

**SINTESIS ZEOLIT-X SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL DAN OPTIMASI
PENGOLAHANNYA DENGAN PENERAPAN *RESPONSE SURFACE
METHODOLOGY* (RSM)**

(Tesis)

Diska Indah Alista
2127011014



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

SINTESIS ZEOLIT-X SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL DAN OPTIMASI PENGOLAHANNYA DENGAN PENERAPAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* (RSM)

Oleh

Diska Indah Alista

Pada penelitian ini, zeolit-X disintesis menggunakan metode hidrotermal memanfaatkan sekam padi sebagai bahan baku silika dan aluminium foil *food-grade* sebagai sumber alumina. Hasil karakterisasi terhadap zeolit-X dengan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan puncak khas 2θ yang dimiliki zeolit-X memiliki kecocokan dengan data *International Zeolite Association* (IZA). Morfologi permukaan yang diamati dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) zeolit-X memiliki bentuk oktahedral. Rata-rata jari zeolit-X < 2 nm, dengan luas permukaan spesifik sebesar $533,798 \text{ m}^2/\text{g}$ dari hasil karakterisasi *Brunner Emmet Teller* (BET). Karakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) diperoleh distribusi rata-rata partikel zeolit-X sebesar $1,463 \mu\text{m}$. Zeolit-X yang telah dikonfirmasi selanjutnya diaplikasikan sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. Kondisi optimum reaksi transesterifikasi diperoleh dengan rancangan *Design of Experiment* (DoE) menggunakan *3-level-factorial design*. Plot 3D diperoleh berdasarkan teknik pemodelan regresi dengan metode RSM. Dari tiga variabel yang diuji, memiliki pengaruh yang signifikan terhadap produk biodiesel. Kondisi optimum reaksi transesterifikasi diperoleh pada penggunaan 10% katalis, nisbah metanol terhadap minyak 6:1, reaksi dilakukan selama 5 jam pada suhu $70 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan tingkat konversi minyak sebesar 69,97%. Kondisi optimum reaksi dari model dilakukan validasi melalui percobaan, didapatkan konversi minyak sebesar 72% yang selanjutnya dianalisis dengan teknik GC-MS. Hasil pengukuran diidentifikasi didapatkan empat jenis senyawa metil ester dengan metil oleat sebagai komponen utama penyusun biodiesel minyak kelapa sawit.

Kata kunci: zeolit-x, hidrotermal, transesterifikasi, RSM, biodiesel.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF ZEOLITE-X AS A CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL INTO BIODIESEL AND OPTIMIZATION OF ITS PROCESSING BY APPLICATION OF THE RESPONSE SURFACE METHODOLOGY (RSM)

By

Diska Indah Alista

In this study, zeolite-X synthesized using hydrothermal method utilizing rice husk as raw material for silica and food-grade aluminium foil as a source of alumina. The results of the characterization of zeolite-X with the X-Ray Diffraction (XRD) instrument show the typical 2θ peak of zeolite-X matches with the International Zeolite Association (IZA) data. The surface morphology observed with the Scanning Electron Microscope (SEM) of zeolite-X has an octahedral shape. The average pore radius of zeolite-X was <2 nm, with a specific surface area of 533.798 m²/g carried out from Brunneur Emmet Teller (BET). Characterization using the Particle Size Analyzer (PSA) obtained an average distribution of zeolite-X particles of 1.463 μ m. Zeolite-X then applied as a catalyst for the transesterification reaction of palm oil with methanol. The optimum conditions for the transesterification reaction obtained using the Design of Experiment (DoE) using a 3-level-factorial design. The 3D plot is obtained build upon the regression modelling technique with the RSM method. Of the three variables tested, represent significant effect on the biodiesel product. The ideal conditions for the transesterification reactions obtained used 10% catalyst, the ratio of methanol to oil was 6:1, the reactions carried out for 5 hours at 70 °C with an oil conversion rate of 69.97%. The ideal reaction conditions of the model previously validated through experiments, an oil conversion of 72% obtained, then analysed using the GC-MS technique. The measurement results identified four types of methyl ester compounds with methyl oleate as the main component of palm oil biodiesel.

Keywords: zeolite-x, hydrothermal, transesterification, RSM, biodiesel

**SINTESIS ZEOLIT-X SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL DAN OPTIMASI
PENGOLAHANNYA DENGAN PENERAPAN *RESPONSE SURFACE
METHODOLOGY* (RSM)**

Oleh
Diska Indah Alista

Tesis

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
MAGISTER SAINS**

**Pada
Program Pascasarjana Magister Kimia
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

Judul : **SINTESIS ZEOLIT-X SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA
SAWIT MENJADI BIODIESEL DAN
OPTIMASI PENGOLAHANNYA DENGAN
PENERAPAN *RESPONSE SURFACE
METHODOLOGY* (RSM)**

Nama Mahasiswa : **Diska Indah Alista**

Nomor Pokok Mahasiswa : **2127011014**


Program Studi : **Magister Kimia**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

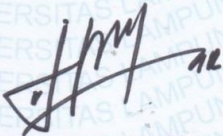


1. Komisi Pembimbing

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

 **Dr. Khoirin Nisa, S.Si., M.Si.** NIP. 19740726 200003 2 001

2. Ketua Program Studi Magister Kimia

 **Dr. Nurhasanah, M.Si.** NIP. 19741211 199802 2 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.**

Sekretaris : **Dr. Khoirin Nisa, S.Si., M.Si.**

Penguji Bukan Pembimbing

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

Anggota : **Dr. Zipora Sembiring M.Si.**

Anggota : **Dr. Dian Herasari, S.Si., M.Si.**

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Ing. Heri Satria, M.Si.
NIP. 19711001 200501 1 002

3. Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.
NIP. 19640326 198902 1 001

Tanggal Lulus Ujian Tesis: **07 Agustus 2023**

PERNYATAAN


Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa:

1. Tesis dengan judul “Sintesis Zeolit-X Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel Dan Optimasi Pengolahannya Dengan Penerapan *Response Surface Methodology* (RSM)” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai tata etika ilmuwan yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiarism.
2. Hak intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan kepada Universitas Lampung.

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

Bandar Lampung, 14 Agustus 2023
Pembuat Pernyataan,




Diska Indah Alista
NPM. 2127011014

RIWAYAT HIDUP



Diska Indah Alista, anak pertama dari Bapak Suprih Hadi dan Ibu Tri Suprianti. Penulis memulai pendidikannya di Taman Kanak-Kanak Dharma Wanita, Kecamatan Way Serdang, Kabupaten Mesuji, kemudian melanjutkan sekolah dasar di SD Negeri 3 Hadimulyo, Kecamatan Way Serdang, Kabupaten Mesuji dan lulus pada tahun 2009. Selanjutnya menempuh sekolah menengah pertama di SMP Negeri 5 Banjar Agung, Desa Dwi Warga Tunggal Jaya, Kecamatan Banjar Agung, Kabupaten Tulang Bawang dan lulus pada tahun 2012. Pada tahun 2015 penulis menyelesaikan Pendidikan sekolah menengah akhir di SMA Negeri 2 Menggala, Kampung Tiuh Tohou, Menggala, Kabupaten Tulang Bawang dengan predikat lulusan terbaik 2 program IPA. Pada tahun yang sama, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN.

Penulis mendapatkan gelar Sarjana sains pada 9 Februari 2021, selanjutnya penulis mendapatkan Beasiswa PPS Pascasarjana Unila dan melanjutkan studinya sebagai mahasiswa Magister Kimia pada bulan September 2021. Selain belajar di bangku kuliah, penulis juga aktif menjadi Asisten Praktikum Kimia Dasar,

Asisten Praktikum Kimia Fisik, dan menjadi Tutor dalam beberapa mata kuliah di jurusan Kimia Universitas Lampung.

Selama menempuh Pendidikan sebagai mahasiswa Magister Kimia, penulis juga banyak mengikuti kegiatan Seminar baik dalam tingkat Nasional maupun Internasional. Pada bulan Oktober tahun 2021, penulis berkesempatan menjadi Presenter dalam kegiatan the 11th *International Conference on Green Technology* 2021. Pada bulan September 2022, penulis berpartisipasi menjadi panitia dalam kegiatan the 4th *International Conference on Applied Sciences, Mathematics, and Informatics* (ICASMI). Selanjutnya pada bulan Oktober 2022, penulis mendapatkan kesempatan menjadi Presenter dan mendapatkan penghargaan sebagai *Best Presenter* dalam kegiatan the 12th *International Conference on Green Technology*. Kemudian pada bulan November tahun 2022, penulis berkesempatan mengikuti Seminar Nasional Ilmu Lingkungan (SNaIL) ke-3 sebagai Presenter.

MOTTO

“If you feel you’re losing everything, remember that trees lose their leaves every day and still stand tall and wait for better days come”

(Diska Indah Alista)

“A winner is someone who gets up one more time when he is knocked down”

(Kim Hanbin)

“Don’t be afraid to start over again. This time you’re not starting from scatch, you’re starting from experience”

(Eggs Burke)

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”

(QSAI-Insyirah (94): 6)

“Everyone has their own time, and everyone has a different time to find happiness or success. Don’t be too hard on yourself, if you wait a little longer, then a lot of good things will come to you”

(Hwang In Yeop)



Dengan mengucap Alhamdulillahil'alamin,
Puji syukur kepada Allah SWT atas limpahan karunia-Nya, kupersembahkan
karya ini sebagai wujud bakti dan tanggung jawabku kepada:

Diriku,

Kedua orang tuaku,
Ayah Suprih Hadi dan Ibu Tri Suprianti.

Adik-adikku,
Vista Indah Olista, Alm. Rera Tri Sandi Ulista, dan R Ulista

Pembimbing penelitian:
Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.
Dr. Khoirin Nisa, S.Si., M.Si.
Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

Bapak, Ibu Dosen Jurusan Kimia
Atas dedikasi ilmu yang telah diberikan selama saya menempuh Pendidikan di
kampus.

Serta,

Almamater Tercinta.

SANWACANA

Puji Syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberikan segala rahmat, karunia, nikmat, dan kasih sayang-Nya. Shalawat serta salam teruntuk Nabi Muhammad SAW beserta para sahabat, keluarga.

Tesis dengan judul “**SINTESIS ZEOLIT-X SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENJADI BIODIESEL DAN OPTIMASI PENGOLAHANNYA DENGAN PENERAPAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY (RSM)***” disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapat gelar Magister Sains pada Program Pascasarjana Magister Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si. selaku pembimbing pertama atas segala bimbingan, perhatian, kesabaran, kebaikan, semangat, motivasi, nasihat, dan saran, serta ilmu yang sangat bermanfaat bagi penulis sehingga dapat menyelesaikan penulisan tesis ini dengan baik.
2. Dr. Khoirin Nisa, S.Si., M.Si. selaku pembimbing kedua atas segala bimbingan, bantuan, saran, dan seluruh kebaikannya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis ini.
3. Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D., Dr. Zipora Sembiring, M.S., dan Dr. Dian Herasari, M.Si. selaku Penguji atas saran, arahan, bimbingan, kebaikan, kesabaran, dan bekal ilmu yang telah diberikan kepada penulis.

4. Kementerian Pendidikan, Kebudayaan, Riset, Dan Teknologi atas pendanaan Hibah Penelitian Dasar 2022, dengan Nomor Kontrak 2147/UN26.21/PN/2022.
5. Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung atas fasilitas pengujian yang diberikan.
6. Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas pengalaman dan seluruh ilmu yang telah diberikan kepada penulis selama mengikuti perkuliahan di kampus.
8. Dengan segala rasa sayang dan ketulusan, terimakasih kepada kedua orang tuaku yang memberikan segenap jiwa dan raga memberikan restu dan dukungan kepadaku tanpa henti. Terimakasih atas kesabaran yang tiada habisnya membimbingku, semoga Ayah dan Ibu selalu dalam lindungan Allah SWT dan hidup dalam keberkahan-Nya, *Aamiin Allahuma Aamiin*.
9. Teman-teman *second account*, Widya, Dita, Tias, Pipit, Tiza, dan Irena yang senantiasa tak henti-hentinya mengingatkan, menguatkan, dan memberi dukungan kepada penulis agar dapat menyelesaikan tesis ini dengan baik.
10. Partner penelitian, Erika Noviana, Selvia Anggraini Hasan, Nugraha Bramanthio, dan Rangga Nanda Putra yang selalu memberi bantuan, dukungan, kepedulian, kebahagiaan, dan canda tawa yang menghiasi perjalanan penelitian penulis.
11. Seluruh member TREASURE yang telah menjadi inspirasi dan kekuatan selama penulis menyelesaikan penulisan tesis ini. Semoga penulis diberi kesempatan untuk segera bertemu dengan semua member suatu saat nanti.
12. Keluarga polimer (*On the way season*) yang telah mengisi, menghiasi hari-hari penelitian di Laboratorium Polimer dengan banyak gelak tawa dan pengalaman yang tak terlupakan. Terimakasih untuk 2 semester kebersamaan kita, semoga Allah SWT selalu melindungi kita semua.
13. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan tesis ini. Atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allah SWT. Membalasnya dengan pahal yang berlipat-lipat ganda, *Aamiin*.

Penulis menyadari bahwa tesis ini masih terdapat kekurangan, namun penulis berharap tesis ini dapat bermanfaat dan berguna bagi rekan-rekan khususnya mahasiswa kimia dan pembaca pada umumnya.

Bandar Lampung, 07 Agustus 2023

Diska Indah Alista

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Hipotesis	4
1.4 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Bahan Bakar Cair Terbarukan	6
2.2 Biodiesel	7
2.3 Transesterifikasi.....	8
2.4 Minyak Kelapa Sawit	11
2.5 Penggunaan Katalis	12
2.6 Zeolit.....	13
2.7 Zeolit-X.....	14
2.8 Karakterisasi Zeolit.....	16
2.8.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	16
2.8.2 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	18
2.8.3 <i>Brunauer-Emmett-Teller (BET)</i>	20
2.8.4 <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	24
2.9 Analisis Biodiesel	25
2.9.1 Analisis Komposisi Biodiesel dengan <i>Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)</i>	25
2.9.2 Titik Nyala (<i>flash point</i>)	27
2.9.3 Densitas.....	27
2.9.4 Viskositas.....	28
2.10 <i>Response Surface Methodology (RSM)</i>	28
2.11 <i>Analysis of Varians (ANOVA)</i>	32
III. METODE PENELITIAN	35
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	35
3.2 Alat dan Bahan	35
3.2.1 Alat–Alat yang Digunakan	35

3.2.2	Bahan–Bahan yang Digunakan.....	36
3.3	Prosedur Kerja	36
3.3.1	Ekstraksi Silika Sekam Padi	36
3.3.2	Sintesis Zeolit X.....	37
3.4	Karakterisasi Katalis Zeolit-X	37
3.5	Desain Eksperimen	38
3.6	Analisis Respon Menggunakan Metode RSM.....	41
3.7	Analisis Produk Transesterifikasi	42
3.7.1	Titik Nyala (<i>flash point</i>)	42
3.7.2	Densitas.....	42
3.7.3	Viskositas.....	43
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	45
4.1	Pengantar	45
4.2	Ekstraksi Silika Sekam Padi	46
4.3	Sintesis Zeolit-X	48
4.4	Hasil Karakterisasi Katalis Zeolit-X.....	50
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	50
4.4.2	<i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	52
4.4.3	<i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET)	53
4.4.4	<i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	55
4.5	Desain Eksperimental	57
4.5.1	Batas Bawah dan Batas Atas	57
4.5.2	Pemanfaatan Model Matematika untuk Percobaan Transesterifikasi	58
4.5.3	Hubungan Variabel Prediksi Terhadap Respon.....	60
4.6	Model Respon.....	61
4.6.1	ANOVA	61
4.6.2	Grafik 3D	63
4.6.3	Verifikasi Respon	65
4.7	Analisis <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	66
4.7.1	Uji Fisik Biodiesel Minyak Kelapa Sawit	68
V.	SIMPULAN DAN SARAN	69
5.1	Simpulan.....	69
5.2	Saran	70
	DAFTAR PUSTAKA	71
	LAMPIRAN	81

