

**PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI  
KATALIS ASAM PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI BIODIESEL  
DARI MINYAK KELAPA**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**LUCIA ARUM HARTATY**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
2018**

## **ABTRACK**

### **THE UTILIZATION OF NATURAL ZEOLITE LAMPUNG AS A CATALYST ACID IN TRANSESTERIFICATION BIODIESEL FROM COCONUT OIL**

**By**

**Lucia Arum Hartaty**

In this research, the utilization of natural zeolite of Lampung (ZAL) as acid catalyst (H-ZAL) in transesterification reaction of biodiesel from coconut oil. ZAL was activated at 800 °C had a large surface area of 19.263 m<sup>2</sup>/g based on the results obtained using BET method. Thereafter, ZAL performed ion exchange process using NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 2 M solution with variation of time 24, 48, and 72 hours to obtain H-ZAL and used as catalyst in transesterification process of coconut oil. The transesterification results showed that the H-ZAL catalyst with ion-exchange process for 48 hours had the optimum catalytic activity with a conversion percentage of 47%. GC-MS analysis of biodiesel revealed of eight methyl esters with the highest composition were methyl laurate with a relative amount of 51.81% correspond with fatty acids in coconut oil. The results of XRF showed that metal elements such as K, Ca, and Mg on the H-ZAL catalyst experience a percentage reduction due to the ion exchange process. The results of XRD showed that in H-ZAL catalyst composed of a crystalline phase with mineral content of clinoptilolite and mordenite. The result of SEM-EDX showed that H-ZAL catalyst is a homogeneous porous material and the elements contained are Si, Al, K, Ca, Mg, Fe, Ba and O. The FTIR spectrum showed the H-ZAL catalyst contains a type of Brønsted-Lowry acid site.

*Keyword : Lampung natural zeolit (ZAL), ion exchange, H-ZAL, transesterification, Brønsted-Lowry*

## ABSTRAK

### PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI KATALIS ASAM PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI BIODIESEL DARI MINYAK KELAPA

Oleh

**Lucia Arum Hartaty**

Pada penelitian ini, telah dilakukan pemanfaatan zeolit alam Lampung (ZAL) sebagai katalis asam (H-ZAL) pada reaksi transesterifikasi biodiesel dari minyak kelapa. ZAL diaktivasi pada suhu 800 °C mempunyai luas permukaan yang besar yaitu sebesar 19,263 m<sup>2</sup>/g berdasarkan karakterisasi dengan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET). Selanjutnya ZAL dilakukan proses pertukaran ion menggunakan larutan NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 2 M dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam sehingga diperoleh H-ZAL dan digunakan sebagai katalis dalam proses transesterifikasi minyak kelapa. Hasil transesterifikasi menunjukkan bahwa katalis H-ZAL dengan proses pertukaran ion selama 48 jam memiliki aktivitas katalitik yang terbaik dengan persentase konversi sebesar 47 %. Analisis *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) diketahui bahwa biodiesel yang dihasilkan terdiri dari delapan senyawa metil ester dengan komposisi tertinggi adalah metil laurat dengan jumlah relatif sebesar 51,81% yang sesuai dengan kandungan asam lemak dalam minyak kelapa. Hasil Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa unsur logam seperti K, Ca, dan Mg pada katalis H-ZAL mengalami pengurangan persentase akibat proses pertukaran ion. Hasil Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa katalis H-ZAL terdapat fasa kristalin dengan kandungan mineral terdiri dari klipnotilolit dan mordenit. Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) -*Energy Dispersive X-ray* (EDX) menunjukkan bahwa katalis H-ZAL merupakan bahan berpori yang homogen dan unsur yang terkandung adalah Si, Al, K, Ca, Mg, Fe, Ba dan O. Spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR) menunjukkan bahwa katalis H-ZAL mengandung jenis situs asam Brønsted-Lowry.

Kata kunci : zeolit alam Lampung (ZAL), pertukaran ion, H-ZAL, transesterifikasi, Brønsted-Lowry

**PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI  
KATALIS ASAM PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI BIODIESEL  
DARI MINYAK KELAPA**

**Oleh**

**Lucia Arum Hartaty**

**Skripsi**

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

**Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

Judul Skripsi : **PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG  
SEBAGAI KATALIS ASAM PADA REAKSI  
TRANSESTERIFIKASI BIODIESEL DARI  
MINYAK KELAPA**

Nama Mahasiswa : *Lucia Arum Hartaty*

No. Pokok Mahasiswa : 1417011067

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



*Dr. Mita Rilyanti, M.Si.*

**Dr. Mita Rilyanti, M.Si.**  
NIP 19720530 200003 2 001

*Prof. Dr. Buhani, M.Si.*

**Prof. Dr. Buhani, M.Si.**  
NIP 19690416 199403 2 003

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

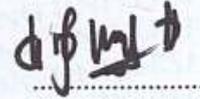
*Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.*

**Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 19740705 200003 1 001

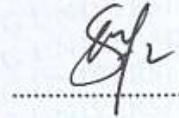
**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

Ketua : **Dr. Mita Rilyanti, M.Si.**



Sekretaris : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.**



Penguji  
Bukan Pembimbing : **Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.**



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.**  
NIP. 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **13 Agustus 2018**

## **RIWAYAT HIDUP**

Penulis bernama lengkap Lucia Arum Hartaty, lahir di Bekasi pada tanggal 25 April 1996 merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis lahir dari pasangan suami istri Bapak Alm. Antonius Suharno dan Ibu Sudiarti. Penulis menyelesaikan pendidikan mulai dari Taman Kanak – Kanak Gandasari Kota Baru-Bekasi Barat, SD Negeri Pulo Gebang 05 Pagi lulus pada tahun 2008, SMP Negeri 172 Jakarta Timur lulus pada tahun 2011, SMA Negeri 59 Jakarta Timur lulus pada tahun 2014 dan mulai tahun 2014 hingga penulisan skripsi ini, penulis melanjutkan ke pendidikan tinggi di Jurusan S1 Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN 2014. Selama kuliah Penulis mendapatkan beasiswa Bidik Misi dan termasuk ke dalam penerima Bidik Misi angkatan keempat angkatan kelima.

Selain belajar di bangku kuliah, penulis juga aktif berorganisasi. Organisasi yang pernah penulis ikuti adalah Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) FMIPA Universitas Lampung sebagai Kader Muda Himaki tahun 2014 – 2015, anggota Bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi tahun 2015-2016, anggota Bidang Sosial Masyarakat tahun 2016-2017. Penulis juga aktif di organisasi lain sebagai anggota Bidang Advokasi dan Kesejahteraan Mahasiswa pada tahun

2016 - 2017 BEM FMIPA Universitas Lampung. Dan juga menjadi anggota dari Division Tracer Study di CCED Universitas Lampung tahun 2018.

Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar tahun 2016 dan 2017 untuk mahasiswa Fisika, praktikum Kimia Anorganik II tahun 2016 dan 2017 untuk mahasiswa Kimia, dan praktikum Kimia Dasar tahun 2017 untuk mahasiswa Kimia.

*Kupersembahkan karya ini sebagai wujud bakti  
dan tanggung jawab kepada:*

*Kedua orang tuaku,  
Bapak Alm. Antonius Suharno dan Ibu Sudiarti yang selalu  
berkorban dan tak pernah bosan memberikan kasih sayang, dukungan,  
motivasi dan do'a kepadaku sepanjang waktu.*

*Kakak-kakakku,  
Mas Anjas Sasongko Jati, Kak Evi Susanti, Mas Gauh Irawan, dan  
Kak Linda yang selalu perhatian, selalu memberikan kasih sayang,  
mendoakan dan menasihati.*

*Rasa hormatku kepada:  
Dr. Mita Rilyanti, M.Si.  
Terima kasih atas ilmu, nasihat, dan telah bersabar dalam  
membimbing selama ini.*

*Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia Atas dedikasi dan seluruh ilmu  
yang telah diberikan.*

*Sahabat-sahabatku di kampus tercinta Universitas Lampung,  
Terhususnya Jurusan Kimia FMIPA yang selalu memberikan kasih  
sayang dan dukungan.*

*Almamater Tercinta  
Universitas Lampung*

## MOTTO

*Setiap kali kamu merasa beruntung, itu berarti satu lagi doa ibumu yang dikabulkan Tuhan (Anonim).*

*Lakukan yang hatimu inginkan, biarkan orang lain berpikir sesuka hati mereka (Anonim).*

*Theory is when you know everything but nothing works.  
Practice is when everything works but no one knows why.  
In our lab, theory and practice are combined: nothing works and no one knows why (nn)*

*Life is not race. Take time for yourself as needed. Grow through what you go through (Mission Accomplished).*

## SANWACANA

Puji syukur penulis kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, karunia, dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Sholawat serta salam tak lupa juga penulis haturkan kepada junjungan besar Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan seluruh umatnya yang senantiasa taat mengamalkan ajaran dan sunnahnya. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia FMIPA Unila. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibuku tersayang malaikat tak bersayap dan kakak-kakak penulis yang selalu memberi cinta, kasih sayang, kesabaran, ketulusan, keikhlasan dalam membesarkanku. Terima kasih atas pengorbanan hidupnya yang tak kenal lelah dalam bekerja, nasihatnya, do'a, dan dedikasi dalam mendidik serta menemani penulis selama ini.
2. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. Selaku Pembimbing Pertama penelitian atas segala bimbingan, motivasi, bantuan, nasihat, saran, dan seluruh kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan ibu serta keberkahan yang tak ternilai.
3. Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si. selaku Pembimbing Kedua penelitian atas bimbingan, motivasi, bantuan, nasihat, saran, dan seluruh kebaikannya

hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan ibu serta keberkahan yang tak ternilai.

4. Ibu Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si. selaku Pembahas penelitian atas segala saran, kritik, motivasi, dan inspirasi yang sangat membangun dalam penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan ibu serta keberkahan yang tak ternilai.
5. Bapak Prof. Suharso, Ph.D. selaku pembimbing akademik atas nasihat, motivasi, saran, dan bantuannya. Semoga Allah SWT membalas kebaikan Bapak serta keberkahan yang tak ternilai.
6. Bapak Dr. Eng Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan izin penelitian.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila, terima kasih atas seluruh ilmu, pengalaman, dan motivasi yang telah diberikan selama perkuliahan di kampus. Semoga Allah SWT membalas kebaikan serta keberkahan yang tak ternilai.
8. Segenap staf pengajar dan karyawan khususnya Jurusan Kimia dan FMIPA Universitas Lampung pada umumnya. Semoga Allah SWT membalas kebaikan serta keberkahan yang tak ternilai.
9. My partners in research “Queen of Zeolite”; Cindy Claudia Putri, Ainun Nadiyah, Devi Tri Lestari, and Rica Royjanah, who always give me help and support to accomplish all of this. May Allah always bless you, guys Aamiin.
10. My partners at Anorganic Kingdom Laboratory, Anorganic Chemistry, Department of Chemistry, Math and Science Faculty, University of Lampung; The King of Anorganic Kingdom Yusuf Hadi K., S.Si.,

Fitria Luziana, S.Si., Widia Sari, S.Si., Cindy Claudia Putri S.Si., Audina Uci Pertiwi, S.Si., Reni Anggraeni, S.Si., Rica Royjanah, Devi Tri L., Ainun Nadiyah, Ana Devita M., Ismi Aditya, Ferita A., Deni Diora, Aniza, Novi, Hafid, Fikri, Bayu, Hot Asi, Asdini, Dira F., S.Si., Khumil, dan Putsen thank you for giving cheerfulness, spirit, motivation, suggestion, kindness and everything that you have given to me. See you on top, guys!.

