

**PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI KATALIS  
PENDUKUNG PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK  
KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**CINDY CLAUDIA PUTRI**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

## **ABSTRACT**

### **THE UTILIZATION OF LAMPUNG NATURAL ZEOLITE AS SUPPORT CATALYST IN TRANSESTERIFICATION REACTION OF PALM OIL TO BIODIESEL**

By

**CINDY CLAUDIA PUTRI**

The utilization of Lampung Natural Zeolite (ZAL) as support catalyst in transesterification reaction of palm oil to biodiesel was done in this research. Zeolite is grouped as porous material with large surface area, so it has so many utilizations in catalytic field. ZAL before activated contains many organic and anorganic impurities that covering the pores, causing reduction of its catalytic. In order to improve the activity of ZAL, activation and modification need to be required. The activation was performed chemically and physically. ZAL of activation results has the largest surface area on physically activation with temperature 800 °C, then modified by impregnated ZAL into KOH solution with concentration variations ( 0, 25, 50, 75, and 100 g ) in 100 mL aquades. Result of impregnated ZAL were used in the catalytic activity test as catalyst in transesterification reaction of palm oil to biodiesel. In this research, some variables such as ratio of palm oil and methanol, total catalyst, and optimum concentration of KOH catalyst were determined to produce high-quality biodiesel. The result showed optimum ratio of palm oil and methanol in transesterification reaction is 1:15, with total optimum catalyst 6 % to palm oil weight, and optimum concentration of impregnated ZAL with 50 g KOH / 100 mL aquades solution. Production of biodiesel in optimum conditions is 86 mL, with 100 % total of palm oil that converted and didn't form the glycerol. ZAL as a modified heterogenous catalyst with KOH can provide higher production of biodiesel with faster transesterification reaction time.

Keywords : natural zeolite, activation, impregnation, catalyst, transesterification, biodiesel.

## **ABSTRAK**

### **PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI KATALIS PENDUKUNG PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL**

Oleh

**CINDY CLAUDIA PUTRI**

Pada penelitian ini telah dilakukan pemanfaatan zeolit alam Lampung (ZAL) sebagai katalis pendukung pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Zeolit tergolong kedalam material berpori, membuatnya memiliki luas permukaan yang besar sehingga luas pemanfaatannya dibidang katalitik. ZAL sebelum diaktivasi mengandung banyak pengotor organik dan anorganik yang menutupi porinya, sehingga mengurangi aktivitas katalitik dari ZAL. Untuk memperbaiki aktivitas dari ZAL diperlukan aktivasi dan modifikasi. Aktivasi dilakukan secara kimia dan fisika. ZAL hasil aktivasi yang memiliki luas permukaan terbesar pada aktivasi fisika suhu 800 °C, selanjutnya dimodifikasi dengan cara ZAL diimpregnasi kedalam larutan KOH dengan variasi konsentrasi ( 0, 25, 50, 75, dan 100 gram ) dalam 100 mL akuades. ZAL hasil impregnasi selanjutnya digunakan dalam uji aktivitas katalitik sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Pada penelitian ini beberapa variabel penelitian seperti rasio minyak dan metanol, jumlah katalis, dan konsentrasi katalis KOH optimum ditentukan untuk menghasilkan biodiesel berkualitas tinggi. Hasil penelitian menunjukkan rasio optimum berat minyak dan metanol pada reaksi transesterifikasi 1:15, dengan jumlah katalis optimum 6 % terhadap berat minyak, dan konsentrasi katalis optimum pada ZAL yang diimpregnasi dengan larutan KOH 50 gram / 100 mL akuades. Biodiesel yang dihasilkan pada kondisi optimum ini sejumlah 86 mL, dengan 100 % jumlah minyak yang terkonversi, dan tidak membentuk produk samping (gliserol). ZAL sebagai katalis heterogen yang dimodifikasi dengan KOH dapat memberikan jumlah biodiesel yang lebih tinggi dengan waktu reaksi transesterifikasi yang lebih cepat.

Kata kunci : zeolit alam, aktivasi, impregnasi, katalis, transesterifikasi, biodiesel.

**PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI KATALIS  
PENDUKUNG PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK  
KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL**

**Oleh**

**CINDY CLAUDIA PUTRI**

**(Skripsi)**

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

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



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

Judul Skripsi : **PEMANFAATAN ZEOLIT ALAM LAMPUNG  
SEBAGAI KATALIS PENDUKUNG PADA  
REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK  
KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL**

Nama Mahasiswa : **Cindy Claudia Putri**

No. Pokok Mahasiswa : 1417011019

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

**Prof. Suharso, Ph.D.**  
NIP 19690530 199512 1 001

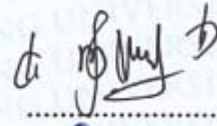
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

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

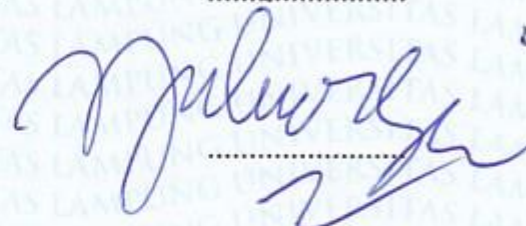
## MENGESAHKAN

### 1. Tim Penguji

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

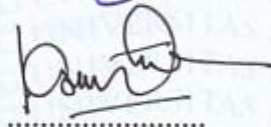


Sekretaris : **Prof. Suharso, Ph.D.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.**

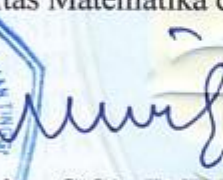


### 2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 19710212 199512 1 001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **16 Agustus 2018**

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 01 Juni 1996, sebagai anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Mahbur dan Almh. Ibu Elsiana. Penulis mengawali pendidikan di TK Melati Puspa pada tahun 2000. Penulis melanjutkan pendidikannya pada jenjang Sekolah Dasar di SDN 1 Waykandis Bandar Lampung pada tahun 2002. Penulis melanjutkan pendidikannya pada jenjang Sekolah Menengah Pertama di SMPN 29 Bandar Lampung pada tahun 2008. Pada tahun 2011 penulis melanjutkan pendidikan pada jenjang Sekolah Menengah Atas di SMAN 12 Bandar Lampung. Pada tahun 2014 penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN).

Selama menjadi mahasiswi, Penulis juga aktif sebagai anggota bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi (KPO) di Organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung periode 2015/2016 dan 2016/2017. Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum kimia dasar pada tahun 2016 dan 2018, praktikum kimia anorganik II pada tahun 2017 dan 2018.

Pada tahun 2017 Penulis mendapatkan beasiswa Peningkatan Prestasi Akademik (PPA). Pada tahun yang sama, Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) pada tanggal 24 Juli – 31 Agustus 2017 di Desa Gunung Sari, Kecamatan Way Khilau, Kabupaten Pesawaran.



## MOTTO

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

*“Allah SWT does not burden a soul beyond that it can bear”*

*(Q.S Al-Baqarah: 286)*

*Never lose hope and trust in the power of Dua,*

*Allah will grant you everything you want*

*As long as it's good for you.*

*(Anonim)*

*A dream doesn't become reality through magic;*

*It takes sweat, determination, and hard work,*

*(Colin Powell)*

*The minute you think you should give up,*

*Think of the reason why you held on so long.*

*(Anonim)*

*Do and accept everything with patience and sincerity.*

*(Writer)*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*“Dengan menyebut nama Allah Yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang”*

*Atas Rahmat Allah SWT*

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

*Kedua orang tuaku,*

*Bapak Mahbur dan Almh. Ibu Elsiana yang selalu memberikan do'a terbaik, dukungan serta senantiasa berkorban untukku yang mungkin takkan pernah terbalaskan dengan apapun dan sampai kapanpun.*

*Adikku, Dea Meranda yang selalu memberikan keceriaan, doa, dan semangat untukku.*

*Pembimbing penelitianku, Ibu Dr. Mita Rilyanti M.Si.*

*Dosen-dosen yang selama ini telah memberikan banyak ilmu dan pelajaran kepadaku.*

*Sahabat terdekatku yang selama ini telah memberikan banyak dukungan dan bantuan kepadaku.*

*Almamater tercinta Universitas Lampung.*

## SANWACANA

Alhamdulillahirobil'alamin, segala puji dan syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat-Nya sehingga Penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "***Pemanfaatan Zeolit Alam Lampung sebagai Katalis Pendukung pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel***" sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Shalawat serta salam selalu tercurah kepada Nabi Agung Muhammad SAW, semoga kita termasuk umatnya yang mendapat *syafa'at* beliau di *yaumul akhir* nanti, *aamiin yarabbal'alamin*.

Teriring doa setulus hati Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tuaku tercinta Bapak Mahbur dan Almh. Ibu Elsiana yang selama ini tak henti-hentinya memberikan do'a dan dukungan kepadaku, yang selalu menyayangi, menasihati, dan menyemangati sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar.
2. Adikku Dea Meranda yang selalu memberi keceriaan, semangat, dan bantuan kepada Penulis.
3. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si., selaku Pembimbing I penelitian atas segala bimbingan, motivasi, bantuan, nasihat, saran, dan seluruh kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini

4. Bapak Prof. Suharso, Ph.D., selaku Pembimbing II penelitian atas bimbingan, motivasi, bantuan, nasihat, saran, dan seluruh kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini.
5. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc., selaku Pembahas penelitian atas segala saran, kritik, motivasi, dan inspirasi yang sangat membangun dalam penulisan skripsi ini.
6. Bapak Andi Setiawan, M.Sc., PhD., selaku pembimbing akademik atas nasihat, saran, dan bantuannya.
7. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung.
8. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung.
9. Seluruh dosen, laboran, staff dan karyawan FMIPA Universitas Lampung atas seluruh bantuannya selama ini.
10. Sahabat terbaikku semasa SMA : Ica dan Vivin yang selalu memberikan semangat, bantuan, dan keceriaan kepada penulis dari dulu hingga sekarang.
11. *My all in one* "AIB" : Anna, Aniza, Ayuning, Devi, Dira Fo, Erien, Ferita, Hesty, Ismi, Pew, dan Rica Au atas semangat, keceriaan, dukungan, candaan yang selalu diberikan kepada penulis selama perkuliahan ini.
12. *Zeolite Squad* : Ainun, Arum, Devi, dan Rica Roy atas kerjasama yang baik, dukungan, serta bantuannya selama ini.

13. Rekan-rekan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik : Fitria, Asdini, Uci, Reni, Yusuf, Fikri, Hafid, Novi, Hotasi, Putsen, Bayu, Widia, Dira, Deni, Erwin, Meli, Lilian, dan Mattew yang saling menemani saat kerja di lab.
14. Seluruh mahasiswa Jurusan Kimia angkatan 2014, terimakasih telah menjadi keluarga yang tidak segan untuk berbagi ilmu, serta keceriaan dalam memberikan warna-warni masa perkuliahan kepada penulis.
15. Kakak-kakak angkatan 2013, terkhususnya Mba Ana, Mba Anggi, Mba Fatimah, dan Mba Indah beserta adik-adik di Kimia terkhusus praktikan angkatan 2015 dan 2018 terima kasih atas semangat dan dukungannya.
16. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu atas segala dukungan, do'a dan bantuannya kepada penulis.

Akhir kata, penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kekeliruan, semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat sebagaimana mestinya, Aamiin.