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi asam lemak dalam minyak kelapa sawit.....	12
2. Contoh beberapa jenis zeolit sintetik	13
3. Tabel <i>analysis of varians</i> (ANOVA)	33
4. Nilai batas atas dan bawah setiap parameter dalam reaksi transesterifikasi. ..	38
5. <i>Design of Experiment</i> (DOE)	39
6. Perbandingan data XRD zeolit-X eksperimental dengan standar IZA.	51
7. Sifat tekstur dari zeolit-X hasil sintesis.....	54
8. Kriteria optimasi reaksi transesterifikasi.	57
9. Hasil uji transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis zeolit-X.....	59
10. Koefesien regresi.....	60
11. Koefesien statistik	60
12. ANOVA untuk model kuadratik	62
13. Hasil validasi model pada kondisi optimum	65
14. Identifikasi senyawa dalam biodiesel minyak kelapa sawit.....	67
15. Hasil uji parameter fisik biodiesel minyak kelapa sawit.....	68

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi transesterifikasi	9
2. Tahap transesterifikasi trigliserida	9
3. Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa heterogen	10
4. Kerangka zeolit-X (<i>International Zeolite Association</i>)	15
5. Skema prinsip kerja XRD dengan contoh pola difraksi yang diperoleh	16
6. Diagram skematik komponen SEM	19
7. Morfologi a) zeolit-X <i>aging</i> 4 jam, b) zeolit-X <i>aging</i> 24 jam, Morfologi zeolit-X disintesis dengan waktu kristalinitas c) 48 jam, d) 72 jam.....	20
8. a) Distribusi ukuran pori zeolit-X hasil sintesis dengan plot <i>Barret Joyner Halenda</i> (BJH) desorpsi N ₂ fisisorpsi, b) Distribusi ukuran pori zeolit-X hasil sintesis dengan plot DFT fisisorpsi N ₂	21
9. Skema instrumen BET	23
10. Tipe klasifikasi terhadap kurva isoterm berdasarkan sifat isoterm adsorpsi IUPAC	24
11. Interaksi faktor dan pengaruhnya terhadap efisiensi proses produksi biodiesel dari lemak ayam menggunakan katalis berbahan dasar limbah kaca	29
12. Contoh kontur dari permukaan respon untuk kondisi optimum	31
13. Desain percobaan pada <i>software</i>	38
14. Pengisian respon pada desain percobaan.	39
15. Analisis data respon.	41
16. Tampilan <i>software</i> yang menyajikan hasil analisis data.....	41
17. Produk yang diperoleh pada tahapan ekstraksi silika dari sekam padi: a) sekam padi bersih; b) sekam padi berada dalam larutan NaOH 1,5%; c) hasil ekstraksi didiamkan selama 24 jam; d) sol silika hasil penyaringan ekstrak yang diendapkan menjadi gel silika; e) gel silika yang telah dicuci dengan air panas; f) silika sekam padi sebelum dihaluskan.	47
18. Bubuk silika hasil ekstraksi.....	47

19. Hasil yang diperoleh dari tahapan sintesis zeolit-X: a) larutan natrium silikat setelah pengadukan selama 3 jam, b) larutan natrium silikat setelah tahap penyaringan, c) campuran larutan natrium silikat dengan aluminium foil <i>food-grade</i> , d) proses <i>aging</i> sampel di dalam autoklaf selama 24 jam, e) hasil kristalisasi sebelum tahap pencucian, f) hasil zeolit setelah pencucian dan pengeringan dalam oven 100 °C selama 24 jam dan dihaluskan.	49
20. Zeolit-X setelah tahap kalsinasi.	49
21. Difraktogram zeolit-X hasil sintesis dengan standar IZA zeolit-X.....	51
22. Mikrograf zeolit-X hasil sintesis dengan perbesaran a)5.000x, b) 10.000x... 53	
23. Kurva isotherm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari zeolit-X hasil sintesis.....	54
24. Kurva BJH desorpsi dari zeolit-X hasil sintesis.....	55
25. Kurva distribusi ukuran partikel zeolit-X.	56
26. Plot respon permukaan menunjukkan interaksi pada variasi jumlah katalis dan nisbah metanol: minyak.	63
27. Plot respon permukaan menunjukkan interaksi pada variasi jumlah katalis dan waktu reaksi.	64
28. Plot respon permukaan menunjukkan interaksi pada variasi nisbah metanol: minyak dan waktu reaksi.	64
29. Plot a) probabilitas normal residu, dan b) data hasil prediksi terhadap sebenarnya.....	66
30. Kromatogram biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis zeolit-X.....	67

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan kebutuhan bahan bakar seiring dengan bertambahnya populasi dunia berakibat pada bertambahnya konsumsi bahan bakar minyak bumi. Di sisi lain, cadangan minyak bumi terus mengalami penurunan sehingga sulit memenuhi kebutuhan energi yang akan terus meningkat. Salah satu upaya yang dapat terus dikembangkan untuk mengatasi permasalahan tersebut yakni menggunakan bahan bakar alternatif yang dapat terus diperbaharui ketersediannya. Salah satu jenis bahan bakar alternatif yang menjanjikan dan berpotensi untuk terus dikembangkan adalah biodiesel (Chen *et al.*, 2015). Biodiesel memiliki beberapa kelebihan yakni, dapat diperbaharui, tidak beracun, dapat terurai secara alami, dan bersifat ramah lingkungan (Lee *et al.*, 2015).

Biodiesel dapat dihasilkan dari reaksi transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi melibatkan reaksi antara trigliserida dan alkohol rantai pendek, dengan bantuan suatu katalis. Katalis dibutuhkan dalam reaksi transesterifikasi untuk mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi. Katalis homogen dan katalis heterogen merupakan dua jenis katalis yang umum digunakan dalam reaksi transesterifikasi. Katalis homogen memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktan sehingga akan bercampur secara homogen dengan zat pereaksi. Selain itu katalis homogen bersifat korosif dan sulit dipisahkan dari produk yang terbentuk sehingga tidak dapat digunakan kembali. Contoh katalis homogen yang telah banyak dimanfaatkan dalam reaksi transesterifikasi yakni NaOH, KOH, H₂SO₄, dan HCl. Katalis heterogen memiliki fasa yang berbeda dari fasa reaktan,

sehingga mudah dipisahkan dari produk biodiesel. Penggunaan katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan yakni dapat digunakan kembali, tidak bersifat korosif, dan mudah didaur ulang sehingga bersifat ramah lingkungan. Beberapa contoh katalis heterogen adalah CaO, MgO, resin penukar ion, dan zeolit (Helwani *et al.*, 2020).

Zeolit menjadi salah satu jenis katalis heterogen yang banyak dikembangkan dan diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti proses katalitik (Rahman *and* Hayat, 2019), adsorpsi (Roshanfekar *and* Anbia, 2021), serta pertukaran ion (Al-Jubouri *and* Holmes, 2020). Zeolit dikelompokkan berdasarkan proses terbentuknya, yakni zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari bebatuan melalui berbagai perubahan yang terjadi di alam. Sedangkan zeolit sintetik terbentuk dari kombinasi komponen melalui reaksi kimia yang dilakukan di dalam laboratorium untuk mendapatkan karakteristik seperti struktur kristal, ukuran pori, serta struktur zeolit sesuai dengan yang diperlukan (Prodingler *and* Derewinski, 2020). Terdapat beberapa jenis zeolit sintetik yang telah dimanfaatkan sebagai suatu katalis, tiga di antaranya adalah zeolit-A, zeolit-Y (Pangesti *et al.*, 2021), dan zeolit-X (Bhandari *et al.*, 2015).

Zeolit-X merupakan zeolit sintetik yang telah dilaporkan memiliki aktivitas katalitik sebagai adsorben, penukar ion, dan juga sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi. Sebagai contoh zeolit-X telah dimanfaatkan sebagai adsorben dengan stabilitas yang tinggi dari tailing bauksit untuk proses penyerapan CO₂ (Qiang *et al.*, 2019). Febriyanti *et al* (2021) melaporkan pemanfaatan zeolit-X terprotonasi sebagai katalis dalam konversi pirolitik minyak sawit menjadi bahan bakar cair. Selain itu, Pandiangan *et al* (2017) melaporkan penggunaan zeolit-X sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi. Zeolit-X dapat disintesis dengan metode hidrotermal pada suhu rendah (100 °C) dan tekanan (*autogenous*) dalam kondisi basa (Qiang *et al.*, 2019). Qiang *et al* (2019) telah mengaplikasikan metode hidrotermal untuk mensintesis zeolit-X menggunakan sumber utama silika dari diatomit alam tingkat rendah. Pandiangan *et al* (2017) melaporkan proses

sintesis zeolit-X menggunakan metode hidrotermal dari bahan baku silika sekam padi.

Pada penelitian ini, zeolit-X disintesis dari silika sekam padi dan aluminium foil *food-grade* menggunakan metode hidrotermal seperti yang telah dilaporkan oleh Pandiangan *et al* (2017) dan Febriyanti *et al* (2021). Silika sekam padi telah banyak dimanfaatkan dalam pembuatan beberapa jenis zeolit sintetik, tiga diantaranya adalah zeolit-A (Pandiangan *et al.*, 2019), zeolit-Y (Pangesti *et al.*, 2021), dan ZSM-5 (Pandiangan *et al.*, 2021). Sekam padi mengandung 15-20% silika dengan kemurnian yang tinggi (93-95%) (Suka dkk, 2009). Aluminium foil *food-grade* berperan sebagai sumber alumina dalam proses sintesis zeolit-X. Aluminium foil *food-grade* dipilih karena memiliki kelarutan yang cukup tinggi dalam kondisi alkalis, dan mudah diperoleh dengan biaya relatif murah (Febriyanti *et al.*, 2021). Zeolit-X hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan metode *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Brunauer Emmett Teller* (BET), dan *Particle Size Analyzer* (PSA). Selanjutnya zeolit-X yang diperoleh digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit untuk menghasilkan produk biodiesel.

Kajian optimasi terhadap produk biodiesel biasanya dilakukan secara konvensional dengan mengamati satu persatu pengaruh variabel kinetis reaksi transesterifikasi. Sebenarnya, kajian optimasi tersebut dapat dilakukan dengan memanfaatkan desain pemodelan yang disebut *Response Surface Methodology* (RSM). RSM merupakan analisis regresi yang dikombinasikan dengan teknik statistik untuk menampilkan data eksperimen secara kolektif (Ullah *et al.*, 2017), pemodelan, dan dapat merekomendasikan kondisi optimal dalam percobaan (Bhandari *et al.*, 2015). Desain pemodelan ini dapat menghubungkan variabel kinetis secara bersama-sama untuk memaksimalkan produk reaksi. RSM telah banyak diterapkan untuk menentukan kondisi optimum pada reaksi transesterifikasi, seperti pada transesterifikasi minyak jarak pagar (Singh *et al.*, 2021), minyak jupati (da Conceição *et al.*, 2015), minyak biji karet (Panichikkal *et al.*, 2018), dan minyak sawit (Zhang *et al.*, 2020).

Pada RSM dikenal adanya desain eksperimen dengan konsep faktorial menggunakan persamaan model untuk memprediksi perilaku variabel, dan menjelaskan interaksi antara variabel. Fokus utama dalam penelitian ini adalah optimasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel terkatalisis zeolit-X menggunakan metode *Response Surface Methodology* dengan *Central Composite Design* (RSM-CCD), yang diterapkan untuk mengoptimalkan parameter reaksi transesterifikasi dan produksi biodiesel. Selain itu, dipelajari juga perbandingan respon yang berkelanjutan dari berbagai faktor yang berada diantara kelompok dan sampel dengan uji *analysis of varians* (ANOVA).

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mendapatkan data karakterisasi hasil sintesis zeolit-X menggunakan XRD, SEM, BET, dan PSA.
2. Memperoleh kondisi optimum reaksi transesterifikasi terkatalisis zeolit-X, dengan rancangan *Design of Experiment* (DoE) menggunakan *3-level factorial design*.
3. Menghasilkan plot 3 dimensi berdasarkan teknik pemodelan regresi dengan metode RSM.
4. Memperoleh data komposisi produk biodiesel dengan analisis GC-MS, dan uji parameter fisik.

1.3 Hipotesis

Hipotesis dirumuskan dengan harapan ditolak dan dilambangkan dengan H_0 . Penolakan H_0 mengakibatkan diterimanya hipotesis alternatif yang dilambangkan dengan H_1 . Jika analisis ANOVA menghasilkan *F-value* pada tingkat

kepercayaan 95% dan $p\text{-value} < 0,05$ ($\alpha=5\%$), maka model yang digunakan signifikan. Kondisi ini selanjutnya dapat digunakan untuk memprediksi kondisi optimum dalam produksi biodiesel.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Meningkatkan daya guna limbah sekam padi sebagai sumber silika amorf dalam pembuatan zeolit-X.
2. Memanfaatkan aluminium foil *food-grade* sebagai sumber alumina dalam pembuatan zeolit-X.
3. Memanfaatkan zeolit-X sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Bakar Cair Terbarukan

Bahan bakar cair terbarukan merupakan bahan bakar yang dihasilkan dari sumber non-fosil, salah satunya adalah bahan bakar hasil olahan biomassa. Salah satu bahan bakar cair berbasis biomassa yang sudah diproduksi dalam skala industri adalah biodiesel. Biodiesel juga telah dimanfaatkan sebagai campuran diesel petrokimia dan menjadi bagian dalam strategi energi nasional. Seiring dengan semakin meningkatnya peranan biodiesel, pengembangan terhadap teknologi produksinya terus diupayakan, terutama diarahkan untuk menekan biaya yang dibutuhkan. Dalam upaya pengembangan tersebut, dua komponen yang menjadi fokus utama adalah katalis dan bahan baku (Chen *et al.*, 2015).

Pemerintah Indonesia telah memaklumkan kebijakan nasional dalam pengembangan Bahan bakar nabati (BBN) untuk mendorong peningkatan pemanfaatan Energi baru terbarukan (EBT) melalui Peraturan Menteri (Permen) ESDM 25 Tahun 2013. Peraturan ini mewajibkan peningkatan pemanfaatan biodiesel di sektor transportasi, industri, komersial dan pembangkit listrik sebagai antisipasi semakin menipisnya cadangan sumber energi fosil dan harga bahan bakar yang terus bergerak naik setiap tahun. Minyak nabati menjadi salah satu jenis sumber daya alam yang dimiliki Indonesia dan berpotensi besar untuk mendukung kebijakan energi. Selain sumber bahan bakunya yang melimpah, minyak nabati juga diketahui lebih mudah ditransesterifikasi untuk menghasilkan biodiesel. Berdasarkan fokus pengembangan tersebut, berbagai jenis minyak nabati telah banyak dimanfaatkan dalam menghasilkan produk biodiesel seperti

minyak kelapa (Murray *and* Wyse-Mason, 2018), minyak kelapa sawit (Zahan *and* Kano, 2018), minyak jarak (Osorio-González *et al.*, 2020), minyak biji karet (Panichikkal *et al.*, 2018), dan minyak kedelai (Bhandari *et al.*, 2015).