11. My bestfriends, Ni Putu Rahma, S.Si., Anis Ashari, S.Si., Vanesha Putri Mardiana, S.Si., Fitria Luziana, S.Si., Widia Sari, S.Si., Cindy Claudia Putri, S.Si., Khasandra S.Si., Mahlani Erianti S.Si., Leony Fransiska, S.Si., Herliana, S.Si., dan Tika Dwi Febriyanti, S.Si. I never meet the girls who fight so hard. Honestly, I don't always spend my time with you guys, but I still remember those days when I need ears to listen to my stories, you guys are there for me. Thank you for always being a such good friend to me, for giving me cheerfulness, spirit and motivation. May Allah always bless you, guys Aamiin.
12. My partner of life; Alya Putri Anjari, OSIS TripleX 59 SHS, Genk Ijo (Elementary School Pulo Gebang 05 2007/2008) and Teater Keliling Indonesia. Thank you for being a such best friend to me, for giving memories, cheerfulness, kindness, spirit, and motivation. I still remember our ups and downs memories and all of your kindnesses and cheerfulnesses. May Allah always bless you, guys Aamiin.
13. My Zeolite's Research Mba Indah Tri Yulianti, S.Si., Mba Anggi Widiawati, S.Si., Mba Nur Hastriana, S.Si., Mba Fatimah, S.Si. thank you for your suggestion, kindness, and everything that you have given to me.

And for Dessy, Putri, Eka, Rafika, dan Ella happy working and do your best at any moment that you have. May Allah always bless you, guys Aamiin.

14. My “Kakak Guru”: Mba Faradilla Syani, M.Si., Mba Endah Pertiwi, M.Si., Mba Gesa Gustami Pangesti, S.Si., Mba Lusi Meliyana, S.Si., Mba Vyna Ayu Ramadian Saputri S.Si., Mba Agus, S.Pd, and others who can’t mention one by one. Thank you for giving experiences, lessons, motivation, spirit, suggestion, and everything that you have given to me. May Allah always bless you, Aamiin.
15. My Family Chemistry’14; I’m sorry I can’t mention all of our names one by one, cause there are 114 people of us. Thank you for being a new family. I’m sorry if I never be such a good person to you guys, but I always pray the best for us. See you on top, Chemistry’14!.
16. Himaki FMIPA Unila, Division Tracer Study CCED Unila, BEM FMIPA Unila and EXPUN KWI 2016 FMIPA Unila who had given me a lot of amazing lessons and experiences. Thank you for making me like who I am today.
17. My seniors and my juniors in Department of Chemistry, Math and Science Faculty, University of Lampung; 2010, 2011, 2012, 2014, 2015, 2016, and 2017 generations.

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

Bandar Lampung, 15 Agustus 2018

Lucia Arum Hartaty

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	v
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian .....	6
C. Manfaat Penelitian .....	7
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	8
A. Zeolit.....	8
1. Zeolit Sintetik .....	9
2. Zeolit Alam .....	11
B. Aktivasi Zeolit Alam .....	13
C. Sifat Unik Zeolit .....	15
D. Katalis.....	17
1. Katalis Homogen.....	17
2. Katalis Heterogen.....	18
E. Karakterisasi Katalis.....	20
1. <i>X-Ray Fluoresence (XRF)</i> .....	20
2. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	21
3. <i>Brunauer-Emmett-Teller (BET)</i> .....	22
4. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM) - Energy Dispersive X-ray (EDX)</i> .....	22
5. <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> .....	23
F. Minyak Kelapa Sebagai Bahan Baku Biodiesel .....	24

G. Reaksi Transesterifikasi.....	26
H. Karakteristik Biodiesel .....	28
1. Analisis Komposisi Biodiesel dengan <i>Gas Chromathography - Mass Spectroscopy</i> (GC-MS) .....	28
2. Karakterisasi Fisik.....	30
a. Viskositas.....	30
b. Densitas.....	30
c. Titik Nyala ( <i>Flash Point</i> ).....	31
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>32</b>
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	32
B. Alat dan Bahan .....	33
C. Prosedur Kerja .....	33
1. Persiapan Sampel ZAL.....	33
2. Aktivasi ZAL.....	33
3. Persiapan ZAL Sebagai Katalis Asam (H-ZAL).....	34
4. Karakterisasi H-ZAL.....	34
5. Uji Aktivitas Katalis.....	35
a. Penentuan Rasio Metanol Terhadap Minyak.....	36
b. Penentuan Jumlah Katalis Optimum.....	36
6. Karakterisasi Produk Transesterifikasi.....	37
a. Analisis <i>Gas Chromathography - Mass Spectroscopy</i> (GC-MS).....	37
b. Analisis Densitas.....	38
c. Analisis Titik Nyala ( <i>Flash Point</i> ).....	38
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>39</b>
A. Persiapan Sampel ZAL .....	40
B. Aktivasi ZAL.....	41
C. Persiapan ZAL Sebagai Katalis Asam (H-ZAL) .....	45
D. Uji Aktivitas Katalis .....	47
1. Penentuan Rasio Metanol Terhadap Minyak .....	48
2. Penentuan Jumlah Katalis Optimum .....	50
3. Pengaruh Waktu Pembuatan H-ZAL Melalui Proses Pertukaran Ion.....	51
E. Karakterisasi H-ZAL .....	53

1. <i>X-Ray Fluoresence (XRF)</i> .....	53
2. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	54
3. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM) - Energy Dispersive X-ray (EDX)</i> .....	56
4. <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> .....	58
F. Karakterisasi Biodiesel .....	61
1. Karakterisasi <i>Gas Chromathography - Mass Spectroscopy (GC-MS)</i> .....	61
2. Uji Kualitas Biodiesel .....	63
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN</b> .....	65
A. Simpulan.....	65
B. Saran .....	66
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	67
<b>LAMPIRAN</b> .....	75

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Rumus oksida beberapa jenis zeolit sintetik .....	10
2. Zeolit alam yang umum ditemukan .....	11
3. Kandungan asam lemak minyak kelapa.....	26
4. Data analisis BET pada ZAL yang diaktivasi secara kimia.....	41
5. Data analisis BET pada ZAL yang diaktivasi secara fisika dengan variasi suhu .....	42
6. Komposisi mineral berdasarkan hasil <i>refinement</i> data XRD .....	45
7. Hasil konversi minyak pada penentuan rasio minyak/metanol.....	49
8. Hasil konversi minyak pada penentuan jumlah katalis optimum .....	50
9. Hasil konversi minyak pada pengaruh waktu pembuatan H-ZAL melalui proses pertukaran ion .....	52
10. Perbandingan data analisis XRF pada ZAL dan H-ZAL .....	53
11. Komposisi kimia permukaan ZAL dan H-ZAL.....	58
12. Keasaman H-ZAL dan ZAL aktivasi .....	59
13. Gugus fungsi pada hasil IR H-ZAL dan ZAL.....	61
14. Komponen biodiesel hasil transesterifikasi minyak kelapa dengan katalis H-ZAL.....	63
15. Hasil Uji Parameter Fisik Biodiesel.....	64

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur tetrahedral zeolit.....	8
2. Struktur kerangka zeolit .....	9
3. Reaksi transesterifikasi .....	27
4. Reaksi transesterifikasi antara trigliserida dan metanol.....	27
5. Kromatogram biodiesel dari minyak kelapa .....	29
6. Persiapan sampel ZAL (a) sebelum ditumbuk dan (b) sesudah ditumbuk dan diayak .....	40
7. (a) ZAL sebelum diaktivasi, (b) ZAL sesudah diaktivasi secara fisika ....	42
8. Perbandingan difraktogram (a) ZAL murni, ZAL aktivasi secara kimia b) HCl dan (c) HNO <sub>3</sub> , dan (d) ZAL aktivasi secara fisika.....	44
9. Proses pertukaran ion pada kerangka zeolit.....	46
10. Proses persiapan katalis H-ZAL (a) pertukaran ion, (b) kalsinasi, (c) serbuk halus berwarna coklat muda.....	46
11. Rangkaian peralatan uji aktivitas katalitik .....	47
12. Pemisahan biodiesel.....	48
13. Grafik hasil konversi minyak pada penentuan rasio minyak/metanol 1.....	49
14. Grafik hasil konversi minyak pada penentuan jumlah katalis optimum....	51
15. Grafik hasil konversi minyak pada pengaruh waktu pembuatan H-ZAL melalui proses pertukaran ion .....	52

16. Perbandingan difraktogram (a) H-ZAL dan (b) ZAL .....	55
17. Mikrograf pada ZAL dengan perbesaran (a) 1000x dan (b) 2500x .....	56
18. Mikrograf pada H-ZAL dengan perbesaran (a) 1000x dan (b) 2500x .....	57
19. Spektra FT Spektra FTIR pada (a) H-ZAL dan (b) ZAL.....	59
20. Kromatogram biodiesel yang dihasilkan menggunakan katalis H-ZAL....	62

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Kebutuhan akan bahan bakar masih tergantung pada minyak bumi. Ketersediaan bahan bakar minyak bumi semakin lama semakin menipis, sedangkan bahan bakar minyak bumi merupakan energi yang tidak terbarukan. Untuk mengatasi hal ini perlu dilakukan upaya untuk mencari sumber energi lain yang terbarukan. Salah satu kandidat energi alternatif yang terbarukan adalah biodiesel (Udyani dan Yustia, 2014).

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dan terbarukan yang ramah lingkungan, karena pembakarannya tidak mengeluarkan  $\text{SO}_2$ , sedikit asap dan mengandung kadar CO yang lebih rendah dibandingkan dengan bahan bakar solar (Windria, 2002). Secara kimia, biodiesel adalah alkil ester asam lemak yang diperoleh dari minyak nabati maupun lemak hewan. Umumnya biodiesel merupakan monoalkil ester yang dihasilkan dengan mengganti gugus gliserida menjadi alkil sederhana, terutama gugus metil atau etil, melalui reaksi antara minyak nabati dengan alkohol sederhana menggunakan katalis, yang secara umum dikenal sebagai reaksi transesterifikasi (Meliyana, 2015).

Minyak nabati yang dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel memiliki beberapa kelebihan yaitu sumber minyak nabati mudah diperoleh, proses pembuatan biodiesel dari minyak nabati mudah dan cepat, dan konversi minyak nabati menjadi biodiesel sangat tinggi yaitu (95%) (Pramitha, 2016). Minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku biodiesel dapat berasal dari beragam tanaman, antara lain kacang kedelai, kelapa, kelapa sawit, jarak pagar, dan bunga matahari.

Pada penelitian ini digunakan minyak kelapa sebagai bahan baku uji pembuatan biodiesel, karena minyak yang terkandung cukup banyak yaitu 30-35% dari berat buah kelapa basah (Dwiyuni dan Raharja, 2006) dan penyebaran buah kelapa di Indonesia yang luas sehingga mudah didapat. Selain itu, kandungan asam lemak terbesar dalam minyak kelapa adalah asam laurat yang memiliki rantai karbon yang lebih pendek sehingga pada reaksi transesterifikasi dapat berjalan lebih cepat dibandingkan bahan baku lainnya yang mengandung asam lemak dengan rantai karbon yang lebih panjang.

Reaksi transesterifikasi antara minyak nabati dengan alkohol menggunakan katalis akan menghasilkan biodiesel. Dewasa ini fokus penelitian untuk produksi biodiesel adalah mencari katalis yang baik untuk proses pembuatan biodiesel. Secara umum produksi biodiesel menggunakan katalis homogen berupa  $H_2SO_4$  (Hayyan *et al.*, 2011),  $HNO_3$  dan  $HCl$  (Su, 2013),  $NaOH$  (Rodriguez-Guerrero *et al.*, 2013) dan  $KOH$  (Baroutian *et al.*, 2010). Namun katalis homogen memiliki kelemahan yaitu dapat bercampur dengan produk sehingga sulit dipisahkan dan bersifat korosif sehingga tidak ramah

lingkungan. Salah satu aspek yang terus diteliti adalah pengembangan katalis heterogen sebagai pengganti katalis homogen yang dimaksudkan untuk mengatasi kelemahan dari katalis homogen. Katalis heterogen memiliki keuntungan antara lain tidak korosif, ramah lingkungan, biaya pembuatannya murah (Basumatary, 2010), mudah untuk digunakan dalam berbagai media, mudah untuk dipisahkan katalis dari campuran reaksi, dan penggunaan ulang katalis (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006).

