

**SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA SEKAM PADI DAN
ALUMINIUM HIDROKSIDA SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

(Skripsi)

Oleh

PUTRI DAMAYANTI



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA SEKAM PADI DAN ALUMINIUM HIDROKSIDA SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT

Oleh

Putri Damayanti

Sintesis zeolit ZSM-5 dilakukan dengan metode hidrotermal memanfaatkan silika sekam padi dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ dengan nisbah molar Si/Al 20. Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 180 °C dengan memvariasikan waktu kristalisasi yakni 24, 48, 72, 96, dan 120 jam, dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 600°C selama 6 jam. ZSM-5 dikarakterisasi dengan teknik XRD, SEM, FTIR, PSA dan BET. Difraktogram mengindikasikan adanya tiga puncak khas ZSM-5 pada 2θ ($8,6^\circ$ - $8,7^\circ$, $23,2^\circ$, dan $23,6^\circ$ - $23,7^\circ$) yang memiliki kesesuaian dengan data *International Zeolite Association* (IZA). Selain fase kristalin ZSM-5, dalam sampel juga terdapat fase mordenit yang diperkuat dengan adanya bentuk heksagonal dan jarum pada mikrograf sampel. Data FTIR menunjukkan gugus fungsi yang sesuai dengan ZSM-5 standar. Distribusi ukuran partikel umumnya memiliki puncak yang mirip yakni terbentuk 2 *cluster* dengan rentang ukuran diameter 0,077-1,047 μm dan 0,954-2,920 μm . Analisis BET menunjukkan pori zeolit diklasifikasi kedalam mesopori yakni > 2 nm. Zeolit yang disintesis dengan waktu kristalisasi berbeda baik sebelum maupun sesudah pertukaran ion memiliki aktivitas katalitik pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol. ZS-96 merupakan katalis dengan kinerja terbaik dengan persen konversi sebesar 84%. Produk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol merupakan biodiesel dengan komponen yang sesuai dengan asam lemak dalam minyak kelapa sawit, dengan metil oleat dan metil palmitat sebagai komponen utama.

Kata kunci : zeolit ZSM-5, hidrotermal, silika sekam padi, waktu kristalisasi, dan transesterifikasi.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF ZSM-5 ZEOLITE FROM RICE HUSK SILICA AND ALUMINUM HYDROXIDE AND ACTIVITY TEST AS CATALYST FOR PALM OIL TRANSESTERIFICATION REACTION

By

Putri Damayanti

ZSM-5 zeolite synthesis was carried out by hydrothermal method utilizing silica extracted from rice husk and $\text{Al}(\text{OH})_3$ with the Si/Al molar ratio of 20. The hydrothermal process was carried out at 180°C with varied crystallization time of 24, 48, 72, 96, and 120 hours, followed by calcination at 600°C for 6 hours. The prepared ZSM-5 was characterized by XRD, SEM, FTIR, PSA and BET techniques. The XRD diffractograms indicate the presence of three typical peaks of ZSM-5 at 2θ of (8.6° - 8.7° , 23.2° , dan 23.6° - 23.7°) which are in accordance with the International Zeolite Association (IZA) data. In addition to the ZSM-5 crystalline phase, there are also mordenite phases. The existence of these phases is supported by the presence of hexagonal shapes and needle shape on the SEM micrographs of the samples. FTIR data show the presence of absorption bands associated with chemical bonds and functional groups in ZSM-5. Particle size distributions of the samples are generally similar, showing the existence of 2 clusters with a particle diameter in the range of $0.077\ \mu\text{m}$ - $1.047\ \mu\text{m}$ and 0.954 - $2.920\ \mu\text{m}$. According to BET analysis, pore sizes of the particles are $> 2\ \text{nm}$, implying that the mesoporous. Zeolites synthesized with different crystallization times both before and after ion exchange have catalytic activity in the transesterification reaction of palm oil and methanol. ZS-96 is the best performing catalyst with 84% conversion. The main components of the biodiesel produced are methyl oleate and methyl palmitate, which are in agreement with the composition of palm oil.

Keyword : *ZSM-5 zeolite, hydrothermal, rice husk silica, crystallization time, and transesterification.*

**SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA SEKAM PADI DAN
ALUMINIUM HIDROKSIDA SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

**Oleh
PUTRI DAMAYANTI**

**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 : **SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA
SEKAM PADI DAN ALUMINIUM HIDROKSIDA
SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI
KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA SAWIT**

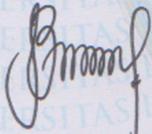
Nama Mahasiswa : **Putri Damayanti**

No. Pokok Mahasiswa : 1517011045

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.
NIP 19721205 199703 2 001


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

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA


Dr. Eng. Supto 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 : **Dr. Mita Rilyanti, M.Si.**

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **05 Desember 2019**

PERNYATAAN

Nama : Putri Damayanti

Nomor Pokok Mahasiswa : 1517011045

Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi yang berjudul **SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA SEKAM PADI DAN ALUMINIUM HIDROKSIDA SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT** ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain, dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 5 Desember 2019
Yang Menyatakan



Putri Damayanti
NPM 1517011045

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Putri Damayanti, lahir di Bandar Lampung pada tanggal 30 Mei 1997 merupakan anak pertama dari dua bersaudara, yang lahir dari pasangan suami istri Bapak Sujiono dan Ibu Eka Darwanti. Penulis sekarang bertempat tinggal di Jalan Drs. Alimudin Umar No. 24 Gg.

Mawar, Kelurahan Campang Raya, Kecamatan Sukabumi, Bandar Lampung, Lampung. Penulis menyelesaikan pendidikan dari SD Negeri 2 Campang Raya, Kecamatan Sukabumi, Bandar Lampung pada tahun 2009. SMP Negeri 5 Bandar Lampung lulus pada tahun 2012, SMA Negeri 6 Bandar Lampung lulus pada tahun 2015. Mulai tahun 2015 hingga penulisan skripsi ini, penulis melanjutkan ke perguruan tinggi di Jurusan S1 Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN (Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi).

Selain belajar di bangku kuliah penulis juga aktif berorganisasi. Organisasi yang pernah diikuti adalah Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) sebagai Kader Muda Himaki (KAMI) tahun 2015-2016 dan anggota Bidang Usaha Mandiri (BUM) 2016-2017. Selain mengikuti organisasi, penulis juga pernah menjadi asisten Praktikum Kimia Fisik tahun 2018 untuk mahasiswa kimia. Penulis juga pernah mendapatkan beasiswa Peningkatan Prestasi Akademik (PPA) pada tahun 2016.

MOTTO

“Jika kalian berbuat baik sesungguhnya kalian berbuat baik bagi diri
kalian sendiri”

(Q.S. Al-Isra: 7)

*“Sesungguhnya jika engkau menghabiskan jatah gagalmu, engkau
mau tidak mau akan berhasil”
(Mario Teguh)*

“ If you dont like where you are, Move! You are not a tree ”

“Dream it. Wish it. Do it!!!”

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”

(Q.S. Al-Insyirah (94): 6)

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan Menyebut nama Allah yang Maha pengasih lagi Maha penyayang

*Dengan mengucap Alhamdulillahirobil'alamin dan segala Kerendahan hati
kupersembahkan karya kecilku ini kepada :*

***Kedua orang tuaku, Bapak Sujiono dan Ibu Eka Darwanti tercinta
Yang telah memberikan kasih sayang, cinta sepanjang masa, dan tak
hentinya berdo'a untukku sepanjang masa***

***Adikku Bima Putra Darmawan dan Kakekku Rusli yang selalu
memberikan doa serta dukungan***

***Dengan penuh rasa hormat kepada Pembimbing Penelitianku, Ibu Dr.
Kamisah D. Pandiangan, M.Si. dan Bapak Prof. Wasinton
Simanjuntak, Ph.D. yang telah membimbingku sampai menyelesaikan
pendidikan sarjana***

***Sahabat, Kerabat, dan Teman-teman yang telah memberikan banyak
dukungan***

***Almamater Tercinta
Universitas Lampung***

SANWACANA

Segala Hormat, Puji Syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan segala rahmat, karunia, nikmat, dan kasih sayang-Nya serta shalawat salam teruntuk Nabi Muhammad SAW. Bebekal ilmu pengetahuan dan pengalaman yang telah diperoleh, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini yang berjudul : **SINTESIS ZEOLIT ZSM-5 DARI SILIKA SEKAM PADI DAN ALUMINIUM HIDROKSIDA SERTA UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI KATALIS REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapat gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia FMIPA Unila. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua, Bapak Sujiono dan Ibu Eka Darwanti, Kakekku Bapak Rusli serta adikku Bima Putra Darmawan tercinta yang selalu memberikan kasih sayang, semangat, dukungan, motivasi, dan doa untuk penulis. Semoga Allah selalu memberikan kesehatan, rezeki dan kebahagiaan dunia maupun akhirat kepada kalian. Amin ya Allah.
2. Ibu Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si selaku pembimbing pertama penelitian atas segala bimbingan, perhatian, kesabaran, kebaikan, semangat, motivasi, nasihat, saran, dan ilmu yang bermanfaat sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT senantiasa memberikan keberkahan atas semua yang beliau berikan. Amin.

3. Bapak Prof Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku pembimbing kedua penilitias atas segala bimbingan, kebaikan, kesabaran, motivasi, nasihat, dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT senantiasa memberikan keberkahan atas semua yang beliau berikan. Amin.
4. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. selaku pembahas atas segala bimbingan, kritik, saran, dan ilmu bermanfaat yang telah diberikan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Bapak Diky Hidayat, M.Sc. selaku pembimbing akademik atas segala saran, kesempatan berdiskusi, edukasi, dan motivasinya kepada penulis selama menjalani masa-masa perkuliahan sampai selesai.
6. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila atas pengalaman yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan studi ini dengan baik. Serta segenap staff administrasi Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan persyaratan administrasi selama kuliah.
9. “KELUARGA BESAR RUSLI” Tersayang : Pakngah Hendrik, Cek Taufik, Bunda Yuli, Su Tedi, Alak Sri, Pakwa dan Makwa, Abang Evan, Abang Asep, Uwo Maya, Clara, Udo Okta dan Ayu yang telah memberikan bantuan, dukungan, dan motivasi kepada penulis.

10. Sahabat Tersayang : Agatha Jessica Putri, Imelda Pratiwi Putri, dan Pisdia Erisiwi yang telah menjadi sahabat yang baik, yang selalu memberikan semangat dan dukungan, tempat berkeluh kesah, tempat mengadu terimakasih selalu ada untukku.
11. Squadku Tercinta: Rifka Amalia, Reni Wulandari, Risyda Umami, Dwi Nurhayati, dan Windi Ratnasari yang selalu menjadi teman curhat, teman nangis, teman kulineran, dan teman liburan. Serta yang selalu memberi bantuan, canda tawa, nasihat, motivasi dan kebahagiaan yang menghiasi dunia perkuliahan sehingga berkat kalian, penulis dapat melewati studinya dengan baik.
12. Partner penelitianku (*ZSM-5 Research*): Faulia Riyanti, Diska Indah Alista, Nico Hanafi, dan Sandi Firdaus yang selalu memberi bantuan, dukungan, kepedulian, kebahagiaan, dan canda tawa yang menghiasi dunia penelitian sehingga berkat kalian, penulis mampu menyelesaikan studinya dengan baik.
13. Keluarga laboratorium polimer mbak Gesa Gustami, mbak Agustina Simanjuntak, Mbak Elin, Mbak Tika, Kak Michael, Mbak Kiki, Ahmad Gilang Arinanda, Dira Avista, Rizki Gilang Gumelar, Ponco Prasetyo, Tiara May Rosita, Iyan Pramulia, Leo Bahari, Eko Prabowo, Ruliani, Yosefin dan Widiyang telah memberikan nasihat, dan bantuan yang diberikan.
Terimakasih untuk kebersamaannya selama ini.
14. Keluarga Kimia 2015 (*Chem15try Unila*) terimakasih atas kebersamaan yang telah dilalui dalam kehidupan perkuliahan dari awal PROPTI sampai sekarang. Semoga kita semua dimudahkan dalam berkarir setelah lulus dari kimia.

15. Teman Seperjuangan Tim November Muryadi Saputra, Nur Wulandari, Yesi Oktiera Kasih, Uhti Alaika, Widya Kusuma, Widya Susanti, Melina Putri Ahmad, Meitri Ayu Ningrum, Rama Aji Wijaya, Elsina Azmi, Donny Farhan, Fitri Sunarsih, Annisa Dila Febtiyanti, Ammar Lutfi, Tri Handayani
terimakasih atas semangat dan kebersamaannya.
16. Kakak dan adik tingkat penulis: kimia angkatan 2012, 2013, 2014, 2016, 2017, dan 2018 yang tidak bisa disebutkan satu per satu. Terimakasih atas persaudaraan dan kekeluargaan kita selama ini, semoga kita semua menjadi orang-orang sukses. Amin.
17. Almamater tercinta Universitas Lampung.
18. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan skripsi ini. Atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allah SWT. Membalasnya dengan pahala yang berlipat-lipat ganda, Aamiin. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan, namun penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna bagi rekan-rekan khususnya mahasiswa kimia dan pembaca pada umumnya.