2.2 Biodiesel

Biodiesel adalah jenis bahan bakar alternatif yang sedang pesat dikembangkan menjadi alternatif bahan bakar fosil. Minyak nabati atau lemak hewani yang mengandung mono alkil ester dari rantai panjang asam-asam lemak jenuh maupun tidak jenuh dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel. Biodiesel merupakan hasil reaksi antara minyak nabati atau lemak hewan dengan alkohol, yang dikenal juga sebagai reaksi transesterifikasi. Alkohol yang umum digunakan adalah metanol, sehingga biodiesel dipahami juga sebagai campuran metil ester asam lemaknya. Metanol dan minyak nabati maupun lemak hewan tidak reaktif satu terhadap yang lain, sehingga reaksi transesterifikasi mutlak memerlukan katalis (Koh *and* Ghazi, 2011).

Proses yang paling banyak digunakan untuk mendapatkan biodiesel adalah melalui reaksi transesterifikasi. Reaksi ini melibatkan suatu trigliserida dengan alkohol rantai pendek, dengan bantuan suatu katalis kemudian menghasilkan senyawa metil ester serta gliserol sebagai produk samping. Biodiesel memiliki banyak sekali kelebihan. Biodiesel tidak beracun, bebas sulfur, ramah lingkungan, dan dapat diperbaharui serta dapat terurai secara alami (*biodegradable*). Sebagai bahan bakar yang sangat menjanjikan, biodiesel memiliki angka setana yang lebih tinggi, kandungan abu yang rendah, dan juga residu karbon yang lebih sedikit (Koh *and* Ghazi, 2011).

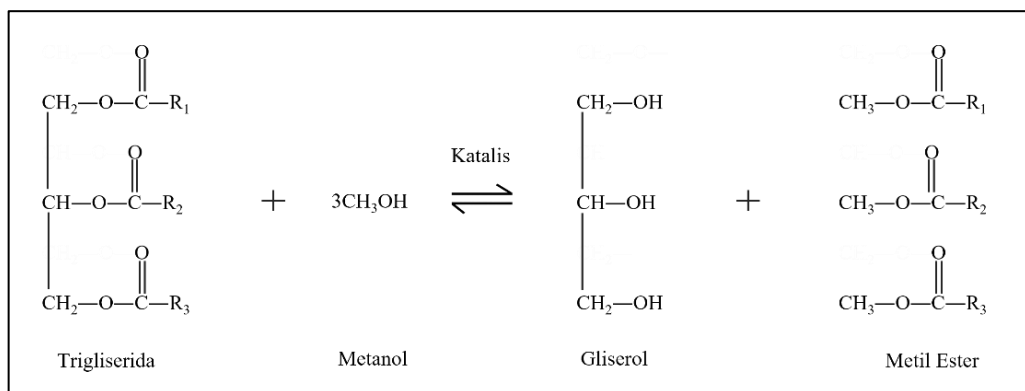
Penggunaan biodiesel saat ini masih sulit bersaing dengan petrodiesel karena memiliki harga yang relatif lebih mahal. Walaupun demikian, pengembangan biodiesel yang bersumber pada minyak tumbuhan menjadi salah satu alternatif utama karena memberikan keuntungan baik dari segi lingkungan maupun dari segi

sumbernya yang merupakan sumber daya alam terbarukan. Emisi rendah serta bermanfaat bagi lingkungan merupakan profil yang dimiliki oleh biodiesel sebagai bahan baku terbarukan. Minyak nabati menjadi pilihan terbaik sebagai bahan baku yang terjangkau untuk produksi biodiesel karena dapat diperbaharui, memiliki kandungan energi yang tinggi, dan memiliki keamanan energi yang hampir sama dengan petroleum diesel. Biodiesel yang dihasilkan dari minyak nabati juga memiliki karakteristik yang serupa dengan bahan bakar diesel biasa, sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar campuran ataupun sebagai pengganti (Zahan *and* Kano, 2018).

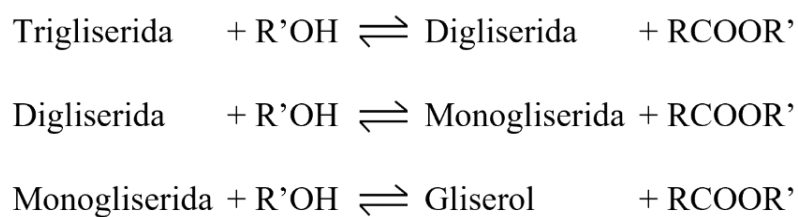
2.3 Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah metode yang paling umum digunakan dalam pembentukan reaksi kimia di mana alkohol akan bereaksi dengan trigliserida (minyak nabati) dengan bantuan suatu katalis. Reaksi *reversible* akan terjadi dari asam lemak atau minyak nabati (trigliserida) dengan alkohol primer dan membentuk suatu ester serta gliserol. Alkohol bergabung dengan trigliserida untuk membentuk suatu glikol, dan ester. Stoikiometri untuk reaksinya adalah 3:1 rasio molar alkohol terhadap minyak. Namun, karena reaksi yang terjadi adalah reaksi *reversible*, di dalam praktiknya digunakan alkohol bekisar 6:1. Hasil praktik yang didapatkan tersebut diperlukan untuk menggeser kesetimbangan ke sisi produk untuk meningkatkan produksi biodiesel (Tabatabaei *et al.*, 2019). Metanol dan etanol paling sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi, terutama metanol karena biayanya yang rendah dan keuntungan fisik dan kimianya (bersifat polar dengan alkohol rantai terpendek). Parameter percobaan yang mempengaruhi hasil biodiesel adalah nisbah alkohol terhadap minyak nabati, waktu reaksi, suhu, jumlah katalis, dan jenis katalis (Pugazhendhi *et al.*, 2020; Yuste *and* Dorado, 2006). Katalis homogen maupun heterogen dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi (Ma *et al.*, 2021).

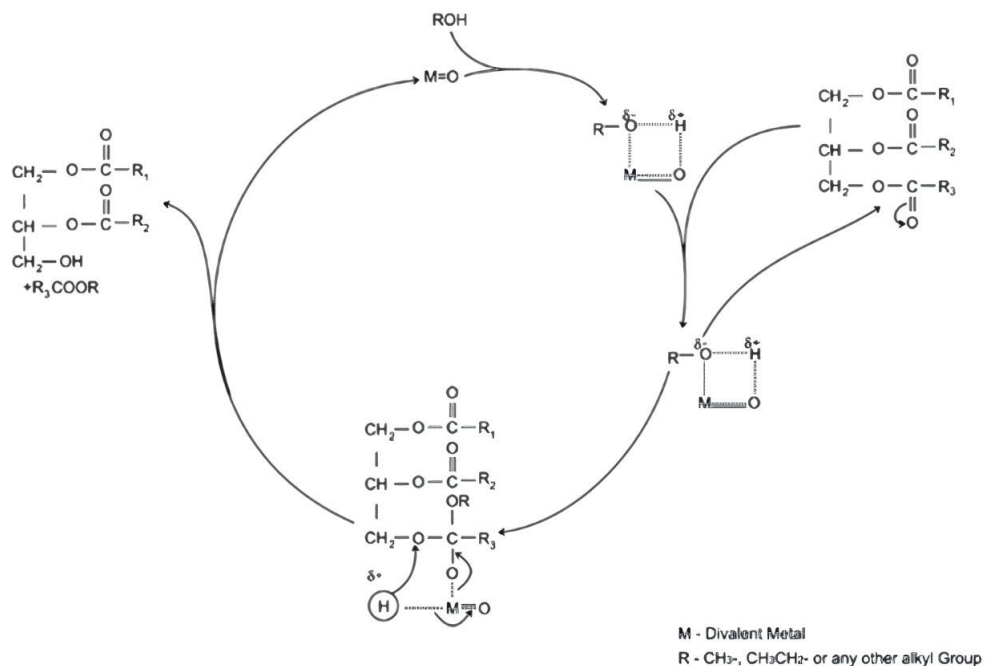
Reaksi transesterifikasi secara umum dapat dilihat pada Gambar 1. Reaksi transesterifikasi terbagi atas tiga tahap seperti yang ditampilkan pada Gambar 2. Tahap pertama adalah asam lemak trigliserida yang terurai menjadi asam lemak digliserida dan asam lemak mono-alkil ester. Kemudian pada tahap kedua, asam lemak digliserida akan terurai menjadi asam lemak monogliserida dan asam lemak mono-alkil ester. Tahap ketiga, asam lemak monogliserida terurai menjadi asam lemak mono-alkil ester dan gliserol. Semua reaksi tersebut bersifat *reversible*. Asam lemak mono-alkil ester dapat juga disebut sebagai biodiesel (Ye *et al.*, 2016).



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi (Ye *et al.*, 2016)



Gambar 2. Tahap transesterifikasi trigliserida (Ye *et al.*, 2016)



Gambar 3. Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa heterogen (Wang *et al.*, 2023).

Gambar 3 merupakan mekanisme reaksi transesterifikasi dengan mengaplikasikan katalis basa heterogen. Gugus nukleofil yang terbentuk dari deprotonasi gugus hidroksil akan menyerang karbon elektrofilik. Selanjutnya penataan ulang terjadi untuk menghasilkan zat yang menghilangkan molekul air dan membentuk metil ester. Dalam katalisis heterogen basa, gugus basa menghasilkan situs aktif bermuatan negatif untuk mengadsorpsi metanol. Adsorpsi metanol di situs basa Lewis membentuk ion alkoksida. Kombinasi ion alkoksida dan trigliserida bersama dengan alkohol menghasilkan zat antara dalam reaksi transesterifikasi. Zat antara ini kemudian mengambil H⁺ dari situs basa pada permukaan katalis sebelum selanjutnya mengalami penyusunan ulang untuk membentuk suatu ester. Proses transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu suhu, kecepatan pengadukan, jenis, konsentrasi katalis, dan perbandingan reaktan. Proses reaksi transesterifikasi akan berlangsung lebih cepat bila suhu dinaikkan mendekati titik didih alkohol yang digunakan. Semakin tinggi kecepatan pengadukan akan

menaikkan pergerakan molekul dan menyebabkan terjadinya tumbukan. Pada awal terjadinya reaksi, pengadukan akan menyebabkan terjadinya difusi antara lemak atau minyak sampai terbentuk menjadi metil ester (Tiwari *et al.*, 2018).

2.4 Minyak Kelapa Sawit

Sektor pertanian mempunyai peranan yang cukup penting dalam kegiatan perekonomian di Indonesia, hal ini dapat dilihat dari kontribusinya terhadap Produk Domestik Bruto (PDB) yang cukup besar yaitu sekitar 13,7 persen pada tahun 2020, menempati urutan kedua setelah sektor Industri Pengolahan sebesar 19,88 persen. Salah satu subsektor yang cukup besar potensinya adalah subsektor perkebunan. Kontribusi subsektor perkebunan tahun 2020 yaitu sebesar 3,63 persen terhadap total PDB dan 26,50 persen terhadap sektor Pertanian, Kehutanan, dan Perikanan atau merupakan urutan pertama pada sektor tersebut. Kelapa sawit merupakan salah satu komoditas hasil perkebunan yang mempunyai peran cukup penting dalam kegiatan perekonomian di Indonesia karena kemampuannya menghasilkan minyak nabati yang banyak dibutuhkan oleh sektor industri (Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, 2013). Sifatnya yang tahan oksidasi dengan tekanan tinggi dan kemampuannya melarutkan bahan kimia yang tidak larut oleh bahan pelarut lainnya, serta daya melapis yang tinggi membuat minyak kelapa sawit dapat digunakan untuk beragam peruntukan, diantaranya yaitu untuk minyak masak, minyak industri, maupun bahan bakar (biodiesel) (Badan Pusat Statistik, 2021).

Minyak sawit telah luas digunakan sebagai bahan baku produk pangan dan non pangan. Untuk aplikasi menjadi beberapa produk, minyak sawit harus memiliki mutu yang baik dan disesuaikan dengan karakteristiknya. Produk pangan lebih dititikberatkan pada titik leleh dan kandungan lemak padat sedangkan produk non pangan pada komposisi asam lemak. Minyak kelapa sawit memiliki beberapa keuntungan, diantaranya kandungan minyaknya yang tinggi, sumber daya yang melimpah, kapasitas produksi yang tinggi, dan membutuhkan luas perkebunan

paling sedikit dibandingkan dengan tanaman penghasil minyak lainnya. Minyak kelapa sawit mengandung asam palmitat dan oleat dalam jumlah tinggi yang telah dikenal sebagai sumber yang paling cocok untuk produksi biodiesel (Zahan *and* Kano, 2018).

Tabel 1. Komposisi asam lemak dalam minyak kelapa sawit

Asam lemak	Komposisi (%)
Asam Laurat (C _{12:0})	0,1
Asam Miristat (C _{14:0})	1,0
Asam Palmitat (C _{16:0})	42,8
Asam Stearat (C _{18:0})	4,5
Asam Oleat (C _{18:1})	40,5
Asam Linoleat (C _{18:2})	11
Lainnya	0,1

2.5 Penggunaan Katalis

Secara garis besar, katalis yang digunakan dalam industri biodiesel dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen yang digunakan dapat berupa asam kuat seperti H₂SO₄ (Hasan *and* Ratnam, 2022), atau basa kuat seperti NaOH dan KOH (Rahmani *et al.*, 2018). Katalis homogen diakui memiliki unjuk kerja yang baik, namun juga memiliki kelemahan, antara lain katalis akan bercampur dengan biodiesel hasil transesterifikasi, sehingga diperlukan perlakuan lanjut dengan pencucian biodiesel untuk menghilangkan katalis yang bersifat korosif. Karena sifat korosif tersebut, limbah pencucian juga berdampak terhadap lingkungan. Berbeda dengan katalis homogen, jenis katalis heterogen dengan fase yang berbeda dari fase reaktan memudahkan katalis jenis ini dipisahkan dari produk yang terbentuk dari reaksi. Pemisahan katalis dari produk menjadikan katalis heterogen bersifat ramah lingkungan karena dapat didaur ulang. Selain itu, katalis heterogen mudah digunakan dalam beragam media, tidak korosif, dan mudah diaktifkan untuk mendapatkan sifat katalis seperti yang diinginkan (Endalew *et al.*, 2011).

2.6 Zeolit

Zeolit adalah mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Zeolit dapat disintesis melalui metode hidrotermal dengan bahan baku utama silika, serta alumina dengan jumlah perbandingan tertentu. Struktur tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 merupakan kerangka dasar yang dimiliki oleh zeolit. Zeolit merupakan kristal alumina silika terhidrat berpori dengan struktur kerangka tiga dimensi (Pandiangian *et al.*, 2019). Zeolit telah banyak dimanfaatkan sebagai agen penukar ion, penyaring molekuler, adsorben, serta katalis. Zeolit dibedakan menjadi dua kelompok berdasarkan proses pembentukannya yakni, zeolit alam, dan zeolit sintetik.

Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk secara alami, dan memiliki mineral dengan komposisi yang berbeda. Zeolit sintetik merupakan kelompok zeolit yang secara rekayasa dikembangkan sedemikian rupa agar mendapatkan komposisi yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar dalam perkembangan zeolit sintetik berdasarkan komposisi silika dan alumina. Aspek yang mempengaruhi dan menjadi fokus utama dalam produksi zeolit sintesis adalah bahan baku yang digunakan, dan metode preparasi. Beberapa jenis zeolit sintetik dapat dilihat pada Tabel 2 (Georgiev *et al.*, 2009).

