

**PENGOLAHAN CAMPURAN BAGAS TEBU DAN MINYAK JARAK
KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI *LIQUID FUEL* DENGAN
METODE PIROLISIS MENGGUNAKAN ZEOLIT SINTETIK BERBASIS
SILIKA SEKAM PADI SEBAGAI KATALIS**

(Tesis)

Oleh

ENDAH PRATIWI



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

ABSTRACT

CONVERSION OF SUGARCANE BAGASSE AND CASTOR OIL *Ricinus communis* L.) MIXTURE INTO LIQUID FUEL USING PYROLYSIS METHOD IN THE PRESENCE OF SYNTHETIC ZEOLITE DERIVED FROM RICE HUSK SILICA AS CATALYST

By

ENDAH PRATIWI

In this research, a mixture of sugarcane bagasse and castor oil was converted into liquid fuel using pyrolysis, in the presence of synthetic zeolite synthesized from rice husk silica and aluminum metal as catalyst. Preparation of catalysts was carried out using electrochemical method and sol-gel method. Synthetic zeolite with electrochemical method with varied potentials of 6, 8, 10, and 12 Volt, and electrolysis times of 1, 2, and 3 hours. Sol-gel method was applied to prepare zeolite-A, zeolite-X, and zeolite-Y. The zeolites were then tested as catalyst for pyrolysis experiments. The results obtained showed that the catalyst with the highest activity is zeolite precursor obtained using potential of 12 Volt, electrolysis time of 3 hours, and calcined at 600 °C, producing liquid fuel with hydrocarbon content of 67.88%. From the zeolite precursors prepared through sol-gel method, precursor zeolite-A calcined at 600 °C emerges as the best catalyst, with hydrocarbon content of liquid fuel is 72.00%. The XRD analyses show that in general, all catalysts are still dominated by the amorphous phase, but for zeolite-A precursor, indication of crystalline phase formation was observed, with possible phases of cristobalite, nepheline, albite, and jadeite. In general, the surface morphology of all samples is characterized by porous structure with heterogeneous shape and size of the particles. The FTIR spectra display the presence of Si-O-Si, Si-O-Al, O-Si-O, and O-H groups, and the existence of Brønsted acid site and Lewis acid sites.

Keywords: *pyrolysis, liquid fuel, synthetic zeolite, electrochemical method, sol-gel method.*

ABSTRAK

PENGOLAHAN CAMPURAN BAGAS TEBU DAN MINYAK JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI *LIQUID FUEL* DENGAN METODE PIROLISIS MENGGUNAKAN ZEOLIT SINTETIK BERBASIS SILIKA SEKAM PADI SEBAGAI KATALIS

Oleh

Endah Pratiwi

Dalam penelitian ini telah dilakukan pengolahan campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menjadi *liquid fuel* secara pirolisis menggunakan zeolit sintetis sebagai katalis yang disintesis dari silika sekam padi dan logam aluminium. Pembuatan katalis dilakukan dengan metode elektrokimia dan metode sol-gel. Zeolit sintetis dengan metode elektrokimia dibuat dengan memvariasikan potensial yaitu 6, 8, 10, dan 12 Volt, serta waktu 1, 2, dan 3 jam. Zeolit sintetis dengan metode sol-gel yang dibuat adalah zeolit-A, zeolit-X, dan zeolit-Y. Zeolit kemudian diuji aktivitasnya dalam percobaan pirolisis. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa katalis dengan aktivitas tertinggi adalah prekursor zeolit yang diperoleh dari elektrolisis pada potensial 12V, waktu 3 jam, dan dikalsinasi pada suhu 600 °C yang menghasilkan *liquid fuel* dengan kadar hidrokarbon sebesar 67,88%. Sementara katalis yang dihasilkan melalui metode sol-gel dengan aktivitas terbaik adalah prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 600 °C, menghasilkan *liquid fuel* dengan kadar hidrokarbon sebesar 72,00%. Hasil analisis XRD secara umum menunjukkan bahwa katalis masih didominasi oleh fasa amorf, namun pada prekursor zeolit-A sudah terbentuk struktur kristal dari fasa *crystalite*, *nepheline*, *albite*, dan *jadeite*. Secara umum, morfologi permukaan pada kedua katalis memiliki struktur berpori dengan permukaan yang masih heterogen pada bentuk dan ukuran partikelnya. Spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus Si-O-Si, Si-O-Al, O-Si-O, dan O-H, serta adanya situs asam Brønsted dan asam Lewis pada katalis.

Kata kunci: *pirolisis, liquid fuel, zeolit sintetis, metode elektrokimia, metode sol-gel.*

**PENGOLAHAN CAMPURAN BAGAS TEBU DAN MINYAK JARAK
KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI *LIQUID FUEL* DENGAN
METODE PIROLISIS MENGGUNAKAN ZEOLIT SINTETIK BERBASIS
SILIKA SEKAM PADI SEBAGAI KATALIS**

Oleh

ENDAH PRATIWI

Tesis

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
MAGISTER SAINS

Pada

Program Studi Magister Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

Judul Tesis : **PENGOLAHAN CAMPURAN BAGAS TEBU DAN MINYAK JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI LIQUID FUEL DENGAN METODE PIROLISIS MENGGUNAKAN ZEOLIT SINTETIK BERBASIS SILIKA SEKAM PADI SEBAGAI KATALIS**

Nama Mahasiswa : **Endah Pratiwi**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1527011009

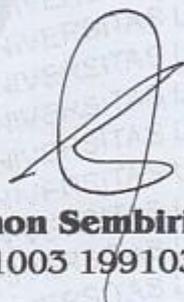
Program Studi : Magister Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

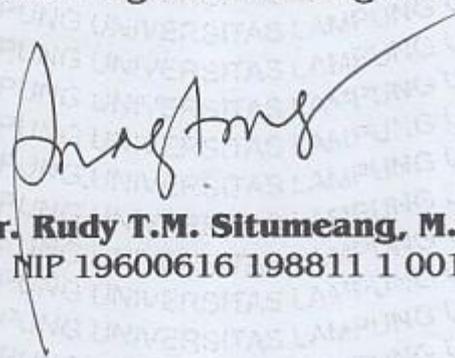
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.
NIP 19590706 198811 1 001


Prof. Simon Sembiring, Ph.D.
NIP 19611003 199103 1 002

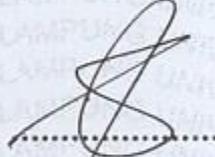
2. Ketua Program Studi Magister Kimia

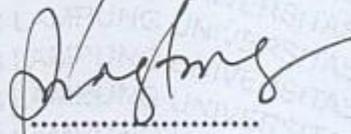

Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616 198811 1 001

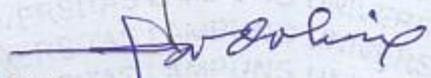
MENGESAHKAN

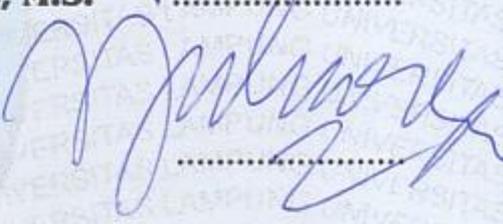
1. Tim Penguji

Ketua : **Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.** 

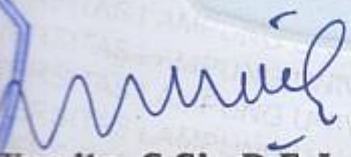
Sekretaris : **Prof. Simon Sembiring, Ph.D.** 

Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.** 

: **Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.** 

: **Prof. Suharso, Ph.D.** 

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam


Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.

NIP 19710212 199512 1 001

3. Direktur Program Pascasarjana


Prof. Drs. Mustofa, M.A., Ph.D.

NIP 19570101 198403 1 020

Tanggal Lulus Ujian Tesis : **26 Januari 2018**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa :

1. Tesis dengan judul “Pengolahan Campuran Bagas Tebu dan Minyak Jarak Kaliki (*Ricinus Communis L.*) Menjadi *Liquid Fuel* dengan Metode Pirolisis Menggunakan Zeolit Sintetik Berbasis Silika Sekam Padi Sebagai Katalis” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai dengan tata etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiarisme.
2. Hak intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan kepada Universitas Lampung

Atas pernyataan ini, apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya; saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 6 Februari 2018
Pembuat Pernyataan,



Endah Pratiwi
NPM. 1527011009

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Endah Pratiwi, lahir di Bandar Lampung pada tanggal 3 Februari 1993 merupakan anak pertama dari empat bersaudara. Penulis merupakan buah kasih dari pasangan Ayahanda Yantoni Hidayat dan Ibunda Fauziah.

Penulis saat ini bertempat tinggal di Jl. Pemanggilan No. 89 Natar, Lampung Selatan.

Penulis menyelesaikan pendidikan mulai dari Taman Kanak – Kanak Aisyiyah Bustanul Athfal Hajimena Lampung Selatan, SD Negeri 2 Rajabasa Bandar Lampung lulus pada tahun 2005, SMP Negeri 22 Bandar Lampung lulus pada tahun 2008, SMA Negeri 1 Natar Lampung Selatan lulus tahun 2011, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur undangan SNMPTN 2011 dan berhasil menyelesaikan S1 pada tahun 2015. Pada tahun 2015 juga, penulis melanjutkan pendidikan di Prodi Magister Kimia FMIPA Universitas Lampung hingga lulus pada tahun 2018.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Kupersembahkan karya ini sebagai wujud bakti dan tanggung jawab kepada :

*Kedua orang tuaku,
Bapak Yantoni Hidayat dan Ibu Fauziah yang telah memberikan cinta kasih, dukungan, dan doa untukku.*

*Adik - adikku
Edo Saputra W., Edwin Saputra, dan Errica Setiawati M.*

Pembimbing Penelitianku, Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. dan Prof. Simon Sembiring, Ph.D.

Orang terkasih, Sahabat, Kerabat, dan Teman.

Almamater Tercinta

Motto

Seberapa banyak tanggung jawab yang engkau terima, sebesar itulah kepercayaan yang engkau dapatkan (Endah Pratiwi)

Pengetahuan diperoleh dengan belajar, kepercayaan diperoleh dengan keraguan, keahlian diperoleh dengan berlatih, dan cinta diperoleh dengan mencintai (Thomas Szasz)

Janganlah membuatmu putus asa dalam mengulang - ulang doa ketika Allah menunda ijabah doa itu. Dia-lah yang menjamin ijabah doa itu menurut pilihan-Nya padamu, bukan menurut pilihan seleramu. Kelak pada waktu yang dikehendaki-Nya, bukan menurut waktu yang engkau kehendaki (Ibnu Atha'ilah)

SANWACANA

Alhamdulillah rabbil' alamin. Puji syukur penulis haturkan kepada Allah SWT atas segala rahmat, karunia dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. *Sholawat* serta salam kepada Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan seluruh umatnya yang selalu taat mengamalkan ajaran dan sunnahnya.

Tesis ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister Sains pada Prodi Magister Kimia FMIPA Unila. Tidak sedikit kendala yang dihadapi penulis dalam pelaksanaan serta dalam penulisan tesis ini, namun *Alhamdulillah*, Allah memberikan kemudahan melalui orang-orang untuk membantu penulis, sehingga kendala tersebut dapat dihadapi. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua dan tiga adik penulis yang selalu memberi cinta kasih, motivasi, dukungan, dan doa untuk penulis.
2. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku pembimbing utama penelitian serta pembimbing akademik, guru, dan teladan bagi penulis, atas segala bimbingan, motivasi, bantuan, nasihat, dan saran hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis ini.

3. Bapak Prof. Simon Sembiring, Ph.D. selaku pembimbing kedua dan guru bagi penulis, atas bimbingan khususnya pada analisis data penelitian, bantuan, nasihat, dan saran kepada penulis.
4. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc. selaku Ketua Program Studi Magister Kimia sekaligus pembahas, guru dan inspirator bagi penulis yang dengan sabar memberikan bimbingan, saran dan masukan kepada penulis.
5. Bapak Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S. selaku pembahas dan guru bagi penulis, atas semua masukan, bimbingan dan saran kepada penulis.
6. Bapak Prof. Suharso, Ph.D. selaku pembahas dan guru bagi penulis, atas semua masukan, bimbingan dan saran kepada penulis.
7. Bapak Dr. Eng Suropto Dwi Yuwono., M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak Prof. Dr. Warsito D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
9. Segenap staf pengajar dan karyawan khususnya Jurusan Kimia dan FMIPA Universitas Lampung pada umumnya.
10. Ikratul Herman, terima kasih atas segala doa, dukungan, motivasi, nasihat, dan bantuannya kepada penulis.
11. *Partner* penelitian penulis khususnya Anton, Yudha, dan Ruli yang telah membantu penulis dari awal penelitian hingga proses uji, serta teman-teman laboratorium Yusry, Kak Agus, Gesa, Vero, Herma, Yunitri yang telah membantu penulis selama penelitian.
12. Adik-adik baru di laboratorium angkatan 2014 dan 2015 kimia fisik, semoga selalu semangat penelitiannya.

13. Sahabat tersayang penulis; Melli N, Ay-ay, dan Dewi yang telah mendukung, mendoakan, dan memberi saran atas segala keluh kesah penulis.
14. Ciwi-ciwi polimer; vevi, windi, umi, dan tatak yang selalu mendukung dan menghibur, dan mendoakan penulis.
15. Teman-teman magister kimia angkatan 2015; Mba dila, Kak Hanif, Bu Mira, Bu Sion, Ria, Bu Nisa, Bu Emma, Bu Eka, Bu Arum, dan Ridho.
16. Teman-teman jurusan kimia angkatan 2011 yang selalu memberi dukungan pada penulis, serta teman-teman lain yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allah SWT membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda, Aamiin. Penulis menyadari bahwa tesis ini masih terdapat kekurangan, namun penulis berharap tesis ini dapat bermanfaat dan berguna bagi rekan-rekan khususnya mahasiswa kimia dan pembaca pada umumnya.