Bandar Lampung 5 Desember 2019
Penulis,

Putri Damayanti

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian.....	5
C. Manfaat Penelitian.....	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Zeolit	6
1. Zeolit Alam.....	8
2. Zeolit Sintetik	9
3. Zeolit ZSM-5	11
B. Bahan Pembuatan Zeolit	14
1. Silika Sekam Padi.....	14
2. Aluminium Hidroksida	15
C. Sintesis Zeolit.....	16
D. Karakterisasi Zeolit	18
1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	18
2. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	21
3. <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	23
4. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	24
5. <i>Brunauer Emmet Teller (BET)</i>	27
E. Biodiesel.....	28
1. Bahan Baku Biodiesel	30

2. Reaksi Transesterifikasi.....	33
F. Karakterisasi Biodiesel.....	36
1. Analisis Komposisi Biodiesel dengan <i>Gas Chromatography Mass Spectrometry</i> (GC-MS).....	37
2. Karakterisasi Fisik Biodiesel.....	39
III. METODE PENELITIAN.....	42
A. Waktu dan Tempat.....	42
B. Alat dan Bahan.....	43
1. Alat.....	43
2. Bahan.....	43
C. Prosedur Kerja.....	43
1. Preparasi Sekam Padi.....	43
2. Ekstraksi Silika Sekam Padi.....	44
3. Sintesis Zeolit ZSM-5.....	44
4. Karakterisasi Zeolit ZSM-5.....	46
5. Uji Aktivitas Katalis.....	46
6. Karakterisasi Biodiesel.....	48
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	52
A. Pengantar.....	52
B. Preparasi Sekam Padi.....	52
C. Ekstraksi Silika Sekam Padi.....	53
D. Sintesis Zeolit ZSM-5.....	55
E. Karakterisasi Zeolit ZSM-5.....	58
1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	58
2. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	62
3. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	64
4. <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	68
5. <i>Brunauer Emmet Teller</i> (BET).....	70
F. Uji Aktivitas Katalis.....	71
G. Karakterisasi Biodiesel.....	76
1. <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GC-MS).....	76
2. Uji Kualitas Biodiesel.....	81

V. SIMPULAN DAN SARAN	83
A. Simpulan.....	83
B. Saran.....	84

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Contoh zeolit alam yang umum ditemukan	8
2. Contoh zeolit sintetik berdasarkan kegunaannya.....	11
3. Data zeolit tipe MFI.....	12
4. Data zeolit ZSM-5	13
5. Karakteristik gugus fungsi dan daerah serapan zeolit ZSM-5	27
6. Syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015	30
7. Daftar tanaman yang mengandung minyak nabati	31
8. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit	32
9. Puncak 2θ antara sampel hasil sintesis dengan standar IZA	61
10 . Nilai keasaman katalis	65
11. Hasil analisis gugus fungsi yang terdapat pada sampel.....	68
12. Distribusi ukuran diameter partikel masing-masing sampel.....	69
13. Rangkuman data hasil analisis BET	70
14. Optimasi perbandingan minyak dan metanol	74
15. Konversi minyak kelapa sawit menggunakan katalis zeolit yang disintesis dengan waktu kristalisasi berbeda	75
16. Komponen senyawa dalam biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-72	77
17. Komponen senyawa dalam biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-96	79

18. Komponen senyawa dalam biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-120	80
19. Hasil uji fisik biodiesel minyak kelapa sawit	82
20. Massa zeolit yang dihasilkan dari proses sintesis dan kalsinasi	101
21. Massa zeolit yang dihasilkan dari proses pertukaran ion	101
22. Data pengukuran keasaman katalis dengan metode gravimetri.....	102
23. Data hasil perhitungan % konversi biodiesel.....	103
24. Waktu tempuh rata-rata biodiesel minyak kelapa sawit saat turun dari meniskus	108

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Kerangka kimia zeolit.....	6
2. Struktur zeolit 3 dimensi.....	7
3. Struktur ZSM-5	12
4. Difraktogram standar zeolit ZSM-5	19
5. Proses difraksi sinar-X oleh suatu padatan	20
6. Mikrograf (a) ZSM-5 dan (b) Mordenit.....	22
7. Skema alat PSA	23
8. Reaksi transesterifikasi	33
9. Sekam padi kering yang telah direndam HNO ₃ 1 M.....	53
10. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat	54
11. Tahapan ekstraksi silika sekam padi (a) sekam padi yang telah dipreparasi; (b) pemanasan sekam padi dan NaOH 1,5%; (c) sol silika; (d) gel berwarna coklat; (e) gel yang telah dicuci; dan (f) bubuk silika	55
12. Hasil sintesis zeolit sebelum dan setelah kalsinasi (a) ZS-24; (b) ZS-48; (c) ZS-72; (d) ZS-96; dan (e) ZS-120	57
13. Zeolit setelah pertukaran ion (a) HZS-48; (b) HZS-72; (c) HZS-96; dan (d) HZS-120	58
14. Pola XRD standar IZA (a) ZSM-5 tanpa template; (b) Mordenit dan sampel hasil sintesis (c) ZS-24; (d) ZS-48; (e) ZS-72; (f) ZS-96; (g) ZS-120	59
15. Mikrograf ZS-24 dengan perbesaran 10000x	62
16. Mikrograf (a) ZS-48; (b) ZS-72; (c) ZS-96; dan (d) ZS-120 dengan perbesaran 5000x	63

17. Spektrum analisis FTIR zeolit sebelum dan sesudah pertukaran ion (a) ZS-48 dan HZS-48; (b) ZS-72 dan HZS-72; (c) ZS-96 dan HZS-96; (d) ZS-120 dan HZS-120	66
18. Kurva distribusi ukuran partikel sampel (a) ZS-48 dan HZS-48; (b) ZS-72 dan HZS-72; (c) ZS-96 dan HZS-96; (d) ZS-120 dan HZS-120.....	69
19. Reaktor transesterifikasi	72
20. Hasil pemisahan transesterifikasi minyak kelapa sawit (a) biodiesel (b) sisa minyak yang tidak terkonversi.....	73
21. Reaksi pembentukan metil ester	74
22. Kromatogram biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-72.....	77
23. Kromatogram biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-96.....	78
24. Kromatogram biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis ZS-120.....	80

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pada saat ini penggunaan mineral zeolit semakin meningkat, dari penggunaan dalam industri kecil hingga dalam industri berskala besar. Zeolit merupakan kristal aluminosilika yang telah banyak diteliti karena memiliki banyak manfaat khususnya sebagai katalis. Zeolit memiliki kerangka tiga dimensi yang tersusun atas satuan tetrahedral dengan pori berukuran mikro (Prasetyoko *et al.*, 2012). Zeolit menjadi suatu material mikropori yang serba guna terkait dengan karakteristik yang dimilikinya (Cejka *et al.*, 2007). Pori-pori yang dimiliki oleh zeolit membuatnya memiliki luas permukaan yang besar. Hal inilah yang menyebabkan zeolit luas pemanfaatannya di bidang katalitik.

Zeolit pada umumnya terbagi menjadi dua yaitu, zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan mineral yang mengalami berbagai perubahan di alam (Wustoni, 2011). Zeolit sintetik memiliki karakteristik yang berbeda dengan zeolit alam. Zeolit sintetik hanya dipengaruhi oleh teknik sintesis, kondisi proses pembuatan serta komposisi bahan baku (Auerbach *et al.*, 2003). Zeolit alam biasanya mengandung banyak pengotor dan pori-porinya tidak homogen sehingga kekuatan asamnya juga lebih sulit dikontrol, sedangkan zeolit sintetik membentuk pori-pori yang seragam dan memiliki struktur teratur serta kekuatan asamnya dapat dikontrol

(Auerbach *et al.*, 2003). Hal inilah yang membuat zeolit sintetik lebih unggul dibandingkan zeolit alam. Beberapa contoh zeolit sintetik adalah zeolit ZSM-5 (Park *et al.*, 2017), zeolit X (Bahri, 2015), zeolit Beta (Wang *et al.*, 2016) dan zeolit Y (Rahman dkk., 2009). Pemanfaatan zeolit sintetik sebagai katalis telah diaplikasikan dalam pembuatan biodiesel dengan metode transesterifikasi (Karnjanakom *et al.*, 2016; dan Pandiangan *et al.*, 2016). Pada penelitian ini zeolit ZSM-5 digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi, hal ini dikarenakan ZSM-5 memiliki fleksibilitas dalam lingkungan asam kuat, memiliki kemampuan dalam pertukaran ion, serta ukuran partikel yang relatif kecil (Xu *et al.*, 2007), sehingga zeolit ZSM-5 banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben di industri petroleum dan petrokimia (Roschat *et al.*, 2017). Reaksi transesterifikasi didefinisikan sebagai reaksi organik pembentukan ester dari suatu senyawa ester lain melalui pertukaran gugus alkil dari ester dengan gugus alkil lebih sederhana dari suatu alkohol. Dalam reaksi ini, trigliserida, sebagai komponen utama minyak nabati, bereaksi dengan alkohol untuk menghasilkan ester mono-alkil asam lemak sebagai biodiesel dan gliserol sebagai produk sampingan.

Sumber minyak nabati yang potensial digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah minyak kelapa sawit. Sebagai negara yang tanahnya subur, Indonesia memiliki potensi yang sangat besar untuk berperan dalam industri kelapa sawit. Produksi minyak kelapa sawit Indonesia setiap tahun mengalami peningkatan. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (BPS) hingga akhir tahun 2017 industri perkebunan sawit memproduksi *crude palm* (CPO) mencapai 36,5 juta ton, meningkat sekitar 15,8 % dibandingkan produksi CPO tahun 2016 sebesar

31,5 juta ton.

Pemanfaatan minyak kelapa sawit sebagai biodiesel sangat menguntungkan. Kita ketahui bahwa salah satu tantangan dalam menangani krisis energi saat ini adalah ketergantungan penggunaan energi di berbagai sektor seperti industri, transportasi, komersial, rumah tangga, dan lainnya. Ketergantungan penggunaan energi yang masih dipasok dari alam, seperti minyak bumi akan menyebabkan penurunan cadangan yang pada masa mendatang memungkinkan terjadinya kelangkaan bahan bakar. Biodiesel sangat potensial untuk mengatasi masalah tersebut karena merupakan bahan bakar terbarukan dan diproduksi dari bahan pertanian sehingga dapat diperbarui.

Biodiesel sebagai alternatif bahan bakar terbarukan yang bisa digunakan di mesin pengapian kompresi dengan sedikit atau tidak ada modifikasi kimiawi yang signifikan sehingga emisi lebih rendah dibandingkan diesel berbasis minyak bumi dari proses pembakaran. Biodiesel dipilih karena tidak memiliki kontribusi terhadap peningkatan kadar CO₂ di atmosfer, dengan demikian meminimalkan efek rumah kaca. Bahan bakar ini diharapkan mampu mengurangi penggunaan minyak bumi yang terus mengalami kenaikan harga dan memiliki dampak buruk terhadap lingkungan dari emisi gas buang mesin (Koh and Gazi, 2011).

Pada penelitian ini zeolit ZSM-5 disintesis menggunakan bahan baku silika sekam padi. Sekam padi merupakan limbah pertanian yang melimpah di Indonesia dan merupakan salah satu penghasil silika terbesar. Berdasarkan data BPS Provinsi Lampung tahun 2017 produksi padi mencapai 4,32 juta ton dan akan terus naik

setiap tahunnya. Padi mengandung sekitar 20% sekam kering (Widowati, 2001). Hal ini menunjukkan potensi sekam padi di Provinsi Lampung sekitar 864.000 ton. Penyusun utama sekam padi adalah silika dengan persentase kemurnian 93-99 % (Simanjuntak *et al.*, 2016). Selain didukung oleh jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah (Kalapathy *et al.*, 2000). Selain itu, silika sekam padi memiliki kelarutan yang tinggi dalam larutan alkalis, sehingga dapat diperoleh dengan metode ekstraksi alkalis (Daifullah *et al.*, 2003; Suka dkk., 2008; Pandiangan dkk., 2009; Agung *et al.*, 2013). Silika sekam padi juga bersifat amorf dan memiliki reaktivitas yang tinggi terhadap alumina untuk menghasilkan zeolit.

Komponen lain dalam sintesis zeolit ZSM-5 adalah alumina. Sumber alumina yang sering digunakan dalam pembuatan zeolit ZSM-5, antara lain aluminium sulfat (Xianliang and Zhengbao, 2011), aluminium nitrat (Proscanu *et al.*, 2013), natrium alumina (Wang *et al.*, 2016), aluminium isoprosida (AIP) (Hartati *et al.*, 2017) dan bahan lain yang mengandung aluminium seperti pada penelitian ini menggunakan aluminium hidroksida. Aluminium hidroksida memiliki keunggulan yaitu, dapat mudah diperoleh dengan biaya relatif murah dan memiliki kelarutan yang tinggi dalam larutan alkalis. Berdasarkan uraian diatas pada penelitian ini akan disintesis zeolit ZSM-5 dari silika sekam padi dan aluminium hidroksida yang selanjutnya diuji aktivitasnya sebagai katalis dalam transesterifikasi minyak kelapa sawit.

B. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dipaparkan diatas, penelitian ini dilakukan dengan beberapa tujuan spesifik sebagai berikut:

1. Mensintesis zeolit ZSM-5 menggunakan silika sekam padi dan aluminium hidroksida.
2. Mengkarakterisasi zeolit ZSM-5 dengan menggunakan metode XRD, SEM, PSA, BET, dan FTIR.
3. Menguji aktivitas zeolit ZSM-5 sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.
4. Menganalisis produk transesterifikasi biodiesel yang dihasilkan dengan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS).
5. Mengidentifikasi parameter produk transesterifikasi biodiesel.

C. Manfaat Penelitian

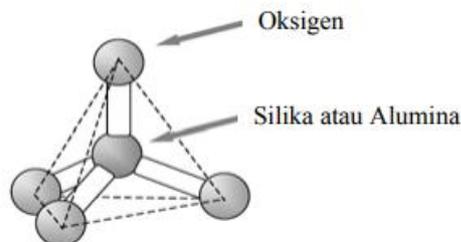
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan informasi mengenai pembuatan zeolit sintetik ZSM-5 berbahan silika sekam padi dan aluminium hidroksida.
2. Membuka peluang pemanfaatan silika sekam padi dalam skala industri.
3. Memberikan informasi ilmiah terkait penggunaan zeolit ZSM-5 sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

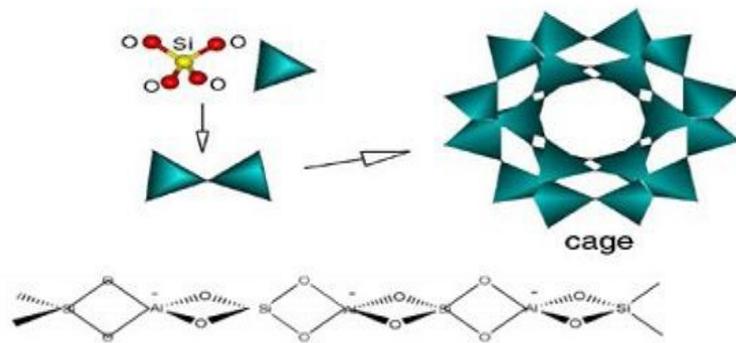
A. Zeolit

Zeolit merupakan mineral kristal aluminosilika yang memiliki kerangka tiga dimensi yang tersusun atas satuan tetrahedral dengan pori berukuran mikro (Prasetyoko *et al.*, 2012). Selama beberapa dekade kegunaan zeolit sebagai katalis terus dikembangkan. Secara umum, kinerja katalis zeolit tergantung pada jumlah, jenis dan kekuatan sisi asam serta struktur pori. Zeolit mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang dihubungkan oleh pemakaian bersama ion oksigen sehingga membentuk kerangka tiga dimensi yang di dalamnya terisi oleh ion-ion logam, seperti logam-logam alkali atau alkali tanah sebagai penyeimbang muatan dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Wang *et.al.*, 2016). Struktur zeolit umumnya adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah ion Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Kerangka kimia zeolit (Haag,1984)

Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral yang saling berhubungan melalui atom O. Pada struktur 3 dimensi yang digambarkan pada Gambar 2, dapat dilihat bahwa empat ikatan tetra valen silikon adalah netral sedangkan empat ikatan tri valen aluminium adalah negatif, sehingga dibutuhkan ion bermuatan positif untuk menetralkan senyawa tersebut seperti Na yang diindikasikan secara umum.



