tanah yang tidak mampu menggarap tanahnya sendiri agar digarap oleh orang lain.

4. Pelestarian sumber daya alam hewani

- Pemanfaatan binatang: Hukum Islam melarang untuk melakukan pembunuhan hewan kecuali untuk kepentingan konsumsi.
- Syariat juga menggariskan bahwa hewan yang berhak untuk dibunuh adalah hewan-hewan yang berbahaya saja.
- Manusia dituntut untuk berbuat baik tidak hanya kepada sesama, melainkan lebih luas meliputi makhluk hidup di sekitarnya, baik binatang maupun tumbuhan

- Melakukan penyiksaan terhadap binatang merupakan perbuatan dosa
 - Syariat juga memerintahkan untuk menjaga kelestarian satwa
5. Fenomena penggundulan hutan dan sumber daya alam nabati
- Fikih islam melarang praktek ini karena berakibat pada kerusakan dan bencana yang mengancam makhluk hidup
6. Pemanfaatan dan Pelestarian sumber daya kelautan
- Islam memberikan izin pemanfaatan sumber daya kelautan dengan tetap menjaga kelestariannya



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan April 2014 sampai dengan Juni 2014 di Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Instrumen, Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan Laboratorium Mineralogi ITS.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: *hotplate*, *magnetic stirrer*, *beaker glass*, lampu UV, mortar, ayakan 200 mesh, corong, cawan porselin, termometer, statif, pipet tetes, pipet volume, stopwatch, neraca analitik, oven pengering, desikator, spatula, difraksi Sinar-X (XRD)-6000 3 kW Shimadzu, spektrofotometer UV-VIS (Varian Cary 50), spektronik 20 dan rangkaian reaktor.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: zeolit alam Turen kota Malang, TiO_2 -anatas 99,99 %, minyak goreng bekas, metanol, aquabides, NH_4NO_3 2 M, NaOH 0,5 N, dietil eter dan etanol.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Preparasi minyak jelantah.
- b. Preparasi zeolit alam.
- c. Aktivasi zeolit alam.
- d. Sintesis komposit TiO_2 -zeolit alam teraktivasi dengan metode hidrotermal.
- e. Karakterisasi komposit fotokatalis TiO_2 -zeolit alam teraktivasi.
- f. Uji aktivitas fotokatalisis material komposit TiO_2 -zeolit alam teraktivasi pada reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas.
- g. Analisis hasil reaksi esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan titrasi asam basa.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Minyak Goreng Bekas (Auruma, *et al.*, 2012)

Tahap pertama adalah penghilangan air dan kotoran pada minyak goreng bekas. Minyak goreng bekas 250 gram ditambahkan ke dalam air dengan komposisi minyak:air (1:1). Selanjutnya campuran minyak:air dipanaskan sampai komposisi air tinggal setengahnya. Campuran diendapkan dalam corong pemisah selama 1 jam, kemudian fraksi air pada bagian bawah dipisahkan, sehingga diperoleh minyak bebas air. Minyak yang dihasilkan, kemudian disaring untuk memisahkan kotoran yang tersisa.

3.4.2 Preparasi Zeolit Alam (Trisunaryanti, *et al.*, 2005)

Digunakan zeolit alam yang berlimpah ketersediaannya dari daerah Turen, kota Malang. Zeolit alam ditumbuk sampai halus kemudian diayak dengan ayakan yang berukuran lebih dari 200 mesh. Zeolit alam Malang halus sebanyak 250 gram direndam dalam 500 mL aquabides dan distirer selama 24 jam kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

3.4.3 Aktivasi Zeolit Alam (Suharto, *et al.*, 2007)

Aktivasi dilakukan dengan cara ditimbang zeolit kering hasil aktivasi sebanyak 50 gram dan ditambahkan dengan larutan NH_4NO_3 2 M sebanyak 100 ml. Campuran distirrer selama 4 jam, disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada suhu 110 °C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 4 jam.

3.4.4 Sintesis Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal

Zeolit hasil aktivasi ditimbang sebanyak 13,5 gram dicampur dengan TiO_2 1,5 gram dan ditambahkan aquades 27 ml. Perbandingan berat TiO_2 dan zeolit hasil aktivasi seperti pada Tabel 3.1. Selanjutnya campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dipindahkan pada botol silika (botol hidrotermal) dan dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 90 °C dalam oven selama 16 jam. Setelah dingin dilakukan penyaringan. Endapan hasil penyaringan kemudian dioven dengan suhu 100 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air (Rianto, 2012). Selanjutnya semua sampel zeolit yang sudah terlapisi TiO_2 tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam (Bismo,2007).

Tabel 3.1 Komposisi variasi komposit TiO₂-zeolit

Komposit Katalis	Zeolit (g)	TiO ₂ (g)	Aquades (ml)
TiO ₂ – zeolit (10%:90 %)	13,5	1,5	27
TiO ₂ – zeolit (20%:80 %)	12	3	24
TiO ₂ – zeolit (25%:75 %)	11,25	3,75	22,5

3.4.5 Karakterisasi Komposit TiO₂ -Zeolit Alam Teraktivasi

3.4.5.1 Karakterisasi Struktur Material dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Komposit TiO₂-zeolit dikarakterisasi untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi, untuk mendapatkan ukuran partikel dan jenis struktur. Analisis XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K_α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5-60^\circ$, step $0,020^\circ$, dan waktu step 1 detik.

3.4.5.2 Karakterisasi Luas Permukaan dengan *Methylen Blue*

Metode adsorpsi *methylen blue* digunakan untuk penentuan luas permukaan spesifik. Langkah-langkah yang dilakukan adalah:

3.4.5.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum *Methylen Blue*

Larutan *methylene blue* 5 ppm diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 600-680 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang optimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar atau panjang gelombang yang paling banyak diserap oleh *methylene blue*.

3.4.5.2.2 Penentuan Waktu Operasional/Waktu Penstabilan

Diambil 20 mL larutan *methylen blue* 5 ppm selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk setiap variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit. Larutan tersebut diukur dengan UV-

Vis. Ditentukan waktu kestabilan *methylen blue* yaitu absorbansi *methylen blue* cenderung stabil.

3.4.5.2.3 Pembuatan Kurva Standar *Methylene Blue*

Dibuat seri larutan baku *methylen blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm. Kemudian diukur absorbansi setiap konsentrasi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Lalu dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan adsorbansi, dimana y adalah adsorbansi dan x adalah konsentrasi. Persamaan ini digunakan untuk menentukan konsentrasi *methylen blue* yang tidak teradsorb.

3.4.5.2.4 Penentuan Luas Permukaan

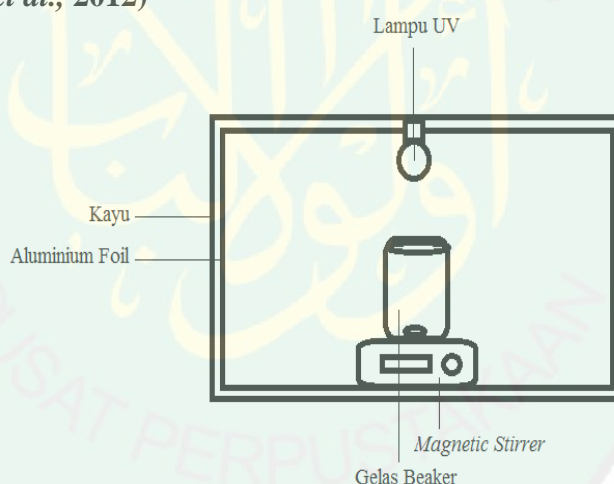
Ditimbang 0,05 g sampel komposit TiO_2 -zeolit. Kemudian dimasukkan 20 mL larutan *methylen blue* 16 ppm. Selanjutnya dishaker dengan kecepatan 150 rpm (*rotations per minute*) pada waktu kestabilan *methylene blue* yaitu, 40 dan 50 menit. Campuran disentrifuguse 1600 rpm selama 3 menit dan filtrat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Kemudian ditentukan luas permukaan yang teradsorb oleh katalis.

3.4.5.3 Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak (Sadiana, *et al.*, 2001)

Zeolit hasil aktivasi dan modifikasi tiap konsentrasi ditentukan keasamannya dengan metode gravimetri yaitu dengan cara adsorpsi gas amoniak pada permukaan katalis. Katalis hasil aktivasi dan modifikasi masing-masing dengan berat 0,5 g diletakkan dalam kaca arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya selanjutnya dipanaskan dalam oven pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam

untuk menguapkan kandungan air. Katalis didinginkan sebentar dalam suhu ruang, kemudian ditimbang lagi untuk mengetahui berat katalis sebenarnya (tanpa air). Kaca arloji yang berisi katalis diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak dan dibiarkan selama 24 jam agar terjadi adsorpsi yang maksimum. Kaca arloji dikeluarkan dari desikator dan diangin-anginkan selama 4 jam pada suhu ruang agar terjadi kesetimbangan antara amoniak pada zeolit, setelah itu beratnya ditimbang dan dihitung nilai keasaman totalnya.

3.4.6 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas (Corro, *et al.*, 2012)



Gambar 3.1 Rangkaian reaktor uji reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis komposit TiO_2 -zeolit

Uji esterifikasi FFA dengan fotokatalis komposit akan dilakukan dengan reaktor sederhana seperti pada Gambar 3.1, dengan sumber lampu yang memancarkan gelombang 366 nm. Ditimbang 10 gram minyak goreng bekas kemudian dicampur dengan metanol 120 gram dalam gelas reaktor pada perbandingan metanol/minyak goreng bekas adalah 120/10 (b/b) (Corro, *et al.*,

2013), kemudian ditambahkan katalis komposit TiO_2 -zeolit pada variasi konsentrasi berat katalis/berat minyak goreng bekas (0 b/b, 1/10 b/b, 1,5 b/b dan 20 b/b menggunakan sumber lampu UV dan 1/10 (b/b) tanpa sumber lampu UV). Campuran distirer dengan kecepatan 300 rpm dan disinari lampu UV pada waktu reaksi 6 jam. Blanko diambil pada penambahan 1/10 b/b katalis tanpa adanya radiasi UV dan 0 b/b katalis dengan lampu UV Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Uji reaksi esterifikasi dengan katalis komposit TiO_2 -zeolit

Perbandingan katalis terhadap minyak goreng bekas (b/b)	Katalis Komposit TiO_2 -zeolit (gram)	Minyak goreng bekas (gram)	Waktu reaksi fotokatalisis (jam)	Keterangan kondisi
0	0	10	6	Radiasi UV
1/10	1	10	6	Radiasi UV
1,5/10	1,5	10	6	Radiasi UV
2/10	2	10	6	Radiasi UV
1/10	1	10	6	Tanpa Radiasi

3.4.7 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Titrasi Asam Basa

3.4.7.1 Standarisasi NaOH 0,1 M

Langkah pertama pembuatan larutan standard primer, yaitu asam oksalat ditimbang seberat 0,9 gram kemudian dilarutkan menggunakan 25 mL aquades dalam *beaker glass*. Kemudian dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dihomogenkan (didapatkan larutan asam oksalat 0,1 M). Langkah kedua, padatan NaOH ditimbang seberat 1 gram. Kemudian dilarutkan menggunakan 100 mL aquades dalam *beaker glass*. Kemudian dipindahkan dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dihomogenkan (didapatkan larutan NaOH 0,1 M). Langkah berikutnya yaitu mentitrasi 10 mL larutan asam oksalat 0,1 M yang

terdapat di dalam erlenmeyer yang telah ditambahkan indikator pp sebanyak 2 tetes menggunakan pentitran NaOH 0,1 M, titrasi ini dilakukan secara duplo.

3.4.7.2 Penentuan Jumlah FFA (*Free Fatty Acid*) (AOAC, 940.28)

Sampel minyak goreng bekas ditimbang 3,525 gram, kemudian dimasukkan ke dalam 250 mL erlenmeyer, ditambahkan dalam 25 mL etanol 95%. Kemudian distirer selama 10 menit dengan suhu ruang. Selanjutnya ditambahkan dengan 2 mL indikator pp dan titik akhir titrasi ditentukan dengan perubahan warna awal bening menjadi merah muda bening. Kemudian dititrasi dengan larutan 0,1 N NaOH. Selanjutnya untuk menghitung % FFA awal dan FFA akhir dapat dilakukan dengan menggunakan Persamaan 3.3.

3.4.7.3 Penentuan Konversi FFA Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas

Penentuan konversi FFA dilakukan diawal dan diakhir reaksi esterifikasi asam FFA dengan titrasi asam basa pada semua produk reaksi esterifikasi yang diambil secara periodik, dengan menggunakan pentitran 0,1 N NaOH. Titrasi asam basa yang digunakan mengikuti metode standar internasional (*American Oil Chemistry Society/AOCS 940.28*). Tahap selanjutnya, konversi *free fatty acid* (% FFA) ditentukan dengan menggunakan Persamaan 3.4 (Corro, *et al.*, 2013).

3.5 Teknik Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO₂ setelah diberi perlakuan.

2. Penentuan luas permukaan katalis

Luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue* dihitung dengan rumus berikut

(Hidayah, *et al.* 2004):

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M} \quad (3.1)$$

Keterangan:

S = Luas permukaan (m^2/g)

X_m = *Methylen blue* yang terserap oleh 1 g adsorben (mg/g)

A = Luas permukaan 1 molekul *methylen blue* ($197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$)

N = Bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ molekul/mol)

M = Massa molekul *methylen blue* (320 g/mol)

3. Penentuan keasaman katalis

Penentuan keasaman katalis dengan adsorpsi amoniak yaitu katalis ditimbang dan amoniak yang terserap oleh katalis dapat dihitung dengan rumus (Musta, 2010):

$$\text{Keasaman} = \frac{W_{\text{NH}_3} \times 1000}{BM_{\text{NH}_3} \times W_{\text{katalis}}} \quad (\text{mmol/g}) \quad (3.2)$$

Keterangan :

W_{NH_3} = Berat NH_3 yang diadsorp (gram)

Mr_{NH_3} = Berat molekul NH_3 (17 g/mol)

W_{katalis} = Berat katalis tanpa air (gram)

4. Penentuan Jumlah FFA

Penentuan jumlah FFA awal dan akhir pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan titrasi asam basa dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Free Fatty Acid (\% FFA)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times BM}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\% \quad (3.3)$$

5. Penentuan Konversi FFA Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas

Penentuan konversi FFA pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\% \text{FFA}_{\text{awal}} - \% \text{FFA}_{\text{setelah reaksi}}}{\% \text{FFA}_{\text{awal}}} \times 100 \% \quad (3.4)$$

6. Data yang diperoleh dari pengukuran aktivitas fotokatalisis TiO_2 -zeolit pada reaksi konversi minyak goreng bekas menjadi biodiesel menggunakan metode titrasi asam basa berupa nilai-nilai konsentrasi FFA dalam setiap sampel. Nilai ini akan diubah dalam bentuk persentasi FFA.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembahasan pada bab ini meliputi preparasi zeolit alam, aktivasi zeolit alam dengan larutan NH_3NO_4 , sintesis komposit Zeolit- TiO_2 menggunakan metode hidrotermal, karakterisasi dari material yang telah disintesis, preparasi minyak jelantah dan uji aktivitas fotokatalis. Adapun karakterisasi dalam penelitian ini yaitu XRD untuk mengetahui struktur material komposit, luas permukaan spesifik dengan menggunakan metode adsorpsi *methylene blue* dan analisis keasaman dengan metode adsorpsi amoniak.

4.1 Preparasi Zeolit Alam

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini merupakan batuan zeolit alam yang diperoleh dari Desa Mbaran Kecamatan Turen Kabupaten Malang Selatan. Zeolit yang digunakan ditumbuk dan diayak dengan ayakan ukuran 200 mesh untuk memperoleh ukuran partikel zeolit alam yang kecil sehingga luas permukaannya akan semakin besar. Pada preparasi ini dilakukan pencucian zeolit alam dengan cara merendam dalam air bebas ion dengan pengaduk magnetik stirer sehari semalam pada temperatur kamar untuk menghilangkan pengotor-pengotor fisik berupa debu atau pasir yang terdapat dalam zeolit. Zeolit disaring dan endapan yang diperoleh dipanaskan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam untuk menguapkan kandungan air.

4.2 Aktivasi Zeolit Alam dengan Larutan NH_4NO_3 2 M

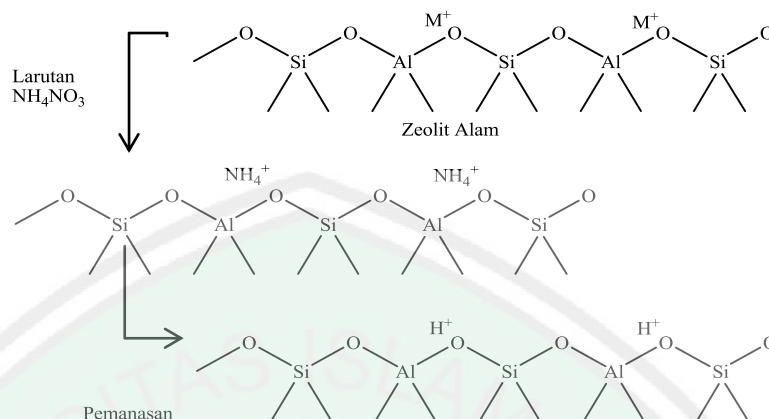
Zeolit alam pada umumnya banyak bercampur dengan materi pengotor (*impurities*) seperti logam alkali/alkali tanah. Oleh karena itu, zeolit alam perlu diaktivasi guna meningkatkan karakter terutama aktivitas katalitiknya (Trisunaryati, 2005). Selain itu, aktivasi bertujuan untuk membersihkan permukaan pori dan mengatur kembali letak susunan atom yang dipertukarkan (Rosdiana, 2006).

Dalam penelitian ini, setelah diaktivasi warna sampel zeolit berubah dari warna hijau keabuan menjadi warna coklat muda seperti pada Gambar 4.1. Hal ini diduga terjadi pengurangan bobot zeolit yang menunjukkan adanya kandungan air dan senyawa organik (Hasibuan, 2012) serta diduga terjadi perubahan luas permukaan pada pori-pori zeolit. Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan cara aktivasi kimia maupun aktivasi secara fisika.

Prosedur aktivasi secara kimia dilakukan melalui pengasaman, tujuannya untuk memurnikan zeolit alam dari pengotor-pengotor yang dapat dipertukarkan ion-ion seperti logam alkali dan alkali tanah. Aktivasi kimia dilakukan dengan menambahkan NH_4NO_3 2 M ke dalam zeolit kering. Larutan NH_4NO_3 merupakan garam yang terbentuk dari asam kuat dan basa lemah, untuk jenis garam ini memiliki $\text{pH} < 7$ (bersifat asam). Aktivasi asam yang digunakan bukan berasal dari golongan asam kuat seperti HCL dan H_2SO_4 , karena menurut Ertan dan Ozkan (2005) perlakuan dengan menggunakan asam kuat menyebabkan kerusakan pada struktur kristal.

Keberadaan atom Al secara keseluruhan menyebabkan zeolit memiliki muatan negatif. Muatan negatif inilah yang menyebabkan zeolit mampu mengikat kation. Sifat zeolit sebagai penukar ion karena adanya logam alkali atau alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam dengan kation lain dengan jumlah yang sama.