Tabel 2. Contoh beberapa jenis zeolit sintetik

Zeolit	Rumus kimia
Zeolit-A	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 4,5H_2O$
Zeolit N-A	$(Na, TMA)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4,8SiO_2 \cdot 7H_2O$ TMA- $(CH_3)_4N^+$
Zeolit-H	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 4H_2O$
Zeolit-L	$(K_2Na_2)O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot 5H_2O$
Zeolit-X	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2,5SiO_2 \cdot 6H_2O$
Zeolit-Y	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4,8SiO_2 \cdot 8,9H_2O$
ZSM-5	$(Na, TPA)_3[(AlO_2)_3(SiO_2)_9] \cdot 16H_2O$

Zeolit sintetik telah dimanfaatkan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi, tiga di antaranya adalah zeolit-A (Pandiangan *et al.*, 2019), zeolit-X (Pandiangan *et al.*, 2017), dan zeolit-Y (Alismaeel *et al.*, 2018; Cheng *et al.*, 2019; Klunk *et al.*, 2019). Zeolit sintetik umumnya dibuat dengan pencampuran larutan alumina dan pembentukan gel silikat. Oleh sebab itu, dibutuhkan alumina yang dapat berupa garam aluminium atau logam aluminium, dan silika amorf untuk mensintesis zeolit. Sifat zeolit sintetik sangat bergantung pada jumlah komponen Si/Al. Zeolit sintetik dibagi menjadi tiga jenis berdasarkan nisbah Si/Al yakni:

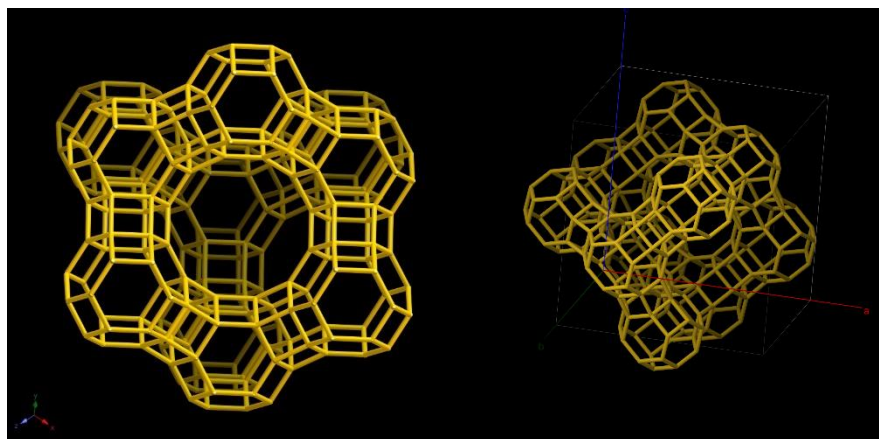
- a. Kadar silika rendah
Zeolit sintetik jenis ini memiliki nisbah Si/Al 1-2, contohnya adalah zeolit A dan X.
- b. Kadar silika sedang
Zeolit jenis ini mempunyai nisbah Si/Al 1-3, contoh dari zeolit ini adalah zeolit omega (Ω), dan zeolit L.
- c. Kadar silika tinggi
Zeolit jenis ini memiliki nisbah Si/Al >5 , contoh zeolit ini yakni, ZSM-5, ZSM-11, dan ZSM-21.

2.7 Zeolit-X

Zeolit-X termasuk ke dalam zeolit sintetik dengan kadar Si rendah yang memiliki ukuran pori sekitar 8 Å (Anbia & Bandarchian, 2015), dan rasio molar Si/Al umumnya 2 (Liguori *et al.*, 2019). Unit struktural terdiri dari delapan kerangka tipe β . Kerangka yang berdekatan dihubungkan melalui unit ganda lingkaran 6 (unit D6R) yang saling terhubung satu sama lain. Zeolit-X dapat disintesis dari silika amorf dan berbagai sumber alumina seperti aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$), natrium silikat (Na_2SiO_3), dan natrium aluminat. Zeolit-X umumnya disintesis dengan kristalisasi hidrotermal pada suhu rendah (70 – 300 °C, biasanya 100 °C) dan tekanan (*autogenous*) dalam kondisi basa (Qiang *et al.*, 2019).

Zeolit-X digunakan dalam banyak aplikasi seperti pemisahan gas di aliran gas permanen (Bastani *et al.*, 2013), proses pencernaan aerobik (Montalvo *et al.*, 2012), *hydrocracking* ringan dari senyawa *naphthenic* (Park *et al.*, 2018), *hydrocracking* minyak gas vakum (Hamid *et al.*, 2016), dan digunakan dalam deterjen sebagai pembangun pelunakan air (Hui *et al.*, 2005). Zeolit-X menunjukkan stabilitas hidrofobik dan hidrotermal yang sangat baik, dan secara efektif mengurangi adsorpsi kompetitif molekul air, sehingga zeolit-X banyak digunakan sebagai agen pengadsorpsi (Dehghan *and* Anbia, 2017; el Brihi *et al.*, 2002).

Zeolit-X telah banyak digunakan sebagai bahan penyerap seperti yang telah dilaporkan oleh Zhao *et al* (2007). Pemanfaatan yang sama terhadap zeolit-X juga dilaporkan oleh Konduru *et al* (2007) yang menggunakan zeolit-X sebagai bahan penyerap gas karbon dioksida (CO₂). Kombinasi volume *void* yang besar dan bukaan pori besar dalam sistem saluran tiga dimensi membuat saringan molekuler zeolit-X ideal untuk banyak aplikasi katalitik. Kerangka zeolit-X menyediakan sejumlah besar situs pertukaran kation untuk menyeimbangkan kerangka aluminium. Kerangka zeolit-X (*faujasite*) ditunjukkan pada Gambar 4.

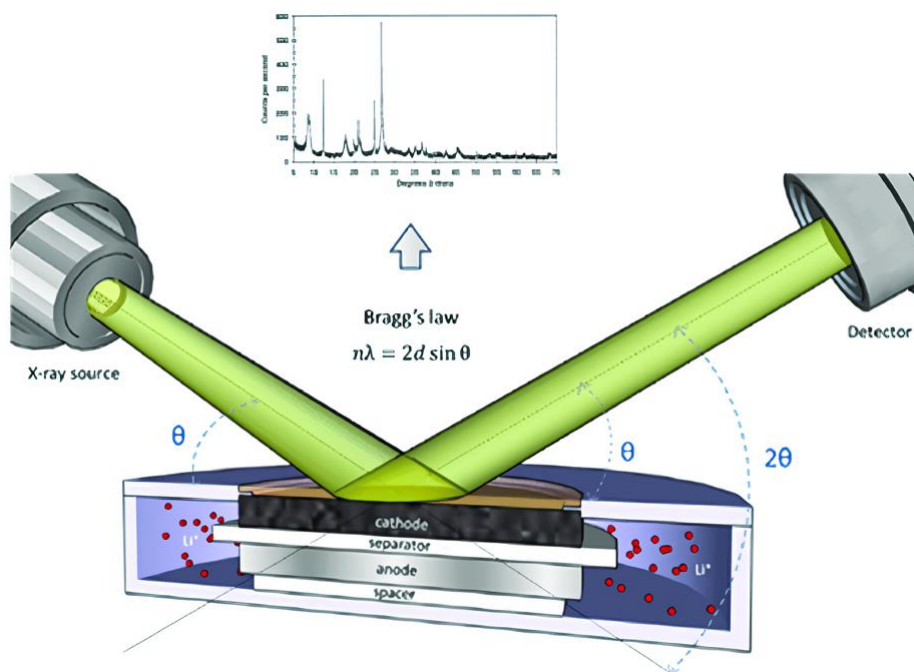


Gambar 4. Kerangka zeolit-X (*International Zeolite Association*).

2.8 Karakterisasi Zeolit

2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Diffraksi sinar-X merupakan metode analisis non destruktif yang didasarkan pada pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal ketika terjadi interaksi antara suatu materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X. Suatu kristal memiliki kisi berdasarkan Hukum Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal tersebut akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi yang berada di dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang akan dihasilkan (Llewellyn *et al.*, 2020). Skema prinsip kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema prinsip kerja XRD dengan contoh pola difraksi yang diperoleh (Llewellyn *et al.*, 2020).

Seberkas sinar-X dengan panjang gelombang λ (cahaya monokromatik) jatuh pada struktur geometris atom atau molekul dari sebuah kristal pada sudut datang θ (tetha). Perbedaan lintasan antara sinar yang dipantulkan oleh bidang berturut-turut dan sebanding dengan nilai panjang gelombang, menyebabkan sinar tersebut mengalami difraksi. Peristiwa difraksi mungkin terjadi karena jarak antar atom dalam kristal dan molekul berkisar antara 0,15 hingga 0,4 nm, yang bersesuaian dengan spektrum gelombang elektromagnetik pada kisaran panjang gelombang sinar-X dengan energi foton antara 3 hingga 8 V. Sesuai dengan Hukum Bragg, dengan memvariasi sudut θ (tetha) diperoleh lebar antar celah yang berbeda dalam bahan polikristalin. Kemudian, posisi sudut dan intensitas puncak hasil difraksi digrafikkan dan diperoleh pola yang menampilkan karakteristik dari tiap-tiap sampel yang di uji (Llewellyn *et al.*, 2020).

Setiap kristal memiliki pola XRD yang berbeda satu sama lain, perbedaan tersebut hadir bergantung pada struktur internal penggunaan bahan dalam pembuatan sampel. Pola XRD ini merupakan karakteristik dari masing-masing bahan sehingga disebut sebagai "*fingerprint*" dari suatu mineral atau bahan kristal. Metode difraksi sinar-X merupakan salah satu cara untuk mempelajari keteraturan atom atau molekul dalam suatu struktur tertentu. Hal ini karena difraksi sinar-X memberikan ilustrasi terhadap prinsip sifat-sifat gelombang sinar-X dan interaksinya dengan material dapat dimanfaatkan untuk mengeksplorasi keadaan mikroskopik material-material yang memiliki keteraturan susunan atom Click or tap here to enter text..

Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek. Difraksi sinar-X dapat memberikan informasi tentang struktur sampel, termasuk tentang keadaan amorf dan kristalin. Pola hamburan sinar-X juga dapat memberikan informasi tentang konfigurasi

rantai dalam kristal, perkiraan ukuran kristal, dan perbandingan daerah kristalin dengan daerah amorf dalam sampel polimer (Llewellyn *et al.*, 2020).

2.8.2 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

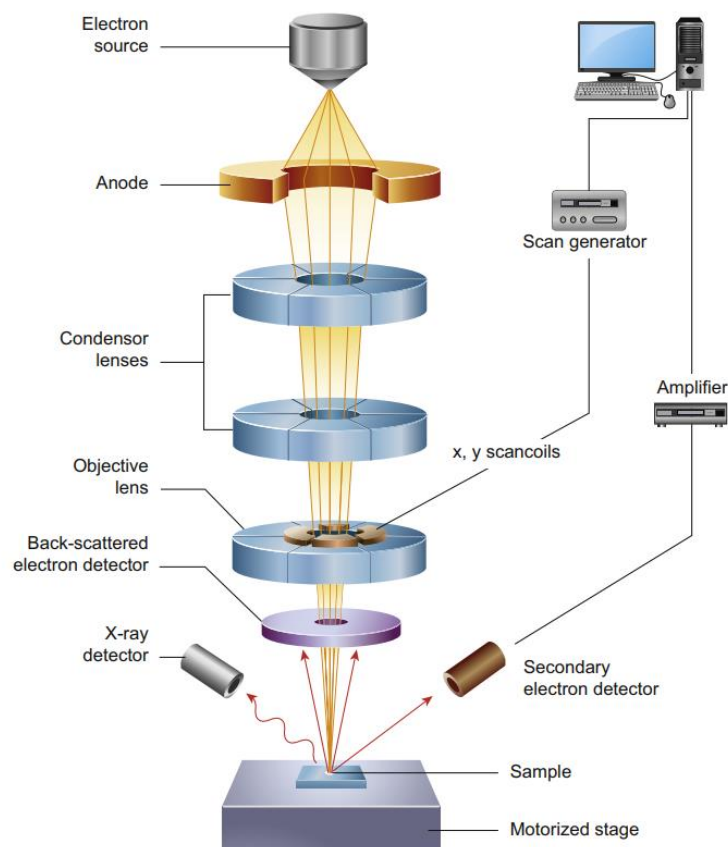
Scanning Electron Microscope (SEM) memiliki kegunaan dalam melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan skala mikrometer atau bahan sub mikrometer. Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan. Diagram skematik komponen SEM disajikan dalam Gambar 6. Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari filamen yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Apabila elektron tersebut berinteraksi dengan bahan (spesimen) 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 spesimen ditangkap oleh detektor *Secondary Electron (SE)* yang kemudian diolah dan diperkuat oleh amplifier dan kemudian divisualisasikan dalam monitor *Cathode Ray Tube (CRT)* (Inkson, 2016).

Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, maka terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo dan Handayani, 1997).

Struktur suatu material dapat diketahui dengan cara melihat interaksi yang terjadi jika suatu spesimen padat dikenai berkas elektron. Berkas elektron yang jatuh tersebut sebagian akan dihamburkan sedang sebagian lagi akan diserap dan menembus spesimen. Bila spesimen cukup tipis, sebagian besar ditransmisikan

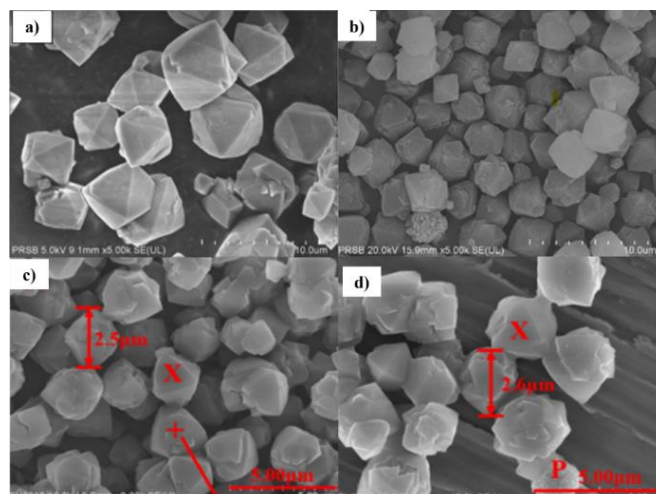
dan beberapa elektron dihamburkan secara tidak elastis. Interaksi dengan atom dalam spesimen menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X dan elektron auger, yang semuanya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material.

Interaksi antara elektron dengan atom pada sampel akan menghasilkan pelepasan elektron dengan energi rendah, foton sinar-X, dan elektron auger, yang seluruhnya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material. Elektron sekunder adalah elektron yang dipancarkan dari permukaan kulit atom terluar yang dihasilkan dari interaksi berkas elektron jauh dengan padatan sehingga mengakibatkan terjadinya loncatan elektron yang terikat lemah dari pita konduksi. Elektron auger adalah elektron dari kulit orbit terluar yang dikeluarkan dari atom ketika elektron tersebut menyerap energi yang dilepaskan oleh elektron lain yang jatuh ke tingkat energi yang lebih rendah (Smallman, 2000).



Gambar 6. Diagram skematik komponen SEM (Inkson, 2016).

Morfologi standar zeolit-X adalah oktahedral dengan tepi yang lengkap bergantung pada kondisi pada saat sintesis dilakukan. Contoh bentuk morfologi dari zeolit-X dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Morfologi a) zeolit-X *aging* 4 jam, b) zeolit-X *aging* 24 jam (Nazir *et al.*, 2020), Morfologi zeolit-X disintesis dengan waktu kristalinitas c) 48 jam, d) 72 jam (Bin *et al.*, 2021).