Gambar 2. Struktur zeolit 3 dimensi (Pasaribu, 2011)

Zeolit pada dasarnya memiliki tiga variasi struktur yang berbeda yaitu:

1. Struktur seperti rantai (*chain-like structure*), dengan bentuk kristal sikular dan prismatic, contoh: natrolit.
2. Struktur seperti lembaran (*sheet-like structure*), dengan bentuk kristal *platy* atau tabular biasanya dengan basal *cleavage*, contoh: heulandit.
3. Struktur rangka, dimana kristal yang ada memiliki dimensi yang hampir sama, contoh: kabasit.

Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam yang dapat ditemukan secara alami yang bergantung pada kondisi geologis maupun geografis

alam dan zeolit sintetis yang dapat dibuat dengan teknik tertentu dari bahan yang mengandung unsur Si dan Al sehingga hanya dipengaruhi oleh teknik sintesis, kondisi proses pembuatan komposisi bahan baku (Oktaviani dan Muttaqin, 2015).

1. Zeolit Alam

Zeolit alam adalah zeolit yang terbentuk secara alami dan terdapat sebagai mineral dengan komposisi yang berbeda. Ada sekitar 40 zeolit alam yang telah diidentifikasi sampai saat ini. Zeolit secara alami terbentuk sebagai hasil dari reaksi kimia antara kaca vulkanik dan air garam (Setyawan, 2002). Suhu yang sesuai untuk reaksi secara alami berkisar antara 27°C hingga 55°C dengan pH antara 9 dan 10. Namun, alam membutuhkan 50 sampai 50.000 tahun untuk menyelesaikan reaksi dan sangat jarang mendapatkan fase-murni zeolit.

Zeolit alam ditemukan dalam bentuk mineral dengan komposisi yang berbeda, terutama dalam nisbah Si/Al dan jenis logam yang menjadi komponen minor, seperti yang diperlihatkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Contoh zeolit alam yang umum ditemukan

Zeolit alam	Rumus kimia
Kabasit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
Klipnotilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Filipsit	$(\text{Na}_5\text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$

Sumber: Subagjo, 1993

Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik.

Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit.

Untuk memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu (Mockovciakova *et al.*, 2007; Setiadi dan Pertiwi 2007; Yuanita, 2010).

2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik merupakan zeolit yang dibuat dengan tujuan agar didapatkan suatu material dengan sifat fisika dan kimia yang lebih baik dari zeolit alam. Beberapa ahli menamakan zeolit sintetik sama dengan nama mineral zeolit alam dengan menambahkan kata sintetik di belakangnya, dalam dunia perdagangan muncul nama zeolit sintetik seperti zeolit A, zeolit K, zeolit C dan lain- lain. Zeolit sintetik terbentuk ketika gel yang ada terkristalisasi dari suhu kamar sampai dengan 200 °C pada tekanan atmosferik ataupun *autogenous* (Breck, 1974).

Zeolit sintetik sangat bergantung pada jumlah Si dan Al. Pada penelitian Sutarti (2014) zeolit jenis ini dikelompokkan menurut perbandingan kadar komponen Si dan Al sebagai berikut:

1. Zeolit kadar Si rendah (kaya Al)

Kadar maksimum Al dalam zeolit ini memiliki perbandingan $Si / Al \leq 1$ dan keadaan ini menyebabkan daya pertukaran ion dari zeolit maksimum. Zeolit jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sangat efektif dipakai untuk

pemisahan atau pemurnian dengan kapasitas besar. Contoh zeolit Si rendah adalah zeolit X dan zeolit A.

2. Zeolit kadar Si sedang

Zeolit ini mempunyai perbandingan kadar Si/Al 2-5. Kerangka tetrahedral Al dari zeolit jenis ini tidak stabil terhadap asam dan panas, namun ada pula zeolit yang mempunyai perbandingan Si / Al = 5 sangat stabil yaitu zeolit mordenit.

3. Zeolit kadar Si tinggi

Zeolit ini mempunyai perbandingan kadar Si/ Al > 5 dengan sifat permukaan yang kadang-kadang tidak dapat diperkirakan sebelumnya. Sifatnya sangat hidrofilik dan mampu menyerap molekul yang tidak polar, sehingga baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Contoh zeolit jenis ini yaitu zeolit ZSM-5, ZSM-11, dan ZSM-21.

Selain perbandingan Si/Al, sifat fisika seperti konduktivitas juga sangat mempengaruhi fungsi kerja dari zeolit. Zeolit dengan nilai konduktivitas listrik yang besar memiliki kapasitas ion yang besar sehingga dapat menyerap kation-kation yang kemudian dapat dipertukarkan. Zeolit dengan sifat ini sangat baik dimanfaatkan sebagai penukar ion. Sampai saat ini telah ditemukan lebih dari 200 jenis zeolit sintetik, dengan ukuran pori yang bervariasi dari 0,3–1,5 nm tergantung pada jenis kerangkanya (Baerlocher *et al.*, 2007). Dengan perkembangan penelitian, dewasa ini telah dikenal beragam zeolit sintetik dengan berbagai aplikasinya dan beberapa diantaranya disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Contoh zeolit sintetis berdasarkan kegunaannya

Jenis zeolit	Komposisi	Kegunaan
Zeolit A	$(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O})$	pengkonsentrasi alkohol, pengering olin, bahan gas alam padat, pembersih CO_2 dari udara
Linde Zeolit A	$\text{Na}_{12}[(\text{AlO}_2)_{12}(\text{SiO}_2)_{12}] \cdot 27\text{H}_2\text{O}$	bubuk pembersih untuk memindahkan ion Ca dan Mg
Zeolit X	$(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	<i>catalytic cracking</i> (FCC) dan <i>hydrocracking</i> , mereduksi NO, NO_2 dan CO_2
Zeolit Y	$(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 8,9\text{H}_2\text{O})$	<i>removal</i> , pemisah fruktosa-glukosa, pemisah N_2 di udara, bahan pendingin kering
Zeolit US-Y	$(\text{Na}_2, \text{Ca}, \text{Mg})_3 \cdot 5 [\text{Al}_7\text{Si}_{17}\text{O}_{48}] \cdot 32(\text{H}_2\text{O})$	memisahkan monosakarida
Zeolit ZSM-5	$(\text{Na}, \text{TPA})_3[(\text{AlO}_2)_3(\text{SiO}_2)_{93}] \cdot 16\text{H}_2\text{O}$	<i>dewaxing</i> , produksi <i>synfuel</i> , mensintesis <i>ethylbenzene</i>

Sumber: Saputra, 2006

3. Zeolit ZSM-5

Zeolit ZSM-5, pertama kali dibuat oleh Argauer dan Landolt dari *Mobil Oil*

Corporation pada tahun 1972, dengan ukuran pori antara 0,51 – 0,55 nm.

Formulasi umum ZSM-5 adalah $\text{Na}_n [\text{Al}_n \text{Si}_{96-n} \text{O}_{192}] 16 \text{H}_2\text{O}$, dimana n antara 3 sampai 27. Zeolit tersebut diberi akhiran 5 karena memiliki diameter pori sekitar 5

Å, perbandingan Si/Al sebagai parameter kristal zeolit selalu di atas 5, dan

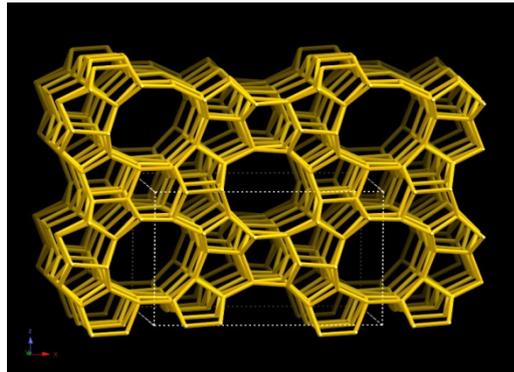
dibentuk berdasarkan pasangan 5-1 dari SBU (unit pembangun sekunder).

Struktur primer ZSM-5 sama dengan struktur zeolit lainnya, yaitu tetrahedral.

Tetrahedral tersebut akan saling sambung membentuk unit pembangun sekunder

5-1 atau unit pentasil. Unit-unit pentasil selanjutnya saling berhubungan

membentuk rantai pentasil dan membentuk suatu lapisan. Pada tahap berikutnya lapisan-lapisan tersebut saling tumpang tindih membentuk kerangka ZSM-5 (Breck, 1974). Berdasarkan *Internasional Zeolite Association (IZA)* Struktur ZSM-5 tersebut ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur ZSM-5 (Koningsveld,1990)

ZSM-5 merupakan zeolit yang memiliki rasio Si/Al tinggi (Si/Al 10-100) dengan bentuk *framework* MFI (*Mobile Five-I*) dan rumus umum $\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$. Data mengenai zeolit ZSM-5 dari IZA ditampilkan pada Tabel 3 dan 4.

Tabel 3. Data zeolit tipe MFI

<i>Cell parameters</i>	$a= 20.090 \text{ \AA}$ $b= 19.738 \text{ \AA}$ $c= 13.142 \text{ \AA}$
	$\alpha= 90.000^\circ$ $\beta= 90.000^\circ$ $\gamma= 90.000^\circ$
<i>Volume</i>	5211.29 \AA^3
R_{DLS}	0.0020
<i>Framework density</i>	$18.4 \text{ T}/1000 \text{ \AA}^3$
<i>Ring size</i>	10 6 5 4
<i>Channel System</i>	3-dimensional
<i>Secondary Building Unit</i>	5-1

Tabel 4. Data zeolit ZSM-5

Rumus kimia	$[\text{Na}^+_n (\text{H}_2\text{O})_{16}] [\text{Al}_n\text{Si}_{96-n} \text{O}_{192}]$ - MFI, $n < 27$		
Parameter sel	$a = 20,07 \text{ \AA}$ $\alpha = 90,0^\circ$	$b = 19,92 \text{ \AA}$ $\beta = 90,0^\circ$	$c = 13,42 \text{ \AA}$ $\gamma = 90,0^\circ$
Massa jenis kerangka	17,9 T/1000 \AA^3		
Saluran sistem	{[100] 105,1 x 5,5 <-> [010] 105,3 x 5,6} (3-dimensional)		

ZSM-5 adalah zeolit yang mempunyai medium pori (5,1-5,6 \AA) dengan struktur tiga dimensi yang mempunyai 10 rantai atau ikatan, mempunyai bentuk selektivitas yang unik, sifat asam Bronsted dan Lewis, pertukaran ion, dan stabilitas termal yang baik (Prasetyoko dkk., 2012). Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang tinggi menyebabkan ZSM-5 memiliki sifat keasaman, katalitik, stabilitas termal serta selektivitas yang baik. Nisbah molar Si/Al merupakan faktor yang berperan pada laju kristalisasi dan kekuatan asam ZSM-5. Dengan meningkatnya nisbah molar Si/Al maka akan terjadinya peningkatan kristalisasi dan bertambahnya kekuatan asam ZSM-5 (Zahrina dkk., 2012). Sifat katalitik dan sifat adsorpsi biasanya dipengaruhi oleh ukuran kristalnya, sedangkan sifat keasaman dan struktur pori zeolit ZSM-5 digunakan sebagai katalis yang mempunyai efek yang signifikan pada reaksi dan distribusi produk reaksi. ZSM-5 banyak dimanfaatkan sebagai katalis misalnya pada produksi propilena, oktana gasolin, pada reaksi *dewaxing*, pada reaksi tranesterifikasi, metanol menjadi olefin, dan *hidrocracking* (Cejka *et al.*, 2007).

B. Bahan Pembuatan Zeolit

1. Silika Sekam Padi

Sekam padi merupakan residu hasil pertanian yang sangat melimpah di Indonesia. Sekam padi diperoleh dari padi dengan persentasi kandungannya sebesar 18-20% yang memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber silika (Widowati, 2001). Dalam sekam padi terdapat kandungan silika dengan kadar sekitar 20% dengan kemurnian 93-99% (Simanjuntak *et al.*, 2016). Karena kandungan silika yang cukup tinggi dalam sekam padi, sekam padi berpotensi besar sebagai sumber silika untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit.

Dewasa ini manfaat silika sekam padi telah cukup banyak ditemukan. Sebagai contoh, silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik (Sitorus, 2008), katalis (Husin, 2010; Pandiangan, 2013), berbagai material komposit (Suka, 2008; Handayani, 2009), zeolit (Syani, 2014), serta adsorben (Goswani, 2003; Amrulloh, 2014). Pemanfaatan silika yang demikian luas ini juga didukung oleh ketersediaan bahan serta kemudahan untuk memperoleh silika dari sekam padi, yakni dengan metode ekstraksi dan metode pengabuan. Metode ekstraksi didasarkan pada kelarutan silika amorf yang besar dalam larutan alkalis seperti KOH, Na₂CO₃, NaOH, dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti asam klorida, asam sitrat, dan asam oksalat. Proses ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti konsentrasi dan tipe prekursor yang digunakan, temperatur, bentuk geometri, dan ukuran bejana serta ada atau tidaknya pengadukan.

Dari penelitian Suka dkk. (2008) silika sekam padi diperoleh dengan metode ekstraksi, dimana sekam padi direndam selama 2 jam dan dicuci berulang kali dengan air panas untuk menghilangkan pengotor organik. Sekam padi yang telah bersih direndam dengan KOH 5% selama 60 menit dan filtrat yang dihasilkan diasamkan dengan HCl hingga pH mencapai 7,0. Hasil karakterisasi yang dilakukan dengan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan yang ditandai dengan adanya puncak Si-OH dan Si-O-Si. Hal ini didukung dengan hasil karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) yang menunjukkan bahwa silika adalah amorf dengan fase kristobalit. Komponen lain yang terkandung dalam sekam padi berdasarkan karakterisasi dengan EDX meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kadar silika dari sekam padi yang diekstraksi mencapai 40,8% dengan kemurnian 95,53%.

Aplikasi silika sekam padi, antara lain 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 pembuatan silika *xerogel* (Samsudin dkk., 2009). Selain itu silika sekam padi 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.