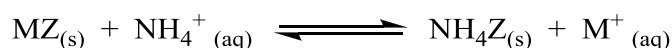
Penggunaan NH_4NO_3 terletak pada keefektifan bahan tersebut sebagai pengganti ion-ion pada zeolit, khususnya ion logam alkali (Li^+ , Na^+) atau alkali tanah (Ca^{2+} , Mg^{2+}). Rosdiana (2006) melaporkan bahwa penambahan garam NH_4NO_3 bertujuan sebagai penukar kation, sehingga ion pengganggu yang terdapat dalam zeolit dapat disubsitusi dengan kation NH_4^+ yang terdapat dipermukaan zeolit. Menurut Dariyus (2005) faktor yang mempengaruhi pertukaran ion yaitu volume ion, ukuran ion yang masuk dapat mempengaruhi laju dan jumlah pertukaran ion dan dapat juga dipengaruhi oleh selektifitas ion. Setiap jenis-jenis zeolit pada umumnya memiliki urutan selektifitas ion yang berbeda-beda. Ion yang memiliki selektifitas yang tinggi akan dengan mudah masuk kedalam rongga zeolit dibandingkan dengan ion yang selektifitasnya rendah. Urutan selektifitas zeolit modernite yaitu (Dariyus,2005): $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{Rb}^+ < \text{NH}_4^+ < \text{K}^+ < \text{Cs}^+$. Sehingga logam alakali Na^+ mudah digantikan dengan NH_4^+ karena selektivitas NH_4^+ lebih besar daripada Na^+ . Mekanisme pertukaran ion diilustrasikan seperti pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit (Banon dan Suharto, 2008)

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan mekanisme penukar ion logam dengan amonium pada zeolit yang menggambarkan bahwa ion-ion NH₄⁺ dari larutan amonium menggantikan logam alkali pada permukaan zeolit alam. Ikatan antara gugus amonium dan sisi aktif permukaan zeolit bersifat rentan terhadap pemanasan. Pertukaran ion berlangsung secara bertahap dan sebanding dengan banyaknya kation yang tersedia, sehingga semakin besar konsentrasi larutan amonium nitrat yang digunakan dalam aktivasi semakin banyak pula kation-kation logam alkali pada zeolit yang diganti oleh ion amonium (Suharto, 2005).

Adapun mekanisme reaksi pertukaran ion amonium dengan zeolit secara singkat adalah sebagai berikut:



Daya serap zeolit terhadap amoniak semakin besar dengan semakin kecilnya konsentrasi larutan amonium nitrat yang digunakan, karena amoniak dalam air melalui mekanisme pertukaran kation. Pengaruh konsentrasi pada penggunaan NH₄NO₃ 2 M terhadap daya serap zeolit yaitu semakin besar

konsentrasi amonium nitrat yang digunakan dalam aktivasi maka akan semakin banyak pula kation-kation logam alkali pada zeolit yang diganti oleh ion amonium (Charles, 2008). Selain itu, daya serap zeolit terhadap amoniak ternyata juga dipengaruhi ukuran butir dalam proses aktivasi. Pada zeolit ukuran yang digunakan adalah menggunakan ayakan mesh 200 μm , dimana menurut (Suharto, 2008) ukuran butir zeolit pada kisaran 180 – 250 μm mempunyai daya serap yang besar terhadap amoniak. Hal ini diduga karena pada ukuran butir dibawah 180 μm masih banyak bercampur dengan lempung/tanah pada saat penumbukan sehingga mempunyai daya serap lebih kecil dan luas permukaan yang kecil.

Zeolit yang telah dicampur dengan larutan NH_4NO_3 dilakukan pengadukan selama 4 jam tanpa pemanasan dan disaring sehingga didapatkan residu berupa zeolit-amonium. Kemudian residu dicuci dengan aquades untuk menghilangkan NO_3^- yang terlepas dari NH_4NO_3 sampai pH filtrat netral. Selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu 110 $^\circ\text{C}$ selama 12 jam untuk mengurangi kadar garam dalam air 4 % (Suharto, 2005).

Proses aktivasi dilanjutkan dengan aktivasi secara fisika. Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pemanasan pada suhu 400 $^\circ\text{C}$, tujuannya untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori, dan memperluas permukaan. Proses kalsinasi pada suhu 400 $^\circ\text{C}$ selama 4 jam yang menyebabkan ion amonium pada permukaan zeolit terurai dan melepaskan molekul amoniak, sehingga permukaan zeolit dipenuhi oleh ion-ion hidrogen di permukaan strukturnya dan zeolit menjadi asam. Semakin banyak ion hidrogen yang terikat pada zeolit, maka semakin kecil daya serap zeolit terhadap ion amonium.

Hubungan antara suhu kalsinasi terhadap daya serap zeolit terhadap amoniak berpengaruh pada aktivitas adsorpsi zeolit yang diperoleh. Menurut, Suharto (2005) suhu kalsinasi diatas $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ zeolit mengalami degradasi sehingga aktivitas adsorpsinya mulai berkurang. Hal ini dapat diduga bahwa suhu kalsinasi yang optimum adalah $\leq 500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sehingga zeolit sebagai katalis akan memiliki aktivitas katalis atau daya serap yang lebih baik dibandingkan dengan zeolit tanpa aktivasi.



Gambar 4.2 Hasil aktivasi zeolit (a) zeolit sebelum aktivasi (b) zeolit setelah kalsinasi.

4.3 Hasil Sintesis Komposit TiO_2 -Zeolit Alam teraktivasi dengan Metode Hidrotermal

Zeolit alam yang teraktivasi dikompositkan dengan TiO_2 . Pengkompositkan TiO_2 dengan silika dapat menghasilkan distribusi TiO_2 yang merata serta ukuran yang relatif kecil. Sehingga luas permukaan dan aktifitas fotokatalitik TiO_2 semakin besar. Sintesis komposit dari zeolit alam teraktivasi dengan titanium dioksida dilakukan dengan metode hidrotermal. memperkuat komponen, sifat-sifat antar muka dan matriks adalah aplikasi utama dalam meningkatkan kinerja komposit.

Metode hidrotermal merupakan salah satu cara kristalisasi suatu bahan dari larutan dengan kondisi suhu dan tekanan tertentu. Hidrotermal dalam sistem

komposit dapat memperkuat sifat-sifat antar muka antara komponen dan matriks sehingga dapat meningkatkan kinerja komposit (Byrappa, 2001). Pemilihan metode hidrotermal ini dilakukan karena temperatur relatif rendah untuk reaksi, distribusi ukuran partikel yang homogen dan kemurnian tinggi.

Komposit TiO_2 -zeolit diperoleh dengan cara menambahkan TiO_2 sebanyak 1,5 gram, ditambahkan dengan aquades 27 ml. Kemudian dicampurkan dengan zeolit alam hasil aktivasi 13,5 g. Penambahan aquades berfungsi untuk membuat TiO_2 dalam fasa molekuler, sehingga molekul TiO_2 dapat bergerak secara gerak brown membentuk *boundry*. Menurut (Byrappa, 2001) air juga berguna untuk menstabilkan fase metastabil. Variasi zeolit yang dikompositkan dengan TiO_2 yakni, TiO_2 -zeolit (10 %:90 %), TiO_2 -zeolit (20 %:80 %) dan TiO_2 -zeolit (25 %:75 %). Kemudian campuran diaduk selama 2 jam, dilakukan untuk memaksimalkan proses kontak interaksi larutan titanium dioksida dengan zeolit. Selanjutnya campuran dimasukkan pada botol silika dan dipanaskan pada suhu 90 °C dalam oven selama 12 jam.

Proses pemanasan komposit dalam wadah tertutup menggunakan air selama 12 jam ini dilakukan untuk memberikan energi dalam memperbesar energi kinetik zat komposit untuk berdifusi ke dalam pori. Proses pemanasan dilakukan dalam botol hidrotermal tertutup, keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan tetap terjaga (Oye, *et al.* 2001). Suharto (2007) melaporkan bahwa waktu optimum yang digunakan untuk modifikasi adalah pemanasan

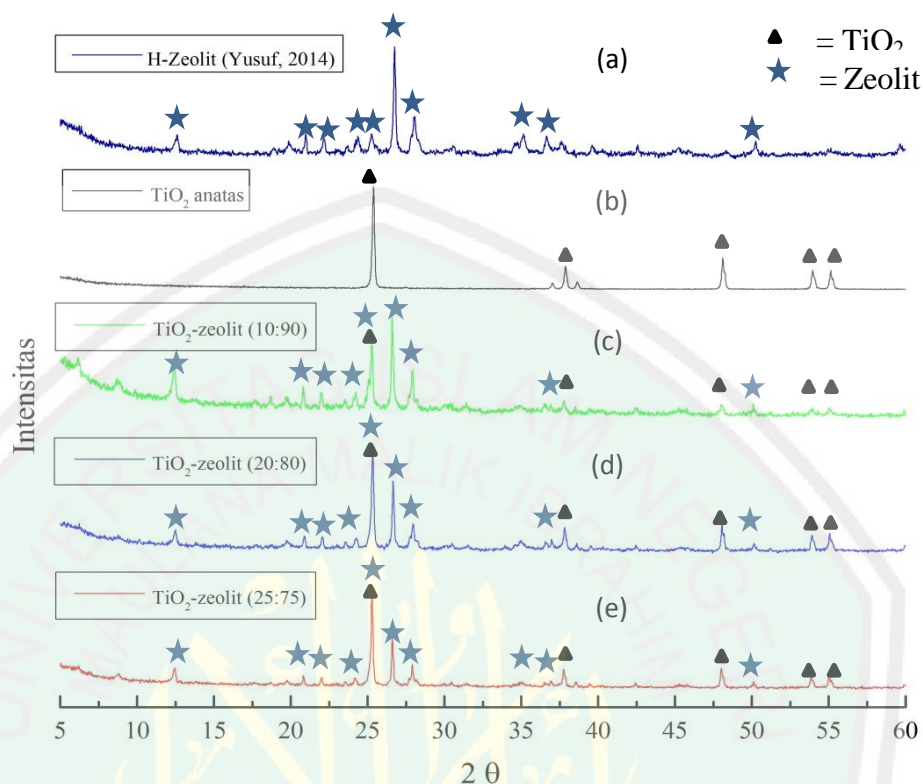
selama 12 jam. Setelah proses hidrotermal komposit TiO₂-zeolit didiamkan selama 24 jam dalam suhu ruang untuk meningkatkan derajat kristalinitas dari struktur zeolit modifikasi.

Katalis yang dihasilkan selanjutnya disaring dan dioven pada suhu 100 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air yang masih terkandung didalam zeolit. Sampel zeolit yang di anggap sudah terlapisi TiO₂ dimasukkan ke dalam *furnace* untuk dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam. Berdasarkan, Hasibuan (2012) kalsinasi pada suhu 400 °C dilakukan untuk mendispersikan TiO₂ secara merata pada seluruh permukaan zeolit alam. Selain itu, kalsinasi juga bertujuan untuk menghilangkan molekul air dan senyawa pengotor organik yang menempati ruang antar lapis zeolit. Dengan demikian, luas permukaan spesifik antar lapis zeolit alam terkompositkan akan bertambah besar akibat dari menyisipnya TiO₂ dan hilangnya molekul air.

4.4 Karakterisasi Komposit TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi

4.4.1 Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Data difraksi sinar-X dianalisis untuk mengidentifikasi struktur dan kristalinitas zeolit sebelum dan sesudah perlakuan komposit serta untuk mengetahui struktur kristal yang terdapat pada komposit. Hasil analisis XRD memberikan informasi yang lengkap mengenai difaktrogram dari komposit TiO₂ dan zeolit dengan variasi komposisi. Pola difraksi XRD dari komposit yang telah disintesis ditunjukkan pada gambar Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Difraktogram hasil karakterisasi (a) Zeolit (Yusuf, 2014) (b) TiO_2 (c) TiO_2 -zeolit (10%:90%), (d) TiO_2 -zeolit (20%:80%) dan (e) TiO_2 -zeolit (25%:75%)

Gambar 4.3 menunjukkan puncak-puncak khas zeolit, TiO_2 dan variasi komposit TiO_2 -zeolit. Puncak karakterisasi untuk zeolit alam berada pada puncak $2\theta = 12,64^\circ$; $20,97^\circ$; $24,38^\circ$; $25,26^\circ$; $26,74^\circ$; $28,00^\circ$; $35,16^\circ$; $36,64^\circ$ dan $50,24^\circ$ (Yusuf, 2014), sedangkan pada TiO_2 anatase secara jelas diketahui berbagai puncak khas yang berada pada $2\theta = 25,38^\circ$; $37,88^\circ$; $48,11^\circ$; $53,94^\circ$ dan $55,13^\circ$. Pola difraktogram dari TiO_2 -zeolit alam Malang dengan berbagai variasi penambahan TiO_2 menunjukkan bahwa puncak-puncak yang dihasilkan mengalami pemisahan secara jelas antara TiO_2 dan zeolit serta puncak-puncak yang tajam sehingga dapat disimpulkan bahwa material komposit yang dihasilkan pada Gambar 4.3 masing-masing puncak khas TiO_2 dan zeolit dapat teramati dengan jelas dan tidak

teramati puncak-puncak baru. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada pembentukan senyawa baru antara TiO_2 dan zeolit alam teraktivasi, sehingga katalis yang dihasilkan dapat dikatakan berada dalam sistem komposit yang terdiri dari TiO_2 anatas dan zeolit alam teraktivasi.

Pada prinsipnya, puncak-puncak utama muncul pada 2θ yang sama baik pada pola difaktogram sampel zeolit alam maupun pola difaktogram pada komposit TiO_2 -zeolit. Kesesuaian pola difaktogram tersebut mengindikasikan bahwa pada penambahan TiO_2 pada zeolit alam tidak mengalami perubahan struktur pada zeolit alam karena tidak adanya puncak baru. Perubahan yang terjadi hanya pada intensitas puncaknya. Proses dispersi TiO_2 dan perlakuan kalsinasi suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ menyebabkan terjadi peningkatan intensitas puncak-puncak serta penghilangan pengotor pada puncak difraktogram yang berarti kristalinitas katalis meningkat. Hal ini ditunjukkan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Puncak-puncak khas pada TiO_2 , zeolit dan variasi komposit TiO_2 -zeolit

Sampel	Puncak Khas		TiO_2 -zeolit (10 %:90 %)	
	2θ	Intensitas %	2θ	Intensitas %
Zeolit	$12,64^\circ$	12,68	$12,42^\circ$	42,27
	$20,97^\circ$	19,31	$20,80^\circ$	23,87
	$22,16^\circ$	15,41	$22,99^\circ$	14,72
	$24,38^\circ$	16,57	$24,23^\circ$	14,54
	$25,26^\circ$	19,56	$25,28^\circ$	63,77
	$26,74^\circ$	100,00	$26,58^\circ$	10,45
	$28,00^\circ$	34,68	$28,24^\circ$	100,00
	$35,16^\circ$	18,03		
	$36,64^\circ$	18,19	$36,52^\circ$	7,05
	$50,24^\circ$	13,90	$50,10^\circ$	8,46
TiO_2	$25,38^\circ$	100,00	$25,28^\circ$	63,77
	$37,88^\circ$	22,04	$37,78^\circ$	11,70
	$48,11^\circ$	29,00	$48,02^\circ$	10,16
	$53,94^\circ$	17,03	$53,90^\circ$	5,63
	$55,13^\circ$	18,72	$55,07^\circ$	7,01

Sampel	TiO ₂ -zeolit (20 %:80 %)		TiO ₂ -zeolit (25 %:75 %)	
	2θ	Intensitas %	2θ	Intensitas %
Zeolit	12,49°	13,92	12,45°	15,89
	20,89°	12,01	20,82°	11,72
	22,07°	10,60	22,01	8,30
	24,30°	9,66	24,19°	7,40
	25,32°	100,00	25,27°	100,00
	26,65°	24,08	26,60°	52,66
	28,27°	69,15	28,20°	23,65
			35,04°	18,76
	36,98°	9,21	36,9°	5,79
50,14°	7,73	50,11°	5,91	
TiO ₂	25,32°	100,00	25,27°	100,00
	37,81°	22,21	37,74°	18,76
	48,06°	27,24	48,0°	21,15
	53,91°	14,81	53,86°	11,01
	55,06°	18,29	55,03°	13,81

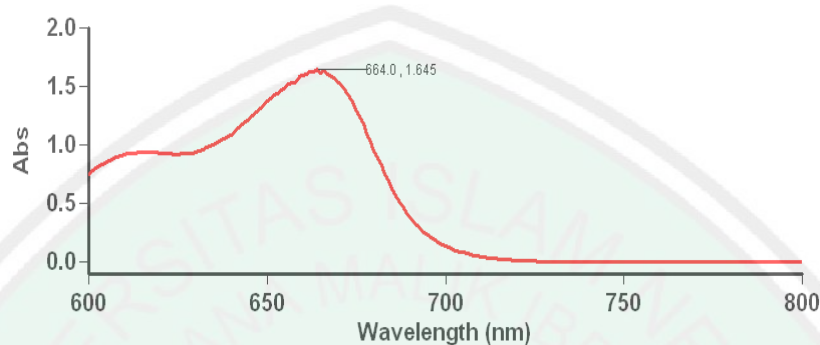
4.4.2 Karakterisasi Luas Permukaan dengan *Methylene Blue*

4.4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Penentuan luas permukaan komposit TiO₂-zeolit dilakukan dengan menggunakan adsorpsi *methylene blue*. Adsorpsi dilakukan untuk menentukan kapasitas adsorpsi yang terdapat pada zeolit yang sudah dikompositkan. Perlakuan diawali dengan menentukan panjang gelombang maksimum yang ditentukan dengan mengukur nilai absorbansi dari larutan *methylen blue* 5 ppm pada panjang gelombang 664 nm.

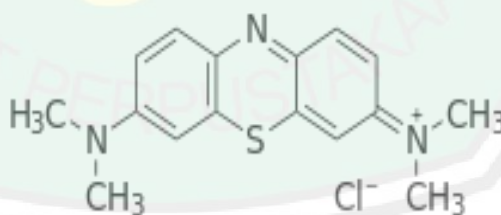
Data yang diperoleh dari pengukuran panjang gelombang maksimum *methylene blue* dibutuhkan untuk pengukuran pada penentuan waktu operasional, pembuatan kurva baku, dan pengukuran konsentrasi *methylene blue* pada proses

adsorpsi oleh sampel. Hasil pengukuran hubungan antara absorbansi dan panjang gelombang didapatkan kurva yang ditunjukkan oleh Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *methylene blue*

Berdasarkan Gambar 4.4 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum dari larutan *methylene blue* 5 ppm adalah 664 nm. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *methylene blue* terletak pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer biru sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah (Underwood, 2002).

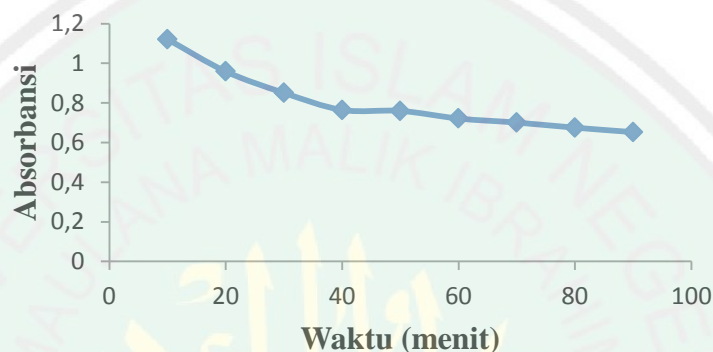


Gambar 4.5 Struktur *methylene blue*

4.4.2.2 Penentuan Waktu Operasional

Penentuan waktu operasional dilakukan dengan diambil 20 mL larutan *methylene blue* 5 ppm selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk setiap variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit,

selanjutnya larutan diukur dengan spektrofotometri UV-Vis. Penentuan waktu operasional dilakukan untuk mendapatkan waktu pengukuran yang stabil dari *methylene blue*. Kurva pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi *methylene blue*, dapat dilihat pada Gambar 4.6.



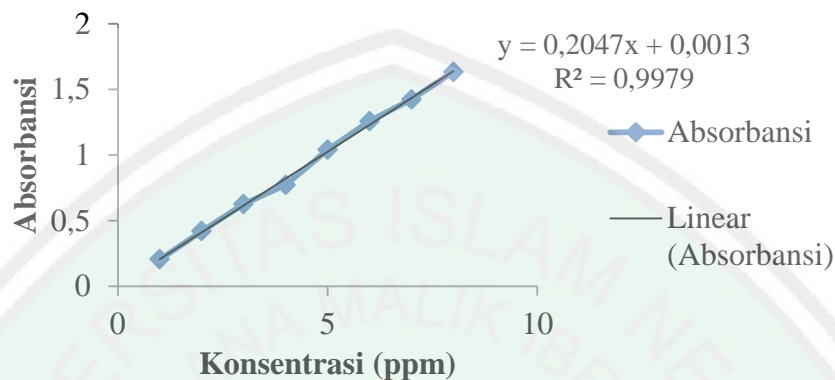
Gambar 4.6 Kurva waktu operasional *methylene blue*

Berdasarkan Gambar 4.6 awal terjadinya reaksi absorbansi *methylene blue* menurun sampai waktu tertentu hingga diperoleh waktu yang stabil. Larutan *methylene blue* cenderung stabil pada waktu 40 – 50 menit. Menurut (Rohman, 2007), semakin lama waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa yang berwarna tersebut menjadi rusak atau terurai sehingga intensitas warnanya turun akibatnya absorbansinya juga turun. Karena alasan inilah, maka untuk pengukuran senyawa berwarna (hasil suatu reaksi kimia) harus dilakukan pada saat waktu operasional.