Bandar Lampung, 16 Agustus 2018

Penulis

**Cindy Claudia Putri**

## DAFTAR ISI

### Halaman

<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vi
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Tujuan Penelitian.....	7
C. Manfaat Penelitian.....	7
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	8
A. Zeolit .....	8
B. Aktivasi Zeolit.....	13
C. Sifat Zeolit.....	14
D. Zeolit Alam sebagai Katalis Pendukung Basa Heterogen.....	16
E. Katalis Transesterifikasi.....	19
F. Biodiesel.....	22
G. Minyak Kelapa Sawit .....	23
H. Reaksi Transesterifikasi .....	25
I. Karakterisasi Katalis .....	28
1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	28

2.	<i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....	30
3.	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	32
4.	<i>Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)</i> .....	33
5.	<i>Surface Area Analyzer (SAA) Metode BET</i> .....	35
J.	Karakterisasi Biodiesel.....	36
1.	Titik Nyala ( <i>Flash Point</i> ) .....	37
2.	Densitas .....	38
3.	<i>Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)</i> .....	38
<b>III.</b>	<b>METODE PENELITIAN</b> .....	41
A.	Waktu dan Tempat Penelitian .....	41
B.	Alat dan Bahan .....	42
C.	Prosedur Kerja.....	42
1.	Preparasi Zeolit Alam Lampung.....	42
2.	Aktivasi Zeolit Alam Lampung.....	42
3.	Modifikasi Katalis Basa.....	44
4.	Reaksi Transesterifikasi.....	45
D.	Karakterisasi.....	47
1.	Karakterisasi Katalis.....	47
2.	Karakterisasi Biodiesel .....	48
<b>IV.</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	51
A.	Preparasi Zeolit Alam Lampung .....	52
B.	Aktivasi Zeolit Alam Lampung.....	52
1.	Aktivasi Kimia ZAL.....	53
2.	Aktivasi Fisika ZAL .....	57
C.	Modifikasi Katalis Basa .....	60
D.	Reaksi Transesterifikasi .....	63
1.	Penentuan Optimasi Rasio Berat Minyak Kelapa Sawit dengan Metanol.....	65
2.	Optimasi Jumlah Katalis.....	67
3.	Optimasi Konsentrasi Katalis .....	69
E.	Mekanisme Reaksi Transesterifikasi.....	72
F.	Karakterisasi Katalis .....	74
1.	<i>X-Ray Fluoresence (XRF)</i> .....	74
2.	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	76
3.	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	78

4. <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray</i> (SEM-EDX).....	81
G. Karakterisasi Biodiesel.....	86
1. <i>Gas Chromathography Mass Spectroscopy</i> (GC-MS).....	87
2. Uji Parameter Fisik Biodiesel.....	89
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN</b> .....	91
<b>A. Simpulan</b> .....	91
<b>B. Saran</b> .....	92
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	93
<b>LAMPIRAN</b> .....	101



## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Rumus kimia beberapa zeolit sintetik. ....	10
2. Pengelompokan, struktur, dan sifat-sifat zeolit alam. ....	11
3. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit.....	24
4. Jenis mineral zeolit alam Lampung.....	55
5. <i>Surface Area</i> BET ZAL aktivasi kimia. ....	56
6. <i>Surface Area</i> BET ZAL aktivasi fisika. ....	57
7. Unsur-unsur yang terkomposisi dalam ZAL.....	59
8. Warna katalis ZAL.....	62
9. Penentuan rasio optimum minyak kelapa sawit dengan metanol.....	65
10. Penentuan jumlah persen katalis optimum.....	68
11. Penentuan konsentrasi katalis optimum. ....	70
12. Data XRF katalis ZAL. ....	75
13. Gugus fungsi yang terdapat pada katalis ZAL hasil analisis FTIR.....	79
14. Komposisi hasil EDX katalis ZAL tanpa impregnasi. ....	84
15. Komposisi hasil EDX katalis ZAL impregnasi.....	85
16. Komposisi kimia permukaan katalis ZAL. ....	85
17. Komponen biodiesel menggunakan katalis ZAL impregnasi. ....	88

18. Hasil uji parameter fisik biodiesel menggunakan katalis ZAL impregnasi. ...	89
19. Perhitungan optimasi rasio berat minyak dengan metanol .....	103
20. Perhitungan optimasi jumlah katalis .....	104
21. Perhitungan optimasi konsentrasi katalis .....	104

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kerangka zeolit. ....	9
2. Reaksi transesterifikasi. ....	25
3. Tahap transesterifikasi trigliserida. ....	26
4. Mekanisme reaksi transesterifikasi trigliserida. ....	27
5. Prinsip XRF. ....	31
6. Preparasi ZAL. ....	52
7. Difraktogram ZAL ....	54
8. Aktivasi ZAL. ....	57
9. Mekanisme pertukaran ion pada permukaan zeolit. ....	61
10. Katalis ZAL. ....	63
11. Hasil biodiesel dalam corong pisah. ....	64
12. Grafik penentuan rasio optimum minyak dengan metanol. ....	66
13. Grafik penentuan jumlah katalis optimum. ....	68
14. Grafik penentuan konsentrasi katalis optimum. ....	70
15. Pembentukan ion metoksida. ....	73
16. Pembentukan metil ester (biodiesel). ....	73
17. Difraktogram katalis ZAL. ....	77

18. Spektrum FTIR katalis ZAL. ....	79
19. Foto morfologi SEM katalis ZAL. ....	82
20. Spektrum EDX katalis ZAL tanpa impregnasi. ....	84
21. Spektrum EDX katalis ZAL impregnasi. ....	84
22. Kromatogram biodiesel menggunakan katalis ZAL impregnasi. ....	88
23. Modifikasi katalis ZAL.....	102

# I. PENDAHULUAN

## A. Latar Belakang

Minyak bumi merupakan salah satu sumber energi utama yang digunakan di Indonesia, baik dalam sarana transportasi, aktivitas industri, maupun keperluan rumah tangga. Penggunaan terus menerus dari sumber energi yang tak dapat diperbaharui ini menyebabkan cadangan minyak bumi setiap harinya semakin menipis dan semakin lama akan semakin habis, sehingga tidak akan dapat memenuhi kebutuhan akan energi yang terus meningkat. Untuk mengatasi hal tersebut dan mengurangi ketergantungan pada minyak bumi perlu diadakan pengembangan energi alternatif terbarukan, seperti biodiesel.

Biodiesel pada dasarnya merupakan senyawa alkil ester sederhana yang dapat diproduksi melalui proses transesterifikasi menggunakan minyak nabati (Leung *at al.*, 2010). Dalam produksi biodiesel, minyak nabati dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku karena memiliki beberapa kelebihan, diantaranya sumber minyak nabati mudah diperoleh dari beragam tanaman (Soerawidjaja, 2006), proses pembuatan biodiesel dari minyak nabati mudah dan cepat (Hambali dkk., 2007), dan tingkat konversi minyak nabati menjadi

biodiesel yang tinggi (95 %). Jenis-jenis minyak nabati diantaranya yaitu minyak kelapa, minyak jelantah, minyak jarak, minyak biji karet, minyak kelapa sawit dan berbagai jenis minyak tumbuhan lainnya.

Dewasa ini, minyak kelapa sawit (*palm oil*) merupakan minyak nabati yang paling banyak dimanfaatkan sebagai bahan bakar alternatif. Berdasarkan penelitian sebelumnya, kelapa sawit dapat diolah menjadi biodiesel yang ramah lingkungan karena bebas nitrogen, sulfur, dan senyawa aromatik sehingga emisi pembakaran yang dihasilkan tidak merusak lingkungan (Puspitaningati dkk., 2013). Oleh sebab itu, biodiesel dari minyak kelapa sawit sudah dimanfaatkan secara komersil sebagai campuran solar di Indonesia dengan nama Biosolar, meskipun masih dengan perbandingan presentase yang kecil (sekitar 20 % untuk biodiesel jenis B20). Pemanfaatan minyak kelapa sawit sebagai bahan baku ini disebabkan oleh beberapa keuntungan yang dimilikinya. Bagian kulit (serabut) kelapa sawit mengandung 45-50 % minyak, sedangkan bagian intinya (kernel) mengandung 44 % minyak (Pangesti, 2017). Minyak kelapa sawit secara umum terdiri atas trigliserida.

Proses pengubahan trigliserida menjadi ester yang lebih sederhana dengan menggunakan alkohol, terutama metanol disebut dengan reaksi transesterifikasi. Reaksi ini merupakan reaksi kesetimbangan yang relatif lambat sehingga dibutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi (Ramadhani dkk., 2017). Terdapat dua macam katalis yang dapat digunakan dalam proses transesterifikasi yakni katalis homogen dan katalis heterogen.

Katalis homogen merupakan katalis yang sering digunakan dalam proses transesterifikasi minyak nabati. Katalis homogen basa seperti NaOH dan KOH adalah katalis paling aktif di bawah kondisi reaksi yang ringan. Katalis homogen asam juga umum digunakan namun membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama dibandingkan dengan katalis homogen basa. Akan tetapi, katalis homogen bersifat korosif, sulit untuk dipisahkan dari produk yang telah terbentuk (Kansedo *at al.*, 2009), tidak dapat digunakan kembali, dan juga menghasilkan limbah cair yang beracun (Soetaredjo *at al.*, 2011).

Berbeda halnya dengan katalis homogen, katalis heterogen tidak bersifat korosif, memungkinkan untuk didaur ulang, dan mudah untuk dipisahkan dari produk akhirnya, sehingga bersifat ramah lingkungan, serta menghasilkan limbah beracun dalam jumlah yang sedikit. Selain itu, katalis ini dapat juga digunakan dalam proses yang berkelanjutan tanpa membutuhkan proses pemurnian lebih lanjut, dan harganya cukup murah, serta dapat dengan mudah diaktifkan untuk mendapatkan sifat katalis yang diinginkan (Helwani *at al.*, 2009). Contoh katalis heterogen seperti CaO, MgO, resin penukar ion, dan zeolit. Dalam penggunaan katalis heterogen, zeolit adalah salah satu katalis yang menarik perhatian dan terus dikembangkan dalam penelitian.

Zeolit merupakan senyawa aluminosilikat terhidrasi yang tersusun dari tetrahedron  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Zeolit memiliki kerangka tiga dimensi dan pori berukuran mikro (3-15 Å). Pori-pori yang dimiliki oleh zeolit membuatnya memiliki luas permukaan yang besar. Hal inilah yang

menyebabkan zeolit luas pemanfaatannya dibidang katalitik (Yusri, 2012). Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit sintetik dan zeolit alam. Zeolit sintetik adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintesis. Prinsip dasar dari produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen tersebut. Hanya saja sintesis zeolit harus dilakukan dengan biaya yang tinggi, untuk mengurangi biaya produksi sintesis zeolit dapat digunakan zeolit alam sebagai katalis. Zeolit alam pada dasarnya dapat digunakan sebagai katalis maupun *support* katalis. Zeolit alam dapat digunakan sebagai *metal support catalyst* yaitu katalis pengemban logam. Pengembanan logam-logam tersebut pada zeolit akan mendistribusikannya secara merata pada permukaan pengemban, sehingga menambah luas permukaan spesifik sistem katalis secara keseluruhan (Cejka *et al.*, 2007).

Zeolit alam sendiri merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Endapan mineral zeolit yang ditemukan di Indonesia tersusun atas mineral klinoptilolit, mordenit atau campuran keduanya mengandung mineral heulandit dengan kadar rendah dan mengandung mineral pengotor seperti kwarsa, plagioklas, montmorilonit, pirit, kaolin dan lain-lain (Setyawan, 2002).



Zeolit alam tersedia dalam kapasitas yang besar serta lebih murah dari zeolit sintetik karena dapat diperoleh langsung dari hasil tambang di alam.

Meskipun lebih murah zeolit alam memiliki banyak kekurangan seperti banyaknya pengotor organik dan anorganik seperti Na, K, Ca, Mg, Al, dan Fe yang menutupi porinya. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas katalitik dari zeolit. Untuk memperbaiki aktivitas katalitik dari zeolit alam diperlukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu agar dapat digunakan sebagai katalis.

Proses aktivasi pada zeolit alam terbagi menjadi dua yaitu secara kimia dan fisika. Aktivasi secara kimia yaitu melalui pengasaman dengan tujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Asam yang dipergunakan biasanya berupa HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Sedangkan aktivasi secara fisika yaitu dengan pemanasan pada zeolit dengan suhu yang relatif tinggi biasanya di atas 500 °C dan dilakukan di dalam *furnace*. Proses aktivasi terhadap zeolit alam dapat meningkatkan rasio Si/Al, memperbesar ukuran pori, dan menghilangkan pengotor-pengotor (Yuanita, 2009).

Zeolit alam dapat berfungsi sebagai penyangga katalis karena mempunyai pori yang dapat digunakan sebagai tempat inti aktif katalis basa (Hanif, 2008). Banyak penelitian melakukan impregnasi katalis homogen (KOH) pada katalis heterogen seperti zeolit untuk proses reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel, diantaranya: Kusuma *at al.*, (2013) telah membuat biodiesel dari minyak jarak menggunakan KOH/zeolit alam

didapat produk 95,09 %, Noiroj *at al.*, (2009), membandingkan penggunaan katalis KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan KOH/zeolit NaY didapatkan produk metil ester (biodiesel) berturut-turut 81,96 dan 91,07 % dengan waktu reaksi selama 3 jam. Intarapong *at al.*, (2013) dengan katalis KOH/mordenit didapatkan produk biodiesel 96,7 %. Kusuma *at al.*, (2013) melaporkan bahwa penambahan KOH pada zeolit alam asal Pacitan yang memiliki jenis mordenit ini menyebabkan katalis heterogen KOH/zeolit dapat digunakan sampai tiga kali reaksi dengan *yield* biodiesel yang dihasilkan di atas 70 %. *Reusable* katalis tersebut dicoba tiga kali pada reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol. Pengulangan penggunaan katalis KOH/zeolit dilakukan dengan metode yang sama menghasilkan produk metil ester berturut-turut: 95,05 ; 86,08 ; dan 72,31 % setiap kali katalis dipakai.

