PENGOLAHAN MINYAK BIJI JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI BIODIESEL DENGAN REAKSI TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)

(Skripsi)

Oleh

FAULIA RIYANTI

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019

ABSTRAK

PENGOLAHAN MINYAK BIJI JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI BIODIESEL DENGAN REAKSI TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)

Oleh

Faulia Riyanti

Dalam penelitian ini, zeolit ZSM-5 telah disintesis dengan rasio molar Si/Al 20 dari silika sekam padi dan $Al(OH)_3$ menggunakan metode hidrotermal. Kristalisasi dilakukan pada waktu yang berbeda yaitu 24, 48, 72, 96, dan 120 jam pada suhu 180℃, dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 600℃ selama 6 jam, dan diujicobakan sebagai katalis untuk transesterifikasi minyak jarak kaliki. ZSM-5 juga dikonversi menjadi HZSM-5 dan diuji sebagai katalis. Analisis XRD menunjukkan adanya fasa ZSM-5 oleh puncak pada 2θ ($8,6^o$-$8,7^o$; $23,2^o$; dan $23,6^o$-$23,7^o$) disertai dengan fasa kristalin lainnya. Analisis SEM menunjukkan adanya partikel heksagonal yang merupakan ZSM-5, dan bentuk lainnya yaitu jarum (mordenit), batang (heulandit), dan icotetrahedral (analcim). Analisis FTIR menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 546 cm^{-1} yang merupakan kerangka cincin pentasil khas ZSM-5. Analisis PSA menunjukkan pembentukan 2 *cluster* dengan rentang distribusi ukuran partikel pada kisaran 0,077-1,047 µm dan 0,954-2,920 µm. Analisis BET menunjukkan bahwa sampel tersebut termasuk dalam kategori zeolit *extra-large* karena memiliki diameter pori >7,5Å. Uji katalitik transesterifikasi minyak jarak kaliki menunjukkan bahwa zeolit ZSM-5 memiliki aktivitas katalitik, dengan kinerja terbaik ditunjukkan oleh Z5-96. Komponen utama biodiesel adalah metil risinoleat ($C_{19}H_{36}O_3$) dengan persentase relatif sebesar 89,80%, yang sesuai dengan komposisi minyak jarak kaliki. Parameter fisik biodiesel termasuk titik nyala, densitas, dan viskositas belum memenuhi spesifikasi standar nasional untuk biodiesel (SNI 7182:2015), oleh karena itu masih diperlukan penelitian lebih lanjut.

Kata kunci: zeolit ZSM-5, silika sekam padi, aluminium hidroksida $Al(OH)_3$, minyak jarak kaliki, transesterifikasi, biodiesel.

ABSTRACT

CONVERSION OF CASTOR OIL (*Ricinus communis* L.) INTO BIODIESEL BY TRANSESTERIFICATION METHOD USING ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5) CATALYST

By

Faulia Riyanti

In this research, hydrothermal method was applied to synthesize ZSM-5 zeolites with the molar ratio of Si/Al 20 from rice husk silica and $Al(OH)_3$. Crystallization was carried out at different time of 24, 48, 72, 96, and 120 hours at 180℃, followed by calcination treatment at 600℃ for 6 hours and tested as catalyst for transesterification of castor oil. The ZSM-5 was also converted into HZSM-5 and tested as catalyst. XRD analysis confirms the presence of ZSM-5 phase by the peaks at 2θ (8.6^o-8.7^o; 23.2^o; and 23.6^o-23.7^o) accompanied by other phases. SEM analysis show the existence of hexagonal particle, which is associated with ZSM-5, and other shapes include needle (mordenite), rod (heulandite), and icotetrahedral (analcime). FTIR analysis indicated the absorption band at wavenumber 546 cm^{-1} which is typical of pentasil ring framework of ZSM-5. PSA analysis showed the formation of 2 clusters with a particle size distribution in the range of 0.077-1.047 µm and 0.954-2.920 µm. BET analysis showed that the sample belongs to the extra large zeolite category because it has a pore diameter >7.5Å. Catalytic transesterification test of castor oil showed that the ZSM-5 zeolite has a catalytic activity, with the best performance exhibited by Z5-96. The main component of biodiesel is methyl ricinoleat ($C_{19}H_{36}O_3$), with the relative percentage of 89.80%, which is in accordance with the composition of castor oil. Physical parameters of biodiesel include flash point, density, and viscosity are not in the values specified in national standard for biodiesel (SNI 7182:2015), therefore further research is still necessary.

Keyword: ZSM-5 zeolites, rice husk silica, aluminium hydroxide $Al(OH)_3$, castor oil, transesterification, biodiesel.

PENGOLAHAN MINYAK BIJI JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI BIODIESEL DENGAN REAKSI TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)

Oleh

Faulia Riyanti

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019

Judul Skripsi : **PENGOLAHAN MINYAK BIJI JARAK KALIKI (*Ricinus communis* L.) MENJADI BIODIESEL DENGAN REAKSI TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile-5*)**

Nama Mahasiswa : Faulia Riyanti

No. Pokok Mahasiswa : 1517011037

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.	**Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.**
NIP 19721205 199703 2 001	NIP 19590706 198811 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. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.** .....

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

Penguji
Bukan Pembimbing : **Diky Hidayat, M.Sc.** .....

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Drs. Suratman, M.Sc.
NIP 19640604 199003 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **04 Desember 2019**

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	: Faulia Riyanti
Nomor Pokok Mahasiswa	: 1517011037
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi	: Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya yang berjudul **"Pengolahan Minyak Biji Jarak Kaliki (*Ricinus communis* L.) Menjadi Biodiesel Dengan Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)"** adalah benar karya saya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Selanjutnya saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenarnya untuk digunakan sebagai mestinya.

Bandar Lampung, 11 Desember 2019
Yang menyatakan,

Faulia Riyanti
NPM. 1517011037

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Pringsewu pada tanggal 24 September 1997. Penulis merupakan anak kedua dari lima bersaudara dan merupakan buah hati dari pasangan Bapak Viktor Siregar dan Ibu Firlina Santi yang diberi nama Faulia Riyanti. Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-Kanak di TK Aisyiyah Bustanul Athfal Metro pada tahun 2003, Sekolah Dasar di SD Negeri 4 Metro pada tahun 2009, Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 3 Metro pada tahun 2012, dan Sekolah Menengah Awal di SMA Negeri 2 Metro pada tahun 2015. Penulis kemudian terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan S1 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur undangan atau Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN) pada tahun 2015.

Selama menjadi mahasiswa, penulis merupakan mahasiswa penerima beasiswa Bidikmisi selama 4 tahun yaitu dari tahun 2015 hingga tahun 2019 selain itu penulis turut berpartisipasi dalam semarak Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) yang didanai oleh DIKTI pada tahun 2016 dan 2017. Penulis dalam menyelesaikan pendidikannya telah mengikuti Praktik Kerja Lapangan di PT Sinkona Indonesia Lestari Jalan Raya Ciater Km 171, Kabupaten Subang, Jawa

Barat yang diberi judul “Pengembangan Minyak Atsiri Sebagai Roll On Anti Nyamuk dan Potensinya Sebagai Produk Sediaan di PT Sinkona Indonesia Lestari” pada bulan Januari hingga Februari 2018 dan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Kebangsaan di Kabupaten Lampung Timur, Provinsi Lampung selama 30 hari pada bulan Juli hingga Agustus 2018. Penulis pernah menjadi asisten dosen pada praktikum Kimia Dasar pada semester Ganjil dan semester Genap untuk mahasiswa Jurusan Kimia angkatan 2018 pada tahun 2018/2019 dan asisten dosen pada praktikum Kimia Fisik pada semester Ganjil untuk mahasiswa Jurusan Kimia angkatan 2016 pada tahun 2018/2019. Selain itu, penulis pernah mengikuti beberapa aktivitas organisasi Kader Muda HIMAKI (KAMI) tahun 2015/2016 FMIPA Unila dan menjadi Anggota biro Kesekretariatan HIMAKI FMIPA Unila pada tahun 2016/2017 dan 2017/2018.

Penulis berharap masih dapat meneruskan tulisan-tulisan berikutnya dan dapat memberikan manfaat bagi agama, keluarga, nusa, dan bangsa.

بِسْمِ ٱللَّهِ ٱلرَّحْمَٰنِ ٱلرَّحِيمِ

Dengan segala kerendahan hati kupersembahkan karya sederhana ini sebagai wujud tanda bakti dan tanggung jawabku kepada :

Allah S.W.T

Kedua orang tuaku,
Ayah Viktor Siregar dan Mama Firlina Santi yang senantiasa memberikan cinta, kasih sayang, perhatian, dukungan, motivasi, pengorbanan, dan doa untukku.

Saudara-saudaraku tersayang
Abang Fiki, Iyay Fariz, Fanindita, dan Adek Farhan.

Pembimbing Penelitianku
Ibu Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.
Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

Orang terkasih, Sahabat, Kerabat, dan Teman.

Almamater Tercinta

MOTTO

"Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya. Ia mendapat pahala (dari kebijakan) yang diusahakannya dan ia mendapat siksa (dari kejahatan) yang dikerjakannya"
(QS. Al-Baqarah ayat 286)

"Waktu adalah bagaikan pedang. Jika engkau tidak memanfaatkannya dengan baik (untuk memotong), maka ia akan memanfaatkanmu (dipotong)"
(HR. Muslim)

"Keramahtamahan dalam perkataan menciptakan keyakinan, keramahtamahan dalam pemikiran menciptakan kedamaian, keramahtamahan dalam memberi menciptakan kasih"
(Lao Pse)

"Sukses yang sebenarnya adalah merasa cukup dengan segala kekurangan, merasa lapang dengan segala keterbatasan, dan senantiasa bersyukur untuk sedih dan senang yang Allah berikan"
(Anonim)

"Bersinarlah meski di sekelilingmu gelap, janganlah takut, janganlah ragu meskipun cahayamu redup tetaplah bersinar"
(Faulia Riyanti)

"Jatuh itu biasa tetapi bangkit itu luar biasa"
(Faulia Riyanti)

"Lakukanlah dengan ikhlas, maka akan terasa ringan"
(Faulia Riyanti)

SANWACANA

Assalamualaikum Wr.Wb.

Alhamdulillahirobil'alamin, segala puji dan syukur kepada Allah SWT atas segala rahmat, karunia, dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Shalawat serta salam senantiasa penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW semoga kita termasuk umatnya yang mendapat syafa'at beliau di yaumil akhir nanti, aamiin yarabbal'alamin. Skripsi dengan judul "**Pengolahan Minyak Biji Jarak Kaliki (*Ricinus communis* L.) Menjadi Biodiesel Dengan Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)**" disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari jasa baik segenap pihak baik moral maupun spiritual, baik berupa bimbingan, motivasi, dan doa yang senantiasa berguna bagi penulis hingga saat ini dan di masa yang akan datang.

Ucapan terima kasih penulis haturkan kepada:

1. Pahlawan hidupku yaitu kedua orang tua, abang, dan adik-adik penulis atas seluruh cinta, kasih sayang, kesabaran, ketulusan, semangat, motivasi, dukungan, keikhlasan yang tiada akhir dan selalu mendo'akan untuk

menyelesaikan skripsi ini. Terutama dari segalanya teruntuk Ayah dan Mama terima kasih banyak atas pengorbanan yang tak kenal lelah dalam bekerja, nasihat, doa, dan dedikasi dalam mendidik serta membesarkanku.

2. Ibu Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si. selaku pembimbing pertama penelitian, atas segala bimbingan, nasihat, motivasi, bantuan, saran, kesabaran, edukasi, dan segala kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku pembimbing kedua penelitian, atas segala bimbingan, nasihat, motivasi, bantuan, saran, kesabaran, edukasi, dan segala kebaikannya yang telah diberikan kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini.
4. Bapak Diky Hidayat, M.Sc. selaku pembahas atau penguji penelitian atas segala saran, kritik, bantuan, inspirasi, dan kesabaran dalam memberikan masukkan kepada penulis untuk menyelesaikan penulisan skripsi ini.
5. Ibu Rinawati, Ph.D. selaku pembimbing akademik atas segala saran, kesempatan berdiskusi, edukasi, dan motivasinya kepada penulis selama menjalani masa-masa perkuliahan hingga selesai.
6. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono., M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

9. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas segala bimbingan, edukasi, dan dedikasinya dalam perkuliahan yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat kepada penulis.
10. Segenap staf dan karyawan khususnya Jurusan Kimia dan FMIPA Universitas Lampung pada umumnya.
11. *My beloved partner* PKL dan penelitianku Uhti Alaika, Putri Damayanti dan Diska Indah Alista terima kasih atas segala kesabaran kalian, *support* yang diberikan kepada penulis, membantu, mendukung, memotivasi, merasakan susah dan senang, canda dan tawa bersama selama penelitian bersama penulis. Semoga Allah selalu memberikan kebaikan dan keberkahan hidup kepada kalian.
12. *Partner* penelitianku Sandi Pirdaus Sihaloho, Ponco Prasetyo, dan Nico Hanafi yang ngeselin tapi suka ngehibur penulis dikala *badmood*, terima kasih atas dukungan, bantuan, motivasi, saran, dan sabar ngadepin penulis yang suka betingkah aneh serta tidak bosan mendengarkan cerita penulis. Semoga Tuhan memudahkan kalian untuk meraih apa yang diinginkan.
13. *Partner* KF 2015 dalam penelitian dan pejuang skripsi bersama di laboratorium kimia polimer dan kimia anorganik/fisik Rafika Fitriani, Annisa Nurdianti, Fitri Oktafiani, Tria Prabowo, Rezki Perdana Bangun, Dira Avista, Rizki Gilang Gumelar, Ahmad Gilang Arinanda, Tiara May Rosita, Harist Oktavian, Elsina Azmi, Lia Purnia Sari, dan Yarti Andayani untuk semangat, saran, dan bantuan yang diberikan.
14. Keluarga laboratorium polimer mbak Agus, mbak Gesa, mbak Khasandra, mbak Elin, kak Ganjar, mbak Tika, mbak Mahliani, mbak Lilian, mbak Kiki,

Kak Michael, Noviani Widiawati, Eko, Leo, Ruliani, Yosephin, Yan Pramulia, dan lainnya yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu terima kasih atas segala bantuannya dalam menemani selama penulis melakukan penelitian.

15. Teman-teman seperjuangan keluarga Kimia 2015 khususnya buat ‘Keluarga Tersayang’, Biologi 2015, Fisika 2015, Matematika 2015, Ilkom 2015, dan MI 2015 yang tidak dapat disebutkan satu persatu terima kasih yang pernah berproses bersama dan tetap semangat untuk semuanya.
16. *Jombie squad* Eka Fitriana, Annisa Tri Agustin, Ayudina Rahmawati, dan Muhammad Tri Jatmiko terima kasih untuk kebersamaan, bantuan, semangat, saran, kejulitan, hiburan. Semoga Allah mempertemukan kita kembali dalam keadaan yang lebih baik.
17. Teman-teman keluarga KKN Lampung Timur terima kasih atas kebersamaannya dan memberikan kenangan yang selalu teringat.
18. Keluarga besar PT Sinkona Indonesia Lestari atas segala bimbingan, nasihat, motivasi, bantuan, saran, kesabaran, edukasi, dan segala kebaikkannya yang telah diberikan kepada penulis terutama terima kasih buat Pak Nana, Pak Dani, Pak Taufik, Ibu Reni, aa’ Yandhi, aa’ Toni, aa’ Deni, aa’ Sandi, aa’ Firman, dan teteh Yuniar yang tidak bisa disebutkan satu persatu semoga kita dipertemukan kembali dalam keadaan yang lebih baik.
19. Senior dan junior saya di jurusan Kimia FMIPA Unila yaitu angkatan 2012, 2013, 2014, 2016, 2017, 2018, dan 2019.
20. Sahabat-sahabat penulis dimana pun terima kasih kepada mbak Mpit, ibu Tyas, Annisa, Bontot, Nenek, Ega, Yanur, Cindy, Tedi. Ilyas, Taufik,

Afifatunisa, Putri, Yeyen, mbak Nyak, mak Sinta, mak Hervi, yuk Eky, Rindi, bunda Wiwit, yunda Risha, atas kebersamaan, kekonyolan, waktu yang kita lalui bersama, kulineran yang kita lalui dan terus menjaga pertemanan ini. Semoga kalian selalu dalam keadaan yang baik.

21. Keluarga besar dan kerabat saudara terima kasih banyak yang telah memberikan kesempatan untuk memberikan tempat tinggal selama penulis mengenyam pendidikan perkuliahan di Bandar Lampung.
22. Semua pihak yang telah banyak membantu yang tidak dapat dituliskan dan disebutkan satu persatu secara langsung maupun tidak langsung.

Semoga Allah SWT melimpahkan buah pahala kebaikan atas bantuan yang telah diberikan kepada penulis. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan, namun penulis berharap semoga dapat bermanfaat bagi pembaca pada umumnya. Aamiin.