Dalam bidang katalis heterogen, zeolit merupakan bahan yang sangat menarik dan ideal, karena zeolit diketahui merupakan padatan berpori dan sudah memiliki aktivitas sebagai katalis. Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk oleh tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen serta memiliki ukuran pori tertentu yang tidak lebih dari 10–15 mikron (Chetam, 1992). Zeolit terdiri atas dua macam, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit sintetik adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam yang dibuat dari bahan lain dengan proses sintesis tetapi memiliki cost yang tinggi.

Sementara itu zeolit alam sudah dikenal sejak lama, namun belum dimanfaatkan secara maksimal. Jumlah zeolit alam yang tersedia cukup besar dan banyak ditemukan di Indonesia, karena secara geografis terletak di jalur pegunungan vulkanik.

Posisi strategis Indonesia yang terletak pada daerah jalur gunung vulkanik memberikan beberapa kelebihan, salah satunya sebagai negara yang memiliki

kekayaan sumber daya alam mineral yang beragam termasuk banyaknya lokasi sumber zeolit alam. Di Indonesia sampai saat ini telah dieksplorasi mineral zeolit yang tersebar lebih dari 50 daerah diantaranya dari daerah Sumatra, Jawa Timur, Jawa Tengah, Jawa Barat, Kalimantan, Nusa Tenggara, dan Maluku. Pada tahun 2012, data Direktorat Pengembangan Potensi Daerah (BKPM) menyatakan bahwa Provinsi Lampung memiliki sumber zeolit alam sebesar 31.173.505 ton. Zeolit alam Lampung (ZAL) memiliki kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang cukup tinggi, yaitu sebesar 77,063 % dan mineralnya terdiri dari klinoptilolit dan mordenit dengan asosiasi mineral plagioklas, montmorilonit, kristobalit dan kuarsa (Kusdarto, 2008).

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam biasanya mengandung kation-kation seperti  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  atau  $\text{Mg}^{2+}$  dan terdapat molekul air dalam pori dan oksida bebas di permukaan seperti  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  yang dapat menutupi pori-pori atau situs aktif dari zeolit sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsi maupun sifat katalisis dari zeolit tersebut. Berbeda dengan zeolit sintetis melalui proses sintesis zeolit dapat dibuat sesuai dengan fungsi yang dikehendaki dan komposisi yang homogen dan bebas pengotor. Oleh karena itu, kekuatan zeolit alam sebagai penyerap (Rakhmatullah, 2007), katalis, dan penukar ion (Poerwadio dkk., 2004) sangat tergantung dari perbandingan Al dan Si. Untuk memperoleh zeolit alam dengan daya guna tinggi diperlukan suatu perlakuan yaitu dengan aktivasi. Proses aktivasi ini diperlukan untuk meningkatkan sifat khusus zeolit dan menghilangkan unsur pengotor (Rosita dkk., 2004)

serta dapat merubah jenis kation, perbandingan Si/Al serta karakteristik zeolit agar sesuai dengan bahan yang akan diserap.

Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan secara fisika dan kimia. Secara fisika dilakukan melalui pemanasan pada suhu tinggi antara 500-1000 °C selama beberapa jam. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori, dan memperluas permukaan. Namun proses pemanasan zeolit alam dikontrol, karena pemanasan yang berlebihan akan menyebabkan zeolit alam tersebut rusak, sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan melalui pengasaman menggunakan asam-asam anorganik seperti HF, HCl dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta dengan larutan Na<sub>2</sub>EDTA. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor anorganik tetapi tidak merusak struktur kristal zeolit sehingga kristalinitas zeolit meningkat. Pengasaman ini akan menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan H<sup>+</sup> (Ertan and Ozkan, 2005).

Sementara itu, zeolit alam Lampung mempunyai komposisi mineral klipnotilolit dan mordenit yang berpotensi sebagai katalis asam. Salah satu reaksi yang menggunakan katalis asam adalah reaksi transesterifikasi karena tidak menyebabkan pembentukan sabun melalui netralisasi asam lemak bebas atau saponifikasi trigliserida dengan mengontrol terhadap sifat asam atau basa. Sifat asam dari zeolit biasanya diperbaiki dengan protonasi, yaitu dengan pertukaran kation bermuatan positif pada kerangka aluminosilikat dengan proton (Sivasamy *et al.*, 2009). Namun hasil reaksi transesterifikasi minyak nabati dengan berbagai jenis katalis lainnya tidak ditemukan sama. Pada penelitian Sasidharan dan Kumar (2004) mengamati kurang dari 30% untuk

konversi beta-keto ester dengan H-ZSM-5, sementara penelitian Brito *et al.* (2007) dan Kiss *et al.* (2006) memperoleh konversi 26% menggunakan H-mordenit pada minyak goreng bekas. Pada reaksi yang sama yang dilakukan oleh Sasidharan dan Kumar (2004) dengan zeolit H-Y menunjukkan hasil di atas 85%, sedangkan penelitian lebih lanjut dipaparkan oleh Shu *et al.* (2007) menggunakan zeolit H-beta mencapai 36% untuk konversi minyak kedelai.

Dengan demikian pada penelitian ini dipelajari pengaruh katalis heterogen dari ZAL sebagai katalis asam pada reaksi transesterifikasi meliputi proses aktivasi, pertukaran ion, dan penentuan rasio molar katalis : minyak : alkohol. ZAL yang telah diaktivasi dan dilakukan pertukaran ion, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan BET, XRD, SEM-EDX, dan FTIR, sedangkan produk hasil reaksi transesterifikasi dianalisis GC-MS, titik nyala (*flash point*), dan densitas.

## **B. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dipaparkan di atas, penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut :

1. Mempelajari aktivasi zeolit alam Lampung secara fisika dengan variasi suhu aktivasi.
2. Mempelajari karakteristik dari zeolit alam Lampung hasil aktivasi.
3. Mempelajari aktivitas katalitik zeolit alam Lampung pada reaksi transesterifikasi biodiesel dari minyak kelapa.

### **C. Manfaat Penelitian**

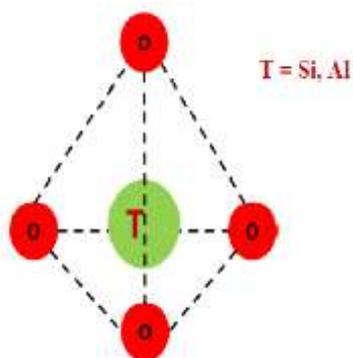
Informasi ilmiah yang didapatkan dari penelitian ini, diharapkan dapat memanfaatkan sumber daya alam mineral berupa zeolit alam Lampung yang berpotensi sebagai bahan dasar untuk pengembang katalis asam yang mampu bekerja efektif dan dapat digunakan berulang dari bahan baku yang murah dan ramah lingkungan.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Zeolit

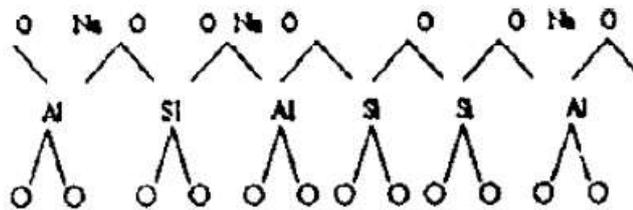
Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot *et al.*, 2003).

Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit  $\text{TO}_4$ , dimana T adalah ion  $\text{Si}^{4+}$  atau  $\text{Al}^{3+}$  dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 1.



**Gambar 1.** Struktur tetrahedral zeolit

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).



**Gambar 2.** Struktur kerangka zeolit

Terdapat parameter kimia yang penting dari zeolit adalah perbandingan Si/Al, yang menunjukkan persentase Si yang mengisi di dalam tetrahedral, jumlah kation monovalen dan divalen, serta molekul air yang terdapat di dalam saluran kristal. Perbedaan kandungan atau perbandingan Si/Al akan berpengaruh terhadap ketahanan zeolit terhadap asam atau pemanasan. Ikatan ion Al-Si-O adalah pembentuk struktur kristal sedangkan logam alkali adalah kation yang mudah tertukar (*exchangeable cation*). Jumlah molekul air menunjukkan jumlah pori-pori atau volume ruang kosong yang terbentuk bila unit sel kristal tersebut dipanaskan (Sastiano, 1991).

## 1. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa atau dengan proses sintesis yang sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik

dari zeolit alam. Prinsip dasar pada produksi zeolit sintetis adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen di atas dan juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetis memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi.

Dengan perkembangan penelitian, dewasa ini telah dikenal beragam zeolit sintetis, dan beberapa diantaranya disajikan dalam Tabel 1.

**Tabel 1.** Rumus oksida beberapa jenis zeolit sintetis (Georgiev *et al.*, 2009)

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 $\Omega$	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 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	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Dewasa ini zeolit sintetis terus dikembangkan, dengan dua fokus utama yaitu bahan baku dan metode. Dari segi bahan baku utama, digunakan 2 jenis bahan baku yakni bahan baku sintetis dan bahan baku limbah. Bahan baku lain yang digunakan dalam sintesis zeolit adalah silika sekam padi ataupun ampas tebu (*bagasse*).

## 2. Zeolit Alam

Zeolit alam ditemukan dalam bentuk mineral dengan komposisi yang berbeda, terutama dalam nisbah Si/Al dan jenis logamnya, seperti diperlihatkan dalam Tabel 2.

**Tabel 2.** Zeolit alam yang umum ditemukan (Subagjo, 1993)

<b>Zeolit Alam</b>	<b>Komposisi</b>
<b>Analsim</b>	<b><math>\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Kabasit</b>	<b><math>(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Klinoptilotit</b>	<b><math>(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_6\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Erionit</b>	<b><math>(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Ferrierit</b>	<b><math>(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Heulandit</b>	<b><math>\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Laumonit</b>	<b><math>\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Mordenit</b>	<b><math>\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Filipsit</b>	<b><math>(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Natrolit</b>	<b><math>\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}</math></b>
<b>Wairakit</b>	<b><math>\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}</math></b>

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin (Lestari, 2010). Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namun komponen utamanya adalah silika dan alumina. Di samping komponen utama ini, zeolit juga mengandung berbagai unsur minor, antara lain Na, K, Ca (Georgiev *et al.*, 2009), Mg, dan Fe (Akimkhan, 2012).

Zeolit alam yang umum ditemukan di Indonesia adalah jenis zeolit klinoptilolit dan mordenit (Lestari, 2010). Kedua jenis zeolit ini mengandung silika tinggi dan membingungkan para peneliti, karena mempunyai pola struktur hampir sama namun yang membedakan kedua jenis ini adalah jumlah atom Si dan Al. Klinoptilolit memiliki atom Si = 30 dan Al = 6, sedangkan mordenit memiliki atom Si = 40 dan Al = 8. Zeolit mordenit telah berhasil disintesis berkali-kali dan yang menarik dari zeolit ini mempunyai sifat penyaring molekul (*molecular-sieving*) yang telah dikembangkan oleh Breck (1994). Zeolit jenis klinoptilolit sulit disintesis, meskipun zeolit ini tersedia di alam dengan kemurnian yang tinggi. Namun, zeolit mordenit dan klinoptilolit alam telah dikembangkan oleh Breck (1994) yang kemudian diaplikasikan ke dalam detergen dan penyerapan limbah radioaktif hasil fisi seperti Cs-137 dan Sr-90 (Supandi dkk., 1999).

Terlepas dari aplikasinya yang luas, zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Untuk memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu (Mockovciakova *et al.*, 2007).