4.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku

Penentuan kurva baku dilakukan dengan menggunakan berbagai konsentrasi larutan *methylene blue* yakni, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm pada panjang gelombang maksimum 664 nm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk

menentukan hubungan antara absorbansi dan konsentrasi. Kurva baku dari larutan *methylene blue* dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Kurva baku *methylene blue* konsentrasi 1-8 ppm

Berdasarkan Gambar 4.7 memperlihatkan garis lurus dimana semakin besar konsentrasi yang digunakan berbanding lurus dengan absorbansi. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9979. Nilai r yang mendekati 1 menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi. Persamaan regresi linier yang diperoleh adalah $y = 0,2047x + 0,0013$, dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methylene blue*. Berdasarkan persamaan tersebut, konsentrasi larutan *methylene blue* dapat dihitung dengan memasukkan nilai absorbansi.

4.4.2.4 Penentuan Luas Permukaan

Hasil komposit TiO_2 -zeolit terhadap larutan *methylene blue* dianalisis dengan mengukur berat *methylene blue* yang teradsorb oleh zeolit (m^2/g) dengan mencari selisih konsentrasi larutan *methylene blue* sebelum diadsorbsi oleh adsorbat dan konsentrasi *methylene blue* setelah diadsorbsi oleh adsorbat (Mustafa, 2013). Berdasarkan nilai berat adsorpsi *methylen blue* pada lampiraan

perhitungan L.3.2 dapat diketahui nilai luas permukaan katalis pada daerah waktu kontak pada serapan optimal yaitu pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Nilai luas permukaan variasi komposit TiO₂-zeolit

Katalis	Luas Permukaan (m ² /g)	
	40 menit	50 menit
TiO ₂ -Zeolit (10 % : 90 %)	13,9566	14,1623
TiO ₂ -Zeolit (20 % : 80 %)	16,7285	16,4747
TiO ₂ -Zeolit (25 % : 75 %)	14,6566	15,4043

Tabel 4.2 menunjukkan adanya perbedaan antara luas permukaan spesifik terhadap variasi komposit zeolit dan TiO₂. Luas permukaan spesifik pada komposit TiO₂-zeolit (20 %:80 %) menunjukkan luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan komposit lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan hidrotermal pada zeolit yang dikompositkan dengan TiO₂ mampu meningkatkan luas permukaan katalis. Menurut Nugrahaningtyas (2011) bahwa adanya penambahan TiO₂ mampu meningkatkan luas permukaan spesifik dan volume total pori. Menurut Rodiansono (2007) adanya penambahan TiO₂ dapat menyumbangkan volume total pori dalam mengadsorp, sehingga luas permukaan akan meningkat, akan tetapi konsekuensinya adalah prekursor dapat menutupi pori pengemban.

Adanya penurunan luas permukaan pada komposit TiO₂-zeolit (25 %:75 %), hal ini dimungkinkan terjadi dispersi TiO₂ yang tidak merata, sehingga zeolit yang dikompositkan dengan TiO₂ 25 % mengalami penutupan pori-pori yang berakibat berkurangnya kemampuan daya serap *methylene blue*. Dispersi TiO₂ yang tidak merata menyebabkan penumpukan TiO₂ dan penutupan pori pengemban oleh TiO₂ sehingga luas permukaan katalis kecil. Luas permukaan

yang semakin besar menunjukkan bahwa volume total pori dan situs aktif katalis meningkat serta ukuran pori katalis semakin seragam, sehingga akan meningkatkan daya adsorpsi dan aktivitas katalis. Sehingga pada komposit TiO₂-zeolit (20 %:80 %) memiliki luas permukaan optimum untuk mengadsorb *methylene blue* dibandingkan dengan komposit lainnya. Selain itu, pengaruh luas permukaan yang besar memberikan luas kontak yang besar antara molekul reaktan dengan katalis. Molekul reaktan akan bergerak bebas sebelum mengalami adsorpsi pada permukaan katalis kemudian teraktivasi dan bereaksi menghasilkan produk. Semakin banyak molekul reaktan yang teradsorpsi dan teraktivasi, maka semakin tinggi pula peluang terjadinya reaksi terkatalisis menghasilkan produk.

4.4.3 Karakterisasi Keasaman dengan Adsorpsi Amoniak

Keasaman adalah jumlah milimol asam per satuan berat atau luas permukaan. Tingkat keasaman ditentukan oleh situs-situs aktif dalam katalis yang nantinya berperan dalam proses katalitik. Sifat keasaman zeolit merupakan karakter penting dan menentukan aktifitas katalis. Besaran ini diperoleh dengan menggunakan adsorpsi amonia. Adsorpsi amonia digunakan untuk menentukan jumlah keasaman pada permukaan padatan.

Hasil dari uji keasaman dari variasi komposit TiO₂-zeolit dicantumkan pada Tabel 4.3 dengan perhitungan pada lampiran L.3.1.

Tabel 4.3 Hasil uji keasaman katalis

Komposit	Keasaman Total (mmol/gram)
TiO ₂ -Zeolit (10 %-90 %)	0,9021
TiO ₂ -Zeolit (20 %-80 %)	0,9960
TiO ₂ -Zeolit (25 %-75 %)	1,4882

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.3 menunjukkan nilai keasaman yang semakin meningkat diikuti dengan semakin banyaknya TiO_2 yang dikompositkan pada zeolit. Pada komposit TiO_2 -zeolit (10 %:90 %) memiliki tingkat keasaman yang paling rendah diantara komposit lainnya. Hal ini diduga berkaitan dengan pendispersian TiO_2 yang tidak merata pada permukaan zeolit. Dimana penumpukan TiO_2 tersebut pada salah satu tempat dalam pori zeolit menyebabkan situs sisi aktif dari TiO_2 tidak mampu mengabsorpsi uap amoniak, sehingga keasaman yang dihasilkan lebih kecil.

Menurut Suseno (2003) nilai keasaman dipengaruhi banyaknya sisi aktif logam pada zeolit. Sehingga campuran oksida logam TiO_2 diduga dapat berperan sebagai sisi aktif untuk mengadsorpsi amoniak, sehingga jumlah amoniak yang teradsorpsi dari zeolit modifikasi lebih banyak dibandingkan dengan zeolit alam yang hanya memiliki situs asam Lewis dan asam Brønsted. Sedangkan Nugrahaningtyas, *et al* (2009) menambahkan bahwa meningkatnya keasaman dipengaruhi oleh ion H^+ pada kerangka zeolit dari proses kalsinasi NH_4 -zeolit menjadi H-zeolit dengan melepaskan gas NH_3 .

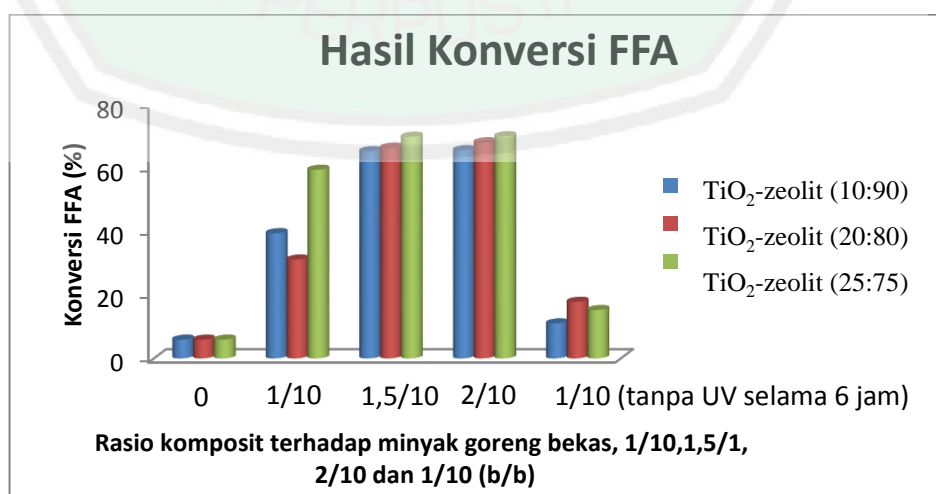
Pengaruh nilai keasaman berkaitan dengan situs aktif katalis terhadap konversi FFA yang diperoleh, dimana semakin besar nilai keasaman maka jumlah situs aktif meningkat. Situs-situs aktif akan berinteraksi langsung dengan molekul reaktan, sehingga akan menghasilkan reaksi yang lebih cepat untuk menghasilkan suatu produk. Chung, *et al* (2008) menjelaskan bahwa dalam penelitiannya, prosentase konversi FFA ini semakin meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah sisi asam pada suatu katalis.

4.5 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas

Komposit yang telah dikarakterisasi selanjutnya digunakan sebagai katalis pada reaksi esterifikasi asam lemak bebas dalam minyak goreng bekas. Komposit TiO_2 -zeolit ini digunakan untuk mengubah asam lemak bebas dalam minyak jelantah menjadi metil ester sehingga akan mengurangi kandungan asam lemak bebas tersebut. Esterifikasi asam lemak bebas dengan metanol dapat dilakukan dengan menggunakan katalis asam. Esterifikasi dengan katalis asam dapat dilakukan dengan cepat (Van, *et al.*, 2004).

Hasil esterifikasi selanjutnya dianalisis kandungan asam lemak bebasnya dengan menggunakan metode titrasi NaOH dan indikator pp. Titik ekuivalen titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna larutan dari kuning menjadi warna merah muda. Dengan tercapainya titik ekuivalen titrasi ini maka dapat diketahui bilangan asam dari minyak.

Hasil % konversi FFA pada reaksi esterifikasi dengan variasi komposisi katalis TiO_2 -zeolit dan konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 4.8.



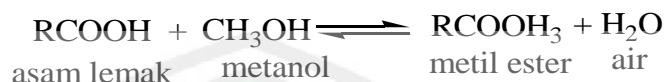
Gambar 4.8 Hasil konversi FFA pada berbagai variasi komposit TiO_2 -zeolit fotokatalis

Tabel 4.4 Nilai % konversi FFA pada variasi komposit TiO₂-zeolit alam

Rasio komposit terhadap minyak goreng bekas (b/b)	% Konversi FFA		
	Komposit TiO ₂ -Zeolit (10%:90%)	Komposit TiO ₂ -Zeolit (20%:80 %)	Komposit TiO ₂ -Zeolit (25%:75%)
0	5,92	5,92	5,92
1/10	39,56	31,24	59,48
1,5/10	65,35	66,44	69,85
2/10	65,64	68,12	69,98
1/10 (tanpa UV)	11,05	17,86	15,28

Tabel 4.4 menunjukkan efektifitas dari katalis komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi. Tanpa adanya katalis konversi yang dihasilkan adalah sebesar 5,92 % sedangkan dengan adanya katalis 1/10 (b/b) dihasilkan konversi sebesar 59,48 %. Dengan demikian terjadi peningkatan efektifitas konversi sebesar 53,56 %. Kenaikan rasio katalis komposit juga dapat meningkatkan konversi FFA, hal ini dapat diamati dari Tabel 4.4 pada rasio komposit 1,5/10 (b/b) dan 2/10 (b/b) dengan peningkatan efektifitas maksimum sebesar 64,06 %. Meskipun demikian, kenaikan konsentrasi menjadi tidak signifikan dari rasio komposit 1,5/10 (b/b) ke rasio komposit 2/10 (b/b) dimana hanya terjadi peningkatan efektifitas sebesar 0,13 %. Kenaikan % konversi FFA yang tidak signifikan pada rasio komposit 1,5/10 dan 2/10 (b/b), diduga karena asam lemak bebas telah terkonversi sempurna menjadi metil ester akibat kelarutan dari asam lemak bebas dalam metanol mencapai nilai yang maksimum. Selain itu juga karena kesetimbangan reaksi sudah tercapai sehingga tidak memperbesar hasil konversi dan reaksi yang

terjadi dalam proses esterifikasi adalah *reversible* (bolak-balik) seperti pada Gambar 4.9.



Gambar. 4.9 Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester

Hal ini juga dilaporkan oleh Rachmaniah (2013) bahwa peningkatan katalis pada reaksi transesterifikasi minyak mentah dedak padi tidak meningkatkan konversi metil ester secara bermakna karena asam lemak, triglyserida dan glyserida terkonversi sempurna menjadi metil ester akibat asam kelarutan triglyserida dan glyserida dalam metanol mencapai nilai yang maksimum. Selain itu, kenaikan % konversi FFA yang tidak signifikan tersebut juga dimungkinkan akibat telah maksimalnya jumlah reaktan yang digunakan sehingga penambahan jumlah katalis tidak merubah nilai % konversi FFA. Hal ini menunjukkan bahwa rasio komposit 1,5/10 (b/b) dinilai cukup ideal untuk digunakan pada proses katalisis produksi biodiesel, meskipun untuk meningkatkan konversi FFA pada proses katalisis perlu dilakukan proses optimasi lebih lanjut pada berbagai varabel penelitian. Salah satunya intensitas radiasi maupun lama waktu penyinaran.

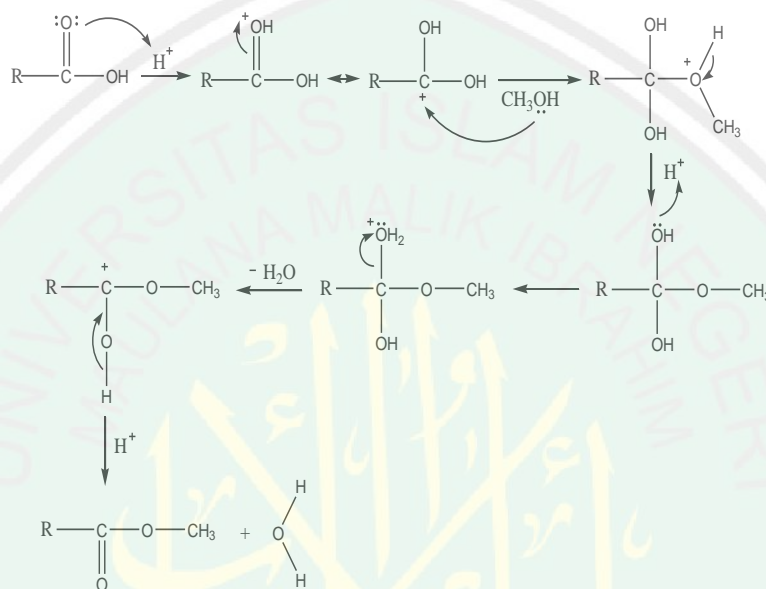
Pengaruh penyinaran UV terhadap peningkatan nilai konversi juga dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.8. Pada konsentrasi katalis sebesar 1/10 (b/b) dengan adanya radiasi UV dihasilkan sebesar 59,48 %, sedangkan tanpa adanya radiasi UV hanya dihasilkan 15,28 %. Hal ini dapat mengindikasikan adanya peranan masing-masing komponen komposit TiO₂-zeolit. Tanpa adanya penyinaran UV, semikonduktor TiO₂ tidak dapat berperan dalam proses katalisis.

Sehingga diduga hasil konversi sebesar 15,28 % merupakan kontribusi dari komponen zeolit. Hal ini bersesuaian dengan Karunia (2012) yang melaporkan bahwa zeolit dapat mengkatalisis pada proses konversi FFA. Selain zeolit dapat mengkatalisis konversi FFA, dia juga dapat berperan sebagai pengemban bagi semikondukt TiO₂ yang aktif berperan sebagai fotokatalis dengan adanya sinar UV. Sehingga, kenaikan efektifitas konversi sebesar 44,2 % dengan penambahan radiasai UV pada Tabel 4.4 mengindikasikan peranan semikonduktor TiO₂ pada proses fotokatalisis.

Konversi biodiesel dari minyak goreng bekas diawali dengan reaksi esterfikasi, dengan mencampurkan minyak goreng bekas dengan perbandingan metanol 10:120 (b/b). Sepuluh gram minyak goreng bekas yang telah dibersihkan kemudian diesterifikasi asam lemak bebasnya dengan 120 gram metanol. Hal ini dipercepat dengan katalis komposit TiO₂-zeolit. Hasil esterfikasi ini menghasilkan campuran yang keruh. Penggunaan metanol secara berlebih ditujukan agar reaksi berjalan kearah kanan, yakni kearah konversi yang lebih baik dan dapat meningkatkan hasil metil ester yang maksimal (Fessenden, 1982). Menurut Padmaningsih, *et al* (2006), metanol berperan sebagai reaktan dan juga sebagai pelarut protik yang dapat menyeimbangkan anion yang terbentuk dari katalis setelah melepaskan proton (dari situs asam Brønsted).

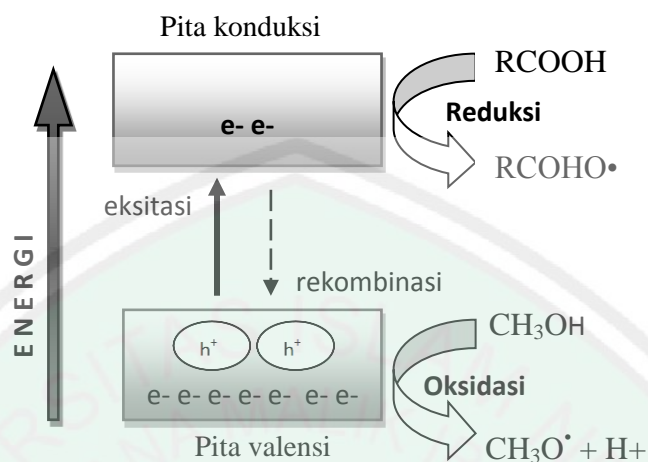
Mekanisme reaksi esterfikasi FFA minyak goreng bekas ketika dikatalisis dengan H-zeolit, yaitu H⁺ dari katalis akan berfungsi sebagai donor proton. Tahap pertama, gugus karbonil diprotonasi oleh katalis asam (H-zeolit). Metanol yang bersifat nukleofilik menyerang atom karbon pada gugus karbonil. Selanjutnya

terjadi proses deprotonasi dan eliminasi molekul air dan terbentuklah metil ester dan lepasnya H^+ yang berasal dari katalis asam. Tahapan mekanisme pembentukan metil ester dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan katalis H-Zeolit

Radiasi UV pada λ 366 nm, mengakibatkan e^- pada pita valensi TiO_2 akan tereksitasi ke pita konduksi TiO_2 sehingga dihasilkan pasangan hole (h^+) dan e^- yang berperan dalam proses oksidasi dan reduksi minyak goreng bekas yang menghasilkan metil ester seperti ditunjukkan pada Gambar 4.11. Hole dari pita valensi akan bereaksi dengan metanol menghasilkan radikal CH_3O^\bullet dan elektron akan bereaksi dengan FFA menghasilkan radikal $RCOHO^\bullet$ sehingga akan mempercepat proses konversi FFA menjadi metil ester pada proses biodiesel.