Bandar Lampung, 11 Desember 2019

Faulia Riyanti

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI i

DAFTAR TABEL iv

DAFTAR GAMBAR vi

I. PENDAHULUAN 1
A. Latar Belakang 1
B. Tujuan Penelitian 5
C. Manfaat Penelitian 5

II. TINJAUAN PUSTAKA 6
A. Biodiesel 6
B. Bahan Baku Biodiesel 10
1. Tanaman Jarak Kaliki 11
2. Metode Ekstraksi Minyak Biji Jarak Kaliki 12
3. Komposisi Minyak Biji Jarak Kaliki 14
C. Metode Transesterifikasi 16
D. Katalis 18
E. Zeolit 19
F. Unit Pembangun Struktur Zeolit 20
1. Unit Pembangun Primer (PBUs) 20
2. Unit Pembangun Sekunder (SBUs) 21
3. Unit Pembangun Kerangka (CBUs) 22
4. Unit Pembangun Rantai 23
5. Unit Pembangun Lapisan 24
G. Macam-Macam Zeolit 24
1. Zeolit Alam 24
2. Zeolit Sintetik 26
H. Zeolit ZSM-5 27
I. Bahan Baku Sintesis Zeolit ZSM-5 29
1. Silika Sekam Padi 29
2. Aluminium Hidroksida $Al(OH)_3$ 30
J. Sintesis Zeolit 31
1. Komposisi molar pereaksi 31
2. Sumber Si dan Al 31

3. Rasio Si/Al 32
4. Alkalinitas (Kebasaan) 32
5. Kation Anorganik 33
6. Cetakan (*Template*) Organik 33
K. Karakterisasi Katalis Zeolit ZSM-5 33
1. *X-Ray Diffarction* (XRD) 34
2. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 37
3. *Particle Size Analyzer* (PSA) 39
4. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) 40
5. *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) 41
L. Karakterisasi Biodiesel 45
1. Analisis Komposisi Biodiesel dengan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) 45
2. Titik Nyala (*Flash Point*) 47
3. Densitas 48
4. Viskositas 48

III. METODE PENELITIAN 50
A. Waktu dan Tempat Penelitian 50
B. Alat dan Bahan 51
1. Alat-Alat yang Digunakan 51
2. Bahan-Bahan yang Digunakan 51
C. Prosedur Penelitian 52
1. Preparasi Minyak Jarak Kaliki 52
2. Pembuatan Larutan HNO_3 10% dan NaOH 1,5% 52
a. Larutan $HNO_3$10% 52
b. Larutan NaOH 1,5% 52
3. Preparasi Sekam Padi 53
4. Ekstraksi Silika Sekam Padi 53
5. Sintesis Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5) 54
6. Karakterisasi ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5) 55
a. *X-Ray Diffraction* (XRD) 56
b. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 57
c. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) 58
d. *Particle Size Analyzer* (PSA) 58
e. *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) 59
7. Uji Aktivitas Katalis 60
8. Karakterisasi Biodiesel 60
a. *Gas Chromatrography Mass Spectrofotometry* (GC-MS) 61
b. Analisis Titik Nyala (*Flash Point*) 62
c. Analisis Viskositas 63
d. Analisis Densitas 64

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN 65
A. Pengantar 65
B. Preparasi Minyak Biji Jarak Kaliki 65
C. Preparasi Sekam Padi 67
D. Ekstraksi Silika Sekam Padi 69

E. Sintesis Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)..... 71
F. Pertukaran Ion (*Ion Exchange*)..... 74
G. Karakterisasi Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)..... 76
1. *X-Ray Diffraction* (XRD) 76
2. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)..... 81
3. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) 83
4. *Particle Size Analyzer* (PSA)..... 87
5. *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) 90
H. Uji Aktivitas Katalis..... 91
a. *Gas Chromatrography Mass Spectrofotometry* (GC-MS) 94
b. Uji Kelayakan Biodiesel..... 97

V. SIMPULAN DAN SARAN..... 98
A. Simpulan 98
B. Saran 99

DAFTAR PUSTAKA..... 100

LAMPIRAN..... 110

DAFTAR TABEL

Tabel Halaman

1. Sifat fisik dan kimia petrodiesel dan biodiesel 7
2. Syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015 8
3. Syarat mutu minyak nabati SNI 7431:2015 9
4. Daftar tanaman yang mengandung minyak nabati 10
5. Komposisi asam lemak minyak jarak kaliki 15
6. Karakteristik minyak jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) 16
7. Contoh zeolit alam 25
8. Contoh zeolit sintetik 26
9. Data zeolit tipe kerangka MFI 27
10. Data zeolit tipe kerangka ZSM-5 28
11. Sifat fisika dan kimia minyak jarak kaliki 67
12. Parameter referensi pada standar IZA untuk ZSM-5 78
13. Parameter referensi pada fasa lain dengan standar IZA 80
14. Data keasaman katalis zeolit ZSM-5 84
15. Rangkuman hasil interpretasi IR zeolit ZSM-5 87
16. Rangkuman distribusi ukuran partikel sampel 89
17. Data hasil karakterisasi BET 90
18. Komponen biodiesel hasil transestrifikasi minyak jarak kaliki dengan katalis Z5-72, Z5-96, dan Z5-120 96
19. Hasil uji kelayakan biodiesel minyak jarak kaliki 97

20. Massa zeolit yang dihasilkan dari proses sintesis dan setelah kalsinasi 113

21. Massa zeolit yang dihasilkan dari proses pertukaran ion..... 113

22. Data pengukuran keasaman katalis dengan metode gravimetri 114

23. Data hasil perhitungan % konversi biodiesel..... 115

24. Hasil perhitungan uji viskositas pada masing-masing katalis..... 116

25. Data SNI 7182:2015 116

DAFTAR GAMBAR

Gambar Halaman

1. Tanaman jarak kaliki 11
2. Skema minyak dengan pengepresan 13
3. *Screw press single stage* 14
4. Reaksi transesterifikasi 16
5. Struktur kimia zeolit 21
6. Unit pembangun sekunder (SBUs) 22
7. Beberapa jenis kerangka yang ditemukan dalam zeolit 23
8. Jenis rantai dalam struktur zeolit 23
9. Contoh lapisan MFI 24
10. Mekanisme pembentukan struktur zeolit ZSM-5 28
11. Pola difraksi bragg 35
12. Skema alat *Scanning Electron Microscope*. 38
13. Skema alat PSA 39
14. Adsorpsi dan desorpsi isotermis padatan mesopori dan mikropori 44
15. Preparasi minyak biji jarak kaliki 66
16. Preparasi sekam padi 68
17. Tahap lanjutan preparasi sekam padi 68
18. Ekstraksi silika sekam padi 70
19. Tahap lanjutan ekstraksi silika sekam padi 70
20. Sintesis Zeolit ZSM-5 72

21. Hasil sintesis sebelum kalsinasi 73

22. Hasil sintesis setelah kalsinasi 74

23. Pertukaran ion (*ion exchange*) 75

24. Pertukaran ion sebelum kalsinasi 76

25. Pertukaran ion sesudah kalsinasi 76

26. Difraktogram sampel standar IZA 77

27. Hasil analisis kualitatif menggunakan *program match!* 79

28. SEM ZSM-5 dengan kode Z5-24 81

29. SEM ZSM-5 hasil sintesis dari silika sekam padi pada suhu 180℃ 82

30. Spektrum FTIR zeolit sebelum dan sesudah pertukaran ion 85

31. Grafik hasil karakterisasi PSA 88

32. Reaksi transesterifikasi 91

33. Proses reaksi transesterifikasi minyak jarak kaliki 92

34. Hasil transesterifikasi minyak jarak kaliki 93

35. Persen konversi biodiesel minyak jarak kalik 93

36. Kromatogram biodiesel transesterifikasi minyak jarak kaliki 95

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Peningkatan jumlah konsumsi minyak bumi seiring dengan bertambahnya populasi manusia yang menyebabkan menipisnya jumlah minyak bumi terutama bahan bakar fosil yang masih menjadi andalan sampai saat ini. Setiap hari, berbagai produk olahan minyak bumi yang paling banyak digunakan sebagai bahan bakar yaitu alat transportasi, alat pertanian, peralatan berat, dan penggerak generator pembangkit listrik.

Minyak bumi merupakan sumber energi yang tak terbarukan, biasanya memerlukan waktu jutaan bahkan ratusan juta tahun untuk mengkonversi bahan baku minyak bumi menjadi minyak bumi. Cadangan minyak bumi di Indonesia berdasarkan data BPPT *Outlook Energi Indonesia* (2018) pada tahun 2016 yaitu sebesar 7.251,11 MMSTB atau mengalami penurunan 0,74% terhadap tahun 2015. Produksi minyak bumi saat ini sebesar 338 juta barel dengan rasio R/P (*Reserve/Production*), maka minyak bumi akan habis dalam kurun waktu 9 tahun karena kecenderungan produksi energi fosil. Alasan penting mengapa penggunaan bahan bakar fosil harus dikurangi adalah adanya dampak masalah kerusakan lingkungan, harga yang terus melambung, dan beban subsidi yang semakin meningkat. Hal tersebut

merupakan tantangan yang perlu diantisipasi dengan mencari jenis energi yang beragam seperti bioetanol, biodiesel, dan *biofuel* yang mendukung sebagai alternatif sumber energi yang sesuai dengan Peraturan Presiden No. 5 tahun 2006 tentang kebijakan energi nasional dan Instruksi Presiden No. 10 tahun 2005 tentang penghematan penggunaan energi.

Salah satu jenis bahan bakar pengganti yang sangat potensial untuk dikembangkan adalah *fatty acid methyl ester* (FAME) atau dikenal dengan nama biodiesel, yaitu bahan bakar alternatif pada mesin diesel. Biodiesel berasal dari minyak nabati yang dapat diperbaharui, dapat dihasilkan secara periodik, dan mudah diperoleh (Tickell, 2000). Selain itu penggunaan biodiesel memberikan banyak keunggulan seperti tidak memerlukan modifikasi mesin diesel yang telah ada, ramah lingkungan karena bersifat *biodegradable* dan tidak beracun, emisi polutan berupa hidrokarbon yang tidak terbakar (CO, CO_2, SO_2) dan jelaga hasil pembakaran biodiesel lebih rendah daripada solar, tidak merusak efek rumah kaca karena siklus karbon yang terlibat pendek, kandungan energi yang hampir sama dengan kandungan energi petroleum diesel, angka setana lebih tinggi daripada petroleum diesel (solar), dan penyimpanan mudah karena titik nyala yang rendah (Aziz dkk., 2011).

Secara kimia biodiesel merupakan suatu campuran alkil ester asam lemak yang umumnya diproduksi melalui reaksi transesterifikasi minyak nabati atau lemak dan alkohol. Reaksi transesterifikasi umumnya berlangsung lambat oleh karena itu, diperlukan katalis sebagai pamicu reaksi. Secara umum,

katalis yang digunakan untuk reaksi transesterifikasi adalah asam kuat atau basa kuat seperti NaOH dan KOH (Ardiyanti dkk., 2003) yang bersifat sebagai katalis homogen atau heterogen dengan bahan baku yang berbeda seperti minyak nabati, minyak goreng bekas, dan lemak hewan. Bahan baku yang berpotensi digunakan untuk uji aktivitas katalis diantaranya kelapa sawit, kelapa, kacang tanah, kedelai, jarak pagar, kemiri, dan lain sebagainya. Banyak penelitian yang telah dilakukan untuk memproduksi biodiesel dari bahan baku tersebut dengan katalis yang berbeda-beda seperti MgO/SiO_2, $CaCO_3$, dan CaO/SiO_2 (Pandiangan *et al*., 2016; Padil dan Amir, 2010; dan Aristiani, 2015).

Pada penelitian ini menggunakan salah satu bahan baku yang produktif untuk diolah menjadi biodiesel yaitu biji jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) atau jarak kepyar yang merupakan minyak nabati non pangan dimana mengandung 40-64% minyak yang terdiri dari berbagai trigliserida (Olivares, *et al*., 2012) dan ketersediaannya melimpah di alam dengan menggunakan katalis yaitu ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5). ZSM-5 dikenal sebagai aluminosilikat mikropori kristalin yang memiliki kerangka tiga dimensi dengan pori-pori medium (~5Å) dan memiliki sifat asam Bronsted Lowry dan Lewis serta stabilitas termal yang baik (Louis and Minsker, 2004). ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit yang paling banyak dipelajari karena aplikasinya banyak digunakan pada berbagai bidang seperti pemisahan gas atau cairan dan sintesis bahan kimia sebagai katalis padat. ZSM-5 merupakan zeolit sintetik yang pertama kali disintesis oleh Argauer dan Landolt dari *Mobile Oil Corporation* pada tahun 1972 dengan ukuran pori yaitu sekitar 0,51-0,55 nm.

Pada umumnya zeolit ZSM-5 banyak disintesis dengan metode hidrotermal pada suhu tinggi sekitar 180℃ baik dengan ataupun tanpa *template* organik atau anorganik, serta dengan komposisi bahan SiO_2, Na_2O, Al_2O_3, H_2O, dan TPABr atau TPAOH (Sajidah dkk., 2017; Cheng *et al*., 2005; dan Kim *et al*., 2004).

Metode sintesis ZSM-5 sudah semakin berkembang dengan beberapa penelitian mengenai sintesis ZSM-5 dengan metode yang berbeda-beda. Namun penggunaan *template* organik atau anorganik pada sintesis ZSM-5 memiliki beberapa pengaruh yang berbeda terhadap pembentukan struktur pori zeolit, sisi asam yang aktif, dan kestabilan pada suhu tinggi. Selain itu proses sintesis dalam penelitian ini juga menggunakan aluminium hidroksida dan silika sekam padi. Pada ZSM-5 muatan negatif dari AlO_4^{4-} merupakan salah satu parameter dalam pembentukan sisi aktif di dalam kerangka zeolit dikarenakan kekuatan asam Bronsted Lowry dan Lewis dapat diatur melalui distribusi aluminium trigliserida (Hartanto, *et al*., 2016). Selain aluminium, silika telah dilaporkan memiliki peran yang dominan dalam pengaturan kekuatan asam dalam sintesis ZSM-5 (Abdmeziem and Siffert, 1994).

Dengan demikian, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5) *tanpa template* dengan sekam padi sebagai sumber silika dan aluminium hidroksida sebagai sumber aluminium dengan pengaruh variasi waktu kristalisasi 24, 48, 72, 96, dan 120 jam pada suhu 180℃ yang akan berperan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak biji jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) menjadi biodiesel.

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mensintesis katalis zeolit ZSM-5 dengan memanfaatkan silika sekam padi dan aluminium hidroksida $Al(OH)_3$.
2. Mengkarakterisasi zeolit ZSM-5 dengan menggunakan analisis XRD, SEM, FTIR, PSA, dan BET.
3. Menguji aktivitas zeolit ZSM-5 sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak biji jarak kaliki.
4. Mengidentifikasi produk transesterifikasi dan parameter teknis sebagai biodiesel yang meliputi analisis komposisi dengan GC-MS, titik nyala (*flash point*), viskositas, dan densitas.

C. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi mengenai sintesis zeolit sintetik ZSM-5 berbahan silika sekam padi dan aluminium hidroksida dengan metode hidrotermal.
2. Memberikan informasi ilmiah terkait penggunaan katalis zeolit sintetik ZSM-5 yang efisien dan efektif dalam reaksi transesterifikasi.
3. Memberikan informasi mengenai energi baru dan terbarukan yang ramah lingkungan yakni biodiesel yang dihasilkan dari minyak biji jarak kaliki.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Biodiesel

Biodiesel merupakan salah satu sumber energi alternatif terbarukan yang terus dikembangkan saat ini karena ramah lingkungan (Hanna *et al*., 1999) yang dapat didefinisikan berdasarkan ilmu kimia biodiesel adalah metil ester sebagai bahan bakar diesel yang diperoleh dari reaksi antara trigliserida dengan metanol berbasis katalis pada suhu dan waktu tertentu. Beberapa keuntungan dari biodiesel yaitu rendah biaya, rendah gas emisi CO, tidak beracun, pelumas mesin yang baik, rendah emisi sulfur, dan mudah terurai (Moser, 2016 dan Roschat *et al*., 2017).

Produksi biodiesel menggunakan bahan baku minyak kelapa sawit (Petchmala *et al*., 2010), minyak kedelai (Xie *et al*., 2012), dan lainnya yang memiliki kelemahan yaitu biaya produksi yang relatif tinggi sekitar 70% dari biaya produksi total biodiesel hanya untuk preparasi bahan baku tersebut (Ong *et al*., 2014). Selain itu penggunaan bahan baku tersebut untuk produksi biodiesel skala industri, saling berkompetisi untuk kebutuhan *essensial* minyak pangan dalam jangka panjang (Sanchez *et al*., 2015). Oleh karena itu, penggunaan bahan baku minyak nabati non pangan menjadi alternatif untuk produksi biodiesel seperti minyak biji jarak pagar, minyak biji karet,

minyak biji kapuk, dan minyak biji kelor (Ong *et al*., 2014 dan Pandiangan *et al*., 2016). Beberapa sifat fisik dan kimia petrodiesel dan biodiesel disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Sifat fisik dan kimia petrodiesel dan biodiesel

Sifat	**Metode**	**ASTM D975 (Petrodiesel)**	**ASTM D6751 (Biodiesel)**
Titik nyala	D93	325ºK min	403ºK min
Air dan sedimen	D2709	0,050 max %vol	0,050 max %vol
Viskositas kinematik (313ºK)	D445	1,3-4,1 mm^2/s	1,9-6,0 mm^2/s
Massa jenis	D1298	-	0,860-0,900
Abu sulfat	D874	-	0,02 max %mass
Abu	D482	0,01 max %mass	-
Sulfur	D5453	0,05 max %mass	-
	D2622/129	-	0,05 max %mass
Korosi pada tembaga	D130	No. 3 max	No. 3 max
Bilangan *Cetane*	D613	40 min	47 min
Aromatisitas	D1319	35 max %vol	-
Residu karbon	D4530	-	0,05 max %mass
	D524	0,35 max mass	-
Temperatur distilasi (90 %vol)	D1160	555ºK min	-
		611ºK max	-

Sumber: Machmud, 2009.

Adapun kekurangan dari biodiesel diantaranya yaitu kemampuan biodiesel dalam menghasilkan energi lebih kecil dibandingkan dengan solar sehingga konsumsi bahan bakar biodiesel sedikit lebih tinggi daripada solar, kualitas oksida dari biodiesel tidak terlalu baik sehingga membuat biodiesel memiliki masalah dalam hal penyimpanannya, dan jika disimpan dalam waktu yang lama biodiesel cenderung berubah menjadi seperti gel dan berpotensi menyumbat mesin. Harus dicatat bahwa kerugian tersebut secara signifikan berkurang ketika biodiesel digunakan dalam campuran dengan bahan bakar diesel (Knothe *et al*., 2004). Oleh karena itu, dalam kebanyakan kasus biodiesel tidak digunakan dalam bentuk murni (B100) melainkan dicampur

dengan diesel standar. Terdapat beberapa standar di dunia yang mengatur kualitas biodiesel misalnya ASTM (*American Society for Testing Material*), EN (*European Commite for Standarization*), dan BSN (Badan Standarisasi Nasional). Di Indonesia standar mutu SNI 7182:2015 untuk biodiesel dan SNI 7431:2015 untuk minyak nabati dari BSN (Badan Standarisasi Nasional) pada tahun 2015 dapat dilihat pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 2. Syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015

No	Parameter Uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1.	Densitas 40℃	kg/m^3 (cSt)	850-890
2.	Viskositas kinematik 40℃	mm^2/s (cSt)	2,3-6,0
3.	Angka setana	min	51
4.	Titik nyala (mangkok tertutup)	℃, min	100
5.	Titik kabut	℃, maks	18
6.	Korosi lempeng lembaga (3 jam pada 50℃)		Nomor 1
7.	Residu karbon dalam percontoh asli; atau dalam 10% ampas distilasi	%massa, maks	0,05 0,3
8.	Air dan sedimen	%volume, maks	0,05
9.	Temperatur distilasi 90%	℃, maks	360
10.	Abu tersulfaktan	%massa, maks	0,02
11.	Belerang	mg/kg, maks	50
12.	Fosfor	mg/kg, maks	4
13.	Angka asam gliserol bebas	mgKOH/gr, maks	0,5
14.	Gliserol bebas	%massa, maks	0,02
15.	Gliserol total	%massa, maks	0,24

Sumber: BSN (2015).

Tabel 3. Syarat mutu minyak nabati SNI 7431:2015

No	Parameter Uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1.	Angka asam	mgKOH/g	maks. 4,0
2.	Kadar fosfor	mg/kg	maks. 10
3.	Kadar air dan sedimen	%volume	maks. 0,1
4.	Kadar bahan tak tersabunkan	%massa	maks. 2,0
5.	Viskositas kinematik pada 50℃	mm^2/s (cSt)	maks. 36
6.	Kadar abu tersulfaktan	%massa	maks. 0,02
7.	Angka penyabunan	mgKOH/g	180-265
8.	Angka iodium	gI_2/100 g	maks. 115
9.	Titik nyala (mangkok tertutup)	℃	min. 100
10.	Kadar residu karbon	%massa	maks. 1,0
11.	Massa jenis pada 50℃	Kg/m^3	870-910
12.	Angka setana	-	min. 39
13.	Kadar belerang	%massa	maks. 0,01

*Dapat diuji terpisah dengan ketentuan kandungan sedimen maksimum 0,01 %massa

Sumber: BSN (2015).