Bandar lampung, 6 Februari 2018

Endah Pratiwi

DAFTAR ISI

Halaman

LEMBAR PENGESAHAN	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	ix
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	5
C. Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Bahan Bakar Cair Terbarukan	7
B. Pirolisis	9
C. Zeolit	13
1. Pengertian Zeolit	13
2. Zeolit Sintetik	14
D. Bagas Tebu	17
E. Minyak Jarak Kaliki	19
F. Silika Sekam Padi	20
G. Karakterisasi Zeolit	22
1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	22
2. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	24
3. <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	26
4. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	27
5. <i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i>	28
H. Karakterisasi <i>Liquid Fuel</i>	30
1. Analisis Komposisi dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)</i>	30
2. Karakteristik Fisik	31
a. Densitas	32
b. Viskositas	32
c. Angka Setana (<i>Cetane Number</i>).....	33

d. Titik Nyala (<i>Flash Point</i>)	33
---	----

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian	35
B. Alat dan Bahan	35
1. Alat – Alat yang Digunakan	35
2. Bahan – Bahan yang Digunakan	36
C. Prosedur Penelitian	36
1. Preparasi Minyak Jarak Kaliki	36
2. Preparasi Bagas Tebu	36
3. Preparasi Sekam Padi	36
4. Ekstraksi Silika Sekam Padi	37
5. Pembuatan Sol Silika Sekam Padi	37
6. Pembuatan Katalis Zeolit dengan Metode Elektrokimia	37
7. Pembuatan Katalis Zeolit dengan Metode Sol-Gel	38
8. Kalsinasi Katalis	39
9. Karakterisasi Zeolit	39
a. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	40
b. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	40
c. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	41
d. <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	42
e. <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	43
10. Uji Reaksi Perengkahan	43
11. Karakterisasi <i>Liquid Fuel</i>	44
a. <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GC-MS)	44
b. Densitas	46
c. Viskositas	46
d. Titik Nyala (<i>Flash Point</i>)	47

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengantar	49
B. Ekstraksi Minyak Jarak Kaliki	49
C. Preparasi Bagas Tebu	50
D. Ekstraksi Silika Sekam Padi	50
E. Sintesis Zeolit	52
1. Sintesis Zeolit dengan Metode Elektrokimia	52
2. Sintesis Zeolit dengan Metode Sol-Gel	54
F. Uji Pirolisis	55
G. Karakterisasi <i>Liquid Fuel</i>	57
1. Analisis <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS) ..	57
a. Hasil GC-MS <i>Liquid Fuel</i> yang Disintesis Tanpa Katalis ..	57
b. Hasil GC-MS <i>Liquid Fuel</i> Menggunakan Katalis yang Disintesis dengan Metode Elektrokimia	61
c. Hasil GC-MS <i>liquid fuel</i> Hasil Pirolisis Campuran Bagas Tebu dan Minyak Jarak Kaliki Menggunakan Katalis yang Disintesis dengan Metode Sol-Gel	68

2. Karakteristik Fisik <i>Liquid Fuel</i>	62
H. Karakterisasi Katalis.....	74
1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	74
2. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	78
3. <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	80
4. <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	84
V. KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Simpulan.....	89
B. Saran.....	90
DAFTAR PUSTAKA	91
LAMPIRAN.....	100

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Contoh zeolit alam	14
2. Rumus oksida beberapa jenis zeolit sintetik	15
3. Rendemen <i>liquid fuel</i> menggunakan katalis zeolit yang dikalsinasi pada suhu 600 °C.....	56
4. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis bagas tebu tanpa menggunakan katalis.....	58
5. Kategori senyawa penyusun <i>liquid fuel</i> sampel tanpa menggunakan katalis	61
6. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> yang dihasilkan dari pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C.....	62
7. Komponen <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 600 °C.....	68
8. Karakterisasi fisik <i>liquid fuel</i> sampel campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki	73
9. Nilai 2θ puncak-puncak penyusun prekursor zeolit yang dibandingkan dengan zeolit-A standar.	78

10. Distribusi partikel kerangka prekursor Zeo _{12:3} yang dikalsinasi pada suhu berbeda.....	81
11. Distribusi partikel kerangka prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu berbeda	82
12. Keasaman katalis prekursor Zeo _{12:3}	84
13. Nilai keasaman katalis zeolit-A	86
14. Kandungan senyawa hasil analisis XRF sampel yang dihasilkan dengan potensial dan waktu yang berbeda	101
15. Rendemen <i>liquid fuel</i>	104
16. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis minyak jarak kaliki tanpa menggunakan katalis.....	105
17. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki tanpa menggunakan katalis	105
18. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 3,31 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C	106
19. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 3,93 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C	107
20. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 5,02 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C	108

21. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 7,15 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C 109
22. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 yang dikalsinasi pada suhu 700 °C 110
23. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 yang dikalsinasi pada suhu 800 °C 111
24. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 yang dikalsinasi pada suhu 900 °C 111
25. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-X yang dikalsinasi pada suhu 600 °C 112
26. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-Y yang dikalsinasi pada suhu 600 °C 113
27. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 700 °C 113
28. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 800 °C 114

29. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 900 °C	115
30. Syarat mutu <i>liquid fuel</i> SNI 7431: 2008	117
31. Data pengukuran densitas <i>liquid fuel</i>	118
32. Data pengukuran keasaman katalis dengan metode gravimetri	121
33. Hasil analisis spektrum FTIR prekursor Zeo _{12:3}	122
34. Hasil analisis spektrum FTIR prekursor zeolit-A	122

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kimia zeolit	13
2. Tanaman jarak kaliki.....	19
3. Pola difraksi sinar-X oleh suatu padatan.....	23
4. Skema alat <i>scanning electron microscope</i>	25
5. Skema alat PSA.....	27
6. Perangkat elektrokimia yang digunakan untuk pembuatan zeolit sintetik	38
7. Reaktor pirolisis	43
8. Viskometer	47
9. Ekstraksi Minyak jarak kaliki	49
10. Preparasi bagas tebu.....	50
11. Ekstraksi silika sekam padi	51
12. Sintesis zeolit dengan metode elektrolisis	52
13. Grafik nisbah Si/Al sampel berdasarkan potensial dan waktu elektrolisis	53
14. Sintesis zeolit dengan metode sol-gel	55
15. Uji aktivitas zeolit	56
16. Kromatogram <i>liquid fuel</i> hasil pirolisis tanpa menggunakan katalis	58
17. Komposisi relatif <i>liquid fuel</i> yang dihasilkan dari pirolisis bagas tebu tanpa menggunakan katalis	59

18. Kromatogram *liquid fuel* yang dihasilkan tanpa menggunakan katalis 60
19. Kromatogram *liquid fuel* yang dihasilkan dari pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 yang dikalsinasi pada suhu 600 °C 62
20. Kromatogram *liquid fuel* yang dihasilkan dari hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis dengan nisbah Si/Al yang berbeda..... 64
21. Komponen penyusun *liquid fuel* yang dihasilkan dari pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis dengan nisbah Si/Al yang berbeda..... 65
22. Kromatogram *liquid fuel* menggunakan prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 dengan suhu kalsinasi 66
23. Komponen penyusun *liquid fuel* yang menggunakan katalis prekursor zeolit dengan nisbah Si/Al 0,99 dengan variasi suhu kalsinasi..... 67
24. Kromatogram *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 600 °C 68
25. Kromatogram *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis prekursor zeolit yang dikalsinasi pada suhu 600 °C..... 69
26. Komponen penyusun *liquid fuel* hasil pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki menggunakan katalis yang disintesis dengan metode sol-gel..... 70

27. Kromatogram <i>liquid fuel</i> menggunakan katalis prekursor zeolit-A dengan suhu kalsinasi	71
28. Komponen penyusun <i>liquid fuel</i> yang menggunakan katalis prekursor zeolit-A dengan variasi suhu kalsinasi.....	72
29. Difraktogram sinar-X sampel prekursor $\text{ZeO}_{12:3}$ yang telah dikalsinasi....	74
30. Difraktogram sinar-X sampel prekursor Zeolit-A yang telah dikalsinasi	76
31. Difraktogram sinar-X zeolit-A standar	76
32. Mikrograf prekursor $\text{ZeO}_{12:3}$ dengan pembesaran 10000x	78
33. Mikrograf prekursor zeolit-A dengan pembesaran 10000x	79
34. Hasil analisis PSA prekursor $\text{ZeO}_{12:3}$ yang telah dikalsinasi	80
35. Hasil analisis PSA prekursor zeolit-A yang telah dikalsinasi.....	82
36. Spektrum FTIR sampel prekursor $\text{ZeO}_{12:3}$ yang telah dikalsinasi	85
37. Spektrum FTIR sampel prekursor zeolit-A yang telah dikalsinasi.....	87
38. Hasil analisis XRF sampel yang dielektrolisis pada potensial 6 volt dengan variasi waktu.....	101
39. Hasil analisis XRF sampel yang dielektrolisis pada potensial 8 volt dengan variasi waktu.....	102
40. Hasil analisis XRF sampel yang dielektrolisis pada potensial 10 volt dengan variasi waktu.....	102
41. Hasil analisis XRF sampel yang dielektrolisis pada potensial 12 volt dengan variasi waktu.....	103
42. Difraktogram prekursor zeolit-A hasil analisis dengan program <i>Match! Crystal Impact</i>	119

43. Difragtogram prekursor $\text{Zeo}_{12:3}$ hasil analisis dengan program *Match!*
Crystal Impact..... 120
44. Difragtogram prekursor zeolit hasil analisis dengan program PCPDFWin
1997..... 120

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Krisis ketersediaan bahan bakar fosil yang terus menipis, sementara kebutuhan akan energi merupakan tantangan besar yang dihadapi dunia saat ini, karena kebutuhan energi terus meningkat. Di samping itu, penggunaan bahan bakar fosil juga berdampak pada lingkungan, karena pembakarannya menghasilkan gas rumah kaca, terutama CO₂, dalam jumlah yang sangat besar dilepaskan ke atmosfer. Dalam upaya mengurangi ketergantungan akan bahan bakar fosil, sekaligus mengurangi dampak negatif terhadap lingkungan, dewasa ini pengembangan sumber energi alternatif dan terbarukan terus digiatkan di berbagai negara, termasuk Indonesia. Salah satu sumber energi terbarukan yang mendapat perhatian besar adalah bahan bakar cair (*liquid fuel*) yang dihasilkan dengan perengkahan katalitik (*catalytic cracking*) biomassa, yang dikenal juga dengan pirolisis (Joardder *et al.*, 2014).

Pirolisis pada prinsipnya adalah proses penguraian molekul besar menjadi molekul yang lebih sederhana dengan bantuan panas. Teknik ini pada awalnya digunakan dalam pengolahan minyak bumi untuk mendapatkan fraksi yang memiliki rentang titik didih yang lebih rendah dari induknya. Dalam pengembangannya, teknik ini dimanfaatkan untuk menghasilkan bahan bakar cair dari berbagai jenis biomassa. Sebagai gambaran, beberapa jenis biomassa yang

telah diteliti adalah tandan kosong kelapa sawit (Mujiarto dkk, 2014), tongkol jagung (Syahri dkk, 2015), ampas tebu (Erawati dkk, 2013), minyak jelantah (Gunawan, 2010), minyak kelapa (Sudrajat dkk, 2010), dan minyak kelapa sawit (Yakup *et al.*, 2015).

Dari berbagai bahan baku yang dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan *liquid fuel*, bagas tebu merupakan bahan baku yang memiliki potensi sangat besar.

Bagas tebu merupakan sisa tanaman tebu yang jumlahnya sangat melimpah di Indonesia, termasuk Provinsi Lampung. Menurut Badan Pusat Statistik (BPS) tahun 2014, di Provinsi Lampung terdapat 12.000 ha perkebunan tebu, yang dikelola oleh perusahaan besar dan masyarakat. Dari satu ha kebun tebu diperkirakan akan dihasilkan 100 ton bagas (Kementerian Lingkungan Hidup, 2005), sehingga bagas tebu yang tersedia berdasarkan total luas perkebunan tebu di daerah ini mencapai 1.200.000 ton per tahun.

Dari berbagai penelitian diketahui bahwa pirolisis biomassa padat memiliki kelemahan, yakni produk cair yang relatif sedikit dan cenderung menghasilkan padatan atau gas. Hasil yang berbeda didapatkan untuk bahan baku cair, dimana zat cair dihasilkan sebagai produk utama. Berdasarkan karakteristik di atas, dalam penelitian ini digagas untuk mengkaji pirolisis campuran bagas tebu dengan minyak jarak kaliki, dengan harapan rendemen produk cair yang dihasilkan akan meningkat.

Dalam penelitian ini minyak jarak kaliki dipilih dengan mempertimbangkan beberapa karakteristik yang menunjukkan potensi tanaman ini sebagai bahan baku *liquid fuel*. Tanaman jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) atau dikenal juga sebagai

jarak kepyar merupakan tanaman liar yang sering tumbuh di tepi jalan, semak belukar, atau dipinggir lapangan rumput. Setiap pohon memiliki 10-23 tandan, dan dalam setiap tandan terdapat 50-100 buah jarak (Widodo dan Sumarsih, 2007). Di samping itu, biji jarak kaliki mengandung 40-64 % minyak (Olivares, *et al.*, 2012) yang terdiri dari asam lemak jenuh yaitu asam palmitat dan asam stearat, serta asam lemak tak jenuh yaitu asam oleat, asam linoleat, asam linoleneat, dan asam ricinoleat (Salimon, *et al.*, 2010).

Selain bahan baku, komponen lain yang sangat berperan dalam proses pirolisis adalah katalis. Katalis dibutuhkan karena pirolisis tanpa menggunakan katalis memerlukan suhu yang tinggi sehingga memerlukan biaya produksi yang cukup besar. Dengan bantuan katalis, biaya produksi dapat ditekan karena energi aktivasi akan menurun, sehingga proses pirolisis dapat dilangsungkan pada suhu yang lebih rendah. Contoh beberapa katalis pirolisis yang pernah digunakan antara lain dolomit (Jahirul *et al.*, 2012), ZSM-5 (Gopakumar *et al.*, 2012), alumina (Ates *et al.*, 2009), ZrO_2 (Watanabe *et al.*, 2002), dan zeolit (Williams *et al.*, 2002)

Salah satu katalis yang banyak digunakan dalam proses pirolisis adalah zeolit sintetik. Katalis ini telah digunakan untuk pirolisis berbagai bahan baku, antara lain minyak nabati (Lima *et al.*, 2004), sekam padi (Jeon *et al.*, 2012), dan serbuk gergaji (Blesa *et al.*, 2001). Unjuk kerja yang baik dari zeolit sintetik merupakan dasar penggunaan zeolit sintetik dalam penelitian ini. Zeolit sintetik dibuat dari silika sekam padi dan logam aluminium, dengan dua cara yakni metode elektrokimia dan metode sol-gel. Silika sekam padi digunakan atas pertimbangan ketersediaannya yang sangat melimpah, kemudahan untuk memisahkannya dari

sekam, serta sifat-sifatnya yang sangat mendukung sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pengganti senyawa silika seperti *tetra methyl ortho silicate* (TMOS) dan *tetra ethyl ortho silicate* (TEOS) yang umum digunakan. Sebagai gambaran, data BPS Provinsi Lampung tahun 2015 menunjukkan bahwa daerah ini menghasilkan padi sekitar 3.641.895 ton per tahun. Sekitar 20% gabah terdiri dari sekam, sehingga dari produksi padi akan dihasilkan 728.379 ton sekam. Hasil penelitian menunjukkan sekam padi mengandung 18 hingga 20% silika (Simanjuntak *et al.*, 2016) sehingga potensi silika yang dapat dihasilkan dari sekam di Provinsi Lampung berkisar antara 131.108-145.675 ton. Silika sekam padi diketahui memiliki kelarutan yang tinggi dalam larutan alkalis sehingga dapat dengan mudah diekstraksi menggunakan larutan alkalis (Pandiangan *et al.*, 2016) dan menghasilkan silika dengan kemurnian tinggi. Silika sekam padi juga bersifat amorf dan memiliki reaktivitas yang tinggi terhadap alumina untuk menghasilkan zeolit.