Zeolit alam yang berada di Indonesia sendiri memiliki potensi dalam jumlah yang cukup besar dan tersebar di berbagai daerah, antara lain Lampung, Jawa Barat, Jawa Tengah, dan Jawa Timur. Provinsi Lampung sendiri memiliki potensi sumber zeolit alam yang melimpah. Pada tahun 2012, data Direktorat Pengembangan Potensi Daerah (BKPN) menyatakan bahwa Lampung memiliki sumber zeolit alam sebesar 31,173,505 ton

Potensi ZAL yang besar ini belum dimanfaatkan secara optimal terutama dalam penggunaannya sebagai katalis maupun *support* katalis. Berdasarkan uraian tersebut, pada penelitian ini dilakukan pemanfaatan ZAL sebagai katalis pendukung pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel.

## **B. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari aktivasi ZAL secara kimia dan fisika.
2. Mempelajari pengaruh ZAL sebagai katalis pendukung pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.
3. Mengkarakterisasi ZAL sebagai katalis pendukung pada reaksi transesterifikasi menggunakan XRD, XRF, FTIR, dan SEM-EDX.
4. Mengkarakterisasi biodiesel yang dihasilkan, meliputi analisis komposisi dengan GC-MS, dan analisis fisik meliputi densitas dan *flash point* (titik nyala).

## **C. Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Meningkatkan daya guna ZAL yang berada di daerah Lampung Selatan.
2. Memberikan informasi mengenai proses aktivasi ZAL hingga menjadi katalis pendukung.
3. Memberikan informasi ilmiah terkait penggunaan katalis pendukung dari ZAL yang dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi.
4. Memberikan informasi mengenai pengolahan minyak kelapa sawit yang dapat dimanfaatkan sebagai produk biodiesel.

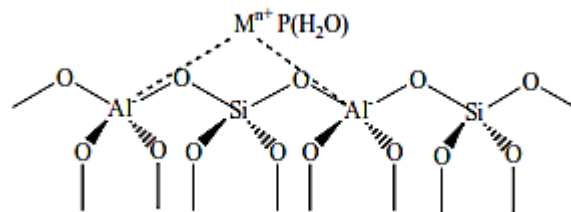
## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Zeolit

Ahli mineralogi dari Swedia bernama Axel Frederick Cronsted menemukan mineral alam yang dinamakan zeolit pada tahun 1756. Zeolit berasal dari bahasa Yunani yaitu “*zein*” yang berarti mendidih dan “*lithos*” berarti batu. Batu didih yang dimaksud adalah air yang akan terlepas apabila dipanasi. Nama ini sesuai dengan sifat zeolit yang akan mendidih (timbul gelembung udara) bila dipanaskan pada suhu 100 °C. Hal ini timbul akibat adanya proses kehilangan air yang sangat cepat dan mineral tersebut sangat berpori serta memiliki kerangka molekul yang sangat terbuka.

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang memiliki rumus  $M_{x/n}\{Al_xSi_yO_{2(x+y)}\}_wH_2O$ , dimana M merupakan kation-kation yang dipertukarkan, n adalah valensi logam, x dan y merupakan bilangan tertentu (1-6), dan { } adalah kerangka alumino silika, serta w melambangkan air yang terkandung di dalam pori-porinya (Hamdan, 1992). Zeolit mempunyai struktur tiga dimensi dengan kerangka penghubung dari  $TO_4$  tetrahedral (unit bangunan dasar), dimana T adalah kation yang terkoordinasi secara tetrahedral (T = Si atau Al). Tetrahedral

$[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  ini dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang di dalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974; Cheetam, 1992; Scot *et al.*, 2003). Akibat dapat bergerak bebas, ion-ion yang ada dalam zeolit dapat dipertukarkan, sedangkan molekul-molekul airnya dapat didehidrasi. Rongga atau ruang dalam mineral zeolit saling berhubungan membentuk kanal-kanal intrakristal berukuran molekuler. Tetrahedral dalam struktur tersebut ditempati oleh kation  $\text{Al}^{3+}$  ataupun  $\text{Si}^{4+}$  dengan ion-ion  $\text{O}^{2-}$  berada pada sudut-sudutnya (Smith, 1992). Struktur kerangka zeolit dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini :



**Gambar 1.** Struktur kerangka zeolit (Oudejans, 1984).

Secara umum, zeolit dibagi menjadi dua, yaitu zeolit sintetik dan zeolit alam.

### 1. Zeolit sintetik

Zeolit sintetik adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintesis. Prinsip dasar dari produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen tersebut. Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan

mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetik memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Dengan perkembangan penelitian, dewasa ini telah dikenal beragam zeolit sintetik, dan beberapa diantaranya disajikan dalam Tabel 1 berikut ini:

**Tabel 1.** Rumus kimia beberapa zeolit sintetik.

Zeolit	Rumus kimia
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	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$


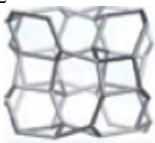

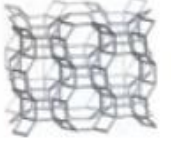

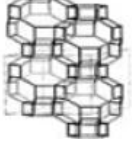

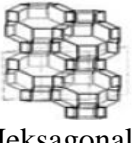
(Georgiev, 2009).




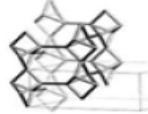

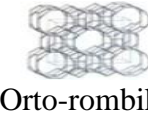

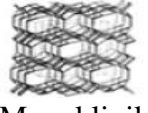

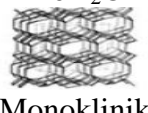
## 2. Zeolit alam

Potensi zeolit alam di Indonesia sangat besar karena sebagian besar wilayah Indonesia terdiri dari gunung berapi yang merupakan sumber mineral zeolit. Zeolit alam merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang mengalami pelapukan karena perbedaan cuaca sehingga terbentuk mineral-mineral zeolit (Lestari. 2010). Ada hampir 50 tipe zeolit alam yang berbeda-beda. Terdapat perbedaan pada tiap jenis zeolit yaitu struktur kristal, jumlah komposisi kimia, massa jenis partikel, selektivitas kation, ukuran dan pori-pori molekul (Charlena dkk., 2008). Komposisi kimia zeolit bergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan

lokal, seperti suhu, tekanan uap air setempat dan komposisi air tanah lokasi menyebabkan warna bahan galian zeolit beraneka ragam, antara lain hijau, putih kehijauan, merah daging, coklat, abu-abu kebiruan dan lain sebagainya. Beberapa jenis zeolit alam yang paling banyak ditemukan disajikan dalam Tabel 2 berikut ini:

**Tabel 2.** Pengelompokan, struktur, dan sifat-sifat zeolit alam.

Zeolit	Satuan sel utama, struktur, sistem kristal	Dimensi rongga	Volume bebas	Kation yang dapat dipertukarkan
<b>Kelompok 1</b>				
 Analsim (ANA)	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$  Kubus	0,16 x 0,42	0,18	Na, K, Ca, Rb, Cs
 Filipsit (PHI)	$\text{K}_2(\text{Ca}_{0,5}, \text{Na})_4(\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  Monoklinik	0,38 x 0,38	0,31	Na, K, Ca
<b>Kelompok 2</b>				
 Erionit (ERI)	$\text{NaK}_2\text{MgCa}_{1,5}(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_7) \cdot 28\text{H}_2\text{O}$  Heksagonal	0,36 x 0,52	0,35	K, Na, Ca, Mg
 Erionit (ERI)	$\text{NaK}_2\text{MgCa}_{1,5}(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_7) \cdot 28\text{H}_2\text{O}$  Heksagonal	0,36 x 0,52	0,35	K, Na, Ca, Mg

Kelompok 3				
Zeolit A		-	0,47	-
Kelompok 4				
	$\text{Ca}_2(\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	0,38 x 0,38	0,47	Na, Ca, K
Kabasit (CHA)	 Heksagonal			
Kelompok 5				
	$\text{Na}_{16}[(\text{AlO}_2)_{16}(\text{SiO}_2)_2] \cdot 16\text{H}_2\text{O}$	0,25 x 0,41	0,23	Na, K, Ca
Natrolit (NAT)	 Orto-rombik			
Kelompok 6				
	$\text{Na}_3\text{KCa}_2(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 28\text{H}_2\text{O}$	0,65 x 0,70	0,28	Na, Ca, K
Mordenit (MOR)	 Orto-rombik			
Kelompok 7				
	$(\text{Na,K})\text{Ca}_4(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	0,44 x 0,72	0,39	Na, K, Ca, Sr, Ba
Heulandit (HEU)	 Monoklinik			
	$(\text{Na,K})_6(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$	0,44 x 0,72	0,34	Na, K, Ca, Sr, Ba
Klinoptilolit (CLI)	 Monoklinik			

(Breck, 1974).

Umumnya zeolit alam mempunyai suhu dan tekanan yang rendah, mempunyai warna-warna khusus (hijau, coklat, merah muda, dan jingga), kekerasannya sedang dan gaya gravitasinya rendah, karena zeolit mempunyai rangka struktur terbuka dan biasanya mudah berubah



tergantung susunan atomnya. Zeolit alam memiliki luas permukaan yang cukup besar yang dapat dimanfaatkan dalam pemurnian minyak dan industri petrokimia, adsorben, pemisahan gas, agrikultur dan hortikultur, serta katalis. Zeolit alam juga memiliki stabilitas termal yang tinggi, harganya murah serta keberadaannya cukup melimpah. Namun demikian zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor, sehingga untuk mengaplikasikan zeolit alam harus diaktivasi terlebih dahulu.

## **B. Aktivasi Zeolit**

Aktivasi pada zeolit alam perlu dilakukan karena zeolit alam mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Selain untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zeolit alam, proses aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat-sifat dari zeolit, seperti luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan keasaman yang meningkat akan menyebabkan aktivitas katalitik dari zeolit meningkat. Salah satu kelebihan dari zeolit adalah memiliki luas permukaan dan keasaman yang mudah dimodifikasi (Yuanita, 2009). Aktivasi pada zeolit juga berfungsi untuk menaikkan daya serap dan daya tukar ionnya.

Aktivasi zeolit dibagi menjadi dua macam yaitu:

1. Aktivasi secara kimia

Aktivasi ini dilakukan dengan larutan asam seperti HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Aktivasi dengan larutan asam ini akan menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan H<sup>+</sup>. Sementara aktivasi dengan basa dilakukan dengan larutan NaOH, dimana penurunan rasio Si/Al akan terjadi pada aktivasi dengan pH tinggi (Jozefaciuk and Bowanko, 2002). Aktivasi secara kimia ini bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan.

2. Aktivasi secara fisika

Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi diatas 500 °C selama beberapa jam menggunakan alat yaitu tanur, tujuannya untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori, dan memodifikasi sifat-sifat dari zeolit seperti memperluas permukaan (Ertan and Ozkan, 2005).

### C. Sifat Zeolit

Zeolit memiliki struktur yang menarik yaitu stuktur berongga yang biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan, memiliki ukuran pori yang tertentu dan sifat-sifat fisika kimia yang sangat penting. Sifat-sifat yang penting tersebut diantaranya adalah zeolit merupakan penyerap dan

penukar ion yang sangat selektif dan zeolit mempunyai aktivitas katalis yang spesifik dan selektif. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekuler, penukar ion, penyerap bahan dan katalisator (Rachmawati dan Sutarti, 1994).

Sifat-sifat zeolit di atas dapat digolongkan sebagai berikut :

#### 1. Adsorpsi dan difusi

Sifat-sifat penyerapan dan difusi zeolit karena adanya perbedaan kanal-kanal dan rongga-rongga yang ada pada struktur zeolit. Alumina-silika tidak hanya berguna sebagai penyaring molekul, tetapi juga dapat menunjukkan selektivitas permukaan.

#### 2. Penukar ion

Sifat serapan zeolit dipengaruhi oleh muatan kation yang terkoordinasi pada atom oksigen kerangka. Pada zeolit terhidrasi penuh, kation-kation yang bebas bergerak dapat diganti dengan kation-kation lain.

#### 3. Dehidrasi

Sifat dehidrasi dari zeolit akan berpengaruh terhadap sifat adsorpsinya. Zeolit dapat melepaskan molekul air dari dalam rongga permukaan yang menyebabkan medan listrik meluas ke dalam rongga utama dan akan efektif terinteraksi dengan molekul yang akan diadsorpsi. Jumlah molekul air sesuai dengan jumlah pori-pori atau volume ruang hampa yang terbentuk bila unit sel kristal zeolit tersebut dipanaskan (Rachmawati dan Sutarti, 1994).