## B. Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit tanpa diaktivasi telah mampu meningkatkan kualitas pembakaran pada ruang bakar, namun dengan fungsi tersebut masih lebih rendah kemampuannya bila dibandingkan dengan zeolit yang sudah diaktivasi ini dikarenakan zeolit alam murni masih mempunyai kandungan unsur-unsur pengotor yang menutupi permukaan pori-porinya, dan jenis kation penetral yang masih beragam. Sehingga untuk lebih meningkatkan kualitas dari oksigen yang dibutuhkan dalam pembakaran maka diperlukan zeolit yang lebih baik lagi. Aktivasi zeolit alam terdapat dua proses yaitu secara fisika dan kimia.

Secara fisika dilakukan dengan pemanasan pada suhu 200-400 °C atau bahkan pada suhu yang lebih tinggi dan waktu pemanasan dalam sistem vakum 2-3 jam atau lebih, sedangkan jika di ruang terbuka sekitar 5-6 jam (Suyartono dan Husaini, 1992). Pemanasan terhadap zeolit alam bertujuan untuk mengeluarkan air atau garam pengotor dari dalam rongga-rongga kristal zeolit. Kemampuan atau sifat pertukaran kation zeolit terutama selektifitas dan kapasitas pertukarannya akan sangat ditentukan oleh struktur kristalnya. Pemakaian panas terlalu tinggi menyebabkan terjadinya pelepasan aluminium dari struktur kerangka tetrahedral zeolit. Menurut Barrer (1982) aktivasi pemanasan yang terlalu tinggi akan menyebabkan terjadinya dehidroksilasi gugus OH pada struktur zeolit. Akibat terjadinya pemutusan ikatan Si-O-Al, menyebabkan pembentukan gugus siloksan (Si-O-Al) dan aluminium yang miskin gugus hidroksil. Akibatnya bila terjadi kerusakan pada struktur zeolit tersebut maka kemampuan mempertukarkan kation dan adsorbsinya berkurang.

Kestabilan zeolit terhadap suhu tergantung pada jenis kandungan mineral zeolitnya (perbandingan Si dengan Al, dan kation yang terdapat dalam zeolit). Umumnya zeolit dengan silika lebih banyak mempunyai kestabilan yang lebih besar. Klinoptilolit alam yang kaya akan kalsium rusak pada suhu 500 °C, jika kationnya diganti dengan kalium, maka akan tetap utuh pada suhu 800 °C. Komposisi kation yang berbeda dan perbandingan Si dan Al yang berbeda dan perbandingan Si dengan Al yang berbeda pada beberapa zeolit alam menyebabkan kestabilannya pada temperatur yang berbeda-beda. Seperti modernit yang stabil pada suhu 800-1000 °C, sedangkan philipsit stabil pada suhu 360-400 °C (Saputra, 2006)

Secara kimia dengan menggunakan bahan-bahan kimia, baik berupa asam ataupun basa. Fungsi asam atau basa adalah untuk mencuci kation-kation yang mengotori permukaan zeolit. Bahan kimia yang dapat digunakan untuk proses aktivasi zeolit alam adalah larutan asam ( $H_2SO_4$ , HCl dan  $HNO_3$ ) dan larutan basa (NaOH dan KOH) (Humam, 1996; Husaini, 1992). Tujuan aktivasi secara kimia adalah membersihkan permukaan pori, melarutkan oksida-oksida pengotor termasuk silika dan aluminium bebas serta mengatur kembali letak atom serta melarutkan beberapa logam alkali dan alkali tanah sehingga dapat terbentuk zeolit- $H^+$  atau zeolit- $Na^+$  (Hendri, 2000), membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan.

Proses aktivasi zeolit dengan perlakuan asam HCl pada konsentrasi 0,1N hingga 1N menyebabkan zeolit mengalami dealuminasi dan dekationisasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation dalam kerangka zeolit. Aktivasi asam

menyebabkan terjadinya dealkalinisasi yang menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Luas permukaan yang bertambah diharapkan meningkatkan kemampuan zeolit dalam proses penyerapan (Weitkamp and Puppe, 1999). Tingginya kandungan Al dalam kerangka zeolit menyebabkan kerangka zeolit sangat hidrofilik. Sifat hidrofilik dan polar dari zeolit ini merupakan hambatan dalam kemampuan penyerapannya. Proses aktivasi dengan asam dapat meningkatkan kristalinitas, keasaman dan luas permukaan.

### **C. Sifat Unik Zeolit**

Zeolit adalah katalis asam padat anorganik yang paling banyak diteliti untuk produksi biodiesel dengan transesterifikasi, karena bahan ini dapat disintesis dengan kontrol yang luas terhadap sifat asam dan basa. Sifat asam zeolit biasanya diperbaiki dengan protonasi, yaitu dengan pertukaran kation bermuatan positif yang terkandung pada kerangka aluminosilikat dengan proton. Selanjutnya untuk mempengaruhi beberapa hidrofobisitas zeolit dengan menghilangkan air hidrasi (Sivasamy *et al.*, 2009). Karena sifat fisika dan kimia dari zeolit yang unik, sehingga dalam dasawarsa ini, zeolit oleh para peneliti dijadikan sebagai mineral serba guna. Sifat-sifat unik tersebut meliputi dehidrasi, adsorben dan penyaring molekul, katalisator dan penukar ion.

Zeolit mempunyai sifat dehidrasi (melepaskan molekul H<sub>2</sub>O) apabila dipanaskan. Pada umumnya struktur kerangka zeolit akan menyusut. Tetapi kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata, dimana molekul

H<sub>2</sub>O seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara reversibel. Sifat zeolit sebagai adsorben dan penyaring molekul, dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga, sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya. Selain itu kristal zeolit yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi (Okto, 2009).

Kemampuan zeolit sebagai katalis berkaitan dengan tersedianya pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit. Pusat-pusat aktif tersebut terbentuk karena adanya gugus fungsi asam tipe Brønsted maupun Lewis. Perbandingan kedua jenis asam ini tergantung pada proses aktivasi zeolit dan kondisi reaksi. Pusat-pusat aktif yang bersifat asam ini selanjutnya dapat mengikat molekul-molekul basa secara kimiawi, sedangkan sifat zeolit sebagai penukar ion karena adanya kation logam alkali dan alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama. Akibat struktur zeolit berongga, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak.

Zeolit mempunyai kelebihan pada sifatnya yang dapat dimodifikasi dan dapat digunakan berkali-kali. Dalam hal modifikasi, zeolit dapat juga dibuat sesuai kebutuhan baik dari segi ukuran maupun kegunaannya. Dari ukurannya zeolit dapat dibuat bentuk serbuk sampai bentuk padat lainnya sesuai keinginan dan kebutuhan sehingga cara kerja zeolit juga dapat dimodifikasi dengan cara

dealuminasi, yaitu meningkatkan silika dan meningkatkan kandungan alami *hidropobic* dari zeolit (Ribeiro *et al.*, 1984).

Zeolit memiliki stabilitas termal yang tinggi, untuk zeolit alam Lampung yaitu sampai 400 °C, kerangka zeolit tidak berubah walaupun penggunaan zeolit tidak dilakukan pada lingkungan yang bersifat asam dan bersuhu tinggi (Hendri, 2000). Selain itu zeolit memiliki afinitas terhadap molekul-molekul baik polar maupun non polar. Zeolit dapat digunakan berulang-ulang dengan cara pemanasan untuk memindahkan material yang dijerapnya atau diletakkan pada aliran udara bertekanan untuk memindahkan material yang ditangkapnya.

#### **D. Katalis**

Katalis adalah zat yang dapat mempengaruhi kecepatan reaksi tetapi zat tersebut tidak mengalami perubahan kimia pada akhir reaksi. Umumnya kenaikan konsentrasi katalis juga menaikkan kecepatan reaksi, jadi katalis ini ikut dalam reaksi tetapi pada akhir reaksi diperoleh kembali (Sukardjo, 2002).

##### **1. Katalis Homogen**

Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa sama dengan reaktan dan produk. Penggunaan katalis homogen ini mempunyai kelemahan yaitu bersifat korosif, berbahaya karena dapat merusak kulit, mata, paru-paru bila tertelan, sulit dipisahkan dari produk sehingga terbuang pada saat pencucian, mencemari lingkungan, tidak dapat digunakan kembali (Widyastuti, 2007). Selain itu katalis homogen juga umumnya hanya digunakan pada skala

laboratorium ataupun industri bahan kimia tertentu, sulit dilakukan secara komersil, operasi pada fase cair dibatasi pada kondisi suhu dan tekanan, sehingga peralatan lebih kompleks dan diperlukan pemisahan antara produk dan katalis.

Katalis homogen yang banyak digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa atau alkali seperti kalium hidroksida (KOH) dan natrium hidroksida (NaOH) karena dapat digunakan pada temperatur dan tekanan operasi yang relatif rendah serta memiliki kemampuan katalisator yang tinggi. Akan tetapi, katalis basa homogen sangat sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan (Kirk and Othmer, 1980). Keunggulan katalis homogen adalah konversi reaksi yang dihasilkan lebih besar dibandingkan katalis heterogen, tidak membutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi dalam reaksi (Setyawardhani dan Distantina, 2010).

## **2. Katalis Heterogen**

Katalis heterogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang tidak sama dengan reaktan dan produk. Katalis heterogen berada pada fasa padat sedangkan reaktan berada pada fasa cair. Keunggulan menggunakan katalis heterogen dibandingkan katalis homogen antara lain mempunyai aktivitas yang tinggi, tidak korosif, ramah lingkungan, biaya pembuatannya murah (Basumatary, 2010), efisiensinya yang tinggi, kemudahan untuk digunakan dalam berbagai media, kemudahan pemisahan katalis dari campuran reaksi, dan penggunaan ulang katalis (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006).

Dalam reaksi transesterifikasi katalis akan memecahkan rantai kimia minyak nabati sehingga rantai ester minyak nabati akan terlepas, begitu ester terlepas alkohol akan segera bereaksi dengannya dan membentuk biodiesel, sedangkan gliserin dan katalis yang tersisa akan mengendap setelah reaksi selesai.

Penggunaan katalis tidak boleh terlampaui banyak ataupun terlampaui sedikit, penggunaan katalis yang terlampaui banyak reaksi transesterifikasi akan menghasilkan emulsi, dan jika sedikit mengakibatkan pemisahan gliserol dan metil ester tidak sempurna.

Aktivitas suatu katalis juga sangat bergantung pada komponen penyusunnya. Katalis heterogen terdiri atas penyangga dan situs aktif. Situs aktif merupakan logam-logam transisi yang memiliki orbital  $d$  kosong atau memiliki elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998). Sedangkan penyangga katalis merupakan tempat terikatnya situs aktif. Berbagai logam telah diaplikasikan sebagai situs aktif diantaranya Fe, Ni, Ti, Al, Co, Cu, Zn dan lain-lain.

Terlepas dari peranan situs aktif, penyangga katalis mengambil peranan penting dalam aktivitas katalisis suatu katalis heterogen. Penyangga berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi fasa aktif, memperbaiki kekuatan mekanik, serta meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalis. Material yang digunakan sebagai penyangga biasanya material yang memiliki luas permukaan yang besar dan mempunyai ketahanan mekanis dan termal yang baik. Banyak bahan yang telah diaplikasikan sebagai

penyangga katalis seperti alumina aktif (Wang and Liu, 1998), zeolit (Breck, 1974; Igarashi *et al.*, 2004), dan silika (Benvenuti and Yoshitaka, 1998; Yang *et al.*, 2006; Pandiangan dkk., 2009).

## **E. Karakterisasi Katalis**

### **1. X-Ray Fluorescence (XRF)**

*X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif.

Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari sumber sinar-X (Jenkin, 1988).

Hasil analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur pada energi sinar-X karakteristiknya. Kemudian hasil analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum (Rosika dan Nugroho, 2005).