Pembuatan zeolit dengan metode elektrokimia didasarkan pada sifat logam aluminium yang memiliki potensial elektrokimia yang relatif kecil, yakni 1,66V. Dengan demikian, logam aluminium dapat dioksidasi secara elektrokimia menghasilkan ion Al^{3+} yang akan terdistribusi dalam sol silika. Metode elektrokimia juga dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan zeolit dengan komposisi (nisbah Si/Al) yang berbeda melalui penerapan potensial dan waktu elektrolisis yang berbeda. Nisbah Si/Al yang berbeda ditargetkan karena hasil penelitian menunjukkan bahwa nisbah tersebut merupakan faktor yang sangat menentukan unjuk kerja zeolit, dan komposisi *liquid fuel* yang dihasilkan. Atas dasar ini, pembuatan zeolit dilakukan dengan potensial yang berbeda, yakni 6, 8,

10, dan 12 V serta waktu yang berbeda yakni 1, 2, dan 3 jam. Faktor lain yang akan dipelajari adalah pengaruh suhu kalsinasi, dan untuk maksud ini, zeolit akan dikalsinasi pada empat suhu yang berbeda, yakni 600, 700, 800, dan 900 °C.

Metode sintesis zeolit yang dimanfaatkan dalam penelitian ini adalah metode sol-gel untuk mensintesis tiga jenis zeolit, yakni zeolit-A, zeolit-X, dan zeolit-Y dari bahan baku yang sama. Metode sol-gel ini didasarkan pada sifat logam aluminium dan silika sekam padi yang dapat larut dalam larutan alkalis, sehingga larutan kedua bahan baku dapat dicampur dan selanjutnya diubah menjadi gel dengan cara mengubah pH sol menjadi netral menggunakan asam. Sama seperti katalis yang disintesis dengan metode elektrokimia, penelitian ini juga mempelajari pengaruh suhu kalsinasi dari katalis yang disintesis dengan metode sol-gel.

B. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Membuat zeolit sintetis dengan nisbah Si/Al yang berbeda dengan penggunaan potensial dan waktu elektrolisis yang berbeda.
2. Membuat zeolit-A, zeolit-X, dan zeolit-Y dengan metode sol-gel
3. Mempelajari hubungan antara nisbah Si/Al zeolit dengan unjuk kerjanya sebagai katalis untuk pirolisis, didasarkan pada rendemen dan komposisi *liquid fuel* yang dihasilkan.

4. Mengkarakterisasi zeolit dengan unjuk kerja terbaik, didasarkan pada kadar hidrokarbon dalam *liquid fuel*, untuk menghubungkan karakteristik zeolit dengan reaktivitasnya sebagai katalis dalam proses pirolisis.
5. Mengkarakterisasi *liquid fuel* yang dihasilkan dengan GC-MS, serta uji kelayakannya berdasarkan viskositas, densitas, dan *flash point*, mengacu pada SNI 7431:2008.

C. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberi manfaat sebagai berikut :

1. Meningkatkan pemanfaatan silika sekam padi sebagai nilai tambah di sektor pertanian, dan minyak jarak kaliki sebagai bahan baku untuk sumber energi terbarukan.
2. Meningkatkan ketersediaan katalis untuk mendukung pengembangan teknologi pirolisis.
3. Meningkatkan ketersediaan sumber energi terbarukan dalam upaya mengurangi ketergantungan pada sumber energi fosil.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Bahan Bakar Cair Terbarukan

Bahan bakar cair terbarukan merupakan nama umum untuk bahan bakar cair non-fosil, yang dapat dihasilkan dari beragam bahan baku terbarukan, terutama biomassa, dengan proses biologis, kimia, dan termokimia. Dewasa ini, bahan bakar cair terbarukan yang sudah dikenal dan terus dikembangkan adalah bioetanol, biodiesel, dan bahan bakar cair hasil perengkahan (pirolisis) biomassa. Bahan bakar cair hasil pirolisis biomassa disebut juga sebagai *liquid fuel* atau *bio-fuel*, untuk membedakannya dari bioetanol dan biodiesel (Elliot *et al.*, 2009).

Bioetanol merupakan etanol yang dihasilkan dari gula reduksi dengan metode fermentasi. Pada awalnya, bahan baku yang digunakan adalah gula reduksi yang dihasilkan langsung dari tanaman, namun pemakaian bahan baku ini menimbulkan masalah karena gula reduksi merupakan bahan pangan utama. Untuk mengatasi masalah tersebut, pengembangan yang dilakukan adalah memanfaatkan karbohidrat yang berukuran lebih besar, misalnya pati (Arnata dan Anggraeni, 2013), selulosa (Samsuri dkk, 2007), dan hemiselulosa (Rengel, 2007). Meskipun secara prinsip masalah dengan bahan baku dapat diatasi, namun dalam praktiknya masih terdapat beberapa kendala dalam produksi bioetanol. Penggunaan karbohidrat non-gula reduksi memerlukan perlakuan hidrolisis untuk mengubah karbohidrat tersebut menjadi gula reduksi yang selanjutnya dapat

difermentasi. Proses fermentasi memerlukan mikroba dan substrat tambahan pendukung pertumbuhan mikroba agar menghasilkan enzim yang cukup. Selain itu, fermentasi juga memerlukan waktu yang relatif panjang, yakni mencapai 72 jam untuk menghasilkan bioethanol secara optimal.

Seperti halnya dengan bioetanol, produksi biodiesel yang dihasilkan dari minyak nabati juga tidak terbebas dari masalah praktis. Produksi bahan bakar alternatif ini masih terkendala oleh adanya persaingan antara kebutuhan pangan, karena meskipun pemanfaatan minyak nabati non-pangan terus diteliti secara intensif, hingga sekarang minyak nabati pangan, terutama minyak kelapa (Padil dkk, 2010; Meliyana, 2015) dan minyak kelapa sawit (Prastyo dkk, 2011; Aristiani, 2016) masih menjadi bahan baku utama. Di samping itu, pembuatan biodiesel juga memerlukan reaktan kedua, yakni alkohol, terutama metanol atau etanol. Karena kendala tersebut, harga biodiesel belum kompetitif dengan diesel konvensional.

Permasalahan yang terkait dengan dua jenis bahan bakar alternatif di atas merupakan pendorong semakin giatnya upaya pengembangan bahan bakar cair yang dihasilkan dengan proses (teknologi) pirolisis. Dari sisi bahan baku, teknologi ini memiliki keunggulan karena dapat diterapkan pada semua jenis biomassa, baik produk tanaman, sisa tanaman, residu agroindustri, hingga limbah organik seperti limbah rumah tangga maupun limbah pasar. Di samping itu, teknologi ini tidak memerlukan bahan baku tambahan kecuali katalis dan prosesnya berlangsung dengan cepat serta perangkat yang sederhana.

B. Pirolisis

Pirolisis merupakan proses penguraian senyawa organik dengan molekul besar dengan bantuan panas dalam suasana oksigen yang terbatas atau tanpa oksigen. Dalam proses ini, ikatan kimia yang terdapat dalam molekul besar akan terputus, sehingga dihasilkan senyawa yang lebih sederhana, baik berupa gas atau zat cair, dan residu berupa karbon padat, yang dikenal juga sebagai *biochar*.

Proses pirolisis berlangsung secara kompleks dan simultan, proses dekomposisi termal dari komponen organik dalam biomassa dimulai pada 350-550 °C dan dapat berlangsung hingga suhu 700-800 °C tanpa adanya oksigen (Jahirul *et al.*, 2012). Rantai panjang karbon, hidrogen dan oksigen dalam biomassa terurai menjadi molekul yang lebih kecil dalam bentuk gas, uap terkondensasi (tar dan minyak) dan *biochar*. Laju dan besarnya dekomposisi masing-masing tergantung pada beberapa parameter yaitu suhu, biomassa, laju pemanasan; tekanan; konfigurasi reaktor; bahan baku; dan lain-lain.

Dalam praktiknya, proses pemanasan dapat dilangsungkan dengan tiga cara dan berdasarkan cara tersebut, pirolisis dibedakan menjadi *slow pyrolysis*, *fast pyrolysis*, dan *flash pyrolysis*. Dalam *slow pyrolysis*, pemanasan dilakukan dengan laju yang kecil hingga mencapai suhu puncak, temperatur rendah, dan membutuhkan waktu lama untuk menghasilkan produk padat dan gas

Slow pyrolysis biasa digunakan untuk menghasilkan arang pada temperatur dan laju pemanasan yang rendah. Dalam proses ini, waktu tinggal uap berkisar antara 5 sampai 30 menit, sehingga komponen dalam fase uap terus bereaksi satu sama lain dan membentuk karbon padat dan cairan lainnya (Bridgwater *et al.*, 2001).

Slow pyrolysis memiliki beberapa keterbatasan teknologi yang membuat proses ini tidak mungkin cocok untuk produksi *liquid fuel* dengan kualitas baik.

Perengkahan produk utama dalam proses ini terjadi akibat waktu tinggal yang lama dan dapat mempengaruhi hasil dan kualitas *liquid fuel*. Selain itu, waktu tinggal yang lama dan transfer panas yang rendah memerlukan energi ekstra (Tippayawong *et al.*, 2008).

Dalam proses *fast pyrolysis*, biomassa secara cepat dipanaskan sampai suhu tinggi tanpa adanya oksigen. Proses ini hanya membutuhkan waktu yang singkat dan temperatur yang digunakan antara 300-550 °C (Bridgewater and Peacocke, 2000). Biasanya berdasarkan persen berat, proses ini menghasilkan 60-75% produk cair, 15-25% padatan (terutama *biochar*) dan 10-20% gas tergantung pada bahan baku yang digunakan. Produksi cairan biasanya dihasilkan dari biomassa dalam suhu rendah, laju pemanasan yang tinggi dan waktu tinggal yang pendek. Karakteristik dasar dari *fast pyrolysis* adalah transfer panas dan laju pemanasan yang tinggi, uap waktu tinggal singkat, pendinginan uap dan aerosol yang cepat untuk menghasilkan *liquid fuel* dalam jumlah besar, yang dapat dicapai dengan mengatur suhu reksi dengan tepat (Demirbas *et al.*, 2002).

Flash pyrolysis merupakan proses pirolisis yang berlangsung sangat cepat dengan temperatur yang lebih tinggi dari *fast pyrolysis* (Chhiti and Kemiha, 2013). *Flash pyrolysis* adalah proses yang menjanjikan untuk produksi bahan bakar padat, cair dan gas dari biomassa yang dapat mencapai hingga 75% dari hasil *liquid fuel* (Demirbas, 2000). Proses ini ditandai dengan devolatilisasi yang cepat dalam suasana inert, laju pemanasan dan suhu reaksi yang tinggi antara 450-1000 °C dan waktu tinggal gas yang sangat singkat (kurang dari 1 s) (Aguado *et al.*, 2002).

Namun demikian proses ini memiliki beberapa keterbatasan teknologi, misalnya: stabilitas termal yang rendah, sifat korosif dari produk cair, padatan tersuspensi dalam zat cair, peningkatan viskositas akibat pembentukan *char*, pemekatan alkali dalam *char* yang terlarut dalam produk cair, dan produksi air secara pirolitik (Cornelissen *et al.*, 2008). Di samping itu, *flash pyrolysis* memerlukan perangkat yang lebih mahal dari dua cara yang lain, sehingga pemanfaatannya untuk produksi *liquid fuel* sangat terbatas.

Secara garis besar, proses pirolisis menghasilkan tiga jenis produk, yakni gas, cair, dan padatan. Namun demikian, dalam konteks pengembangan sumber energi terbarukan, produk cair, yang dikenal juga sebagai *liquid fuel* merupakan target utama. Dalam praktiknya, proses pirolisis diawali dengan pembentukan gas yang terdiri dari senyawa-senyawa berukuran kecil, misalnya CO, CO₂, H₂, O₂, N₂, dan CH₄ (Oladeji 2012). Pembentukan gas ini pada umumnya berlangsung pada suhu yang relatif rendah, yakni berkisar antara 200 hingga 300 °C, tergantung pada biomassa yang diolah. Dalam tahap berikutnya akan dihasilkan produk cair, yang umumnya terjadi pada suhu 200-700 °C (Sukumar *et al.*, 2015). Produk akhir adalah padatan, yang dikenal juga sebagai *biochar*, yang pada umumnya terdiri dari karbon.

Dalam praktiknya diketahui juga bahwa jumlah masing-masing produk dipengaruhi oleh berbagai faktor, terutama suhu, waktu, tekanan, (Newalkar, *et al.*, 2014), jenis biomassa, ukuran biomassa, pemanasan, kadar air, dan penggunaan katalis (Oladeji *et al.*, 2015). Sebagai contoh, dalam penelitian sebelumnya (Balat *et al.*, 2009; Bridgwater, 2007) dilaporkan bahwa dengan

suhu yang berbeda didapatkan produk dengan persen reaktif yang berbeda, dimana semakin tinggi suhu ada kecenderungan produk cair bertambah sementara produk gas dan padatan berkurang. Selain suhu, jenis biomassa diketahui menghasilkan produk dengan komposisi yang berbeda. Sebagai contoh penelitian sebelumnya (Zanzi *et al.*, 2002) menemukan bahwa hasil pirolisis kayu menghasilkan senyawa volatil lebih banyak dibanding dengan yang dihasilkan dari residu pertanian seperti limbah zaitun dan jerami gandum.

Meskipun *liquid fuel* belum dapat digunakan sebagai bahan bakar transportasi, sumber energi terbarukan ini memiliki berbagai manfaat, antara lain sebagai bahan bakar rumah tangga pengganti minyak tanah., bahan bakar untuk obor, industri penempahan logam, industri penempahan emas, dan *boiler* dalam industri.

Liquid fuel yang diperoleh dengan cara pirolisis pada prinsipnya tidak terkendala oleh bahan baku, karena dapat dihasilkan dari semua bahan organik berukuran besar, atau biomassa. Di Indonesia banyak ditemukan bahan baku biomassa yang dapat diolah menjadi *liquid fuel* misalnya jerami padi (Jung *et al.*, 2008) yang menghasilkan bahan cair pada suhu pirolisis 440-450 °C dan serbuk bambu pada suhu pirolisis 405-450 °C, metode pirolisis dengan bahan baku sekam padi menghasilkan zat cair sebesar 46,36% dan gas sebesar 27% , sisanya adalah tar (Xiujuan *et al.*, 2011).