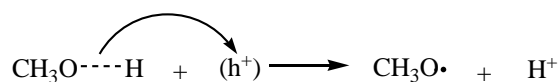


Gambar 4.11 Skema fotokatalisis reaksi esterifikasi FFA dengan metanol menggunakan radiasi UV

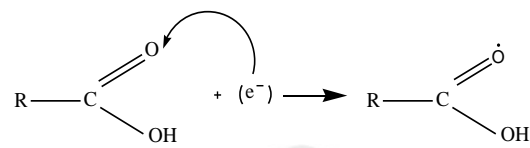
Tahapan mekanisme reaksi asam lemak bebas dengan metanol menggunakan fotokatalis sinar UV ditunjukkan pada Gambar 4.12. Tahap pertama ketika TiO_2 dikenai sinar cahaya lampu UV, maka menyebabkan ionisasi intrinsik material semikonduktor sehingga elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi sehingga reaksi yang terjadi:



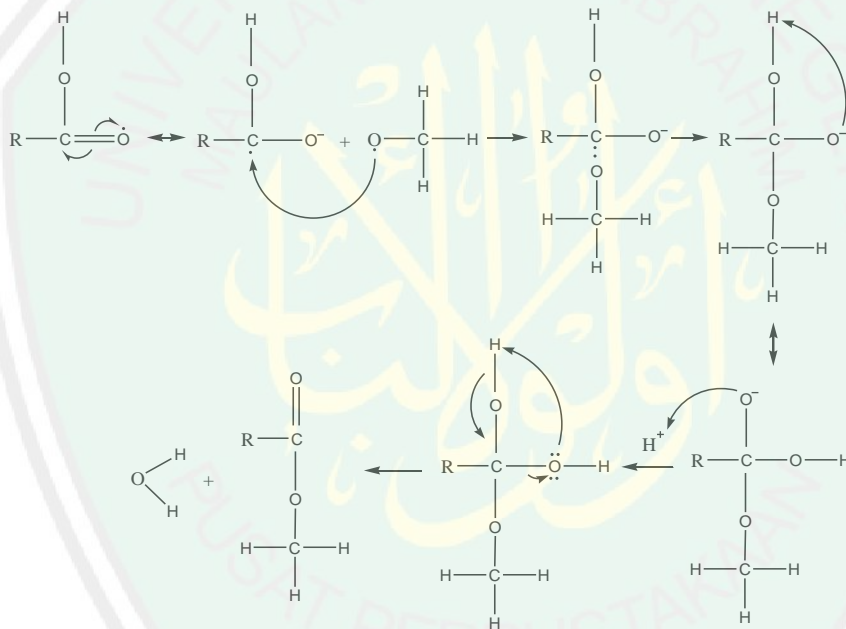
Setelah itu, pada pita valensi akan meninggalkan hole (h^+) yang bermuatan positif, kemudian mereduksi metanol yang teradsorb pada permukaan menghasilkan ion hidrogen dan radikal $\text{CH}_3\text{O}^\bullet$.



Kemudian pada waktu yang sama elektron (e^-) pada pita konduksi akan mereduksi asam lemak bebas HOOCR yang teradsorbsi pada permukaan katalis sehingga membentuk radikal $\bullet\text{HOOC-R}$, reaksi yang terbentuk yaitu:



Terbentuknya H^+ , $\bullet\text{CH}_3\text{O}$ dan $\bullet\text{HOOC-R}$ kemudian akan bereaksi untuk membentuk intermediet dan produk akhir yang berupa metil ester asam lemak dan air yang dihasilkan selama prses fotokatalis dengan reaksi esterifikasi.



Gambar 4.12 Mekanisme reaksi esterifikasi FFA dengan metanol

4.6 Pemanfaatan Limbah Minyak Goreng Bekas dalam Mengurangi Pencemaran Lingkungan Berdasarkan Perspektif Islam

Penelitian tentang pemanfaatan minyak goreng bekas dalam pembuatan biodiesel dengan kajian “Esterifikasi Minyak Goreng Bekas menggunakan Fotokatalis Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi” merupakan salah satu upaya pemanfaatan sumberdaya alam serta pemanfaatan teknologi yang telah

dikembangkan untuk dapat memberikan informasi kepada masyarakat luas. Hal ini dapat dilakukan dengan mengkonversi minyak goreng bekas menjadi biodiesel dengan menggunakan reaksi esterifikasi. Pembuatan biodiesel ini merupakan salah satu bentuk usaha dalam memanfaatkan ilmu pengetahuan, yang mana biodiesel ini merupakan bahan bakar alternatif yang berpotensi digunakan sebagai pengganti solar karena kemiripan karakteristiknya.

Penggunaan minyak goreng bekas dalam biodiesel ini dimanfaatkan karena mempunyai konsentrasi asam lemak bebas yang tinggi, bernilai ekonomis selain itu juga dapat mengurangi limbah minyak goreng bekas yang bersifat karsinogenik. Hal ini sesuai dengan konsep pelestarian lingkungan alam dalam perspektif fikih, untuk meminimalisir pencemaran lingkungan. Limbah minyak goreng bekas apabila dibuang pada sembarang tempat akan mengakibatkan kerusakan lingkungan baik biotik maupun abiotik. Kerusakan lingkungan hidup seringkali disebabkan oleh perbuatan manusia itu sendiri, seperti pembuangan limbah rumah tangga (minyak goreng bekas). Menurut Gani, *et al.* (1986) mengadakan kerusakan lingkungan merupakan *fasad* yang artinya bahwa Allah tidak menyukai adanya kerusakan di muka bumi ini, sifat-sifat merusak bumi, tanaman dan binatang. Sebagaimana Allah menerangkan dalam Al-Qur'an surat Ad-Dukhaan ayat 38.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَعِبِينَ ﴿٣٨﴾

“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya dengan bermain-main” (QS. ad Dukhaan: 38).

Ayat di atas menjelaskan bahwasanya Allah menciptakan langit dan segala isinya yang bermanfaat bagi makhluk-Nya dan Allah menciptakan bumi dengan segala isinya yang berupa hal-hal yang bermanfaat, baik di permukaan maupun di dalam perut bumi, dan Allah tidak menciptakan apa-apa yang ada di antara langit dan bumi, baik yang diketahui maupun yang tidak diketahui sebagai kesia-siaan (Shihab, 2002). Sedangkan menurut (Qarni, 2008: 73) menafsirkan bahwa Allah SWT menciptakan langit dan bumi beserta semua yang ada diantara keduanya bukan untuk main-main ataupun senda gurau, melainkan itu semua diciptakan berdasarkan hikmah yang agung dan tujuan yang mulia.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Keasaman pada variasi komposit TiO₂-zeolit (10 %:90 %), (20 %:80 %) dan (25 %:75 %) berturut-turut sebesar 0,9021; 0,9960 dan 1,4882 mmol/g, sedangkan luas permukaan maksimum komposit TiO₂-zeolit masing-masing adalah 13,9566; 16,7285 dan 14,6566 m²/g.
2. Aktivitas katalitik komposit TiO₂-zeolit (25 %: 75 %) lebih baik daripada komposit TiO₂-zeolit (10 %:90 %) dan TiO₂-zeolit (20 %:80 %) dengan konversi yang dihasilkan sebesar 69,98 %. Sehingga dengan komposit TiO₂-zeolit (25 %:75 %) reaksi yang berlangsung lebih cepat.
3. Rasio katalis optimal pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas adalah 1,5/10 (b/b) dengan konversi FFA sebesar 69,85 %.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan terhadap penggunaan adsorpsi methylene blue agar didapatkan luas permukaan spesifik yang lebih akurat.
2. Perlu dilakukan penelitian menggunakan variasi waktu dengan rentang sekitar 2 jam untuk mengetahui aktifitas fotokatalitik yang lebih optimal.

3. Perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan menggunakan instrumen yang mendukung untuk dilakukannya analisis komposit TiO_2 -zeolit seperti SEM-EDAX untuk mengetahui morfologi, struktur, ukuran pori dan kandungan unsur-unsur yang terdapat pada permukaan katalis .
4. Perlu dilakukan perbandingan penggunaan katalis zeolit sintetik menggunakan fotokatalis dengan reaksi esterifikasi minyak goreng bekas.



DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta : Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Aji., Setyo, B., Fitriani, A., Linda, S dan Nurlaila, I. 2009. *X-Ray Diffractometer*. Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Sebelas Maret. Indonesia
- Akbar, R. 2012. Karakteristik Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Menggunakan Metil Asetat Sebagai Pensuplai Gugus Metil. *Skripsi*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Alberty, R, A dan Daniels, F. 1983. *Kimia Fisika Jilid 1 Ed 5*. Jakarta: Erlangga.
- Al-Ashfahani dan Syuja', A. 2002. *Matan Ghoya Wat Taqrib*. Jakarta: Pustaka Amani.
- Al-Maraghi, A. M. 1993 *Terjemahan tafsir Al-Maraghi*. Semarang: Toha Putra
- AOAC. 2000. Official Methods of Analisis. Association of Official Analytical Chemist. AOAC. Washington DC. USA.
- Al-Qurthubi, I. 2008. *Tafsir Al-Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Arief, S, S dan Putri, P, R. 2007. Degradasi senyawa Rhodamin B secara Sonolisis dengan Penambahan TiO₂ Hasil Sintesa melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Riset Kimia*. Volume 1, Nomer: 1. Hal. 64- 69. ISSN: 1978-628X.
- Arryanto, Y dan Hermawan, P. 2009. Karakterisasi Material Berpori dengan Adsorpsi Gas. *Material Canggih; Rekayasa Material Berbasis Sumber Daya Alam Silika-Alumina*. Yogyakarta: Kelompok Minat Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada.
- Auruma, T., Hartanto, D dan Prasetyo, D. 2012. Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dalam Minyak Jelantah Menggunakan Katalis H-ZSM-5 Mesopori dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal Kimia*. Surabaya: Jurusan Kimia ITS.
- Barrer, R, M. 1982. *Zeolite and Clay Mineral as Sorben and Molecular Sieves*. Academic Press. London. P.1-19.
- Banon, C dan Suharto, E. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*, Vol.4 No. 2: 354-360.

- Basyir, H. 2011. *At-Tafsir Al-Muyassar*. Jakarta: An-Naba'.
- Bismo, S dan Karamah, E, F. 2007. "Pengaruh Dosis Koagulan PAC dan Surfaktan SLS Terhadap Kinerja Proses Pengolahan Limbah Cair Yang Mengandung Logam Besi(Fe), Tembaga (Cu), dan Nikel (Ni) dengan Flotasi Ozon". *Jurnal Kimia*. Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Kampus UI Depok.
- Byrappa, K and Yoshima, M. 2001. *Handbook Of Hydrothermal Technology*. New York : William Andrew Publishing, LLC.
- Carmo, A, C., Luiz K.C., Carlos E.F., Longo, E., Zamian, J, R., Geraldo N. 2009. Production of Biodiesel by Esterification of Palmitic Acid Over Mesopori Aluminosilicate Al-MCM-41. *Fuel*. Vol. 88, hal: 461-468.
- Chi, L. 1999. The Production of Methyl Esters from Vegetable Oil/fatty Acid Mixtures. *Thesis*. Department of Chemical Engineering and Applied, University of Toronto, Toronto.
- Chung, K, H and Park, B, G.2008. Esterification of Oleic Acid in Soybean Oil on Zeolite Catalysts with Different Acidity. *J Ind Eng Chem*. 15:388-392
- Colmenares, J. C., Luque, R., Campelo, J, M., Colmenares, F., Kalpinski, Z. And Romero, A. 2009. Nanostructured Photocatalysts and Their Application in The Photocatalytic Transformation of Lignocellulosic Biomass : An Overview. *Materials*. Vol. 2, hal. 2228-2258.
- Corro, G., Pal, U., Tellez, N. 2013. Biodiesel Production From *Jatropha curcas* Crude Oil Using ZnO/SiO₂ Photocatalysts For Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B : Environmental*. Vol. 129, hal. 39-47.
- Darius, 2005. Konversi Katalitik n-Butanol menjadi Hidrokarbon C₂-C₄ menggunakan Ktlis B₂O₃/Zeolit lam. Skripsi. Depok: Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia.
- Darnoko, H, T dan Guritna P. 2001. Teknologi Produksi Biodiesel dan Prospek Perkembangan di Indonesia. *Warta PPKS*, Vol 9 No 1: 17-27.
- Dutta, K. 2000. *Hand Book of Zeolite Science and Technology*. The Ohio State University.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York: Willey and Sons.

- Elinur, P., Tabunan, M dan Firdaus, M. 2010. Perkembangan Konsumsi dan Penyediaan Energi Dalam Perekonomian Indonesia *Indonesian Journal Of Agricultural Economis (IJAE)*. Bogor: ITB.
- Ertan, A and Ozkan, F. 2005. CO₂, N₂ and Ar Adsorption on Zeolites. *Dissertation*. Izmir Institute of Technology Turkey.
- Fatimah, I dan Karna, W. 2005. Sintesis TiO₂/Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Teknoin*. Vol. 10, No. 4. Hal. 257-267. ISSN : 0853-8697.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I dan Kamalia. 2006. Titan Dioksida Terdispersi Pada Zeolitt Alam (TiO₂/Zeolit) dan Aplikasinya untuk Fotodegradasi Congo Red. *Indo. J. Chem.* 69(1), 38-42.
- Fessenden, J.R dan Fessenden, S.J. 1999. *Kimia Organik Jilid I Edisi ketiga*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Fujishima, A, K and Watanabe. 1999. *TiO₂ Photocataly is Fundamental and Application*. Japan: Koyo pringting
- Gani, B. 1986. *Tentang Al-qur'an*. Jakarta: Perguruan Tinggi Ilmu Al-Qur'an.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gerpen, J, V. 2005. Biodiesel Processing and Production. *Fuel Process Technol* 86:1097–1107.
- Ginting, I., Hermawan, S dan Encey, T. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar-X dengan Metode Hanawalt. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir P3TkN*. Batan Bandung.
- Gouveia, F, J., Johnson, M, R., Leif, R, N and Friedmann, S, J. 2000. Aerometric measurement and modeling of the mass of CO₂ emissions from Crystal Geyser, Utah. Lawrence Livermore National Laboratory. University of California.
- Gunlazuardi, J. 2001. Fotokatalis Pada Permukaan TiO₂ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya, Seminar Nasional Kimia Fisika II, Kimia, F. MIPA, Universitas Indonesia.
- Hang, P, T and Brindley, G,W. 2006. Methylene Blue Absorption by Clay Minerals. Determination of surface areas and cation exchange capacities (clay-organic studies XVIII). *J. Clay and Clay Minerals*. Vol.18, pp.203-212.

- Hapsari, D, S. 2006. Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi dengan Larutan HCl Untuk Menyerap Logam-Logam Penyebab Kesadahan Air. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Haryahto, B. 2002. *Bahan Bakar Alternatif Biodiesel*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Sumatera Utara: USU digital library.
- Hasibuan, R, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi* Tidak Diterbitkan. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W and Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Journal Chem. Rev.* No. 95, hlm. 69-96.
- Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. Vol. 7. No. 1 (2001) 69-79.
- Hutabarat, R. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Fe²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. Depok: Teknik Metalurgi dan Material.
- Karunia, A, F; Zahrina, I dan Yelmida. 2012. Esterifikasi PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) menjadi Biodiesel menggunakan katalis H-Zeolit dengan Varabel Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan. *Journal*. Riau: Teknik Kimia Universitas Riau
- Kawashima, A., Matsubara, K., and Honda, K.. 2008. Development of Heterogeneous Base Catalysts for Biodiesel Production. *Bioresour Technol.* 99, 3439-3443.
- Khalifah, S, N. 2010. Sintesis Katalis ZSM-5 Mesopori dan Aktivitasnya Pada Esterifikasi Minyak Jelantah Untuk Produksi Biodiesel. *Tesis-SK240*. Surabaya: Insitut Teknologi Sepuluh November.
- Komar, P.A. 1985. *Prospek Pemakaian Zeolit Bayah sebagai Penukar Kation*. Bandung: Departemen Pertambangan dan Energi Direktorat Jenderal Pertambangan Umum Pusat Pengembangan Teknologi Mineral.
- Kiss, A, A., Dimian, A, C., Rothenberg, G. 2006. Solid acid catalysts for biodiesel production - towards sustainable energy. *Advanced Synthesis & Catalysis*. Vol. 348, No.75-81.

- Lee, G, D and Falconer, J, L. 2009. Transient Measurements of Lattice Oxygen in Photocatalytic Decomposition of Formic Acid on TiO_2 . *Catal. Letters*, 70, 145-148.
- Licciulli, A., and Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce.
- Matthew and Rawlings. 1994. *Composite materials: engineering and science*. Uk : Chapman and Hall. London.
- Nasution, H. 1992. *Ensiklopedi Islam Indonesia*. Jakarta: Djambatan.
- Nugrahaningtyas, K.D. 2009. Preparation and Characterization The No-Sulfided Metal Catalyst: Ni/USY and NiMo/USY. *Indo. J. Chem.* 9 (2): 177-183.
- Nugrahaningtyas, K.D., Trisunaryanti, W., Triyono., Nuryono., Maruto, D., Widjonarko., dan Mulyani. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Monometal Mo/Usy. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia.* 8 (1): 34-46.
- Othmer and Kirk. 1995. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Ed ke-4. New York: J Wiley.
- Oye, G., Sjoblom, J. And Stocker, M. 2001. Syntesis, Characterization and Potensial Application of New Materials in The Mesoporous Range. *Adv. Colloid Interface Sci.* 89-90, 439-466.
- Padmaningsih, A.T., Trisunaryanti, W., dan Tahir, I. 2006. Kajian Pengaruh Konsentrasi Katalis Nb_2O_5 -ZAA terhadap Konversi Biodiesel Total Pada Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas, *Indo. J. Chem.*, 6, 3, 268-274.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Biru dengan Metode Fotokatalis dan Fotokatalisis Menggunakan Film TiO_2 . *Skripsi*. Bogor: Departemen Fisika ITB.
- Pinto, A, C., Guarieiro, L, L, N., Rezende, M, J, C., Ribeiro, N, M., Torres, E, A., Lopes, W, A., de Pereira P, A and de Andrade, J, B. 2005. Biodiesel: An Overview. *J. Braz. Chem. Soc.* 16, 1313–1330.
- Pohan, H, G dan Tjiptahadi. 1987. Pembuatan Desain/Prototipe Pembuatan Arang Aktif dan Studi Teknologi Ekonominya. BBPP IHP Proyek Penelitian dan Pengembangan Industri Hasil Pertanian IPB. Bogor.
- Polat, E., M. Karaca, H. Demir, and N. Onus. 2004. Use of Natural Zeolit (Clinoptilolite) in Agriculture. *Journal of Fruit and Ornamental Plant Research*, 12: 183-189.