2.8.3 Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Luas permukaan digambarkan dari permukaan luar benda padat termasuk pori-pori yang terlihat. Beberapa model klasik memberikan kegagalan dalam pengukuran dan karakterisasi partikel dalam mempertimbangkan porositas (Naderi, 2015). BET merupakan jenis instrumen yang banyak digunakan untuk mengkarakterisasi luas permukaan dan energi adsorpsi dari data isotherm suatu sampel. Metode yang digunakan didasarkan pada model adsorpsi multilayer yang memenuhi beberapa kondisi: adsorpsi terjadi di situs menyerap dan di atas molekul teradsorpsi, jumlah situs penyerap per lapisan adalah konstan, keseragaman energi situs penyerap yang berada pada lapisan pertama, dan molekul di semua lapisan di atas yang pertama berperilaku seperti dalam cairan

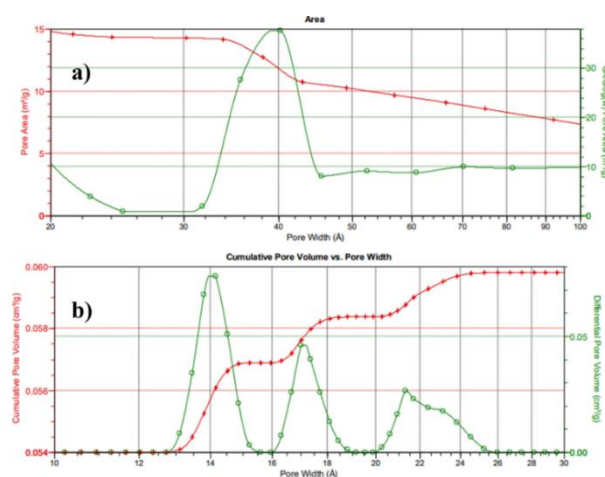
curah. Mengingat kondisi tersebut, masalah statistik mekanik dapat diselesaikan dengan berbagai metode untuk menghasilkan persamaan fundamental.

$$\frac{P/P^0}{n(1-P/P^0)} = \frac{1}{n_m c} + \frac{c-1}{n_m c} (P/P^0) \quad (1)$$

Dimana P/P^0 adalah tekanan relatif, n adalah jumlah yang diserap (per satuan massa adsorben), n_m adalah kapasitas monolayer, dan c biasanya berhubungan dengan panas. Secara konvensional, data adsorpsi diplot sebagai $(P/P^0)/n (1 - P/P^0) = P/P^0$, dan parameter n_m dan c ditentukan dari kemiringan dan titik potong dari garis yang dihasilkan (Jean *et al.*, 2014).

Kapasitas monolayer n_m sering dibagi oleh beberapa kepadatan monolayer yang telah ditentukan sebelumnya untuk mendapatkan luas permukaan sistem.

Kepadatan monolayer biasanya diambil dari studi adsorpsi tentang bahan tidak berpori di mana luas permukaannya dapat dihitung secara mandiri. Prosedur ini secara implisit mengasumsikan bahwa kerapatan rata-rata lapisan tunggal dapat dipindahkan diantara kedua bahan (Gelb *and* Gubbins, 1998). Gambar 8 merupakan contoh data yang dihasilkan dari karakterisasi sampel dengan instrument BET.

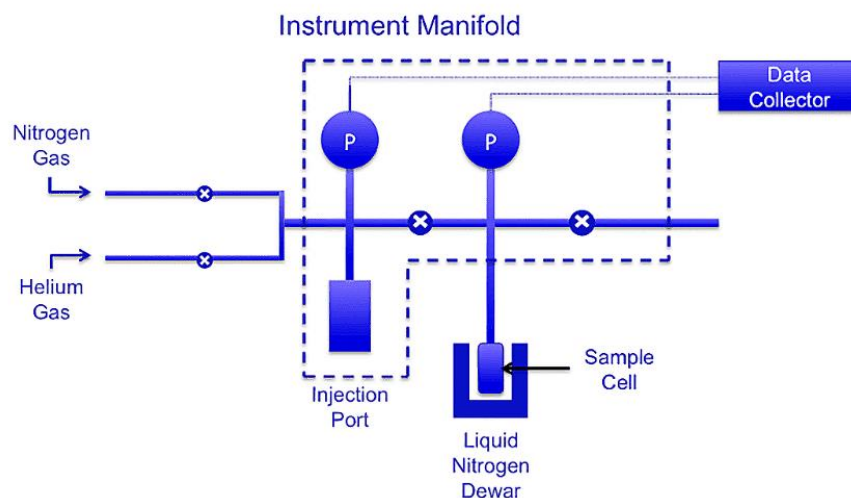


Gambar 8. a) Distribusi ukuran pori zeolit-X hasil sintesis dengan plot *Barret Joyner Halenda* (BJH) desorpsi N₂ fisisorpsi, b) Distribusi ukuran pori zeolit-X hasil sintesis dengan plot DFT fisisorpsi N₂ (Allanas *et al.*, 2021).

Sebelum pengukuran dilakukan, sampel uji harus dihilangkan unsur gas yang terkandung di dalamnya. Penghilangan unsur tersebut dengan memanfaatkan air dan kontaminan lainnya sebelum sampel diukur luas permukaannya secara akurat. Sampel selanjutnya di *degassing* dalam ruang hampa pada suhu tinggi. Suhu tinggi yang digunakan dapat diaplikasikan dan tidak akan merusak struktur dari sampel yang dikarakterisasi. IUPAC merekomendasikan agar sampel dihilangkan gasnya setidaknya selama 16 jam untuk memastikan bahwa uap dan gas yang tidak diinginkan dihilangkan dari permukaan sampel. Umumnya, sampel yang dapat menahan suhu lebih tinggi tanpa perubahan struktur memiliki waktu *degassing* yang lebih kecil. Sampel seberat 0,5 gram diperlukan dalam karakterisasi dengan instrumen BET untuk berhasil menentukan luas permukaan (Allanas *et al.*, 2021).

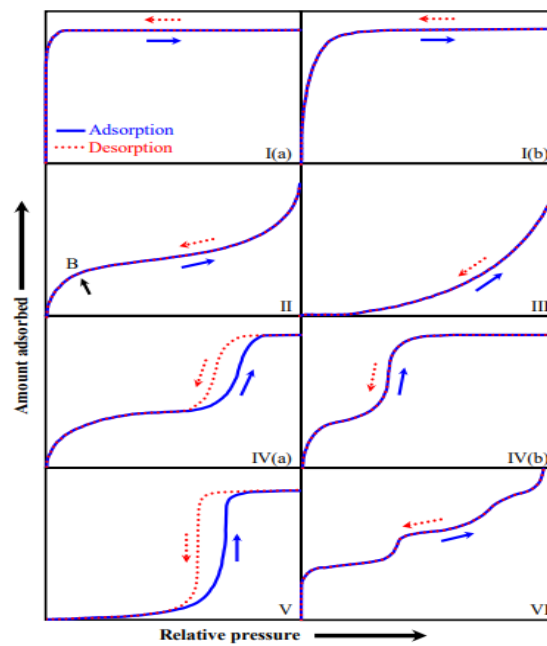
Dalam prosesnya sampel yang telah dipreparasi sebelumnya ditempatkan dalam sel kaca untuk didegasi dan dianalisis. Batang kaca ditempatkan di dalam sel untuk meminimalkan ruang mati di dalam sel. Sel sampel biasanya tersedia dalam ukuran 6, 9 dan 12 mm dan tersedia dalam berbagai bentuk. Sel 6 mm biasanya digunakan untuk serbuk halus, sel 9 mm untuk partikel yang lebih besar dan pelet kecil, dan 12 mm digunakan untuk potongan besar yang tidak dapat dikurangi lebih lanjut. Sel-sel ditempatkan ke dalam mantel pemanas dan dihubungkan ke port *outgas* mesin.

Setelah sampel dihilangkan gasnya, sel dipindahkan ke port analisis seperti yang terlihat pada Gambar 9. Nitrogen cair digunakan untuk mendinginkan sampel dan mempertahankannya pada suhu konstan. Suhu rendah selanjutnya dipertahankan sehingga interaksi antara molekul gas dan permukaan sampel akan cukup kuat untuk terjadinya adsorpsi dalam jumlah yang dapat diukur. Adsorbat, gas nitrogen dalam hal ini, disuntikkan ke dalam sel sampel dengan piston yang dikalibrasi. Volume mati dalam sel sampel harus dikalibrasi sebelum dan sesudah setiap pengukuran. Gas helium digunakan dalam proses kosong, karena helium tidak akan terserap ke dalam sampel (Pavan *and* Andrew, 2022).



Gambar 9. Skema instrumen BET (Pavan *and* Andrew, 2022).

Berdasarkan sifat isoterm adsorpsi *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), terdapat 6 tipe klasifikasi terhadap kurva isoterm yang dapat dilihat pada Gambar 10 (Rahman *et al.*, 2019). Klasifikasi Tipe I diberikan terhadap padatan berpori mikro yang memiliki permukaan luar yang relatif kecil. Isoterm Tipe II diberikan terhadap fisisorpsi dari sebagian besar gas pada adsorben nonpori atau makropori. Selanjutnya klasifikasi isoterm Tipe III memiliki karakteristik kurva cembung dengan rasio tekanan berada pada seluruh rentang. Bentuk tersebut mengindikasikan terbatasnya serapan terhadap tekanan dan saturasi. Klasifikasi isoterm Tipe IV diberikan terhadap adsorben mesopori, baik dengan histeresis atau tidak disertai histeresis. Isoterm Tipe V dikenal dengan karakteristik kurva S, jenis isoterm ini dapat dilihat dengan serapan rendah yang dikaitkan dengan permukaan pori nonpolar atau polar yang lemah. Klasifikasi Tipe VI menunjukkan adsorpsi multilayer pada permukaan dengan pori yang tidak seragam (Muttakin *et al.*, 2018).



Gambar 10. Tipe klasifikasi terhadap kurva isoterm berdasarkan sifat isoterm adsorpsi IUPAC (Rahman *et al.*, 2019).

2.8.4 Particle Size Analyzer (PSA)

Particle Size Analyzer (PSA) sering digunakan dalam karakterisasi sampel guna mengetahui ukuran partikel serta distribusi dari sampel. PSA memanfaatkan metode *Dinamyc Light Scattering* (DLS) dengan hamburan inframerah yang ditembakkan pada gerak Brown (gerak acak dari partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat dari benturan molekul yang ada di dalam suatu zat cair). Gerak Brown yang kemudian akan dianalisis oleh alat, dimana semakin kecil ukuran molekul maka akan semakin cepat gerakannya. Pengukuran partikel menggunakan PSA pada umumnya menggunakan metode basah.

Metode basah digunakan dalam analisis PSA karena dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Hal ini disebabkan karena partikel yang didispersikan ke dalam media tidak saling beraglomerasi. Dengan demikian, ukuran partikel

yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu, hasil dari pengukuran diperoleh dalam bentuk distribusi yang dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi dari sampel yang dikarakterisasi (Horiba, 2017).

2.9 Analisis Biodiesel

Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi umumnya dianalisis untuk mengetahui komposisi biodiesel yang diperoleh menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS). Selain itu, uji parameter fisik seperti titik nyala, densitas, dan viskositas juga dilakukan terhadap produk biodiesel untuk mendapatkan tingkat kelayakan dari produk berdasarkan standar kelayakan biodiesel (SNI 7182:2015).

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

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

Ionisasi menghasilkan fragmen-fragmen yang akan menghasilkan spektrum. Spektrum massa merupakan gambar antara kelimpahan 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 memperkirakan 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. Fasa 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 fasa 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 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 (Al-Rubaye *et al.*, 2017).

2.9.2 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. Penentuan titik nyala bahan bakar salah satunya dapat menggunakan alat uji cawan terbuka Cleveland (ASTM D 92-90), kecuali minyak yang memiliki titik nyala di bawah 79 °C (Deshpande *and* Kavita, 2012).

2.9.3 Densitas

Densitas didefinisikan sebagai massa per satuan 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 rumus berikut:

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \quad (2)$$

Keterangan :

ρ = densitas biodiesel (g/mL)

W_1 = berat piknometer kosong (g)

W_2 = berat piknometer + berat sampel (g)

V = volume piknometer (mL)

2.9.4 Viskositas

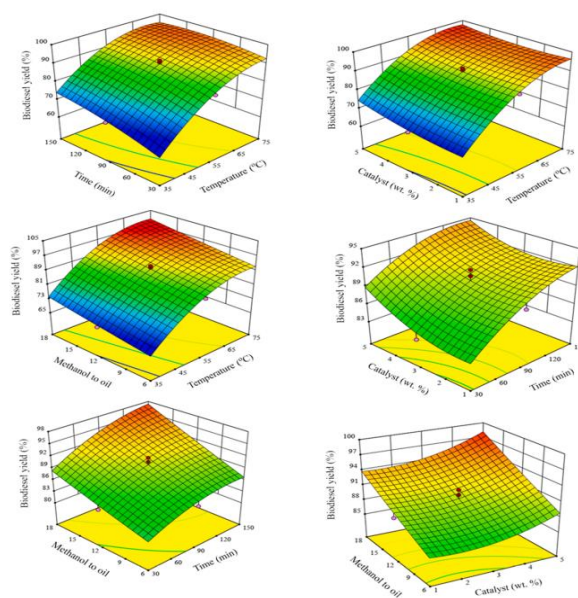
Pengukuran viskositas dilakukan menggunakan viskometer Ostwald dengan mengukur waktu yang diperlukan cairan uji untuk melewati batas yang telah ditentukan. Viskositas menjadi salah satu parameter yang penting dalam menentukan mutu biodiesel. Viskositas disebabkan oleh adanya gaya kohesi atau gaya tarik menarik antara molekul sejenis. Nilai viskositas yang terlalu tinggi dapat menyebabkan gesekan di dalam pipa menjadi semakin besar, sehingga proses penyaringan akan mengakibatkan banyaknya kotoran yang ikut mengendap.

Berdasarkan SNI 7182:2015 viskositas kinematik pada suhu 40 °C suatu biodiesel 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 (Dyah, 2011).

2.10 *Response Surface Methodology (RSM)*

Response Surface Methodology (RSM) merupakan sekumpulan teknik matematika dan statistika yang berguna untuk menganalisis permasalahan dimana tujuan akhirnya adalah untuk mengoptimalkan respon (Montgomery, 1997). Ide dasar metode ini adalah memanfaatkan desain eksperimen berbantuan statistika untuk mencari nilai optimal dari suatu respon. Metode ini pertama kali diajukan pada tahun 1951 dan sampai saat ini telah banyak dimanfaatkan baik dalam dunia penelitian maupun aplikasi industri. RSM adalah metode matematika dan statistika yang digunakan dalam pemodelan dan analisis yang bertujuan untuk melihat pengaruh beberapa variabel kuantitatif terhadap suatu variabel respon, selain itu juga dapat mengoptimalkan variabel respon tersebut.

Sebagai contoh, akan dicari level-level dari suhu (x_1) dan tekanan (x_2) yang dapat mengoptimalkan suatu hasil produksi (y). Pada umumnya, permukaan respon digambarkan dengan sebuah grafik, seperti yang tampak pada Gambar 8. Untuk membantu visualisasi dari bentuk permukaan plot, sering digunakan kontur dari permukaan respon, seperti yang terlihat pada Gambar 11. Pada kontur tersebut, garis respon yang konstan berada pada permukaan datar (x_1, x_2), sedangkan garis respon yang lain berada pada permukaan lengkung di atasnya. Menurut Vardeman (1994), terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan jika melakukan analisis menggunakan metode permukaan respon.



Gambar 11. Interaksi faktor dan pengaruhnya terhadap efisiensi proses produksi biodiesel dari lemak ayam menggunakan katalis berbahan dasar limbah kaca (Foroutan *et al.*, 2021)

Hal pertama yang perlu dilihat adalah bentuk persamannya, apakah merupakan fungsi berorde satu atau fungsi berorde dua. Fungsi yang terbentuk berorde dua, selanjutnya yang perlu dilihat adalah sifat percobaan yang akan dilakukan, apakah *sequential* atau *non sequential*. Kedua hal diatas sangat berpengaruh terhadap prosedur perancangan yang akan dibuat. Fungsi yang berorde satu, rancangan percobaannya cukup menggunakan 2k faktorial, dimana setiap perlakuan memiliki dua level perlakuan. Perbandingan rancangan permukaan respon yang

berorde dua, maka rancangan permukaan respon yang berorde satu membutuhkan lebih sedikit unit percobaan, yaitu sebanyak $2k$ unit percobaan, dimana k adalah banyaknya faktor perlakuan. Permukaan respon yang berorde dua rancangan percobaannya menggunakan *Central Composite Design (CCD)* atau *Box-Behnken Design (BBD)*.