Zulkarnain, I. (2015) melakukan transesterifikasi minyak biji jarak kaliki menggunakan katalis CaO dari cangkang kerang pada suhu 65℃ selama 2 jam dengan perbandingan minyak dan metanol yaitu 1:4 dan persentase katalis 1% yang menghasilkan persen konversi sekitar 83,02%.

Isnaini, I. A. (2018) melakukan transesterifikasi minyak biji jarak kaliki menggunakan variasi katalis heterogen KOH/zeolit dengan perbandingan rasio molar minyak dan metanol yaitu 1:15 dengan variasi suhu 55℃, 60℃, dan 65℃ selama 2 jam yang menghasilkan persen konversi biodiesel sekitar 91,14%, 86,16%, dan 84,36%.

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah katalis, maka persentase konversi biodiesel terbentuk semakin menurun itu disebabkan oleh berlebihnya jumlah katalis basa yang dapat menyebabkan reaksi penyabunan. Semakin banyak jumlah metanol yang

digunakan pada proses transesterifikasi, maka persentase konversi biodiesel semakin besar yang disebabkan reaksi berjalan ke kanan. Selain itu pemakaian alkohol berlebih akan memperbesar frekuensi tumbukan, sehingga konstanta kecepatan reaksi bertambah.

B. Bahan Baku Biodiesel

Indonesia memiliki sumber daya alam yang melimpah yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku penghasil biodiesel. Pengembangan biodiesel membutuhkan bahan baku minyak nabati yang dapat dihasilkan dari tanaman yang mengandung asam lemak. Komoditas perkebunan tanaman penghasil minyak nabati di Indonesia cukup banyak diantaranya dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Daftar tanaman yang mengandung minyak nabati

Nama Tanaman	**Kandungan Minyak Per Hektar**	
	Kilogram	**Liter**
Jambu mete	148	176
Gandul	183	217
Kapas	273	325
Kedelai	375	446
Biji labu	449	534
Ketumbar	450	536
Wijen	585	696
Kacang tanah	890	1059
Jarak kepyar	1188	1413
Jarak pagar	1590	1892
Kemiri	1505	1791
Alpukat	2217	2638
Kelapa	2260	2689
Kelapa sawit	5000	8950

Sumber: Syah, 2006.

1. Tanaman Jarak Kaliki

Tanaman jarak kaliki (*Ricinus communis* L.) merupakan jenis tanaman yang hidup di daerah tropis maupun subtropis, banyak tumbuh liar di semak blukar, tepi jalan atau dipinggir lapangan rumput, dan tanah kosong ataupun pinggir pantai. Jarak kaliki sering disebut tanaman serangga karena bentuk bijinya berbintik-bintik seperti serangga. Setiap pohon memiliki 10-23 tandan dan dalam setiap tandan terdapat 50-100 buah jarak serta dapat tumbuh pada ketinggian 0-800 meter di atas permukaan laut. Tanaman ini juga berpotensi sebagai bahan baku biodiesel karena mengandung antara 54-70% (75% terdapat dalam daging biji jarak kaliki dan 25% terdapat dalam kulit biji jarak kaliki), protein (15-20%), karbohidrat (5-13%), serat (12,5%), dan abu (2,5%) (Dewi, 2015). Berikut ini contoh tanaman jarak kaliki ditunjukkan pada Gambar 1.

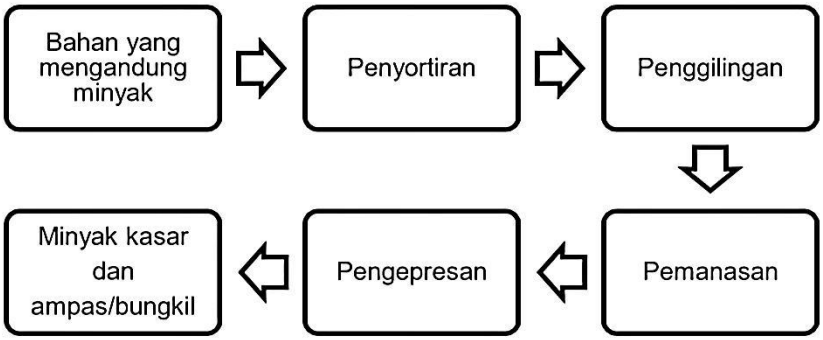
Gambar 1. Tanaman jarak kaliki

2. Metode Ekstraksi Minyak Biji Jarak Kaliki

Ekstraksi merupakan suatu cara untuk mendapatkan minyak atau lemak dari bahan yang diduga mengandung minyak atau lemak. Adapun cara ekstraksi ini bermacam-macam, yaitu *rendering* (*dry rendering* dan *wet rendering*), *mechanical expression*, dan *solvent extraction*. Dalam penelitian ini menggunakan ekstraksi secara *mechanical expression* (pengepresan mekanik).

Pengepresan mekanis merupakan suatu cara ekstraksi minyak atau lemak, terutama untuk bahan yang berasal dari biji-bijian. Cara ini dilakukan untuk memisahkan minyak dari bahan yang berkadar minyak tinggi (30-70%) (Ketaren, 1986). Dua cara yang umum dalam pengepresan mekanis yaitu pengepresan hidrolik (*hydraulic pressing*) dan pengepresan berulir (*screw pressing*).

Pada cara *hydraulic pressing*, bahan di *press* dengan tekanan sekitar 2000 lb/in^2. Banyaknya minyak atau lemak yang dapat diekstraksi tergantung dari lamanya pengepresan, tekanan yang digunakan serta kandungan minyak dalam bahan. Selain itu, banyaknya minyak yang tersisa pada bungkil bervariasi sekitar 4-6%, tergantung dari lamanya bungkil ditekan di bawah tekanan hidrolik. Tahap-tahap yang dilakukan dalam proses pemisahan minyak dengan cara pengepresan mekanis dapat dilihat pada Gambar 2.



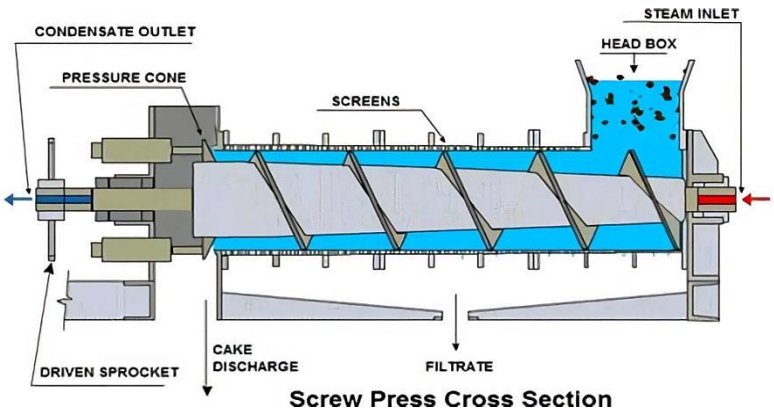
Gambar 2. Skema minyak dengan pengepresan (Ketaren, 1986)

Sedangkan metode pengepresan berulir menurut Swern (1964) merupakan metode ekstraksi yang paling sesuai untuk memisahkan minyak dari bahan yang kadar minyaknya di atas 10%. Tipe alat pengepresan berulir yang digunakan dapat berupa pengepresan berulir tunggal (*single screw press*) atau pengepresan berulir ganda (*twin screw press*). Pada pengepresan jarak kaliki, dengan teknik pengepresan berulir tunggal (*single screw press*) dihasilkan rendemen sekitar 28-34%, sedangkan dengan teknik pengepresan berulir ganda (*twin screw press*) dihasilkan rendemen minyak sekitar 40-45%. Pengepresan dengan pengepresan berulir memiliki beberapa kelebihan, yaitu:

- Kapasitas produksi menjadi lebih besar karena proses pengepresan dapat dilakukan secara kontinyu.
- Menghemat waktu proses produksi karena tidak diperlukan perlakuan pendahuluan, yaitu pengecilan ukuran dan pemasakan atau pemanasan.
- Rendemen yang dihasilkan lebih tinggi.

Cara kerja alat ekstraksi biji tipe berulir (*screw*) ini adalah dengan menerapkan prinsip ulir dimana bahan yang akan di *press* ditekan dengan

menggunakan daya dorong dari ulir yang berputar. Bahan yang masuk ke dalam alat akan terdorong dengan sendirinya ke arah depan, kemudian bahan akan mendapatkan tekanan setelah berada di ujung alat. Semakin bahan menuju ke bagian ujung alat, tekanan yang dialami bahan akan menjadi semakin lebih besar. Tekanan ini yang akan menyebabkan kandungan minyak yang terdapat dalam bahan keluar. Minyak kasar yang keluar dari mesin *press* dialirkan dan ditampung ke dalam tangki penampung selama beberapa waktu agar kotoran-kotoran yang terikut di dalamnya mengendap. Gambar *screw press single stage* dapat dilihat pada Gambar 3 (Knothe *et al*., 2004).



Gambar 3. *Screw press single stage*

3. Komposisi Minyak Biji Jarak Kaliki

Minyak jarak kaliki merupakan minyak nabati dengan produktivitas tinggi yang mempunyai kandungan minyak cukup tinggi, yaitu sekitar 40-55% dengan komposisi asam lemak yang dominan adalah asam risinoleat dan asam oleat, sementara sisanya berupa asam linolenat, asam stearat, dan asam lemak dihidroksi stearat (Olivares *et al*., 2012). Minyak jarak kaliki dan

turunannya dimanfaatkan dalam industri cat, *varnish*, *lacque*r, pelumas, tinta cetak, *linoleum*, *oil cloth*, dan sebagai bahan baku dalam industri plastik dan nilon serta dalam jumlah kecil minyak jarak kaliki dan turunannya juga digunakan untuk pembuatan kosmetik, semir, dan lilin (Ketaren, 1986). Komposisi kandungan asam lemak pada minyak jarak kaliki yang ditunjukkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Komposisi asam lemak minyak jarak kaliki

Asam Lemak	Persentase
Risinoleat	89,5%
Linoleat	4,2%
Oleat	3%
Asam stearat	1%
Palmitat	1%
Dihidroksi stearat	0,7%
Linolenat	0,3%
Eiskosanoat	0,3%

Sumber: Hemant *et al*., 2011.

Minyak jarak kaliki memiliki viskositas yang lebih tinggi dan daya pembakarannya rendah maka perlu dilakukan transesterifikasi sebelum digunakan sebagai bahan bakar. Minyak jarak kaliki dapat diperoleh dengan teknik pengepresan. Proses pengepresan yaitu biji jarak kaliki diberi pendahuluan berupa pemberian suhu panas atau pemasakan yakni dilakukan dengan pemanasan di oven yang bertujuan mengumpulkan protein dalam biji jarak untuk efisiensi ekstraksi. Umumnya dengan teknik pengepresan dapat diperoleh minyak mencapai 80% dari kadar minyak yang terdapat pada daging biji (Hambali dkk., 2006). Adapun karakteristik minyak jarak kaliki ditunjukkan pada Tabel 6.

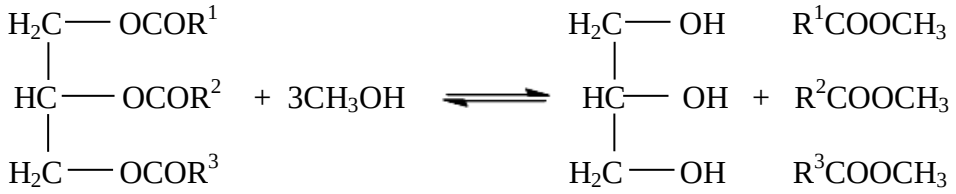
Tabel 6. Karakteristik minyak jarak kaliki (*Ricinus communis* L.)

Parameter	Satuan	Minyak Jarak Kaliki
Densitas	Kgm^{3-}	950-974
Flash point	℃	229-260
Viskositas	mm^2/s	240-300
Angka setana	-	42
Angka iod	$g\ 100g^{1-}$	82-90

Sumber: Scholz and Silva, 2008.

C. Metode Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah salah satu metode yang digunakan untuk memproduksi biodiesel sebagai bahan bakar alternatif ramah lingkungan dan tidak beracun dari minyak tumbuhan atau hewan. Dalam reaksi ini metanol direaksikan dengan trigliserida untuk menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol (Khazaai *et al*., 2017). Dalam reaksi transesterifikasi, molekul trigliserida dalam bentuk minyak bereaksi dengan rantai pendek metil dari metanol dalam suasana katalis membentuk metil ester dan gliserol. Kemudian tahap demi tahap diikuti dengan reaksi esterifikasi secara stoikiometri, setiap mol metanol bereaksi dengan asam lemak bebas untuk menghasilkan metil ester dan air (Khazaai *et al*., 2017) reaksi tersebut seperti yang disajikan dalam Gambar 4.



Gambar 4. Reaksi transesterifikasi

Transesterifikasi ini melibatkan tiga reaksi *reversible* berturut-turut, yaitu konversi trigliserida menjadi digliserida, selanjutnya konversi digliserida menjadi monogliserida. Gliserida kemudian diubah menjadi gliserol dan menghasilkan satu ester pada setiap tahap yang mana prosesnya dapat dilihat pada persamaan reaksi (1), (2), dan (3) (Renata, 2016):

$$\text{Trigliserida (TG)} + \text{R} - \text{OH} \rightleftarrows \text{Digliserida (DG)} + \text{RCOOR}_1 \quad (1)$$

$$\text{Digliserida (DG)} + \text{R} - \text{OH} \rightleftarrows \text{Monogliserida (MG)} + \text{RCOOR}_2 \quad (2)$$

$$\text{Monogliserida (MG)} + \text{R} - \text{OH} \rightleftarrows \text{Gliserol} + \text{RCOOR}_3 \quad (3)$$

Pada reaksi transesterifikasi digunakan katalis untuk meningkatkan laju reaksi dan menurunkan energi aktivasi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Kemudian alkohol yang umumnya digunakan dalam reaksi transesterifikasi yaitu metanol dan etanol. Namun, metanol lebih baik digunakan karena lebih murah dan memiliki sifat fisik dan kimia yang menguntungkan yaitu merupakan senyawa polar dan alkohol rantai pendek. Selain itu, metanol juga bisa bereaksi dengan trigliserida dengan cepat. Namun, ada resiko ledakan karena metanol memiliki titik didih yang rendah dan karenanya harus ditangani dengan hati-hati selama produksi biodiesel.

Reaksi transesterifikasi dimulai saat minyak, alkohol dan katalis dicampur dan diaduk dalam bejana reaksi baik dalam labu kecil skala laboratorium atau skala yang lebih besar. Hasil biodiesel yang tinggi dapat diperoleh bila rasio minyak, alkohol dan katalis yakni dalam rasio optimum (Koh *et al*., 2011). Parameter operasi yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi yaitu waktu reaksi, konsentrasi, katalisator, kandungan air, kandungan asam lemak bebas

dalam bahan baku, kandungan gliserol, kandungan sabun, suhu, pengadukan, dan perbandingan pereaksi (Wijaya, 2017).

D. Katalis

Katalis diperkenalkan oleh Baron J. J. Berzelius sebagai suatu zat atau substansi yang dapat mempercepat dan menurunkan energi aktivasi dalam reaksi kimia tanpa mengalami perubahan secara kimiawi pada akhir reaksi. Secara garis besar, katalis mempunyai tiga fungsi yaitu: (1) aktivasi untuk memacu laju reaksi (2) selektivitas untuk mengarahkan suatu reaksi menghasilkan produk tertentu (3) stabilitas untuk menahan hal-hal yang dapat mengakibatkan terjadinya deaktivasi katalis (Deutschmann *et al*., 2009).

Secara umum, katalis dapat dibedakan ke dalam dua golongan utama, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fase sama dengan zat yang dikatalisis. Biasanya katalis homogen adalah asam, basa, serta kompleks logam yang larut dalam medium reaksi. Katalis homogen dapat digunakan pada suhu dan tekanan rendah serta biasanya spesifik untuk reaksi tertentu. Katalis homogen yang umum digunakan adalah H_2SO_4 dan NaOH (Guru *et al*., 2008), kompleks $In(OTf)_3$ (Damanik, 1997).

Katalis heterogen adalah katalis yang ada dalam fase berbeda dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisisnya. Katalis heterogen berupa zat padat yang terdiri dari logam atau oksida logam sebagai situs aktif yang ditopangkan pada zat padat lain. Kelebihan katalis heterogen diantaranya ketahanan terhadap reaksi bersuhu tinggi, persen konversi yang besar, dan dapat

digunakan berulang-ulang. Salah satu jenis katalis heterogen yang banyak digunakan pada reaksi tranesterifikasi adalah golongan zeolit seperti zeolit ZSM-5 (Iliyas and Al-Khattaf, 2004), alumunium silikat (Twaiq *et al*., 2003), Cr/zeolit (Kadarwati dkk., 2010), HZSM-5 (Xiao *et al*., 2006; Vitolo *et al*., 2001; Lima *et al*., 2004; Nurjannah dkk., 2010; Yelmida dan Akbar 2012), dan zeolit-X (Pandiangan *et al*., 2016). Dari berbagai katalis yang telah dikembangkan, zeolit sintetik merupakan jenis katalis yang paling banyak dimanfaatkan, inilah yang menjadi dasar gagasan untuk membuat zeolit sintetik dalam penelitian ini.

E. Zeolit

Istilah "zeolit" didefinisikan oleh ahli mineral Swedia yaitu Axel Fredrik Cronstedt melalui penemuannya ketika memanaskan mineral *stilbite* dan dihasilkan uap dari air yang terserap oleh mineral tersebut. Berdasarkan hal tersebut, A. F Cronstedt memberi nama "zeolit" berasal dari bahasa Yunani "zeo" dan "lithos" artinya batu yang mendidih. Berdasarkan ilmu kimia, zeolit adalah material kristalin berpori berbasis aluminosilikat dengan Al_2O_3 dan SiO_2 yang saling terhubung melalui sudut-sudut struktur kerangka tiga dimensi tetrahedral (Xu *et al*., 2007).

The International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) mengkategorikan material berpori menjadi tiga jenis berdasarkan ukuran pori yaitu mikropori (lebih kecil dari 2 nm), mesopori (2-50 nm), dan makropori (lebih besar dari 50 nm). Selain itu sistem pori menggunakan jumlah tetrahedral TO_4, zeolit dapat dikategorikan sebagai pori kecil (dibatasi 8

TO_4), pori sedang (10 TO_4), pori besar (12 TO_4), dan pori sangat besar (lebih dari 12 TO_4) (Xu *et al*., 2007). Zeolit salah satu material berpori, sehingga banyak dimanfaatkan sebagai adsorben (Wirawan *et al*., 2015), katalis (Widayat and Annisa, 2017), dan purifikasi gas (Macala *et al*., 2017).