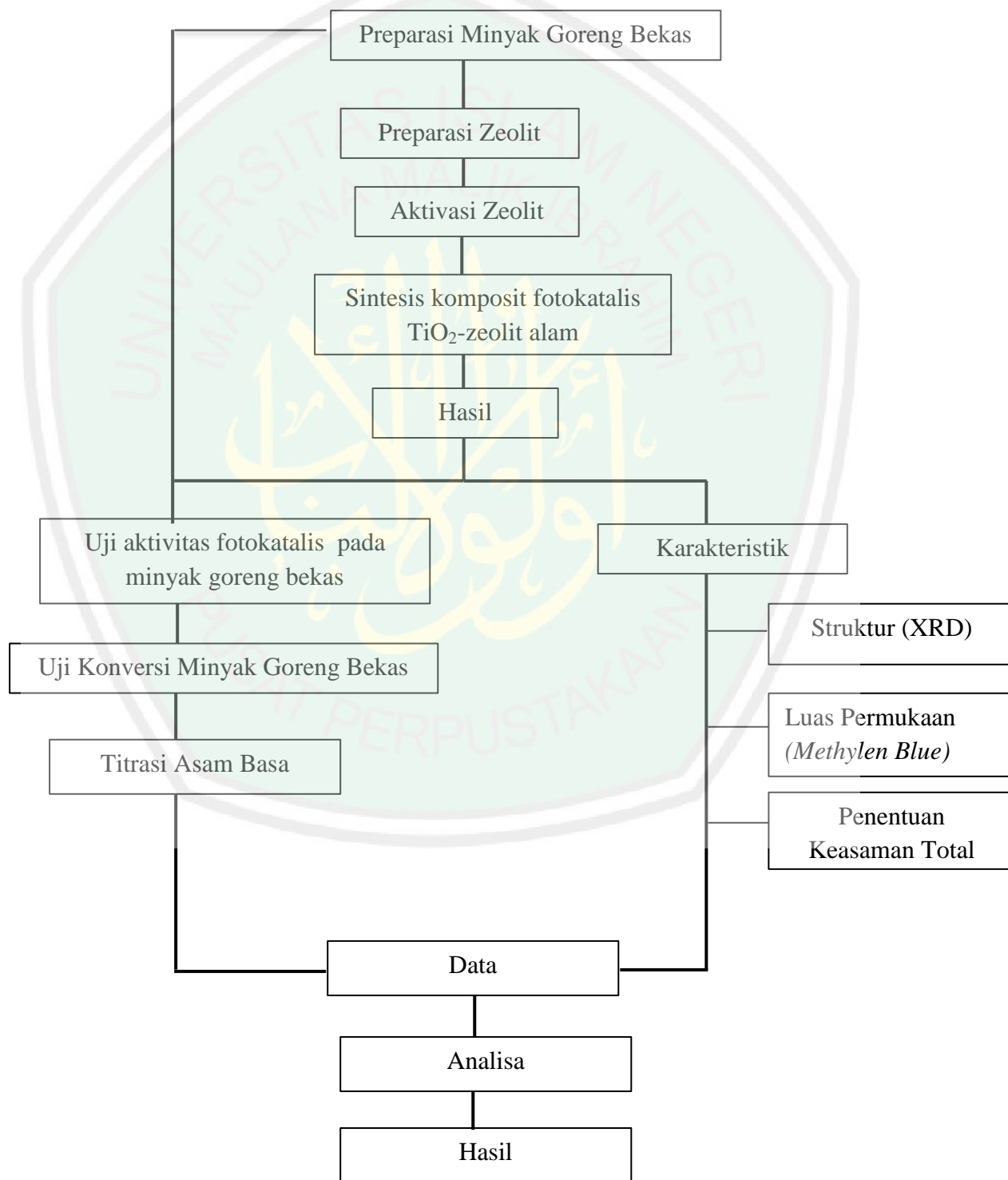
- Qarni, A. 2008. *At Tafsiru Al-Muyassar*. Terjemahan Jilid 2. Jakarta: Qithi Press.
- Qithiyah, M. 2012. Uji Performa TiO₂-Karbon Aktif Berbahan Dasar Tempurung Kelapa Sawit Sebagai Absorben Gas Karbon Monoksida Dari Asap Kebakaran. *Skripsi*. Jakarta: Fakultas Teknik Kimia.
- Qurthubi dan Imam, Syaikh. 2008. *Al Jami' Li Ahkaam Al Qur'an*. Jakarta: Pustaka Azam.
- Rachmaniah. O.2013. Pengaruh Molar Ratio, Jumlah Katalis, dan Kandungan Asam Lemak pada Transesterifikasi Minyak Mentah Dedak Padi berkatalis Asam. *Jurnal*. Surabaya: Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rahmawati, S. 2008. Teka-Teki Pilihan Pelajaran Kimia Nama-Nama Mineral Zeolit. *Thesis* Tidak Diterbitkan. Bandung: Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.
- Rianto, L. B., Amalia, S., dan Khalifah, S. N. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium Pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Al Chemy*, Vol.2 No. 1 hal. 58-67.
- Richardson, J, T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press: New York.
- Riesthandie, 2010. "Pemanfaatan Cu-NaA dan NaA dengan Prekursor SiO₂ dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NOx". *Skripsi*. Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Rodiansono., Irawan, C dan Mujiyanti, D.R. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co yang Diembankan Pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. 2 (1): 1-13.
- Rosdiana, T. 2006. Pencirian dan Uji Aktivitas katalitik Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Bogor: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Saefudin, A. 2005. Sintesis Biodiesel Melalui Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah dengan Katalis Montmorillonit Teraktivasi Asam Sulfat yang Dilanjutkan dengan Reaksi Transesterifikasi Terkatalisis NaOH. *Skripsi*. Jurusan Kimia MIPA. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada
- Sariman. 1998. Persiapan, Pengolahan dan Penggunaan Zeolit Alam Berdasarkan Sifat yang Dimilikinya. *Makalah Teknik*. N0.1 Th 7. hal 10-18.

- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Smallman, R dan Bishop, R. 1999. *Modern Physics Metallurgy and Materials Engineering*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Smart, L and Moore, E. 1993. "Solid State Chemistry", First edition, Chapman and Hall University and Professional Division. London.
- Srivastava, A and Prasad, R. 2000. "Triglycerides-based Diesel Fuels". *Renewable Sustain Energy Rev*. Vol. 4, hal. 111-133.
- Subagio. 1993. Zeolit I, Struktur dan Sifat – Sifatnya. *Warta Insinyur Kimia*, Vol 7 No 3.
- Suharto, T dan Irfan, G. 2005. Studi Penurunan Slinitas Air dengan menggunakan zeolit Alam yang Berasal dari Bengkulu. *Jurnal Gradien*. Vol.1 No.1. 38-42. ISSN 0216-2393.
- Suharto, T. E., Irfan G and Sundaryono, A. 2007. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam, *Jurnal Gradien* Vol.3 No.2, 267-272.
- Suharto.T. E dan Banon. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang diaktivasi dengan Larutan Nitrat. FMIPA Universitas Bengkulu. *Jurnal Gradien* .Vol.4 No 2 Juli 2008 : 354-360.
- Sunardi, I, U dan Sybianti, N. R.. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Kaolin-TiO₂ sebagai Fotokatalis untuk Degradasi Zat Warna Rhodamine B. *Sains dan Terapan Kimia*, Vol. 6, No. 2: 118-129.
- Suseno, Ahmad. 2003. *Modifikasi Pori Zeolit Alam Wonosari menggunakan Molekul Pengarah Struktur dan Aplikasinya sebagai Padatan Pendukung mobilisasi Sel Khamir (Phaffia Rhodoima) Penghasilan Karotenoid untuk diversifikasi Metode Konservasi Sel*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Sutarti, M. 1994. *Zeolit*. Jakarta: Tinjauan Literatur.
- Suyartono dan Husaini. 1991. Tinjauan terhadap kegiatan penelitian karakterisasi dan pemanfaatan zeolit Indonesia yang dilakukan PPTM Bandung Periode 1890- 1991. Bandung: Buletin PPTM. JPPSH.
- Syaikh, A. 2007. *Lubaabut Tafsir Min Ibni Katsiir*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.

- Sykes, P. 2008. *Penuntun Mekanisme Reaksi Kimia Organik, edisi ke-6*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama, hal 18.
- Tang, Y, R. 2003. *Adsorbent Fundamental and Applications*. Canada: J Wiley.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*, Vol. 10 No. 4: 269 -282.
- Turnip, R. 2010. Penggunaan Komposit Epoksi Berpenguat Serat Kevlar Sebagai Bahan Alternatif Mengatasi Kebocoran Pipa. *Thesis*. Jakarta: Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Utubira, Yeslia., Wijaya, K., Triyoni and Sugiarto, E. 2006. Preparation and Characterization of TiO_2 – Zeolite and Its Application To Degrade Textille Wastewater by Photocatalytic Method. *Indo, J. Chem.* Vo.6(3), No. 231.
- Van, Gerpen, J., Shanks, B and Pruszko, R. 2004. Biodiesel Production Technology. Collorado: National Renewable Energy Laboratory.
- West, A. R. 1999. *Basic Solid State Chemistry*, Chichester : John Wiley & Sons.
- Yuliusman., W., Yulianto dan Yuda. 2010. Preparasi Zeolit Alam Lampung dengan Larutan HF, HCl, dan Kalsinasi Untuk Adsorpsi Gas CO. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. ISSN : 1411-4216.
- Yusnani, A. 2008. Konsentrasi Prekursor Logam dan Metode Impregnasi pada Preparasi Ni-Mo/Zeolit Y Terhadap Karakter Katalis. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret. Tidak Diterbitkan.
- Yusuf, M. 2014. Aktivitas Katalis TiO_2 -Zeolit Alam Malang Dalam Isomerisasi Glukosa Dengan Variasi Waktu Dan Suhu Reaksi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang.
- Zahriyah, S. 2009. Esterifikasi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Jelantah dengan Katalis TiO_2 /Montmorillonit dan Pengaruhnya Terhadap Biodiesel yang dihasilkan. *Skripsi*. Surakarta. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

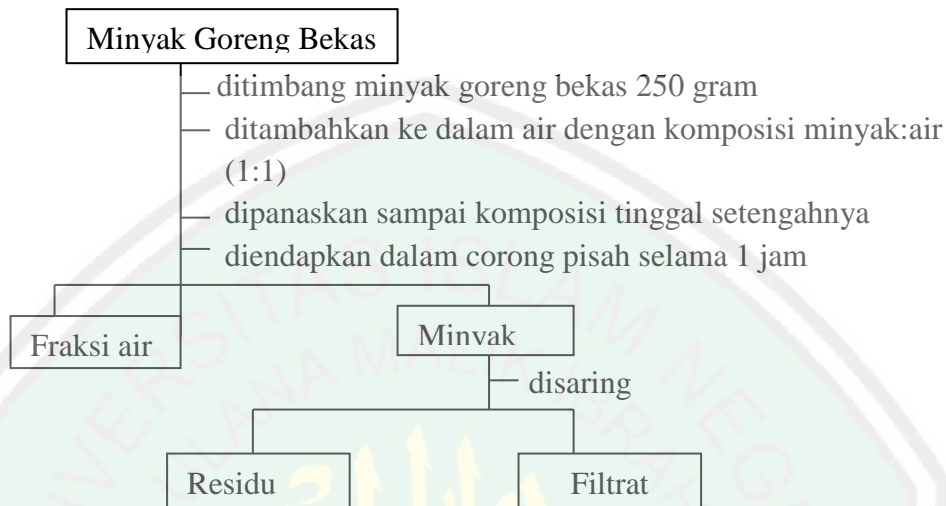
LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir
1.1 Rancangan Penelitian