2. Aluminium Hidroksida

Aluminium hidroksida adalah suatu senyawa kimia dengan rumus kimia $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang ditemukan di alam sebagai mineral gibbsite dan polimorfnya yang langka, yaitu bayerit, doyleit, dan nordstrandit. Salah satu kegunaan utama aluminium

hidroksida adalah sebagai bahan baku untuk pembuatan senyawa aluminium lainnya seperti aluminium sulfat, polialuminium klorida, aluminium klorida, natrium aluminat, aluminium nitrat dan zeolit (Evans, 1993). Pada penelitian Rismang dkk. (2017) sintesis zeolit dilakukan dengan menggunakan aluminium hidroksida sebagai sumber alumina yang dilarutkan bersama NaOH untuk membentuk natrium aluminat. Larutan natrium aluminat secara perlahan-lahan ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat, diaduk selama 4 jam sampai terbentuk gel berwarna putih. Gel yang terbentuk dimasukkan dalam oven selama 2 jam dengan suhu 120 °C lalu dimasukkan ke dalam autoklaf selama 2 jam dengan suhu 120 °C. Padatan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 105 °C selama 2 jam.

Penelitian sebelumnya Sriatun dkk. (2017) mensintesis zeolit A dengan menggunakan aluminium hidroksida yang terlebih dahulu dilarutkan bersama NaOH dalam akuades panas. Larutan tersebut di campur dengan sejumlah surfaktan CTAB ditambah natrium silikat disertai dengan pengadukan sampai homogen. Pengadukan dilakukan sampai terbentuk gel berwarna putih. Selanjutnya dipindahkan dalam wadah teflon, dipanaskan pada suhu 100°C selama 24 jam dalam oven. Padatan hasil disaring, dicuci sampai pH netral, dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 2 jam.

C. Sintesis Zeolit

Prinsip dasar produksi zeolit sintetis adalah komponennya yang terdiri dari silika dan aluminium. Berdasarkan komposisi tersebut, berbagai penelitian untuk menghasilkan zeolit sintetis telah dilakukan dan difokuskan pada dua aspek, yakni

bahan baku dan metode preparasi. Pada umumnya, zeolit sintetis diproduksi dari bahan baku berupa senyawa silika yang mudah larut dalam air seperti *tetra methyl ortho silicate* (TMOS) dan *tetra ethyl ortho silicate* (TEOS), sedangkan untuk senyawa alumina didapatkan dari aluminium nitrat (Wang *et al.*, 2010) dan aluminium klorida (Dirdianti, 2011). Bahan baku lain yang sudah dimanfaatkan adalah berupa padatan, misalnya *fume* silika (Tomiyama *et al.*, 2003; Barrault *et al.*, 2002) dan alumino silikat (Dirdianti, 2011). Sumber silika untuk sintesis zeolit juga dapat menggunakan bahan alam seperti silika sekam padi dengan sumber alumina dari logam Al (Syani, 2017; Pratiwi, 2018).

Berdasarkan tingkat keberhasilan dalam mensintesis zeolit ada dua metode yang digunakan, yaitu metode hidrotermal dan metode solvotermal. Metode hidrotermal memiliki kesamaan dengan metode solvotermal hanya saja metode solvotermal menggunakan pelarut non air sebaliknya pada metode hidrotermal adalah menggunakan pelarut air untuk melarutkan prekursor atau reaktan. Penggunaan pelarut air untuk melarutkan prekursor dinilai lebih praktis selain merupakan pelarut umum yang cukup melimpah jika kita bandingkan dengan pelarut non air pada metode solvotermal. Kebanyakan zeolit dibuat melalui sintesis hidrotermal dengan tujuan menghasilkan zeolit dengan tingkat kemurnian tinggi dan sifat termal yang baik sehingga lebih tahan terhadap panas. Kondisi sintesis tergantung pada komposisi material yang diinginkan, ukuran partikel, morfologi dan sebagainya (Schubert and Husing, 2000).

Proses sintesis zeolit dengan metode hidrotermal ini melibatkan air dan panas, dimana campuran dipanaskan pada suhu relatif tinggi dalam wadah tertutup.

Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi keseimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan prekursor tetap terjaga. Pada proses hidrotermal, terjadi reaksi kondensasi yang memungkinkan adanya pembentukan ikatan baru antara Si dan Al (Cundy and Cox, 2005).

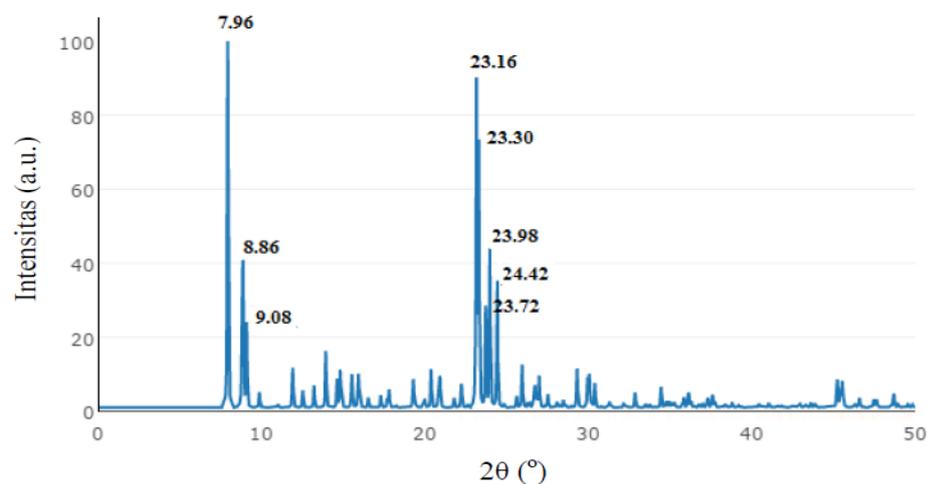
Metode hidrotermal didefinisikan sebagai metode pembuatan kristal yang tergantung pada kelarutan mineral dalam air panas di bawah kondisi tekanantinggi. Pembuatan kristal dengan metode hidrotomal meliputi berbagai macam teknik pembentukan kristal dari larutan berair pada suhu dan tekanan uap tinggi. Pada metode hidrotermal, pertumbuhan kristal dilakukan dalam suatu alat yang terdiri dari wadah baja tertutup rapat yaitu *autoclave*. Keuntungan metode hidrotomal dibandingkan metode pertumbuhan kristal lain meliputi tahap pembentukan kristal yang tidak stabil pada titik lelehnya, dan material yang mempunyai tekanan uap yang tinggi, dekat titik lelehnya juga dapat tumbuh dengan sistem hidrotomal. Sistem hidrotermal juga sesuai untuk pertumbuhan kristal dengan kualitas yang baik dengan komposisi yang dapat dikontrol (Byrappa and Adschiri, 2007).

D. Karakterisasi Zeolit

1. X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengidentifikasi fasa suatu katalis dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis. Kebanyakan dari katalis berbentuk padatan kristal seperti oksida logam,

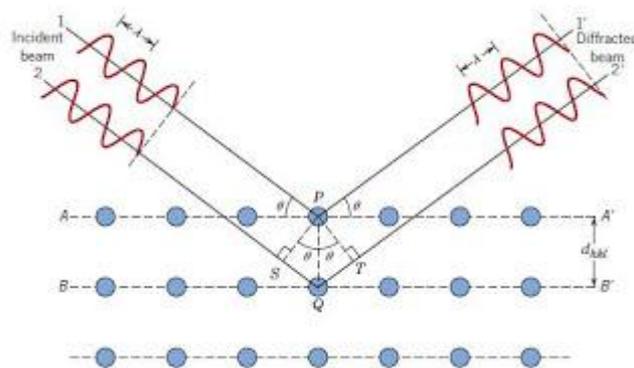
zeolit, dan logam yang berpenyangga (Leofanti *et al.*, 1997). Analisis XRD dari zeolit yaitu menghasilkan difraktogram yang menunjukkan tingkat kristalinitas sampel zeolit. Bila zeolit yang dianalisis memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi maka difraktogram akan nampak puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncaknya tinggi dan tajam contohnya zeolit ZSM-5 berdasarkan IZA memiliki puncak-puncak karakteristik yaitu pada $2\theta = 7,96^\circ, 8,86^\circ, 9,08^\circ, 23,16^\circ, 23,30^\circ, \text{ dan } 23,98^\circ$ yang merupakan puncak khas dari zeolit ZSM-5 seperti ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Difraktogram standar zeolit ZSM-5 (Koningsveld, 1990)

Pada analisis menggunakan XRD, kristal katalis memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Sinar-X yang mengenai suatu bahan akan dipantulkan sehingga menghasilkan spektrum pantulan yang spesifik dan berhubungan langsung dengan kisi kristal yang dianalisis. Pola difraksi dikelompokkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ , dimana θ menyatakan sudut

difraksi berdasarkan persamaan Bragg Richardson. Pada persamaan interpretasi Hukum Bragg dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari mana sinar X dipantulkan adalah datar. Hukum Bragg diturunkan berdasarkan karakteristik difraksi sinar-X oleh suatu zat, seperti ditunjukkan dalam Gambar 5.



Gambar 5. Proses difraksi sinar-X oleh suatu padatan (Ismunandar, 2006)

Berdasarkan skema di atas, Bragg mengembangkan persamaan dasar yang dikenal sebagai Hukum Bragg yang secara matematis dinyatakan dengan Persamaan 1.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta ; n = 1, 2, \dots \quad (1)$$

Dalam Persamaan 1 λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah

puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material.

2. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

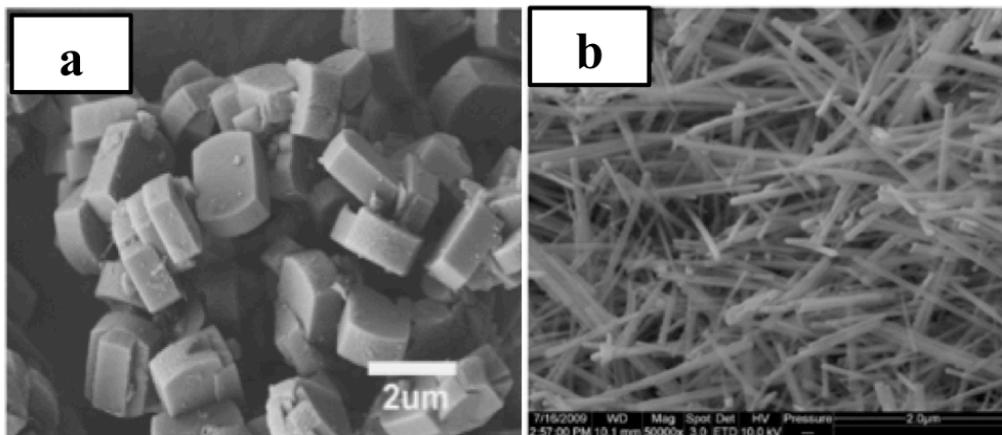
SEM merupakan instrumen digunakan untuk menganalisis dan mengkarakterisasi material heterogen yakni pada permukaan bahan baik dalam skala mikrometer ataupun submikrometer serta menentukan komposisi kimia sampel secara kualitatif maupun kuantitatif (Amrulloh, 2014). SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, dan distribusi pori pada permukaan bahan. Berdasarkan penelitian Oktaviani dan Muttaqin (2015) material zeolit Na-X dari abu dasar batubara dengan SEM menunjukkan hasil morfologi permukaan zeolit yang homogen dengan struktur permukaan berbentuk kubik serta tetragonal, dan hasil analisis dengan EDX menunjukkan komposisi unsur-unsur zeolit Na-X yang disintesis dengan yaitu C, N, O, Na, Mg, Al, Si, Cl, K, Ca, Fe, dan Ti.

Alat SEM memiliki kegunaan dalam melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan skala mikrometer atau bahan submikrometer. Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan. Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari *filament* yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Apabila 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* dan kemudian divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT) (Smallman, 2000).

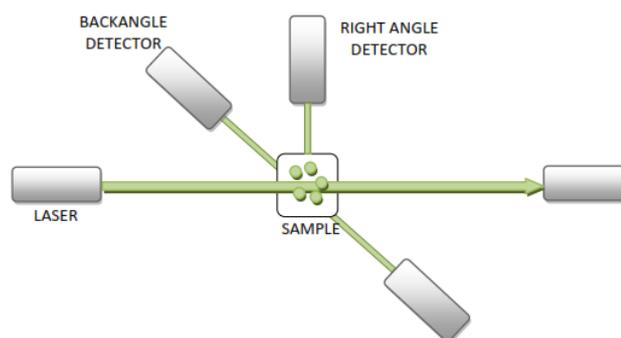
Berdasarkan penelitian sebelumnya (Pan *et.al.*, 2014) menunjukkan bahwa zeolit ZSM-5 yang disintesis memiliki bentuk heksagonal sempurna yang ditunjukkan pada Gambar 6. Selain itu zeolit Mordenit juga telah dilaporkan oleh Zhang *et.al.* (2011) yang menunjukkan dominasi bentuk jarum pada mikrograf.



Gambar 6. Mikrograf (a) ZSM-5 (Pan *et.al.*, 2014) dan (b) Mordenit (Zhang *et.al.*, 2011)

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. Pada sudut yang kecil dan sebaliknya, sudut yang terbentuk akan diteruskan melewati satu dari dua detektor (*back angle detector* dan *right angle detector*), dan selanjutnya diteruskan ke pengolahan data, menghasilkan kurva yang menunjukkan distribusi ukuran partikel sampel. Skema alat PSA ditunjukkan dalam Gambar 7.



Gambar 7.Skema alat PSA (Horiba, 2017)

Pada pengukurannya PSA menggunakan metode *Laser Diffraction (LAS)* yang terdiri dari 2 jenis metode yakni metode basah dan metode kering. Metode basah menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan sampel yang akan diuji sedangkan metode kering memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Metode kering baik digunakan untuk ukuran kasar karena memiliki hubungan antar partikel yang lemah sehingga kemungkinan sampel untuk beraglomerasi kecil. Metode basah lebih umum digunakan dalam pengukuran partikel karena metode ini dinilai lebih akurat

dibandingkan dengan metode kering, pengukuran partikel dengan metode ayakan ataupun analisis gambar karena partikel didispersikan ke dalam media sehingga tidak terjadi aglomerasi (menggumpal) antar partikel. Hal ini karena sampel memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi terutama sampel dalam orde nanometer dan submikron. Berdasarkan metode basah ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*, dimana hasil pengukuran dalam bentuk distribusi yang dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Rawle, 2010).

PSA merupakan salah satu karakterisasi yang dibutuhkan untuk suatu material zeolit karena menunjukkan bagaimana distribusi ukuran partikel dari suatu zeolit yang disintesis. Salah satu contoh hasil karakterisasi PSA yaitu pada penelitian Syani (2017) menunjukkan ukuran partikel dari zeolit sintetis silika sedang yang disintesis yaitu 372,2 μm . Hal tersebut menggambarkan bahwa zeolit yang disintesis memiliki rerata ukuran mikro.

4. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) adalah sebuah teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas dari sampel padat, cair dan gas. FTIR digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik. FTIR dapat digunakan untuk menganalisis senyawa organik dan anorganik. Selain itu, FTIR juga dapat digunakan untuk analisis kualitatif meliputi analisis gugus fungsi (adanya puncak dari gugus fungsi spesifik) beserta polanya dan analisis kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu.

Jadi, dengan menggunakan FTIR maka beberapa informasi dapat kita peroleh seperti material yang belum diketahui, kualitas dari sampel, dan jumlah komponen di dalam campuran.

Prinsip dasar spektroskopi inframerah yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan atau gugus fungsi dalam molekul yaitu dengan mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Absorpsi terhadap radiasi inframerah dapat menyebabkan eksitasi energi vibrasi molekul ke tingkat energi vibrasi yang lebih tinggi, besarnya energi vibrasi tiap atom atau molekul berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkan sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula. Berdasarkan interaksi energi dengan materi, penyerapan energi akan mengakibatkan molekul (gugus fungsi) mengalami vibrasi yakni diantaranya, vibrasi peregangan (*stretch*) meliputi vibrasi ulur simetri dan vibrasi ulur asimetri, vibrasi tekuk (*bending*) meliputi vibrasi bergoyang (*rocking*), pengguntingan (*scissoring*), pengibasan (*wagging*) dan vibrasi memilin (*twisting*).

Daerah inframerah dibagi menjadi 3 bagian, yakni: (1) daerah inframerah dekat: $\lambda = 0,75 - 2,5 \mu\text{m}$, bilangan gelombang = $13.000 - 4.000 \text{ cm}^{-1}$ (2) daerah inframerah sedang: $\lambda = 2,5 - 50 \mu\text{m}$, bilangan gelombang = $4.000 - 200 \text{ cm}^{-1}$ (3) daerah inframerah jauh: $\lambda = 50 - 1.000 \mu\text{m}$, bilangan gelombang = $200 - 10 \text{ cm}^{-1}$. Dari pembagian daerah inframerah tersebut, daerah panjang gelombang yang digunakan adalah pada daerah inframerah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang $2,5 - 50 \mu\text{m}$ atau pada bilangan gelombang $4.000 - 200 \text{ cm}^{-1}$. Daerah tersebut cocok untuk perubahan energi vibrasi dalam molekul. Daerah inframerah

jauh ($400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$), berguna untuk molekul yang mengandung atom berat, seperti senyawa anorganik tetapi lebih memerlukan teknik khusus percobaan. Setiap molekul memiliki harga energi tertentu. Bila suatu senyawa menyerap energi dari sinar infra merah, maka tingkatan energi di dalam molekul itu akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi. Sesuai dengan tingkatan energi yang diserap, maka yang akan terjadi pada molekul itu adalah perubahan energi vibrasi yang diikuti dengan perubahan energi rotasi.

FTIR digunakan juga untuk identifikasi jenis situs asam yang ada dalam katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003). Dari spektra yang dihasilkan dari FTIR, jenis situs asam (Bronsted-Lowry atau Lewis) yang terdapat pada katalis dapat diketahui melalui puncak-puncak serapan yang dihasilkan dari interaksi basa adsorbat dengan situs-situs asam tersebut. Berdasarkan penelitian Hartanto *et al.*, (2016) menunjukkan bahwa pita serapan 450 cm^{-1} dan 543 cm^{-1} menunjukkan karakteristik struktur kristalin MFI dari ZSM-5, serta 550 cm^{-1} dengan intensitas semakin meningkat menunjukkan struktur MFI semakin banyak. Pita serapan 1229 cm^{-1} menunjukkan adanya bentuk tiga dimensi dari bentuk pori. Pita serapan 1219 cm^{-1} dan 542 cm^{-1} adalah ciri khas vibrasi dari struktur MFI zeolit ZSM-5 yang tidak dimiliki oleh zeolit lain. Karakteristik gugus fungsi dan daerah serapannya yang ditunjukkan dalam Tabel 5.

Tabel 5. Karakteristik gugus fungsi dan daerah serapan zeolit ZSM-5

Jenis gugus fungsi	Daerah serapan (cm^{-1})
Unit SiO_4 tetrahedral	Pita serapan dekat : 788, 1084, dan 1218
Vibrasi internal SiO_2 , AlO_4 tetrahedral, silika dan quartz	1000-1200
Vibrasi ulur asimetri	543, 1218, dan 1084 (hanya ZSM-5)
Struktur cincin pentasil	1218
Vibrasi ulur asimetri Si-O-T	1084
Vibrasi ulur simetri Si-O-T eksternal	788
Vibrasi kisi cincin pentasil ganda eksternal	543 (kristal ZSM-5)
Vibrasi tekuk T-O dari $[\text{SiO}_4]^{-4}$ dan $[\text{AlO}_4]^{-5}$	450 (kristal ZSM-5)

Sumber: Shirazi *et al.*, 2008

5. Brunauer Emmet Teller (BET)

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

Penentuan luas permukaan ini dilakukan dengan pendekatan isotherm adsorpsi BET (*Brunauer-Emmet-Teller*). Dalam eksperimen, penentuan luas permukaan dilakukan dengan mengalirkan gas nitrogen ke permukaan padatan pada temperatur tertentu. Luas permukaan dapat ditentukan dari perbandingan

volume/ jumlah partikel teradsorpsi yang membentuk lapisan tunggal (V_m) seperti Persamaan 2:

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

dengan $x = P/P_0$, P adalah tekanan gas yang teradsorpsi, P_0 adalah tekanan gas yang membentuk lapisan tunggal, dan C adalah konstanta adsorpsi-desorpsi ($C = K_{\text{adsorpsi}}/K_{\text{desorpsi}}$). Persamaan diatas dapat disesuaikan dengan hasil eksperimen yang menghasilkan data berupa P atau V dengan cara membuat resiprok kedua sisi persamaan tersebut kemudian mengalikan kedua sisi dengan V_m dan $(1-x)/x$, sehingga didapat Persamaan 3.

$$\frac{x}{1-x} \frac{1}{V} = \frac{1}{C \cdot V_m} + \frac{(C-1)x}{C \cdot V_m} \quad (3)$$

Persamaan 3 diterapkan pada plot $(x/1-x)1/V$ terhadap x , sehingga V_m dan C dapat ditentukan. Melalui dua nilai tersebut, luas permukaan dapat ditentukan (Busca, 2014).

E. Biodiesel

Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif terbarukan yang terus dikembangkan dewasa ini. Biodiesel yang terdiri atas *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) adalah senyawa mono-alkil ester yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi antara trigliserida dengan metanol dan bantuan katalis.

Biodiesel tersusun dari berbagai macam ester asam lemak yang dapat diproduksi dari minyak tumbuhan maupun lemak hewan. Biodiesel disintesis dari ester asam lemak dengan rantai karbon antara C6- C22 dengan reaksi transesterifikasi.

Biodiesel bisa digunakan dengan mudah karena dapat bercampur dengan segala komposisi dengan minyak solar, mempunyai sifat-sifat fisik yang mirip dengan solar biasa sehingga dapat diaplikasikan langsung untuk mesin-mesin diesel yang ada hampir tanpa modifikasi (Prakoso, 2003).

Biodiesel memiliki beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan petroleum diesel yang terus menerus mengalami kelangkaan dan memberikan dampak buruk bagi lingkungan. Biodiesel bersifat tidak beracun, *biodegradable* dan bahan bakar terbarukan yang bisa digunakan di mesin pengapian kompresi dengan sedikit atau tidak ada modifikasi kimiawi yang signifikan sehingga emisi lebih rendah dibandingkan diesel berbasis minyak bumi dari proses pembakaran. Selain itu, sebagai bahan bakar terbarukan, biodiesel dapat diproduksi dari berbagai macam sumber daya alam seperti alga, lemak hewan, dan minyak nabati, baik pangan maupun non-pangan (Leung *et al.*, 2010).

Biodiesel tidak memiliki kontribusi terhadap peningkatan kadar CO₂ di atmosfer, dengan demikian meminimalkan efek rumah kaca. Selain itu, biodiesel lebih baik dari pada solar seperti kandungan belerang, titik nyala, kandungan senyawa aromatik dan biodegradabilitas. Bahan bakar alternatif ini diharapkan mampu mengurangi penggunaan minyak bumi yang mengalami kenaikan harga dan memiliki dampak terhadap lingkungan dari emisi gas buang mesin (Koh and Ghazi, 2011). Sebagai acuan standar bahan bakar biodiesel berdasarkan syarat mutu SNI 7182:2015 ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015

Paramater	Satuan	Nilai	Metode Uji
Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850-890	ASTM D-1298
Viskositas kinematik pada 40 °C	mm ² /s	2,3-6,0	ASTM D-445
Angka setana		min. 51	ASTM D-613
Titik nyala	°C	min. 100	ASTM D-93
Titik kabut	°C	maks. 18	ASTM D-2500
Residu karbon			
- Dalam contoh asli	% massa	maks. 0,05	ASTM D-4530
- Dalam 10% ampas distilasi		maks. 0,30	
Air dan sedimen			
Suhu distilasi 90 °C	% volume	maks. 0,05	ASTM D-2709
Angka asam	°C	maks. 360	ASTM D-1160
Angka iodium	mg-KOH/g	maks. 0,8	ASTM D-64
Kadar ester alkil	% massa	maks. 115	AOCS Cd. 1-25
Abu tersulfatkan	% massa	min. 96,5	Dihitung
Gliserol bebas	% massa	maks. 0,02	ASTM D-874
Gliserol total	% massa	maks. 0,02	ASTM D-6584
Kadar monogliserida	% massa	maks. 0,24	ASTM D-6584
	%massa	maks. 0,8	ASTM D-6584

Sumber: BSN, 2015

1. Bahan Baku Biodiesel

Indonesia merupakan negara agraris yang memiliki sumber alam terutama minyak nabati yang melimpah untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel. Berbagai jenis minyak nabati dapat digunakan sebagai bahan baku, antara lain minyak kelapa (Velasquez *et al.*, 2009; Alamu *et al.*, 2010; Pandiangan dan Simanjuntak, 2013; Meliyana, 2015), minyak kelapa sawit (Chantara *et al.*, 2012; Aristiani, 2016; Pandiangan *et al.*, 2016), minyak jarak (Zhu *et al.*, 2006; Endalew *et al.*, 2011; Susanti, 2015; Pangesti, 2015), minyak biji ketapang (Pratiwi, 2015) dan minyak biji karet (Fadilah, 2016; Pandiangan *et al.*, 2017). Pada Tabel 7 tertera tanaman yang mengandung minyak nabati yang selanjutnya dimanfaatkan sebagai biodiesel.

Tabel 7. Daftar tanaman yang mengandung minyak nabati

Nama tanaman	Produksi kandungan minyak tanaman	
	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

Kelapa sawit memiliki nama latin *Elaeis*. Kelapa sawit yang dibudidayakan terdiri dari dua jenis: *E. guineensis* dan *E. oleifera*. Jenis pertama adalah jenis kelapa sawit yang dibudidayakan secara luas. Kedua jenis kelapa sawit ini memiliki keunggulan masing-masing. *E. guineensis* memiliki produksi yang sangat tinggi sedangkan *E. oleifera* memiliki tinggi tanaman yang rendah. Oleh sebab itu, banyak peneliti maupun masyarakat yang sedang mencoba menyilangkan kedua spesies ini untuk mendapatkan spesies yang tinggi produksi dan mudah dipanen.

Habitat asli kelapa sawit adalah semak belukar. Kelapa sawit dapat tumbuh dengan baik di daerah tropis. Tanaman ini tumbuh sempurna di ketinggian 0-500 m dari permukaan laut dengan kelembaban 80-90%. Kelapa sawit membutuhkan iklim dengan curah hujan stabil 2.000-5.000 mm setahun, yaitu daerah yang tidak tergenang air saat hujan dan tidak kekeringan saat kemarau. Indonesia adalah penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia. Di Indonesia, penyebarannya terdapat di daerah Aceh, pantai timur Sumatera, Jawa, Kalimantan, dan Sulawesi.

Buah sawit mempunyai warna bervariasi dari hitam, ungu, hingga merah tergantung bibit yang digunakan. Buah bergerombol dalam tandan yang muncul dari tiap pelapah. Minyak dihasilkan oleh buah, kandungan minyak bertambah sesuai kematangan buah. Setelah melewati fase matang, kandungan asam lemak bebas (FFA, *free fatty acid*) akan meningkat dan buah akan rontok dengan sendirinya. Buah terdiri dari tiga lapisan, yaitu eksoskarp bagian kulit buah berwarna kemerahan dan licin, mesoskarp bagian serabut buah, dan endoskarp bagian cangkang pelindung inti. Inti sawit atau yang dikenal dengan kernel merupakan endosperma dan embrio dengan kandungan minyak inti berkualitas tinggi. Komposisi asam lemak yang terdapat dalam kelapa sawit tertera pada Tabel 8.

Tabel 8. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit

Asam lemak	Komposisi	Persentase (%)
Asam palmitat	16 : 0	42.8
Asam stearat	18 : 0	4.5
Asam oleat	18 : 1	40.5
Asam linoleat	18 : 2	10,1
Asam miristat	14 : 0	1.0
Asam linoleat	18 : 3	0,2
Asam laurat	12 : 0	0,1

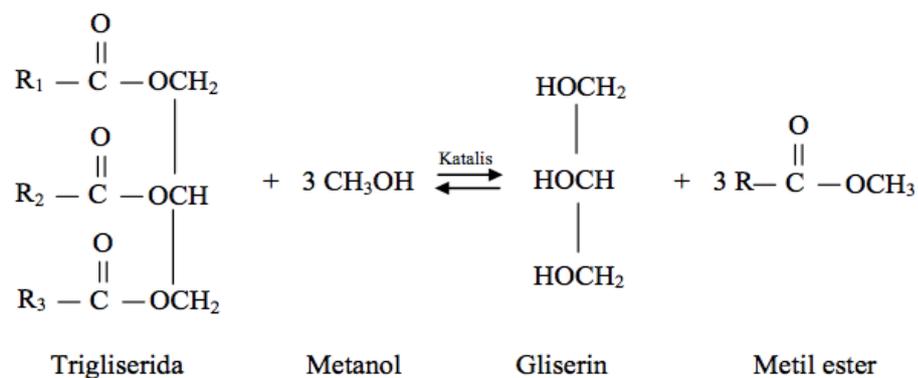
Sumber: Kansendo *et al.*, 2009

Minyak sawit digunakan sebagai bahan baku minyak goreng, margarin, sabun, kosmetika, industri baja, kawat, radio, kulit dan industri farmasi. Minyak sawit dapat digunakan untuk begitu beragam peruntukannya karena keunggulan sifat yang dimilikinya yaitu tahan oksidasi dengan tekanan tinggi, mampu melarutkan bahan kimia yang tidak larut oleh bahan pelarut lainnya, mempunyai daya melapis

yang tinggi dan tidak menimbulkan iritasi pada tubuh dalam bidang kosmetik.

2. Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan metode yang digunakan dalam menghasilkan biodiesel berbahan baku minyak nabati. Transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol (pada saat ini sebagian besar produksi biodiesel menggunakan metanol) menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters* / FAME) atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Adapun reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 8 (Sari, 2007).



Gambar 8. Reaksi transesterifikasi (Khazaai *et al.*, 2017)

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 4, 5, dan 6 (Renata, 2016):



Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah ester metil asam- asam lemak. Terdapat beberapa cara agar kesetimbangan lebih ke arah produk sebagai berikut.

- (1) Menambahkan metanol berlebih ke dalam reaksi.
- (2) Memisahkan gliserol.
- (3) Menurunkan temperatur reaksi (transesterifikasi merupakan reaksi eksoterm).

Tahapan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel selalu menginginkan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi adalah sebagai berikut:

a. Pengaruh air dan asam lemak bebas

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Banyak peneliti yang menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 0,5 % (< 0,5 %). Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang. Katalis harus terhindar dari kontak dengan udara agar tidak mengalami reaksi dengan uap air dan karbon dioksida (Freedman, 1984).

b. Perbandingan minyak dengan alkohol

Secara umum jumlah fasa alkohol lebih banyak daripada jumlah fasa minyak untuk mencegah terjadinya inversi fasa minyak menjadi fasa

kontinu. Ratio molar minyak dan metanol pada reaksi transesterifikasi berkatalis asam jauh lebih besar daripada reaksi transesterifikasi berkatalis basa. Ratio molar minyak dan alkohol reaksi transesterifikasi berkatalis asam yang dilakukan oleh Zhu *et al.* (2010), Dube *et al.* (2007) dan Guerreiro *et al.* (2006) berturut-turut adalah 1:28, 1:50 dan 1:125. Nilai tersebut lebih tinggi jika dibandingkan dengan reaksi transesterifikasi berkatalis basa yang umumnya dilakukan pada ratio molar minyak dan alkohol 1:24 (Cao *et al.*, 2008; Cao *et al.*, 2009; Wenten dkk., 2009).

c. Pengaruh jenis alkohol

Metanol akan memberikan perolehan ester yang tertinggi dibandingkan dengan menggunakan etanol atau butanol (Freedman, 1984).

d. Pengaruh jenis katalis

Menurut Asthasari (2008), reaksi transesterifikasi berlangsung dengan bantuan katalis homogen asam dan basa, namun Fumin and Jun (2006) mengatakan bahwa katalis homogen lebih susah untuk dipisahkan dari produk hasil reaksi dan menghasilkan limbah yang beracun. Katalis homogen juga tidak dapat digunakan kembali secara berulang-ulang untuk reaksi transesterifikasi. Oleh karena itu katalis heterogen merupakan salah satu alternatif pengganti katalis homogen. Sumber dari katalis padat (katalis heterogen), pada saat ini telah digunakan secara komersial, seperti zeolit, alumina atau resin penukar ion.

e. Temperatur

Pengaruh suhu reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada suhu 30 – 65 °C (titik didih metanol sekitar 65 °C) (Destianna, 2007). Semakin tinggi

temperatur maka konversi akan semakin tinggi (Dube *et al.*, 2007). Pada studi Dube *et al.* (2007), konversi tertinggi (90%) proses produksi biodiesel berkatalis asam diperoleh pada temperatur 70 °C.

f. Waktu reaksi

Laju konversi minyak meningkat seiring dengan waktu reaksi. Reaksi transesterifikasi umumnya mencapai perolehan maksimum kurang dari 90 menit dan akan tetap konstan dengan penambahan waktu reaksi (Demirbas, 1998). Semakin lama waktu reaksi, maka akan semakin tinggi konversi yang dihasilkan (Cao *et al.*, 2007). Sebaliknya pada waktu reaksi yang terlalu singkat, reaktan belum sepenuhnya terkonversi menjadi biodiesel.

g. Laju alir umpan

Semakin banyak umpan minyak, maka akan semakin banyak metil ester yang diperoleh pada permeat. Hal ini karena dengan semakin banyak minyak, maka akan semakin banyak asam lemak yang dapat dikonversi menjadi metil ester. Namun semakin tinggi kandungan metanol maka fluks permeat akan semakin tinggi, namun jumlah metil ester pada permeat akan semakin berkurang (Cao *et al.*, 2007).

F. Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi akan dikarakterisasi untuk mengetahui komposisi biodiesel yang diperoleh umumnya dianalisis menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry*(GC-MS). Selain itu untuk mengetahui karakteristik biodiesel yang diperoleh, dapat diuji karakteristik fisik seperti viskositas, densitas, angka setana, dan titik nyala.

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

Pada dasarnya perangkat GC-MS pada dasarnya merupakan paduan perangkat GC, yang berperan untuk memisahkan komponen yang ada dalam suatu sampel, dan perangkat MS yang berperan sebagai detektor. Komponen penting dalam kromatografi gas adalah tangki pembawa gas yang dilengkapi dengan pengatur tekanan, tempat injeksi sampel, kolom, detektor yang dilengkapi *thermostat*, *amplifier* dan *recorder*. 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. 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 ini 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 medan 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 senyawa-senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen-fragmennya (Jannah, 2008).

2. Karakterisasi Fisik Biodiesel

a. 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 °C suatu biodiesel adalah berkisar antara 2,3-6,0 mm²/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 (7).

$$v = C \times t \quad (7)$$

Keterangan:

v adalah viskositas kinematik, dinyatakan dalam cSt (mm²/detik)

C adalah konstanta viskometer, dinyatakan dalam cSt/detik (mm²/detik²) dan

t adalah 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.*, 2005; Sari, 2007). Viskositas biodiesel dipengaruhi oleh panjangnya rantai hidrokarbon dan jumlah ikatan rangkap asam lemak yang terkandung di dalamnya. Semakin banyak ikatan rangkap pada rantai hidrokarbon asam lemak akan menambah viskositas biodiesel yang dihasilkan (Almeida *et al.*, 2015).

b. 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/m³ yang diukur pada suhu 40 °C. Pengukuran densitas dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer. Kerapatan suatu fluida atau densitas disimbolkan sebagai massa per satuan volume berdasarkan Persamaan 8.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (8)$$

dimana : ρ adalah densitas (kg/m³)

m adalah massa (kg)

v adalah volume (m³)

c. Titik Nyala (*flash point*)

Titik nyala berdasarkan standar bahan bakar solar dan SNI 7182:2015 biodiesel yakni minimal 100 °C. 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 °C.

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan selama 10 bulan (Januari – Oktober) 2019 di Laboratorium Polimer dan Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi zeolit ZSM-5 meliputi analisis XRD di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya, analisis SEM di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Bandar Lampung, analisis PSA di Laboratorium Sentral Universitas Padjajaran, Bandung, analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu FMIPA Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, dan analisis BET dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung, Bandung.

Analisis biodiesel menggunakan GC-MS di Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, analisis viskositas dilakukan di Laboratorium Polimer Jurusan Kimia Universitas Lampung, dan analisis titik nyala serta densitas dilakukan di Sekolah Menengah Teknik Industri (SMTI) Bandar Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, neraca analitik, pisau, oven, viskometer Otswald, piknometer, perangkat refluks, penangas, *magnetic stirrer*, oven, termometer, peralatan gelas, spatula, botol polipropilen, *stainless steel autoclave*, tanur, *Gas Chromatography Mass Spectrofotometry* (GC-MS) tipe QP 2010S SHIMADZU, *Scanning Electron Microscope* (SEM) tipe ZEISS EVO MA 10, *X-Ray Diffraction* (XRD) merk PANalytical tipe Empyrean, *Particle Size Analyzers* (PSA) merk Beckman Coulter LS 13 320, *Brunauer Emmett Teller* (BET) tipe NOVA touch 4LX dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merk Thermo Nicolet Avatar 360.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain minyak kelapa sawit, sekam padi, aluminium hidroksida, metanol, larutan HNO₃ 10%, NaOH, akuades, kertas saring, indikator universal, NH₄NO₃.

C. Prosedur Kerja

1. Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi dilakukan dengan membersihkan sekam padi dari pengotor hasil pengolahan padi. Sekam padi kemudian dicuci secara berulang dengan air panas untuk menghilangkan pengotor yang masih menempel dan memisahkan antara sekam padi yang mengapung karena memiliki kualitas kurang baik dengan

sekam padi yang terendam di bagian bawah dan mengandung silika. Sekam padi yang terendam dikumpulkan dan direndam dengan 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.

2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Sekam padi sebanyak 100 gram diekstrak dalam 1 liter larutan NaOH 1,5% dalam wadah teflon dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit. Hasil ekstraksi sekam padi didinginkan pada suhu kamar kurang lebih 24 jam dan disaring untuk memisahkan antara ampas sekam padi dengan filtratnya yang mengandung silika terlarut. Filtrat kemudian dikumpulkan dan ditambahkan dengan larutan HNO_3 10% secara bertahap hingga terbentuk gel silika pada keadaan alkalis sekitar pH 7 yang diukur menggunakan indikator universal. Gel silika yang dihasilkan didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam kemudian dicuci dengan air panas dengan disaring menggunakan saringan mesh hingga bersih dan berwarna keputihan. Silika gel yang telah bersih dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C kemudian didinginkan dan dihaluskan.

3. Sintesis Zeolit ZSM-5

Zeolit ZSM-5 dengan rasio Si/Al 20 disintesis dengan komposisi molar yaitu $1\text{SiO}_2 : 0,025\text{Al}_2\text{O}_3 : 0,165\text{Na}_2\text{O} : 25\text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan perbandingan mol zeolit ZSM-5 disintesis dengan massa bahan yaitu 60 gram silika dari sekam padi; 3,9 gram aluminium hidroksida; 13,2 gram NaOH; dan 450 mL H_2O . Hal pertama

yang dilakukan yaitu melarutkan 13,2 gram NaOH dalam 200 mL akuades diaduk hingga homogen kemudian larutan dibagi menjadi yaitu larutan pertama sebanyak 160 mL dan larutan kedua sebanyak 40 mL. Larutan NaOH pertama sebanyak 160 mL digunakan untuk melarutkan 60 gram silika, kemudian diaduk hingga homogen. Selanjutnya larutan NaOH kedua sebanyak 40 mL untuk melarutkan 3,9 gram aluminium hidroksida, kemudian diaduk hingga homogen. Tahap selanjutnya kedua larutan dicampur menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen, selama pengadukan campuran ditambahkan akuades sebanyak 250 mL. Campuran yang diperoleh dilakukan proses *aging* selama 24 jam. Setelah 24 jam campuran tersebut dipindahkan ke dalam *stainless steel autoclave* untuk disintesis secara hidrotermal. Sintesis zeolit dilakukan dalam oven pada suhu 180 °C dengan variasi waktu kristalisasi 24 jam, 48 jam, 72 jam, 96 jam dan 120 jam. Padatan hasil sintesis kemudian disaring, dicuci dengan akuades hingga air bilasan memiliki pH 8, dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 80 °C. Produk padatan kemudian didinginkan, dihaluskan, diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh, dan dikalsinasi 600 °C selama 6 jam (Cheng *et al.*, 2005; Shirazi *et al.*, 2008; Tao *et al.*, 2017).

Setelah dikalsinasi, Na-ZSM-5 dilakukan pertukaran ion dengan larutan NH_4NO_3 2M yaitu 1 gram zeolit /10 mL larutan NH_4NO_3 2M. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam botol polipropilen dan dipanaskan dalam *oil bath* dengan *hot plate stirrer* selama 48 jam pada suhu 80 °C dimana setelah 24 jam larutan NH_4NO_3 diganti dengan larutan NH_4NO_3 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 °C dan

dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 6 jam untuk menghilangkan ion amonium dan menghasilkan H-ZSM-5. Produk padatan H-ZSM-5 yang dihasilkan kemudian didinginkan, dihaluskan, dan diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh (Shirazi *et al.*, 2008; Yang *et al.*, 2017).

4. Karakterisasi Zeolit ZSM-5

Karakterisasi zeolit ZSM-5 dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menganalisis pengaruh suhu kristalisasi terhadap struktur kristalografi sampel zeolit, apakah sampel bersifat amorf atau kristalin. Analisis *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 dari sampel menggunakan sinar radiasi infra merah, dan *Brunauer Emmett Teller* (BET) untuk mengetahui jari jari pori, luas permukaan dan volume pori dari sampel.

5. Uji Aktivitas Katalis

Pembuatan biodiesel dilakukan sebagai uji aktivitas katalis untuk mengetahui apakah zeolit yang dihasilkan memiliki unjuk kerja sebagai katalis dengan metode refluks. Proses transesterifikasi dilengkapi dengan kondensor refluks, indikator suhu, dan penangas air. Untuk proses transesterifikasi sejumlah minyak kelapa sawit dicampur dengan sejumlah metanol dan sejumlah katalis dari minyak. Campuran direfluks secara kontinyu menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu 70 °C selama 3 jam. Setelah 3 jam, proses refluks dihentikan. Selanjutnya,

hasil refluks didinginkan hingga mencapai suhu kamar dan disaring dengan kertas saring ke dalam corong pisah untuk memisahkan dari katalis yang tidak terlarut. Hasil refluks tersebut dibiarkan selama 24 jam agar terjadi pemisahan antara biodiesel dengan minyak yang tersisa.