Pada analisis kuantitatif, faktor-faktor yang berpengaruh dalam analisis antara lain matriks bahan, kondisi kevakuman, konsentrasi unsur dalam bahan, dan pengaruh unsur yang mempunyai energi karakteristik berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang dianalisis (Jenkin *et al.*, 1995)

## 2. X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk karakterisasi struktur kristal dan fasa kristalin. Analisis XRD merupakan metode yang penting untuk karakterisasi zeolit, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Hal ini dikarenakan metode ini memberikan informasi tentang kemurnian ataupun perubahan parameter kisi dari suatu kristal (Atkins, 1999). Metode ini bersifat tidak merusak, yang berarti sampel tidak dapat dipengaruhi oleh analisis dan masih dapat digunakan untuk analisis lain (Tan, 1991). Ketika sampel diuji, teknik difraksi hanya memberikan tampilan data-data dari struktur. Perubahan panjang kerangka mempengaruhi posisi puncak difraktogram, misalnya penggantian ikatan Al-O (1,69 Å) dengan ikatan yang lebih pendek Si-O (1,61 Å) yang menyebabkan unit-unit sel mengkerut. Hal ini akan menurunkan jarak  $d$  dan menggeser puncak difraksi ke arah  $2\theta$  yang lebih tinggi (Hamdan, 1992).

Setiap senyawa kristalin memiliki pola difraksi sinar-X yang dapat digunakan sebagai sidik jari atau identifikasi. Analisis kualitatif dan kuantitatif jenis mineral zeolit dengan menggunakan difraktogram standar dari Indonesian Zeolite Association (IZA). Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik, oleh karena itu pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa. Pada zeolit, intensitas dari puncak pada sudut kecil tergantung pada kandungan air antar kristal, sehingga intensitasnya akan menurun dengan adanya dehidrasi. Zeolit murni dengan

derajat kristalinitas tinggi akan menghasilkan puncak sempit yang sangat jelas dengan garis dasar yang rendah dan datar (Atkins, 1999).

### **3. Brunauer-Emmett-Teller (BET)**

Zeolit berfungsi sebagai katalis ditentukan beberapa faktor penentu, antara lain luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori. Suatu bahan padat seperti katalis, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal (makroskopik) meliputi permukaan luar bahan, sedangkan luas permukaan internal (mikroskopik) meliputi semua pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan (Nurwijayadi, 1998). Luas permukaan katalis pada penelitian ini ditentukan melalui pengukuran menggunakan *Surface Area Analyzer Quantachrome NOVA-1000* versi 2.2 yang didasarkan pada metode BET yaitu adsorpsi dan desorpsi isoteremis dari gas yang diserap (nitrogen).

### **4. Scanning Electron Microscopy (SEM) - Energy Dispersive X-ray (EDX)**

Perangkat alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dirangkaikan dengan *Energy Dispersive X-ray* (EDX) digunakan untuk menganalisis komposisi kimia suatu permukaan secara kualitatif dan kuantitatif. Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat diamati dengan EDX (Sartono, 2007). Analisis EDX dimaksudkan untuk mengetahui ketidakhomogenan pada sampel dan menganalisis secara kualitatif dan kuantitatif jenis unsur atau oksida logam

yang masuk ke dalam matriks zeolit pada pembuatan katalis heterogen dengan proses pertukaran ion. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini dapat dilihat secara langsung pada hasil SEM-EDX berupa bentuk tiga dimensi gambar atau foto (Smallman, 2000). Kelebihan menggunakan SEM-EDX yaitu antara lain material atau sampel dapat dikarakterisasi tanpa persiapan khusus, karena itu sampel yang tebal sekalipun (*bulk*) juga dapat dianalisis (Handayani dan Sitompul, 1996).

### **5. *Fourier Transform Infrared (FTIR)***

FTIR digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik baik menganalisis senyawa organik dan anorganik. FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel (Alfaruqi, 2008). FTIR digunakan untuk analisis kualitatif meliputi analisis gugus fungsi (adanya “peak” dari gugus fungsi spesifik) beserta polanya dan mengetahui ikatan kimia yang dapat ditentukan dari spektra vibrasi yang dihasilkan oleh suatu senyawa pada bilangan gelombang tertentu sedangkan analisis kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu dan melakukan perhitungan tertentu dengan menggunakan intensitas.

Khusus untuk katalis, FTIR digunakan juga untuk identifikasi jenis situs asam yang ada dalam katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003). Dari spektra yang dihasilkan dari FTIR, jenis situs asam (Brønsted-Lowry atau Lewis) yang terdapat pada katalis dapat diketahui melalui puncak-puncak

serapan yang dihasilkan dari interaksi basa adsorbat dengan situs-situs asam tersebut. Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Brønsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485 – 1500, ~1620, dan ~1640  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan untuk situs asam Lewis puncak-puncak muncul akibat terbentuknya ikatan koordinasi antara ikatan C-C dengan kompleks piridin dan ditandai oleh puncak-puncak serapan pada bilangan gelombang 1447 – 1460, 1488- 1503, ~1580, dan 1600 – 1633  $\text{cm}^{-1}$  (Tanabe, 1981).

#### **F. Minyak Kelapa Sebagai Bahan Baku Biodiesel**

Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif yang dapat dijadikan pilihan dan terbarukan yang saat ini terus meningkat sebagai pengganti bahan bakar fosil. Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati maupun lemak hewani yang mengandung monoalkil ester dari rantai panjang asam-asam lemak jenuh maupun tidak jenuh. Biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas yang tergantung pada kualitas minyak yang digunakan sebagai bahan baku.

Dewasa ini minyak nabati lebih sering digunakan sebagai bahan baku biodiesel dibandingkan dengan lemak hewani. Bahan baku minyak nabati ini masih menjadi andalan dan potensial karena keberadaannya yang dapat diperbaharui. Selain itu, terdapat beberapa kelebihan biodiesel antara lain adalah tidak beracun, dapat dibiodegradasi, mempunyai bilangan setana yang tinggi, berkekentalan mirip solar, relatif lebih stabil terhadap perengkahan,

mengurangi emisi karbon monoksida, hidrokarbon dan nitrogen oksida (Syani, 2014; Meliyana, 2015). Serta memiliki *flash* yang tinggi daripada diesel normal, sehingga tidak menyebabkan mudah terbakar (Lotero, 2004).

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa *cetane number* (CN) biodiesel lebih tinggi dari pada minyak diesel (solar). *Cetane number* rata-rata minyak diesel 45, sedangkan biodiesel 62 untuk yang berbasis kelapa sawit, 51 untuk jarak pagar dan 62,7 untuk yang berbasis kelapa sayur (Soerawidjaja, 2003).

Menurut BPS (2012), di Indonesia tanaman kelapa merupakan sumber minyak nabati yang sangat potensial untuk industri biodiesel didukung oleh luas perkebunan kelapa yang mencapai 377.350 Ha selain kelapa, terdapat juga tanaman kelapa sawit, jarak pagar, dan jarak kaliki juga merupakan tanaman penghasil minyak nabati yang sangat potensial di Indonesia.

Minyak kelapa memiliki potensi yang sangat besar dikembangkan sebagai sumber utama bahan pembuatan biodiesel. Minyak kelapa merupakan ester dari gliserol dan asam lemak, sehingga dikenal juga sebagai gliserida.

Komponen minyak kelapa adalah asam lemak jenuh sekitar 90% dan asam lemak tak jenuh 10%. Asam lemak jenuh didominasi oleh asam laurat yang memiliki rantai karbon 12, termasuk asam lemak rantai menengah dan jumlahnya sekitar 44 – 52%, sehingga minyak kelapa sering disebut dengan minyak laurat (Sibuea, 2004). Adapun kandungan asam lemak minyak kelapa disajikan pada Tabel 3.

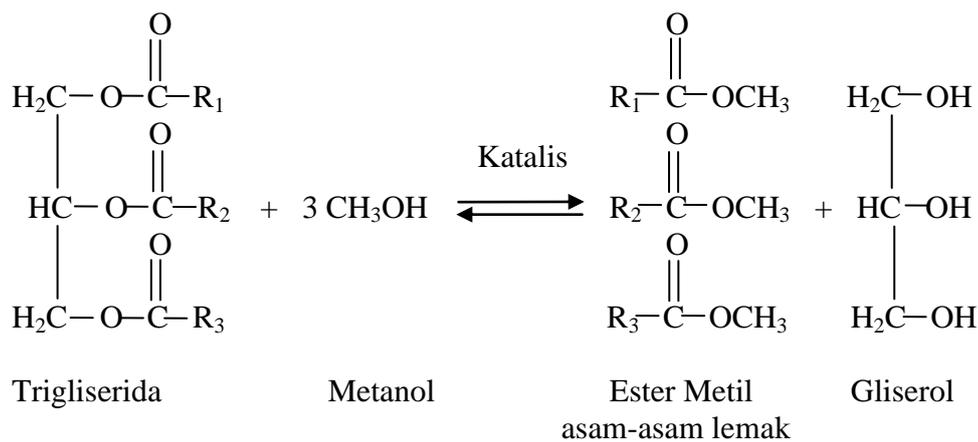
**Tabel 3.** Kandungan asam lemak minyak kelapa (Sibuea, 2004)

<b>Asam Lemak</b>	<b>Rumus kimia</b>	<b>Jumlah (%)</b>
<b>Asam Lemak Jenuh</b>		
Asam kaproat	$C_5H_{11}COOH$	0,0 - 0,8
Asam kaprilat	$C_7H_{15}COOH$	5,5 - 9,5
Asam kaprat	$C_9H_{19}COOH$	4,5 - 9,5
Asam laurat	$C_{11}H_{23}COOH$	44,0 - 52,0
Asam miristat	$C_{13}H_{27}COOH$	13,2 - 19,0
Asam palmitat	$C_{15}H_{31}COOH$	7,5 - 10
Asam stearat	$C_{17}H_{35}COOH$	1,0 - 3,0
<b>Asam Lemak Tak Jenuh</b>		
Asam palmitat	$C_{15}H_{29}COOH$	0,0 - 1,3
Asam oleat	$C_{17}H_{33}COOH$	5,0 - 8,0
Asam linoleat	$C_{17}H_{31}COOH$	1,5 - 2,5

Dalam minyak kelapa murni terdapat komponen asam lemak berantai sedang yang memiliki banyak fungsi, antara lain mampu merangsang produksi insulin sehingga proses metabolisme glukosa dapat berjalan normal. Selain itu, komponen asam lemak berantai sedang juga bermanfaat dalam mengubah protein menjadi energi. Asam laurat dan asam lemak jenuh berantai pendek seperti asam kaprat, kaprilat, dan miristat yang terkandung dalam minyak kelapa murni dapat berperan positif dalam pembakaran nutrisi makanan menjadi energi dengan bantuan katalis asam (Sutarmi, 2005).

### **G. Reaksi Transesterifikasi**

Pada hakekatnya biodiesel adalah reaksi transesterifikasi minyak nabati atau minyak hewani. Transesterifikasi merupakan perubahan suatu ester menjadi ester lain melalui reaksi dengan alkohol. Secara umum transesterifikasi dapat dituliskan dengan persamaan reaksi seperti ditunjukkan dalam Gambar 5.

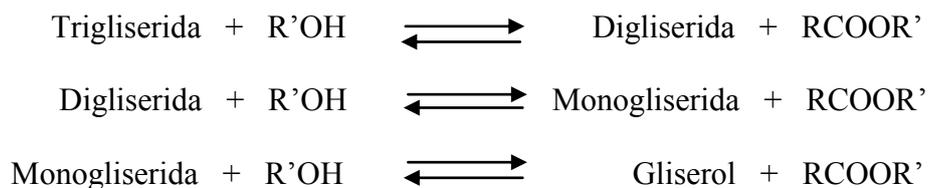


**Gambar 5.** Reaksi transesterifikasi

Bila dikaitkan dengan biodiesel, transesterifikasi merupakan perubahan gliserida dari minyak nabati maupun minyak hewani menjadi ester yang lebih sederhana dengan mereaksikannya dengan alkohol. Dalam reaksi ini, gugus gliserida digantikan oleh gugus metil atau etil dari alkohol dan gliserida diubah menjadi gliserol sebagai hasil samping. Alkohol yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah alkohol rantai pendek karena bereaksi lebih cepat dengan trigliserida.