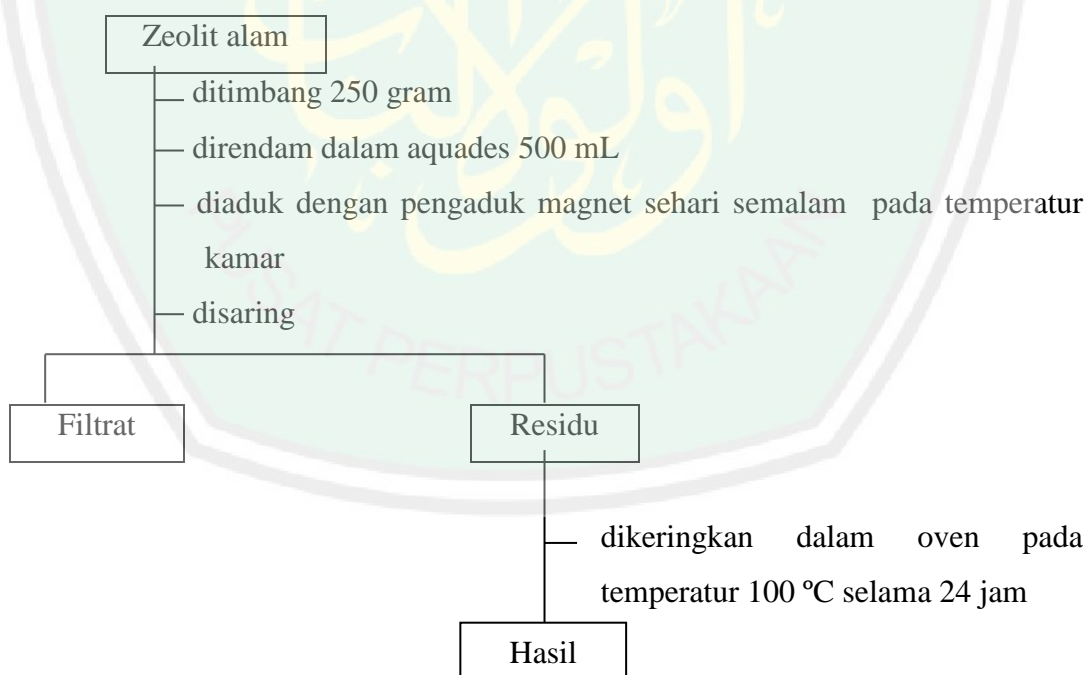


1. 2 Skema Kerja

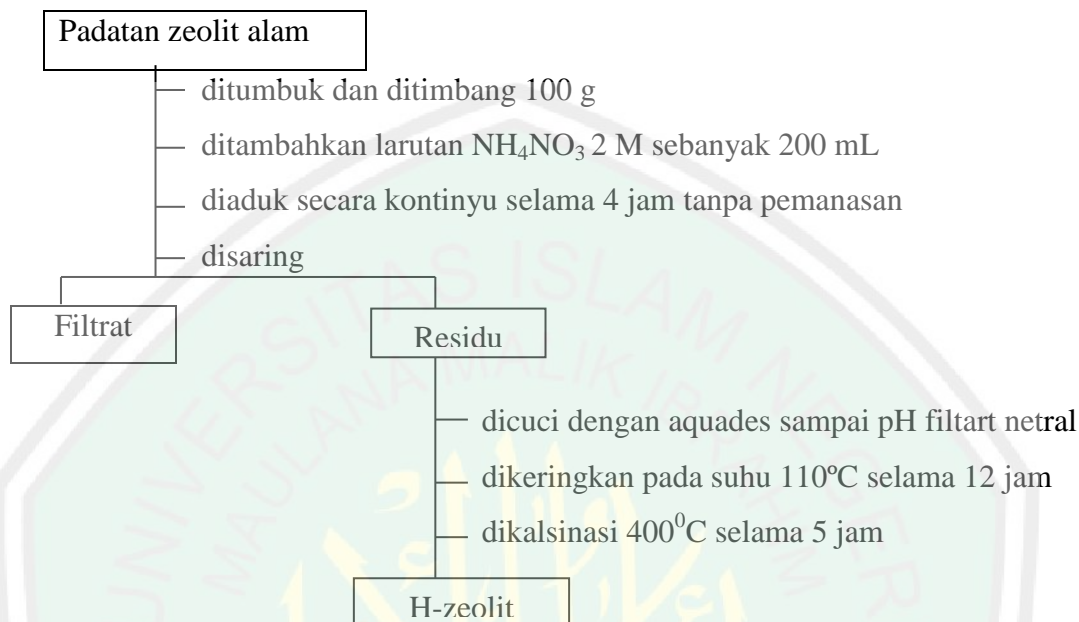
1. Preparasi Minyak Jelantah



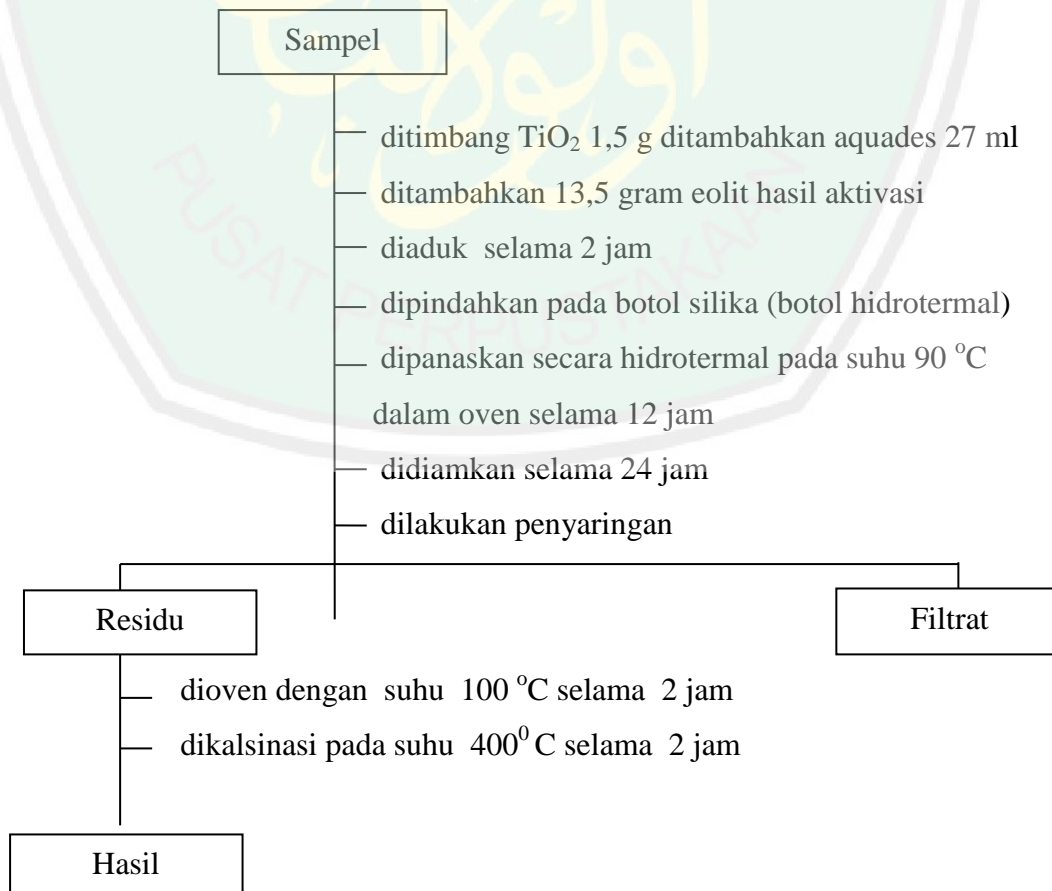
2. Preparasi Sampel



3. Aktivasi Zeolit

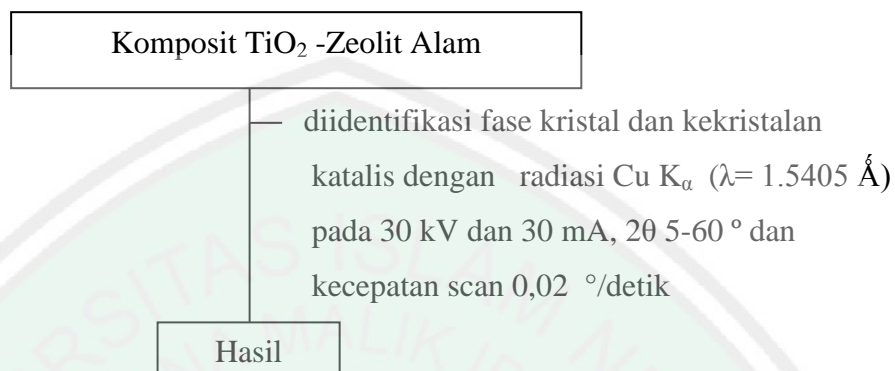


4. Sintesis Komposit Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi



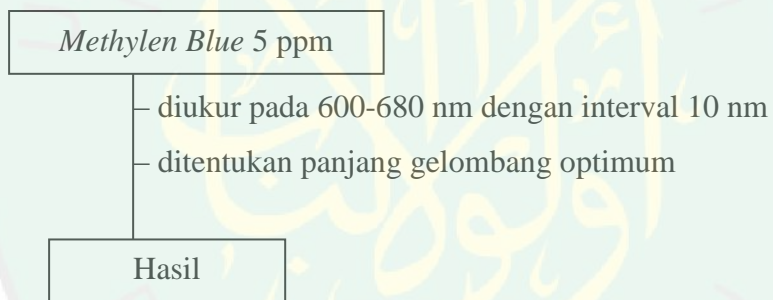
5. Karakterisasi

5.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

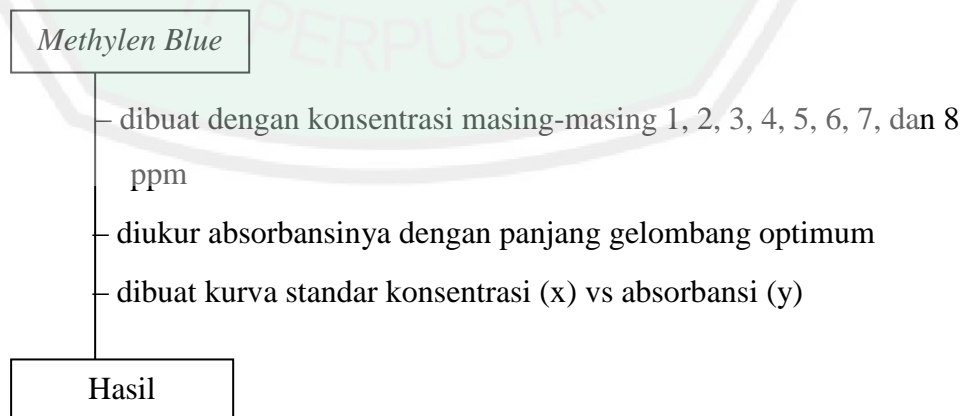


5.2 Methylene Blue

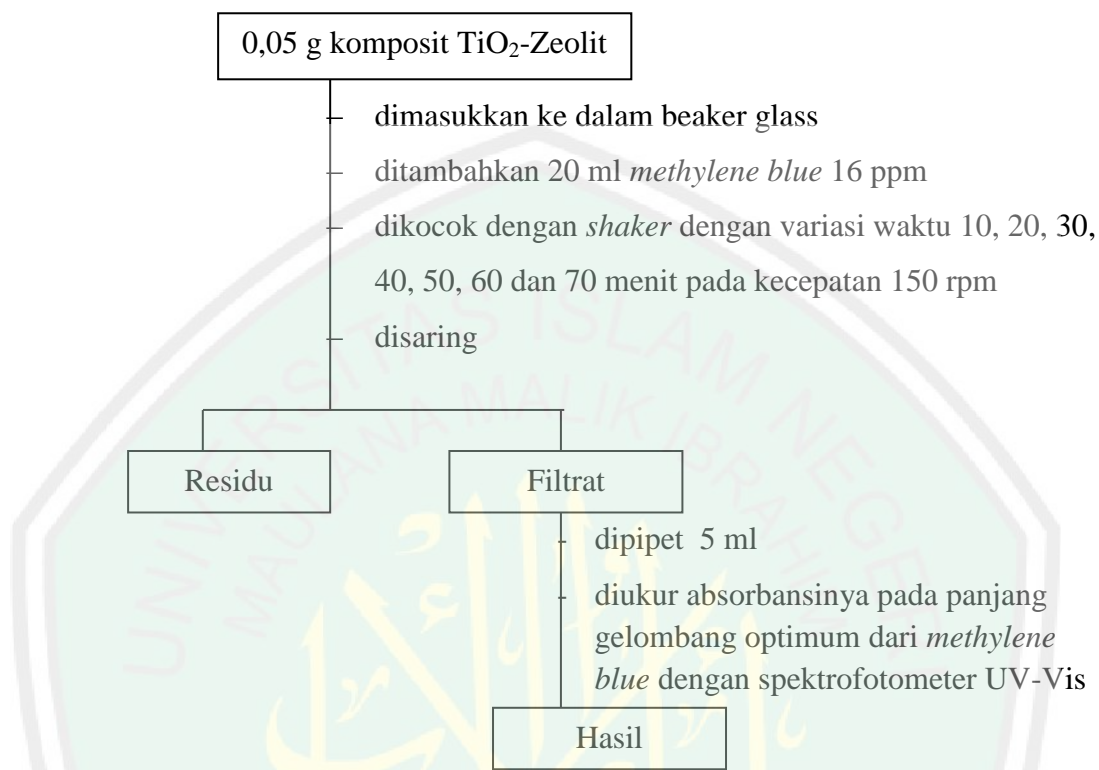
5.2.1 Penentuan panjang gelombang



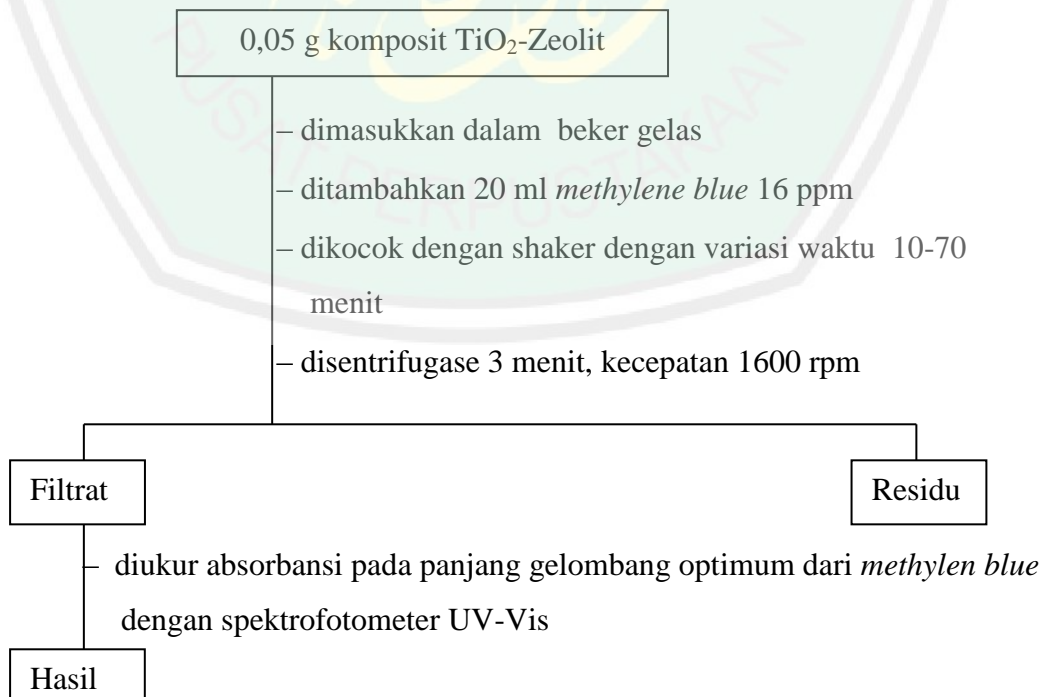
5.2.2 Pembuatan Kurva Standar



5.2.3 Penentuan Waktu Optimum



5.2.4 Penentuan Luas Permukaan Katalis



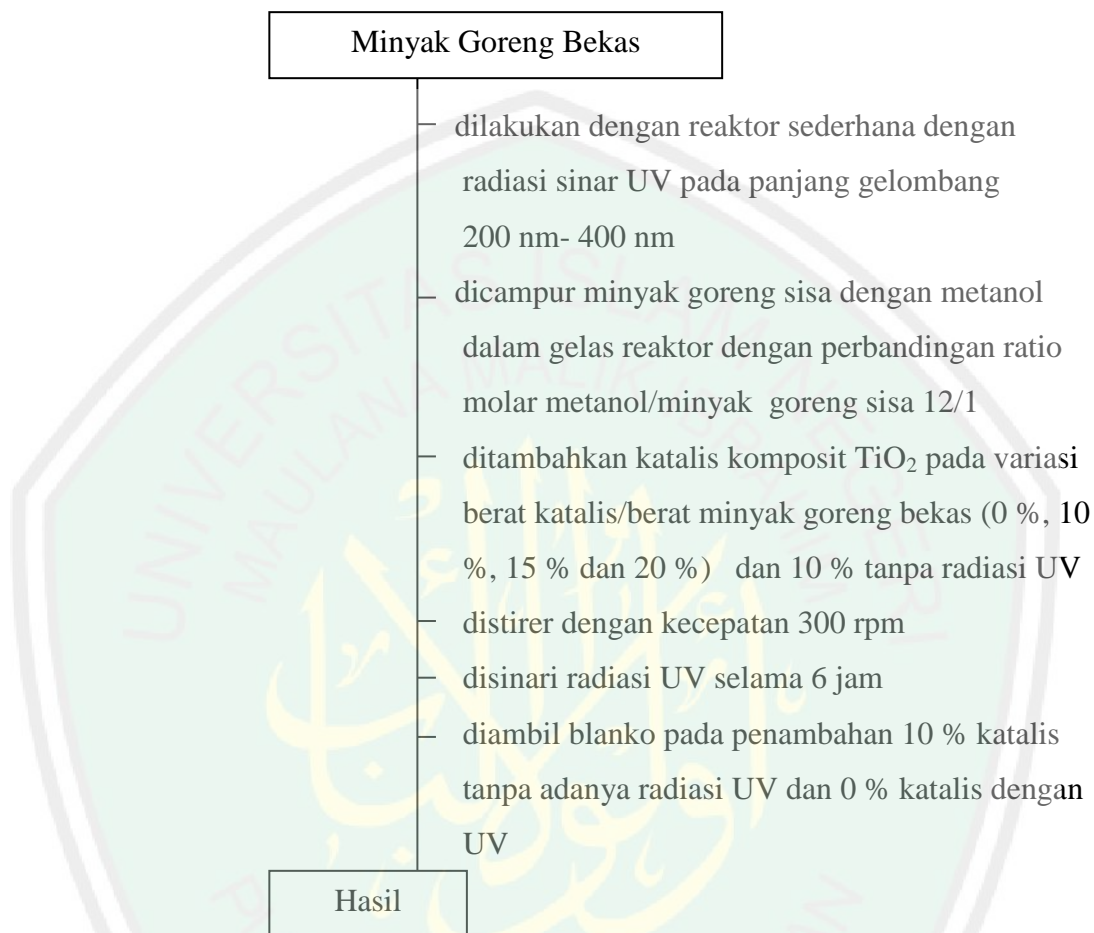
5.3 Penentuan Keasaman

Komposit TiO_2 -Zeolit Alam

- ditimbang 0,5 gram
- diletakkan dalam gelas arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya
- dipanaskan dalam oven dengan suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam
- didinginkan sebentar dalam temperatur ruang
- ditimbang lagi untuk mengetahui berat katalis tanpa air
- kaca arloji yang berisi katalis diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak
- dibiarkan selama 24 jam
- dikeluarkan dan diangin-anginkan selama 4 jam
- ditimbang katalis
- ditentukan keasamannya

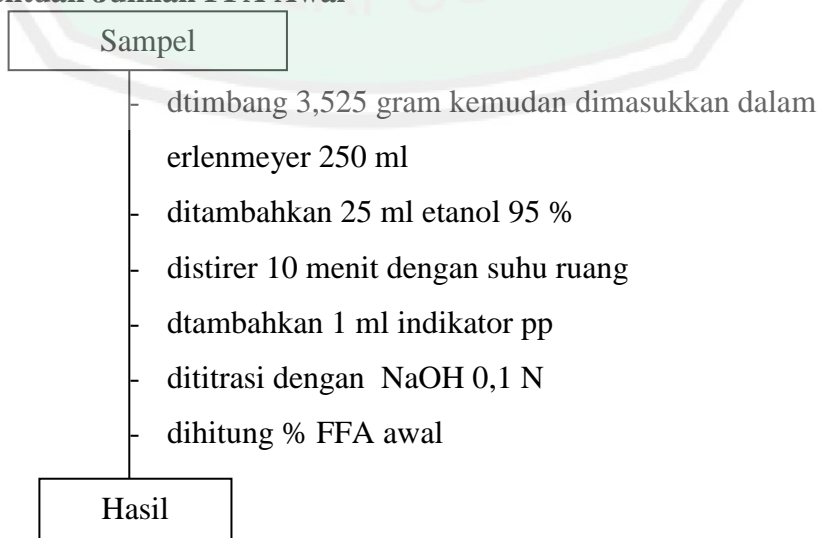
Hasil

6. Uji Aktivitas Fotokatalis



7. Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Jelantah

7.1 Penentuan Jumlah FFA Awal



7.2 Penentuan Jumlah FFA Akhir

Sampel

ditimbang 3,525 gram kemudian dimasukkan dalam 250 ml erlenmeyer
ditambahkan 25 ml etanol 95 %
distirer 10 menit dengan suhu ruang
ditambahkan 1 ml indikator pp
dititrasi dengan NaOH 0,1 N
dihitung % FFA akhir

Hasil

Lampiran 2. Preparasi Reagen

L.2.1. Pembuatan Larutan 250 mL NaOH 0,1 M

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V(\text{mL})}$$

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

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

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

Keterangan :

M= Konsentrasi NaOH yang akan dibuat

V= volume larutan NaOH yang dibuat

gr = gram NaOH yang diperlukan

Mr = massa jenis NaOH

Ditimbang padatan NaOH sebanyak 1 gram, dan dilarutkan kedalam 100 mL akuades. Kemudian larutan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

L.2.2 Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 M

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V(\text{mL})}$$

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

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

gr = 0,9 gram

L.2.3 Pembuatan larutan NH_4NO_3 2 M

Perbandingan NH_4NO_3 2 M : Zeolit

$$M = \frac{\text{gram}}{M_r} \times \frac{1000}{V}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{g}}{80 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{250 \text{ ml}}$$

$$= 16 \text{ gram}$$

Amonium nitrat ditimbang sebanyak 16 gram, dilarutkan dengan aquades sebanyak 20 mL dalam beaker gelas hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

L.2.4 Pembuatan Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Malang

L.2.4.1 TiO_2

Diketahui:

$$\begin{aligned} \lambda (\text{K}\alpha) &: 1.54060 \text{ \AA} \\ \beta (\text{FWHM}) &: 0.1506^\circ &= \frac{0.154060}{180} \times 3.14 = 0.0026271 \\ 2\theta &: 25.3879 &\theta &= \frac{25.3879}{2} = 12.69395 \\ \text{Cos } \theta &: 0.991873 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.0026271 \times 0.991873} = 523,4874 \text{ \AA} = 52,34874 \text{ nm}$$

L.2.4.1 Sintesis Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Malang

Total Fotokatalis = 15 gram

1. Komposit fotokatalis dengann perbandingan TiO_2 -zeolit (10 %:90 %)

$$\text{Zeolit (90\%)} = \frac{90}{100} \times 15 = 13,5 \text{ gram}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{10}{100} \times 15 = 1,5 \text{ gram}$$

Padatan TiO_2 ditimbang sebanyak 1,5 g dimasukkan dalam beaker glass kemudian ditambahkan dengan aquades 27 mL dengan perbandingan aquades:zeolit (2:1). Kemudian campuran diaduk dengan magnetik stirer.

2. Komposit fotokatalis dengan perbandingan TiO_2 -zeolit (20 %:80 %)

$$\text{Zeolit} = \frac{80}{100} \times 15 = 12 \text{ gram}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{20}{100} \times 15 = 3 \text{ gram}$$

Padatan TiO_2 ditimbang sebanyak 1,5 g dimasukkan dalam beaker glass kemudian ditambahkan dengan aquades 24 ml dengan perbandingan aquades:zeolit (2:1). Kemudian campuran diaduk dengan magnetk stirer.

3. Komposit fotokatalis dengan perbandingan TiO_2 -zeolit (25 %:75 %)

$$\text{Zeolit} = \frac{75}{100} \times 15 = 11,25 \text{ gram}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{25}{100} \times 15 = 3,75 \text{ gram}$$

Padatan TiO_2 ditimbang sebanyak 1,5 g dimasukkan dalam beaker glass kemudian ditambahkan dengan aquades 27 mL dengan perbandingan aquades:zeolit (2:1). Kemudian campuran diaduk dengan magnetk stirer.

L.2.4.2 Rincian Jumlah Minyak dan Fotokatalis yang akan digunakan

Variasi % berat katalis/minyak	Waktu	Minyak (g)	Fotokatalis
0	6 jam	10	-
1/10	6 jam	10	1
1,5/10	6 jam	10	1,5
2/10	6 jam	10	2
1/10	6 jam	10	1

L.2.5 Membuat Larutan *Methylen Blue* (MB)**1. Pembuatan larutan *methylene blue* 100 ppm**

Diketahui : (MB) yang diinginkan = 100 ppm

V R-B = 1 L

Ditanya : w *methylene blue* yang dibutuhkan,,,,,?

Jawab :

$$W_{MB} = [MB] \text{ yang diinginkan} \times V \text{ MB}$$

$$= 100 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} = 100 \text{ mg}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang padatan *methylene blue* sebanyak 100 mg kemudian dilarutkan di dalam 500 ml akuades. Diaduk larutan hingga homogen. Dimasukkan larutan kedalam labu ukur 1 L kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu digoyangkan-goyangkan.

2. Pembuatan larutan *methylene blue* 1 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 1 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

3. Pembuatan larutan *methylene blue* 2 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{200 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 2 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

4. Pembuatan larutan *methylene blue* 3 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{300 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 3 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 3 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

5. Pembuatan larutan *methylene blue* 4 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{400 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 4 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 4 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

6. Pembuatan larutan *methylene blue* 5 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{500 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 5 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 5 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

7. Pembuatan larutan *methylene blue* 6 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{600 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 6 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 6 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

8. Pembuatan larutan *methylene blue* 7 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 7 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{700 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}} = 7 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 7 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

9. Pembuatan larutan *methylene blue* 8 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{800 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 8 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 8 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

6.10 Pembuatan larutan *methylene blue* 16 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 16 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{1600 \text{ ppm ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 16 \text{ ml}$$

Cara Pembuatan:

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 16 ml kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.2.6 Perhitungan dan Pembuatan larutan KOH

Diketahui : Konsentrasi KOH : 0,1 M

Mr KOH : 56 g/mol

V KOH : 100 ml

Ditanya : M,,,,,,,,,?

Jawab :

$$M = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{56 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$= \frac{0,1 \text{ M} \times 56 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 100 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 0,56 \text{ gram}$$

Larutan KOH 0,1 M ditimbang sebanyak 0,56 gram kemudian dimasukkan beaker gelas sampai volume mencapai 100 ml. Setelah itu dipindahkan dalam buret untuk titrasi.

Lampiran 3. Perhitungan dan Data Penelitian

L.3.1 Penentuan Keasaman

Hasil uji keasaman komposit TiO₂-Zeolit aktivasi

Nama Komposit	Berat Komposit Awal (gram)	Berat NH ₃ diadsorpsi (gram)	Keasaman (mmol/gram)
TiO ₂ -Zeolit (10%:90%)	0,5021	0,0077	0,9021
TiO ₂ -Zeolit (20%:80%)	0,5062	0,0085	0,9960
TiO ₂ -Zeolit (30%:70%)	0,5021	0,0127	1,4882

1. Komposit TiO₂-Zeolit (10%:90%)

a. Menentukan berat zeolit tanpa air

- Berat gelas arloji : 22,2740 gram
- Berat komposit penimbangan : 0,5021 gram
- Berat komposit + gelas arloji setelah pemanasan : 22,7731 gram
- Berat komposit setelah diadsorpsi NH₃ : 22,7808 gram
- Berat komposit tanpa air : Berat komposit total - Berat gelas arloji
: 22,7731 – 22,2740 = 0,4991 gram

b. Menentukan berat amoniak (NH₃) yang diadsorpsi

- Komposit setelah didiamkan selama 24 jam dalam uap amoniak - Berat total komposit tanpa air
- 22,7808 – 22,7731 = 0,0077 gram

c. Penentuan keasaman komposit

$$\text{Keasaman} = \frac{W \text{ amoniak} \times 1000}{W_{\text{amoniak}} \times W \text{ komposit}} = \frac{0,0077 \text{ g} \times 1000}{17 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,5021 \text{ g}} = 0,9021 \text{ mmol/g}$$

2. Komposit TiO₂-Zeolit (80%:20%)

a. Menentukan berat zeolit tanpa air

- Berat gelas arloji : 23,5486 gram
- Berat komposit penimbangan : 0,5062 gram
- Berat komposit + gelas arloji setelah pemanasan : 24,0588 gram
- Berat komposit setelah diadsorpsi NH₃ : 24,0673 gram
- Berat komposit tanpa air : Berat komposit total - Berat gelas arloji
: 24,0588 – 23,5486 = 0,5102 gram

- b. Menentukan berat amoniak (NH₃) yang diadsorbsi
- Komposit setelah didiamkan selama 24 jam dalam uap amoniak - Berat total komposit tanpa air
 - 24,0673 – 24,0588 = 0,0085 gram

- c. Penentuan keasaman komposit

$$\text{Keasaman} = \frac{W \text{ amoniak} \times 1000}{W_{\text{amoniak}} \times W \text{ komposit}} = \frac{0,0085 \text{ g} \times 1000}{17 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,5062 \text{ g}} = 0,9960 \text{ mmol/g}$$

3. Komposit TiO₂-Zeolit (75%:25%)

- a. Menentukan berat zeolit tanpa air

- Berat gelas arloji : 21,7461 gram
- Berat komposit penimbangan : 0,5021 gram
- Berat komposit + gelas arloji setelah pemanasan : 22,2422 gram
- Berat komposit setelah diadsorbsi NH₃ : 22,2549 gram
- Berat komposit tanpa air : Berat komposit total - Berat gelas arloji
: 22,2422 – 21,7461 = 0,4961 gram

- b. Menentukan berat amoniak (NH₃) yang diadsorbsi

- Komposit setelah didiamkan selama 24 jam dalam uap amoniak - Berat total komposit tanpa air
- 22,2549 – 22,2422 = 0,0127 gram