#### 4. Aktivitas katalis

Zeolit merupakan katalisator yang baik karena mempunyai pori-pori yang besar dengan permukaan yang maksimum (Rachmawati dan Sutarti, 1994). Aplikasi zeolit lainnya yang tidak kalah pentingnya adalah sebagai katalis heterogen. Katalis zeolit berbeda dengan jenis padatan lainnya karena situs aktif katalitik terdistribusi secara seragam pada sebagian besar padatannya dan pada strukturnya terdapat ruang-ruang kosong dan kanal-kanal yang mudah dicapai oleh molekul-molekul reaktan tertentu (Hamdan, 1992).

#### **D. Zeolit Alam sebagai Katalis Pendukung Basa Heterogen**

Zeolit alam pada dasarnya dapat digunakan sebagai katalis maupun *support* katalis heterogen. Zeolit alam dapat digunakan sebagai *metal support catalyst* yaitu katalis pengemban logam. Pengembanan logam-logam tersebut pada zeolit akan mendistribusikannya secara merata pada permukaan pengemban, sehingga menambah luas permukaan spesifik sistem katalis secara keseluruhan (Cejka *et al.*, 2007).

Beberapa jenis katalis basa padat heterogen seperti MgO, CaO, ZnO, KOH, zeolit, dan lainnya (Atadashi *et al.*, 2013). Menurut Lam *et al.*, (2010) terdapat beberapa keuntungan dalam menggunakan katalis basa heterogen diantaranya yaitu sebagai berikut :

- a. Laju reaksinya lebih cepat dibanding katalis asam pada reaksi transesterifikasi.

- b. Reaksi dapat terjadi dalam kondisi reaksi yang ringan atau sederhana.
- c. Konsumsi energi lebih rendah.
- d. Katalis mudah dipisahkan dari produk.
- e. Katalis mudah didaur ulang dan ramah lingkungan.
- f. Menghasilkan gliserol dengan kemurnian tinggi.

Pemanfaatan zeolit sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi juga telah banyak dilaporkan. Penggunaan zeolit tersebut dilakukan dengan mengimpregnasi zeolit menggunakan logam alkali tanah, dimana semakin tinggi jumlah alkalinitas dari sisi aktif zeolit maka akan semakin tinggi pula sisi kebasaanya sehingga akan mempercepat reaksi transesterifikasi.

Berbagai jenis katalis heterogen seperti katalis alkali, alkali tanah, logam oksida dan berbagai macam senyawa logam alkali yang diimbangkan pada logam alumina telah dipelajari pada proses transesterifikasi (Lukic *at al.*, 2009; Boey *at al.*, 2009).

Intarapong *et al.*, (2013) melakukan transesterifikasi minyak sawit dalam penggunaan katalis heterogen KOH/mordenit dengan variabel katalis yang meliputi luas area rasio Si/Al, kekuatan basa, dan metil ester yang dihasilkan. Penelitian ini menunjukkan bahwa pelarutan KOH yang lebih dari 20 % dapat menyebabkan rusaknya gugus aktif yang berada pada zeolit. Selain itu pada proses kalsinasi katalis, kalsinasi yang melebihi suhu 400 °C menyebabkan sisi aktif dari zeolit rusak dan logam alkali K<sub>2</sub>O yang diimbangkan pada zeolit hilang sehingga produk yang dihasilkan menurun. Produk maksimum sebesar 96,7 % diperoleh dengan mengimpregnasi 20 %

w KOH pada zeolit tanpa kalsinasi. Produk yang dihasilkan ini karena sisi aktif pada zeolit masih banyak dan diperkuat dengan kebasaaan dari  $K_2O$  serta tanpa hadirnya kalsinasi menyebabkan sisi aktifnya juga tidak rusak.

Zeolit mordenit telah banyak digunakan dalam jenis reaksi katalisis dengan dimodifikasi menggunakan logam alkali untuk menaikkan keaktifan zeolit tersebut. Wu *at al.*, (2013) melakukan penelitian tentang pengaruh kebasaaan zeolit dengan mengimpregnasi logam alkali tanah CaO. Zeolit yang diimpregnasi menggunakan logam alkali tanah mengalami peningkatan aktivitas kebasaaan pada penambahan 30 % CaO, penambahan konsentrasi yang melebihi 30 % menyebabkan terjadinya *agglomeration* sehingga tingkat kebasaaanya menurun. Produk optimal ketika proses transesterifikasi minyak kedelai diperoleh sebesar 98,4 % dengan menggunakan 30 % CaO yang diimpregnasi ke dalam zeolit.

KOH yang diimbangkan pada jenis zeolit NaY dan NaX dapat mencegah proses deaktivasi katalis karena adanya logam K menyebabkan kestabilan sisi aktif dari zeolit meskipun sisi aktif tersebut digunakan berulang dengan produk sebesar 91 % (Nairoj *at al.*, 2009). Kusuma *at al.*, (2013) melakukan penelitian dengan menggunakan katalis heterogen KOH yang diimpregnasikan dalam zeolit alam jenis mordenit. Zeolit yang diimpregnasi menggunakan logam KOH menunjukkan kenaikan sifat kebasaaan dari katalis zeolit yang digunakan. Penggunaan perbandingan molar rasio minyak dan metanol adalah 1:7 selama 120 menit pada temperatur 60 °C dihasilkan produk 95,05 %. Katalis yang digunakan merupakan katalis heterogen maka

*reusable* sangat penting sehingga dilakukan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis yang sama dan produk yang dihasilkan menjadi 86,08 % dan pada tahap transesterifikasi yang ketiga produk yang dihasilkan menjadi 72,31 %, menurunnya produk dikarenakan gugus aktif dari katalis KOH/modernit mengalami deaktivasi selama proses transesterifikasi antara metanol dengan minyak sawit.

#### **E. Katalis Transesterifikasi**

Katalis merupakan zat yang dapat mempercepat suatu reaksi tanpa terjadi perubahan secara kimiawi pada akhir reaksi. Reaksi yang berlangsung dengan bantuan katalis secara umum dikenal dengan reaksi katalisis. Katalis dapat mempercepat reaksi dengan jalan menurunkan energi aktivasi reaksi.

Secara umum, katalis memiliki tiga peranan yaitu :

- a. Aktivitas untuk memacu laju reaksi.
- b. Selektivitas atau spesifitas untuk mengarahkan suatu reaksi menghasilkan produk tertentu.
- c. Stabilitas atau *lifetime* untuk menahan hal-hal yang dapat mengakibatkan terjadinya deaktivasi katalis. Sehingga untuk setiap reaksi yang dikatalisisnya, katalis harus memiliki aktivitas kimia yang sama, serta selektivitas dan stabilitas yang cukup tinggi.

Katalis dibagi menjadi dua kelompok besar, yakni katalis homogen dan katalis heterogen yang dapat dijelaskan sebagai berikut :

## 1. Katalis homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa sama antara produk dengan reaktan, sehingga reaksi berlangsung dalam keseluruhan sistem karena dapat bercampur rata. Daya katalitik katalis ini lebih kuat dibandingkan dengan katalis heterogen. Katalis homogen yang biasa digunakan dalam reaksi transesterifikasi dapat berupa katalis homogen asam maupun katalis homogen basa. Beberapa contoh katalis homogen yang sering digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah KOH (Sulaiman *et al.*, 2013), NaOH (Zhang and Jiang, 2008), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Shuit *et al.*, 2010), dan HCl (Purbasari dan Silviana, 2008). Kelebihan dari katalis homogen adalah konversi reaksi yang dihasilkan dari proses transesterifikasi lebih besar dibandingkan dengan katalis heterogen, serta tidak membutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi pada saat reaksi berlangsung (Setyawardhani dkk., 2010).

Namun katalis homogen memiliki beberapa kelemahan diantaranya yaitu bersifat korosif, dapat merusak kulit, mata, dan paru-paru, mencemari lingkungan, serta sulit dipisahkan dari produk dan tidak dapat digunakan kembali sebagai katalis transesterifikasi (Widyastuti, 2007). Akibat adanya beberapa kelemahan yang dimiliki oleh katalis homogen saat digunakan dalam proses transesterifikasi, maka dikembangkanlah penggunaan katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi dalam menghasilkan biodiesel.



## 2. Katalis heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa berbeda antara reaktan dan produk yang dihasilkan, sehingga dapat dipisahkan dengan mudah dan memungkinkan untuk didaur ulang sehingga lebih bersifat ramah lingkungan. Di samping itu, katalis ini juga lebih efektif dan efisien, mudah untuk digunakan dalam berbagai media, tidak korosif, relatif murah, dan dapat dengan mudah diaktifkan untuk mendapatkan sifat katalis yang diinginkan (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006; Endalew *et al.*, 2011).

Pada prinsipnya terdapat dua komponen dasar penyusun katalis heterogen, yakni situs aktif dan penyangga. Situs aktif adalah berbagai logam transisi yang memiliki orbital  $d$  kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998). Untuk situs aktif, oksida logam adalah zat yang paling umum digunakan, salah satu diantaranya adalah oksida logam alkali tanah misalnya CaO (Moholkar *et.al.*, 2013), MgO (Sharma *et.al.*, 2010), dan SrO (Ali *et.al.*, 2012). Sedangkan penyangga adalah zat padat yang berpori dimana situs aktif ditempatkan. Berbagai zat padat telah digunakan sebagai penyangga katalis heterogen, antara lain adalah alumina (Evangelista *et.al.*, 2012), silika (Pandiangan and Simanjuntak, 2013), dan zeolit (Wu *et.al.*, 2013).

Salah satu penyangga katalis yang telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi adalah zeolit. Kelebihan zeolit adalah memiliki luas permukaan

dan keasaman yang mudah dimodifikasi karena merupakan kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga yang di dalamnya terisi oleh ion-ion logam. Zeolit banyak dimanfaatkan sebagai absorben (logam berat, zat warna, zat beracun, polusi gas, cair, dan padat), penukar ion, penyaring molekular, dan katalis (produksi biodiesel, perengkahan) (Rachmawati dan Sutarti, 1994).

## **F. Biodiesel**

Biodiesel merupakan senyawa metil ester dengan asam lemak rantai panjang seperti laurat, palmitat, stearat, oleat, dan lain-lain. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dari sumber daya terbarukan (*renewable resources*), dengan komposisi ester asam lemak dari minyak nabati antara lain: minyak kelapa sawit, minyak kelapa, minyak jarak pagar, minyak biji kapuk, dan masih ada lebih dari 30 macam tumbuhan Indonesia yang memiliki potensial untuk dijadikan bahan baku pembuatan biodiesel (Lemigas, 2005).

Biodiesel sebagai bahan bakar alternatif memiliki banyak keunggulan dibandingkan dengan bahan bakar minyak bumi diantaranya: ramah lingkungan, emisi pencemaran udara yang relatif rendah, dapat terurai secara alami (*biodegradable*), dan bisa digunakan tanpa memerlukan proses modifikasi mesin. Biodiesel dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi, yaitu reaksi antara minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol menghasilkan alkil ester (biodiesel) dan hasil samping gliserol dengan bantuan katalis

(Noiroj *at al.*, 2009). Katalis digunakan untuk meningkatkan kecepatan reaksi dan *yield* produk. Karena reaksi ini merupakan reaksi bolak-balik (*reversible*), dibutuhkan alkohol berlebih untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk (Helwani *at al.*, 2009). Konversi trigliserida menjadi metil ester atau etil ester melalui proses transesterifikasi dapat mengurangi berat molekul trigliserida hingga sepertiganya dan mengurangi viskositas hingga seperdelapannya, serta sedikit meningkatkan titik nyalanya (Lemigas, 2005).

Pembuatan biodiesel dari minyak nabati relatif lebih mudah dan cepat (Hambali dkk., 2007). Penggunaan minyak nabati sebagai bahan baku biodiesel memiliki beberapa kelebihan, diantaranya minyak nabati mudah diperoleh dari beragam jenis tanaman seperti kelapa sawit, kelapa, jarak pagar, jarak kaliki, kapas, tanaman ketapang, dan kaloka (Soerawidjaja, 2006).

#### **G. Minyak Kelapa Sawit**

Indonesia merupakan negara penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia. Di Indonesia, penyebarannya terdapat di daerah Aceh, pantai timur Sumatera, Jawa, Kalimantan, dan Sulawesi. Minyak sawit digunakan sebagai bahan baku minyak goreng, margarin, sabun, kosmetika, industri baja, kawat, radio, kulit dan industri farmasi. Minyak sawit dapat digunakan untuk begitu beragam peruntukannya karena keunggulan sifat yang dimilikinya yaitu tahan oksidasi dengan tekanan tinggi, mampu melarutkan bahan kimia yang tidak larut oleh bahan pelarut lainnya, mempunyai daya melapis yang tinggi dan tidak menimbulkan iritasi pada tubuh dalam bidang kosmetik.