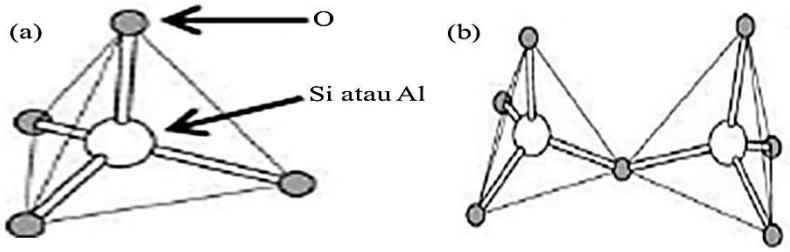
F. Unit Pembangun Struktur Zeolit

Berdasarkan *The International Zeolite Association* (IZA) telah diidentifikasi sekitar 231 jenis zeolit. Struktur zeolit umumnya dijelaskan dalam *database* struktur zeolit IZA dengan istilah unit pembangun primer (PBUs), unit pembangun sekunder (SBUs), unit pembangun kerangka (CBUs), rantai, dan lapisan (Xu *et al*., 2007).

1. Unit Pembangun Primer (PBUs)

Unit penyusun kristalografi dasar zeolit adalah TO_4 (T tetrahedron) dengan atom T dapat berupa Si atau Al sedangkan O adalah atom oksigen yang ditunjukkan pada Gambar 5. Unsur kimia yang diidentifikasi dalam zeolit awalnya adalah Al dan Si. Tetrahedral TO_4 terhubung dengan tetrahedral TO_4 lain yang berdekatan melalui ikatan dengan pembagian sudut menghasilkan kerangka tiga dimensi zeolit. Selain itu, penggantian Si^{4+} dengan Al^{3+} dalam zeolit menghasilkan muatan negatif dalam kerangka tiga dimensi zeolit tersebut. Kation anorganik seperti Na^+, Li^+, dan K^+ serta kation organik seperti TPA^+ (kation tetrapropilammonium) atau campuran keduanya dapat disubtitusikan ke dalam saluran atau rongga zeolit untuk menyeimbangkan muatan negatif dari kerangka tiga dimensi zeolit tersebut,

sehingga muatan total dari keseluruhan struktur zeolit netral (Baerlocher *et al*., 2007) sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 5 dan Gambar 6.



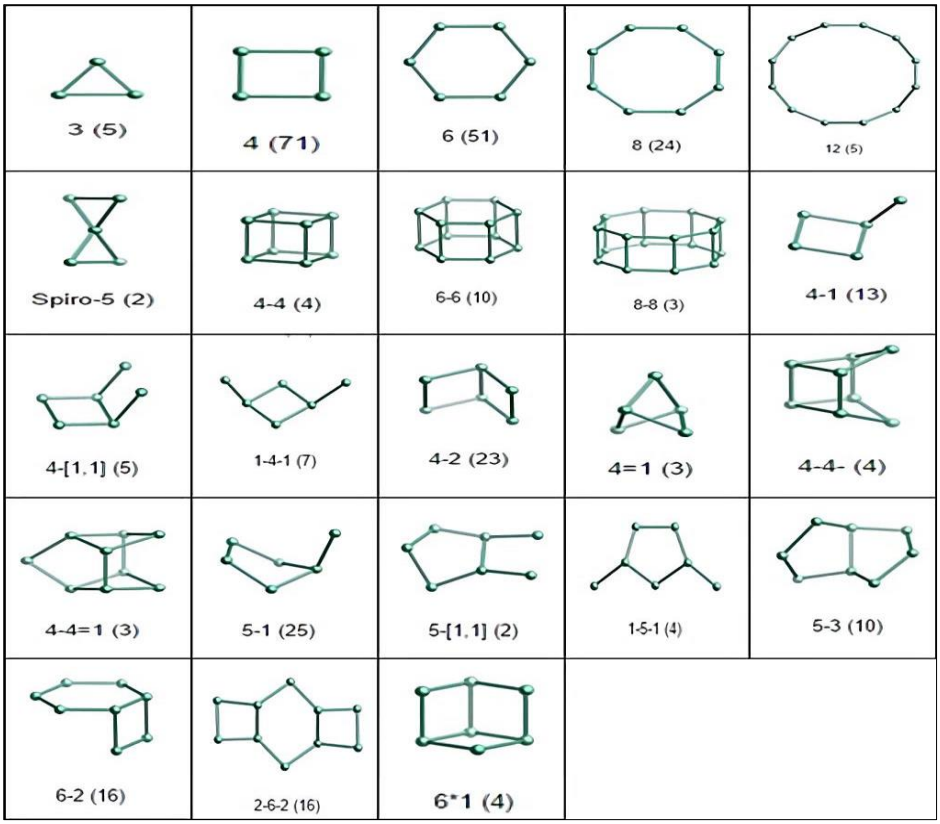
Gambar 5. Struktur kimia zeolit a) struktur TO_4 b) struktur TO_4 yang saling terhubung (sumber: Baerlocher *et al*., 2007)

2. Unit Pembangun Sekunder (SBUs)

Kerangka zeolit tersusun dari unit komponen terbatas dan unit komponen tidak terbatas seperti rantai dan lapisan. Konsep dari unit pembangun sekunder (SBUs) diperkenalkan oleh Meirer dan Smith. Unit pembangun sekunder (SBUs) harus memenuhi persyaratan berikut:

a. Keseluruhan kerangka zeolit harus dibangun berdasarkan satu unit tunggal.
b. Jumlah SBUs dalam satuan sel harus berupa bilangan bulat.
c. Nomor atom T maksimum dalam satu SBUs adalah 16.

Unit pembangun sekunder (SBUs) sangat penting untuk melihat struktur zeolit dari unit pembangun sekunder (SBUs) yang sama dengan koneksi yang berbeda, sehingga menghasilkan berbagai struktur zeolit. Misalnya kerangka struktur MFI yang dibangun dengan SBUs 5-1 menghasilkan struktur zeolit ZSM-5, AZ-1, Boralit, monoklinik HZSM-5, silikat dan sebagainya. Contoh unit pembangun sekunder ditunjukkan pada Gambar 6.

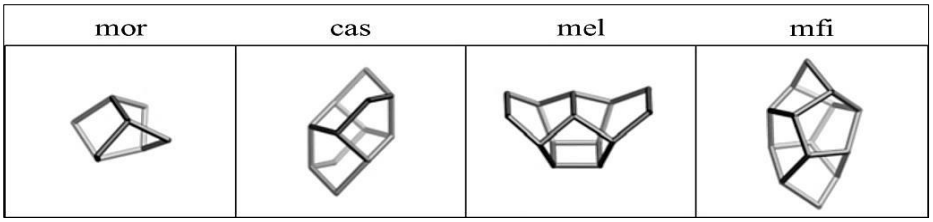


Gambar 6. Unit pembangun sekunder (SBUs) (sumber: Xu *et al*., 2007)

Namun unit pembangun sekunder (SBUs) hanya digunakan untuk menjelaskan struktur, sehingga untuk menjelaskan kerangka penyusun zeolit digunakan unit pembangun kerangka (CBUs) (Xu *et al*., 2007).

3. Unit Pembangun Kerangka (CBUs)

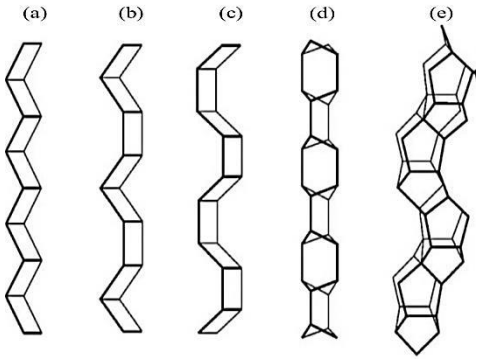
Sebuah zeolit dapat dibangun lebih dari satu unit pembangun kerangka (CBUs) dalam kerangka struktur zeolit. Kerangka adalah definisi umum dengan simbol n-cincin. Misalnya zeolit ZSM-5 dibangun dengan struktur 12-cincin (Xu *et al*., 2007). Beberapa jenis kerangka dari unit pembangun kerangka (CBUs) ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Beberapa jenis kerangka yang ditemukan dalam zeolit (sumber: Baerlocher *et al*., 2007)

4. Unit Pembangun Rantai

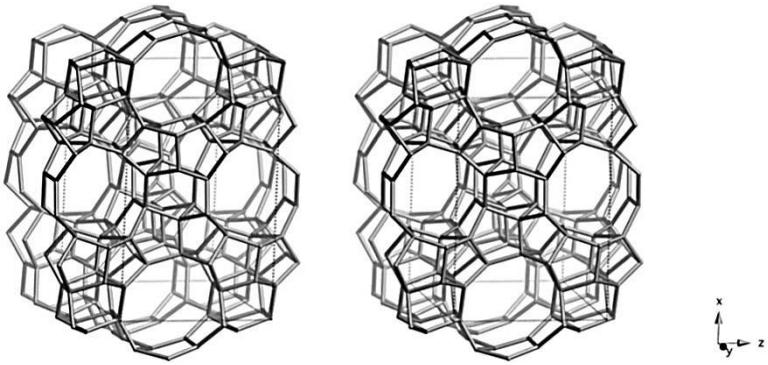
Beberapa struktur zeolit mengandung rantai. Ada lima jenis rantai pada struktur zeolit yaitu rantai zig-zag ganda, rantai gigi gergaji ganda, poros ganda periodisitas, rantai narsasukit, dan rantai pentasil. Hal ini digunakan untuk mengetahui karakteristik melalui periodisitas dalam menentukan struktur zeolit. Misalnya struktur zeolit ZSM-5 dibangun dengan rantai pentasil (Xu *et al*., 2007). Jenis rantai dalam yang zeolit ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Jenis rantai dalam struktur zeolit (a) rantai zig-zag ganda (b) rantai gigi gergaji ganda (c) rantai poros ganda (d) rantai narsasukit (e) rantai pentasil (sumber: Xu *et al*., 2007)

5. Unit Pembangun Lapisan

Beberapa zeolit dapat dibangun dari lapisan tunggal. Lapisan satu dengan lapisan lainnya terhubung untuk menyeimbangkan berbagai struktur zeolit dari lapisan dasar yang sama (Xu *et al*., 2007). Contoh lapisan MFI yang dapat ditulis dengan konfigurasi sistem pori $5.5.5.10^2.5^2.6$ ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Contoh lapisan MFI (sumber: Xu *et al*., 2007)

G. Macam-Macam Zeolit

1. Zeolit Alam

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Anggapan lain menyatakan proses terjadinya zeolit berawal dari debu-debu gunung berapi yang beterbangan kemudian

mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu-debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen-sedimen yang mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut. Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namun komponen utamanya adalah silika dan alumina. Di samping komponen utama ini, zeolit juga mengandung berbagai unsur pengotor, antara lain Na, K, Ca (Bogdanov *et al*., 2009), Mg, dan Fe (Akimkhan, 2012). Jenis zeolit alam dibedakan menjadi dua kelompok yaitu zeolit yang terdapat di antara lapisan batuan zeolit dan zeolit berupa batuan. Berikut ini contoh zeolit alam yang ditampilkan pada Tabel 7 di bawah ini.

Tabel 7. Contoh zeolit alam

Jenis Zeolit Alam	Contoh Zeolit Alam
Zeolit diantara lapisan batuan	Kalsit, kwarsa, renit, klorit, fluorit, dan mineral sulfida
Zeolit berupa batuan	Klipnotilotit, analsim, laumontit, mordenit, filipsit, erionit, kabasit, dan heulandit

Sumber: Lestari, 2010.

Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Untuk memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu. Kondisi ini menyebabkan zeolit alam memiliki harga yang lebih murah dibandingkan zeolit sintetik (Lestari, 2010).

2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa yang sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang harus mengandung kedua komponen di atas. Komponen pengotor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetik memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Georgiev, 2009). Berikut ini contoh zeolit sintetik yang ditunjukkan pada Tabel 8.

Tabel 8. Contoh zeolit sintetik

Kelas Zeolit	Rasio molar Si/Al	Zeolit Sintetik	Metode	Referensi
Silika rendah	≤ 2	Analkim (ANA)	Pertukaran ion	Lestari, 2010
		Na-X (FAU) dan Na-A	Hidrotermal	Hu *et al*., 2017
		Klinoptilolit (HEU)	Pertukaran ion	Wang and Peng, 2010
Silika sedang	2-5	Mordenit (MOR)	Pertukaran Ion	Wang and Peng, 2010
		Na-Y (FAU)	Hidrotermal	Subagjo *et al*., 2015
Silika tinggi	> 5	ZSM-5 (MFI)	Sol-gel	Widayat and Annisa, 2017
		Zeolit β	Pertukaran Ion	Wang *et al*., 2014

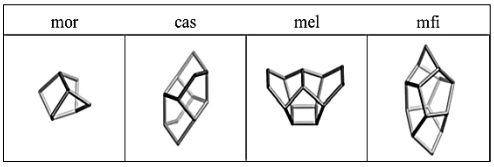
Sampai saat ini telah ditemukan lebih dari 200 jenis zeolit sintetik, dengan ukuran pori yang bervariasi dari 0,3-1,5 nm bergantung pada jenis kerangkanya (Baerlocher *et al*., 2007). Sintesis zeolit telah banyak dilakukan penelitian, baik yang menggunakan sumber silika komersial seperti:

tetraetilortosilikat (TEOS) (Wang, *et al*., 2017), sekam padi (Atta, *et al*., 2012), dan kaolin (Ayele *et al*., 2015).

H. Zeolit ZSM-5

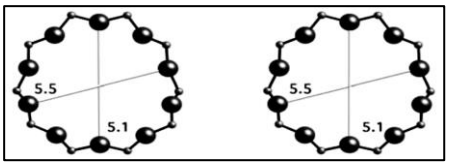
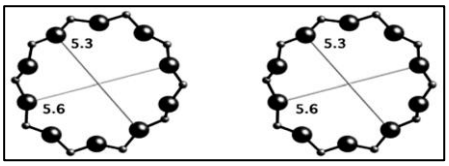
Zeolit ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit sintetik dengan tipe kerangka MFI yang memiliki rumus kimia $[Na_n\ (H_2O)_{16}\ AlnSi_{96\text{-}n}O_{192}]$-MFI, n < 27 dan dapat disintesis dengan variasi rasio Si/Al 10-100. Secara umum dapat ditulis sebagai zeolit ZSM-5, namun secara spesifik dapat ditulis sebagai Na-ZSM-5, NH_4-ZSM-5, TPA-ZSM-5, H-ZSM-5 atau logam lainnya untuk menunjukkan situs aktif asamnya (Dai *et al*., 2017 dan Yang *et al*., 2017). Berdasarkan *International Zeolite Association* (IZA), data tentang zeolit tipe MFI dan ZSM-5 ditunjukkan pada Tabel 9 dan Tabel 10.

Tabel 9. Data zeolit tipe kerangka MFI

Unit sel	Ortorombik $a = 20{,}090$ Å $b = 19{,}738$ Å $c = 13{,}142$ Å $\alpha = 90{,}000^o$ $\beta = 90{,}000^o$ $\gamma = 90{,}000^o$
Simetri	*Pnma*
Sistem pori	12 TO_4
Unit Pembangun Sekunder (SBUs)	5-1
Unit Pembangun Kerangka (CBUs)	
Material dengan tipe kerangka MFI	ZSM-5, [As-Si-O]-MFI, [Fe-Si-O]-MFI, [Ga-Si-O]-MFI, AMS-1 B, AZ-1, bor-C, boralit-C, ensilit, FZ-1, LZ-105, monoklinik H-ZSM-5, mutinait, NU-4, silikat, TS-1, TSZ, TSZ-III, TZ-01, USC-4, USI-108, ZBH, ZKQ-1 B, ZMQ-TB, ZSM-5 bebas organik

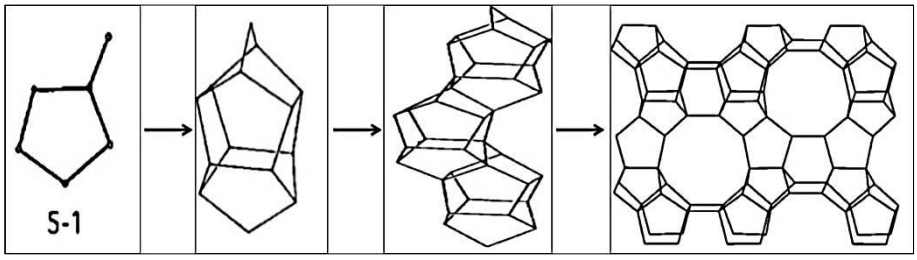
Sumber: Xu *et al*., 2007.

Tabel 10. Data zeolit tipe kerangka ZSM-5

Unit sel	Ortorombik $\alpha = 20{,}07$ Å $b = 19{,}92$ Å $c = 13{,}42$ Å $\alpha = 90{,}0^o$ $\beta = 90{,}00^o$ $\gamma = 90{,}00^o$
Simetri	*Pnma*
Densitas kerangka	17,9 T/1000 Å^3
Tipe pori (*Chansnel*)	{[100] 10 5,1 x 5,5 <-> [010] 10 5,3 x 5,6}*** (3−dimensional)
	 10 cincin dilihat dari [100]
	 10 cincin dilihat dari [010]

Sumber: Xu *et al*., 2007.

Zeolit ZSM-5 dibangun oleh unit [5^8] dengan simetri *D2d* yang saling terhubung membentuk rantai pentasil. Rantai pentasil saling terhubung dengan yang lainnya melalui ikatan oksigen membentuk lembaran dengan 10 cincin. Lembaran rantai pentasil yang berdekatan saling terhubung melalui ikatan oksigen membentuk kerangka tiga dimensi. Mekanisme pembentukan struktur zeolit ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Mekanisme pembentukan struktur zeolit ZSM-5 (sumber: Xu *et al*., 2007)

I. Bahan Baku Sintesis Zeolit ZSM-5

Zeolit ZSM-5 umumnya dapat disintesis dengan perpaduan antara silika dan alumina. Sumber silika dapat digunakan natrium silikat (Proscanu *et al*., 2013), silika kolodial (Xue *et al*., 2012), tetraetilortosilikat (TEOS), LUDOX (Xianliang and Zhengbao, 2011 dan Rilyanti *et al*., 2016), silika hidrogel (Shirazi *et al*., 2008), dan silika sekam padi (Johan *et al*., 2016). Sumber alumina dapat digunakan aluminium nitrat (Proscanu *et al*., 2013), aluminium sulfat (Xianliang and Zhengbao, 2011), natrium alumina (Wang *et al*., 2017), aluminium isoproksida (AlP) (Hartati *et al*., 2017) dan bahan lainnya.

1. Silika Sekam Padi

Padi merupakan salah satu komoditas pertanian di Indonesia. Dari produksi padi dapat dihasilkan sekitar 20% sekam padi. Sekam padi merupakan residu pertanian yang memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber silika, hal ini berdasarkan kandungan silika pada abu sekam padi yakni mencapai 88,92% (Era dkk., 2016). Selain keberadaan sekam padi yang melimpah, silika dari sekam padi dapat diperoleh dengan mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan cara ekstraksi alkalis (Susilowati dkk., 2017) atau dengan pengabuan (Junaidi dkk., 2017).

Metode ekstraksi didasarkan pada kelarutan silika yang besar dalam larutan alkalis seperti KOH, dengan konsentrasi 5% dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti HCl hingga pH mencapai 7. Karakterisasi silika hasil ekstraksi dengan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan yang ditandai dengan adanya puncak Si−OH dan Si−O−Si, karakterisasi dengan

XRD (*X-Ray Diffraction)* menunjukkan bahwa silika memiliki bentuk amorf dengan fasa kristobalit, dan karakterisasi dengan EDX menunjukkan komponen yang terkandung dalam sekam padi meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Berdasarkan hasil yang diperoleh dari proses ekstraksi sekam padi menunjukkan bahwa kadar silika yaitu dapat mencapai 40,8% dengan kemurnian 95,35% (Suka dkk., 2008).