Secara umum, gliserida yang terkandung dalam minyak nabati dapat dibedakan menjadi tiga golongan yakni monogliserida, digliserida, dan trigliserida.

Semua jenis gliserida tersebut dapat mengalami reaksi transesterifikasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 4.** Reaksi transesterifikasi antara trigliserida dan metanol

Pada proses transesterifikasi juga menggunakan katalis dalam reaksinya. Tanpa adanya katalis, konversi yang dihasilkan maksimum namun reaksi berjalan dengan lambat (Mittlebatch, 2004). Percepatan reaksi tersebut terjadi karena katalis mempengaruhi mekanisme reaksi yang berlangsung, dimana penggunaan katalis asam atau basa melibatkan mekanisme yang berbeda. Secara umum diketahui bahwa reaksi transesterifikasi diawali dengan reaksi antara alkohol dengan katalis untuk menghasilkan spesies aktif yang selanjutnya bereaksi dengan asam lemak.

## **H. Karakteristik Biodiesel**

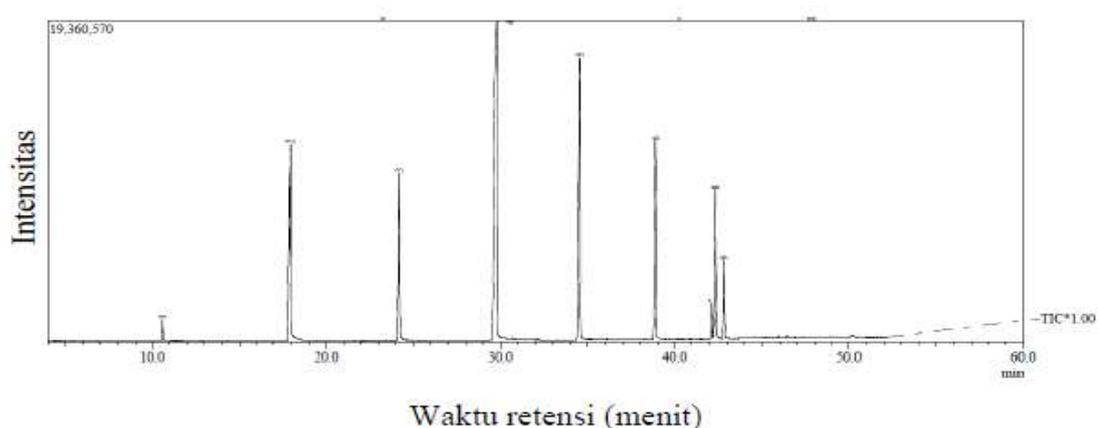
### **1. Analisis Komposisi Biodiesel dengan *Gas Chromathography – Mass Spectroscopy* (GC-MS)**

Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, biodiesel merupakan kandungan metil atau ester asam lemak, tergantung pada jenis alkohol yang digunakan pada proses reaksi transesterifikasi. Untuk mengetahui komposisi biodiesel perlu dilakukan analisis menggunakan kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS), dengan memanfaatkan volatilitas ester yang tinggi sehingga dapat diubah menjadi gas dengan mudah dalam perangkat GC-MS (Syani, 2014; Meliyana, 2015).

Pada dasarnya perangkat GC-MS merupakan gabungan antara perangkat kromatografi gas yang berfungsi untuk memisahkan komponen yang ada dalam satu sampel dan perangkat spektrometri massa yang berfungsi sebagai detektor. Proses analisisnya adalah dimulai dari sampel yang diuapkan dan didorong

menuju ruang pengion yang akan menghasilkan ion-ion bermuatan positif dan molekul dipisahkan dalam bentuk ionnya, ion positif masuk ke daerah penganalisis massa dan akibat medan magnet yang menyebabkan lintasan menjadi melengkung, fragmen akan bergerak cepat menuju celah keluar dengan cara memvariasikan potensial akselerasi atau kekuatan medan magnet yang akan dicatat oleh rekorder.

Pada penelitian Meliyana (2015) biodiesel yang dihasilkan dari minyak kelapa dengan katalis zeolit dikarakterisasi menggunakan GC-MS yang menghasilkan kromatogram seperti pada Gambar 8.



**Gambar 5.** Kromatogram biodiesel dari minyak kelapa (Meliyana, 2015)

Berdasarkan kromatogram pada Gambar 9 terdapat sembilan puncak yang terpisah cukup baik dan menandakan bahwa terdapat sembilan senyawa dalam biodiesel. Puncak-puncak tersebut menjelaskan bahwa reaksi transesterifikasi minyak kelapa sepenuhnya mengubah asam lemak menjadi biodiesel.

Komponen yang terdapat pada hasil transesterifikasi (biodiesel) adalah metil kaproat, metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat, metil oleat, dan metil stearat.

## 2. Karakterisasi Fisik

### a. Viskositas

Viskositas merupakan suatu nilai yang menyatakan besarnya hambatan aliran suatu zat cair. Viskositas disebabkan oleh adanya gaya kohesi atau gaya tarik menarik antara molekul sejenis. Semakin tinggi viskositas maka semakin kental zat cair tersebut sehingga semakin sukar untuk mengalir (Wardan dan Zainal, 2003). Pada dasarnya, bahan bakar harus memiliki viskositas yang relatif rendah agar mudah mengalir dan teratomisasi. Jika nilai viskositas terlalu tinggi maka akan menyebabkan gesekan di dalam pipa semakin besar, kerja pompa semakin berat, penyaringannya sulit dan kemungkinan besar kotoran ikut mengendap, serta susah mengabutkan bahan bakar (Dyah, 2011). Biodiesel pada umumnya memiliki rentang viskositas antara 2,3- 6,0 mm<sup>2</sup>/s, untuk ester minyak sawit memiliki viskositas sebesar 4,6 mm<sup>2</sup>/s (Ajiwe *et al.*, 2003), minyak kelapa 3,03 mm<sup>2</sup>/s (Alamu, 2007) dan minyak jarak 4,20 mm<sup>2</sup>/s (Francis *et al.*, 2005).

### b. Densitas

Densitas merupakan pengukuran massa setiap satuan volume benda pada suhu tertentu. Semakin tinggi massa jenis suatu benda, maka semakin besar pula massa setiap volumenya. Sebuah benda yang memiliki massa jenis lebih tinggi (misalnya besi) akan memiliki volume yang lebih rendah daripada benda bermassa sama yang memiliki massa jenis lebih rendah (misalnya air). Prinsip dari penentuan densitas biodiesel adalah perbandingan massa contoh tanpa

udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Berdasarkan SNI 7182:2015, massa jenis standar biodiesel sebesar 0,850-0,890 g/mL (Pangesti, 2017; Meliyana, 2015).

**c. Titik Nyala (*Flash Point*)**

Titik nyala adalah suhu terendah di mana campuran senyawa dengan udara pada tekanan normal dapat menyala setelah ada suatu inisiasi. Analisis titik nyala dilakukan untuk mengetahui apakah biodiesel yang dihasilkan layak digunakan sebagai bahan bakar atau tidak. Berdasarkan SNI 7182-2015, biodiesel memiliki titik nyala minimal 100°C. Pada penelitian Padil dkk. (2010), titik nyala pada biodiesel minyak kelapa yang dihasilkannya adalah sebesar 110 °C. Hasil penelitian lainnya, Diaz dan Galindo (2007) juga menghasilkan biodiesel dari minyak kelapa yang memiliki titik nyala 107 °C.

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama enam bulan yaitu pada bulan Januari sampai Juni 2018 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung. Kemudian karakterisasi katalis menggunakan metode *Brunauer-Emmett-Teller Analysis* (BET), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) - *Energy Dispersive X-ray* (EDX) dilakukan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM)-BATAN, *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di Universitas Negeri Padang, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan di Universitas Islam Indonesia Yogyakarta, sedangkan produk hasil transesterifikasi dilakukan analisis *Gas Chromathography - Mass Spectroscopy* (GC-MS) di Universitas Gajah Mada Yogyakarta dan analisis titik nyala (*flash point*) dan densitas dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Universitas Lampung.

## **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, mortal dan alu, neraca analitik, ayakan ukuran 100 *mesh*, oven, *furnace*, gelas kimia, gelas ukur, spatula, batang pengaduk, *hotplate stirrer*, corong gelas, corong pisah, pipet tetes, erlenmeyer, viskometer, refluks, termometer, labu bulat, dan spinbar.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam yang berasal dari Campang Tiga Lampung Selatan yang dikelola oleh CV. Minatama, larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M, minyak kelapa, akuades, metanol, kertas saring, dan indikator universal.

## **C. Prosedur Kerja**

### **1. Persiapan Sampel ZAL**

Zeolit alam yang berasal dari Campang Tiga Lampung Selatan yang dikelola oleh CV. Minatama terlebih dahulu dilakukan proses penghalusan dengan cara ditumbuk dan disaring hingga berukuran 100 *mesh*.

### **2. Aktivasi ZAL**

Untuk menghilangkan zat pengotor yang terdapat pada ZAL tersebut dilakukan aktivasi dengan ditimbang zeolit alam sebanyak 20 gram kemudian diaktivasi secara kimia menggunakan larutan  $\text{HCl}$  0,05 M dan  $\text{HNO}_3$  0,05 M selama 1 jam dan diaktivasi secara fisika dengan variasi suhu 600, 800, 900 dan

1000 °C selama 6 jam. Selanjutnya zeolit yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan metode BET untuk menentukan luas permukaan material.

### **3. Persiapan ZAL Sebagai Katalis Asam (H-ZAL)**

ZAL yang telah diaktivasi, ditimbang sebanyak 10 gram kemudian dicampurkan dengan 100 mL larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80 °C selama 24, 48 dan 72 jam dengan setiap 24 jam dilakukan penggantian larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M. Selanjutnya campuran disaring dan dicuci dengan akuades. Kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 80 °C selama 24 jam. Lalu dikalsinasi dengan suhu 550 °C selama 6 jam.

### **4. Karakterisasi H-ZAL**

Karakterisasi H-ZAL dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu aktivasi dan teknik pertukaran ion dengan menggunakan BET untuk mengetahui luas permukaan, XRF untuk mengetahui unsur-unsur komponen penyusun, XRD untuk mengetahui struktur kristalografi sampel zeolit, apakah bersifat amorf atau kristalin, SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi unsur zeolit, dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari sampel serta jenis situs asam yang terkandung di dalamnya menggunakan sinar radiasi infra merah. Selain itu, karakterisasi fisik pada katalis berupa penentuan jumlah situs asam juga dilakukan. Penentuan keasaman atau jumlah situs asam katalis dilakukan secara gravimetri (ASTM, 2005) melalui keadsorpsi basa piridin. Langkah-langkah untuk analisis keasaman katalis adalah sebagai berikut:

1. Sampel ditimbang sebanyak 0,2 gram dan dimasukkan ke dalam cawan krus berukuran 10 mL.
2. Cawan krus diletakkan di dalam desikator bersama basa piridin sebanyak 5 ml yang ditempatkan dalam cawan terpisah.
3. Desikator kemudian ditutup selama 24 jam untuk memberikan waktu katalis mengadsorpsi basa piridin.
4. Setelah 24 jam, katalis dikeluarkan dan dibiarkan di tempat terbuka selama 2 jam.
5. Katalis ditimbang untuk mendapatkan berat akhir.