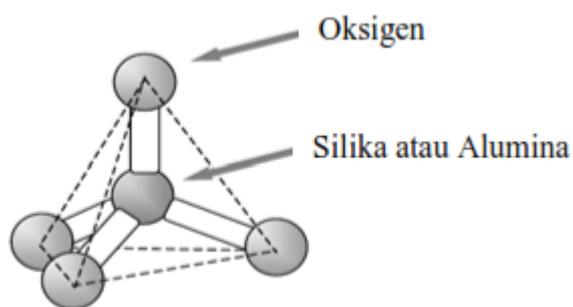
Pada penelitian lain (Wijanarko dkk, 2006) pirolisis dilakukan dengan minyak sawit pada suhu pirolisis 260-340 °C yang menghasilkan produk yang mirip dengan bensin komersial berdasarkan uji viskositas, densitas, karakterisasi FTIR dan GCMS dengan *yield* 11,8%. Sundaram and Natarajam (2009) melakukan

penelitian dengan pirolisis tempurung kelapa menghasilkan produk fasa padat 22-31%, fasa cair 38-44% dan gas sebesar 30-33%. Berdasarkan gagasan tersebut, pada penelian ini akan dilakukan pengolahan bagas tebu dan minyak jarak kaliki sebagai bahan baku *liquid fuel* dengan metode pirolisis.

C. Zeolit

1. Pengertian Zeolit

Zeolit merupakan senyawa alumino silikat berstruktur tiga dimensi, yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalamnya yang berisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah ion Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Struktur kimia zeolit (Haag, 1984)

Struktur zeolit memiliki rumus umum $M_{x/n} [(AlO_2)_x(SiO_2)_y] \cdot wH_2O$, dimana M adalah kation alkali atau alkali tanah, n adalah jumlah valensi kation, w adalah banyaknya molekul air per satuan unit sel, x dan y adalah angka total tetrahedral per satuan unit sel, dan nisbah y/x biasanya bernilai 1 sampai 5, meskipun

ditemukan juga zeolit dengan nisbah y/x antara 10 sampai 100 (Bekkum *et al.*, 1991).

Terdapat dua macam zeolit, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk secara alami dan terdapat sebagai mineral dengan komposisi yang berbeda. Contoh zeolit alam yang banyak ditemukan disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Contoh zeolit alam (Subagio, 1993)

No	Zeolit Alam	Komposisi
1	Kabasit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
2	Klipnotilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
3	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
4	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
5	Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
6	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
7	Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
8	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
9	Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
10	Filipsit	$(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$
11	Wairali	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Dikaitkan dengan fungsinya sebagai katalis, zeolit alam memiliki kelemahan karena kristalinitasnya kurang baik dan mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg, dan Fe (Lestari, 2010). Adanya pengotor ini dapat mengurangi aktivitas zeolit sebagai katalis, sehingga digagas pengembangan zeolit sintetik.

2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat dengan tujuan agar didapatkan suatu material dengan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Zeolit sintetik sangat tergantung pada jumlah Si dan Al, sehingga dapat dibedakan menjadi beberapa

kelompok, yakni : (1) Zeolit sintetik dengan kadar Si rendah, zeolit jenis ini banyak mengandung aluminium, berpori, mempunyai nilai ekonomis tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar, volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit. (2) Zeolit sintetik dengan kadar Si sedang, contoh zeolit sintetik jenis ini adalah zeolit omega(Ω) dengan nisbah Si/Al = 1-3. (3) Zeolit sintetik dengan kadar Si tinggi, zeolit jenis ini sangat higroskopis dan mudah menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon.

Dengan perkembangan penelitian, dewasa ini telah dikenal beragam zeolit sintetik, dan beberapa diantaranya disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Rumus oksida beberapa jenis zeolit sintetik (Georgiev, 2009)

Jenis Zeolit	Rumus Oksida
Zeolit A	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit N-A	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ TMA- $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit H	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Zeolit L	$(\text{K}_2\text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit X	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit Y	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 8,9\text{H}_2\text{O}$
Zeolit P	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2-5\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit O	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$ TMA- $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit Ω	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ TMA- $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit ZK-4	$0,85\text{Na}_2\text{O} \cdot 0,15(\text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3,3\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit ZK-5	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Seperti telah dijelaskan sebelumnya, prinsip dasar produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan aluminium. Berdasarkan komposisi tersebut, berbagai penelitian untuk menghasilkan zeolit sintetik telah dilakukan dan difokuskan pada dua aspek, yakni bahan baku dan metode preparasi. Pada umumnya, zeolit sintetik diproduksi dari bahan baku berupa senyawa silika yang

mudah larut dalam air seperti *tetra methyl ortho silicate* (TMOS) dan *tetra ethyl ortho silicate* (TEOS), sedangkan untuk senyawa alumina didapatkan dari alumunium nitrat (Wang *et al.*, 2010) dan alumunium klorida (Dirdianti, 2011). Dari bahan baku tersebut, zeolit dapat dibuat dengan metode sol-gel.

Bahan baku lain yang sudah dimanfaatkan adalah berupa padatan, misalnya *fume silika* (Tomiya *et al.*, 2003; Barrault *et al.*, 2002) dan alumino silikat (Dirdianti, 2011), untuk bahan baku ini metode yang digunakan adalah hidrotermal (Wustoni, 2011). Teknik lainnya adalah *microwave*, pada teknik ini gelombang elektromagnetik dengan frekuensi 300 MHz – 300 GHz dipaparkan ke dalam campuran larutan aluminat dan silikat sampai terbentuk campuran zeolit yang homogen (Li and Yang, 2008).

Dari beberapa jenis bahan baku dan metoda sintesis yang telah disebutkan di atas, terdapat beberapa kelemahan, diantaranya adalah bahan baku silika TEOS dan TMOS merupakan produk impor yang harganya mahal, metode preparasi zeolit dengan hidrotermal memerlukan waktu lama dan banyak bahan kimia yang terbuang, dan teknik pembuatan zeolit dengan *microwave* masih dipertanyakan mengenai keamanan dan efek kesehatan bagi pengguna karena tingginya frekuensi yang digunakan (Gharibeh *et al.*, 2009).

Terkait dengan bahan baku dan metode preparasi yang di paparkan diatas, dalam penelitian ini digagas pembuatan zeolit sintetik dari bahan baku sekam padi dengan metode elektrokimia. Metode ini digagas berdasarkan dua latar belakang yakni pemanfaatan silika sekam padi dan pemanfaatan logam alumunium.

Vitolo *et al.*, (2001) menggunakan zeolit HZSM-5 sebagai katalis dalam pirolisis kayu pada rentang suhu 450-500 °C dengan perbandingan Si/Al 50 (HZSM-5/50) dan 80 (HZSM-5/80) dan optimal pada suhu 500 °C. Pada zeolit HZSM-5 aktifitas katalitik dilakukan situs asamnya melalui mekanisme ion karbonium, deoksigenasi, dan dekarboksilasi bahan bakar cair terjadi, *cracking*, oligomerisasi, alkilasi, isomerisasi, siklisasi dan aromatisasi. Dengan menggunakan katalis zeolit ZSM-5, Pattiya *et al.* (2008) telah mengolah rimpang singkong menjadi *liquid fuel* pada suhu pirolisis 500 °C menghasilkan produk cair berupa senyawaan hidrokarbon aromatik dan fenol yang tinggi. Zeolit ZSM-5 juga telah digunakan sebagai katalis pirolisis batang jagung dengan metode *fast pyrolysis* (Uzun and Sarioglu, 2009) menggunakan *fixed-bed reactor*, produk cair yang dihasilkan sebanyak 27,55%.

D. Bagas Tebu

Tebu (*Saccharum officinarum*) merupakan tanaman yang digunakan sebagai bahan baku gula. Tanaman ini hanya dapat tumbuh di daerah beriklim tropis seperti Indonesia. Bagas tebu atau ampas tebu merupakan salah satu limbah padat pabrik gula. Menurut Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia (P3GI), rata-rata bagas yang diperoleh dari proses penggilingan adalah 32 %. Bagas tebu termasuk biomassa yang mengandung lignoselulosa yang sangat memungkinkan untuk dimanfaatkan menjadi sumber energi alternatif seperti bioetanol atau biogas.

Bagas tebu memiliki kandungan selulosa 50%, hemiselulosa 25%, dan lignin 25% (Hermiati dkk, 2010). Secara unsur, bagas tebu mengandung 23,7% karbon; 3,0% hidrogen; 22,8% oksigen; 49,0% kadar air; dan 1,5% kadar abu (Daniyanto *et al.*, 2015). Umumnya, pabrik gula di Indonesia memanfaatkan bagas tebu sebagai bahan bakar boiler setelah bagas tebu tersebut mengalami pengeringan. Selain dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar boiler, berdasarkan kandungan karbon, hidrogen dan oksigen dalam bagas tebu memungkinkan biomassa ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku *liquid fuel*.

Pada penelitian sebelumnya (Peng and Wu, 2010) telah melakukan pirolisis bagas tebu tanpa menggunakan katalis dengan metode *fast pyrolysis*. Hasil pada penelitian tersebut didapatkan bahwa pada suhu antara 550-850 °C pirolitik gas yang dihasilkan meningkat dengan menurunnya char produk. Produk gas yang diperoleh adalah CO₂, CH₄, CO, H₂, C₂H₂, dan C₂H₆. Produk cair yang dihasilkan pada suhu 550-750 °C yaitu Xylosa (76,14%), glukosa (10,72%), arabinosa (9,06%), galaktosa (2,37%), dan asam uronat (1,71%). Metode *fast pyrolysis* bagas tebu juga telah dilakukan oleh Alonso-Pippo *et al.* (2004) menghasilkan *liquid fuel* (60-70%), char (20%) dan gas (10-20%). Islam *et al.* tahun 2003 melakukan percobaan tentang pengaruh suhu pirolisis terhadap fase produk yang dihasilkan pada suhu antara 400 sampai 500 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen produk padat menurun dari 50-31% berat, seiring dengan kenaikan suhu, sedangkan produk gas terus meningkat hingga 33% berat. Untuk produk cair, pada suhu 400 °C dihasilkan sebesar 38% dan meningkat hingga 49% pada suhu 450 °C, sedangkan pada suhu di atas 450 °C, rendemen produk cair menurun hingga 36% berat.

E. Minyak Jarak Kaliki

Tanaman jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) merupakan tanaman yang hidup di daerah tropis maupun subtropis, dan dapat tumbuh pada ketinggian 0 – 800 meter di atas permukaan laut. Contoh tanaman jarak kaliki ditunjukkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Tanaman jarak kaliki

Tanaman jarak kaliki merupakan tanaman yang mengandung 40-64 % minyak (Olivares et al., 2012). Minyak jarak kaliki memiliki kandungan asam lemak dengan komposisi 1,3% asam palmitat; 1,2% asam stearat; 5,5% asam oleat; 7,3% asam linoleat; 0,5% asam linolineat; dan 84,2% asam ricinoleat (Salimon et al., 2010).

Pada penelitian sebelumnya (Lima et al., 2004) telah dilakukan pirolisis minyak jarak kaliki dengan menggunakan katalis zeolit HZSM-5 pada rentang suhu antara 350-400 °C, destilat hasil pirolisis yang diperoleh pada suhu <80, 80-140, 140-200, >200 °C berturut-turut sebanyak 10, 10, 20, dan 60% berat. Proses pirolisis minyak jarak pagar pada suhu 550 °C dengan tekanan 45 mm (Hg) menghasilkan 24,8% heptaldehid dan 36% asam undesilenat (Das et al., 1989). Pirolisis jarak kaliki juga telah dilakukan pada suhu 380 °C selama 2 jam

menghasilkan *liquid fuel* sebanyak 50% (Figueiredo *et al.*, 2009). Menurut *Integrated Taxonomic Information System (ITIS) database* tahun 2011, tanaman jarak kaliki diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom : Plantae
Subkingdom : Viridiplantae
Infrakingdom : Streptophyta
Superdivision : Embryophyta
Division : Tracheophyta
Subdivision : Spermatophytina
Class : Magnoliopsida
Superorder : Rosanae
Order : Malpighiales
Family : Euphorbiaceae
Genus : Ricinus L.
Species : *Ricinus communis* L.

F. Silika Sekam Padi

Sekam padi merupakan hasil samping penggilingan padi yang paling melimpah sekitar 18 hingga 20%. Dalam sekam padi terdapat kandungan silika dengan kadar sekitar 20% (Simanjuntak *et al.*, 2016). Karena kandungan silika yang cukup tinggi dalam sekam padi, sehingga sekam padi berpotensi besar sebagai sumber silika untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit. Silika sekam padi juga telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik

(Sembiring, 2011; Sembiring, *et al.*, 2014), katalis (Adam, 2006; Saroinsong, 2015), serta berbagai material komposit (Suka, 2009; Marlina, 2012).

Dewasa ini silika sekam padi banyak dimanfaatkan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan silika mineral, yaitu mudah didapatkan dengan biayanya cukup murah (Cao *et al.*, 2013; Fadilah, 2015), butirannya halus, lebih reaktif serta ketersediaan bahan baku yang melimpah dan dapat diperbaharui.

Sembiring dkk (2009) menyatakan bahwa silika dari sekam padi dapat diperoleh dengan cara ekstraksi atau dengan pengabuan. Agung dkk (2013) melakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi menggunakan pelarut KOH dengan beberapa variasi konsentrasi dan menggunakan variasi waktu, hasil silika terbesar yang didapat pada KOH 10% dan waktu 90 menit sebesar 50,49%.

Suka dkk (2008) berhasil melakukan karakterisasi silika dari sekam padi Provinsi Lampung yang diperoleh dengan menggunakan metode ekstraksi. Preparasi yang dilakukan adalah dengan merendam sekam padi selama 2 jam dan dicuci berulang kali dengan air panas untuk menghilangkan pengotor organik. Sekam padi yang telah bersih direndam dengan KOH 5% selama 60 menit dan filtrat yang dihasilkan diasamkan dengan HCl hingga pH mencapai 7,0. Dari hasil karakterisasi yang dilakukan dengan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan yang ditandai dengan adanya puncak Si-OH dan Si-O-Si. Hal ini didukung dengan hasil karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) yang menunjukkan bahwa silika adalah amorf dengan fase *crystalite*. Komponen lain yang terkandung dalam sekam padi berdasarkan karakterisasi dengan EDX meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa

kadar silika dari sekam padi yang diekstraksi mencapai 40,8% dengan kemurnian 95,53%.

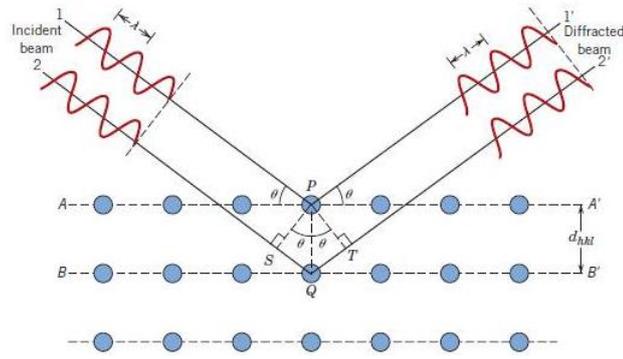
G. Karakterisasi Zeolit

1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi *X-Ray Diffraction (XRD)* bertujuan untuk mengidentifikasi fasa suatu katalis dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis. Kebanyakan dari katalis berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, zeolit, dan logam yang berpenyangga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti *et al.*, 1997).