Hubungan antara respon dan perlakuan dapat dilihat dengan mencari bentuk hubungannya. Bentuk hubungan linear adalah bentuk hubungan antara respon dengan perlakuan adalah linear sehingga pendekatan fungsinya disebut *first-order model* (model pertama) seperti ditunjukkan dalam persamaan 3:

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \varepsilon \quad (3)$$

Keterangan:

y = nilai respon

β_0 = intersep

β_1, β_2 = koefisien regresi variabel x_1, x_2

ε = *error*

Jika bentuk hubungannya merupakan kuadrat, maka pendekatan fungsinya disebut *second-order model* (model kedua) seperti ditunjukkan dalam persamaan 4:

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_{11}x_1^2 + \beta_{22}x_2^2 + \beta_{12}x_1x_2 + \varepsilon \quad (4)$$

Keterangan:

y = nilai respon

β_0 = intersep

β_1 = koefisien linier

β_{11} = koefisien kuadratik

β_{12} = koefisien interaksi perlakuan

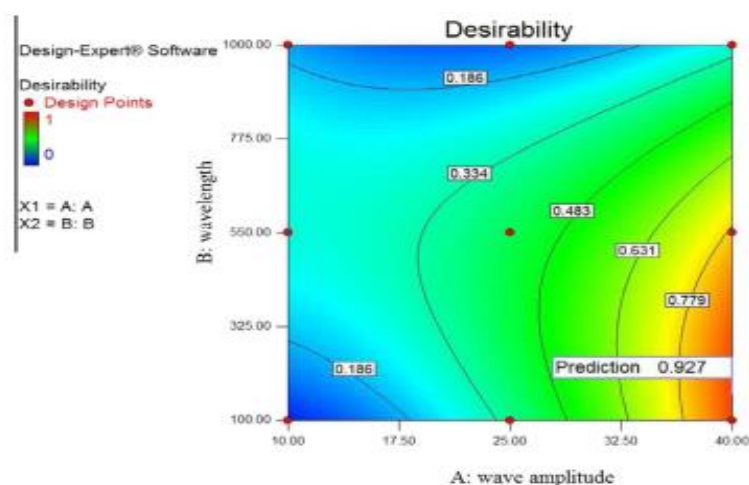
x_1 = kode perlakuan faktor ke-1

x_2 = kode perlakuan faktor ke-2

\mathcal{E} = error

Persamaan 3 dan 4 akan digunakan untuk menemukan daerah optimum. Daerah optimum yang didapatkan selanjutnya akan dilanjutkan dengan menganalisis permukaan respon untuk mendapatkan titik optimum.

Pada penelitian ini langkah pertama yang dilakukan adalah mendapatkan model matematis yang menggambarkan variabel respon (y) sebagai fungsi dari variabel independen (x_1 dan x_2). Koefisien β_0 adalah hasil (respon) pada titik pusat, dan koefisien lainnya mengukur efek utama dan interaksi variabel kode x_i pada variabel respon y . Model yang diperoleh dari analisis regresi digunakan untuk menghasilkan plot permukaan dan kontur respon seperti yang disajikan pada Gambar 12.



Gambar 12. Contoh kontur dari permukaan respon untuk kondisi optimum (Zhou *et al.*, 2016).

Langkah memilih istilah signifikan dari model, serta tingkat signifikansi ditetapkan pada 95% dan $p < 0,05$. Tahap kedua adalah menentukan kualitas model yang dinilai dengan *analysis of variance* (ANOVA) menggunakan uji-F (Box *et al.*, 1978). RSM-CCD diterapkan untuk mengoptimalkan produksi biodiesel dari minyak kelapa sawit. RSM-CCD merupakan metode yang

meliputi: perancangan percobaan, pengembangan model matematis dan penentuan harga optimum untuk variabel berubah sehingga diperoleh hasil maksimum atau minimum. Tiga variabel independen yang akan dievaluasi dalam penelitian ini yaitu waktu reaksi, jumlah katalis dan nisbah metanol terhadap minyak, sedangkan variabel terikatnya (dependen) adalah hasil metil ester atau produk biodiesel yang terbentuk.

2.11 *Analysis of Varians (ANOVA)*

Analysis of varians (ANOVA) merupakan metode parametrik yang efisien untuk analisis data dari suatu percobaan. Metode ini awalnya dirancang untuk menguji beberapa perbedaan perlakuan kelompok menggunakan T-tes. ANOVA menjadi salah satu metode statistik yang paling banyak digunakan untuk pengujian hipotesis yang saat ini banyak diterapkan. ANOVA memiliki fleksibilitas untuk mencakup lebih banyak desain eksperimental. Investigasi yang dianalisis dengan ANOVA bertujuan mencari penilaian pengaruh dalam berbagai faktor pengujian. Dalam uji ANOVA dikenal hipotesis nol dimana data merupakan sampel acak dari populasi yang sama sehingga memiliki ekspektasi *mean* dan varian yang sama. Contoh penelitian dengan perbedaan perlakuan terhadap sampel yang sama, maka hipotesis nol nya akan memiliki efek yang sama untuk semua perlakuan (Armstrong *et al.*, 2002).

Landasan konsep dalam uji ANOVA adalah menghitung statistik uji yang diketahui dalam menguji pernyataan apakah kelompok yang dibandingkan akan memiliki kesamaan atau tidak. Analisis varian akan menjadi metode statistik utama yang digunakan untuk menginterpretasikan data eksperimen, karena metode ini paling objektif dengan menggunakan pendekatan *Design of Experiment (DoE)*. Selanjutnya keputusan parameter manakah yang mempengaruhi respon dari proses yang diselidiki dibuat dengan bantuan dari berbagai teknik analisis. Studi ANOVA sebenarnya adalah studi eksperimental dengan kesalahan uji tertentu (*error*), penentuan *error varians* merupakan langkah

penting dalam studi tersebut. Demikian pula, sampel varian dalam tingkat faktor harus dihitung karena ukuran sampel menentukan tingkat kepercayaan dari hasil yang diperoleh dari analisis. Data kemudian digunakan untuk mengestimasi nilai F dari uji Fisher (*F-test*).

Uji F digunakan untuk menguji bagaimana variabel secara simultan (bersama-sama) berpengaruh terhadap variabel dependen. Uji F dapat dicari dengan membandingkan hasil dari nilai probabilitas. Porsi variasi total yang diamati dalam percobaan yang dikaitkan dengan setiap faktor atau interaksi yang signifikan tercermin dalam persen kontribusi (P), yang menunjukkan kekuatan relatif dari suatu faktor. Interaksi untuk mengurangi variasi, yaitu faktor dan interaksi dengan persen kontribusi yang besar adalah yang paling penting (Cvijović *et al.*, 2005).

1. Uji Model Regresi (Uji-F)

Uji F bertujuan untuk meyakinkan bahwa model yang dipilih layak atau tidak dalam menjelaskan pengaruh variabel-variabel independen secara bersama-sama terhadap variabel dependen. Hipotesis statistik sendiri merupakan suatu anggapan atau pernyataan, yang dapat benar atau salah mengenai satu populasi atau lebih. Hipotesis yang dirumuskan dengan harapan akan ditolak memiliki istilah hipotesis nol yang dilambangkan dengan H_0 . Penolakan H_0 akan mengakibatkan diterimanya hipotesis alternatif yang dilambangkan dengan H_1 . Hasil pengujian model regresi secara simultan dengan hipotesa adalah sebagai berikut:

$$H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$$

$$H_1: \text{Tidak semua } \beta_i = 0.$$

Tabel 3. Tabel *analysis of varians* (ANOVA)

Sumber	SS	df	MS	F-value
A	SS_A	$a - 1$	MS_A	MS_A/MS_{Error}
B(A)	$SS_{B(A)}$	$a(b - 1)$	$MS_{B(A)}$	$MS_{B(A)}/MS_{Error}$
Error	SS_{Error}	$ab(n - 1)$	MS_{Error}	-

Keterangan:

SS = *sum of squares*

MS = *mean square*

2. Uji T

Uji ini merupakan suatu metode pengujian parameter statistik untuk menunjukkan seberapa jauh pengaruh yang diberikan dari satu variabel independen secara individual dalam menerangkan variabel dependen. Pengujian akan dilakukan menggunakan tingkat signifikansi sebesar 0,05 ($\alpha = 5\%$). Penerimaan atau penolakan uji hipotesis ini dilakukan dengan kriteria sebagai berikut:

- a. Jika nilai signifikan $> 0,05$, maka hipotesis nol (H_0) diterima dan hipotesis alternatif (H_1) ditolak. Hal ini berarti, secara parsial variabel independen tersebut tidak mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap variabel dependen.
- b. Jika nilai signifikan $< 0,05$ maka hipotesis nol (H_0) ditolak dan hipotesis alternatif (H_1) diterima. Hal ini berarti secara parsial variabel independen tersebut mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap variabel dependen.

Hasil ANOVA akan menyajikan nilai R^2 terbesar untuk menunjukkan bahwa model tersebut adalah model yang disarankan. Hasil ANOVA menyajikan nilai komponen variabel signifikan terhadap respon konversi penurunan nilai jika *Lack of Fit* (F-value) sebesar $< 0,05$ dan jika $> 0,05$ menunjukkan *Lack of Fit* yang tidak signifikan. Syarat untuk model yang baik adalah dengan hasil nilai *Lack of Fit* yang tidak signifikan. Hal tersebut menunjukkan adanya kesesuaian data respon dengan model yang digunakan. Respon permukaan tiga dimensi dan grafik kontur yang dihasilkan digunakan untuk mengetahui pengaruh variabel percobaan terhadap hasil yang diperoleh (Cvijović *et al.*, 2005).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari-Juli 2023 di Laboratorium Kimia Dasar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi sampel menggunakan teknik XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember, SEM di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, BET di Laboratorium Institut Teknologi Bandung, dan PSA di Laboratorium Karakterisasi ILRC Universitas Indonesia. Analisis produk transesterifikasi menggunakan GC-MS dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat–Alat yang Digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah, neraca analitik, oven, viskometer, piknometer, perangkat refluks, penangas, *magnetic stirrer*, termometer, peralatan gelas, spatula, botol polipropilen, botol vial, teflon, tanur, saringan mesh, mortar dan alu, perangkat autoklaf, *X-Ray Diffraction (XRD)* PANalytical type Empyrean, *Scanning Electron Microscope (SEM)* tipe Carl Zeiss/Evo MA 10, *Brunauer-Emmett-Teller (BET)* tipe Quantachrome TouchWin

version 1.2, *Particle Size Analyzers* (PSA) tipe Beckman Coulter LS 13 320, dan *Gas Chromatography - Mass Spectrofotometry* (GC-MS) tipe QP 2010S SHIMADZU.

3.2.2 Bahan–Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah, sekam padi, NaOH, HNO₃ 10%, metanol, minyak kelapa sawit, akuades, aluminium foil *food-grade*.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Sekam padi sebanyak 80 gram diekstrak dalam 800 mL larutan NaOH 1,5% dalam gelas beaker 1000 mL dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit. Hasil ekstraksi sekam padi didinginkan pada suhu kamar selama 24 jam dan disaring untuk memisahkan antara ampas sekam padi dengan filtratnya yang mengandung silika terlarut. Filtrat kemudian dikumpulkan dan ditambahkan dengan larutan HNO₃ 10% secara bertahap hingga terbentuk gel silika pada pH 7. Gel silika yang dihasilkan dibiarkan pada suhu kamar selama 24 jam kemudian dicuci dengan air panas sembari disaring menggunakan saringan mesh 300 hingga bersih dan berwarna putih. Silika gel yang telah bersih dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C kemudian didinginkan dan dihaluskan (Pandiangan *et al.*, 2021).

3.3.2 Sintesis Zeolit X

Sintesis zeolit-X diawali dengan menimbang 11,11 gram NaOH, aluminium foil *food-grade* seberat 1,875 gram, dan silika sekam padi sebanyak 10 gram. NaOH kemudian dilarutkan dengan akuades sebanyak 120 mL. Larutan selanjutnya dibagi menjadi dua bagian yakni larutan A dan larutan B. Larutan A sebanyak 100 mL ditambahkan silika sekam padi secara perlahan dan dipanaskan dengan *hotplate stirrer* pada suhu 70 °C selama 3 jam sampai silika larut. Setelah silika larut, filtrat disaring menggunakan kertas saring, selanjutnya larutan *diaging* selama 24 jam (Febriyanti *et al.*, 2021). Larutan B sebanyak 20 mL ditambahkan aluminium foil *food-grade* yang telah dipotong dengan ukuran $\pm 1 \times 1$ mm secara perlahan ke dalam larutan. Setelah aluminium larut, larutan ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat yang telah selesai *diaging*. Campuran tersebut diaduk selama 3 jam menggunakan *stirrer* hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk dituangkan ke teflon dan dimasukkan ke dalam autoklaf, *diaging* selama 24 jam dalam keadaan tertutup agar dapat menumbuhkan inti kristal zeolit (Mohamed *et al.*, 2015). Sampel kemudian dimasukkan ke oven pada suhu 100 °C untuk proses kristalisasi selama 96 jam. Setelah proses kristalisasi selesai, sampel disaring menggunakan kertas saring secara perlahan untuk memisahkan prekursor zeolit yang terbentuk dengan sisa filtrat yang terdapat dalam autoklaf dan dicuci dengan akuades hingga pH 8. Selanjutnya sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam. Prekursor zeolit dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam yang bertujuan untuk mengaktifkan zeolit.

3.4 Karakterisasi Katalis Zeolit-X

Karakterisasi zeolit dilakukan menggunakan XRD untuk mengetahui fasa serta sifat kristalografi sampel zeolit, apakah bersifat amorf atau kristalin, SEM dilakukan untuk memberikan informasi mengenai morfologi permukaan sampel,

BET untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori, dan PSA untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari sampel.

3.5 Desain Eksperimen

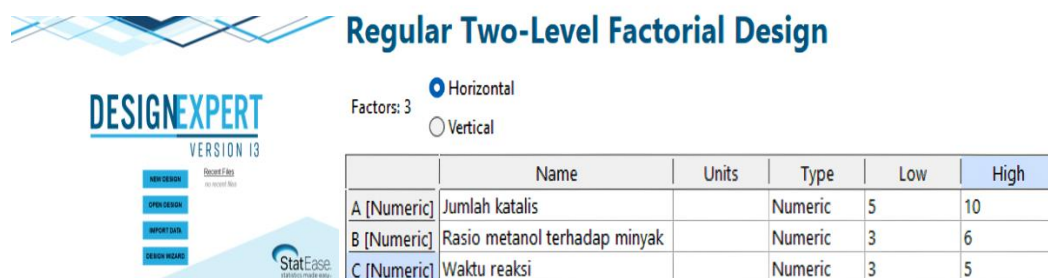
Response Surface Methodology (RSM) digunakan dalam penelitian ini untuk mengetahui kondisi optimum dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi produk biodiesel dengan zeolit-X yang berperan sebagai katalis.

Sebelum reaksi transesterifikasi dilakukan, parameter yang digunakan harus ditentukan terlebih dahulu batas atas dan batas bawah berdasarkan Tabel 4.

Tabel 4. Nilai batas atas dan bawah setiap parameter dalam reaksi transesterifikasi.

Parameter	Jarak	
	Rendah (-1)	Tinggi (+1)
A-Jumlah katalis (%)	5	10
B-Rasio minyak terhadap metanol	3	6
C-Waktu reaksi (jam)	3	5

Setelah menetapkan batas atas dan batas bawah tersebut, selanjutnya dilakukan pembuatan desain percobaan menggunakan *software Design Expert 13.0*, seperti yang terlihat pada Gambar 13.