Kelapa sawit dapat tumbuh dengan baik di daerah tropis. Tanaman ini tumbuh sempurna di ketinggian 0-500 m dari permukaan laut dengan kelembaban 80-90 %. Kelapa sawit membutuhkan iklim dengan curah hujan stabil, 2.000-5.000 mm setahun, yaitu daerah yang tidak tergenang air saat hujan dan tidak kekeringan saat kemarau.

Buah sawit mempunyai warna bervariasi dari hitam, ungu, hingga merah tergantung bibit yang digunakan. Buah bergerombol dalam tandan yang muncul dari tiap pelapah. Minyak dihasilkan oleh buah, kandungan minyak bertambah sesuai kematangan buah. Setelah melewati fase matang, kandungan asam lemak bebas (FFA, *free fatty acid*) akan meningkat dan buah akan rontok dengan sendirinya. Buah terdiri dari tiga lapisan, yaitu eksoskarp bagian kulit buah berwarna kemerahan dan licin, mesoskarp bagian serabut buah, dan endoskarp bagian cangkang pelindung inti. Inti sawit atau yang dikenal dengan kernel merupakan endosperma dan embrio dengan kandungan minyak inti berkualitas tinggi (Pangesti, 2017). Berikut merupakan komposisi asam lemak dari minyak kelapa sawit yang disajikan pada Tabel 3 berikut ini:

**Tabel 3.** Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit.

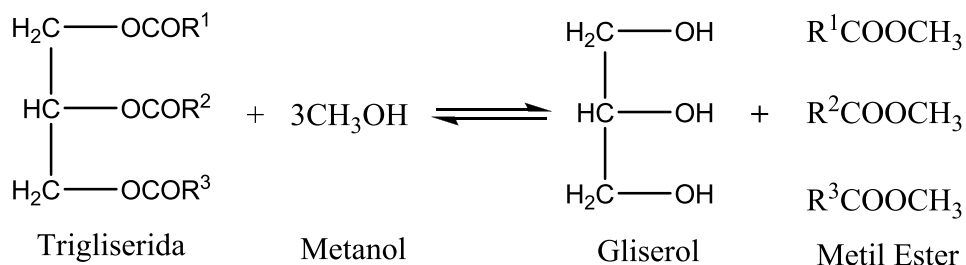
Asam lemak	Rumus Kimia	Jumlah (%)
Asam palmitat	$C_{13}H_{31}COOH$	40-46
Asam stearat	$C_{13}H_{35}COOH$	3,6-4,7
Asam oleat	$C_{13}H_{33}COOH$	39-45
Asam linoleat	$C_{13}H_{31}COOH$	7-11
Asam miristat	$C_{13}H_{27}COOH$	1,1-2,5

(Kataren, 2005).

## H. Reaksi Transesterifikasi

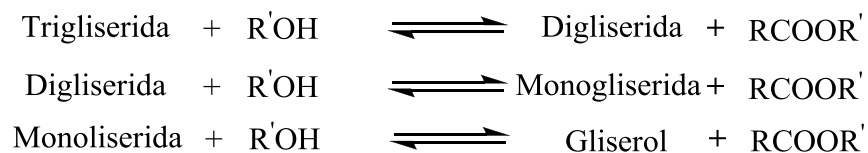
Transesterifikasi adalah tahap konversi dari trigliserida menjadi alkil ester oleh alkohol-alkohol rantai pendek. Diantara alkohol-alkohol yang dapat digunakan sebagai sumber gugus alkil, alkohol jenis metanol adalah yang paling umum digunakan karena harganya ekonomis dan reaktifitasnya paling tinggi. Reaksi transesterifikasi bertujuan untuk mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan metanol beserta bantuan katalis untuk menghasilkan metil ester asam lemak atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping (Knothe *et al.*, 2002). Penggunaan katalis dalam reaksi adalah untuk meningkatkan laju dan rendemen reaksi.

Secara umum, katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa alkali karena reaksi dapat berlangsung lebih cepat dan temperatur reaksi yang diperlukan juga lebih rendah dibanding katalis asam (Lam *et al.*, 2010). Katalis basa yang sering digunakan adalah NaOH atau KOH. Tanpa adanya katalis reaksi ini akan berjalan lambat. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester digambarkan pada Gambar 2 berikut ini:



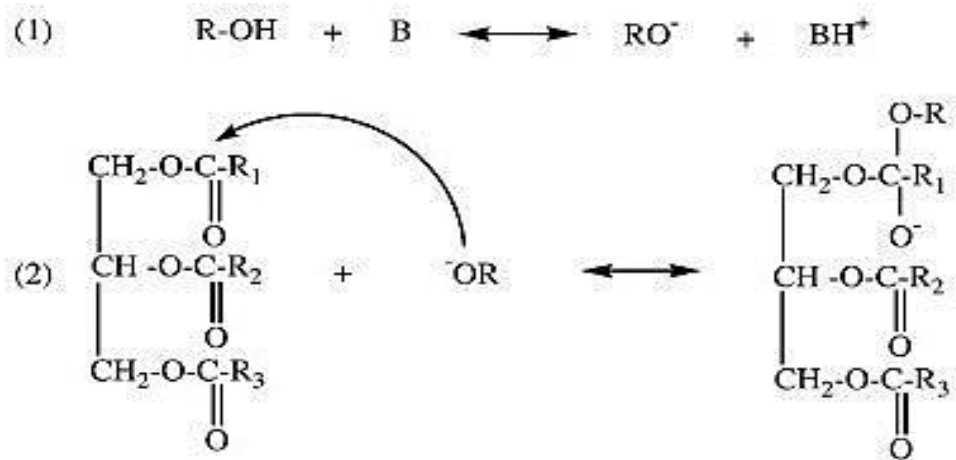
**Gambar 2.** Reaksi transesterifikasi.

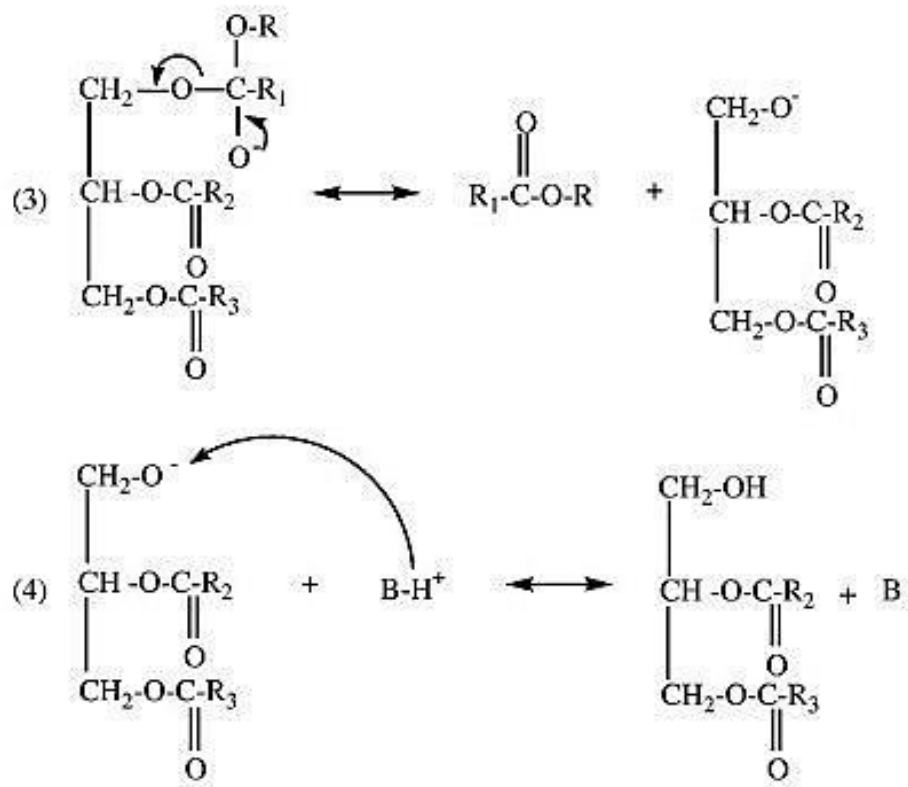
Proses transesterifikasi secara terperinci terbagi atas tiga tahap. Pertama, asam lemak trigliserida terurai menjadi asam lemak digliserida dan asam lemak mono-alkil ester. Lalu asam lemak digliserida terurai kembali menjadi asam lemak monogliserida dan asam lemak mono-alkil ester. Dan terakhir, asam lemak monogliserida terurai menjadi asam lemak mono-alkil ester dan gliserol. Setiap tahap dalam reaksi tersebut bersifat reversibel, dan asam lemak mono-alkil ester dapat juga disebut dengan biodiesel (Ye *et al.*, 2016). Rangkaian proses di atas secara garis besar digambarkan pada Gambar 3 berikut ini:



**Gambar 3.** Tahap transesterifikasi trigliserida.

Untuk mekanisme reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester menggunakan katalis basa digambarkan pada Gambar 4 berikut ini:





B : Katalis basa

$R_1, R_2, R_3$  : Ikatan karbon dari asam lemak

$R_4$  : Grup alkil dari alkohol

**Gambar 4.** Mekanisme reaksi transesterifikasi trigliserida.

Transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel merupakan suatu proses bertahap dan *reversible*. Untuk mencegah kembalinya reaksi ke arah reaktan, seringkali digunakan alkohol berlebih. Proses ini dipengaruhi oleh beberapa parameter antara lain: (1) homogenisasi reaksi, (2) rasio molar, (3) temperatur reaksi, (4) waktu reaksi, (5) tekanan reaksi, (6) jenis katalis (Lam *et al.*, 2010).

## I. Karakterisasi Katalis

Dalam pembuatan katalis, perlu dilakukan pengujian untuk mengetahui struktur dan karakteristiknya. Pengujian katalis ini disebut dengan karakterisasi. Pemilihan metode karakterisasi merupakan hal yang amat penting untuk mengidentifikasi sifat-sifat katalis. Pemilihan metode karakterisasi katalis dapat ditinjau dari keperluan atau kepentingannya secara ilmiah dan teknis, biaya karakterisasi, dan kemudahan akses peralatan (Istadi, 2011). Adapun karakterisasi diantaranya sebagai berikut :

### 1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

*X-Ray Diffraction (XRD)* merupakan suatu alat yang digunakan untuk karakterisasi struktur kristal dan fasa kristalin. Penampakan tiga dimensi suatu bahan bukan amorf diperlihatkan secara jelas dan teratur berdasarkan pengulangan lapisan permukaan atom yang membentuk kisi kristal.

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan, sebagian lagi dihamburkan, dan didifraksikan. Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal bersifat spesifik dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun (West, 1984).

Difraksi sinar-X mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan cara membandingkan nilai jarak  $d$  (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik



dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis tinggi XRD, diketahui dimensi kisi ( $d$ =jarak antar kisi) dalam struktur mineral (Tovina, 2009). Hasil yang didapatkan dari difraksi sinar-X adalah berupa puncak-puncak intensitas dan bentuk difraksi, versus sudut hamburan ( $2\theta$ ) (Bragg *et al.*, 1975).

Analisis XRD ini menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti *et al.*, 1997). Berdasarkan uraian di atas, maka 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 (West, 1984). Analisis

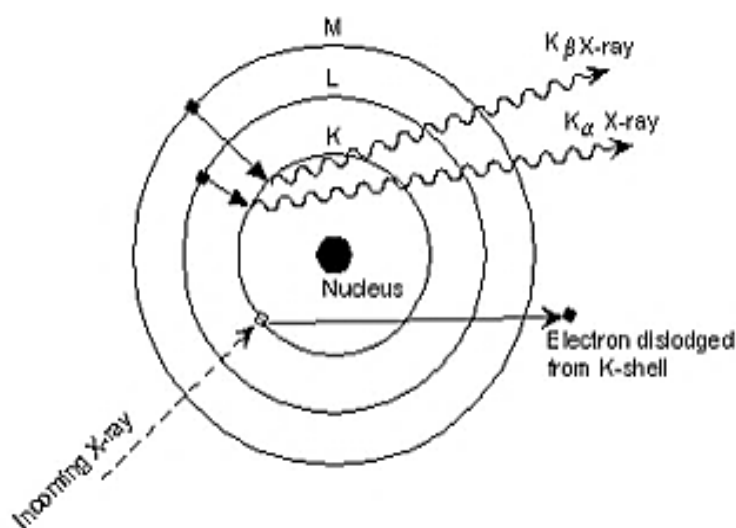
kualitatif dan kuantitatif jenis mineral zeolit dengan menggunakan difraktogram standar dari IZA. Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik, oleh karena itu pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa. Jadi dengan membandingkan difraktogram senyawa hasil sintesis yang tidak diketahui dengan difraktogram standar dalam IZA dapat ditentukan senyawa yang tidak diketahui tersebut (Nelson, 2003). 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).