Pada analisis menggunakan XRD, kristal katalis memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Sinar-X yang mengenai suatu bahan akan dipantulkan sehingga menghasilkan spektrum pantulan yang spesifik dan berhubungan langsung dengan kisi kristal yang dianalisis. Pola difraksi dikelompokkan berdasarkan intensitas peak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ , dimana θ menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg Richardson (1989). Pada persamaan interpretasi Hukum Bragg dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari mana sinar X dipantulkan adalah datar.

Hukum Bragg diturunkan berdasarkan karakteristik difraksi sinar-X oleh suatu zat, seperti ditunjukkan dalam Gambar 3.



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X oleh suatu padatan

Pada persamaan interpretasi Hukum Bragg dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari mana sinar X dipantulkan adalah datar.

$$\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (2.1)$$

Dimana d menyatakan jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan, λ yang menyatakan panjang gelombang radiasi sinar-X, dan n adalah urutan pantulan.

Kristalinitas dapat juga ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luasan *peak* sampel dengan intensitas atau luasan *peak* standar yang ditunjukkan pada persamaan :

$$Kristalinitas = \frac{Intensitas\ peak\ hkl\ sampel}{Intensitas\ peak\ hkl\ standar} \times 100\% \dots\dots\dots (2.2)$$

Lebar *peak* XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal (*crystallite size*) dinyatakan dalam Persamaan Scherrer berikut

(Richardson, 1989):

$$Crystallite\ size = \frac{K\lambda}{(B^2 - b^2)^{1/2} \cos(\theta/2)} \dots\dots\dots (2.3)$$

Dimana $K=1.000$, B adalah lebar *peak* untuk jalur difraksi pada sudut 2θ , b adalah *Instrument peak broadening* ($0,1^\circ$), dan λ adalah panjang gelombang pada $0,154$ nm (Wolfovich *et al.*, 2004; Richardson, 1989). Suku $(B^2-b^2)^{1/2}$ adalah lebar *peak* untuk *corrected instrumental broadening*.

Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan besarnya bagian fasa padatan, film tipis, dan sampel multi fasa. Salah satu alat XRD yang biasa digunakan adalah Siemen D5000 yang menggunakan radiasi $Cu-K\alpha$ radiation. Tabung X-ray dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA.

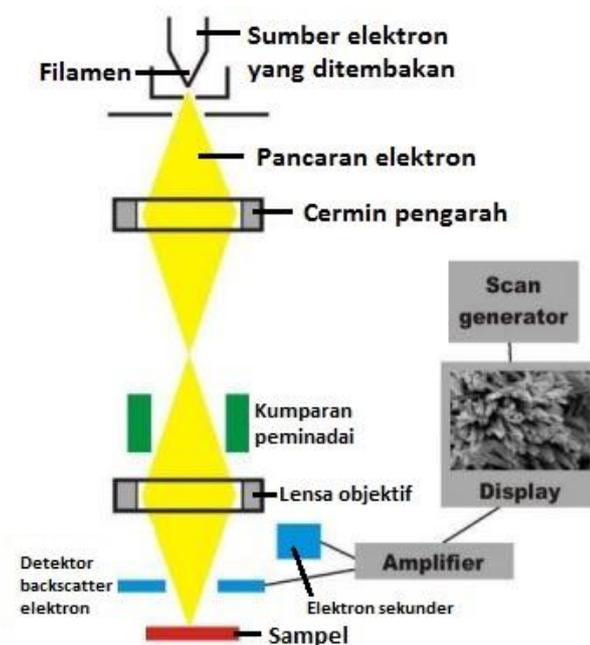
Karakteristik yang paling penting dari katalis logam berpenyangga adalah :

- Ukuran dan dispersi kristal, yang merupakan fraksi atau jumlah bagian atom logam yang berhubungan dengan jumlah situs aktif.
- Distribusi di dalam granul penyangga, yang menentukan akses ke situs-situs aktif.
- Rasio antar permukaan kristal, yang mempunyai peran penting dalam reaksi sebagai struktur yang sensitif.

2. Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM merupakan alat yang sangat kuat untuk menguji, menginterpretasikan mikro-struktur dari suatu material, dan secara luas digunakan dalam ilmu material. SEM biasa digunakan untuk melihat morfologi permukaan. Mikroskop ini digunakan untuk mempelajari struktur permukaan obyek, yang secara umum diperbesar antara 1.000 - 40.000 kali. Prinsip dasar dari SEM ialah interaksi antara

berkas elektron dengan spesimen padatan, contoh skema alat SEM dilukiskan dalam Gambar 4.



Gambar 4. Skema alat *Scanning Electron Microscope*

Electron gun adalah suatu sumber elektron dengan energi yang tinggi dipancarkan dari sebuah filamen seperti tungsten, yang berfungsi sebagai katoda. Hal ini akan mengakibatkan elektron mengalir menuju anoda. Dalam prinsip pengukuran SEM dikenal ada dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder.

Elektron primer merupakan elektron berenergi tinggi yang dipancarkan dari sebuah katoda (Pt, Ni, W) yang dipanaskan. Katoda yang biasa digunakan adalah tungsten (W) atau *lanthanum hexaboride* (LaB_6). Tungsten digunakan sebagai katoda karena memiliki titik lebur yang paling tinggi dan tekanan uap yang paling rendah dari semua logam, sehingga memungkinkannya dipanaskan pada temperatur tinggi untuk emisi elektron. Elektron sekunder adalah elektron

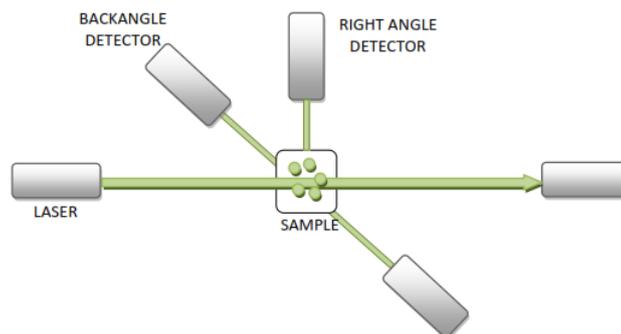
berenergi rendah, yang dibebaskan oleh atom pada permukaan, setelah permukaan dikenai oleh berkas elektron primer. Elektron sekunder inilah yang akan ditangkap oleh detektor dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu gambar, yang dikenal sebagai mikrograf.

Ketika arus mengalir melalui filamen maka terjadi perbedaan potensial antara katoda dan anoda akibat pancaran elektron (*electron beam*). Kemudian berkas elektron difokuskan ke suatu titik pada permukaan sampel dengan menggunakan cermin pengarah (*condenser lens*). Gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. Kumputan pemindai (*scanning coil*) yang diberi energi menghasilkan medan magnetik. Berkas elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder (*secondary electron*) dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor *backscatter*. Mikrograf yang dihasilkan dari analisis dengan SEM memberikan beberapa informasi yang berkaitan dengan morfologi permukaan sampel, yakni ukuran butir, distribusi butir, dan porositas permukaan.

3. Particle Size Analyzer (PSA)

Karakterisasi menggunakan PSA dimaksudkan untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel dari suatu sampel. Metode pengukuran partikel dengan PSA dapat dilakukan dengan mendispersikan sampel dengan dua cara. Berdasarkan cara ini metode PSA dibedakan menjadi metode basah dan metode kering. Pada sudut yang kecil dan sebaliknya. Sudut yang terbentuk akan diteruskan melewati

satu dari dua detektor (*backangle detector* dan *right angle detector*), dan selanjutnya diteruskan ke pengolahan data, menghasilkan kurva yang menunjukkan distribusi ukuran partikel sampel. Skema alat PSA disajikan dalam Gambar 5.



Gambar 5. Skema Alat PSA

Dalam praktiknya, analisis PSA metode basah dilakukan pelarut sebagai media pendispersi. Apabila digunakan sampel yang larut air maka digunakan pelarut organik, sedangkan untuk sampel yang larut pada pelarut organik, maka bisa digunakan air sebagai media pendispersinya. Hal ini dimaksudkan agar partikel tidak saling menyatu hingga menggumpal. Dalam metode kering memanfaatkan aliran udara untuk mendispersikan partikel. Metode ini baik digunakan untuk partikel yang bobotnya tidak terlalu ringan.

4. X-Ray Fluorescence (XRF)

Mengidentifikasi unsur-unsur dalam katalis yang diperoleh secara kuantitatif dan kualitatif juga diperlukan untuk mengetahui kualitas material katalis yang diperoleh. Identifikasi unsur-unsur dalam suatu material dapat dilakukan dengan

melakukan analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF). Prinsip kerja metode XRF terjadi berdasarkan tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X. Analisis XRF juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur berdasarkan pada panjang gelombang dan jumlah sinar-X yang dipancarkan kembali setelah semua material ditembak dengan sinar-X berenergi tinggi.

Prinsip kerja XRF ialah dengan menggunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang dianalisis. Analisis XRF dilakukan berdasarkan identifikasi karakteristik sinar-X yang terjadi akibat efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target pada sampel terkena sinar berenergi tinggi. Spektrometri XRF memanfaatkan elektron berenergi tinggi yang ditembakkan mengenai sampel, kemudian sinar-X yang dihamburkan ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam sampel tersebut (Kriswarini dkk, 2010).

5. *Fourier Transform InfraRed* (FTIR)

FTIR merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk melihat atom-atom dalam sebuah molekul melalui vibrasi-vibrasi yang ditimbulkan oleh atom tersebut. Untuk dapat melihat atom-atom tersebut diperlukan suatu spektrum IR yang diperoleh dengan cara menembakkan radiasi sinar infra merah ke sampel menentukan fraksi apa yang terjadi saat melewati radiasi yang terabsorpsi dengan energi khusus. Energi yang terdapat pada beberapa puncak dalam sebuah

spektrum absorpsi menunjukkan kecocokan terhadap frekuensi pada vibrasi dari sebagian molekul sampel (Ayyad, 2011).

Prinsip dasar dari analisis spektrofotometri IR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu, sehingga dari spektrum serapan yang terbaca kita mampu mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada suatu senyawa. Bila sinar inframerah dilewatkan melalui sebuah cuplikan, maka sejumlah frekuensi diserap oleh cuplikan tersebut dan frekuensi lainnya diteruskan atau ditransmisikan tanpa adanya penyerapan. Hubungan antara persen absorbansi dengan frekuensi maka akan dihasilkan sebuah spektrum inframerah (Hardjono, 1992).

Analisis dengan FTIR untuk sampel komposit anorganik pada umumnya dimaksudkan untuk melihat gugus fungsi yang terkait dengan penyusunan sampel. Untuk zeolit, gugus fungsi yang dapat dideteksi dengan FTIR adalah pita serapan melebar dengan intensitas kuat pada daerah $1095-1092\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan karakteristik vibrasi gugus siloksan (Si-O-Si), pita serapan sekitar $420-494\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus Si-O-Al. Pita serapan lainnya yang menunjukkan adanya vibrasi Al-O yaitu pada daerah $470-480\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang 3300 cm^{-1} terdapat pita serapan gugus fungsi OH dari molekul air. Pada pita serapan sekitar 3400 cm^{-1} tersebut terjadi tumpang tindih pada pita serapan dari *stretching* asimetris dan simetris pada molekul air. Pita serapan yang lebar pada panjang gelombang tersebut disebabkan oleh adanya hidrat dan molekul air yang berikatan langsung dengan kation penyeimbang.

Secara khusus, FTIR dapat menunjukkan adanya situs asam Bronsted atau Lewis yang terdapat dalam sampel. Adanya situs asam Bronsted ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1540-1545 cm^{-1} , sedangkan situs asam Lewis ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1440-1452 cm^{-1} (Platon and Thomson, 2003).

H. Karakterisasi *Liquid Fuel*

1. Analisis Komposisi dengan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)*

GC-MS merupakan suatu metode gabungan dari kromatografi gas dan spektrometri massa. Kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen sampel dan spektrometri massa sebagai detektor, yang akan memberi informasi tentang bobot molekul dan fragmen molekul sesuai dengan struktur komponen yang terdeteksi oleh MS.

Prinsip kerja dari GC-MS yaitu molekul-molekul gas bermuatan akan diseleksi berdasarkan massa dan beratnya, spektrum yang didapat dari pengubahan sampel menjadi ion-ion yang bergerak, kemudian dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan (m/e). Ionisasi menghasilkan fragmen-fragmen yang akan menghasilkan spektrum. Spektrum massa merupakan gambar antara limpahan relatif dengan perbandingan massa per muatan (m/e) (McLafferty, 1988). Spektra massa disajikan dari puncak-puncak utama yang diperoleh dengan memuat harga massa per muatan (m/e) terhadap kelimpahan relatif. Kelimpahan tersebut disebut puncak dasar (*base peak*) dari spektra dan dinyatakan sebagai 100%, yang

menunjukkan bobot molekul senyawa. Puncak – puncak lain, yang secara umum dikenal sebagai fragmen molekul, memiliki harga relatif terhadap puncak dasar. Dengan data tersebut maka dapat diperkirakan bagaimana struktur molekul dari senyawa yang dianalisis (Cresswell *et al.*, 1982).

Dalam praktiknya, sekarang telah tersedia sistem kepastakaan senyawa berdasarkan analisis GC-MS, dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi komponen dalam sebuah sampel dengan cara membandingkan spetrum massa sampel dengan spektrum massa standar yang ada dalam sistem kepastakaan. Sejumlah besar senyawa sudah dirangkum dalam suatu sistem kepastakaan yang sudah tersedia dalam bentuk perangkat lunak komputer, diantaranya sistem kepastakaan Willey229 LIB, dan Nist12 LIB. Dengan bantuan sistem kepastakaan ini identifikasi senyawa dalam suatu sampel dapat dilakukan dengan membandingkan spektrum MS dari sampel dengan spektrum MS senyawa yang sudah ada dalam sistem kepastakaan.

2. Karakteristik Fisik

Selain komponen kimia, kelayakan *liquid fuel* juga dianalisis berdasarkan beberapa parameter fisik. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7431:2008, beberapa parameter fisik sebagai acuan kelayakan *liquid fuel* untuk digunakan adalah: densitas, viskositas, angka setana, dan titik nyala.

a. Densitas

Densitas adalah perbandingan antara berat persatuan volume sampel.

Karakteristik ini sangat berhubungan erat dengan nilai panas kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel per satuan bahan bakar yang digunakan. Cara pengukuran densitas dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer.