Regular Two-Level Factorial Design

Factors: 3 Horizontal Vertical

	Name	Units	Type	Low	High
A [Numeric]	Jumlah katalis		Numeric	5	10
B [Numeric]	Rasio metanol terhadap minyak		Numeric	3	6
C [Numeric]	Waktu reaksi		Numeric	3	5

Gambar 13. Desain percobaan pada *software*.

Setelah itu, klik *next* pada aplikasi dan akan muncul kolom untuk memasukkan *responses* yang dapat kita tentukan berdasarkan jumlah respon yang diinginkan setelah reaksi transesterifikasi dilakukan. Pada kolom *name* yang ditampilkan pada Gambar 14 merupakan jenis respon yang ingin didapatkan, sementara kolom *units* merupakan satuan dari respon tersebut.

Responses: (1 to 999) Horizontal Vertical

Name	Units
Konversi Biodiesel	%

Gambar 14. Pengisian respon pada desain percobaan.

Setelah tahap tersebut telah selesai, langkah yang diperlukan adalah klik *finish* pada aplikasi hingga muncul tabel seperti yang ditampilkan pada Tabel 5. Rekomendasi percobaan tersebut diberikan oleh *software Design Expert 13.0* yang berguna dalam proses reaksi transesterifikasi.

Tabel 5. *Design of Experiment (DOE)*

Percobaan	A: Jumlah katalis (%)	B: Nisbah metanol terhadap minyak	C: Waktu reaksi (jam)	Respon (% konversi biodiesel)
1	5	6	4	
2	10	4	4	
3	5	4	5	
4	7,5	6	5	
5	5	4	3	
6	7,5	6	5	
7	10	3	5	
8	5	6	4	
9	10	6	5	
10	10	3	5	
11	10	3	4	

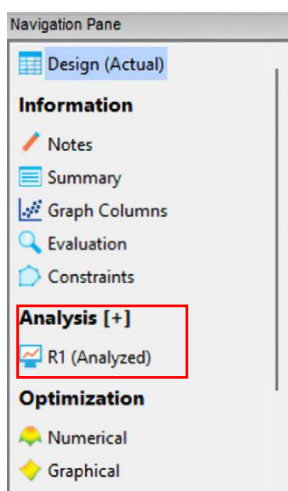
Percobaan	A: Jumlah katalis (%)	B: Nisbah metanol terhadap minyak	C: Waktu reaksi (jam)	Respon (% konversi biodiesel)
12	7,5	6	3	
13	7,5	6	5	
14	10	3	3	
15	5	4	3	
16	7,5	6	4	
17	10	6	4	
18	7,5	3	4	
19	10	3	5	
20	5	4	3	

Setelah rekomendasi didapatkan dari *software*, langkah selanjutnya adalah melakukan reaksi transesterifikasi berdasarkan DoE yang telah direkomendasikan. Waktu reaksi yang digunakan divariasikan yakni 3, 4, dan 5 jam. Jumlah katalis yang digunakan divariasikan dengan variasi 5; 7,5; dan 10% dari volume minyak yang digunakan. Kemudian untuk nisbah metanol terhadap minyak divariasikan dengan variasi 3, 4, dan 6. Untuk proses transesterifikasi minyak yang digunakan sebanyak 25 mL. Reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan perangkat reflus lengkap, dengan kapasitas labu bundar sebesar 300 mL. Suhu 70 °C dipertahankan selama reaksi transesterifikasi berlangsung dengan kondisi variasi waktu yang telah ditentukan.

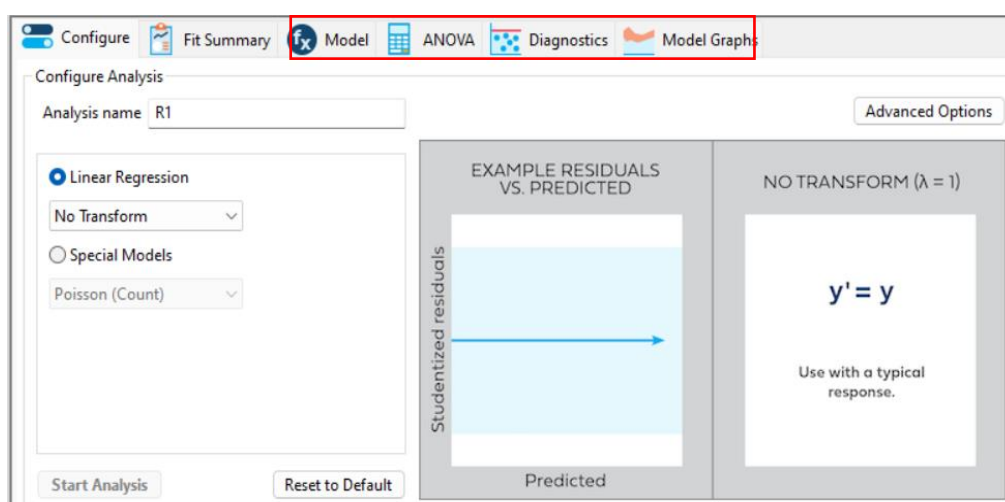
Setelah proses transesterifikasi selesai, produk hasil reaksi didinginkan pada suhu kamar, kemudian dipisahkan dari katalis menggunakan corong pisah yang telah disiapkan beserta corong gelas yang dilengkapi dengan kertas saring. Produk selanjutnya didiamkan selama semalaman untuk memisahkan campuran menjadi dua fasa. Fasa atas merupakan metil ester atau biodiesel dari hasil reaksi. Sedangkan fasa bawah merupakan minyak sisa yang tidak terkonversi selama reaksi transesterifikasi berlangsung. Produk selanjutnya dihitung besar persen konversinya menggunakan persamaan yang disajikan pada Lampiran 1. Pengisian kolom respon yang berada pada Tabel 5 dilakukan setelah mendapatkan data konversi hasil produk transesterifikasi.

3.6 Analisis Respon Menggunakan Metode RSM

Data respon hasil dari reaksi transesterifikasi yang telah dimasukkan ke dalam tabel respon dalam *software*, selanjutnya akan dianalisis dengan mengklik *analysis* pada *navigation pane* dalam *software* seperti yang terlihat pada Gambar 15. Selanjutnya, tabel ANOVA, grafik 3D, optimasi respon, dan verifikasi respon disajikan seperti yang terlihat pada Gambar 16.



Gambar 15. Analisis data respon.



Gambar 16. Tampilan *software* yang menyajikan hasil analisis data.

3.7 Analisis Produk Transesterifikasi

Analisis menggunakan alat GC-MS terhadap produk transesterifikasi dilakukan untuk mengidentifikasi komponen yang menyusun produk tersebut. Selanjutnya, produk juga dianalisis tingkat kelayakannya sebagai biodiesel meliputi titik nyala, densitas, dan viskositas.

3.7.1 Titik Nyala (*flash point*)

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

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

3.7.2 Densitas

Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Piknometer kosong dicuci dan dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu.
2. Piknometer diisi dengan akuades suhu 20 °C kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu 25 °C selama 30 menit.

3. Píknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat akuades diperoleh dari selisih berat píknometer berisi akuades dan berat píknometer kosong).
4. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam píknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.
5. Bagian luar píknometer dikeringkan dan píknometer ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat píknometer berisi sampel dan berat píknometer kosong).

Densitas dapat dihitung dengan Persamaan 5:

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \quad (5)$$

Keterangan :

ρ = densitas biodiesel (g/mL)

W_1 = berat píknometer kosong (g)

W_2 = berat píknometer + berat sampel (g)

V = volume píknometer (mL)

3.7.3 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. Viskometer dibersihkan sebelum digunakan.
2. Viskometer diisi dengan sampel lalu diletakkan pada suhu kamar.
3. Pada saat viskometer telah mencapai kondisi yang diinginkan, maka ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas.
4. Selanjutnya sampel dibiarkan turun serta dihitung waktu sampai tanda batas

5. Waktu yang diukur adalah waktu miniskus untuk melewati dari sasaran pertama menuju waktu sasaran kedua.

Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Nilai viskositas kemudian dihitung dengan Persamaan 6:

$$\eta = \frac{\eta_{air} \times \rho_{biodiesel} \times t}{\rho_{air} \times t_{air}} \quad (6)$$

Keterangan:

η = viskositas biodiesel (poise)

η_{air} = viskositas air (poise)

$\rho_{biodiesel}$ = densitas biodiesel (gram/mL)

ρ_{air} = densitas air (gram/mL)

$t_{biodiesel}$ = waktu tempuh biodiesel (s)

t_{air} = waktu tempuh air (s)

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Data hasil karakterisasi zeolit-X dengan instrumen XRD menunjukkan kemiripan puncak 2θ dengan data standar IZA, karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bentuk oktahedral. Karakterisasi menggunakan BET, zeolit-X memiliki ukuran jari-jari rata-rata <2 nm, dengan luas permukaan spesifik sebesar $533,798$ m²/g. Karakterisasi menggunakan PSA distribusi rata-rata partikel zeolit-X sebesar $1,463$ μ m.
2. Kondisi optimum reaksi transesterifikasi didapatkan dari model yang diaplikasikan dan diperoleh pada kondisi jumlah katalis sebesar 10%, nisbah metanol terhadap minyak 6:1, dan waktu reaksi selama 5 jam dengan persen konversi biodiesel yang didapatkan sebesar 69,97%.
3. Plot 3D diperoleh berdasarkan teknik pemodelan regresi dengan metode RSM. Dari interaksi 3 variabel yang diuji diketahui bahwa, waktu reaksi memiliki pengaruh yang relatif kecil terhadap konversi produk biodiesel.
4. Berdasarkan hasil identifikasi produk hasil transesterifikasi dengan GC-MS, diketahui bahwa komponen utama adalah metil oleat (42,58%), dan komponen tertinggi kedua setelahnya adalah metil stearat (40,94%). Dari uji parameter fisik terhadap produk biodiesel pada penelitian ini belum dapat memenuhi standar SNI 7182:2015.

5.2 Saran

Beberapa hal yang disarankan untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Mengoptimalkan kinerja zeolit-X sebagai katalis dengan menambahkan pengemban logam golongan alkali tanah seperti K, Rb, dan Cs melalui metode impegnasi ke dalam matriks zeolit.
2. Mempelajari penggunaan zeolit-X sebagai katalis terhadap reaksi transesterifikasi dengan bahan baku minyak nabati selain minyak kelapa sawit.

DAFTAR PUSTAKA

- Alismaeel, Z. T., Abbas, A. S., Albayati, T. M., and Doyle, A. M. 2018. Biodiesel from Batch and Continuous Oleic Acid Esterification Using Zeolite Catalysts. *Fuel*, 234, 170-176.
- Al-Jubouri, S. M., and Holmes, S. M. 2020. Immobilization of Cobalt Ions Using Hierarchically Porous 4A Zeolite-Based Carbon Composites: Ion-Exchange and Solidification. *Journal of Water Process Engineering*, 33, 1-10.
- Allanas, E., Rahman, A., Arlin, E., and Prasetyanto, E. A. 2021. Study Surface Area and Pore Size Distribution on Synthetic Zeolite X Using BET, BJH and DFT Methods. *Journal of Physics: Conference Series*, 2019(1), 1-6.
- Al-Rubaye, A. F., Hameed, I. H., and Kadhim, M. J. 2017. A Review: Uses of Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) Technique for Analysis of Bioactive Natural Compounds of Some Plants. *International Journal Of Toxicological And Pharmacological Research*, 9(01), 1-17.
- Amador, C., and Martin de Juan, L. 2016. Strategis for Structured Particulate Systems Design. *Computer Aided Chemical Engineering*, 39, 509-579.
- Anbia, M., and Bandarchian, F. 2015. Optimization of Nanocrystals NaX Zeolite Synthesis with Different Silica Sources. *Journal of Applied Chemical Research*, 9, 71-80.
- Armstrong, R. A., Eperjesi, F., and Gilmartin, B. 2002. The Application of Analysis of Varians (ANOVA) to Different Experimental Designs in Optometry. *Ophthalmic Physiol Opt*, 22, 248-256.
- Anonim. 2022. Framework MFI. <https://asia.iza-structure.org/IZA-SC/framework.php?STC=FAU>. Diakses pada tanggal 16 Desember 2022.

Anonim 2022. <https://peraturan.bpk.go.id/Home/Details/143507/permen-esdm-no-25-tahun-2013/>. Diakses pada tanggal 16 Desember 2022.

Anonim. 2022.

<https://www.bps.go.id/publication/download.html?nrbvfeve=MjU0ZWU2YmQzMjEwNGMwMDQzN2E0YTYx&xzmn=aHR0cHM6Ly93d3cuYnBzLmdvLmlkL3B1YmtpY2F0aW9uLzIwMjIvMTEvMzAvMjU0ZWU2YmQzMjEwNGMwMDQzN2E0YTYxL3N0YXRpc3Rpay1rZWxhcGEtc2F3aXQtYW5kb25lc2lhLTlwMjEuaHRtbA%3D%3D&twoadfnorfeuf=MjAyMy0wMi0wNSAxMzo0NT00NQ%3D%3D.%20%20Diakses%20pada%20tanggal%202018%20Desember%202022.>

Bastani, D., Esmaili, N., and Asadollahi, M. 2013. Polymeric Mixed Matrix Membranes Containing Zeolites as A Filler for Gas Separation Applications: A Review. In *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19(2), 375–393).

Bhandari, R., Volli, V., and Purkait, M. K. 2015. Preparation and Characterization of Fly Ash Based Mesoporous Catalyst for Transesterification of Soybean Oil. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3(2), 906–914.

Bin, S., Zhao, J., and Chang, Q. 2021. Green Synthesize of Fly Ash-Based Zeolite-X: A Potential Microwave Absorbent. *Journal Material Science: Material Electron*, 1-8.

Box, G. E. P., Hunter, W. G., and Hunter, J. S. 1978 *Statistics for Experimenters : An Introduction to Design, Data Analysis, and Model Building*. Wiley, Michigan University.

Chen, G. Y., shan, R., Shi, J.F., and Yan, B.B. 2015. Transesterification of Palm Oil to Biodiesel Using Rice Husk Ash-Based Catalyst. *Fuel Processing Technology*, 133, 8-13.

Cheng, J., Zhang, Z., Zhang, X., Fan, Z., Liu, J., and Zhou, J. 2019. Continuous Hydroprocessing of Microalgae Biodiesel to Jet Fuel Range Hydrocarbons Promoted by Ni/Hierarchical Mesoporous Y Zeolite Catalyst. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(23), 11765–11773.

- Cvijović, Z., Radenković, G., Maksimović, V., and Dimčić, B. 2005. Application of ANOVA Method to Precipitation Behaviour Studies. *Material Science and Engineering A*, 397(2005), 195-203.
- da Conceição, L. R. V., da Costa, C. E. F., da Rocha Filho, G. N., Pereira-Filho, E. R., and Zamian, J. R. 2015. Ethanolysis Optimisation of Jupati (*Raphia taedigera Mart.*) Oil to Biodiesel Using Response Surface Methodology. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 26(7), 1321–1330.
- David, G.W. 2005. Analisis Farmasi Edisi kedua. EGC. Jakarta.
- Dehghan, R., and Anbia, M. 2017. Zeolites for Adsorptive Desulfurization from Fuels: A review. *Fuel Processing Technology*, 167, 99–116.
- Deshpande, P., and Kavita, K. 2012. Production and Evaluation of Biodiesel from Palm Oil and Ghee (Clarified Butter). *Chemical and Process Engineering Research*, 2, 33-42.
- Dyah, P S. 2011. Produksi Biodiesel dari Mikroalga Chlorella sp dengan Metode Esterifikasi In-Situ. (Tesis). Universitas Diponegoro. Jawa Tengah.
- el Brihi, T., Jaubert, J. N., Barth, D., and Perrin, L. 2002. Determining Volatile Organic Compounds Adsorption Isotherms on Dealuminated Y Zeolite and Correlation with Different Models. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 47(6), 1553–1557.
- Endalew, A. K., Kiros, Y., and Zanzi, R. 2011. Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production from Jatropha Curcas Oil (JCO). *Energy*, 36(5), 2693-2700.
- Febriyanti, T. D., Simanjuntak, W., and Pandiangan, K. D. 2021. Pyrolytic Conversion of Palm Oil into Liquid Fuel Using Protonated Zeolite-X Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Foil As Catalyst. *Journal of Physics: Conference Series*, 1751(1), 1-10.
- Foroutan, R., Mohammadi, R., and Ramavandi, B. 2021. Waste Glass Catalyst for Biodiesel Production from Waste Chicken Fat: Optimization by RSM and Anns And Toxicity Assessment. *Fuel*, 291, 1-12.