Pada penelitian ini dilakukan 2 prosedur uji aktivitas yaitu : (a) salah satu zeolit dipilih sebagai sampel untuk penentuan optimasi perbandingan minyak dan metanol dan (b) zeolit yang telah disintesis dengan variasi waktu kristalisasi diuji aktivitasnya terhadap minyak kelapa sawit dengan perbandingan minyak dan metanol yang sudah optimum sebelumnya.

a. Penentuan Optimasi Rasio Volume Minyak Kelapa Sawit dengan Metanol

Pada penelitian ini rasio volume minyak dan metanol yang digunakan yakni 1:8, 1:12, 1:16, dan 1:20 dengan jumlah katalis yang digunakan sebanyak 10% terhadap minyak kelapa sawit yang digunakan. Perbandingan ini digunakan untuk mencari rasio molar minyak kelapa sawit dan metanol yang paling optimum pada reaksi transesterifikasi dalam penelitian ini yang ditunjukkan dengan persen konversi tertinggi yang dihasilkan.

b. Uji Aktivitas Zeolit dengan Variasi Waktu Kristalisasi terhadap Minyak Kelapa Sawit

Zeolit yang digunakan dalam uji aktivitas ini adalah zeolit sebelum dan setelah dilakukannya pertukaran ion dengan berat 10% dari minyak. Rasio minyak dan metanol yang digunakan pada uji aktivitas ini yakni rasio minyak dan metanol yang sudah optimum sebelumnya.

6. Karakterisasi Biodiesel

Untuk menguji kelayakan biodiesel sebagai bahan bakar aplikasi, sampel hasil transesterifikasi dianalisis untuk menentukan beberapa parameter teknis meliputi titik nyala (*flash point*), viskositas, dan densitas berdasarkan SNI 7182:2015 yang ditunjukkan dalam lampiran. Selain itu, karakterisasi biodiesel untuk mengidentifikasi komponen-komponen penyusun sampel dilakukan dengan menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS).

a. Analisis Titik Nyala (*Flash Point*)

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

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

b. 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 $75\mu\text{m}$.
2. Viskometer diisi dengan contoh lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada $15-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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)).

c. Analisis Densitas

Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Piknometer kosong dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu.
2. Lalu piknometer diisi dengan akuades suhu 20°C kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu 25°C selama 30 menit.
3. Piknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat akuades diperoleh dari selisih berat piknometer berisi akuades dan berat piknometer kosong).
4. Pada tahap selajutnya sampel minyak didinginkan sampai suhu 20°C .
5. Kemudian minyak dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.

6. Bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer ditempatkan di dalam *water bath* pada suhu konstan 25°C selama 30 menit.
7. Piknometer diangkat dari *water bath* lalu dikeringkan, dan ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

d. Karakterisasi Menggunakan 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 monoester. Analisis akan dilakukan dengan langkah – langkah berikut:

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, dan printer.
2. Menu Class-5000 dipilih, klik *vacuum control*, dan *auto start up* dijalankan.
3. GC-MS monitor diaktifkan, set suhu injector, kolom, dan detector dan ditunggu hingga tekanan vakum di bawah 5 kPa.
4. GC-MS monitor diaktifkan, set suhu injector, kolom, dan detector dan ditunggu hingga tekanan vakum di bawah 5 kPa.
5. 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*.
6. *Method development* diaktifkan, set GC parameter, set MS parameter, *save method* yang telah dideskripsikan, kemudian diklik *exit*.

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

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

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Zeolit ZSM-5 dapat disintesis menggunakan silika sekam padi dan aluminium hidroksida dengan metode hidrotermal.
2. Waktu kristalisasi pada proses hidrotermal mempengaruhi sifat fisik zeolit yang disintesis.
3. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan puncak 2θ yang mengindikasikan puncak khas zeolit ZSM-5 dan Mordenit. Hasil ini sesuai karakterisasi SEM bahwa pada mikrograf terdapat bentuk heksagonal (ZSM-5) dan bentuk jarum (Mordenit). Hasil ini juga didukung oleh data FTIR yang menunjukkan terdapatnya ikatan kimia dan gugus fungsi sesuai dengan standar serapan bilangan gelombang ZSM-5.
4. Hasil karakterisasi PSA menunjukkan terbentuk 2 *cluster* dengan rentang ukuran diameter partikel 0,077-1,047 μm dan 0,945-2,290 μm . Ukuran pori zeolit yang diperoleh dari analisis BET diklasifikasikan kedalam pori berskala meso karena memiliki ukuran $> 2 \text{ nm}$.
5. Secara umum zeolit yang disintesis dengan waktu kristalisasi berbeda baik sebelum maupun sesudah pertukaran ion dapat digunakan sebagai katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol.

6. ZS-96 merupakan katalis dengan kinerja terbaik dengan persen konversi sebesar 84%.
7. Produk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol merupakan campuran metil ester (biodiesel) dengan komponen utama metil oleat dan metil palmitat.
8. Hasil uji kelayakan biodiesel diperoleh titik nyala, densitas, dan viskositas yang belum memenuhi standar SNI-7182-2015.

B. Saran

Berdasarkan penelitian ini, terdapat beberapa saran yang perlu dilakukan untuk perkembangan penelitian selanjutnya yaitu:

1. Mempelajari metode lain dalam sintesis zeolit ZSM-5 agar zeolit yang dihasilkan lebih murni.
2. Melakukan variasi suhu kristalisasi dan mempelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap unjuk kerja zeolit.
3. Meningkatkan karakteristik fisik biodiesel yang sesuai dengan standar SNI-7182-2015.

DAFTAR PUSTAKA

- Agung, G.F., M.R. Hanafie, dan P. Mardina. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Jurnal Konversi*. 2(1): 28-31.
- Alamu, O. J., Dehinbo, O., and Sulaiman, A. M. 2010. Production and Testing of Coconut Oil Biodiesel Fuel and Its Blend. *Leonardo Journal of Sciences*. ISSN 1583-0233: 95-104.
- Almeida, V.F., Garcia-Moreno, P.J., Guadix, A., and Guadix, E.M. 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.
- Amrulloh, H. 2014. Sintesis Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi Menggunakan Metode Sol-Gel dan Karakterisasinya. (Skripsi). Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Lampung.
- Aristiani, V. 2016. Perparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- Asthasari, U. R. 2008. Kajian Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Menggunakan Katalis Abu Tandan Kosong Sawit. (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Pertanian. Bogor.
- Aurebach, S., Carrado, K., and Dutta, P. 2003. *Handbook of Zeolite Science and Technology*. Marcel dekker Inc. New York.
- Baerlocher, Ch., L.B. McCusker, and D.H. Olson. 2007. *Atlas of Zeolite Framework Types 6th Ed.* Elsevier. Amsterdam.
- Bahri, S. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel. (Skripsi). Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang. Malang.

- Barrault, J., Y. Pouilloux, J. M. Clacens, C. Vanhove, and S. Bancquart. 2002. Catalysis and Fine Chemistry. *Catalysis Today*. 75: 177–181.
- Breck, D. W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley and Sons Inc. New York.
- BSN (Badan Standarisasi Nasional). 2015. *Mutu Biodiesel SNI 7182:2015*. Badan Standar Nasional. Jakarta.
- Byrappa, K. and Adschiri, M. 2007. *Handbook of Hydrothermal Technology*. Noyes Publications. USA.
- Cao, P., Dube, M.A., dan Tremblay, A.Y. 2008. High-purity Fatty Acid Methyl Ester Production From Canola, Soybean, Palm, and Yellow Grease Lipids by Means of a Membrane Reactor. *Biomass and Bioenergy*. 32(11): 1028-1036.
- Cao, P., Tremblay, A.Y., and Dube, M.A. 2009. Kinetics of Canola Oil Transesterification in a Membrane Reactor. *Ind. Eng. Chem. Res.* 48 (5): 2533–2541.
- Cao, P., Tremblay, A.Y., Dube, M.A., and Morse, K. 2007. Effect of Membrane Pore Size on the Performance of a Membrane Reactor for Biodiesel Production. *Ind. Eng. Chem. Res.* 46(1): 52–58.
- Cejka, J., Bekkum, H. V., Corma, A., and Schuth, F. 2007. Introduction to Zeolite Science and Practice 3rd Revised Edition. *Studies in Surface Science and Catalysis*. 168: 39 - 103.
- Chemistry S. 2001. International Union of Pure and Applied Chemistry Division of Physical Chemistry Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units Appendix Ii. *Pure Appl Chem.* 51(5):1213–1218.
- Chantara, S., Leungnareuemitchai, A., and Jai-In, S. 2012. Biodiesel Production From Palm Oil Using Heterogeneous Base Catalyst. *International Journal and Biological Engineering*. 6: 230-235.
- Corregidor, P.F., Acosta, D.E., and Destefanis, H.A. 2014. Green Synthesis of ZSM-5 Zeolite Prepared by Hydrothermal Treatment of Perlite Effect of Chemical Composition and Characterization of the Product. *Science of Advanced Materials*. 6: 1203-1214.

- Cundy, S. C. and Cox, A.P. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism. *Microporous and Mesoporous materials*. 82(1-2): 1-78.
- Daifullah, A., Girgis, A. M., and Gad, B. S. 2003. Utilization of Agro-Residues Rice Husk in Small Waste Water Treatment Plans. *Material Letters*. 57(11): 1723-1731.
- David, G. W. 2005. *Analisis Farmasi, Edisi Kedua*. EGC. Jakarta.
- Demirbas , A. 1998. Fuel Properties and Calculation of Higher Heating Values of Vegetable Oils. *Fuel*. 77(9): 17–20.
- Destianna, Mescha. 2007. *Intensifikasi Proses Produksi Biodiesel*. LKIM ITB. Bandung.
- Dirdianti. 2011. Pabrik Alumunium Florida dari Alumunium Hidroksida dan Asam Fluosilika dengan Proses Basah. (Skripsi). Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Dube, M.A., Tremblay, A.Y., and Liu, J. 2007. Biodiesel Production Using a Membrane Reactor. *Bioresource Technology*. 98(3): 639–647.
- Endalew, A. K., Kiros, Y., and Zanzi, R. 2011. Heterogeneous Catalysis for Biodiesel Production from Jatropha Curcas Oil (JCO). *Energy*. 36(5): 2693 - 2700.
- Evans, K.A. 1993. *Properties and Uses of Aluminium Oxides and Aluminium Hydroxides*. Blackie Academic and Profesional. New York.
- Fadilah, U. 2016. Pengolahan Kaleng Aluminium Bekas Menjadi Aluminosilikat Berbasis Silika Sekam Padi Dengan Metode Elektrokimia Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Biji Karet. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Freedman, B., Pryde. E. H., and Mounts. T. L. 1984. Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 61(10): 1638 - 1643.
- Fumin, Z and Jun, W.2006. Catalytic Performance of Heteropoly Compounds Supported on Dealuminated Ultra Stable Y Zeolite for Liquid Phase Esterification. *Science in China Series B Chemistry*. China. 49(2): 140-147.

- Goswani, A., Singh, A. K., and Venkataramani. 2003. 8-Hydroxyquinoline Anchored to Silica Gel Via New Moderate Size Linker: Synthesis and Applications as A Metal Ion Collector for their Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination. *Talanta*. 60(6): 1141-1154.
- Guerreiro, L., Castanheiro, J.E., Fonseca, I.M., Martin-Aranda R.M., Ramos, A.M., and Vital, J. 2006. Transesterification of Soybean Oil Over Sulfonic Acid Functionalised Polymeric Membranes. *Catalysis Today*. 188: 166–171.
- Guerrero, Adrian Ortega., and Gerardo, Carrasco Nunez. 2014. Environmental Occurrence, Origin, Physical and Geochemical Properties, and Carcinogenic Potential of Erionite Near San Miguel de Allende, Mexico. *Journal of the Society for Environmental Geochemistry and Health*. 36:517–529.
- Haag, W. O., Lago, R. M., and Weisz, P. B. 1984. The Active Site of Acidic Aluminosilicate Catalysts. *Nature*. 309: 589 - 591.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification*. University of Technology Malaysia. Kuala Lumpur.
- Handayani, E. 2009. Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan Sebagai Matriks Biopolimer. (Tesis). Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Hartanto, D., Iqbal, M. R., Shahbihi, W. E., Fansuri, H., and Iryani, A. 2017. Effect of H₂O/SiO₂ Molar Ratio on Direct Synthesis of ZSM-5 from Bangka's Kaolin Without Pretreatment. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Science*. 13(4): 20-30.
- Hartanto, D., Yuan, L. S., Sari, S. M., Sugiarto, D., Murwani, I. K., Ersam, T., Prasetyoko, D., and Nur, H. 2016. Can Kaolin Function As Source of Alumina in The Synthesis of ZSM-5 Without an Organic Template Using A Seeding Technique. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Science*. 12(2): 85-90.
- Hartati, Widati, A.A., Purwaningsih, A., Kristanti, A.N., and Oktavia, A.N. 2017. Organic Template Free Hierarchical ZSM-5 Prepared by Desilication. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 52(6): 1145-1149.
- Hartati, Widawati, A.A., Kristanti, A.N., Purwaningsih, A., and Alfiani. 2017. Organic Template Free Synthesis of ZSM-5 from Calcinated Indonesian Kaolin. *AIP Publishing*. 1888: 1-6.

- Horiba. 2017. *A Guidebook to Particle Size Analysis*. Horiba Instruments Inc. Irvine, USA.
- Hou, C. T., and Jei-Fu, S. 2008. *Biocatalysis and Bioenergy*. John Wiley and Sons INC Publication. USA.
- Hsin, Tse-Ming., Chen, S., and Guo, E. 2010. Calcium Containing Silicate Mixed Oxide- Based Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *Topics Catalyst*. 53: 746-754.
- Iliyas, A., and Al-Khattaf, S. 2004. Xylene Transformation over USY Zeolite: an Experimental Kinetic Study. *Applied Catalysis A*. 269(1-2): 225-236.
- Isernia, Luis Fioravanti. 2013. FTIR Study of the Relation, between Extra-framework Aluminum Species and the Adsorbed Molecular Water, and its Effect on the Acidity in ZSM-5 Steamed Zeolite. *Material Research*. 16(4): 792-802.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya*. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Jannah, R. 2008. Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Pagar dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$. (Skripsi). Universitas Indonesia. Jakarta.
- Kalapathy, U., Proctor, A., and Schultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Husk Ash. *Biology Technology*. 85(3): 257
- Kansedo, J., Lee, K. T., and Bhatia, S. 2009. Biodiesel Production From Palm Oil Via Heterogeneous Transesterification. *Biomass and Bioenergy*. 33(2): 271-276.
- Karnjanakom, S., Kongparakul, S., Chaiya, C., Reubroycharoen, P., Guan, G., and Samart, C. 2016. Biodiesel Production from Hevea Brasiliensis Oil Using SO_3H -MCM-41 Catalyst. *Journal of Environment Chemistry and Engineering*. 4(1): 47-55.
- Kim, S.K., Noh, S.H., Seong, K.Y., Kim, W.J. 2014. Compositional and Kinetic Study on the Rapid Crystallization of ZSM-5 in the Absence of Organic Template Under Stirring. *Microporous and Mesoporous Materials*. 72: 185-192.
- Knothe, G. 2006. Analyzing Biodiesel: Standards and Other Methods. *Journal of The American Oil Chemists Society*. 43(10): 823 – 833.