Densitas yang disarankan untuk *liquid fuel* berdasarkan SNI 7431:2008 yaitu 900-920 kg/m³.

b. Viskositas

Viskositas adalah suatu nilai yang menyatakan besarnya hambatan aliran suatu bahan cair. Viskositas disebabkan adanya gaya kohesi atau gaya tarik menarik antara molekul sejenis. Pengukuran viskositas suatu cairan dapat dilakukan dengan beberapa metode antara lain, metode bola jatuh, silinder konsentrik, metode *plate and cone*, piringan sejajar, dan metode kapilaritas (Hananto, 2011).

Semakin tinggi viskositas, makin kental maka semakin sukar bahan cair untuk mengalir (Wardan dan Zainal, 2003). Viskositas merupakan parameter penting dalam menentukan baku mutu suatu bahan bakar. Pada dasarnya, bahan bakar harus memiliki viskositas yang relatif rendah agar mudah mengalir dan teratomisasi. Jika harga viskositas terlalu tinggi maka akan menyebabkan gesekan di dalam pipa akan semakin besar, kerja pompa akan berat, penyaringannya sulit dan kemungkinan besar kotoran ikut terendap, serta sulit mengabutkan bahan bakar (Dyah, 2011). Viskositas yang disarankan untuk *liquid fuel* berdasarkan SNI 7431:2008 yaitu maksimum 36 mm²/s (cSt).

c. Angka Setana (*Cetane Number*)

Angka setana adalah suatu ukuran yang menunjukkan kualitas dan waktu tunda penyalaan (*ignition delay*) suatu bahan bakar diesel. Angka setana menunjukkan seberapa cepat suatu bahan bakar bisa terbakar secara spontan setelah tercampur dengan udara. Angka setana yang tinggi menyebabkan waktu tunda penyalaan yang singkat sehingga menghasilkan pembakaran sempurna dan suara pembakaran (*noise*) lebih halus. Sebaliknya, semakin rendah angka setana menyebabkan mesin memerlukan waktu tunda penyalaan lebih panjang dan pembakaran kurang sempurna, boros bahan bakar, serta mengeluarkan gas buang berbahaya dalam jumlah besar (Nasikin dan Makhdiyanti, 2003).

Cara pengukuran angka setana umumnya menggunakan standar setana atau hexadecane ($C_{16}H_{34}$) dengan angka setana CN=100, sebagai patokan tertinggi dan 2,2,4,4,6,8,8-*heptamethylnonane* yang juga memiliki komposisi $C_{16}H_{34}$ dengan angka setana CN=15 sebagai patokan terendah (Hou and Jei-Fu, 2008). Dari standar tersebut dapat dilihat bahwa hidrokarbon dengan rantai lurus lebih mudah terbakar dibandingkan dengan hidrokarbon yang memiliki rantai bercabang. Menurut SNI, *liquid fuel* memiliki angka setana minimal 39.

d. Titik Nyala (*Flash Point*)

Titik nyala adalah suatu angka yang menyatakan suhu terendah dari bahan bakar minyak dimana akan timbul penyalaan api sesaat, apabila pada permukaan minyak didekatkan pada nyala api. Titik nyala ini diperlukan sehubungan dengan adanya pertimbangan-pertimbangan mengenai keamanan dari penimbunan

minyak dan pengangkutan bahan bakar minyak terhadap bahaya kebakaran. Titik nyala yang disarankan untuk *liquid fuel* berdasarkan SNI 7431:2008 yaitu minimal 100 °C.

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan November 2016 hingga Oktober 2017, bertempat di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis sampel *liquid fuel* dan karakterisasi zeolit dilakukan di Universitas Negeri Padang, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung, Laboratorium Pasca Panen Penelitian Bogor, Laboratorium Universitas Islam Indonesia, Laboratorium Organik Universitas Gadjah Mada, dan SMK SMTI Bandar Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-Alat yang Digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, alat *press* minyak, perangkat elektrokimia, perangkat pirolisis, penangas, *magnetic stirrer*, oven, saringan, dan peralatan gelas, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Fourier Transform InfraRed* (FTIR), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Gas Chromathography-Mass Spectrometry* (GC-MS), viskometer, dan pikometer.

2. Bahan-Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sekam padi, larutan NaOH 1,5 %, larutan HNO₃ 1M, asap cair, akuades, indikator pH, kertas saring, batangan aluminium, bagas tebu, dan biji jarak kaliki.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Minyak Jarak Kaliki

Buah jarak dijemur hingga kering, kemudian dipisahkan bijinya. Biji jarak diekstraksi dengan mesin *press*, hasil *press* kemudian disaring untuk memisahkan minyak dengan padatan daging biji. Minyak jarak siap untuk proses pirolisis.

2. Preparasi Bagas Tebu

Ampas tebu atau bagas tebu dijemur hingga kering. Bagas tebu kering di potong hingga kecil dan kemudian digiling hingga halus. Bagas tebu halus siap untuk proses pirolisis.

3. Preparasi Sekam Padi

Pada penelitian ini langkah awal yang dilakukan adalah preparasi sekam padi. Preparasi dilakukan dengan merendam sekam padi dalam air panas selama 2 jam untuk menghilangkan pengotor. Sekam padi kemudian di bilas beberapa kali menggunakan air panas untuk menghilangkan bahan organik larut air yang masih

menempel pada sekam. Sekam padi yang telah bersih dikeringkan dan setelah kering sekam padi siap untuk diekstraksi.

4. Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Sebanyak 50 gram sekam padi yang telah bebas dari pengotor bahan organik larut air direndam dalam 500 mL HNO₃ 1M kemudian didiamkan selama 24 jam dan dibilas dengan air. Selanjutnya, sekam padi direndam dengan NaOH 1,5% dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit. Kemudian sampel disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Silika dalam filtrat diendapkan dengan penambahan asap cair secara bertahap hingga terdapat endapan berbentuk gel. Gel silika didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar. Selanjutnya, gel silika disaring dan dicuci dengan akuades panas hingga bersih. Silika yang diperoleh dikeringkan pada oven dengan suhu 70 °C dan silika yang telah kering dihaluskan.

5. Pembuatan Sol Silika Sekam Padi

Sebanyak 20 gram silika hasil ekstraksi dimasukkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5%, kemudian dipanaskan sambil diaduk hingga larut.

6. Pembuatan Katalis Zeolit dengan Metode Elektrokimia

Untuk percobaan, sebanyak 600 mL sol silika diencerkan dengan 1400 mL akuades, kemudian diasamkan dengan HNO₃ 10% secara bertahap hingga pH campuran 7 pada reaktor elektrolisis. Pada reaktor, ditempatkan batangan

aluminium sebagai katoda dan anoda, selanjutnya dielektrolisis pada variasi potensial 6, 8, 10, dan 12 volt. Masing-masing potensial dielektrolisis dengan variasi waktu 1, 2, dan 3 jam. Sampel hasil elektrolisis dikeringkan pada suhu 90 °C, setelah kering sampel dihaluskan. Pembuatan zeolit dengan metode elektrokimia dilakukan menggunakan perangkat seperti ditunjukkan dalam Gambar 6.



Gambar 6. Perangkat elektrokimia yang digunakan untuk pembuatan zeolit sintetik.

7. Pembuatan Katalis Zeolit dengan Metode Sol-Gel

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit dengan metode sol-gel. Zeolit yang disintesis dengan metode ini adalah zeolit-A, zeolit-X, dan zeolit-Y. Pembuatan zeolit-A dilakukan dengan cara melarutkan 40 gram NaOH dalam 200 mL akuades, kemudian larutan dibagi menjadi dua bagian. Sebanyak 60 gram silika sekam padi masukkan ke dalam 100 mL larutan NaOH kemudian diaduk hingga larut. Selanjutnya 27 gram logam aluminium dilarutkan ke dalam larutan NaOH sebanyak 100 mL dan diaduk. Larutan silika dan larutan aluminium selanjutnya dicampurkan sambil diaduk hingga homogen. Hasil campuran yang berbentuk

gel kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 90 °C. Untuk pembuatan zeolit-X dan zeolit-Y, silika sekam padi yang digunakan berturut-turut adalah 75g dan 144g, sedangkan jumlah NaOH, logam aluminium, dan akuades yang digunakan sama dengan komposisi untuk pembuatan zeolit-A.

8. Kalsinasi Katalis

Masing-masing katalis disiapkan, kemudian dimasukkan kedalam tungku pemanasan (*furnace*). Tungku pemanas dihidupkan dan diatur suhu kalsinasi yang diinginkan. Kalsinasi untuk masing-masing katalis dilakukan pada suhu 600, 700, 800, dan 900 °C selama 6 jam. Setelah proses selesai, tungku pemanas dimatikan, lalu dibiarkan hingga mencapai suhu kamar dan sampel dikeluarkan dari tungku pemanas.

9. Karakterisasi Zeolit

Karakterisasi zeolit akan dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi unsur-unsur dalam katalis yang diperoleh secara kuantitatif dan kualitatif, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari sampel. Analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk memberi informasi tentang morfologi permukaan sampel, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel dari suatu sampel, dan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi dari sampel.

a. *X-Ray Fluorescence (XRF)*

Karakterisasi zeolit akan dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)* untuk mengidentifikasi unsur-unsur dalam katalis yang diperoleh secara kuantitatif dan kualitatif. Langkah – langkah dalam uji XRF ini adalah sebagai berikut :

1. Disiapkan sampel yang akan diuji, apakah sampel berbentuk serbuk, cair, atau padatan.
2. Sampel diletakan didalam sampel *holder*, dan dipastikan bagian bawah sampel *holder* tertutupi seluruhnya oleh sampel karena bagian inilah yang akan ditembaki oleh sinar-X.
3. Setelah sampel siap pada sampel *holder*, *lid* ditutup dan analisis dimulai dengan menekan tombol *On*.
4. Analisis akan langsung berjalan dengan menggunakan tombol untuk penyinaran sinar-X. Sampel akan dikenai sinar-X untuk beberapa saat.
5. Sinar-X yang mengenai sampel akan diteruskan ke detektor dan selanjutnya dianalisis unsur – unsur yang terkandung dalam sampel.

b. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dilakukan untuk mengetahui fasa dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari sampel. Langkah – langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut :

1. Sampel disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan lilin perekat.
2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian diletakan pada sampel *stand* di bagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* melalui komputer pengontrol meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah *start* pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dan dapat dicetak oleh mesin printer.
6. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

c. Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk memberi informasi tentang morfologi permukaan sampel. Adapun langkah – langkah dalam uji SEM ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel disiapkan dan direkatkan pada mesin *holder* (*dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada *holder* kemudian dibersihkan dengan *hand blower*.

3. Sampel dimasukkan dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladinum* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layer SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM.
7. Pemotretan gambar SEM.

d. Particle Size Analyzer (PSA)

Karakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari suatu sampel. PSA merupakan salah satu instrumen nanoteknologi yang menggunakan *Laser Diffraction* (LAS) dalam aplikasinya. Metode ini juga dikenal sebagai *Quasi-Elastic Light Scattering* (QELS). Alat ini berbasis *Photon Correlation Spectroscopy* (PCS). PSA menggunakan metode LAS dibagi menjadi 2 metode aplikasi sebagai berikut :

1. Metode basah. Metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.
2. Metode kering. Metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Metode ini baik digunakan untuk ukuran yang kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil.

e. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Analisis *Fourier Transform InfraRed (FTIR)* digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi dan jenis situs asam dari sampel. Langkah – langkah yang dilakukan untuk uji ini adalah sebagai berikut :

1. Disiapkan sampel yang akan diuji, kemudian diletakan sampel pada sampel *holder* dan ditempatkan pada lintasan sinar alat FTIR.
2. Alat disambungkan pada sumber listrik, lalu komputer dan alat dihidupkan.
3. Dilakukan pengukuran dengan alat FTIR dan grafik yang terbentuk diamati.
4. Data yang dihasilkan disimpan dan dilakukan pembacaan terhadap puncak-puncak yang terbentuk.

10. Uji Reaksi Perengkahan

Uji perengkahan dilakukan dalam reaktor pirolisis seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Reaktor pirolisis

Sebanyak 50 gram bagas tebu dicampur dengan 10 gram katalis. Kemudian pada campuran ditambahkan 100 mL minyak jarak kaliki dan diaduk rata. Campuran tersebut dimasukkan kedalam reaktor pirolisis dan dilakukan proses pirolisis dengan memanaskan reaktor menggunakan *furnace* elektrik, sampai suhu yang ditentukan. Uap yang terbentuk dialirkan dari reaktor ke kondensor. Destilat yang dihasilkan ditampung dalam botol. Percobaan dianggap berakhir jika tidak ada lagi destilat yang menetes dari kondensor.

11. Karakterisasi *Liquid Fuel*

Karakterisasi *liquid fuel* menggunakan *Gas Chromatogtap-Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan untuk mengidentifikasi komponen-komponen penyusun sampel dan uji fisik sebagai acuan kelayakan *liquid fuel* adalah densitas, viskositas, dan titik nyala (*flash point*).

a. *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari uji perengkahan dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS). Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen dalam produk, dan secara khusus untuk melihat apakah senyawa-senyawa dalam sampel mampu diubah menjadi hidrokarbon.

Langkah-langkah penggunaan GC-MS sebagai berikut :

1. Transformator/*power supply* dinyalakan, kemudian tombol *on* ditekan pada alat GC-MS, berturut-turut untuk power pada *Ion Gauge* (I.G.), MS,

dan GC. Gas He dialirkan, dan dihidupkan pula komputer, monitor, dan printer.

2. Dipilih menu *Class-5000*, klik *vacuum control*, dan *auto start up* dijalankan.
3. GC-MS monitor diaktifkan, set temperatur injektor, kolom, dan detektor. Kemudian ditunggu hingga tekanan vakum di bawah 5 kPa.
4. *Tuning* diaktifkan, diklik *auto tune*, *load method* yang akan digunakan, kemudian klik *start* dan ditunggu beberapa saat sampai hasilnya tercetak, setelah selesai klik *close tuning*.
5. *Method development* diaktifkan, set GC parameter, set MS parameter, *save* metode yang telah dideskripsikan, kemudian klik *exit*.
6. *Real time analysis* diaktifkan, dipilih parameter *single sample*, kemudian diisi dengan deskripsi yang diinginkan.
7. Dilakukan *send parameter*, tunggu sampai GC dan MS siap, kemudian dilakukan injeksi sampel.
8. *Post run analysis* diaktifkan, kemudian pilih *browser* untuk analisis sampel secara kualitatif.
9. Dilakukan pengaturan *peak top comment (peak label)*, dan reintegrasi *load file* yang dianalisa. Kemudian dipilih *display spectrum search* pada puncak tertentu dan dilakukan *report* pada bagian yang diinginkan.
10. Untuk mengakhiri, temperatur injektor, kolom, dan detektor pada GC-MS monitor didinginkan sampai temperatur ruangan (30 °C). Bila sudah tercapai, *vakum control* diklik dan dilakukan *auto shut down*. Perangkat alat dimatikan dengan urutan : komputer, GC, MS, IG, dan gas He.

b. Densitas

Penentuan densitas dilakukan berdasarkan prinsip kerja yaitu perbandingan massa sampel tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Langkah-langkah untuk analisis intensitas *liquid fuel* adalah sebagai berikut :

1. Piknometer kosong dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu.
2. Lalu piknometer diisi dengan sampel kemudian ditimbang kembali, berat sampel sama dengan selisih antara piknometer kosong dengan piknometer yang berisi sampel.
3. Densitas sampel kemudian dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots (3.1)$$

Keterangan :

ρ : densitas sampel (g/mL),

W_1 : berat piknometer kosong (g)

W_2 : berat piknometer yang diisi dengan sampel(g),

V : volume piknometer (mL)

c. Viskositas

Viskositas diukur untuk mengetahui kekentalan suatu sampel. Dalam penelitian ini viskositas yang digunakan adalah jenis NDJ-8S *Viscometer* seperti yang

ditunjukkan dalam Gambar 8. Langkah-langkah untuk analisis viskositas sampel adalah sebagai berikut :

1. Siapkan sampel yang akan diukur.
2. Sampel dimasukkan dalam gelas piala dengan ukuran diameter lebih dari 70 mm dan tinggi minimum 125 mm.
3. Rotor dimasukkan kedalam gelas piala yang berisi sampel hingga terendam sampai tanda batas.
4. Viskometer dihidupkan dan pengukuran akan berjalan.
5. Hasil pengukuran dicatat sebagai viskositas sampel.