- Gelb, L. D., and Gubbins, K. E. 1998. Characterization of Porous Glasses: Simulation Models, Adsorption Isotherms, and the Brunauer-Emmett-Teller Analysis Method. *Langmuir*, 14, 2097-2111.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Angelova, K., Markovska, I. Hristov, Y. 2009. Synthetic Zeolites-Structure, Clasification, Current Trends I Zeolites Synthesis: Review. *International Science Conference, VII*, 1-5.
- Hamid, H. A., Jenidi, Y., Thielemans, W., Somerfield, C., and Gomes, R. L. 2016. Predicting The Capability of Carboxylated Cellulose Nanowhiskers for The Remediation of Copper from Water Using Response Surface Methodology (RSM) and Artificial Neural Network (ANN) Models. *Industrial Crops and Products*, 93, 108-120.
- Hasan, N., and Ratnam, M. V. 2022. Biodiesel Production from Waste Animal Fat by Transesterification Using H₂SO₄ and KOH Catalysts: A Study of Physiochemical Properties. *International Journal of Chemical Engineering*, 2022, 1-7.
- Helwani, Z., Ramli, M., Saputra, E., Putra, Y. L., Simbolon, D. F., Othman, M. R., and Idroes, R. 2020. Composite Catalyst of Palm Mill Fly Ash-Supported Calcium Oxide Obtained from Eggshells for Transesterification of Off-Grade Palm Oil. *Catalysts*, 10(7), 1-16.
- Horiba. 2017. *A Guidebook to Particle Size Analysis*. Horiba Instruments Inc. Irvine, USA.
- Hui, K. S., Chao, C. Y. H., and Kot, S. C. 2005. Removal of Mixed Heavy Metal Ions in Wastewater by Zeolite 4A and Residual Products from Recycled Coal Fly Ash. *Journal of Hazardous Materials*, 127(1-3), 89-101.
- Inkson, B. J. 2016. Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*, 17-43.
- Jean, R., Philip, P., and Kenneth, S. 2014. *Adsorption by Clays, Pillared Clays, Zeolites and Aluminophosphates*. Aix Marseille University-CNRS Laboratory. Marseille, France.

- Khemthong, P., Prayoonpokarach, S., and Wittayakun, J. 2007. Synthesis and Characterization of Zeolite LSX from Rice Husk Silica. *Suranaree Journal Science Technology*, 14(4), 367-379.
- Klunk, M. A., Das, M., Dasgupta, S., Impiombato, A. N., Caetano, N. R., Wander, P. R., and Moraes, C. A. M. 2019. Comparative Study Using Different External Sources of Aluminum on The Zeolites Synthesis from Rice Husk Ash. *Materials Research Express*, 7(1), 1-19.
- Koh, M. Y., and Ghazi, T. I. M. 2011. A Review of Biodiesel Production from *Jatropha Curcas L.* Oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15, 2240–225.
- Kolakoti, A., Setiyo, M., & Waluyo, B. (2021). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: Characterization, Modeling and Optimization. *Mechanical Engineering for Society and Industry*, 1(1), 22–30.
- Konduru, N., Lindner, P., and Assaf-Anid, N. M. 2007. Curbing the Greenhouse Effect by Carbon Dioxide Adsorption with Zeolite 13X. *AIChE Journal*, 53(12), 3137–3143.
- Kurniawan, R. Y., Romadiansyah, T. Q., Tsamarah, A. D., and Widiasturi, N. Synthesis of Zeolite-X from Bottom Ash for H₂ Adsorption. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 299 (012083), 1-10.
- Lee, S. L., Wong, Y. C., Tan, Y. P., and Yew, S. Y. 2015. Transesterification of Palm Oil to Biodiesel by Using Waste Obtuse Horn Shell-Derived CaO Catalyst. *Energy Conversion and Management*, 93, 282-288.
- Liguori, B., Aprea, P., Gennaro, B. de, Iucolano, F., Colella, A., and Caputo, D. 2019. Pozzolan Activity of Zeolites: The Role of Si/Al Ratio. *Materials*, 12(24), 1-16.
- Llewellyn, A. V., Matruggio, A., Brett, D. J. L., Jervis, R., and Shearing, P. R. 2020. Using In-Situ Laboratory and Synchrotron-Based X-Ray Diffraction for Lithium-Ion Batteries Characterization: A review on recent developments. *In Condensed Matter* 5(4), 1-28.

- Ma, X., Liu, F., Helian, Y., Li, C., Wu, Z., Li, H., Chu, H., Wang, Y., Wang, Y., Lu, W., Guo, M., Yu, M., and Zhou, S. 2021. Current Application of Mofs Based Heterogeneous Catalysts in Catalyzing Transesterification/Esterification for Biodiesel Production: A review. *Energy Conversion and Management*, 229, 1-27.
- McLafferty. 1988. *Registry of Mass Spec.* John Wiley and Sons Inc. New York.
- Mendoza, H. R., Pereira, M. V. L., Gerven, T. V., and Lutz, C. 2019. Continuous Flow Synthesis of Zeolite FAU in an Oscillatory Baffled Reactor. *Journal of Advanced Manufacturing and Processing*, 2, 1-10.
- Mohamed, R. M., Mkhaldid, I. A., and Barakat, M. A. 2015. Rice Husk Ash as A Renewable Source for The Production of Zeolite Nay and Its Characterization. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(1), 48-53.
- Montalvo, S., Guerrero, L., Borja, R., Sánchez, E., Milán, Z., Cortés, I., and Angeles de la la R. M. 2012. Application of Natural Zeolites in Anaerobic Digestion Processes: A review. In *Applied Clay Science*, 58, 125-133.
- Montgomery, D. C., 1997. *Design and Analysis of Experiments*, Fourth Edition, Wiley. New York.
- Murray, R., and Wyse-Mason, R. 2018. Investigation of Methanol-Biodiesel-Coconut Oil Ternary Blends as An Alternative Fuel for CI Engines. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 21(5), 1056-1066.
- Muttakin, M. Mitra, S. Thu, K. Ito, K. and Saha, B. B. 2018. Theoretical Framework to Evaluate Minimum Desorption Temperature for IUPAC Clasified Adsorption Isotherms. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 122, 795-805.
- Naderi, M. 2015. Surface Area: Brunauer-Emmett-Teller (BET). In *Progress in Filtration and Separation*, 585-608.
- Nazir, L. S. M., Yeong, Y. F., and Chew, T. L. 2020. Methods and Synthesis Parameters Affecting the Formation Of FAU Type Zeolite Membrane and Its

- Separation Performance: A Review. In *Journal of Asian Ceramic Societies*, 8(3), 553-571.
- Osorio-González, C. S., Gómez-Falcon, N., Sandoval-Salas, F., Saini, R., Brar, S. K., and Ramírez, A. A. 2020. Production of Biodiesel from Castor Oil: A review. *Energies*, 13(10), 1-22.
- Pandiangan, K. D., Arief, S., Jamarun, N., and Simanjuntak, W. 2017. 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., Pratiwi, E., and Rilyanti, M. 2019. Characteristics and Catalytic Activity of Zeolite-A Synthesized from Rice Husk Silica and Aluminium Metal by Sol-Gel Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1338(1), 1-13.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Alista, D. I., and Ilim, I. 2021. The Effect of Nio Loads on Catalytic Activity of Nio/ZSM-5 for Transesterification of Rubber Seed Oil. *Rasayan Journal of Chemistry*, 14(4), 2379–2385.
- Pangesti, G. G., Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Sascori, S., and Rilyanti, M. 2021. Synthesis of Zeolite-Y from Rice Husk Silica and Food Grade Aluminum Foil Using Modified Hydrothermal Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1751(1), 1-9.
- Panichikkal, A. F., Prakasan, P., Kizhakkepowathial Nair, U., and Kulangara Valappil, M. 2018. Optimization of Parameters for the Production of Biodiesel from Rubber Seed Oil Using Onsite Lipase by Response Surface Methodology. *3 Biotech*, 8(11), 1-14.
- Park, H. B., Kim, K. D., and Lee, Y. K. 2018. Promoting Asphaltene Conversion by Tetralin for Hydrocracking of Petroleum Pitch. *Fuel*, 222, 105-113.
- Pavan M. V. R and Andrew R. B. 2022. *Physical Methods in Chemistry and Nano Science*. Rice University, Libre Text. Houston.

- Prodinge, S., and Derewinski, M. A. 2020. Synthetic Zeolites and Their Characterization. *Nanoporous Materials for Molecule Separation and Conversion*, 65-88.
- Pugazhendhi, A., Alagumalai, A., Mathimani, T., and Atabani, A. E. 2020. Optimization, Kinetic and Thermodynamic Studies on Sustainable Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: An Indian perspective. *Fuel*, 273, 1-8.
- Qiang, Z., Li, R., Yang, Z., Guo, M., Cheng, F., and Zhang, M. 2019. Zeolite X Adsorbent with High Stability Synthesized from Bauxite Tailings for Cyclic Adsorption of CO₂. *Energy and Fuels*, 33(7), 6641-6649.
- Rahman, M., and Hayat, A. 2019. Green Synthesis, Properties, and Catalytic Application of Zeolite (P) In Production of Biofuels from Bagasse. *International Journal of Energy Research*, 43(9), 4820-4827.
- Rahman, M., Aziz, Y., dan Utama, P. S. 2021. Optimasi Kondisi Proses Sintesis Biodiesel Berbasis Reaksi Esterifikasi Palm Fatty Acid Distillate Dengan Katalis Cu-Hidroksiapatit Dari Limbah Tulang Ikan. *Journal of Bioprocess, Chemical and Environmental Engineering Science*, 2(1): 12–24.
- Rahman, M. M., Muttakin, M., Pal, A., Shafiullah, A. Z., and Saha, B. B. 2019. A Statistical Approach to Determine Optimal Models for IUPAC-Classified Adsorption Isotherms. *Energies*, 12(4565), 1-34.
- Rahmani, V. B., Saghatoleslami, N., Nayebzadeh, H., and Toghiani, J. 2018. Effect of Alumina Loading On The Properties and Activity Of SO₄²⁻/ZrO₂ for Biodiesel Production: Process Optimization Via Response Surface Methodology. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 83, 115-123.
- Rashid, U., Anwar, F., Ansari, T. M., Arif, M., & Ahmad, M. (2009). Optimization of alkaline transesterification of rice bran oil for biodiesel production using response surface methodology. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 84(9), 1364–1370.
- Roshanfekar R. L., and Anbia, M. 2021. Zeolite-Based Composites for The Adsorption of Toxic Matters from Water: A Review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(5), 1-22.

- Simanjuntak, W., Pandiangan, K. D., Sembiring, Z., Simanjuntak, A., and Hadi, S. 2021. The Effect of Crystallization Time On Structure, Microstructure, and Catalytic Activity Of Zeolite-A Synthesized from Rice Husk Silica and Food-Grade Aluminum Foil. *Biomass and Bioenergy*, 148, 1-7.
- Singh, A., Sinha, S., Choudhary, A. K., Sharma, D., Panchal, H., and Sadasivuni, K. K. 2021. An Experimental Investigation of Emission Performance of Heterogenous Catalyst Jatropha Biodiesel Using RSM. *Case Studies in Thermal Engineering*, 25, 1-14.
- Smallman, R. E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern, Edisi Keempat*. PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Sparkman, O. D., Penton, Z., and Kitson, F. 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide*. Academic Press. Amsterdam.
- Suka, I. G., Simanjuntak, W., Sembiring, S., Trisnawati, E. 2009. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metoda Ekstraksi. *MIPA dan Pembelajarannya*, 37(1), 1-6.
- Tabatabaei, M., Aghbashlo, M., Dehghani, M., Panahi, H. K. S., Mollahosseini, A., Hosseini, M., and Soufiyan, M. M. 2019. Reactor Technologies for Biodiesel Production and Processing: A Review. In *Progress in Energy and Combustion Science*, 74, 239-303.
- Tiwari, A., Rajesh, V. M., and Yadav, S. 2018. Biodiesel Production In Micro-Reactors: A Review. In *Energy for Sustainable Development*, 43, 143-161.
- Ullah, Z., Bustam, M. A., Man, Z., Khan, A. S., Muhammad, N., Sarwono, A., Farooq, M., Ullah, R., and Mengal, A. N. 2017. A Detail Description on Catalytic Conversion of Waste Palm Cooking Oil into Biodiesel and Its Derivatives: New Functionalized Ionic Liquid Process. *ChemistrySelect*, 2(27), 8583–8595.
- Vardeman, S. 1994. *Statistics for Engineering Problem Solving*. PWS Publishing Company. Boston.

- Wang, B., Wang, B., Shukla, S. K., and Wang, R. 2022. Enabling Catalyst for Biodiesel Production via Transesterification. *Catalysts*, 2023(13), 1-23.
- Wagiyo dan Handayani, A. 1997. *Petunjuk Praktikum Scanning Electron Microscope, SEM dan Energy Dispersive Spectrometer, EDS*. Badan Tenaga Atom Nasional. Tangerang.
- Wong, Y. C., Tan, Y. P., Taufiq-Yap, Y. H., & Ramli, I. (2015). An optimization study for transesterification of palm oil using response surface methodology (RSM). *Sains Malaysiana*, 44(2), 281–290.
- Yao, G., Lei, J., Zhang, X., Sun, Z., and Zheng, S. 2018. One-Step Hydrothermal Synthesis of Zeolite X Powder from Natural Low-Grade Diatomite. *Materials*, 11(906), 1-14.
- Yuste, A. J., and Dorado, M. P. 2006. A neural network approach to simulate biodiesel production from waste olive oil. *Energy and Fuels*, 20(1), 399-402.
- Zahan, K. A., and Kano, M. 2018. Biodiesel Production from Palm Oil, Its by-Products, and Mill Effluent: A review. In *Energies*, 11(8), 1-25.
- Zhang, P., Chen, X., Leng, Y., Dong, Y., Jiang, P., and Fan, M. 2020. Biodiesel Production from Palm Oil and Methanol Via Zeolite Derived Catalyst As A Phase Boundary Catalyst: An Optimization Study by Using Response Surface Methodology. *Fuel*, 272, 1-10.
- Zhao, Z., Cui, X., Ma, J., and Li, R. 2007. Adsorption of Carbon Dioxide On Alkali-Modified Zeolite 13X Adsorbents. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 1(3), 355-359.
- Zhou, J., Hatami, M., Song, D., and Jing, D. 2016. Design of Microchannel Heat Sink with Wavy Channel and Its Time-Efficient Optimization with Combined RSM and FVM Methods. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 103, 715-724.
- Zhu, T., Zhang, X., Han, Y., Liu, T., Wang, B., and Zhang, Z. 2019. Preparation of Zeolite X by the Aluminum Residue from Coal Fly Ash for the Adsorption of Volatile Organic Compounds. *Frontiers in Chemistry*, 7, 1-8.