Jumlah situs asam yang terdapat pada katalis ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut.

$$Keasaman = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1)} \times 1000 \text{ mmol/g}$$

Keterangan :

$W_1$  : berat wadah kosong

$W_2$  : berat wadah + sampel

$W_3$  : berat wadah + sampel yang telah mengadsorpsi piridin

BM : bobot molekul piridin

## 5. Uji Aktivitas Katalis

Untuk mengetahui apakah zeolit yang dihasilkan memiliki unjuk kerja sebagai katalis, maka H-ZAL digunakan sebagai katalis pada proses transesterifikasi minyak kelapa menggunakan metode yang telah digunakan sebelumnya (Lemoine and Thompson, 2014; Vieira *et al.*, 2015).

### **a. Penentuan Rasio Metanol Terhadap Minyak**

Variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, yakni rasio minyak/metanol, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini dilakukan dengan variasi rasio minyak/metanol yang digunakan adalah 1 : 3 ; 1 : 5 ; 1 : 7 ; dan 1 : 9 dengan menggunakan jumlah katalis sebesar 5% dari berat minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, minyak kelapa, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang selanjutnya direfluks selama 3 jam pada suhu 70 °C. Biodiesel yang dihasilkan dari metode refluks kemudian didinginkan pada suhu kamar, disaring dan dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam agar terjadi pemisahan antara biodiesel dengan minyak yang tersisa (Syani, 2014; Meliyana, 2015; Pangesti, 2017). Biodiesel yang dihasilkan kemudian diukur volume dan ditentukan persen konversi minyak. Rasio minyak/metanol yang menghasilkan konversi terbanyak selanjutnya digunakan pada penelitian selanjutnya, yakni penentuan jumlah katalis optimum.

### **b. Penentuan Jumlah Katalis Optimum**

Setelah diketahui kondisi optimum dari variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi yakni rasio metanol/minyak, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini, variasi jumlah katalis yang digunakan adalah 3, 5, 8, dan 10% dari berat minyak. Jumlah katalis yang menghasilkan konversi minyak terbanyak merupakan jumlah katalis optimum.

## 6. Karakterisasi Produk Transesterifikasi

Untuk menguji kelayakan biodiesel sebagai bahan bakar aplikasi, sampel hasil transesterifikasi dianalisis untuk menentukan beberapa parameter teknis meliputi titik nyala (*flash point*) dan densitas. Selain itu, karakterisasi biodiesel untuk mengidentifikasi komponen-komponen penyusun sampel dilakukan dengan menggunakan GC-MS.

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

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa dianalisis dengan menggunakan GC-MS. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen dalam produk, dan secara khusus untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat dalam minyak nabati mampu diubah menjadi mono ester atau metil ester (Syani, 2014; Meliyana, 2015).

### b. Analisis Densitas

Prinsip kerja dari penentuan densitas adalah perbandingan massa dan volume tertentu. Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Menimbang piknometer dalam keadaan kosong.
2. Memasukkan fluida yang akan diukur massa jenisnya ke dalam piknometer tersebut.
3. Menutup piknometer apabila volume yang diisikan sudah tepat.
4. Menimbang massa piknometer yang berisi fluida tersebut.

5. Menghitung massa fluida yang dimasukkan dengan cara mengurangi massa pikno berisi fluida dengan massa pikno kosong.
6. Setelah mendapat data massa dan volume fluidanya, kita dapat menentukan nilai rho/massa jenis( $\rho$ ) fluida dengan persamaan:

$$\text{Densitas} = \frac{(W_2 - W_1)}{V}$$

Keterangan :

$W_1$  = berat piknometer kosong (g)

$W_2$  = berat piknometer + sampel (g)

$V$  = 4,949 mL

7. Membersihkan dan mengeringkan piknometer.

### c. Analisis Titik Nyala (*Flash Point*)

Analisis titik nyala dilakukan untuk mengetahui apakah biodiesel yang dihasilkan layak digunakan sebagai bahan bakar atau tidak. Langkah-langkah untuk analisis *flash point* biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Sampel dimasukkan ke dalam mangkok uji hingga garis batas pengujian
2. Suhu sampel dan mangkok uji diatur sekitar 18°C di bawah kisaran perkiraan suhu *flash point* sampel
3. Mangkok uji ditutup
4. Cahaya nyala dihidupkan dan diatur densitasnya (kenaikkan suhu diatur sebesar 5 – 6 °C/menit dan sampel diaduk dengan menggunakan alat pengaduk pada kecepatan 90 – 120 rpm)
5. Pengadukan dihentikan dan gas pembakar ditambahkan dengan mengoperasikan penutup mangkok uji.

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### A. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Zeolit alam Lampung (ZAL) memiliki kandungan mineral yang terdiri dari klipnotilolit dan mordenit.
2. ZAL diaktivasi dengan suhu 800 °C memiliki luas permukaan yang besar yaitu sebesar 19,263 m<sup>2</sup>/g
3. Katalis H-ZAL dengan pertukaran ion selama 48 jam memiliki aktivitas katalitik efektif yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa yang capaian persen konversi sebesar 47% dengan katalis H-ZAL sebesar 5%.
4. Hasil analisis biodiesel dengan GCMS, menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa merubah asam lemak menjadi metil ester dan hasil karakterisasi fisik biodiesel menunjukkan bahwa produk belum memenuhi persyaratan biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015.

5. Hasil karakterisasi katalis H-ZAL menggunakan XRF menyatakan bahwa kation seperti K, Ca, dan Mg mengalami penurunan persentase, dengan XRD menggambarkan bahwa katalis H-ZAL bersifat kristalin dengan kandungan mineral terdiri dari klipnotilolit dan mordenit, dengan SEM-EDX menunjukkan bahwa katalis H-ZAL merupakan bahan berpori dengan morfologi permukaan yang homogen, dari hasil metode gravimetri diperoleh bahwa katalis H-ZAL memiliki jumlah situs asam sebesar 1,2040 mmol/g dan dengan FTIR menunjukkan bahwa katalis H-ZAL memiliki jenis situs asam Brønsted-Lowry.

## **B. Saran**

Berdasarkan unjuk kerja katalis H-ZAL yang dibuat untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa, untuk penelitian selanjutnya disarankan untuk dilakukan modifikasi katalis agar dapat meningkatkan persen konversi minyak menjadi biodiesel dan meneliti penggunaan katalis yang sama untuk pengolahan minyak nabati lainnya menjadi biodiesel.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ajiwe, V. I. E., Ajibola, V. O., and Martins, C. M. A.O. 2003. Biodiesel Fuels From Palm Oil, Palm Oil Methylester and Ester-Diesel Blends. *Bulletin of Chemical Society of Ethiopia*. **17** (1):19-26.
- Akimkhan, A. M. 2012. *Structural and Ion-Exchange Properties of Natural Zeolite*. Lisence in tech.
- Alamu, O. J., Dehinbo, O., and Sulaiman, A. M. 2010. Production and Testing of Coconut Oil Biodiesel Fuel and its Blend. *Leonardo Journal of Science*. **9** (16):95-104.
- Alfaruqi, M. H. 2008. *Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal Terhadap Kristalinitas Material Silika SBA-15*. Skripsi. Jurusan Teknik Metalurgi dan Material. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Jakarta.
- ASTM D4824-03. 2005. *Test Method for Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption*. Manual Book of ASTM.
- Atkins, P. W. 1999. *Kimia Fisika*. Jilid 2 Edisi 4. Erlangga. Jakarta.
- Baroutian, S., Aroua, M.K., Raman, A. A. A., and Sulaiman, N. M. N. 2010. Potassium Hydroxide Catalyst Supported on Palm Shell Activated Carbon for Transesterification of Palm Oil. *Fuel Processing Technology*. **91** (102):1378-1385.
- Barrer, R.M., 1978. *Zeolites and Clay Minerals as Sorbents and Molecular Sieves*. Academic Press. London.
- Basumatary, S. 2013. Transesterification With Heterogeneous Catalyst in Production of Biodiesel: A Review. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. **5** (1):1-7.
- Bekkum, V.H., Flanigen, E.M., Jacobs, P.A., and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*. 2nd revised Ed. Elsevier. Amsterdam.

- Benvenuti, E. V. and Yoshitaka G. 1998. Comparative Study of Catalytic Oxidation of Ethanol to Acetaldehyde Using Fe(III) Dispersed on Sb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Grafted on SiO<sub>2</sub> and on Untreated SiO<sub>2</sub> Surfaces. *J. Braz. Chem.* **9** (5):469-472.
- Biro Pusat Statistik. 2012. *Lampung Dalam Angka*.
- Breck, D. W. 1974. *Zeolites Molecular Sieves Structure, Chemistry, and Use*. John Willey and Son, Inc. New York.
- Brito, A., Borges, M., and Otero, N. 2007. Zeolite Y as a heterogeneous catalyst in biodiesel fuel production from used vegetable oil. *Energy Fuels*. **21** (6):3280–3283.
- Campbell, I.M. 1988. *Catalyst at Surfaces*. Chapman and Hall. New York.
- Cheetam, D., A. 1992. *Solid State Compound*. Oxford University Press.
- Diaz, R.S., and F.C. Galindo. 2007. *Coco Metil Ester (CME) – The Perfect Diesel*. <http://moritz.botany.ut.ee>.
- Dwiyuni, M dan Raharja, S. 2006. Kajian Sifat Fisiko Kimia Ekstraksi Minyak Kelapa Murni (Virgin Coconut Oil, VCO) Dengan Metode Pembekuan Krim Santan. *Jurnal Teknologi Pertanian Institut Pertanian*. **18** (2):71-78.
- Dyah, B. P. S. 2011. *Produksi Biodiesel dari Mikroalga Chlorella sp dengan Metode Esterifikasi In-Situ*. Tesis. Teknik Kimia. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Ertan, A., and Ozkan. 2005. CO<sub>2</sub> and N<sub>2</sub> Adsorption on the Acid (HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) Treated Zeolites. *Adsorption*. **11** (1):151-156.
- Francis, G., Edinger, R., and Becker, K. 2005. A Concept for Simultaneous Wasteland Reclamation, Fuel Production and Socio-Economic Development In Degraded Areas In India: Need, Potential and Perspectives of Jatropha Plantations. *Natural Resources Forum*. **29** (1):12–24.
- Frenzer, G., and Maier, W. F. 2006. Amorphous Porous Mixed Oxides : Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Research*. **36** (1):281-331.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., D., Angelova, K., and Markovska, I. 2009. Synthetic zeolites - structure, classification, current trends in zeolite synthesis review *International Science conference*. Stara Zagora. Bulgaria. **5** (7):1-5.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites, Synthesis, Characterization and Modification*. Universiti Teknologi Malaysia. Kuala Lumpur.

- Handayani, A. dan A. S. Sitompul. 1996. *Teknik Pengamatan Struktur Mikro dengan SEM-EDAX*. Makalah Kunjungan dan Demo PTBIN BATAN. Serpong.
- Hanipa, P., Pardoyo, Taslimah, Arnelli, dan Astuti, Y. 2017. Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. **20** (2):79–83.
- Hayyan, A., Alam, MZ., Mirghani, M. E. S., Kabbashi, N. A., Hakimi, N. I. N. M., Siran, Y. M., and Tahiruddin S. 2011. Reduction of High Content of Free Fatty Acid in Sludge Palm Oil via Catalyst for Biodiesel. *Fuel Processing Technology*. **11** (2):129-140.
- Hendrawan, A. 2010. *Adsorpsi Unsur Pengotor Larutan Natrium Silikat Menggunakan Zeolit Alam Karangnungal*. Skripsi. Program Studi Kimia-Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- Hendri, J. 2000. Gabungan Aktivasi Asam Sulfat dan Pemanasan Zeolit Lampung Terhadap Daya Ion Amonium. *Jurnal Sains Teknologi*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Humam. 1996. Kemampuan Adsorpsi Zeolit Lampung yang Diaktifkan dengan Asam Sulfat dan Pemanasan Terhadap Ion Amonium. *Skripsi*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Husaini. 1992. *Daya Pertukaran Ion Zeolit Polmas Terhadap Ion Logam Berat*. Buletin PPTM. **14** (2):15-29.
- Igarashi, H., Murakami, H., Murakami, Y., Maruyama, S., and Nakashima, N. 2004. Purification and characterization of zeolite-supported single-walled carbon nanotubes catalytically synthesized from ethanol. *Chemical Physics Letters*. **392** (4):529–532.
- Jenkin, R. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. John Wiley & Sons. New York.
- Jenkin, R., R. W. Gould, and G. Dale. 1995. *Quantitative X-Ray Spectrometry, Second Edition*. John Wiley & Sons. New York.
- Kirk, R.E. and Othmer, D. F. 1980. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 3rd ed. vol. 9. John Wiley and Sons. New York.
- Kiss A. A., Omota F., Dimian A. C., and Rothenberg, G. 2006. The heterogeneous advantage: biodiesel by catalytic reactive distillation. *Topics in Catalysis*. **40** (1):141-150.
- Korkuna, O., Leboda, L., Skubiszewska-Zieba, J., Vrublevska, T., Gunko, V. M., and Ryczkowski, J. 2006. Structural and physicochemical properties of

natural zeolites: clinoptilolite and mordenite. *Microporous and Mesoporous Materials*. **87** (1):243–254.