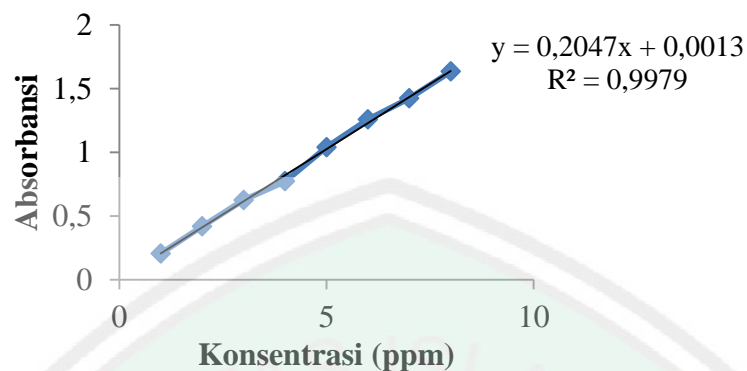
- c. Penentuan keasaman komposit

$$\text{Keasaman} = \frac{W \text{ amoniak} \times 1000}{W_{\text{amoniak}} \times W \text{ komposit}} = \frac{0,0127 \text{ g} \times 1000}{17 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,5021 \text{ g}} = 1,4882 \text{ mmol/g}$$

L.3.2 Penentuan Luas Permukaan

1. Pembuatan kurva baku *methylene blue*

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0,2053
2	0,4195
3	0,6255
4	0,7722
5	1,0399
6	1,2581
7	1,4245
8	1,6343



2. Luas Permukaan Spesifik Komposit TiO_2 -Zeolit (10%:90%)

Waktu	Absorbansi i	X_m (mg/gr)	Luas Permukaan (m^2/g)
10	0.3521	5,1167	18,9524
20	0.5365	5,1870	19,2128
30	0.4676	5,3796	19,9262
40	0.8017	5,2056	19,2817
50	0.7705	5,3981	19,9948
60	0.7975	5,1241	18,9799
70	1.2649	5,4093	20,0362

3. Luas Permukaan Spesifik Komposit TiO_2 -Zeolit (20%:80%)

Waktu	Absorbansi	X_m (mg/gr)	Luas Permukaan (m^2/g)
10	0,4550	5,1056	18,9113
20	0,2598	5,4703	20,2622
30	0,1791	5,6037	20,7563
40	0,3884	5,2259	19,3569
50	0,4257	5,1574	19,1032
60	0,4488	5,1167	18,9524
70	0,4882	5,0444	18,6846

4. Luas Permukaan Spesifik Komposit TiO_2 -Zeolit (25%:75%)

Waktu	Absorbansi	X_m (mg/gr)	Luas Permukaan (m^2/g)
10	0,3033	5,3796	19,9262
20	0,4464	5,1204	18,9662
30	0,5225	4,9833	18,4583
40	0,6972	4,6667	17,2856
50	0,6491	4,7537	17,6079
60	0,8071	4,4685	16,5515
70	0,8244	4,4370	16,4348

Contoh Perhitungan Penentuan Luas Permukaan

- a. Menentukan konsentrasi *sisamethylene blue* setelah diadsorpsi zeolit alam
Hasil absorbansi : 0,3884

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$\begin{aligned}y &= 0,2047x + 0,0013 \\0,3884 &= 0,2047x + 0,0013 \\x &= 0,3884 - 0,0013 / 0,2047 \\x &= 1,8911 \text{ ppm}\end{aligned}$$

- b. Menentukan konsentrasimethylene blue teradsorpsi
[Methylene blue yang diserap zeolit] = [MB 16 ppm] – [MB sisa]
= 16 ppm – 1,8911 ppm
= 14,1088 ppm

$$\begin{aligned}\text{ppm} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\&= 14,1088 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} = 0,2822 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2822 \text{ mg}}{0,0540 \text{ gram}}$$

$$X_m = 5,2259 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$\begin{aligned}S &= \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})} \\S &= \frac{5,2259 \times 6,02 \text{ E } 23 \times 197,2 \text{ E } -20}{320,5} \\&= 19,3569 \text{ m}^2/\text{gram}\end{aligned}$$

Keterangan:

S	=	luas permukaan adsorben (m ² /g)
N	=	bilangan avogadro (mol ⁻¹)
X _m	=	berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)
A	=	luas penutupan oleh 1 molekul <i>methylene blue</i> (m ²)
M _r	=	massa molekul relatif <i>methylene blue</i> (mg/mol)

Dimana :

bilangan avogadro (N)	=	6,022.10 ²³ mol ⁻¹
berat adsorbat teradsorpsi (X _m)	=	18,9082 mg/g
luas penutupan oleh 1 molekul <i>methylene blue</i> (A)	=	197.10 ⁻²⁰ m ²
massa molekul relatif <i>methylene blue</i> (M _r)	=	320,5 g/mol
	=	320500 mg/mol

L.3.3 Penentuan Konversi FFA

1. Penentuan Konversi FFA komposit TiO₂-Zeolit (10%:90%)

Konsentrasi (%)	Berat sampel (gram)	Titration	M NaOH	FFA awal	FFA akhir	Konversi (b/v)	% Efektifitas
0	3,677 3,711	0,6 0,7	0,098	0,0733	0,0689	5,92	0
10	3,5950 3,5101	0,3 0,4	0,1124	0,0733	0,0443	39,56	33,64
15	3,5325 3,5421	0,2 0,2	0,1124	0,0733	0,0254	65,35	59,43
20	3,5817 3,5421	0,2 0,2	0,105	0,0733	0,0252	65,64	59,72
10 (tanpa UV)	3,5407 3,5421	0,5 0,6	0,1124	0,0733	0,0652	11,05	5,13

2. Penentuan Konversi FFA komposit TiO₂-Zeolit (20%:80%)

Konsentrasi (%)	Berat sampel (gram)	Titration	M NaOH	FFA awal	FFA akhir	Konversi (b/v)	% efektifitas
0	3,677 3,711	0,6 0,7	0,098	0,0733	0,0689	5,92	0
10	3,5271 3,5320	0,4 0,5	0,099	0,0733	0,0504	31,24	25,32
15	3,5473 3,5472	0,2 0,2	0,099	0,0733	0,0246	66,44	60,52
20	3,5525 3,5438	0,2 0,2	0,098	0,0733	0,0234	68,12	62,20
10 (tanpa UV)	3,5426 3,4621	0,4 0,4	0,099	0,0733	0,0652	17,87	11,95

3. Penentuan Konversi FFA komposit TiO₂-Zeolit (25%:75%)

Konsentrasi (%)	Berat sampel (gram)	Titration	M NaOH	FFA awal	FFA akhir	Konversi (b/v)	% efektifitas
0	3,677 3,711	0,6 0,7	0,098	0,0733	0,0689	5,92	0
10	3,5521 3,5281	0,3 0,2	0,0297	0,0733	0,0297	59,48	53,56
15	3,5437 3,5381	0,2 0,2	0,0221	0,0733	0,0221	69,85	63,93
20	3,5581 3,5525	0,2 0,2	0,0221	0,0733	0,0220	69,98	64,06
10 (tanpa UV)	3,5407 3,5421	0,5 0,5	0,099	0,0733	0,0704	15,28	9,36

Contoh Perhitungan Penentuan Konversi FFA

- a. Menentukan % FFA setelah reaksi esterifikasi pada komposit TiO₂-zeolit (10%:90%)

$$\text{Titration (duplo) } V \text{ NaOH} = \frac{0,3+0,4}{2} = 0,35 \text{ ml}$$

$$\text{Berat sampel} = \frac{3,5950+3,5101}{2} = 3,5526 \text{ gram}$$

Menentukan M NaOH

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

$$M_1 \times 10,5 \text{ ml} = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ ml}$$

$$M_1 = \frac{0,1+10}{10,5}$$

$$= 0,1124 \text{ M}$$

$$\text{Free Fatty Acid (\% FFA)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{0,35 \times 0,1124 \times 40}{3,5526 \times 1000} \times 100$$

$$= 0,0443 \%$$

- b. Menentukan konversi FFA

$$\text{Konversi (b/v)} = \frac{\% \text{FFA}_{\text{awal}} - \% \text{FFA}_{\text{setelah reaksi}}}{\% \text{FFA}_{\text{awal}}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,0733 - 0,0443}{0,0733}$$

$$= 39,56 \%$$

Lampiran 4. Data Mentah Karakterisasi

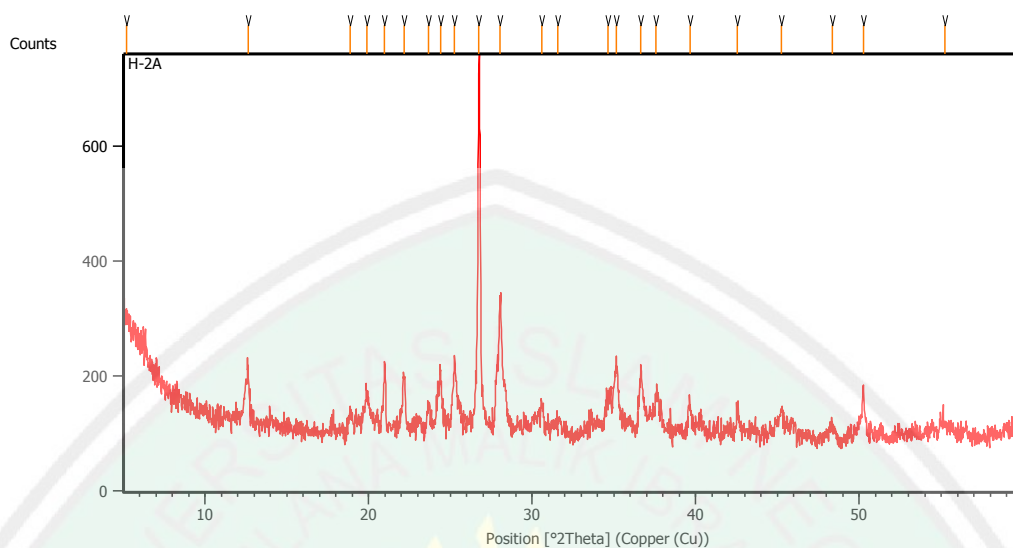
L.4.1 Karakterisasi XRD

a) Katalis H-ZA

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	H-ZA
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Januari\Mohammad Yusuf\H-ZA\H-2A.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/23/2014 4:27:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



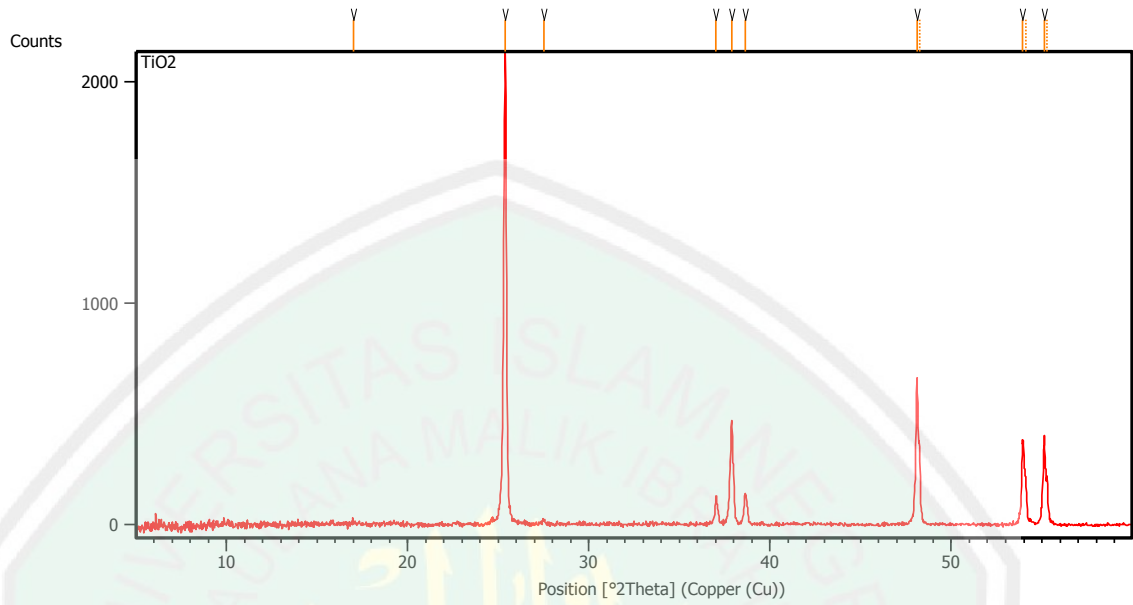
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1777	72.04	0.4015	17.06789	11.11
12.6449	82.28	0.1673	7.00063	12.68
18.8799	35.59	0.2007	4.70044	5.49
19.8948	67.76	0.2007	4.46290	10.44
20.9708	125.29	0.1171	4.23627	19.31
22.1681	99.95	0.1673	4.01010	15.41
23.6713	48.21	0.1673	3.75874	7.43
24.3882	107.48	0.1338	3.64986	16.57
25.2609	126.89	0.2007	3.52571	19.56
26.7406	648.71	0.1171	3.33387	100.00
28.0096	224.97	0.1171	3.18565	34.68
30.6056	49.25	0.1338	2.92110	7.59
31.5651	20.78	0.5353	2.83446	3.20
34.6332	58.78	0.2007	2.59007	9.06
35.1651	116.99	0.2676	2.55210	18.03
36.6451	118.00	0.1004	2.45235	18.19
37.5791	65.55	0.1673	2.39352	10.10
39.6321	43.45	0.1171	2.27414	6.70
42.5534	45.67	0.1004	2.12454	7.04
45.2391	44.74	0.2007	2.00446	6.90
48.3690	24.35	0.3346	1.88182	3.75
50.2414	90.19	0.1004	1.81599	13.90
55.2294	19.06	0.8029	1.66321	2.94

b) TiO₂**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	TiO2
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Juni\kholidah\TiO2\TiO2.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	6/30/2014 10:03:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.0262	11.47	0.2676	5.20778	0.53
25.3879	2147.38	0.1506	3.50836	100.00
27.5159	16.98	0.1673	3.24167	0.79
37.0183	129.71	0.1004	2.42848	6.04
37.8833	473.19	0.1338	2.37500	22.04
38.6309	148.55	0.1004	2.33074	6.92
48.1164	622.84	0.1224	1.88954	29.00
48.2581	349.79	0.0816	1.88901	16.29
53.9497	365.70	0.1224	1.69819	17.03
54.1367	176.81	0.1224	1.69697	8.23
55.1363	402.07	0.1224	1.66442	18.72
55.2955	212.64	0.0612	1.66413	9.90

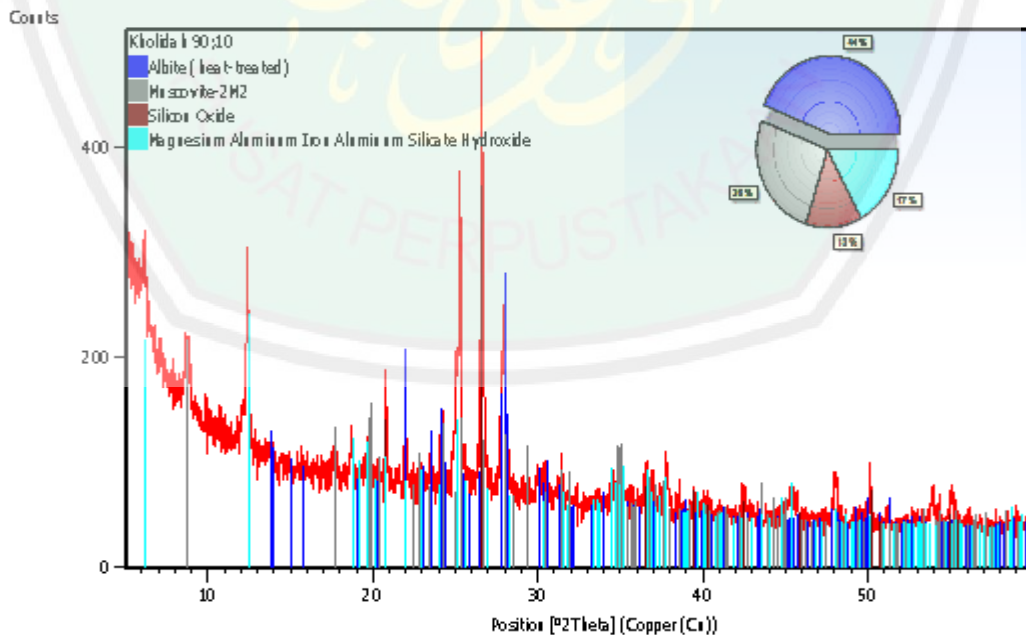
c) Komposit TiO₂-zeolit (10 %:90 %)

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Kholidah 90;10
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Kholidah\Kholidah 90;10\Kholidah 90;10.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={47403BC1-03D1-4E6A-8071-

Measurement Date / Time: 5/16/2014 10:11:20 AM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0084
 End Position [°2Th.]: 59.9864
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2Th.]: 2.12
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.2177
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011119014
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Graphics



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1460	179.52	0.1673	14.38091	40.07
8.7355	69.43	0.3346	10.12292	15.50
12.4252	189.34	0.1171	7.12392	42.27
17.6610	25.53	0.2676	5.02199	5.70
18.6969	44.14	0.1004	4.74604	9.85
19.7485	33.58	0.2007	4.49563	7.50
20.8011	106.96	0.0669	4.27044	23.87
22.9971	65.95	0.1338	4.04089	14.72
23.5643	32.78	0.1338	3.77556	7.32
24.2394	65.13	0.2342	3.67192	14.54
25.0811	136.67	0.1338	3.55057	30.51
25.2876	285.68	0.1338	3.52204	63.77
26.5834	447.98	0.0836	3.35323	100.00
27.9139	181.74	0.1338	3.19636	40.57
28.2439	46.79	0.1171	3.15975	10.45
30.1937	21.65	0.6691	2.96001	4.83
31.3885	28.38	0.3346	2.85001	6.34
34.8871	24.26	0.5353	2.57180	5.42
36.5290	31.60	0.2007	2.45988	7.05
37.7825	52.42	0.1338	2.38110	11.70
39.8487	6.68	0.5353	2.26228	1.49
42.4721	23.63	0.2007	2.12842	5.28
45.4975	14.70	0.9368	1.99368	3.28
48.0250	45.50	0.1338	1.89449	10.16
50.1032	37.91	0.1338	1.82068	8.46
53.9093	25.20	0.2676	1.70078	5.63
55.0776	31.42	0.2676	1.66743	7.01

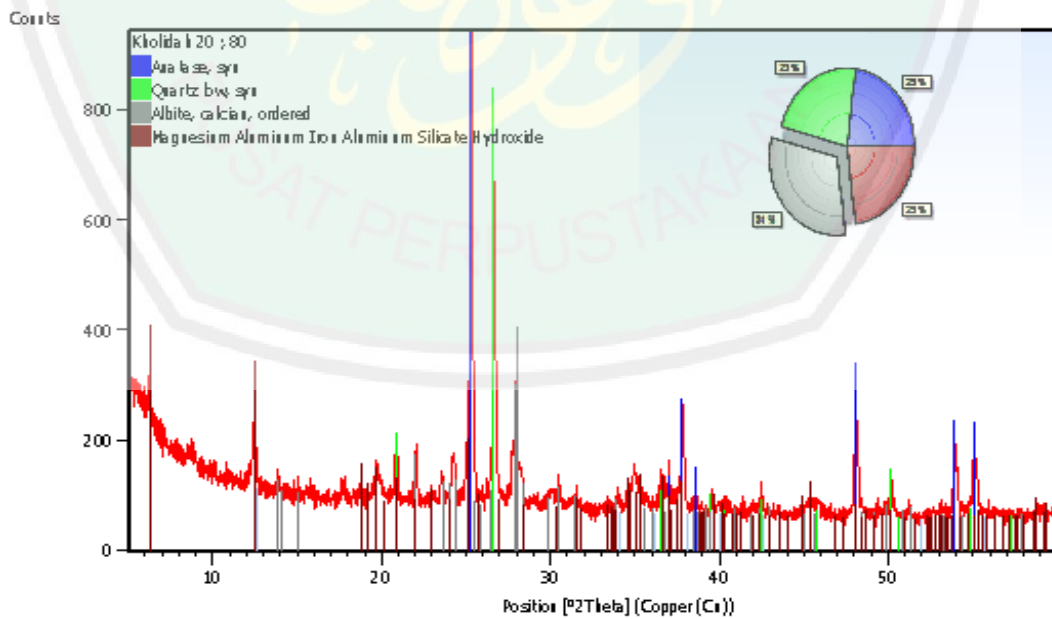
d) Komposit TiO₂-zeolit (20 %:80 %)**Anchor Scan Parameters**