Beberapa keunggulan silika sekam padi yaitu memiliki butiran yang halus dan lebih reaktif dibandingkan dengan silika yang diperoleh dari kuarsa, memiliki kekuatan mekanik yang tinggi dan memiliki daya tahan yang tinggi terhadap bahan kimia. Silika sekam padi dapat dimanfaatkan secara langsung sebagai adsorben, pengisi *filler* polimer, atau sebagai bahan baku pembuatan keramik, zeolit sintetik, sebagai bahan campuran produksi semen, sebagai aditif produksi deterjen, dan sebagai bahan baku sintesis silika *xerogel* (Aripin dkk., 2011).

2. Aluminium Hidroksida $Al(OH)_3$

Aluminium hidroksida adalah suatu senyawa kimia dengan rumus kimia $Al(OH)_3$ ditemukan di alam sebagai mineral *gibbsite* (dikenal pula sebagai *hydrargillite*) dan tiga polymorfnya yang langka seperti *bayerit*, *doyleit*, dan *nordstrandit*. Aluminium hidroksida bersifat amfoterik di alam, yaitu senyawa ini memiliki sifat asam dan basa. Senyawa terkait juga bersifat amfoterik yaitu aluminum oksida (Al_2O_3). Salah satu kegunaan utama aluminium hidroksida adalah sebagai bahan baku untuk pembuatan senyawa alumina khusus aluminium, aluminium sulfat, polialuminium klorida,

aluminium klorida, zeolit, natrium aluminat, alumina aktif, dan aluminium nitrat. Oleh karena itu, dalam penelitian ini menggunakan aluminium hidroksida $Al(OH)_3$ sebagai sumber Al.

J. Sintesis Zeolit

Selain dapat terbentuk di alam secara alami dan ditambang secara global, zeolit juga dapat disintesis dalam skala laboratorium. Menurut Cejka *et al*. (2005), ada beberapa faktor yang mempengaruhi proses pembentukan kristal dalam sintesis zeolit, diantaranya adalah sebagai berikut:

1. Komposisi molar pereaksi

Komposisi molar campuran pereaksi memberikan peranan penting terhadap kristalisasi zeolit. Hal-hal yang berkaitan dengan komposisi molar pereaksi adalah sumber prekursor, rasio Si/Al, alkalinitas (kebasaan), jumlah H_2O, kation anorganik, dan *template* organik.

2. Sumber Si dan Al

Menurut Kalapathy, *et al*. (2002), sumber silika yang biasa digunakan dalam sintesis zeolit diantaranya: silika koloid (LUDOX), tetraetilortosilikat (TEOS), Cab-O-Sil (*fumed silica*), tetrametil orto silikat (TMOS), dan natrium silikat (Na_2SiO_3). Karakteristik suatu polisilikat akan berbeda dengan sumber silika yang lain. Karakteristik ini memainkan peran penting dalam proses nukleasi dan kristalisasi zeolit. Perbedaan luas permukaan dari sumber silikon akan memberikan efek terhadap laju pengkristalan, ukuran kristal, dan distribusi ukuran partikel terhadap zeolit hasil sintesis.

Silika dengan luas permukaan yang besar sangat mudah larut dalam medium basa dibandingkan dengan silika yang luas permukaaannya kecil. Silika jenis ini lebih mudah membentuk kristal dengan ukuran yang lebih kecil sedangkan kristal dengan luas permukaan kecil dan kelarutan rendah lebih cenderung membentuk kristal besar. Selain sumber silika, sumber alumina juga memberikan pengaruh besar terhadap laju pengkristalan zeolit. Sumber alumina yang biasa digunakan antara lain: natrium alumina ($NaAlO_2$), aluminium hidroksida $Al(OH)_3$, *pseudo-boehmite* ($Al(OH)_2$), aluminium isopropoksida ($C_9H_{21}AlO_3$), aluminium nitrat ($Al(NO_3)_3$), aluminium sulfat ($Al_2(SO_4)_3$), atau logam aluminum (bubuk Al atau foil).

3. Rasio Si/Al

Rasio Si/Al dalam sintesis zeolit berperan dalam menentukan struktur dan komposisi dari kristal produk. Secara umum, zeolit dengan perbandingan Si/Al yang rendah (Si/Al $\leq$ 5) seperti zeolit A (LTU), X (FAU), dan hidroksisodalit (SOD) disintesis dengan campuran reaksi Si/Al rendah dan alkali kuat. Sementara itu, zeolit dengan rasio Si/Al tinggi (Si/Al $>$ 5) seperti zeolit beta (BEA), ZSM-11 (MEL), dan MFI (MFI) dipreparasi dari gel dengan rasio Si/Al tinggi dan tingkat kebasaan yang rendah.

4. Alkalinitas (Kebasaan)

Alkalinitas memberikan kontribusi terhadap rasio OH^-/Si atau rasio H_2O/Na_2O. Sifat alkali yang tinggi meningkatkan kelarutan silika dan alumina serta mempercepat polimerisasi dari ion polisilikat dan aluminat. Proses induksi, nukleasi, dan kristalisasi dapat dipercepat dengan

meningkatkan alkalinitas. Di samping itu, tingkat kebasaan juga dapat mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi zeolit.

5. Kation Anorganik

Kation anorganik berasal dari basa hidroksida logam alkali (MOH) sebagai sumber basa dalam sintesis zeolit. Basa logam alkali yang biasa digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH) dan kalium hidroksida (KOH). Perbedaan kation anorganik akan mempengaruhi pembentukan unit kerangka penyusun zeolit yang tentunya juga akan mempengaruhi jenis zeolit yang dihasilkan. Beberapa zeolit seperti: ANA, CAN, FAU (X dan Y), MOR, LTA, dan SOD terbentuk dengan kehadiran ion Na^+ sebagai kation anorganik. Zeolit NAT, PAU, OFF, dan PHI terbentuk dengan adanya kation K^+. Hal ini dikarenakan kation anorganik juga berperan sebagai agen pengarah struktur.

6. Cetakan (*Template*) Organik

Kation organik dapat berperan sebagai pengisi ronggga kosong yang mengarahkan pembentukan struktur spesifik zeolit (*structure directing agent* atau SDA). Antara kerangka zeolit dengan SDA terjadi interaksi karena adanya gaya Van der Waals. Dengan demikian, hidropobisitas dan hidrofilisitas ion organik yang berperan sebagai SDA, sangat berpengaruhi terhadap rasio Si/Al dalam sintesis zeolit.

K. Karakterisasi Katalis Zeolit ZSM-5

Fasa kristal dan amorf secara kualitatif maupun kuantitatif, persen kristalinitas, dan struktur kristal dapat ditentukan menggunakan *X-Ray*

Diffraction (XRD); topografi, morfologi, dan informasi kristalografi ditentukan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM); komposisi penyusun pada permukaan katalis zeolit ZSM-5 ditentukan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA); jumlah asam, jenis situs asam, jenis ikatan kimia, dan gugus fungsi ditentukan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR); dan luas permukaan, volume total pori, serta rata-rata jari-jari pori menggunakan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

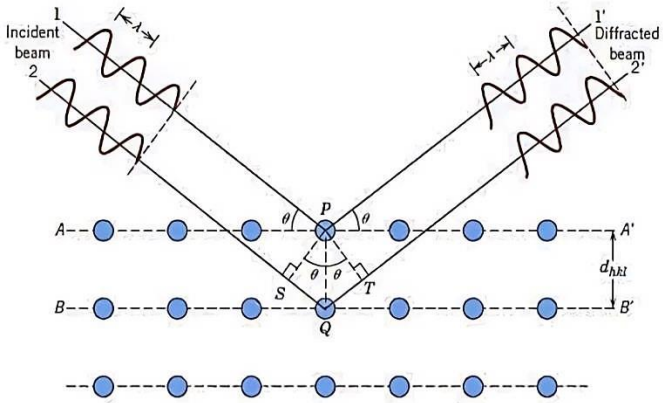
1. *X-Ray Diffarction* (XRD)

Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristal maupun amorf. XRD adalah metode karakterisasi lapisan yang digunakan untuk mengetahui senyawa kristal yang terbentuk. Teknik XRD dapat digunakan untuk analisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Metode difraksi sinar-X merupakan metode analisis kualitatif maupun kuantitatif yang sangat penting karena kristalinitas dari material pola difraksi serbuk yang karakteristik, oleh karena itu metode ini disebut juga metode sidik jari serbuk (*powder fingerprint method*). Penyebab utama yang menghasilkan bentuk pola-pola difraksi serbuk tersebut, yaitu (a) ukuran dan bentuk dari setiap selnya, (b) nomor atom dan posisi atom-atom di dalam sel (Smallman, 2000).

Difraksi merupakan penyebaran atau pembelokan gelombang pada saat gelombang melewati penghalang. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5Å-2,5Å dan memiliki energi foton antara 1,2 x 10^3 eV-2,4 x 10^5 eV yang dihasilkan dari

penembakan logam dengan elektron energi tertinggi. Dengan karakterisasi tersebut sinar-X mampu menembus zat padat sehingga dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal. Hamburan sinar ini dihasilkan bila suatu elektron logam ditembak dengan elektron-elektron berkecepatan tinggi dalam tabung hampa udara.

Peristiwa pembentukan sinar-X dapat dijelaskan yaitu pada saat menumbuk logam, elektron yang berasal dari katoda (elektron datang) menembus kulit atom dan mendekati kulit inti atom. Pada waktu mendekati inti atom, elektron ditarik mendekati inti atom yang bermuatan positif, sehingga lintasan elektron berbelok dan kecepatan elektron berkurang atau diperlambat. Karena perlambatan ini, maka energi elektron berkurang. Energi yang hilang ini dipancarkan dalam bentuk sinar-X. Proses ini terkenal sebagai proses *bremstrahlung*.



Gambar 11. Pola difraksi bragg

Gambar 11 menunjukkan seberkas sinar mengenai kisi pada bidang pertama dan pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang kisi adalah d, sedangkan θ adalah sudut difraksi. Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang

λ dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ. Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak nλ. Beda jarak lintasan kedua berkas adalah 2d sin θ. Persamaan ini dikenal dengan hukum Bragg.

Hartanto *et al*. (2016) melakukan analisis zeolit ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi 12, 24, 48, dan 72 jam dan dibandingkan dengan kaolin serta *silicalite* menggunakan XRD. Hasil difraktogram zeolit ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi menunjukkan bahwa pengaruh variasi waktu kristalisasi dari zeolit ZSM-5 terhadap intensitas puncak-puncak 2θ 7°, 8°, dan 23° sangat signifikan. Hasil yang dilaporkan bahwa sampel zeolit ZSM-5/12 memiliki intensitas rendah pada 2θ 7,9°; 8,7°; dan 23,13° yang mengindikasikan bahwa kristal mulai terbentuk atau terjadinya proses nukleusasi. Refleksi karakteristik 2θ dari zeolit ZSM-5 mulai muncul pada sampel zeolit ZSM-5/24, ZSM-5/48, dan ZSM-5/72. Refleksi ini muncul pada 2θ 7,85°; 8,78°; 22,99°; 23,21°; 23,61°; 23,81°; dan 24,29°. Selain itu munculnya refleksi pada 2θ tersebut mengindikasikan bahwa terbentuknya struktur MFI sebagai kerangka struktur dari zeolit ZSM-5.

Widayat and Annisa (2017) melakukan modifikasi zeolit ZSM-5 dengan variasi suhu kalsinasi 500, 600, 700, dan 800℃ selama 5 jam. Hasil variasi suhu kalsinasi tersebut menunjukkan bahwa secara umum memberikan refleksi 2θ yang sama pada difraktogram yaitu 13°, 23°, dan 45°. Namun, memberikan tingkat kristalinitas yang berbeda yaitu 39,2% pada suhu 500℃, 44,1% pada suhu 600℃, 42,9% pada suhu 700℃, dan 44,9% pada suhu

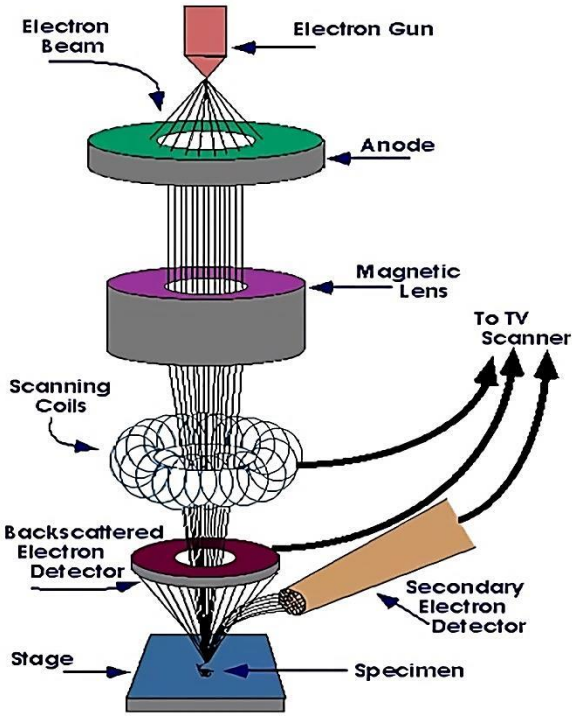
800℃. Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan besarnya bagian fase padatan, film tipis, dan sampel multi fasa. Salah satu alat XRD yang biasa digunakan adalah Siemen D5000 yang menggunakan radiasi CuKα. Tabung X-ray dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA.

2. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Untuk melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahan submikrometer menggunakan satu perangkat alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur , serta distribusi pori pada permukaan bahan. Komponen utama SEM terdiri dari dua unit, *electron column* dan *display console*. *Electron colomn* merupakan model *electron beam scanning*, sedangkan *display console* merupakan elektron sekunder yang di dalamnya terdapat CRT. Pancaran elektron energi tinggi dihasilkan oleh *electron gun* yang kedua tipenya berdasar pada pemanfaatan arus. Yang pertama pistol termionik dimana pancaran elektron tercapai dengan pemanasan tungsten atau filament pada suhu 1500ºK sampai 3000ºK.

Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari filament yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Jika elektron tersebut berinteraksi dengan bahan (*specimen*) 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 *specimen* ditangkap oleh detektor *Secondary Electron* (SE) yang kemudian diolah dan diperkuat oleh amplifier lalu divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT) (Smallman, 2000). Skema dasar SEM disajikan pada Gambar 12.

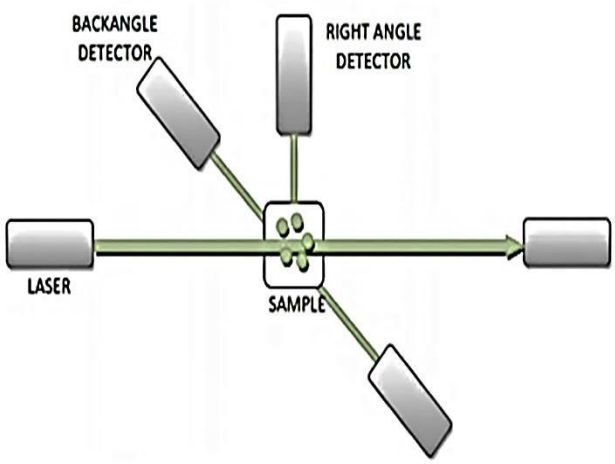


Gambar 12. Skema alat *Scanning Electron Microscope* (Smallman, 2000)

Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor kemudian dicatat sebagai suatu foto.

3. *Particle Size Analyzer* (PSA)

Karakterisasi menggunakan PSA dimaksudkan untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel dari suatu sampel. Metode pengukuran partikel dengan PSA dapat dilakukan dengan mendispersikan sampel dengan dua cara. Berdasarkan cara ini metode PSA dibedakan menjadi metode basah dan metode kering. Pada sudut yang kecil dan sebaliknya, sudut yang terbentuk akan diteruskan melewati satu dari dua detektor (*backangle detector* dan *right angle detector*), dan selanjutnya diteruskan ke pengolahan data, menghasilkan kurva yang menunjukkan distribusi ukuran partikel sampel. Skema alat PSA disajikan dalam Gambar 13.



Gambar 13. Skema alat PSA

Dalam praktiknya, analisis PSA metode basah dilakukan pelarut sebagai media pendispersi. Apabila digunakan sampel yang larut air maka digunakan pelarut organik, sedangkan untuk sampel yang larut pada pelarut organik, maka bisa digunakan air sebagai media pendispersinya. Hal ini dimaksudkan

agar partikel tidak saling menyatu hingga menggumpal. Dalam metode kering memanfaatkan aliran udara untuk mendispersikan partikel. Metode ini baik digunakan untuk partikel yang bobotnya tidak terlalu ringan.

4. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

FTIR merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk melihat atom dalam sebuah molekul melalui vibrasi-vibrasi yang ditimbulkan oleh atom tersebut. Untuk dapat melihat atom-atom tersebut diperlukan suatu spektrum IR yang diperoleh dengan cara menembakkan radiasi sinar inframerah ke sampel menentukan fraksi apa yang terjadi saat melewatkan radiasi yang terabsorpsi dengan energi khusus. Energi yang terdapat pada beberapa puncak dalam sebuah spektrum absorpsi menunjukan kecocokan terhadap frekuensi pada vibrasi dari sebagian molekul sampel (Ayyad, 2011).

Prinsip dasar dari analisis spektrofotometri IR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu, sehingga dari spektrum serapan yang terbaca kita mampu mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada suatu senyawa. Bila sinar inframerah dilewatkan melalui sebuah cuplikan, maka sejumlah frekuensi diserap oleh cuplikan tersebut dan frekuensi lainnya diteruskan atau ditransmisikan tanpa adanya penyerapan. Hubungan antara persen absorbansi dengan frekuensi maka akan dihasilkan sebuah spektrum inframerah (Hardjono, 1990).

Analisis dengan FTIR untuk sampel komposit anorganik pada umumnya dimaksudkan untuk melihat gugus fungsi yang terkait dengan penyusunan sampel. Untuk zeolit, gugus fungsi yang dapat dideteksi dengan FTIR adalah

pita serapan melebar dengan intensitas kuat pada daerah1095-1092 cm^{-1} yang menunjukkan karakteristik vibrasi gugus siloksan (Si−O−Si), pita serapan sekitar 420-494 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus Si−O−Al.

Pita serapan lainnya yang menunjukkan adanya vibrasi Al−O yaitu pada daerah 470-480 cm^{-1}. Pada bilangan gelombang 3300 cm^{-1} terdapat pita serapan gugus fungsi OH dari molekul air. Pada pita serapan sekitar 3400 cm^{-1} tersebut terjadi tumpang tindih pada pita serapan dari *stretching* asimetris dan simetris pada molekul air. Pita serapan yang lebar pada panjang gelombang tersebut disebabkan oleh adanya hidrat dan molekul air yang berikatan langsung dengan kation penyeimbang. Secara khusus, FTIR dapat menunjukkan adanya situs asam Bronsted atau Lewis yang terdapat dalam sampel. Adanya situs asam Bronsted ditunjukan oleh pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1540-1545 cm^{-1}, sedangkan situs asam Lewis ditunjukan oleh pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1440-1452 cm^{-1} (Platon and Thomson, 2003).