Gambar 8. Viskometer

d. Titik Nyala (*Flash Point*)

Langkah-langkah untuk analisis *flash point* biodiesel adalah sebagai berikut :

1. Cawan dibersihkan dan dikeringkan sebelum digunakan.
2. Sampel dimasukkan ke dalam cawan hingga batas yang telah ditentukan.
3. Selanjutnya cawan dipanaskan dengan bunsen dan pada bibir cawan di bakar perlahan sambil diukur temperatur sampel.

4. Proses ini dilakukan hingga muncul nyala api pada sampel.
5. Setelah muncul nyala, temperatur sampel dicatat sebagai titik nyala sampel.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Komposisi prekursor zeolit yang disintesis dengan metode elektrokimia ditentukan oleh potensial dan waktu elektrolisis yang diterapkan.
2. Secara umum semakin lama waktu elektrolisis semakin rendah nisbah Si/Al yang dihasilkan, namun beberapa sampel diketahui menunjukkan hasil sebaliknya, kemungkinan disebabkan oleh adanya pasivasi elektroda Al.
3. Hasil FTIR menunjukkan adanya gugus Si-O-Si, Si-O-Al, O-Si-O, dan O-H, serta pita serapan yang menunjukkan situs asam Brønsted dan asam Lewis.
4. Katalis pada umumnya masih bersifat amorf namun pada prekursor zeolit-A sudah terbentuk fasa *crystalite*, *nepheline*, *jadeite*, dan *albite*, serta pola difraktogram katalis tidak menyerupai zeolit-A standar.
5. Hasil PSA menunjukkan bahwa ukuran partikel katalis yang disintesis dengan metode sol-gel jauh lebih kecil dibandingkan katalis yang disintesis dengan metode elektrokimia, apabila dilihat dari hasil analisis SEM secara umum prekursor $\text{ZeO}_{12:3}$ memiliki struktur berpori dengan permukaan yang masih heterogen pada bentuk dan ukuran partikel kerangka yang berbeda, serta

distribusinya tidak merata. Permukaan prekursor zeolit-A juga masih berpori, tetapi struktur kristal pada permukaan sudah terlihat yang ditandai dengan adanya struktur-struktur yang berbentuk tetragonal, heksagonal, triklinik, dan monoklinik yang membuktikan terbentuknya fasa kristal.

6. Katalis dengan unjuk kerja terbaik adalah katalis yang memiliki nisbah Si/Al terkecil yang dihasilkan dari sintesis pada masing-masing metode, pada metode elektrokimia katalis dengan nisbah Si/Al 0,99 (prekursor $Zeo_{12:3}$) dan pada metode sol-gel katalis prekursor zeolit-A. Secara keseluruhan, *liquid fuel* dengan kandungan hidrokarbon tertinggi (72%) dihasilkan menggunakan katalis prekursor zeolit-A yang dikalsinasi pada suhu 600 °C.
7. Karakteristik fisik *liquid fuel* dalam penelitian ini secara umum belum memenuhi persyaratan berdasarkan SNI 7431:2008.

B. Saran

Beberapa hal yang disarankan pada penelitian selanjutnya antara lain:

1. Mempelajari pembuatan zeolit-A, zeolit-X, dan zeolit-Y dengan menggunakan proses kalsinasi tertutup dalam *autoclave* atau reaktor tertutup.
2. Melakukan proses kristalisasi terlebih dahulu sebelum kalsinasi pada wadah tertutup untuk mengoptimalkan pembentukan struktur zeolit.
3. Mengkaji pengaruh jumlah katalis dan suhu pirolisis terhadap karakteristik *liquid fuel* yang dihasilkan dari pirolisis campuran bagas tebu dan minyak jarak kaliki.
4. Meningkatkan kualitas *liquid fuel* dengan menghilangkan komponen non-hidrokarbon.

DAFTAR PUSTAKA

- Adam, F., S. Balakrishnan, and P. Wong. 2006. Rice Husk Ash Silica as a Support Material for Ruthenium Based Heterogenous Catalyst. *Journal of Physical Science*, 17 (2), Pp. 1–13.
- Aguado, J., P.D. Serrano, M.J. Escola, and Garagorri. 2002. Catalytic Conversion of Low Density Polyethylene Using a Continuous Screw Kiln Reactor. *Catalytic Today*. 75, Pp. 257-262
- Agung, G.F., M.R. Hanafie, dan P. Mardina. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Jurnal Konversi*. 2 (1), Hlm. 28-30.
- Aristiani, V. 2016. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Silika Sekam Padi dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hlm. 1-62.
- Arnata, I.W, M.A.A, dan Anggraeni, D. 2013. Rekayasa Bioproses Produksi Bioetanol dari Ubi Kayu Dengan Teknik Ko-Kultur Ragi Tape dan *Saccaromycess Cerevisiae*. *Agrointek*. 7 (1), Hlm. 21-28.
- Araujo, A.S., A.O.S. Silva, M.J.B. Souza, A.C.S.L.S Coutinho, J.M.F.B. Aquino, J.A. Moura, and A.M.G. Pedrosa. 2015. Crystallization of ZSM-12 Zeolite with Different Si/Al Ratio. *Adsorption*. 11, Pp. 159-165.
- ASTM D4824-03. 2005. *Test Method for Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption*. Annual Book of ASTM.
- Ates, F.M., and M.A. Isikdag. 2009. Influence of Temperature and Alumina Catalyst on Pyrolysis of Corncob. *Fuel*. 88, Pp. 1991–1997.
- Ayyad, O.D. 2011 . *Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure*. (Thesis). Univesitat de Barcelona. Barcelona. Pp.48-49.
- Badan Pusat Statistik (BPS) Provinsi Lampung. 2014. *Luas Areal Tanaman Tebu Perkebunan Rakyat Menurut Kabupaten/Kota di Provinsi Lampung 2014 (Hektar)*. <http://lampung.bps.go.id/linkTabelStatis/view/id/328>. Diakses pada 18 Mei 2016.

- Balat, M., M. Balat, E. Kirtay, and H. Balat. 2009. Main Routes for The Thermo-Conversion of Biomass Into Fuels and Chemicals Part 1: Pyrolysis Systems. *Energy Conversion and Management*. 50, Pp. 3147-3157.
- Barrault, J., Y. Pouilloux, J. M. Clacens, C. Vanhove, and S. Bancquart. 2002. Catalysis and Fine Chemistry. *Catalysis Today* . 75, Pp. 177–181.
- Bekkum H.V., E.M. Flanigen, J.C. Jansen. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice: Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 58*. Elsevier. Amsterdam. Pp. 153-173.
- Blesa, M.J., V. Fierro, J.L. Miranda, R. Moliner, and J.M. Palacios. 2001. Effect of The Pyrolysis Process on The Physicochemical and Mechanical Properties of Smokeless Fuel Briquettes. *Fuel Processing Technology*. 74, Pp. 1–17.
- Bridgewater, A.V., and G.V.C. Peacock. 2000. Fast Pyrolysis Processes of Biomass. *Renewable and Sustainable Energy Review*. 4, Pp. 1-73.
- Bridgewater, A.V., S. Czernik, and J. Piskorz. 2001. An Overview of Fast Pyrolysis. *Program Thermochemical Biomass Conversion*. 2, Pp. 977–997.
- Bridgewater, T. 2007. *Pyrolysis of Biomass*. IEA Bioenergy. Birmingham, UK. Pp. 1-20.
- Cao, G., J. Platisa, V.A. Pieribone, D. Raccuglia, M. Kunst, and M.N. Nitabach. 2013. Genetically Targeted Optical Electrophysiology in Intact Neural Circuits. *Cell*. 154 (4), Pp. 904-911.
- Chhiti, Y., and M. Kemiha. 2013. Thermal Conversion of Biomass, Pyrolysis and Gasification: A Review. *The International Journal of Engineering and Science*. 2 (3), Pp.75-85.
- Cornelissen, T., Y. Yperman, G. Reggers, S. Schreurs, R. Carleer. 2008. Flash Co-Pyrolysis of Biomass with Polylactic Acid. Part 1: Influence on Bio-Oil Yield and Heating Value. *Fuel* 2008. 87, Pp. 1031–1041.
- Cresswell, C.J., A.O. Runquist, Campbel, dan M. Malcom. 1982. Analisis Spektrum Senyawa Organik Edisi ke-2. ITB Press. Bandung. Hlm. 120-145.
- Daniyanto, Sutidjan, Deendarlianto, and A. Budiman. 2015. Torrefaction of Indonesian Sugar-Cane Bagasse to Improve Bio-Syngas Quality for Gasification Process. *Energy Procedia*. 68, Pp. 157-166.
- Das, G., R.K. Trivedi, and A.K. Vasishtha 1989. Heptaldehyde and Undecylenic Acid from Castor Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 66 (7), Pp. 938-941.
- Demirbas, A. 2000. Conversion of Biomass Using Glycerine to Liquid Fuel for Blending Gasoline as Alternative Engine Fuel. *Energy Conversion and Management*. 41, Pp. 1741-1748.

- Demirbas, A. 2002. Partly chemical analysis of liquid fraction of flash pyrolysis products from biomass in the presence of sodium carbonate. *Energy Conversion and Management*. 43, Pp. 1801-1809.
- Dirdianti. 2011. *Pabrik Aluminium Florida dari Aluminium Hidroksida dan Asam Fluosilika dengan Proses Basah*. (Skripsi). Institut Teknologi Sepuluh November. Hlm. 2-6.
- Dyah, P. S. 2011. Produksi Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella* sp dengan Metode Esterifikasi In-Situ. (Tesis). Universitas Diponegoro. Jawa Tengah. Hlm. 42-45.
- Elliot, D.C., T.R. Hart, G.G. Neuenschwander, L.J. Rotness, and A.H. Zacher. 2009. Catalytic Hydroprocessing of Biomass Fast Pyrolysis Bio-oil to Produce Hydrocarbon Products. *Environmental Progress & Sustainable Energy*. 28 (3), pp. 441-449.
- Erawati, E., W.B. Sediawan, dan P. Mulyono. 2013. Modifikasi Mekanisme Koufopanos Pada Kinetika Reaksi Pirolisis Ampas Tebu (*Bagasse*). *Jurnal Rekayasa Proses*. 7 (1), Pp. 14-19.
- Fadilah, U. 2015. *Pengolahan Kaleng Aluminium Bekas Menjadi Aluminosilikat Berbasis Silika Sekam Padi Dengan Metode Elektrokimia Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Biji Karet*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hlm. 1-58.
- Figueiredo, M.K.K., G.A. Romeiro, L.A. Davila, R.N. Damasceno, A.P. Franco. 2009. The Isolation of Pyrolysis Oil from Castor Seeds Via A Low Temperature Conversion (LTC) Process and Its Use in A Pyrolysis Oil-Diesel Blend. *Fuel*. 88, Pp. 2193-2198.
- Georgiev, D., B. Bogdanov, K. Angelova, I. Markovska, and Y. Hristov. 2009. Synthetic Zeolites - Structure, Clasification, Current Trends In Zeolite Synthesis Review. *Technical Studies*. 7, Pp. 1-5.
- Gharlbeh, M., G. Tompsett, F. Lu, S.M. Auerbach, K.S. Yngvesson, and W.C. Conner. 2004. Temperature Distribution with in Zeolite Precursors Solutions in The Presence of Microwaves. *Journal of Physical Chemistry*. 113, Pp. 12506-12520.
- Gopakumar, S.T., S. Adhikari, and R.B. Gupta. 2012. Catalytic Pyrolysis of Biomass Over H⁺ZSM-5 Under Hydrogen Pressure. *Energy and Fuel*. 26, Pp. 5300-5306.
- Gunawan, E. 2010. Rancang Bangun Unit Pirolisis untuk Pembuatan *Bio-Oil* dari Minyak Jelantah Skala Laboratorium. *Lembaran Publikasi Lemigas*. 44 (1), Pp. 78-86.
- Haag, W.O. 1984. *Heterogeneous Catalysis*. Texas A&M University Press. Texas. P. 93.

- Hananto, F.S., D.R. Santoso, and Julius. 2011. Application of Piezoelectric Material Film PVDF (Polyvenylidene Flouride) as Liquid Viscosity Sensor. *Journal of Neutrino*. 3 (2), Pp. 129-142.
- Hardjono, S. 1990. *Spektroskopi Inframerah*. Liberti. Yogyakarta. Hlm. 1-146.
- Hermiati, E., D. Mangunwidjaja, T.C. Sunarti, O. Suparno, dan B. Prasetya. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu Untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian*. 29 (4), Hlm. 121-130.
- Hou, C.T. and F. Jei Fu. 2008. *Biocatalysis and Bioenergy*. John Wiley and Sons INC, Publication. USA. P. 86.
- Islam, M.R., N. Islam, and M.N. Islam. 2003. Fixed Bed Pyrolysis of Sugarcane Bagasse for Liquid Fuel Production. *Proceedings of The International Conference on Mechanical Engineering*. Pp. 1-5.
- Jahirul, M., M.G. Rasul, A.A. Chowdhury, and N. Ashwath. 2012. Biofuels Production through Biomass Pyrolysis-A Technological Review. *Energies*. 5, Pp. 4952-5001.
- Jeon, M.J., S.S. Kim, J.K. Jeon, S.H. Park, J.M. Kim, J.M. Sohn, S.H. Lee, and Y.K. Park. 2012. Catalytic Pyrolysis of Waste Rice Husk Over Mesoporous Materials. *Nanoscale Research Letters*. 7 (18), Pp. 1-5.
- Jha, B. and D.N. Singh. 2011. A Review on Synthesis, Characterization and Industrial Applications of Flyash Zeolites. *Journal of Materials Education*. 33, Pp. 65-132.
- Joardder, M.U.H., P.K. Halder, A. Rahim, and N. Paul. 2014. Solar Assisted Fast Pyrolysis: A Novel Approach of Renewable Energy Production. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Engineering*. Pp. 1-9.
- Jung, S., B. Kang, and J. Kim. 2008. Production of Bio-Oil from Rice Straw and Bamboo Sawdust Under Various Reaction Condition in a Fast Pyrolysis Plant Equipped with a Fluidized Bed and a Char separation System. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 82, Pp. 240-247.
- Kementerian Lingkungan Hidup. 2005. *Produksi Ampas Tebu Di Indonesia*. <http://www.menlh.go.id/pemanfaatan-ampas-tebu-bagasse-untuk-bahan-baku-pulpdan-kertas-masih-hadapi-kendala/>. Diakses pada 18 Mei 2016.
- Kriswarini R., D. Anggraini, dan Noviarty. 2010. Validasi Metoda Pengukuran Isotop ^{137}Cs Menggunakan Spektrometer Gamma. Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir-BATAN. Hlm. 328-333.
- Leofanti, G., G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, and , A. Zecchina. 1997. Catalyst Characterization: Application. *Catalysis Today*. 34, Pp. 329-352.