Dataset Name: Kholidah 20 ; 80
File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Rohma\Kholidah 20 ; 80 Zeolit+TiO2 Anatase\Kholidah 20 ; 80.xrdml
Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
Diffractometer system=XPRT-PRO
Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-

60 (29 April).xrdmp, Identifier={BD46FEA2-3C20-438C-BE07-73F50E2D84A5}

Measurement Date / Time: 4/16/2014 11:09:16 AM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0084
 End Position [°2Th.]: 59.9864
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2Th.]: 2.12
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.2177
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011119014
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Graphics



Peak List

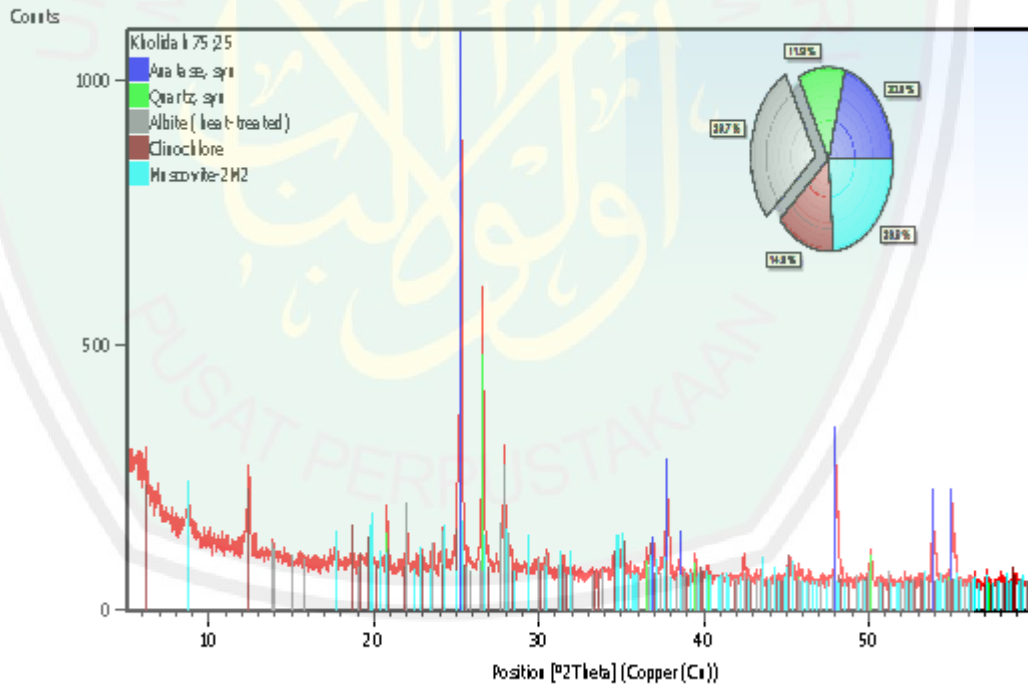
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.7998	22.32	0.4015	10.04903	2.58
12.4903	120.46	0.1673	7.08695	13.92
17.7791	16.74	0.4015	4.98890	1.93
19.7869	58.35	0.2676	4.48698	6.74
20.8973	103.97	0.1004	4.25100	12.01
22.0768	91.71	0.1506	4.02647	10.60
23.5629	56.53	0.1338	3.77578	6.53
24.3051	83.64	0.2007	3.66214	9.66
25.3215	865.41	0.1506	3.51740	100.00
26.6531	598.44	0.1338	3.34462	69.15
28.2764	208.37	0.1338	3.18936	24.08
30.3556	27.07	0.4015	2.94458	3.13
31.5249	35.80	0.2676	2.83798	4.14
33.9667	27.71	0.2676	2.63935	3.20
34.9820	71.54	0.2676	2.56503	8.27
36.5721	69.29	0.2342	2.45708	8.01
36.9898	79.71	0.1004	2.43029	9.21
37.8161	192.17	0.1004	2.37906	22.21
38.5953	54.28	0.1338	2.33281	6.27
39.5118	34.74	0.1338	2.28079	4.01
42.4692	38.76	0.2007	2.12856	4.48
45.2759	24.99	0.5353	2.00292	2.89
48.0613	235.73	0.0669	1.89315	27.24
50.1444	66.93	0.1004	1.81928	7.73
51.2028	24.12	0.2007	1.78413	2.79
53.9121	128.20	0.0836	1.70069	14.81
55.0601	158.31	0.0816	1.66654	18.29

e) Komposit TiO₂-zeolit (25 %:75 %)**Anchor Scan Parameters**

Dataset Name: Kholidah 75;25
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Kholidah\Kholidah 75;25\Kholidah 75;25.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={47403BC1-03D1-4E6A-8071-B808756E2AAF}
 Measurement Date / Time: 5/16/2014 10:01:00 AM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0084
 End Position [°2Th.]: 59.9864
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous

PSD Mode:	Scanning
PSD Length [°2Th.]:	2.12
Offset [°2Th.]:	0.0000
Divergence Slit Type:	Fixed
Divergence Slit Size [°]:	0.2177
Specimen Length [mm]:	10.00
Measurement Temperature [°C]:	25.00
Anode Material:	Cu
K-Alpha1 [Å]:	1.54060
K-Alpha2 [Å]:	1.54443
K-Beta [Å]:	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio:	0.50000
Generator Settings:	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type:	0000000011119014
Diffractometer Number:	0
Goniometer Radius [mm]:	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]:	100.00
Incident Beam Monochromator:	No
Spinning:	No

Graphics

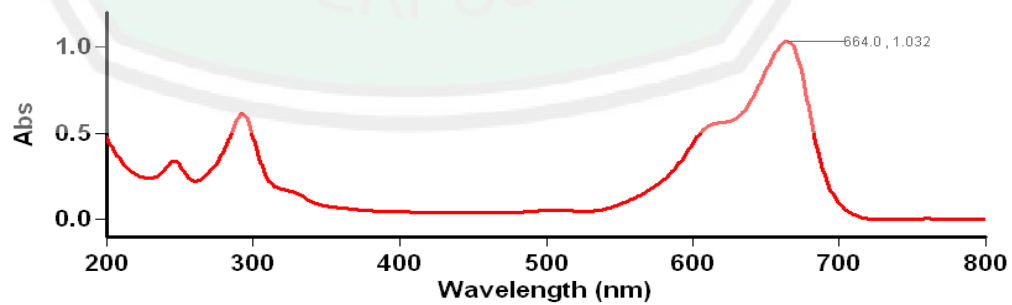


Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1732	152.91	0.2676	14.31770	15.02
8.7848	74.88	0.2007	10.06620	7.35
12.4521	161.72	0.0836	7.10863	15.89
17.6195	16.58	0.4015	5.03373	1.63
18.7105	22.22	0.2007	4.74262	2.18
19.7392	45.80	0.1673	4.49771	4.50
20.8201	119.30	0.1004	4.26659	11.72
22.0152	84.45	0.1004	4.03760	8.30
23.5453	38.54	0.1673	3.77857	3.79
24.1900	75.32	0.1673	3.67931	7.40
25.2707	1018.08	0.1171	3.52436	100.00
26.6009	536.12	0.0669	3.35107	52.66
28.2093	240.81	0.0669	3.19686	23.65
30.4537	36.06	0.1004	2.93532	3.54
31.4015	25.01	0.4015	2.84886	2.46
35.0477	37.37	0.3346	2.56038	3.67
36.5562	32.86	0.2007	2.45812	3.23
36.9338	58.94	0.1338	2.43385	5.79
37.7489	190.98	0.0669	2.38314	18.76
38.5585	48.08	0.1673	2.33495	4.72
39.4246	32.17	0.1338	2.28563	3.16
42.4270	43.35	0.1338	2.13058	4.26
45.2475	23.27	0.5353	2.00411	2.29
48.0054	215.34	0.1004	1.89522	21.15
50.1122	60.18	0.0612	1.81886	5.91
53.8609	112.09	0.1004	1.70219	11.01
55.0319	140.62	0.0816	1.66733	13.81

L.4.2 Karakterisasi Luas Permukaan adsorpsi *Methylen blue* dengan UV-Vis**a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{max})****Panjang Gelombang Maksimum *Methylen Blue***

Tanggal Analisa : 21 April 2014

**Scan Analysis Report**

Report Time : Mon 21 Apr 01:43:39 AM 2014
 Method:
 Batch: D:\Erwanto\Lamdha Maksimum Methylene Blue.DSW
 Software version: 3.00 (339)
 Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 4/21/2014 1:45:04 AM

Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.1nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
664.0	1.032
292.0	0.613
246.0	0.340

b) Penentuan Waktu Kestabilan (Waktu Operasional)

Absorbansi Waktu Kestabilan *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 6 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/5/2014 9:20:30 PM
 Method
 Batch name D:\Soifi Ali\Absorbansi Waktu Kestabilan
 Methylene Blue (06-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0872)	664.0

Analysis

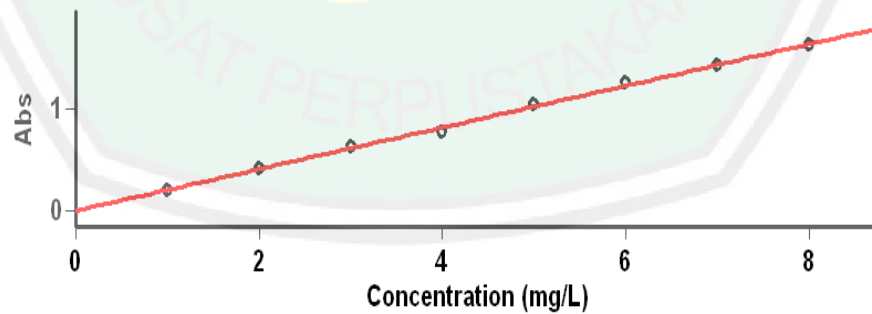
Collection time 5/5/2014 9:20:30 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					1.1181

	1.1210	0.0028	0.25	1.1236 1.1212
20 menit				0.9590 0.9578
	0.9587	0.0008	0.08	0.9592
30 menit				0.8508 0.8505
	0.8505	0.0003	0.03	0.8502
40 menit				0.7644 0.7639
	0.7645	0.0007	0.09	0.7653
50 menit				0.7601 0.7615
	0.7598	0.0018	0.24	0.7579
60 menit				0.7210 0.7210
	0.7212	0.0004	0.06	0.7217
70 menit				0.7013 0.7007
	0.7007	0.0006	0.08	0.7002
80 menit				0.6740 0.6758
	0.6750	0.0010	0.14	0.6753
90 menit				0.6528 0.6524
	0.6526	0.0002	0.03	0.6526

c) Penentuan Kurva Baku
Kurva Standar *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 28 April 2014



Concentration Analysis Report

Report time
 Method
 Batch name

4/28/2014 2:30:34 AM
 D:\Erwanto\Kurva Standar Methylene Blue

Application (28-04-2014).BCN
 Concentration 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Standard/Sample averaging OFF
 Weight and volume corrections OFF
 Fit type Linear
 Min R² 0.95000
 Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0978)	664.0

Calibration

Collection time 4/28/2014 2:31:20 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1.0	0.2053	0.0004	0.22	0.2052 0.2057 0.2049	
Std 2	2.0	0.4195	0.0005	0.13	0.4196 0.4189 0.4200	
Std 3	3.0	0.6255	0.0018	0.28	0.6272 0.6256 0.6237	
Std 4	4.0	0.7722	0.0014	0.18	0.7719 0.7711 0.7737	
Std 5	5.0	1.0399	0.0023	0.22	1.0421 1.0375 1.0401	
Std 6	6.0	1.2581	0.0055	0.43	1.2634 1.2525 1.2585	
Std 7	7.0	1.4245	0.0028	0.20	1.4233 1.4225 1.4277	
Std 8	8.0	1.6343	0.0102	0.62	1.6405 1.6399 1.6226	

Calibration eqn Abs = 0.20469*Conc +0.00132
Correlation Coefficient 0.99794
Calibration time 4/28/2014 2:36:22 AM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated O = Overage
N = Not used in calibration R = Repeat reading

d) Penentuan Luas Permukaan

Absorbansi MB-Komposit TiO₂-zeolit (10 %:90 %)

Tanggal Analisa : 23 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/23/2014 2:33:28 AM
Method
Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Methylen Blue Komposit
90-10- kholida (23-05-2014)1.BAB
Application Advanced Reads 3.00(339)
Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
Instrument version no. 3.00
Wavelength (nm) 664.0
Ordinate Mode Abs
Ave Time (sec) 0.1000
Replicates 3
Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1085)	664.0

Analysis

Collection time 5/23/2014 2:33:28 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.3517
					0.3521
		0.3521	0.0005	0.13	0.3526
20 menit					0.5378
					0.5368
		0.5365	0.0015	0.27	0.5349
30 menit					0.4657
					0.4678

	0.4676	0.0018	0.38	0.4693
40 menit				0.8035
				0.8025
	0.8017	0.0023	0.28	0.7992
50 menit				0.7722
				0.7688
	0.7705	0.0017	0.22	0.7704
60 menit				0.7973
				0.7952
	0.7975	0.0024	0.30	0.8000
70 menit				1.2612
				1.2633
	1.2649	0.0046	0.37	1.2701

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Komposit TiO₂-zeolit (20 %:80 %)

Tanggal Analisa : 09 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/8/2014 8:59:42 PM
 Method
 Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Methylene Blue Variasi Waktu (09-05-1-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0872)	664.0

Analysis

Collection time 5/8/2014 8:59:42 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.4533
					0.4581
		0.4550	0.0027	0.60	0.4536

20 menit				0.2584
				0.2618
	0.2598	0.0018	0.67	0.2593
30 menit				0.1798
				0.1784
	0.1791	0.0007	0.38	0.1790
40 menit				0.3864
				0.3876
	0.3884	0.0025	0.65	0.3913
50 menit				0.4258
				0.4261
	0.4257	0.0004	0.10	0.4253
60 menit				0.4500
				0.4464
	0.4488	0.0020	0.46	0.4499
70 menit				0.4874
				0.4872
	0.4882	0.0016	0.33	0.4901

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Komposit TiO₂-zeolit (25 %:75 %)

Tanggal Analisa : 21 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/8/2014 8:59:42 PM
 Method
 Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Methylene Blue
 Komposit TiO₂-zeolit (75:25) (21-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read Abs nm

Zero (0.0872) 664.0

Analysis

Collection time 5/21/2014 9:48:58 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.3037 0.3032 0.3028
		0.3033	0.0005	0.15	
20 menit					0.4455 0.4453 0.4483
		0.4464	0.0016	0.37	
30 menit					0.5226 0.5225 0.5225
		0.5225	0.0001	0.01	
40 menit					0.6991 0.6951 0.6973
		0.6972	0.0020	0.29	
50 menit					0.6453 0.6526 0.6493
		0.6491	0.0036	0.56	
60 menit					0.8074 0.8075 0.8064
		0.8071	0.0006	0.08	
70 menit					0.8231 0.8228 0.8272
		0.8244	0.0024	0.30	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian

L.5.1 Preparasi Sampel



Gambar 1. Zeolit alam setelah di hancurkan



Gambar 2. Pengayakan zeolit



Gambar 3. Perendaman dan Pengadukan zeolit dengan aquades



Gambar 4. Penyaringan zeolit

L.5.2 Aktivasi Zeolit



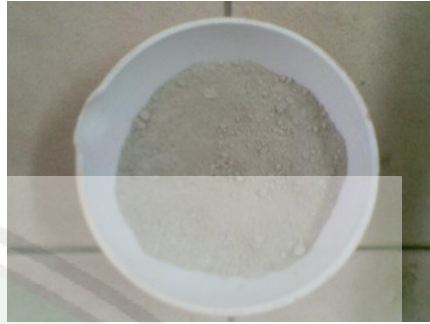
Gambar 5. Aktivasi zeolit dengan amonium nitrat



Gambar 6. Penyaringan zeolit dari amonium nitrat



Gambar 7. Pengukuran pH netral dengan indikator universal



Gambar 8. Hasil zeolit aktivasi setelah pengeringan



Gambar 9. Pengukuran pH netral dengan pH meter

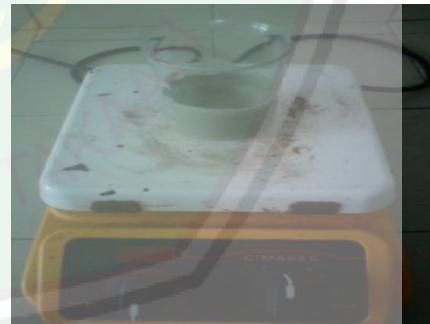


Gambar 10. Hasil zeolit aktivasi setelah kalsinasi

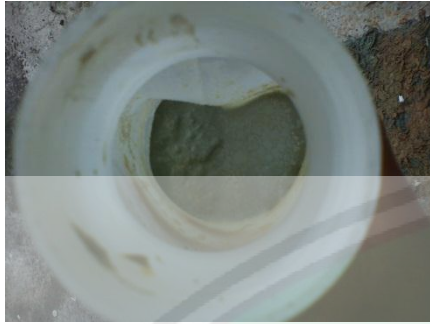
L.5.3 Modifikasi Zeolit



Gambar 11. Serbuk TiO₂



Gambar 12. Perendaman dengan larutan TiO₂



Gambar 13. Zeolit dicampur dengan TiO_2 dalam botol hidrotermal



Gambar 14. Hasil zeolit setelah perlakuan hidrotermal



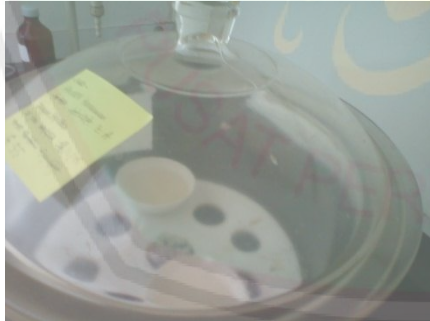
Gambar 15. TiO_2 -zeolit sebelum kalsinasi



Gambar 16. TiO_2 -zeolit setelah kalsinasi

L.5.4 Karakterisasi

L.5.4.1 Penentuan keasaman adsorpsi amoniak



Gambar 17. Analisis keasaman adsorpsi amoniak pada TiO_2 -zeolit (10:90)



Gambar 18. Analisis keasaman adsorpsi amoniak pada TiO_2 -zeolit (20:80)

L.5.4.2 Penentuan luas permukaan adsorpsi *methylen blue*



Gambar 19. Larutan *methylen blue* 5 ppm pengukuran λ maks dan penentuan waktu kestabilan



Gambar 20. Larutan *methylen blue* 1-8 ppm



Gambar 21. UV-Vis



Gambar 22. Pengocokan dengan shaker

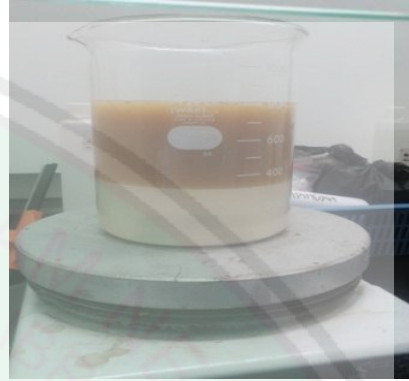


Gambar 23. Komposit TiO_2 -zeolit setelah disentrifugase

L.5.5 Preparasi Minyak Goreng Bekas



Gambar 24. Minyak goreng setelah disaring



Gambar 25. Pemanasan air dan minyak goreng

L.5.6 Analisis Konversi FFA dengan titrasi



Gambar 26. Sampel TiO_2 -zeolit setelah dititrasi



Gambar 27. TiO_2 -zeolit setelah reaksi esterifikasi