5. *Brunauer-Emmett-Teller* (BET)

Luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori merupakan faktor penentu unjuk kerja suatu adsorben. Suatu bahan padat seperti adsorben, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal (makroskopik) dan internal (mikroskopik). Luas permukaan eksternal hanya meliputi permukaan luar bahan, sedangkan luas permukaan internal meliputi semua pori pori kecil dan rongga pada padatan (Nurwijayadi, 1998). Luas permukaan katalis pada penelitian ini ditentukan

melalui pengukuran menggunakan *Surface Area Analyzer Quantachrome* NOVA-1000 versi 2.2 yang didasarkan pada metode BET yaitu adsorpsi dan desorpsi isotermis dari gas yang diserap (nitrogen). Kuantitas gas yang diserap dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\frac{1}{W\left(\frac{Po}{P}\right)-1} = \frac{1}{WmC} + \frac{C-1}{WmC}\frac{P}{Po}$$

Keterangan:

W = berat gas yang diserap (adsorbed) pada tekanan relatif p/po (g)
Wm = berat gas nitrogen (adsorbed) pada lapis tunggal (g)
P = tekanan kesetimbangan adsorpsi (atm)
Po = tekanan uap jenuh adsorpsi (atm)
P/Po = tekanan relatif adsorpsi
C = konstanta energi

Selanjutnya untuk pengukuran luas permukaan dengan metode BET berdasarkan pada persamaan berikut:

$$\mathrm{St} = \frac{(\mathrm{Wm\ N\ acs})}{\mathrm{M}}$$

Keterangan:

St = luas permukaan total (m^2)
Wm = berat gas nitrogen (g)
M = berat molekul dari gas nitrogen (g/mol)
N = bilangan Avogadro (6,023 x 10^{23} molekul/mol)
acs = luas molekul *cross sectional* gas nitrogen (16,2Å)

Pengukuran luas permukaan spesifik ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$S = \frac{\mathrm{St}}{\mathrm{bc}}$$

Keterangan:

S = luas permukaan spesifik (m^2/g)
St = luas permukaan total (m^2)
Bc = berat cuplikan (g)

Volume total pori adalah volume gas yang teradsorpsi pada tekanan jenuh, untuk menghitung volume total pori digunakan persamaan berikut:

$$V\rho = \frac{Wa}{\rho}$$

Keterangan:

Vρ = volume total pori (cc)
Wa = berat nitrogen yang teradsorpsi pada P/Po = 0,99 (g)
P = densitas nitrogen pada 77ºK (g/cc)

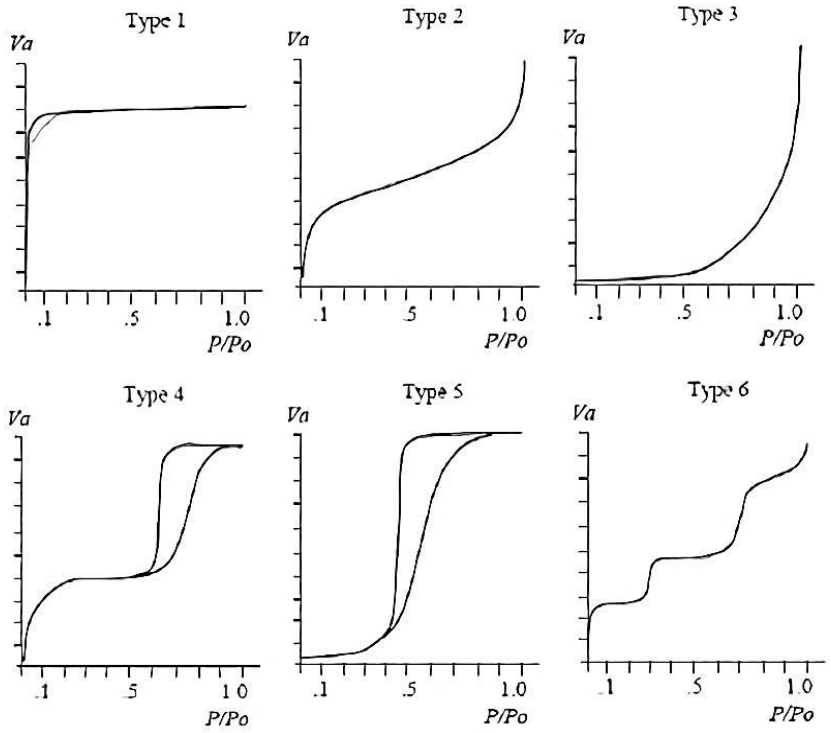
Perhitungan ukuran pori dilakukan dengan asumsi bahwa geometri pori berbentuk sehingga rata-rata jari-jari pori dihitung dari perbandingan volume total pori dan luas permukaan spesifik dengan menggunakan persamaan berikut:

$$rp = \frac{2V\rho}{s}$$

Keterangan:

rp = rata-rata jari-jari pori (m)
Wa = volume total pori (cc)
P = luas permukaan spesifik (m^2)

Terdapat enam tipe adsorpsi isotermis pada metode BET bila volume total gas adsorspi (Va) diplotkan sebagai fungsi P/Po, hasil adsorpsi isotermis tersebut disajikan pada Gambar 14.



Gambar 14. Adsorpsi dan desorpsi isotermis padatan mesopori dan mikropori

Tipe I merupakan karakteristik padatan mikropori seperti zeolit, yang menunjukkan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan cepat. Tipe II menunjukkan adsorpsi isotermis pada material atau bahan yang tak berpori, sedangkan pada tipe III untuk bahan yang makropori. Tipe IV adalah adanya *hysteresis loop* dan kenaikan grafik yang tinggi pada P/Po. Isotermis tipe ini umumnya terdapat pada bahan mesopori seperti silika gel. Pada tipe V menunjukkan adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, kenyataan ini mengindikasikan bahwa interaksi rendah antara adsorbat dengan adsorben.

Isotermis tipe VI sangat jarang ditemukan, tipe ini dapat dihasilkan pada nitrogen yang diadsorpsi pada karbon spesial (Sing *et al*., 1985).

L. Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi akan dikarakterisasi untuk mengetahui karakteristik biodiesel yang diperoleh, meliputi analisis komposisi biodiesel yang diperoleh dengan menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) dan karakteristik fisik seperti, titik nyala, densitas, dan viskositas.

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

Gas Chromathography-Mass Spectrometry (GC-MS) merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa atau komponen dalam suatu campuran secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Prinsip kerja dari GC-MS yaitu molekul-molekul gas bermuatan akan diseleksi berdasarkan massa dan beratnya, spektrum yang didapat dari pengubahan sampel menjadi ion-ion yang bergerak, kemudian dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan (m/e).

Ionisasi menghasilkan fragmen-fragmen yang akan menghasilkan spektrum. Spektrum massa merupakan gambar antara limpahan relatif dengan perbandingan massa per muatan (m/e) (McLafferty, 1988). Berdasarkan analisis kromatografi gas diperoleh puncak-puncak kromatogram yang memberikan informasi jumlah komponen yang ada dalam sampel berdasarkan waktu retensi dan spektra dari spektroskopi massa memberikan kunci-kunci

penting dalam proses identifikasi senyawa berdasarkan fragmentasinya memuat harga massa/muatan (m/e) terhadap kelimpahan relatif. Spektra massa biasanya dibuat dari massa rendah ke massa tinggi. Dengan data tersebut dapat diperkirakan bagaimana struktur molekul awal dari senyawa yang dianalisis.

Kromatografi gas secara umum digunakan untuk memisahkan campuran kimia menjadi komponennya berdasarkan pendistribusian sampel di antara fasa diam dan fasa gerak. Fasa gerak dalam kromatografi gas berupa gas dan fasa diamnya berupa padatan atau cairan. Fase gerak akan membawa campuran untuk dipisahkan masing-masing komponennya. Pemisahan komponen akan bergantung pada lamanya waktu relatif yang dibutuhkan oleh komponen-komponen tersebut di dalam fase diam (Sparkman *et al*., 2011).

Spektroskopi massa diperlukan untuk identifikasi senyawa sebagai penentu bobot molekul dan penentuan rumus molekul. Prinsip dari MS adalah pengionan senyawa-senyawa kimia untuk menghasilkan molekul bermuatan atau fragmen molekul dan mengukur rasio massa/muatan. Molekul yang telah terionisasi akibat penembakan elektron berenergi tinggi tersebut akan menghasilkan ion dengan muatan positif, kemudian ion tersebut diarahkan menuju medan magnet dengan kecepatan tinggi. Medan magnet atau listrik akan membelokkan ion tersebut agar dapat menentukan bobot molekulnya dan bobot molekul semua fragmen yang dihasilkan (David, 2005). Detektor kemudian akan menghitung muatan yang terinduksi atau arus yang dihasilkan

ketika ion dilewatkan atau mengenai permukaan, *scanning* massa dan menghitung ion sebagai perbandingan massa terhadap muatan (m/e).

Pada kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS), setelah masing-masing komponen dalam campuran telah terpisah dalam kolom GC, semua komponen akan memasuki detektor ionisasi elektron. Komponen-komponen tersebut akan ditumbuk dengan elektron yang menyebabkan beberapa senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen-fragmennya (Asthasari, 2008).

2. Titik Nyala (*Flash Point*)

Titik nyala berdasarkan standar bahan bakar solar dan SNI 7182:2015 biodiesel yakni minimal 100℃. Titik nyala merupakan suhu terendah dimana bahan bakar dapat menyala ketika bereaksi dengan udara pada tekanan normal. Titik nyala yang terlalu tinggi akan menyebabkan keterlambatan penyalaan sedangkan jika titik nyala terlalu rendah akan menyebabkan timbulnya denotasi yaitu ledakan kecil yang terjadi sebelum bahan bakar masuk ruang bakar. Bahan bakar yang memiliki titik nyala yang tinggi akan memudahkan penyimpanan bahan bakar, karena minyak tidak akan mudah terbakar pada suhu ruang. Untuk menentukan titik nyala bahan bakar salah satunya dapat digunakan alat uji cawan terbuka *Cleveland* (ASTM D 92-90) digunakan untuk menentukan titik nyala dari minyak atau bahan bakar, kecuali minyak yang memiliki titik nyala cawan terbuka di bawah 79℃.

3. Densitas

Densitas didefinisikan sebagai massa persatuan volume. Densitas berhubungan erat dengan nilai panas kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel per satuan bahan bakar yang digunakan. Berdasarkan SNI 7182:2015 densitas standar untuk biodiesel yakni 850-890 kg/m^3 yang diukur pada suhu 40℃. Pengukuran densitas dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer. Kerapatan suatu fluida atau densitas disimbolkan sebagai massa per satuan volume berdasarkan rumus berikut:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

Keterangan:

ρ = densitas (kg/m^3)
m = massa (kg)
v = volume (m^3)

4. Viskositas

Viskositas (kekentalan) diartikan sebagai ukuran ketahanan bahan bakar untuk mengalir yakni waktu yang diperlukan suatu volume cairan untuk mengalir secara gravitasi melalui kapiler viskometer yang terkalibrasi pada suhu yang terkendali dengan teliti. Pengujian viskositas dilakukan dengan menggunakan Viskometer *Ostwald* dengan mengukur waktu yang diperlukan cairan uji untuk melewati batas yang telah ditentukan. Viskositas disebabkan oleh adanya gaya kohesi atau gaya tarik menarik antara molekul sejenis. Viskositas kinematik adalah salah satu parameter untuk menentukan mutu atau karakteristik biodiesel yang diperoleh. Berdasarkan SNI 7182:2015

viskositas kinematik pada suhu 40℃ suatu biodiesel adalah berkisar antara 2,3-6,0 mm^2/s yang diukur dengan metode uji ASTM D-445.

Nilai viskositas kinematik dapat diperoleh dari hasil perkalian waktu alir terukur dengan konstanta kalibrasi viskometer yang ditunjukkan pada persamaan di bawah ini:

$$v = C \times t$$

Keterangan:

v = viskositas kinematik, dinyatakan dalam cSt (mm^2/detik)
C = konstanta viskometer, dinyatakan dalam cSt/detik (mm^2/$detik^2$)
t = waktu alir, dinyatakan dalam detik (s)

Jika viskositas suatu bahan bakar terlalu rendah atau encer, maka akan menyebabkan kebocoran pipa injeksi yang mengurangi daya pembakaran, sedangkan jika viskositas terlalu tinggi atau kental, bahan bakar akan sulit disuplai baik dialirkan ataupun dipompa ke ruang pembakaran, hal ini juga menyebabkan berkurangnya daya pembakaran (Knothe *et al*., 2004; dan Sari, 2007). Viskositas biodiesel dipengaruhi oleh panjangnya rantai hidrokarbon dan jumlah ikatan rangkap asam lemak yang terkandung didalamnya. Semakin banyak ikatan rangkap pada rantai hidrokarbon asam lemak akan menambah viskositas biodiesel yang dihasilkan (De Almeida *et al*., 2015).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan selama 10 bulan yaitu pada bulan Januari hingga Oktober 2019 di Laboratorium Kimia Polimer, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi zeolit ZSM-5 menggunakan beberapa analisis seperti analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS, Surabaya; analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Bandar Lampung; analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Terpadu FMIPA Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta; analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan di Laboratorium Sentral Universitas Padjajaran, Bandung; dan analisis *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Teknik Kimia ITB, Bandung.

Analisis bahan bakar cair menggunakan *Gas Chromathography-Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Bandar Lampung; sedangkan uji kualitas titik nyala dan densitas telah dilakukan di SMK SMTI Bandar

Lampung serta viskositas dilakukan di Laboratorium Kimia Polimer Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-Alat yang Digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pisau, timbangan massa, oven, loyang, alat *press* hidrolik, spatula *stainless*, botol kaca bening, corong plastik dan gelas, pengaduk kaca, peralatan plastik polipropilen, saringan, teflon, mortal dan alu, cawan, saringan 200 *mesh*, neraca analitik, peralatan gelas, *hotplate stirrer*, penangas air, spinbar, *stainless steel autoclave*, termometer, labu bundar, aerator, statif, corong pisah, refluks, botol polipropilen, *furnace*, viskometer *Ostwald*, piknometer, *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical tipe XPert MPD, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) tipe ZEISS EVO MA 10, *Particle Size Analyzers* (PSA) tipe Beckman Coulter LS 13 320 Universal Liquid Module, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) tipe Thermo Nicolet Avatar 360, *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) tipe BET NOVA touch 4LX, dan *Gas Chromatrography Mass Spectrofotometry* (GC-MS) tipe CP-3800 (GC) Saturn 2200 (MS).

2. Bahan-Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu biji jarak kaliki, sekam padi, larutan asam nitrat (HNO_3) 1M, larutan natrium hidroksida (NaOH) 1,5%, larutan asam nitrat (HNO_3) 10%, silika sekam padi, aluminium hidroksida $Al(OH)_3$, larutan natrium hidroksida (NaOH) *p.a*,

larutan ammonium nitrat (NH_4NO_3) 2M, *oilbath*, larutan metanol, akuades, kertas saring, dan indikator universal.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Minyak Biji Jarak Kaliki

Pengolahan buah jarak kaliki menjadi minyak jarak kaliki meliputi pengeringan buah jarak kaliki di bawah sinar matahari, pengupasan buah jarak kaliki untuk mengeluarkan biji dari kulitnya dan dipisahkan bijinya. Kemudian dilakukan pengeringan biji jarak kaliki di dalam oven selama 20 menit pada suhu 80℃ untuk mengurangi kadar air dan biji jarak kaliki diekstraksi dengan mesin *press* hidrolik, hasil *press* kemudian disaring dengan penyaringan bertingkat untuk memisahkan minyak dengan padatan daging biji. Minyak jarak kaliki yang diperoleh siap digunakan untuk proses transesterifikasi.

2. Pembuatan Larutan HNO_3 10% dan NaOH 1,5%

a. Larutan $HNO_3$10%

Larutan HNO_3 10% dibuat dengan memasukkan 147 mL HNO_3 68% ke dalam labu takar 1000 mL kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas.

b. Larutan NaOH 1,5%

Larutan NaOH 1,5% dibuat dengan menimbang NaOH 15 gram dan dilarutkan dalam 1000 mL akuades.

3. Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi dilakukan dengan membersihkan sekam padi dari pengotor hasil pengolahan gilingan. Kemudian, sekam padi dicuci dengan air panas selama 1 jam untuk menghilangkan pengotor dan memisahkan antara sekam padi yang mengandung silika yang tinggi dengan sekam padi yang mengandung silika yang rendah atau sekam padi yang mengapung dibuang, sedangkan sekam padi yang tenggelam dikumpulkan. Sekam padi kemudian dibilas beberapa kali menggunakan air panas untuk menghilangkan bahan organik larut air yang masih menempel pada sekam.

Sekam padi yang telah bersih dikeringkan dan setelah kering sekam padi siap untuk direndam dengan 500 mL larutan HNO_3 1M selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan lignin yang terdapat pada sekam padi. Sekam padi kemudian dibilas dengan air hingga bersih, tidak berbau asam, dan selanjutnya dikeringkan untuk digunakan sebagai sampel ekstraksi silika.

4. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Ekstraksi silika sekam padi dilakukan dengan sebanyak 200 gram sekam diekstrak dalam 2000 mL larutan NaOH 1,5% dalam wadah teflon dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit. Hasil ekstraksi sekam padi didinginkan pada suhu kamar selama 24 jam untuk mengoptimalkan proses ekstraksi silika dan disaring untuk memisahkan antara residu sekam padi dengan filtratnya yang mengandung silika terlarut (sol silika). Filtrat kemudian dikumpulkan dan ditambahkan dengan larutan HNO_3 10% secara bertahap hingga sol silika terbentuk menjadi gel silika pada keadaan alkalis

sekitar pH 7,0 yang diukur menggunakan indikator universal. Gel silika yang dihasilkan didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam untuk proses *aging* (penuaan) kemudian dicuci dengan air panas sembari disaring menggunakan saringan 200 *mesh* hingga bersih dan berwarna putih. Silika gel yang telah bersih dikeringkan dalam oven pada suhu 80℃ kemudian didinginkan dan dihaluskan.

5. Sintesis Katalis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5)

Zeolit ZSM-5 rasio Si/Al 20 disintesis dengan komposisi molar yaitu $1SiO_2$: $0,025Al_2O_3$: $0,165Na_2O$: $25H_2O$. Berdasarkan perbandingan mol ZSM-5 disintesis dengan massa bahan yaitu 60 gram SiO_2, 3,9 gram $Al(OH)_3$, 13,2 gram NaOH *p.a*, dan 450 mL H_2O.

Hal pertama yang dilakukan yaitu melarutkan 13,2 gram NaOH *p.a* dalam 200 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Kemudian larutan dipisahkan yaitu 160 mL untuk melarutkan 60 gram SiO_2 dan di *stirrer* hingga homogen ± selama 30 menit (larutan A) sedangkan 40 mL untuk melarutkan 3,9 gram $Al(OH)_3$ dan di *stirrer* hingga homogen ± juga selama 30 menit (larutan B). Selanjutnya larutan A dan larutan B dicampur menjadi satu lalu ditambahkan akuades sebanyak 250 mL sambil di *stirrer* selama 3 jam hingga homogen. Kemudian larutan tersebut didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar untuk proses penuaan hingga diperoleh campuran zeolit yang homogen.