- Lestari, D.Y. 2010. Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai Negara. *Prosiding seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia Universitas Muhammadiyah*. Yogyakarta. Hlm. 94-97.
- Li, Y., and W. Yang. 2008. Microwave Synthesis of Zeolite Membranes: A Review. *Journal of Membrane Science*. 316, Pp. 1-15.
- Liu, Y. W. Zhang, and T. J. Pinnavaia. 2000. Steam-Stable Aluminosilicate Messtructures Assembled from Zeolite Type Y Seeds. *Journal of The American Chemical Society*. 122, Pp. 8791-8792.
- Lima, D.G., V.V C. Soares, E. B. Ribeiro, D.A.Carvalho, E.C.V. Cardoso, F.C. Rassi, K.C. Mundim, J.C. Rubim, and P.A.Z. Suarez. 2004. Diesel-Like Fuel Obtained by Pyrolysis of Vegetable Oils. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 71, Pp. 987-996.
- Majid, A. B., T. Wega, P. Yoga, F. Erna, H. Syafitri, dan H. Again. 2012. *Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalitik Zeolit Alam Indonesia Pada Hidrorengkah Ban Bekas dengan Preparasi Sederhana*. Gadjah Mada University. Yogyakarta.
- Marlina, L.I., Sriyanti., F. Iskandar, dan Kharurizal. 2012. Pengaruh Komposisi Sekam Padi dan Nano Silika Terhadap Kuat Tekan Material Nanokomposit. *Jurnal Penelitian Sains*. 15, Hlm. 3.
- McLafferty. 1988. Interpretasi Spektra Massa. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta. 45, Pp. 14-30.
- Meliyana, L. 2015. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Silika Sekam Padi dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hlm. 1-74.
- Mozgawa, W., M. Krol, and K. Barackz. 2011. FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups. *Chemik*. 65 (7), Pp. 667-674.
- Mujiarto, S., Y. Ristianingsih, A. Amrullah, dan A. Khalid. 2014. Studi Proses Pirolisis Tandan Kosong Sawit Menjadi Bio Oil Sebagai Energi Alternatif. *Jurnal Sains dan Terapan Politeknik Hasnur*. 2 (2), Hlm. 21-25.
- Nasikin. M. dan A. Makhdiyanti. 2003. Sintesis Metil Ester Sebagai Aditif Bahan Bakar Solar dari Minyak Sawit. *Jurnal Teknologi*. 1, Pp. 45-50.
- Newalkar, G., K. Lisa, A.D. Amico, C. Sievers, and P. Agrawal. 2014. Effect of Temperature, Pressure, and Residence Time on Pyrolysis of Pine in an Entrained Flow Reactor. *American Chemical Society*. 28, Pp. 5144-5157
- Oladeji, J.T. 2012. Pyrolytic Conversion of Poultry Litter into Medium-Grade Biomass Fuel. *New York Science Journal*. 5 (8), Pp.18-21.
- Oladeji, J.T., R.A. Itabiyi, and P.O. Okekunle. 2015. A Comprehensive Review of Biomass Pyrolysis as a Process of Renewable Energy Generation. *Journal of Natural Sciences Research*. 5 (5), Pp. 99-105.

- Olivares, A.R., R.C. Gonzalez, M. D. C.A.G. Chavez. 2012. Potential of Castor Bean (*Ricinus communis* L.) for Phytoremediation of Mine Tailings and Oil Production. *Journal of Environmental Management*. 114, Pp. 316-323.
- Omahu, O.J., and A.C. Omale. 2017. Physicochemical Properties and Fatty Acid Composition of Castor Bean *Ricinus communis* L. Seed Oil. *American Journal of Applied and Industrial Chemistry*. 3 (1), Pp. 1-4.
- Padil, S. dan A. Amir. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis CaCO_3 yang Dipijarkan. *Natur Indonesia*. 13 (1), Pp. 27-32.
- Pandiangan, K.D. dan W. Simanjuntak. 2016. Pengaruh Nisbah Si/Al Terhadap Aktivitas Aluminosilikat Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional Kimia-Lombok*. Hlm. 201-210.
- Pattiya, A., J. O. Titiloye, A.V. Bridgwater. 2008. Fast Pyrolysis of Cassava Rhizome in The Presence of Catalysts. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 81, Pp. 72-79.
- Peng, Y., and S. Wu. 2010. Fast Pyrolysis Characteristics of Sugarcane Bagasse Hemicellulose. *Cellulose Chemistry and Technology*. 45, Pp. 605-612.
- Pippo, W. A., J.D. Rocha, J.M.M. Perez, E.O. Gomez, and L.A.B. Cortez. 2004. Energy Evaluation of Bio-Oil Production Using Sugarcane Biomass Residues at Fast Pyrolysis Pilot Plant in Brazil. *Proceedings of IV Biennial International Workshop "Advances in Energy Studies"*. Pp.401-408.
- Platon A., and J.W. Thomson. 2003. Quantitative Lewis/ Brønsted Ratios using DRIFTS. *Applied Catalysis Industrial Engineering Chemistry Research*. 42, Pp. 5988-5992
- Prastyo, S.H., Y.Y. Margaretha, A. Ayucitra, dan S. Ismadji. 2011. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Padat dari Cangkang Keong Emas (*pomacea sp.*) *ITS-Paper Seminar Nasional Fundamental Dan Aplikasi Teknik Kimia*. Hlm. 129-134.
- Radev, L., I. Michailova, H. Georgiev, and D. Zaimova. 2016. Carbonate Apatite Formation on Novel Multiphase $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-MgO}$ Glass-Ceramics in TRIS-HCl Buffer. *Processing and Application of Ceramics*. 10 (2), Pp. 57-66.
- Rayalu, S.S., J. S. Undhoji, S. U. Meshram, R. R. Naidu, and S. Devota. 2005. Estimation of Crystallinity in Flyash-based Zeolite-A Using XRD and IR Spectroscopy. *Current Science*. 89 (12), Pp. 2147-2151.
- Rengel, A. 2007. *Study of Lignocellulosic Biomass Pyrolysis: State of the Art and Modelling*. (Thesis). KTH Royal Institute of Technology. Stockholim. Pp. 9-28.

- Richardson, J.T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York. Pp. 586-589.
- Salimon, J., D.A.M. Noor, and A.T. Nazriwati. 2010. Fatty Acid Composition and Physicochemical Properties of Malaysian Castor Bean *Ricinus communis* L. Seed Oil. *Sains Malaysiana*. 39 (5), Pp. 761-764.
- Samsuri, M., M. Gozan., R. Mardias, M. Baiquni, H. Hermansyah, dan A. Wijanarko. 2007. Pemanfaatan Sellulosa Bagas untuk Produksi Ethanol Melalui Sakarifikasi dan Fermentasi Serentak dengan Enzim Xylanase. *Makara Teknologi*. 11 (1), Pp. 17-24.
- Saroinsong, J.P. 2015. *Pembuatan Silika dari Sekam Padi dengan Metoda Sol Gel Menggunakan Asap Cair Sebagai Pengganti Asam Mineral dan Aplikasinya Sebagai Katalis Heterogen*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hlm. 1-64.
- Sembiring S., P. Manurung, dan P. Karo-Karo. 2009. Pengaruh Suhu Tinggi terhadap Karakteristik Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. 5 (1), Hlm. 1-4.
- Sembiring, S. 2011. Synthesis and Characterisation of Rice Silica Based Borosilicates (B_2SiO_3) Ceramic by Sol-Gel Routes. *Indonesian Journal of Chemistry*. 11 (1), Pp. 85-89.
- Sembiring, S., W. Simanjuntak, P. Manurung, D. Asmi, and M.I. Low. 2014. Synthesis and Characterisation of Gel-Derived Mullite Precursor from Rice Husk Silica. *Ceramic International*. 40, Pp. 7067-7072
- Simanjuntak, W. and S. Sembiring. 2016. The Use of Liquid Smoke as a Substitute for Nitric Acid for Extraction of Amorphous silica from Rice husk through Sol-Gel Route. *Oriental Journal of Chemistry*. 32 (4), Pp. 1-7.
- Simanjuntak, W., S. Sembiring, P. Manurung, R.T.M. Situmeang, and I.M. Low. 2013. Characteristic of Aluminosilicates Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Metal. *Ceramics International*. 39, Pp. 9369-9375.
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2008. *Mutu dan metode uji minyak nabati murni untuk bahan bakar motor diesel putaran sedang*. SNI nomor 7431:2008.
- Subagio. 1993. Zeolit: Struktur dan Sifat-Sifat. *Warta Insinyur Kimia* 3, 7.
- Sudradjat, R., R. I. Yulita, dan D. Setiawan. 2010. Pembuatan Polioliol Dari Minyak Jarak Pagar Sebagai Bahan Baku Poliuretan. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 28 (3), Hlm. 231-240.
- Suka, I. G., W. Simanjuntak, S. Sembiring, dan E. Trisnawati. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi. *Jurnal Sains MIPA*. 37 (1), Pp. 47-52.

- Suka, O.M.G., A. Riyanto, dan S. Sembiring. 2009. Karakteristik Fungsionalitas Borosilikat Berbasis Sekam Padi Akibat Pengaruh Kalsinasi. *Prosiding SN SMAP 09*. Hlm. 395-400.
- Sukumar, V., V. Manieniyana, and S. Sivaprakasam. 2015. Bio Oil Production from Biomass using Pyrolysis and Upgrading - A Review. *International Journal of ChemTech Research*. 8 (1), Pp.196-206.
- Sundaram, E.G. and E. Natarajam. 2009. Pyrolysis of Coconut Shell: An Experimental Investigation. *The Journal of Engineering Research*. 2 (2), Pp. 33-39.
- Syahri, M., T. Martono, C. Dwi, dan A.D. Prasetyo. 2015. Pembuatan Biobriket dari Limbah Organik. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*. Hlm. 1-7.
- Tanabe, K., M. Misono, and Y. Ono. 1989. *Solid Acids and Bases: Their Catalytic Properties*. Academic Press. New York. Pp. 7-21.
- Tippayawong, N., J. Kinorn, and S. Thavornnun. 2008. Yields and Gaseous Composition from Slow Pyrolysis of Refuse-Derived Fuels. *Energy Source Part A*. 30, Pp. 1572–1578.
- Tomiyama, S., R. Takahashi, S. Sato, T. Sodesawa, and S. Yoshida. 2003. Preparation of Ni/SiO₂ Catalyst with High Thermal Stability for CO₂ reforming of CH₄. *Journal of Applied Catalyst A: General*. 241, Pp. 349-361.
- Uzun, B. B., and N. Sarioglu. 2009. Rapid and Catalytic Pyrolysis of Corn Stalks. *Fuel Processing Technology*. 90, Pp. 705-716.
- Vitolo, S., B. Bresci, M. Seggiani, and G.M. Gallo. 2001. Catalytic Upgrading of Pyrolysis Oils Over HZSM-5 Zeolite: Behaviour of The Catalyst When Used in Repeated Upgrading-Regenerating Cycles. *Fuel*. 80, Pp. 17-26.
- Wang, L.L., W. Ding, Y.W. Liu, W.P. Fang, and Y.Q. Yang. 2010. Effect of Preparation Methods of Aluminum Emulsions on Catalytic Performance of Copper-Based Catalysts for Methanol Synthesis From Syngas. *Journal of Natural Gas Chemistry*. 19 (5), Pp. 487-492.
- Wardan, S. dan A. Zainal. 2003. *Bahan Bakar dan Pelumas*. Fakultas Teknik UNY. Yogyakarta. Hlm. 56.
- Watanabe, M., H. Inomata, and K. Arai. 2002. Catalytic Hydrogen Generation from Biomass (Glucose and Cellulose) With ZrO₂ In Supercritical Water. *Biomass Bioenergy*. 22, Pp. 405–410.
- Widodo, W. dan S. Sumarsih. 2007. *Jarak Kepyar, Tanaman Penghasil Minyak Kastor untuk Berbagai Industri*. Penerbit Kanisius. Yogyakarta. Hlm. 28-30.
- Wijanarko, A., D.A. Mawardi dan M. Nasikin. 2006. Produksi Biogasoline dari Minyak Sawit Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik dengan Katalis γ -Alumina. *Makara Teknologi*. 10 (2), Pp. 51-60.

- Williams, P.T. and J. Alexander. Catalytic pyrolysis of tyres: Influence of catalyst temperature. *Fuel*. 2002. 81, Pp. 2425–2434.
- Wolfovich, M.A., M.V. Landau, A. Brenner, and M. Herskowitz. 2004. Ind. Eng. Chemistry Resource. 43: 5089-5097.
- Wustoni, S., R. Mukti, A. Wahyudi, dan Ismunandar. 2011. Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia. *Jurnal Matematika dan Sains*. 16 (3), Hlm. 158-160.
- Xiujuan, G., W. Shurong, W. Qi, G. Zuagang, and L. Zhogyang. 2011. Properties of Bio-Oil from Fast Pyrolysis of Rice Husk. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 19 (1), Pp. 116-121.
- Yakup, M.I., A.Y. Abdalla, K.K. Feroz, Y. Suzana, A. Ibraheem, and S.A. Chin. 2015. Pyrolysis of Oil Palm Residues in a Fixed Bed Tubular Reactor. *Journal of Power and Energy Engineering*. 3, Pp. 185-193.
- Yusuf A.K., P.A.P. Mamza, A.S. Ahmed, and U. Agunda. 2015. Extraction and Characterization of Castor Seed Oil From Wild *Ricinus communis* Linn. *International Journal of Science Environment*. 4 (5), Pp. 1392-1404.
- Zanzi, R., K. Sjostrom, and E. Bjornbom. 2002, Rapid Pyrolysis of Agricultural Residues at High Temperature. *Biomass and Bio-Energy*. 23, Pp. 357-366.