- Kroschwitz, J. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*. John Wiley and Sons. New York.
- Kusdarto. 2008. Potensi Zeolit Alam di Indonesia. Pusat Sumber Daya Geologi, Badan Geologi Departemen Energi Dan Sumber Daya Mineral. *Jurnal Zeolit Indonesia*. **7** (2):1411-6723.
- Lestari, D. Y. 2010. *Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara*. Prosiding seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Tema: “Profesionalisme Peneliti dan Pendidik dalam Riset dan Pembelajaran yang Berkualitas dan Berkarakter”. Jurnal kimia UNY. Yogyakarta.
- Lemoine, G. and Thompson, R. W. 2014. A preliminary study of acid catalyzed transesterification of a Jatropha-like bio-oil. *Biomass and Bioenergy*. **69** (1):169-174.
- Lotero, E., Liu, Y., Lopez, D.E., Suwannakarn, K., Bruce, D.A., and Goodwin J.G. 2005. Synthesis of Biodiesel Via Acid Catalysis. *Ind. Eng. Chem Res.* **44** (5):5353-5363.
- Mahardiani, L., 2010. *Preparation and Characterization of Ni/Zeolite From Natural Zeolite For Hydrocracking Process*. The 2th International Conference on Chemical Sciences (ICCS-2010).
- Mansir, N., Taufiq-Yap, Y. H., Rashid, U., Lokman, I. M. 2016. Investigation of heterogeneous solid acid catalyst performance on low grade feedstocks for biodiesel production: A review. *Energy Conversion and Management*. **141** (118):171-182.
- Meliyana, L. 2015. Preparasi Katalis CaO/SiO<sub>2</sub> Dari CaCO<sub>3</sub> dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel. *Skripsi*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Mittelbach, M. and Remschmidt, C. 2006. *Biodiesel: The Comprehensive Handbook*. 3rd Edition. Boersdruck Ges. Austria.
- Mockovčiakova, A., Matik, M., Orolí'nova, Z., Hudec, P., and Kmecova, E. 2007. Structural characteristics of modified natural zeolite. *J. Porous Mater.* **10** (15):559-564.
- Moffat, J. B. 1990. *Theoretical Aspects of Heterogeneous Catalysis*. Van Nostrand Reinhold. New York.
- Nurwijayadi. 1998. *Praktek Luas Muka*. Batan. Yogyakarta.

- Okto G., Rudy. 2009. Pengaruh Variasi Geometri dan Jumlah Fraksi Campuran. Tepung Tapioka, Aquades dan Zeolit Dalam Zeolit Pelet Yang Diaktivasi Fisik Terhadap Nilai Kekerasan Dan Prestasi Motor Diesel 4-Langkah. *Skripsi*. Jurusan Teknik Mesin. Fakultas Teknik. Universitas Lampung. Lampung.
- Padil, S. W., Wahyuningsih, S., dan Amir, A. 2010. Pembuatan biodiesel dari Minyak Kelapa Melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis  $\text{CaCO}_3$  yang Dipijarkan. *Jurnal Natur Indonesia*. **13** (1):27–32.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Suka, I. G., dan Novesar, J. 2009. *Metode Ekstraksi Silika dari Sekam Padi*. Lembaga Penelitian Universitas Lampung. 30 Desember 2009. P00200900776.
- Pangesti, G. G. 2017. Pengolahan Minyak Kelapa Sawit dan Minyak Jarak Pagar Menjadi Biodiesel Menggunakan Zeolit Sintetik Berbasis Silika Sekam Padi Sebagai Katalis. *Skripsi*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Poerwadio., Andreas, D., dan Masduqi, A. 2004. Penurunan Kadar Besi Oleh Media Zeolit Alam Ponorogo Secara Kontinyu. Jurusan Teknik Lingkungan FTSP – ITS. *Jurnal Purifikasi*. **5** (4):169-174.
- Pramitha, R. 2016. Pengaruh Perbandingan Molar dan Durasi Reaksi Terhadap Rendemen Biodiesel Dari Minyak Kelapa (Coconut Oil). *Skripsi*. Jurusan Teknik Pertanian. Fakultas Pertanian. Universitas Lampung. Lampung.
- Rakhmatullah, D. K. A. 2007. Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik untuk Kemurnian Bioetanol, Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri. *Skripsi*. Jurusan Teknik Fisika. Fakultas Teknik. ITB. Bandung.
- Ribeiro F.R., Rodrigues A.E., Rollmann L.D., Naccache C. 1984. *Zeolites: Science and Technology*. Martinus Nijhoff Publishers. Netherland.
- Rodriguez-Guerrero, J. K., Rosa, P. T. V., and Rubens, M. F. 2013. Production of Biodiesel from Castor Oil Using Sub and Supercritical Ethanol: Effect of Sodium Hydroxide on the Ethyl Ester Production. *Journal Of Supercritical Fluids*. **83** (1):124-132.
- Rosika K. dan A. Nugroho. 2005. Aplikasi XRF (*X-Ray Fluorescence*) Untuk Analisa Unsur Dalam Bahan. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Nasional & Expo IPTEK MIPA*. FMIPA Universitas Indonesia. Depok.
- Rosita, N., Erawati, T., dan Moegihardjo, M. 2004. *Pengaruh Perbedaan Metode Aktivasi Terhadap Efektivitas Zeolit sebagai Adsorben*. Majalah Farmasi Airlangga.

- Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintesis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri Jurnal Hibah Bersaing*. Jakarta.
- Sartono, A. A. 2007. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Tugas Akhir Mata Kuliah Proyek Laboratorium Dr. Kebamoto. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Satterfield, C. N. 1980. *Heterogeneous Catalysis in Practice*. McGraw-Hill Company. New York.
- Sasidharan M., and Kumar R. 2004. Transesterification over various zeolites under liquid-phase conditions. *J Mol Catal A Chem*. **210** (1):93-98.
- Sastiano, A. 1991. *Karakterisasi Deposit Mineral Zeolit Dalam Aspek Pemanfaatan di Bidang Pertanian Jilid I*. Bogor.
- Scott, M. A., Kathleen, A. C., and Prabir, K. D. 2003. *Handbook of Zeolite Science and Technology*. Marcel Dekker Inc.
- Seddigi, Z. S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetylacetone, TPD Ammonia, and FTIR of Adsorbed Pyridine. *The Arabian Journal for Science and Engineering*. **27** (1):149 – 156.
- Setyawardhani, D. & A., Distantina, S. 2010. *Penggeseran Reaksi Kesetimbangan Hidrolisis Minyak Dengan Pengambilan Gliserol Untuk Memperoleh Asam Lemak Jenuh Dari Minyak Biji Karet*. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia.
- Shu Q, Yang B, Yuan H, Qing S, Zhu G. 2007. Synthesis of biodiesel from soybean oil and methanol catalyzed by zeolite beta modified with La<sup>3+</sup>. *Catal Commun*. **8** (1):2159-2165.
- Sibuea, P. 2004. *Virgin Coconut Oil*. Kompas, 22 Desember 2004. 32 kolom 1-5.
- Sivasamy, A., Cheah, K. Y., Fornasiero, P., Kemausuor, F., Zinoviev, S., and Miertus, S. 2009. Catalytic Applications in the Production of Biodiesel from Vegetable Oils. *Chem Sus Chem*. **2** (1):278–300.
- Soerawidjaja, T. H. 2006. *Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel*. Handout Seminar Nasional Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan. UGM. Yogyakarta.
- Smallman, R. E. dan R. J. Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta.
- Su, C.H. 2013. Recoverable and Reusable Hydrochloric Acid Used as a Homogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *Applied Energy*. **104** (1):503-509.

- Subagjo. 1993. *Zeolit: Struktur dan Sifat-sifat*. Warta Insinyur Kimia.
- Sukardjo. 2002. *Kimia Fisika*. Bineka Cipta. Jakarta.
- Supandi, S. 2006. Karakterisasi Zeolit Alam dengan Metode Difraksi Sinar-X. Pusat Teknologi Batan, Industri Nuklir-BATAN. *Jurnal Zeolit Indonesia*.
- Supandi, A. Purwanto., dan Bambang, H. P. 1999. Analisis Struktur Kristal Klinoptilolit dan Mordenit Alam. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Sains Materi PPSM-BATAN*. Yogyakarta.
- Sutarmi, H. 2005. *Taklukkan Penyakit dengan VCO (Virgin Coconut Oil)*. Penebar Swadaya. Jakarta.
- Suyartono dan Husaini. 1992. *Kegiatan Penelitian dan Pengembangan Zeolit Indonesia*. Periode 1980-1981. Forum Pendapatan Pertambangan dan Energi No. 5/THN XVII/1992. Bandung.
- Swoboda, A. R., and G. W. Kunze. 2006. Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Montmorillonite Surface. *Texas Agricultural Experiment Station*. **1** (1): 277-288.
- Syani, F. 2014. Sintesis Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi Dengan Metode Elektrokimia Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa. *Skripsi*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Tan, K. H. 1991. *Principles of Soil Chemistry (Dasar-Dasar Kimia Tanah)*, Penerjemah: Didiek Hadjar Goenadi. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Tanabe, K. 1981. *Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology*. Springer-Link. Berlin.
- Udyani, K., dan Yustia, W. 2014. Aktivasi Zeolit Alam Untuk Peningkatan Kemampuan Sebagai Adsorben Pada Pemurnian Biodiesel. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi Terapan II*. Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya.
- Vieira, S. S., Magriotis Z. M., Ribeiro M. F., Graça I., Fernandes A., Lopes J. M. F. M., Coelho S. M., Santos N. Ap.V., Saczk A., Ap., 2015. Use of HZSM-5 modified with citric acid as acid heterogeneous catalyst for biodiesel production via esterification of oleic acid. *Microporous and Mesoporous Materials*. **201** (1):160–168.
- Wardan, S. dan Zainal, A. 2003. *Bahan Bakar dan Pelumas*. Fakultas Teknik. UNY. Yogyakarta.

- Wang, S. and G.Q. Liu. 1998. Reforming of Methane with Carbon dioxide over Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts: Effect of Nickel Precursor. *Applied Catalysis A: General*. **169** (1):271-280.
- Weitkamp, J. And Puppe L. 1999. *Catalyst and Zeolite : Fundamental and Application*. Spinger. Berlin.
- Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Biji Jarak Menjadi Metil Ester sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan Menggunakan Katalis KOH. *Tugas Akhir II*. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Negeri Semarang. Semarang.
- Windria, N.H., 2002. *Biodiesel : Alternatif Pendamping Solar*. BEI NEWS Edisi 12 Tahun IV.
- Yang, S., Liang, C., and Prins, R. 2006. A Novel Approach to Synthesizing Highly Active Ni<sub>2</sub>P/SiO<sub>2</sub> Hydrotreating Catalysts. *Journal of Catalysis*. **237** (1):118–130.