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

*X-Ray Fluorescence (XRF)* merupakan teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sampel cair. XRF mampu mengukur elemen dari berilium (Be) hingga Uranium pada level *trace element*, bahkan dibawah level ppm. XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode spektrometri. XRF umumnya digunakan untuk menganalisa unsur dalam mineral atau batuan. Analisis unsur di lakukan secara kualitatif maupun

kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan.

Prinsip kerja XRF adalah foton yang memiliki energi tinggi (*X-rays*) menembak elektron pada kulit dalam (biasanya kulit K atau L) yang menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan energi sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang yang sesuai dengan karakteristik dari tiap elemen. Intensitas sinar yang diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari tiap elemen (Aurelia, 2005). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 5 berikut ini:



**Gambar 5.** Prinsip XRF (Fansuri, 2010).

### 3. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi inframerah merupakan metode yang digunakan untuk mengamati interaksi-interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik. Prinsip dasar spektroskopi inframerah yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan atau gugus fungsi dalam molekul yaitu dengan mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Absorpsi terhadap radiasi inframerah dapat menyebabkan eksitasi energi vibrasi molekul ke tingkat energi vibrasi yang lebih tinggi. Kemudian untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus mempunyai perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang  $12800-10\text{ cm}^{-1}$ . Umumnya daerah radiasi inframerah terbagi dalam daerah inframerah dekat ( $12800-4000\text{ cm}^{-1}$ ) tengah ( $4000-200\text{ cm}^{-1}$ ), dan daerah inframerah jauh ( $200-10\text{ cm}^{-1}$ ), daerah inframerah yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan adalah  $4000-690\text{ cm}^{-1}$ , daerah ini disebut sebagai daerah inframerah tengah (Khopkar, 2008).

Spektroskopi FTIR ini juga merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Beberapa kelebihan spektroskopi FTIR yaitu informasi struktur dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki resolusi yang tinggi) dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat, atau cair) (Harmita, 2006).

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

*Scanning Electron Microscope (SEM)* digunakan untuk mempelajari struktur permukaan obyek dan secara umum diperbesar antara 1.000-40.000 kali. Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari *filament* yang terbuat dari tungsten dan memancarkan berkas elektron. Apabila elektron tersebut berinteraksi dengan bahan (sampel) maka akan menghasilkan elektron sekunder dan sinar-X karakteristik. *Scanning* pada permukaan bahan yang dikehendaki dapat dilakukan dengan mengatur *scanning* generator dan *scanning coils*. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan bahan ditangkap oleh detektor SE (*Secondary Electron*). Kemudian diolah dan diperkuat oleh *amplifier* yang selanjutnya divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT).

Karakterisasi bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini dapat dilihat secara langsung pada hasil SEM berupa bentuk tiga dimensi gambar atau foto (Smallman dan Bishop, 2000). Selanjutnya menurut Eko (2005), SEM juga dapat digunakan untuk karakterisasi susunan serbuk dan melihat retakan pada permukaan sampel. Kelebihan menggunakan SEM 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).

Untuk menganalisis komposisi kimia suatu permukaan secara kualitatif dan kuantitatif digunakan perangkat alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang dirangkaikan dengan EDX (*Energy Dispersive X-ray*). Pada SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat diamati dengan EDX.

Energi spesifik sinar-X yang dipancarkan oleh setiap atom dalam senyawa dapat dideteksi dengan *Energy Dispersive X-ray* (EDX). EDX adalah suatu teknik analitik yang sering digunakan untuk menganalisis unsur-unsur atau mengkarakterisasi kandungan unsur kimia dari suatu sampel. EDX menganalisis sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan unsur-unsur, menganalisis emisi sinar-X oleh unsur dalam partikel.

Untuk mendorong terjadinya emisi karakteristik sinar-X dari suatu sampel, sebuah energi yang tinggi dari partikel yang bermuatan seperti elektron atau proton, atau pancaran sinar-X, difokuskan pada sampel untuk dikarakterisasi. Biasanya, suatu atom dengan sampel yang mengandung elektron pada keadaan dasar (tidak tereksitasi) berada pada tingkat energi yang diskrit atau kulit elektron bergerak ke inti. Pancaran yang terjadi mungkin mengeksitasi sebuah elektron di dalam kulit yang terdalam. Sebuah elektron dari kulit terluar, tingkat energi yang lebih tinggi kemudian mengisi kekosongan itu dan adanya perbedaan energi antara tingkat energi tertinggi dengan tingkat energi terendah dibentuk dalam

bentuk sinar-X. Sinar-X yang terbetuk oleh elektron kemudian dideteksi dan dianalisis dengan EDX (Sartono, 2007).

### 5. *Surface Area Analyzer* (SAA) Metode BET

*Surface Area Analyzer* (SAA) merupakan salah satu alat dalam karakterisasi material katalis. Alat ini berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu material. Prinsip kerjanya menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada temperatur konstan seringkali pada suhu didih dari gas tersebut. Alat tersebut pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan temperatur tertentu (Busca, 2014).

Penentuan luas permukaan ini dilakukan dengan pendekatan isotherm adsorpsi BET (*Brunauer-Emmet-Teller*). Dalam eksperimen, penentuan luas permukaan dilakukan dengan mengalirkan gas nitrogen ke permukaan padatan pada temperatur tertentu. Luas permukaan dapat ditentukan dari perbandingan volume / jumlah partikel teradsorpsi yang membentuk lapisan tunggal ( $V_m$ ) seperti persamaan berikut:

$$\frac{V}{V_m} = \frac{C \cdot x}{(1 - x)(1 - x + Cx)} \quad (1)$$

dengan  $x = P/P_0$ ,  $P$  adalah tekanan gas yang teradsorpsi,  $P_0$  adalah tekanan gas yang membentuk lapisan tunggal, dan  $C$  adalah konstanta adsorpsi-

desorpsi ( $C = K_{\text{adsorpsi}}/K_{\text{desorpsi}}$ ). Persamaan diatas dapat disesuaikan dengan hasil eksperimen yang menghasilkan data berupa P atau V dengan cara membuat resiprok kedua sisi persamaan tersebut kemudian mengalikan kedua sisi dengan  $V_m$  dan  $(1-x)/x$ , sehingga didapat persamaan sebagai berikut:

$$\frac{x}{1-x} \frac{1}{V} = \frac{1}{C \cdot V_m} + \frac{(C-1)x}{C \cdot V_m} \quad (2)$$

Persamaan akhir tersebut dapat diterapkan pada plot  $(x/1-x)1/V$  terhadap  $x$ , sehingga  $V_m$  dan  $C$  dapat ditentukan. Melalui dua nilai tersebut, luas permukaan dapat ditentukan (Busca, 2014).

Luas permukaan (*surface area*) merupakan sifat yang penting dalam aplikasi katalis. Istilah tekstur (*texture*) merujuk pada struktur pori partikel secara umum meliputi luas permukaan, distribusi ukuran pori, dan bentuk pori. Dari beberapa sifat kaitannya dengan tekstur tersebut, luas permukaan spesifik (*specific surface area*) merupakan parameter yang paling penting kaitannya dengan permukaan katalis di dalam desain katalis heterogen. Luas permukaan total merupakan kriteria krusial untuk katalis padat karena sangat menentukan jumlah situs aktif di dalam katalis kaitannya dengan aktivitas katalis (Istadi, 2011).

## J. Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel yang dihasilkan dari percobaan akan dikarakterisasi untuk mendapatkan gambaran tentang karakteristik biodiesel, meliputi karakteristik



fisik berupa uji nyala (*flash point*), dan densitas.. Sedangkan untuk mengetahui komposisi metil ester yang terkandung dalam biodiesel menggunakan GC-MS.

### **1. Titik Nyala (*Flash Point*)**

Titik nyala adalah temperatur 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 memenuhi standar SNI 7182:2015 dan layak digunakan sebagai bahan bakar atau tidak. Berdasarkan SNI, biodiesel memiliki titik nyala minimal 100 °C, untuk biodiesel minyak sawit titik nyalanya sebesar 140 °C (Deshpande and Kavita, 2012). Ada tiga macam uji untuk menentukan titik nyala dari suatu bahan bakar, yaitu:

- a. Alat uji cawan terbuka Cleveland (ASTM D 92–90) digunakan untuk menentukan titik nyala dari minyak, kecuali minyak yang memiliki titik nyala cawan terbuka di bawah 79 °C.
- b. Alat uji cawan tertutup Pensky-Martens (ASTM D 92–80) digunakan untuk menentukan titik nyala minyak bakar, pelumas, dan suspensi padatan.
- c. Alat uji cawan tertutup Abel digunakan untuk menentukan titik nyala minyak yang memiliki titik nyala antara -18 dan 71 °C.

## 2. Densitas

Densitas adalah 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 (Pangesti, 2017).

## 3. *Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)*

Kromatografi gas-spektrofotometri massa adalah kombinasi dari dua teknik analisis yang sangat baik. Kromatografi gas digunakan untuk memisahkan komponen dari campuran dalam waktu tertentu dan spektrofotometri massa akan menghasilkan informasi yang membantu dalam identifikasi struktur masing-masing komponen serta untuk mengetahui massa molekul relatif ( $M_r$ ) dari setiap puncak kromatogram (Kitson *et al.*, 1996). Mekanisme kerja kromatografi gas merupakan satu sistem yang terdiri dari tangki gas pembawa yang bertekanan tinggi, lubang suntik cuplikan campuran yang dipisahkan (lubang injeksi), kolom serta detektor yang berfungsi untuk meneteksi jenis maupun jumlah komponen dan hasil pemisahan dianalisis oleh spektrometer massa.

Metode ini digunakan untuk mengidentifikasi sampel campuran dari beberapa komponen. Puncak-puncak kromatogram memberikan informasi jumlah komponen yang ada dalam sampel dan spektra dari spektrometer massa memberikan kunci-kunci penting dalam proses identifikasi (Hendayana, 2006).

Prinsip instrumen kromatografi gas-spektrometri massa adalah menguapkan senyawa organik dan mengionkannya dalam spektrometer, molekul-molekul organik ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion yang bermuatan positif (ion molekul) yang dapat dipecah menjadi ion-ion lebih kecil. Molekul organik mengalami proses pelepasan satu elektron menghasilkan ion radikal yang mengandung satu elektron tidak berpasangan. Ion-ion radikal ini kemudian akan dipisahkan dalam medan magnet akan menimbulkan arus ion pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatifnya. Spektra massa merupakan gambar antara limpahan relatif lawan perbandingan massa/muatan ( $m/z$ ).

Cara penyajian yang jelas dari puncak-puncak utama dapat diperoleh dengan membuat harga massa/muatan ( $m/z$ ) terhadap kelimpahan relatif. Kelimpahan tersebut disebut puncak dasar (base peak) dari spektra dan dinyatakan sebagai 100%. Puncak-puncak lain mempunyai harga relatif terhadap puncak dasar. Dengan data tersebut dapat diperkirakan bagaimana struktur molekul senyawa yang dianalisis. Kromatografi gas-spektrometer massa ini biasa digunakan untuk analisis kualitatif senyawa

organik yang pada umumnya bersifat dapat diuapkan. Campuran terdiri dari metil ester minyak nabati yang dapat dianalisis menggunakan gas-spektrometer karena memiliki kriteria tersebut. Pemisahan yang dihasilkan dari setiap jenis senyawa yang dianalisis bersifat khas untuk setiap senyawa (Suryani dkk., 2005).

### III. METODE PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2018 sampai Juni 2018, bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis *X-Ray Fluoresence* (XRF) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang, *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) dilakukan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM)-BATAN, *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung, *Gas Chromatography - Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan di Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia Yogyakarta, analisis densitas dan titik nyala (*flash point*) dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Universitas Lampung.

## **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitik, oven, gelas kimia, gelas ukur, spatula, corong kaca, *hotplate stirrer*, *magnetic stirrer*, wadah *polypropylene*, erlenmeyer, corong pisah, *furnace*, batang pengaduk, labu ukur, satu set refluks, labu bundar, cawan penguap, mortal dan alu, batang pengaduk, spatula, termometer, dan pipet tetes.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam Lampung (ZAL), KOH, HNO<sub>3</sub>, HCl, metanol, akuades, kertas saring, minyak kelapa sawit dari Bimoli, dan indikator universal.

## **C. Prosedur Kerja**

### **1. Preparasi Zeolit Alam Lampung**

ZAL yang berasal dari Campang Tiga Lampung Selatan yang dikelola oleh CV. Minatama, terlebih dahulu dilakukan proses penghalusan dengan cara ditumbuk dan diayak dengan ukuran 100 mesh.

### **2. Aktivasi Zeolit Alam Lampung**

ZAL yang telah dihaluskan dan memiliki ukuran 100 mesh kemudian dilakukan proses aktivasi. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan zat

pengotor serta memperbesar pori dari zeolit alam tersebut. Dalam penelitian ini, ZAL dilakukan aktivasi secara kimia dan secara fisika.