Campuran zeolit yang diperoleh dipindahkan ke dalam *stainless steel autoclave* untuk disintesis secara hidrotermal. Sintesis zeolit dilakukan dalam oven pada suhu 180℃ dengan variasi waktu kristalisasi yaitu 24 jam, 48 jam,

72 jam, 96 jam, dan 120 jam. Padatan hasil sintesis kemudian disaring, dicuci dengan akuades sampai pH 7,0 hingga filtrat dari zeolit tersebut tidak berwarna, dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 80℃. Produk padatan kemudian didinginkan, dihaluskan, diayak dengan ayakan berukuran 200 *mesh*, dan dikalsinasi pada suhu 600℃ selama 6 jam untuk menghilangkan pengotor organik yang ada pada pori zeolit (Cheng *et al*., 2005; dan Kim *et al*., 2004).

Setelah dikalsinasi, NaZSM-5 yang dihasilkan dilakukan pertukaran ion (*ion exchange*) dengan larutan NH_4NO_3 2M yaitu 10 gram zeolit /100 mL larutan NH_4NO_3 2M. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam wadah polipropilen dan dipanaskan dalam *oilbath* dengan *hotplate stirrer* selama 48 jam pada suhu 80℃ dimana setelah 24 jam larutan NH_4NO_3 2M diganti dengan larutan NH_4NO_3 2M yang baru sehingga proses pertukaran ion terjadi lebih sempurna. Kemudian campuran yang diperoleh disaring, dicuci dengan akuades sebanyak 3 kali, dikeringkan dalam oven dengan suhu 80℃, dan dikalsinasi pada suhu 600℃ selama 6 jam untuk menghilangkan ion ammonium dan menghasilkan HZSM-5. Produk padatan HZSM-5 yang dihasilkan kemudian didinginkan, dihaluskan, dan diayak dengan ayakan berukuran 200 *mesh* (Shirazi *et al*., 2008; dan Yang *et al*., 2017).

6. Karakterisasi Katalis ZSM-5

Karakterisasi ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile*-5) akan dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel zeolit, apakah sampel bersifat

amorf atau kristalin, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel pada katalis, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi senyawa, jenis ikatan, serta situs asam pada zeolit menggunakan sinar radiasi infra merah, dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori.

a. *X-Ray Diffraction* (XRD)

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

1. Sampel disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan lilin perekat.
2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian diletakkan pada sampel *stand* di bagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* melalui komputer pengontrol meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.

4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah "*start*" pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu serta dapat dicetak oleh mesin printer.
6. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

b. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

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

1. Sampel disiapkan dan direkatkan pada mesin *holder* (*dolite*, *double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada *holder* kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.
3. Sampel dimasukan dalam mesin *couting* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladinum* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layer SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM.
7. Pemotretan gambar SEM.

c. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

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

1. Disiapkan sampel yang akan diuji, kemudian diletakkan sampel pada sampel *holder* dan ditempatkan pada lintasan sinar alat FTIR.
2. Alat disambungkan pada sumber listrik, lalu komputer dan alat dihidupkan.
3. Dilakukan pengukuran atau pengamatan dengan alat FTIR dan grafik.
4. Data yang dihasilkan disimpan dan dilakukan pembahasan terhadap puncak-puncak yang terbentuk.
5. Komputer dan alat FTIR dimatikan dan dilepas dari sumber arus listriknya.

d. *Particle Size Analyzer* (PSA)

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

1. Metode basah. Metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.

2. Metode kering. Metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Metode ini baik digunakan untuk ukuran yang kasar, dimana hubungan antar partikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerisasi kecil.

e. *Brunauer Emmett Teller* (BET)

Untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari jari pori sampel katalis NaZSM-5 (kontrol) dan sampel katalis HZSM-5 yang mempunyai aktivitas terbaik dalam reaksi transesterifikasi maka dilakukan analisis menggunakan BET. Langkah-langkah kerjanya adalah sebagai berikut:

1. Tombol pemilih adsorbat dipastikan pada arah *tank*.
2. Gas nitrogen dari tabung dialirkan dengan memutar (berlawanan arah jarum jam) kran tabung gas.
3. Listrik dihidupkan dengan menghidupkan *stabilizer*.
4. Pompa vakum dihidupkan dengan menekan tombol merah pada magnetik kontaktor.
5. Power alat (NOVA-1000) dihidupkan, kemudian ditunggu sampai muncul menu utama pada layar LCD.
6. Pengukuran yang diinginkan dengan mengikuti menu program pada layar LCD.

7. Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas katalis biodiesel sebagai uji aktivitas transesterifikasi mengadsorpsi penelitian yang digunakan oleh Pandiangan *et al*., (2017) menggunakan perangkat refluks sebagai reaktor transesterifikasi. Dalam proses transesterifikasi ini menggunakan minyak nabati non pangan yaitu minyak jarak kaliki sebagai bahan baku dalam penelitian ini.

Transesterifikasi untuk minyak jarak kaliki dilakukan dengan nisbah metanol 1 : 6 (25 mL minyak : 150 mL metanol) dengan menggunakan 10% katalis yaitu sebanyak 2,5 gram zeolit ZSM-5. Campuran tersebut direfluks menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu 70℃ yang dipertahankan selama 7 jam. Hasil refluks didinginkan pada suhu kamar, lalu disaring dengan kertas saring ke dalam corong pisah untuk memisahkan dari katalis yang tidak telarut dan hasilnya dibiarkan selama 24 jam. Biodiesel yang diperoleh diuapkan dengan penangas air untuk menghilangkan metanol yang masih tersisa. Berdasarkan biodiesel yang dihasilkan dari proses transesterifikasi minyak nabati dapat dihitung persen konversi yakni dengan persamaan sebagai berikut:

$$\%\ \text{Konversi} = \frac{Volume\ minyak\ awal - Volume\ minyak\ akhir}{Volume\ minyak\ awal} x\ 100\%$$

8. Karakterisasi Biodiesel

Karakterisasi biodiesel dengan menggunakan alat GC-MS. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen apa saja yang menyusun produk tersebut dan untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat pada

minyak nabati telah diubah menjadi metil ester. Selain itu untuk menguji kelayakan biodiesel sebagai bahan bakar aplikasi, biodiesel hasil proses transesterifikasi dianalisis untuk menentukan beberapa parameter teknis meliputi titik nyala, viskositas, dan densitas berdasarkan SNI 7182:2015.

a. *Gas Chromatrography Mass Spectrofotometry* (GC-MS)

Karakterisasi biodiesel menggunakan alat GC-MS. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen apa saja yang menyusun produk tersebut dan untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat pada minyak nabati telah diubah menjadi metil ester. Analisis akan dilakukan dengan langkah-langkah berikut ini:

1. Transformator/*power supply* dinyalakan, kemudian tombol "*on*" ditekan pada alat GC-MS, berturut-turut untuk power pada Ion *Gauge* (IG), MS, dan GC. Gas He dialirkan dan dihidupkan pula komputer, monitor, serta printer.
2. Menu Class-5000 dipilih, klik *vacuum control*, dan *auto start up* dijalankan.
3. GC-MS monitor diaktifkan, set suhu injektor, kolom, dan detektor dan ditunggu hingga tekanan vakum di bawah 5 kPa.
4. Tuning diaktifkan, diklik *auto tune*, *load method* yang akan digunakan, kemudian diklik *start* dan ditunggu beberapa saat sampai hasilnya *diprint-out*, setelah selesai diklik *close tuning.*
5. *Method development* diaktifkan, *set* GC parameter, *set* MS parameter, *save method* yang telah dideskripsikan, kemudian diklik *exit*.

6. *Real Time Analysis* diaktifkan, dipilih *single sample* parameter, kemudian diisi dengan deskripsi yang diinginkan.
7. *Send Parameter* dilakukan dan ditunggu sampai GC dan MS *ready*, kemudian dilakukan injeksi sampel.
8. Analisis ditunggu sampai selesai.
9. *Post Run Analysis* diaktifkan, kemudian dipilih Browser untuk analisis sampel secara kualitatif.
10. Dilakukan reintegrasi *Load file* yang dianalisis. Kemudian dipilih *display spectrum search* pada peak tertentu dan dilakukan *report* pada bagian yang diinginkan.

Untuk mengakhiri prosesnya, suhu injektor, kolom, dan detektor pada GC-MS monitor didinginkan sampai suhu ruangan (30℃). Bila sudah tercapai, *vakum control* diklik dan dilakukan *auto shut down*. Perangkat alat dimatikan dengan urutan: komputer, *Gas Chromatrography* (GC), *Mass Spectroscopy* (MS), IG, dan gas He.

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℃ 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℃ 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

Penentuan densitas didasarkan pada perbandingan massa sampel tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Piknometer kosong dicuci dengan metanol dan dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang.
2. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.
3. Piknometer yang berisi sampel ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

Densitas dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Densitas} = \frac{W_2 - W_1}{\rho\text{air}}$$

Keterangan :

W_1 : berat piknometer kosong (g)
W_2 : berat piknometer dan biodiesel (g)
ρair : densitas air (g/mL)

d. Analisis Viskositas

Viskositas diukur dengan menggunakan viskometer *Ostwald* di bawah pengaruh gravitasi pada suhu yang telah ditentukan. Langkah-langkah untuk analisis viskositas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Sampel disaring dengan filter berukuran 75μm.
2. Viskometer diisi dengan sampel lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada 15-100℃ hingga diperoleh kisaran waktu 30 menit).
3. Pada kondisi viskometer telah mencapai kondisi yang diinginkan maka ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan dengan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas (m).
4. Sampel dibiarkan turun serta dihitung waktu sampai tanda batas (n) (waktu yang diukur adalah waktu miniskus untuk melewati waktu dari sasaran pertama (m) menuju waktu sasaran kedua (n).
5. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Nilai viskositas kemudian dihitung dengan persamaan di atas.

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Penelitian ini telah berhasil mensintesis katalis zeolit ZSM-5 dari SiO_2 dan $Al(OH)_3$ dengan metode hidrotermal pada waktu kristalisasi 48 jam, 72 jam, 96 jam, dan 120 jam.
2. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa zeolit dengan kode Z5-48, Z5-72, Z5-96, dan Z5-120 terbentuk fasa kristalin yang ditandai dengan adanya 3 puncak difraktogram khas ZSM-5 pada 2θ sekitar $8,6^o$-$8,7^o$; $23,2^o$; dan $23,6^o$-$23,7^o$ serta hasil karakterisasi SEM menunjukkan mikrograf yang terlihat berbentuk heksagonal atau pseudo heksagonal yang menunjukkan adanya zeolit ZSM-5 tetapi terdapat pula fasa krsitalin lainnya seperti bentuk jarum (mordenit), bentuk batang (heulandit), dan bentuk icotetrahedral (analcim).
3. Hasil karakterisasi FTIR pada sampel menunjukkan vibrasi kerangka cincin pentasil kristal ZSM-5 pada bilangan gelombang 546 cm^{-1}, ikatan Si−O−Al yang khas pada daerah serapan 793-799 cm^{-1}, dan munculnya situs asam Bronsted-Lowry pada pita serapan 1639-1643 cm^{-1}.

4. Hasil karakterisasi PSA pada zeolit secara umum menunjukkan bahwa sampel memiliki 2 *cluster*, dimana pada *cluster* 1 ukuran rentang diameter partikel sampel sebesar 0,077-1,047 µm dan *cluster* 2 sebesar 0,954-2,920 µm. Hasil karakterisasi BET mengindikasikan bahwa sampel termasuk kategori zeolit '*extra-large*' karena memiliki diameter pori >7,5 Å.
5. Dalam uji aktivitas katalis secara umum zeolit yang disintesis dengan waktu kristalisasi berbeda, baik sebelum dan sesudah pertukaran ion dapat digunakan sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak nabati non pangan dalam penelitian ini yaitu minyak jarak kaliki.
6. Zeolit dengan kode Z5-96 merupakan katalis dengan kinerja katalitik terbaik dengan tingkat persen konversi sebesar 96%.
7. Produk transesterifikasi minyak jarak kaliki dengan metanol (biodiesel) yang dihasilkan terdapat komponen utama metil risinoleat ($C_{19}H_{36}O_3$) dengan persen relatif sebesar 89,80%.

B. Saran

Beberapa hal yang disarankan untuk penelitian selanjutnya sebagai berikut:

1. Disarankan untuk dapat mensintesis zeolit ZSM-5 dengan kemurnian yang lebih tinggi dari sebelumnya serta mempelajari faktor-faktor yang mempengaruhi proses sintesis.
2. Disarankan untuk mengevaluasi faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi seperti nisbah metanol, jumlah katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi sehingga diperoleh persen konversi yang lebih tinggi dan sesuai dengan standar serta layak untuk diaplikasikan secara langsung.

DAFTAR PUSTAKA

Abdmeziem, K., and Siffert, B. 1994. Synthesis of Large Crystals of ZSM-5 Zeolite from a Smectite-Type Clay Material. *Applied Clay Science*. (8): 437- 447.

Akimkhan, A. M. 2012. Structural and Ion-Exchange Properties of Natural Zeolite. *Ion Exchange Technologies*. 1-37.

Ardiyanti, A. R., Utomo, J., Chandra, G., dan Koharudin. 2003. *Pengaruh Kejenuhan Minyak, Jenis, dan Jumlah Katalis Basa NaOH, KOH, K_2CO_3, serta Jenis dan Jumlah Alkohol (Metanol dan Etanol) Pada Produksi Biodiesel.* Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia. Yogyakarta.

Aripin, H., L. Lestari, L. Ngusu, I. N. Sudiana, N. Jumsiah, I. Rahmatia, B. S. Purwasasmita, L. Nurdiwijayanto, S. Mitsudo, S. Sabchevski. 2011. Preparation of Porous Ceramic with Controllable Additive and Firing Temperature. *Advanced Materials Research*. 277: 151-158.

Aristiani, V. 2015. Preparasi Katalis CaO/SiO_2 dari $CaCO_3$ dan Silika Sekam Padi dengan Metode Sol Gel untuk Pengolahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. (Skripsi). 62-67.

Asthasari, N. 2008. Proses Pembuatan Biodiesel Minyak Jarak Kaliki dengan Transesterifikasi Satu dan Dua Tahap. (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Atta, A. Y., Jibril, B. Y., Aderemi, B. O., dan Adefila, S. S. 2012. Preparation of Analsim from Local Kaolin and Rice Husk Ash. *Applied Clay Science*. 61: 8-10.

Ayele, L., Perez-Pariente, J., Chebude, Y., dan Diaz, I. 2015. Synthesis of Zeolite a from Ethiopian Kaolin. *Microporous and Mesoporous Materials*. 215: 29-36.

Ayyad, O. D. 2011. Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure. (Thesis). Univesitat de Barcelona. 49.

Aziz, I., S. Nurbayti, dan B. Ulum. 2011. Pembuatan Produk Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Kimia Valensi*. 2(3): 443-448.

Baerlocher, C., McCusker, L. B., and Olson, D. H. 2007. *Atlas of Zeolite Famework Types Sixth Revised Edition*. Elsevier. Amsterdam.

Bogdanov, B., D. Georgiev., K. Angelova, and Y. Hristov. 2009. Synthetic Zeolites and Their Industrial and Environmental Applications Review. *International Science conference*. 3-9.

BPPT. 2018. *Outlook Energi Indonesia 2016.* Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. Jakarta.

Cejka, J. and H. Bekkum. 2005. Zeolites and Ordered Mesoporous Materials: Progress and Prospects. *Czech Republic: The 1 st FEZA School on Zeolites, Prague Studies in Surface Science and Catalysis*. 1-157.

Cejka, J., H. Van Bekkum, Corma A., F. Schueth. 2007. *Introduction to Zeolite Science and Practice 3rd Revised Edition*. Elsevier. Amsterdam.

Cheng, Y., Wang, L. J., Li J. S., Yang, Y. C., and Sun, X. Y. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolite in the Absence of Organic Template. *Materials Letters*. 59(27): 3427-3430.

Corregidor, P. F., Acosta, D. E., and Destedanis, H. A. 2014. Green Synthesis of ZSM-5 Zeolite Prepared by Hydrotermal Treatment of Perlite Effect of Chemical Composition and Characterizations of the Product. *Science of Advanced Materials*. 6(2014): 1203-1214.

Dai, C., Li, J., Zhang, A., Nie, C., Song, C., and Guo, X. 2017. Precise Control of The Size of Zeolite B-ZSM-5 Based on Seed Surface Crystallization. *Royal Society of Chemistry Advances*. 7(2017): 37915-37922.

Damanik, F. S. 1997. Reaksi Karbonilasi Asam Oleat Dengan Menggunakan Katalis $PdCl_2$ dan Ko-Katalis $CuCl_2$. (Skripsi). Universitas Sumatra Utara. Medan.

David, G. W. 2005. *Analisis Farmasi Edisi kedua*. EGC. Jakarta.

De Almeida, V. F., P. J. Garcia-Moreno, A. Guadix, E. M. Guadix. 2015. Biodiesel Production from Mixtures of Waste Fish Oil, Palm Oil and Waste Frying Oil: Optimization of Fuel Properties. *Fuel Processing Technology*. 133: 152-160.

Deutschmann, O., Knozinger, H., Kochloefl, K., Schwarzenbergstr, and Turek, T. 2009. *Heterogeneous Catalysis and Solid Catalysis*. Wiley-VCH Verlag. Germany.

Dewi, D. C. 2015. Produksi Biodiesel dari Minyak Jarak Kaliki (*Ricinus communis* L.) dengan *Microwive*. (Skripsi). Universitas Negeri Semarang. Semarang.

Endalew, A. K., Kiros, Y., and Zanzi, R. 2011. Heterogeneous Catalysis for Biodiesel Production From *Jatropha curcas oil* (JCO). *Journal of Energy Science Direct*. 1-8.

Era, L., T. A. Zaharah, dan I. Syahbanu. 2016. Zeolit Sintesis dari Sekam Padi dan Aplikasinya dalam Menurunkan Kadar Ion Fe (II) Pada Air Gambut. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 5(4): 35-39.

Georgiev, E. A. 2009. Syntetic Zeolit-Structure Classification, Currebt Trends in Zeolit Synthetis. *International Science Conference*. 8: 1-5.

Guru, M., Artukoglu, B. D., Keskin, A., and Koca, A. 2008. Biodiesel Production from Waste Animal Fat and Improvement by Synthesized Nickel and Magnesium Additive. *Energy Convertion and Management*. 50(3): 498-503.

Hambali, E., A. Suryani, Dadang, Hariyadi, H. Hanafie, I. K. Reksowardojo, M. Rivai, M. Ihsanur, P. Suryadarma, S. Tjitrosemito, T. H. Soerawidjaja, T. Prawitasari, T. Prakoso, W. Purnama. 2006. *Jarak Pagar: Tanaman Penghasil Biodiesel.* Penebar Swadaya. Jakarta.

Hanna, Fangrui, M., dan Milford A. 1999. Biodiesel Production: A Review. *Bioresource Technology*. (70): 1-15.