- Knothe, G., J.H.V. Gerpen, and J. Krahl. 2005. *The Biodiesel Handbook*. AOCS Press. Champaign.
- Koh, G., and Ghazi, I.M. 2011. A Review of Biodiesel Production From (*Jatropha Curcas L*). *Oil. Renew. Sustain. Energy. Rev.* 15: 2240–2251.
- Koningsveld, H., Jansen, J.C., and Bekkum, H. 1990. The monoclinic Framework Structure of Zeolite H-ZSM-5 Comparison with the Orthorhombic Framework of as Synthesized ZSM-5. *Butterworth Publishers.* 10: 235-242.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucita, A., Soetaredjo, F. E., and Ismadji, S. 2013. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Esterification of Palm Oil. *Applied Clay Science.* 74: 121–126.
- Lampung dalam Angka. 2017. Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung. 141.
- Leofanti, G., G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, and , A. Zecchina. 1997. Catalyst Characterization: Application. *Catalysis Today.* 34(3-4): 329- 352.
- Leung, D. Y. C. and Guo, Y. 2006. Transesterification of Neat and Used Frying Oil: Optimization for Biodiesel Production. *Fuel Processing Technology.* 87: 883-890.
- Liu, Z., Shi, C., Wu, D., He, S., and Ren, B. 2016. A Simple Method of Preparation of High Silica Zeolite Y and Its Performance in the Catalytic Cracking of Cumen. *Journal of Nanotechnology.*
<http://dx.doi.org/10.1155/2016/1486107>.
- Maddikeri, G.L., Pandit, A.B., and Gogate, P.R. 2012. Intensification Approaches for Biodiesel Synthesis from Waste Cooking Oil: A Review. *Ind Eng Chem Res.* 51(45): 14610–14628.
- Mao, Y., Zhou, Y., Wen, H., Xie, J., Zhang, W., and Wang, J. 2014. Morphology-Controlled Synthesis of Large Mordenite Crystals. *New J. Chem.* 38: 3295—3301.
- McLafferty. 1988. *Interpretasi Spektra Massa*. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Meliyana, L. 2015. Preparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.

- Mockovciakova , A., M. Matik., Z. Orolinova ., P. Hudec, and E. Kmecova. 2007. Structural Characteristics of Modified Natural Zeolite. *Journal Porous Mater.* DOI 10.1007 10934-007-9133-3.
- Mootabadi, H., Salamatinia, B., Bhatia, S., Abdullah, A.Z. 2010. Ultrasonic-Assisted Biodiesel Production Process from Palm Oil Using Alkaline Earth Metal Oxides as The Heterogeneous Catalysts. *Fuel.* 89: 1818–25.
- Mostafa, R.A., Sherouk M.I., Sobhy, M.Y., Mohamed, E.E., Ahmed A.A. 2019. Synthesis of Na⁺ Trapped Bentonite/Zeolite-P Composite as A Novel Catalyst for Effective Production of Biodiesel from Palm Oil; Effect of Ultrasonic Irradiation. *Energy Conversion and Management.* 196 : 739–750
- Nugrahaningtyas, K.D., Trisunaryanti, W., Triyono, Nuryono, Widjonarko, D.M., Yusnani, A., dan Mulyani. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Logam Tak Tersulfidasi : Ni/USY dan NiMo/Us. *Indonesian Journal of Chemistry.* 9(2): 177-183.
- Oktaviani, Y. dan Mutaqqin A. 2015. Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Konduktivitas Listrik Zeolit Sintesis dari Abu Dasar Batu Bara dengan Metode Alkali Hidrotermal. *Jurnal Fisika Unand.* 4(4): 358-364.
- Pan, Feng; Lu, X., Wang, Y., Chen, S., Wang, T., and Yan, Yan. 2014. Organic Template-Free Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Coal-Series Kaolinite. *Materials Letters.* 115: 5-8.
- Pandiangan , K.D., Arief, S., Jamarun, N., and Simanjuntak, W. 2016. Synthesis of Zeolite-X from Rice Husk Silica and Aluminum Metal as a Catalyst for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Materials and Environmental Sciences.* 8(5): 1797-1802.
- Pandiangan , K.D., Simanjuntak, W., Rilyanti, M., Jamarun, N., and Arief, S. 2017. Influence of Kinetic Variables on Rubber Seed Oil Transesterification Using Bifunctional Catalyst CaO-MgO/SiO₂. *Oriental Journal of Chemistry.* 33(6): 2891-2898.
- Pandiangan, K. D. and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil Using Dimethyl Carbonate and TiO₂/SiO₂ Heterogeneous Catalyst. *Indonesian Journal of Chemistry.* 13(1): 47-52.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Suka, I. G., dan Novesar, J. 2009. *Metode Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.* Lembaga Penelitian Universitas Lampung. Lampung. P00200900776.

- Pangesti, G. G. 2016. Transesterifikasi Minyak Biji Jarak Pagar Menggunakan Katalis CaO/SiO_2 Berbasis Silika Sekam Padi. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Park, Sungsik., Biligetu, T., Wang, Y., Nishitoba, T., Kondo, T.N, and Yokoi, T. 2017. Acidic and Catalytic Properties of ZSM-5 Zeolites with Different Al Distributions. *Catalysis Today*. 303: 64-70.
- Pasaribu, K.A., 2011. Efek Komposisi Zeolit-Serbuk Kayu dan Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Dalam Pembuatan Keramik Berpori Dengan Menggunakan PVA Sebagai Perikat. (Skripsi). Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Prakoso, Tirto. 2003. *Potensi Biodiesel Indonesia*. Departemen Teknik Kimia ITB. Bandung.
- Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto, D., and Ramli, Z. 2012. Phase Transformation of Rice Husk Ash in The Synthesis of ZSM-5 Without Template Organic. *Journal of Mathematical and Fundamental Science*. 44(3): 250-262.
- Pratiwi, E. 2015. Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Buah Ketapang Dengan Metode Reactive Extraction. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- Proscanu, R., Ganes, 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.
- Rahman, M.M., Hasnida, N, dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silika Source. *Journal of Scientific Research*. 1(2): 285-291.
- Rawle, A. 2010. *Basic Principles of Particle Size Analysis – Technical Paper of Malvern Instruments*. Worcesstershire. United Kingdom.
- Renata, M.O. 2016. Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan Bantuan Gelombang Mikro. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Rismang., Syamsidar, H.S., dan Kurnia, R. 2017. Sintesis Zeolit dari Abu Layang dengan Metode Hidrotermal dan Uji Adsorptivitas Terhadap Logam Timbal (Pb). *Al-Kimia*. 5(2): 127-135.

- Rochat, W., Siritanon, T., Yoosuk, B., Sudyoasuk, T., and Promarak, V. 2017. Rubber Seed Oil as Potential Non-edible Feedstock for Biodiesel Production Using Heterogeneous Catalyst in Thailand. *Renewable Energy*. 101: 937-944.
- Samsudin, A., Heru, S., Sugeng, W., Agus, P., and Ratna, B. 2009. A Facile Method for Production of High Purity Silica Xerogel from Bagasse Ash. *Advanced Power Technology*. 20: 468-472.
- Saputra., R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Jurnal Hibah Bersaing*. Jakarta.
- Sari, Ariza. 2007. Proses Pembuatan Biodiesel Minyak Jarak Pagar (*Jathropus curcas L*) dengan Transesterifikasi Satu dan Dua Tahap. (Skripsi). Teknologi Pertanian IPB. Bogor.
- Schmidt, Joel E., Xie, D., and Davis, Mark. 2015. High-Silica, Zeulandite-type Zeolites Prepared by Direct Synthesis and Topotactic Condensation. *Journal of Materials Chemistry A*. 6: 1728–1734.
- Schubert, U., and N. Husing. 2000. *Synthesis of Inorganic Material*. Wiley-VCH. Federal Republik of Germany.
- Seddigi, Z. S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetonelacetone, TPD Ammonia and FTIR of Adsorbed Pyridine. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 27: 149 - 156.
- Setiadi dan A. Pertiwi. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi senyawa ABE menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS*. ISSN 0216-4183: 1-4.
- Setyawan, P. H. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit. *Jurnal Ilmu Dasar*. 3: 103 – 109.
- Shirazi, L., Jamshidi, E., and Ghasemi, M. R., 2008, The Effect of Si/Al Ratio of ZSM-5 Zeolite on Its Morphology, Acidity and Crystal Size. *Cryst. Res. Technol.* 42(12): 1300–1306.
- Simanjuntak, W. and S. Sembiring. 2016. The Use of Liquid Smoke as a Substitute for Nitric Acid for Extraction of Amorphous silica from Rice husk through Sol-Gel Route. *Oriental Journal of Chemistry*. 39(4): 1-7.

- Simanjuntak, W., S. Sembiring, P. Manurung, R.T.M. Situmeang, and I.M. Low. 2013. Characteristic of Aluminosilicates Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Metal. *Ceramics International*. 39: 9369-9375.
- Sitorus, T. K. 2009. Pengaruh Penambahan Silika Amorf dari Sekam Padi Terhadap Sifat Mekanis dan Sifat Fisis Mortar. (Skripsi). Department fisika FMIPA Universitas Sumatera Utara. Sumatera Utara.
- Smallman, R. E., dan Bishop, R. J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta.
- Sparkman, O.D., Penton, Z.E. and Kitson, F.G. 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry : A Practical Guide, Second Edition*. Academic Press. Oxford.
- Sriatun, Taslimah, Erwin, N.C., dan Fuguh D.S. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y. *Journal of Scientific and Applied Chemistry*. 20(1): 19-24.
- Subagjo. 1993. *Zeolit Struktur dan Sifat-sifatnya*. Warta Insinyur Kimia. Jakarta.
- Suka, I. G., W. Simanjuntak. S. Sembiring, dan E. Trisnawati. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA*. 37(1): 47-52.
- Susanti, L. 2015. Pengembangan Zeolit Sintetik Berbasis Silika Sekam Padi Secara Elektrokimia Sebagai Katalis Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- Sutarti, M. 2014. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi LIPI. Jakarta.
- Syah, A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. Agro Media Pustaka. Jakarta.
- Syani, F. 2014. Sintesis Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi Dengan Metode Elektrokimia Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- Syani, F. 2017. Pengolahan Campuran Bagas Tebu dan Minyak Biji Karet Menjadi Liquid Fuel Secara Pirolisis Menggunakan Zeolit Sintetik Sebagai Katalis. (Tesis). Universitas Lampung. Lampung.
- Tao, W., Gui-mei, Y., Sheng-li, C., Yang, X., and Shu-juan, L. 2017. Synthesis of ZSM-5 and Its Application in Butylene Catalytic Cracking. *J. Fuel Chem Technol*. 45(2): 182-188.

- Tomiyama, S., R. Takahashi, S. Sato, T. Sodesawa, and S. Yoshida. 2003. Preparation of Ni/SiO₂ Catalyst with High Thermal Stability for CO₂ reforming of CH₄. *Journal of Applied Catalyst A: General*. 241: 349-361.
- Trivana, L., Sugiarti, S., dan Rohaeti, E. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na₂SiO₃) dari Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan*. 7(2): 66-75.
- Velasquez, J. M., Jhun, K. S., Bugay, B., Razon, L. F., and Tan, R. R. 2009. Investigation of Process Yield In The Transesterification Of Coconut Oil With Heterogeneous Calcium Oxide Catalyst. *Journal The Institution of Engineers*. 70(4): 19-24.
- Wang, L.L., W. Ding, Y.W. Liu, W.P. Fang, and Y.Q. Yang. 2010. Effect of Preparation Methods of Aluminum Emulsions on Catalytic Performance of Copper-Based Catalysts for Methanol Synthesis From Syngas. *Journal of Natural Gas Chemistry*. 19(5): 487-492.
- Wang, Y. Y. and Chen, B. H. 2016. High-Silica Zeolite Beta as A Heterogeneous Catalyst in Transesterification of Triolein for Biodiesel Production. *Catalysis Today*. 278(2): 335-343.
- Wenten, I.G. Nabu, E.B.P., Nugroho, H. 2009. *Pengembangan Teknologi Membran untuk Pemekatan dan Pengutipan Komponen Minor dari Metil Ester Minyak Sawit*. LPPM ITB. Bandung.
- Widowati, S. 2001. Pemanfaatan Hasil Samping Penggilingan Padi dalam Menunjang Sistem Agroindustri di Pedesaan. *Buletin Agrobio*. 4(1): 33-38.
- Wu, Y., Ren, X., & Wang, J. (2008). Effect of Microwave-Assisted Aging on the Static Hydrothermal Synthesis of Zeolite MCM-22. *Microporous and Mesoporous Materials*. 116(1): 386–393.
- Wustoni, S., Mukti, R. R., Wahyudi, A., dan Ismunandar. 2011. Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia. *Jurnal Matematika dan Sains*. 16(3): 158 - 160.
- 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 Catalyst*. 32: 1702-1711.
- 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. Singapore.

- Yang, L., Liu, Z., Liu, Zhi., Peng, W., Liu, Y., and Liu, C. 2017. Correlation Between H-ZSM-5 Crystal Size and Catalytic Performance in The Methanol to Aromatics Reaction. *Chinese Journal of Catalysis*. 38: 683-690.
- Yanti, Yuli. 2009. Sintesis Zeolit A dan Zeolit Karbon Aktif dari Abu Dasar PLTU Paiton dengan Metode Peleburan. (Skripsi). Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Yuanita, D. 2009. Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat menjadi Stearil Alkohol Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Alam. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. UNY. Yogyakarta.
- Zahrina., A. Yelmida., dan Akbar, F. 2011. Sintesis ZSM-5 dari Fly Ash Sawit sebagai Sumber Silika dengan Variasi Nisbah Molar Si/Al dan Temperatur Sintesis. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 9(2): 94-99.
- 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. *Material Research*. 46: 894–900.
- Zhou, W. Z., Yu, F.J., Greer, H.F., Jiang, Z., and Edwards, P.P. 2012. Electron Microscopic Studies of Growth of Nanoscale Catalysts and Soot Particles in a Candle Flame. *Appl Petrochem Res*. 2:15–21.
- Zhu, H., Chen, Z., Zhhang, Y., Duan, P., Liu, S., and Mao, Z. 2006. Preparation of Biodiesel Catalyzed by Solid Super Base of Calcium Oxide and Its Refining Process. *Chinese Journal of Catalysis*. 27(5): 391-396.
- Zhu, M., He, B., Shi, W., Feng, Y., Ding, J., Li, J., and Zeng, F. 2010. Preparation and Characterization of PSSA/PVA Catalytic Membrane for Biodiesel Production. *Fuel*. 89(9): 2299-2304.