#### **a. Aktivasi Kimia ZAL**

Aktivasi kimia ZAL dilakukan dengan cara ZAL ditimbang sebanyak 25 gram, kemudian masing-masing ditambahkan larutan HCL 0,05 M dan HNO<sub>3</sub> 0,05 M sampai bubuk ZAL terendam sambil dipanaskan pada suhu 70 °C dan diaduk selama 1 jam, lalu didiamkan semalaman. Produk yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan akuades sampai didapatkan pH netral dan dikeringkan pada udara terbuka hingga kering. Kemudian di*furnace* pada suhu 600 °C selama 1 jam (Gultom *at al.*, 2016). ZAL yang telah diaktivasi secara kimia kemudian dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui jenis kandungan mineral zeolit pada ZAL dan tingkat kristalinitas, dan BET untuk menentukan luas permukaan ZAL setelah diaktivasi secara kimia.

#### **b. Aktivasi Fisika ZAL**

ZAL ditimbang sebanyak 25 gram dalam cawan porselen lalu diaktivasi dalam *furnace* pada suhu 600, 800, 900, dan 1000 °C selama 6 jam. ZAL yang telah diaktivasi pada suhu 600 °C kemudian dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui kandungan mineral dan fasa kristalin dari ZAL. Hasil aktivasi fisika ZAL pada suhu yang terbaik

dianalisis menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi senyawa yang terkandung dalam ZAL dan terutama untuk mengetahui apakah proses aktivasi ZAL secara fisika dapat menghilangkan atau mengurangi pengotor-pengotor yang terkandung dalam ZAL.

ZAL yang telah diaktivasi pada variasi suhu 600, 800, 900, dan 1000 °C dianalisis menggunakan BET untuk mengetahui luas permukaan. ZAL hasil aktivasi yang memiliki luas permukaan terbesar berdasarkan data BET, selanjutnya digunakan sebagai katalis pendukung dalam proses modifikasi katalis basa.

### **3. Modifikasi Katalis Basa**

Modifikasi katalis basa dilakukan dengan cara ZAL yang memberikan hasil aktivasi terbaik berdasarkan analisis BET, diimpregnasikan dalam larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda. KOH sejumlah (0, 25, 50, 75, dan 100 gram) ditambahkan ke dalam 100 mL akuades, diikuti dengan penambahan ZAL yang telah diaktivasi sebanyak 20 gram ke dalam larutan. Perbandingan massa antara ZAL dengan larutan KOH adalah 1:4. Setelah itu, campuran dipindahkan ke dalam wadah *polypropylene*. Campuran zeolit dengan larutan KOH dilakukan proses *stirring* pada suhu 60 °C selama 24 jam. Selanjutnya zeolit dan larutan KOH yang telah diimpregnasi dilakukan penyaringan. Padatan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan air, dan dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 450 °C selama 4



jam (Kusuma *at al.*, 2013). Kemudian katalis modifikasi yang diperoleh dilakukan karakterisasi.

#### **4. Reaksi Transesterifikasi**

Transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis modifikasi ZAL menjadi biodiesel dilakukan dalam labu bundar (500 mL) yang dilengkapi dengan kondenser reflux, indikator suhu, dan penangas air. Untuk proses transesterifikasi sejumlah minyak kelapa sawit dicampur dengan sejumlah metanol dan sejumlah katalis dari berat minyak dengan perincian sebagai berikut :

##### **a. Penentuan Optimasi Rasio Berat Minyak Kelapa Sawit dengan Metanol**

Dalam reaksi transesterifikasi alkohol harus dibuat berlebih, sehingga perbandingan berat minyak kelapa sawit dengan metanol yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1:3 ; 1:5 ; 1:7 ; 1:15 ; dan 1:20 dengan jumlah katalis yang digunakan sebanyak 4 % terhadap berat minyak kelapa sawit yang digunakan. Perbandingan ini digunakan untuk mencari rasio molar minyak kelapa sawit dan metanol yang paling optimum dalam reaksi transesterifikasi dalam penelitian ini yang ditunjukkan dengan jumlah biodiesel tertinggi yang tidak membentuk produk samping (gliserol).

### **b. Optimasi Jumlah Katalis**

Reaksi transesterifikasi dapat berlangsung apabila terdapat katalis.

Variasi jumlah katalis dalam penelitian ini yaitu 2, 4, 6, 8, dan 10 % terhadap berat minyak kelapa sawit yang digunakan. Rasio berat minyak kelapa sawit dengan metanol yang digunakan dalam optimasi jumlah katalis ini adalah hasil rasio optimum pada tahap sebelumnya.

Variasi jumlah katalis terhadap berat minyak kelapa sawit ini digunakan untuk mencari jumlah katalis yang paling optimum yang dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi dalam penelitian ini yang ditunjukkan dengan jumlah biodiesel tertinggi yang tidak membentuk produk samping (gliserol).

### **c. Optimasi Konsentrasi Katalis**

Dalam penelitian ini digunakan 5 variasi konsentrasi katalis yaitu (0, 25, 50, 75, dan 100 gram) KOH yang ditambahkan dalam 100 mL akuades kemudian diimpregnasi ke dalam ZAL sebanyak 20 gram yang telah diaktivasi. Rasio berat minyak kelapa sawit dengan metanol, dan jumlah katalis yang digunakan dalam optimasi konsentrasi katalis ini adalah hasil rasio minyak dengan metanol beserta jumlah katalis optimum pada tahap sebelumnya. Penentuan konsentrasi katalis optimum ditentukan dengan jumlah biodiesel tertinggi yang tidak membentuk produk samping (gliserol).

Campuran direfluks secara kontinyu menggunakan *hot plate stirrer* pada suhu 60 °C selama 2 jam. Setelah 2 jam, proses refluks dihentikan.

Selanjutnya, hasil refluks didinginkan hingga mencapai suhu kamar dan disaring dengan kertas saring ke dalam corong pisah untuk memisahkan dari katalis yang tidak terlarut. Hasil refluks tersebut dibiarkan selama 24 jam agar terjadi pemisahan antara biodiesel dengan minyak yang tersisa. Setelah terpisah kemudian bagian atas (biodiesel) diambil untuk dilakukan karakterisasi.

## **D. Karakterisasi**

### **1. Karakterisasi Katalis**

Karakterisasi katalis berdasarkan hasil uji katalitik pada reaksi transesterifikasi yang memberikan hasil optimum dilakukan analisis dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui pengaruh impregnasi terhadap struktur kristalografi katalis, apakah sampel bersifat amorf atau kristalin, *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam katalis baik secara kualitatif maupun kuantitatif, analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi senyawa dari katalis, analisis *Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan katalis dan untuk mengetahui komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam

katalis, dan analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi senyawa dari katalis.

## **2. Karakterisasi Biodiesel**

Karakterisasi biodiesel dilakukan menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS). Selain itu, menguji kelayakan biodiesel sebagai bahan bakar aplikasi, biodiesel hasil transesterifikasi dianalisis untuk menentukan beberapa parameter teknis meliputi titik nyala (*flash point*), dan densitas berdasarkan SNI 7182:2015.

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

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (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.

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

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.

### **c. Analisis Densitas**

Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Piknometer dibersihkan bagian luar dan dalam dengan dicuci menggunakan metanol kemudian dikeringkan di dalam oven.
2. Piknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat piknometer kosong).
3. Pada tahap selanjutnya biodiesel dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.

4. Bagian luar piknometer dicuci dengan metanol dan piknometer ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

Densitas dihitung dengan rumus:

$$\text{Densitas} = \frac{W_2 - W_1}{\rho_{air}} \quad (3)$$

Keterangan :

$W_1$  : berat piknometer kosong (g)

$W_2$  : berat piknometer dan biodisel (g)

$\rho_{air}$  : densitas air (g/mL)

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Aktivasi fisika ZAL memberikan hasil optimum pada suhu 800 °C dan memiliki luas permukaan sebesar 19,263 m<sup>2</sup>/g yang didasarkan pada hasil karakterisasi BET.
2. Pengaruh ZAL sebagai katalis heterogen yang dimodifikasi dengan KOH dapat memberikan jumlah biodiesel yang lebih tinggi dengan waktu reaksi transesterifikasi yang berlangsung lebih cepat dibandingkan dengan ZAL tanpa modifikasi.
3. Hasil karakterisasi katalis optimum berdasarkan XRF, XRD, FTIR, dan SEM-EDX menunjukkan bahwa proses impregnasi ZAL kedalam larutan KOH dapat meningkatkan aktivitas katalitik dari ZAL-K<sub>2</sub>O.
4. Pada uji katalitik didapatkan kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel pada rasio berat minyak dengan metanol 1:15, dengan jumlah katalis 6 %, dan konsentrasi katalis pada ZAL yang diimpregnasi dengan larutan KOH konsentrasi 50 gram /

100 mL akuades, dengan biodiesel yang dihasilkan sejumlah 86 mL, jumlah minyak yang terkonversi sebesar 100 %, dan tidak membentuk produk samping (gliserol).

5. Hasil karakterisasi GC-MS pada ZAL yang diimpregnasi dengan larutan KOH pada kondisi optimum menunjukkan bahwa semua asam lemak yang terkandung dalam biodiesel pada kondisi optimum berubah menjadi metil ester dengan kandungan utama biodiesel yaitu metil elaidat dan metil palmitat dan biodiesel yang diperoleh telah memenuhi persyaratan SNI 7182:2015 untuk densitas, namun memiliki titik nyala yang lebih rendah dari yang ditentukan dalam SNI.

## **B. Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh maka pada penelitian selanjutnya disarankan agar melakukan pemurnian biodiesel dan pemurnian gliserol dari hasil samping pembuatan biodiesel, serta mencari teknik pemisahan gliserol dan biodiesel yang paling baik.



## DAFTAR PUSTAKA

- Ali, S., Toriq, M., and N. Khalid, N. 2012. Activity of Homogeneous and Heterogeneous Catalysts, Spectroscopic and Chromatographic Characterization of Biodiesel: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 16: 6303–6316.
- Almjadleh, M., Alasheh, S., and Raheb, I. 2014. Use of Natural and Modified Jordanian Zeolitic Tuff for Removal of Cadmium (II) from Aqueous Solutions. *Jordan Journal of Civil Engineering*. 3: 332–343.
- Atadashi, I. M., Aroua, M. K., Aziz, A. R. A., and Sulaiman, N. M. N. 2013. The Effects of Catalysts in Biodiesel Production: A Review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 19: 14–26.
- Ates, A., and Akgul, G. 2016. Modification of Natural Zeolite with NaOH for Removal of Manganese in Drinking Water. *Powder Technology*, 287: 285–291.
- Atkins, P. W. 1999. *Kimia Fisika*, Jilid 2 Edisi 4. Erlangga. Jakarta.
- Aurelia, I. 2005. Studi Modifikasi Glassy Carbon dengan Teknik Elektrodeposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi sebagai Elektroda Sensor Arsen (III). (*Skripsi*). Universitas Indonesia. Jakarta.
- Boey, P. L., Maniam, G. P., and Hamid, S. A. 2009. Biodiesel Production Via Transesterification of Palm Olein using Waste Mud Crab (*Scylla serrata*) Shell as a Heterogeneous Catalyst. *Bioresource Technology*. 100: 6362–6368.
- Bragg, L., Philips, D., and Lipson, H. S. 1975. *The Development of X-Ray Analysis*. Bell. London. Pp. 270.
- Breck, D. W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley and Sons. New York. Pp. 4.
- Busca, G. 2014. *Heterogeneous Catalytic Materials: Solid State Chemistry, Surface Chemistry, and Catalytic Behaviour*. Elsevier.