Hardjono, S. 1990. Spektroskopi Inframerah. *Liberti*. 146.

Hartanto, D., Yuan, L. S., Sari, S. M., Sugiarso, D., Murwani, I. K., Ersam, T., Prasetyoko, D., Nur, H. 2016. The Use of the Combination of FTIR Pyridine Adsorption, 27Al and 29Si Mas NMR to Determine the Bronsted and Lewis Acidic Sites. *Jurnal Teknologi*. 78(6): 223-228.

Hartati, Widati, A. A., Kristanti, A. N., Purwaningsih, A., and Alfiani. 2017. Organic Template Free Synthesis of ZSM-5 from Calcinated Indonesian Kaolin. *AIP Publishing*. 1888(2017): 1-6.

Hemant, Y. S., Panwar, N. L. and Bamniya, B. R. 2011. Biodiesel from Castor Oil A Green Energy Option. *Low Carbon Economy*. 2: 1-6.

Hu, T., Gao, W., Liu, X., Zhang, Y., and Meng, C. 2017. Synthesis of Zeolites Na-A and Na-X from Tablet Compressed and Calcinated Coal Fly Ash. *Royal Society Open Science*. 4 (2017): 1-11.

Husaain, A. 2000. Penentuan Kapsitas dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*.

Iliyas, A. and Al-Khattaf, S. 2004. Xylene Transformation over USY Zeolite: an Experimental Kinetic Study. *Applied Catalysis A*. 269: 225-236.

Isernia, L. F., 2013. FTIR Study of the Relation, Betweeen Extra-Framework Aluminum Species and The Adsorbed Molecular Water, and Its Effect on The Acidity in ZSM-5 Steamed Zeolite. *Materials Research*. 16(4): 792-802.

Isnaini, I. A. 2018. Analisis Pengaruh Suhu Pemanasan pada Transesterifikasi Minyak Jarak (*Ricinus communis* L.) Menggunakan Katalis Heterogen KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodiesel. (Skripsi). Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.

Jimenez, Morales I., Santamaria, Gonzalez J., and Maireles, Torres. 2011. Calcined Zirconium Sulfate Supported on MCM-41 Silica as Acid Catalyst for Ethanolysis of Sunflower oil. *Applied Catalysis Environmental*. 103(2011): 91-108.

Johan, E., Ogami, K., Matsue, N., Itagaki, Y., and Aono, H. 2016. Fabrication of High Purity Silica from Rice Husk and Its Conversion into ZSM-5. *ARPN Journal of Engineering and Applied Science*. 11(6): 4006-4010.

Junaidi, M. U. M., S. A. Haji Azaman, N. N. R. Ahmad, C. P. Leo, G. W. Lim, D. J. C. Chan, H. M. Yee. 2017. Superhydrophobic Coating of Silica with Photoluminescence Properties Synthesized from Rice Husk Ash. *Progress in Organic Coatings*. 111: 29-37.

Kadarwati, S. Susantyo, B. E., dan Ekowati, D. 2010. Aktivitas Katalis Cr/Zeolit Alam pada Reaksi Konversi Minyak Jelantah menjadi Bahan Bakar Cair. *Jurnal Universitas Negeri Semarang*. 8: 9-16.

Kalapathy, U., Proctor., A., and Shultz, J. 2002. An Improved Method for Productions of Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. 85(1): 285-289.

Kasim, R. 2010. Desain Esterifikasi Menggunakan Katalis Zeolit pada Proses Pembuatan Biodiesel dari *Crude Palm Oils* (CPO) Melaui Metode Dua Tahap Esterifikasi-Transesterifikasi. (Tesis). Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Ketaren, S. 1986. *Minyak dan Lemak Pangan*, edisi 1. Penerbit Universitas Indonesia (UI Press). Jakarta.

Khazaai, S.N.M., Maniam, G.P., Rahim, M.H., Yusoff, M.M., and Matsumura, Y. 2017. Review on Methyl Ester Production from Inedible Rubber Seed Oil Under Various Catalyst. *Industrial Crops and Products*. 97(2017): 191-195.

Kim, S. D., S. H. Noh, K. H. Seong, W. J. Kim. 2004. Compositional and Kinetic Study On The Rapid Crystallization of ZSM-5 In The Absence of Organic Template Under Stirring. *Microporous and Mesoporous Materials*. (72): 85-192.

Knothe, G., J. Krahl, J. Van Gerpen. 2004. *The Biodiesel Handbook 2nd Edition*. AOCS Press. United State of America.

Koh, May Ying and T. I. M. Ghazi. 2011. A Review of Biodiesel Production from *Jatropha Curcas* L. Oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 15: 2240-225.

Layman, D. K. 2003. The Role of Leucine in Weight Loss Diets and Glucose Homeostasis. *Journal of Nutrition*. 133: 261S-267S.

Lestari, D. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*. 1-6.

Lima, D. G., V. V. C. Soares, E. B. Ribeiro, D. A. Carvalho, E. C. V. Cardoso, F. C. Rassi, K. C. Mundim, J. C. Rubim, and P. A. Z. Suarez. 2004. Diesel Like Fuel Obtained by Pyrolysis of Vegetable Oils. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 71: 987-996.

Liu, Z., Shi Chenxi, Wu Dan, He Shixuan, and Ren Bo. 2016. A Simple Method of Preparation of High Silica Zeolite Y and Its Performance in the Catalyst Cracking of Cumene. *Journal of Nanotechnology*. 1-6.

Louis, B., and Kiwi-Minsker, L. 2004. Synthesis of ZSM-5 Zeolite in Fluoride Media: an Innovative Approach to Tailor Both Crystal Size and Acidity. *Microporous and Mesoporous Materials*. (74): 171-178.

Macala, J., Pandova, I., and Panda, A. 2017. Zeolite as a Prospective Material for The Purification of Automobile Exhaust Gases. *Mineral Resources Management*. 33 (1): 125-138.

Machmud, S. 2009. Pengaruh Perbandingan Solar-Biodiesel (Minyak Jelantah) Terhadap Emisi Gas Buang pada Motor Diesel. *Jenateknika*. 11(2): 107-116.

McLafferty. 1988. Interpretasi Spektra Massa. *Universitas Gadjah Mada Yogyakarta*. 45: 14-30.

Moser, B. R. 2016. Fuel Property Enhancement of Biodiesel Fuels from Common and Alternative Feedstocks Via Complementary Blending. *Renewable Energy*. 85(2016): 819-825.

Mukaromah, A. H., Azizah, I. H., dan Ariyadi, T. 2018. Karakterisasi Membran Zeolit ZSM-5 Berdasarkan Variasi Jenis dan Ukuran Kasa dengan Pre

Treatment Direndam dalam H_2SO_4. *Prosiding Seminar Nasional Unimus, Semarang*. 1(2018): 2654-3257.

Nurjannah, Roesyadi, A., dan Prajitno, D. H. 2010. Konversi Katalitik Minyak Sawit Untuk Menghasilkan Biofuel Menggunakan Silika Alumina dan HZSM-5 Sintetis. *Reaktor*. 13(1): 37-43.

Nurwijayadi. 1998. *Praktek Luas Muka*. Batan. Yogyakarta. 1-13.

Olivares, A. R., R. C. Gonzalez, M. D. C. A. G. Chavez. 2012. Potential of Castor Bean (*Ricinus communis* L.) for Phytoremediation of Mine Tailings and Oil Production. *Journal of Environmental Management*. (114): 316-323.

Omahu, O. J., and A. C. Omale. 2017. Physicochemical Properties and Fatty Acid Composition of Castor Bean *Ricinus communis* L. Seed Oil. *American Journal of Applied and Industrial Chemistry*. 3(1): 1-4.

Ong, H. R., Khan, M.R., Chowdhury, M. N. K., Yousuf, A., and Cheng, C. K. 2014. Synthesis and Characterization of CuO/C Catalyst for The Esterification Free Fatty Acid in Rubber Seed Oil. *Fuel*. 120(2014): 195-201.

Padil, S. dan Amir, A. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis $CaCO_3$ yang Dipijarkan. *Natur Indonesia*. 13(1): 27-32.

Pan, F., Lu, X., Wang, Y., Chen, S., Wang, T., and Yan, Y. 2014. Organic Template-Free Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Coal-Series Kaolinite. *Elsevier Materials Letters*. 115(2014): 5-8.

Pandiangan, K. D., S. Arief, N. Jamarun, and W. Simanjuntak. 2016. Transesterification of Castor oil using MgO/SiO_2 Catalyst and Coconut oil as Co-reactant. *Oriental Journal of Chemistry*. 32(1): 385-390.

Pandiangan, K. D., S. Arief, N. Jamarun, and W. Simanjuntak. 2017. Synthesis of Zeolite-X from Rice Husk Silica and Aluminium Metal as a Catalyst for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Materials and Environmental Science.* 8(5): 1797-1802.

Petchmala, A., Laosiripojana, N., Jongsomjit, B., Goto, M., and Panpranot, J.M.O. 2010. Transesterification of Palm Oil and Esterification of Palm Fatty Acid in Near and Super-Critical Methanol with SO_4-ZrO Catalysts. *Fuel*. 89(2010): 2387-3239.

Platon, A., and J. W. Thomson. 2003. Quantitative Lewis/ Bronsted Ratios using DRIFTS. *Applied Catalysis Industrial Engineering Chemistry Research*. 42: 5988-5992.

Proscanu, R., Ganea, R., Matei, V., and Cursaru, D. 2013. Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite from Amorphous Sodium Aluminosilicate Dry-Gel. *Rev. CHIM. (Burcharest)*. 64(2): 202-204.

Purnamasari, I., dan D. Prasetyoko. 2011. Sintesis & Karakterisasi ZSM-5 Mesopori Kelapa dengan Katalis NaOH Menggunakan Gelombang Mikro (*Microwave*) Secara Kontinyu. *Jurnal Teknik. ITS.* 5(1): 22-27.

Renata, M. O. 2016. Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan Bantuan Gelombang Mikro. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.

Rilyanti, M., Mukti, R. R., Kadja, Ogura, M., Nur, H., Eng-Poh, Ng., Ismunandar. 2016. On The Drastic Reduction of Organic Structure Directing Agent in The Steam-Assisted Crystallization of Zeolite With Hierarchical Porosity. *Microporous and Mesoporous Materials*. 038(2016): 1-9.

Roschat, W., Siritanon, T., Yoosuk, B., Sudyoadsuk, T., and Promarak, V. 2017. Rubber Seed Oil as Potential Non-edible Feedstock for Biodiesel Production Using Heterogeneous Catalyst in Thailand. *Renewable Energy*. 101(2017): 937-944.

Saiapina, O. Y., S. V. Dzyadevych, A. Walcarius, N. Jafrrezic-Renault. 2012. A Novel Highly Sensitive Zeolite-Based Conductometric Microsensor for Ammonium Determination. *Analytical Letters*. 45: 1467-1484.

Sajidah, H. B. N., F. Adany, A. D. Masyitoh. 2017. *Sintesis Zeolit ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal: Studi Komprehensif*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.

Sanchez, Arreola E., Martin, Torres G., Lozada, Ramirez J. D., Hernandez, L. R., Bandala, Gonzalez, E. R., and Bach, H. 2015. Biodiesel Production and De Oiled Seed Cake Nutritional Values of a Mexican Edible Jatropha Curcas. *Renewable Energy*. 76(2015): 143-147.

Sari, A. B. 2007. Proses Pembuatan Biodiesel Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas* L.) dengan Transesterifikasi Satu dan Dua Tahap. (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Scholz, V. and da Silva, J. N. 2008. Prospects and Risk of the use of Castor Oil as a Fuel. *Biomass and Bioenergy*. 32: 95-100.

Scmidth, J. E., Xie, D., and Davis, M. E. 2015. High-Silica, Heulandite-Type Zeolites Prepared by Direct Synthesis and Topotactic Condensation. *Journal of Materials Chemistry*. 03(2015): 24-37.

Shirazi, L., E. Jamshidi, and M. R. Ghasemi. 2008. The Effect of Si/Al Ratio of ZSM-5 Zeolite On its Morphology, Acidity and Crystal Size. *Crystal Research and Technology*. 43(12): 1300-1306.

Sing, K. S. W., D. H. Everett., R. A. W. Haul., L. Moscou., R. A. Pierotti., J. Rouquerol., and Siemieniewska. 1985. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity. *Pure Applied Chemistry*. 57: 603-619.

Smallman, R. E. 2000. Metalurgi Fisik Modern, Edisi Keempat. *PT. Gramedia Pustaka Utama*. 137-140.

SNI. 2015. *Standar Nasional Indonesia Mutu Biodiesel SNI 7182:2015 dan Mutu Minyak Nabati 7431:2015*. Badan Standar Nasional. Jakarta.

Sparkman, O. D., Z. Penton, F. Kitson. 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide*. Academic Press. Amsterdam.

Srivastava, A. and Prasad, R. 2000. Triglycerides-Based Diesel Fuels. *Renew Sustain Energy*.

Subagjo, Rahayu, E. S., Samadhi, T. W., and Gunawan, M. L. 2015. Synthesis of Na-Y Zeolite Using Mixed Calcined Kaolins. *Journal of Engineering Technology and Science*. 47(6): 633-639.

Suka, I. G., W. Simanjuntak. S. Sembiring, dan E. Trisnawati. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *Jurnal Sains* MIPA. 37(1): 47-52.

Susilowati, P. E., Trisnawati, I N. Sudiana. 2017. Porositas Silika Keramik Hasil Ekstraksi dari Limbah Sekam Padi yang Disintering dengan Microwave. *Jurnal Aplikasi Fisika*. 13(2): 9-14.

Sutarti, M. dan M. Rachmawati. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Pusat dokumentasi dan Infomasi LIPI. Jakarta.

Swern, D. Bailey's. 1964. Industrial Oil and Fat Product. *Interscience Publ*. New York.

Syah, A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar: Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan.* Agromedia Pustaka. Jakarta.

Tanabe, K. 1981. *Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology*. Springer-Link. Berlin. 231-273.

Tatsumi, T. 2004. *Zeolites: Catalyst, Encyclopedia of Supramolecular Chemistry*. Yokohama National University. Yokohama. Japan. 1: 1610-1616.

Tickell, J. 2000. *From The Fryer to The Fuel Tank 3rd edition.* Tickell Energy Consulting. USA.

Trivana, L., Sugiarti, S., dan Rohaeti, E. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dari Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan*. 7(2): 66-75.

Twaiq. F. A., Mohamed, A. R., and Bhatia, S. 2003. Liquid Hydrocarbon Fuel from Palm Oil by Catalytic Cracking over Aluminosilicate Mesoporous Catalysts with various Si/Al ratios. *Microporous and Mesoporous Materials*. 64: 95-107.

Vinaches, P., Gusmao, K. B., and Pergher, S. B. C. 2017. *An Introduction to Zeolite Synthesis Using Imidazolium-Based Cation as Organic Structure-Directing Agents*. Licensee MDPI, Switzerland.

Vitolo, S., B. Bresci, M. Seggiani, and G. M. Gallo. 2001. Catalytic Upgrading of Pyrolysis Oils Over HZSM-5 Zeolite: Behaviour of The Catalyst When Used in Repeated Upgrading-Regenerating Cycles. *Fuel*. 80: 17-26.

Wang, S., and Peng, Y. 2010. Natural Zeolites as Effective Adsorbents in Water and Wastewater Treatment. *Chemical Engineering Journal*. 156(2010): 11-24.

Wang, Y. Y., Wang, H. H., Chuang, T. L., Chen, B. H., and Lee, D. J. 2014. Biodiesel Produced from Catalyzed Transesterification of Triglyserides Using Ion-Exchanged Zeolite Beta and MCM-22. *Energy Procedia*. 61(2014): 933-936.

Wang, Y., J. Song., Nathan C., Baxter, Guan-Tsern K., S. Wang. 2017. Synthesis of hierarchical ZSM-5 zeolites by solid-state crystallization and their catalytic properties. *Journal of Catalysis*. 349: 53-65.

Widayat, W., and Annisa, A. N. 2017. Synthesis and Characterization of ZSM-5 Catalyst at Different Temperat ures. *Material Science and Engineering*. 214 (2017): 012-032.

Widodo, W. dan S. Sumarsih. 2007. *Jarak Kepyar, Tanaman Penghasil Minyak Kastor untuk Berbagai Industri.* Penerbit Kanisius. Yogyakarta.

Wijaya, V. W. 2017. Efek Suhu dan Konsentrasi Katalis dalam Proses Transesterifikasi in Situ Terhadap Produksi Biodiesel dari Spent Bleaching Earth (SBE). (Skripsi). Universitas lampung. Bandar Lampung.

Wirawan, S. K., Sudibyo, H., Setiaji, M. F., Warmada, I. W., and Wahyuni, E. T. 2015. Development of Natural Zeolites Adsorbent: Chemical Analysis and Preliminary TPD Adsorption Study. *Journal of Engineering Science Technology*. 4 (2015): 87-95.

Wu, Z., Sun, G., Jin, W., Hou, H., and Wang, S. 2008. A Model for Methanol Transport Through Nation Membrane in Diffusion Cell. *J. Membrane Science*. 325: 376-382.

Xianliang, H. and Zhengbao, W. 2011. Synthesis of Zeolite ZSM-5 Small Particle Aggregates by a Two Step Method in The Absence of an Organic Template. *Chinese Journal of Catalysis*. 32(2011): 1702-1711.

Xiao, B., Wang, Y. Y., and Su, Q. 2006. The research of treating municipal solid waste by gasification. *China Resources Comprehensive Utilization*. 24: 18-20.

Xie, W., Wang, H., and Li, H. 2012. Silica-Supported Tin Oxides as Heterogeneous Acid Catalysts for Transesterification of Soybean Oil with Methanol. *Ind. Engineering Chemistry Resources*. 51(2012): 225-231.

Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., and Chen, J. 2007. *Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials : Synthesis and Structure*. John Wiley and Sons (Asia) Pte Ltd. Singapure.

Xue, T., Chen, L., Wang, Y. M., and He, M. Y. 2012. Seed-Induced Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Aggregates Using Tetrapropylammonium Hydroxide as Single Template. *Microporous and Mesoporous Materials*. 156: 97-105.

Yang, L., Z. Liu, Z. Liu, W. Peng, Y. Liu, C. Liu. 2017. Correlation Between H-ZSM-5 Crystal Size and Catalytic Performance In The Methanol to Aromatic Reaction. *Chinese Journal of Catalysis*. 38: 683-690.

Yelmida, I. Z., dan Akbar, F. 2012. Perengkahan PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dengan Katalis Zeolit Sintetis untuk Menghasilkan Biofuel. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 9 (1): 45-50.

Yusuf A. K., P. A. P. Mamza, A. S. Ahmed, and U. Agunda. 2015. Extraction and Characterization of Castor Seed Oil from Wild *Ricinus communis* L. *International Journal of Science Environment*. 4(5): 1392-1404.

Zhang, L., Xie, S., Xin, W., Li, X., Liu, S., and Xu, L. 2011. Crystallization and Morphology of Mordenite Zeolite Influenced by Various Parameters in Organic-Free Synthesis. *Materials Research Bulletin*. 46(2016): 894-900.

Zulkarnain, I. 2015. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Kepyar dengan Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis CaO dari Cangkang Kerang. (Skripsi). Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya. Sumatera Selatan.