- Campbell, I. M. 1988. *Catalysis at Surface*. Chapman and Hall. New York. Pp. 1–3.
- Cheetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. Oxford University Press. Oxford. Pp. 234–237.
- Cejka, J., Bekkum, H. V., Corma, A., and Schuth, F. 2007. Introduction to Zeolite Science and Practice-3<sup>rd</sup> Revised Edition. *Studies in Surface Science and Catalysis*. 168: 39–103.
- Charlena, H. Purwaningsih, dan Rosdiana, T. 2008. Pencirian dan Uji Aktivitas Katalitik Zeolit Alam Teraktivasi. *Jurnal Riset Kimia*. 1: 107–115.
- Corro, G., Pal, U., dan Tellez, N.. 2013. Biodiesel Production from Jatropa Curcas Crude Oil using ZnO/SiO Photocatalysts for Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B: Environmental*. 129: 39–47.
- Deshpande, P. and Kulkarni, K. 2012. Production and Evaluation of Biodiesel from Palm Oil and Ghee (Clarified Butter). *Chemical and Process Engineering Research*. 2: 33–42.
- Direktorat Pembangunan Potensi Daerah BKPM. 2012. *Potensi Zeolit dari Lampung*. <http://regionalinvestment.bkpm.go.id/newsipid/id/commodityara.php?ic=744&ia=18>. Diakses pada 3 November 2017.
- Eko, S. 2005. *Mekanisme Penguatan Mortar terhadap Penambahan Bubuk Silika*. Departemen Fisika. Medan.
- Endalew, A. K., Kiros, Y., and Zanzi, R. 2011. Heterogeneous Catalysis for Biodiesel Production From Jatropa Curcas Oil (JCO). *Journal of Energy*. 36: 2693–2700.
- Ertan, A. and Ozkan, F. C. 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: 151–156.
- Evangelista, J. P. C., Chellappa, T., Coriolano A. C. F., Fernandes, V. J., Souza, L. D., and Araujo, A. S. 2012. Synthesis of Alumina Impregnated with Potassium Iodide Catalyst for Biodiesel Production from Rice Bran Oil. *Fuel Processing Technology*. 104: 90–95.
- Fansuri, H. 2010. *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Laboratorium Energi dan Rekayasa. LPPM ITS. Surabaya.
- Frenzer, G. and Maier, W. F. 2006. Amorphorous Pours Mixed Oxides: Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Research*. 36: 281–331.

- Fu, K., Li, Z., Xia, Q., and Zhong, T. 2011. Change and Improving of Ammonium Exchange Capacity in to Zeolite in Seawater. *2<sup>nd</sup> International Conference on Environmental Engineering and Applications*. 17: 226–231.
- Georgiev, D., Bagdanov, B., Hristov, Y., Markovska, I., and Angelova, K. 2009. Synthesis Zeolite – Structure, Classification, Current Trends in Zeolite Synthesis. *International Science Conference*. Bulgaria. 1: 1–15.
- Gultom, F., Wirjosentono B., Thamrin, Nainggolan, H., and Eddiyanto. 2016. Preparation and characterization of North Sumatera natural zeolite polyurethane nanocomposite foams for light-weight engineering materials. *Procedia Chemistry*. 19: 1007–1013.
- Hambali, E., Mujdalifah, S., Halomoan, A., Pattiwiri, A. W., dan Hendroko, R. 2007. *Teknologi Bioenergi*. Agromedia Pustaka. Jakarta.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites, Synthesis, Characterization and Modification*. University Technology Malaysia. Penang. Pp. 32–54.
- Handayani, A. dan Sitompul, A. S. 1996. *Teknik Pengamatan Struktur Mikro dengan SEM-EDAX*. Makalah Kunjungan dan Demo PTBIN BATAN. Serpong.
- Hanif, A. S. 2008. Sintesis Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi Minyak Sawit Menggunakan Katalis Heterogen KOH/Zeolit. (*Skripsi*). Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Harmita. 2006. *Analisis Fisika Kimia*. Departemen Farmasi FMIPA-UI. Jakarta. Hal. 19–20.
- Helwani, Z., Othman, M. R., Aziz, N., Kim, J., and Fernando, W. J. N. 2009. Solid Heterogeneous Catalysts for Transesterification of Triglycerides with Methanol: a Review. *Applied Catalysis A:General*. 363: 1–10.
- Hendayana, S. 2006. *Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*. Remaja Rosda Karya. Bandung. Hal. 2–3.
- Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Penyerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Energy Chemistry*. 22: 690–700.
- Intarapong, P., Iangthararat, S., Phanthong, P., Luengnaruemitchai, A., and Jai-In, S. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*. 22: 690–700.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi: Fundamental dan Aplikasi*. Graha Ilmu. Yogyakarta.

- Jozefaciuk, G. and Bowanko, G. 2002. Effect of Acid and Alkali Treatments on Surface Areas and Adsorption Energies of Selected Minerals. *Journal Clays and Clay Minerals*. 50: 771–783.
- Kansedo, J., Lee, K. T., and Bhatia, S. 2009. Biodiesel Production From Palm Oil Via Heterogeneous Transesterification. *Biomass and Bioenergy*. 33: 271–276.
- Ketaren, S. 2005. *Minyak dan Lemak Pangan*. UI Press. Jakarta. Hal. 68–76.
- Khopkar. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia. Jakarta. Hal. 91–108.
- Kitson, F. G., Larsen, B. S., and McEwen, C. N.. 1996. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Particular Guide*. Academic Press. London. Pp. 3.
- Knothe, G. 2006. Analyzing Biodiesel: Standards and Other Methods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 82: 823–833.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucita, A., Soetaredjo, F. E., and Ismadji, S. 2013. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Esterification of Palm Oil. *Applied Clay Science*. 74: 121–126.
- Lam, M. K., Lee, K. T., and Mohamed, A. R. 2010. Homogeneous, Heterogeneous, and Enzymatic Catalysis for Transesterification of High Free Fatty Acid Oil (Waste Cooking Oil) to Biodiesel: A Review. *Biotechnology Advances*. 28: 500–518.
- Lemigas. 2005. *Naskah Akademik Rancangan Kebijakan Biodiesel*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi. Jakarta.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., and Zecchina, A. 1997. Catalyst Characterization: Characterization Technique. *Catalysis Today*. 34: 329–352.
- Lestari, D. Y. 2010. *Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara*. Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Yogyakarta. Yogyakarta. Hal. 1–6.
- Leung, D. Y. C., Wu, X., and Leung, M. K. H. 2010. A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification. *Applied Energy*. 87: 1083–1095.
- Lukic, I., Krstic, J., Jovanovic, D., and Skala, D. 2009. Alumina/Silica Supported  $K_2CO_3$  as a Catalyst for Biodiesel Synthesis from Sunflower Oil. *Bioresour. Technol.* 100: 4690–4696.

- Miller, W. S., Castagna, C. J., and Pieper, A. W. 2009. Understanding Ion-Exchange Resins For Water Treatment Systems. *GE Water & Process Technologies*. 6: 1–13.
- Moffat, J. B. 1990. *Theoretical Aspects of Heterogeneous Catalysis*. Van Nostrand Reinhold. New York.
- Moholkar, V. S., Hanif, A. C., Gosmawi, P. P., and Ritesh, S. M. 2013. Ultrasonic Biodiesel Synthesis from Crude Jatropha Curcas Oil with Heterogeneous Base Catalyst: Mechanistic Insight and Statistical Optimization. *Ultrasonics Sonochemistry*. 21: 1050–1064.
- Munandar, A., Krisdiyanto, D., Khamidinal dan Artsanti, P. 2014. Adsorpsi Logam Pb dan Fe dengan Zeolit Alam Teraktivasi Asam Sulfat. (*Skripsi*). Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Sunan Kalijaga. Yogyakarta.
- Nelson, S. A. 2003. *Earth Materials: X-Ray Crystallography*. Tulane University. New Orleans. Pp. 1–6.
- Noiroj, K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A., and Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Renewable Energy*. 34: 1145–1150.
- Oudejans, J. C. 1984. *Zeolite Catalyst in Some Organic Reaction*. The Netherland Foundations for Chemical Research. Holland. Pp. 1-30.
- Pandiangan, K. D. and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil Using Dimethyl Carbonate and TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Heterogeneous Catalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*. 13: 47–52.
- Pangesti, G. G. 2017. Pengolahan Minyak Kelapa Sawit dan Minyak Jarak Pagar Menjadi Biodiesel Menggunakan Zeolit Sintetik Berbasis Silika Sekam Padi sebagai Katalis. (*Skripsi*). Universitas Lampung. Lampung.
- Purbasari, A. dan Silviana, S. 2008. Kajian Awal Pembuatan Biodiesel dari Minyak Dedak Padi dengan Proses Esterifikasi. *Reaktor*. 12: 19–21.
- Puspitaningati, S. R., Permatasari, R., dan Gunardi, I. 2013. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Berpromotor Ganda Berpenyangga  $\gamma$ -Alumina (CaO/KI/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dalam Reaktor *Fluidized Bed*. *Jurnal Teknik Pomits*. 1: 2301–9271.
- Rachmawati, M. dan Sutarti, M. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi LIPI. Jakarta. Hal. 57.
- Ramadhani, D. G., Fatimah, N. F., Sarjono, A. W., Setyoko, H., dan Nuhayati, N. D. 2017. Sintesis Ni/Zeolit Alam Teraktivasi Asam sebagai Katalis pada

- Biodiesel Minyak Biji Ketapang. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*. 2: 72–79.
- Sartono, A. A. 2007. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia. Jakarta.
- Scott, M. A., Kathleen, A. C., and Prabir K. D. 2003. *Handbook of Zeolite Science and Technology*. Marcel Dekker Inc. New York. Pp. 42–45.
- Setyawan, P. H. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit. *Jurnal Ilmu Dasar*. 3: 103–109.
- Setyawardhani, D. A., Distantina, S., Budiyanto, R., dan Swarte, W. 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 Penolahan Sumber Daya Alam Indonesia. Surakarta. Hal. 4.
- Sharma, Y. C., Singh, B., and Korstad, J. 2010. Latest Developments on Application of Heterogenous Basic Catalysts for an Efficient and Eco-friendly Synthesis of Biodiesel: A review. *Fuel*. 90: 1309–1324.
- Shuit, S. H., Lee, K. T., Kamaruddin, A. H., and Yusup, S. 2010. Reactive Extraction and in Situ Esterification of *Jatropha Curcas* Seeds for the Production of Biodiesel. *Fuel*. 89: 527–530.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R. J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta. Hal. 23–30.
- Smith, K. 1992. *Solid Support and Catalyst in Organic Synthesis*. Ellis Horwood PTR. London.
- Soerawidjaja, T. H. 2006. *Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel*. Handout Seminar Nasional Biodiesel sebagai Energi Alternatif Masa Depan, UGM. Yogyakarta. Hal. 1–36.
- Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., and Maukar, A. L. 2011. KOH/Bentonite Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied Clay Science*. 53: 341–346.
- Suiva, K. A. 2014. Esterifikasi Minyak Goreng Bekas Menggunakan Fotokatalis Komposit  $\text{TiO}_2$ -Zeolit Alam Teraktivasi. (*Skripsi*). Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.

- Sulaiman, S., Aziz, A. R. A., and Aroua, M. K.. 2013. Reactive Extraction of Solid Coconut Waste to Produce Biodiesel. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineering*. 44: 233–238.
- Suminta, S. 2003. Simulasi Pola Difraksi Sinar-X Berbagai Jenis Mineral Zeolit Alam dengan Program Rietan. *Jurnal Zeolit Indonesia*. 2: 45–55.
- Suryani, A., E. Hambali, E., Syamsu, K., Rivai, M., dan Suryadarma, P. 2005. Penelitian Pengembangan Produk Surfaktan Berbasis Sawit di Indonesia. *Seminar Peluang Pengembangan Industri Surfaktan Berbasis Sawit di Indonesia*. Jakarta.
- Tan, K. H. 1991. *Principles of Soil Chemistry* (Dasar-Dasar Kimia Tanah), Penerjemah: Didiek Hadjar Goenadi. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta. Hal. 195.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi, dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*. 10: 269–282.
- Tovina, H. 2009. Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik *Seeding* yang Ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Karbon. (*Skripsi*). Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia. Depok.
- Utomo, A. S. 2011. Preparasi NaOH/Zeolit sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng secara Transesterifikasi. (*Skripsi*). Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik UI. Depok.
- West, A. R. 1984. *Solid State Chemistry and Its Application*. John Wiley and Sons. New York. Pp. 104.
- Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Biji Jarak Menjadi Metil Ester sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan Menggunakan Katalis KOH. (*Skripsi*). Universitas Negeri Semarang. Semarang.
- Wu, H., Zang, J., Wei, Q., Zeng, J., and Zhang, J. 2013. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using Zeolite Supported CaO as Strong Base Catalysts. *Fuel Processing Technology*. 109: 13–18.
- Ye, W., Gao., Y, Ding, H., Liu, M., Liu, S., Han, X., and Qi, J. 2016. Kinetics of Transesterification of Palm Oil Under Conventional Heating and Microwave Irradiation, Using CaO as Heterogeneous Catalyst. *Fuel*. 180: 574–579.
- Yuanita, D. 2009. *Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat Menjadi Stearil Alkohol Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Alam*. Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY. Yogyakarta. Hal. 1–8.

- Yusri, S. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit ZSM-5 Mesopori dengan *Secondary Template* dan Studi Awal Katalisis Oksidasi Metana. (*Skripsi*). FMIPA Universitas Indonesia. Depok.
- Zhang, J. and Jiang, L. 2008. Acids Catalyzed Esterification of *Zanthoxylum bungeanum* Seed Oil with High Free Fatty Acids for Biodiesel Production. *Bioresource Technology*. 99: 8995–8998.