

**LAPORAN PENELITIAN KOMPETITIF  
TAHUN ANGGARAN 2016**

**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JARAK (*CASTOR OIL*)  
MENGUNAKAN FOTOKATALIS KOMPOSIT  
K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/ZEOLIT SEBAGAI ENERGI ALTERNATIF RAMAH  
LINGKUNGAN**

Nomor DIPA	:	DIPA BLU: DIPA-025.04.2.423812/2016
Tanggal	:	07 Desember 2015
Satker	:	(423812) UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
Kode Kegiatan	:	(2132) Peningkatan Akses, Mutu, Kesejahteraan dan Subsidi Pendidikan Tinggi Islam
Kode Sub Kegiatan	:	(008) Penelitian Bermutu
Kegiatan	:	(004) Dukungan Operasional Penyelenggaraan Pendidikan

**OLEH :**

**Suci Amalia, M.Sc**

**NIP 198211042009012007**



**KEMENTERIAN AGAMA  
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT (LP2M)  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG  
2016  
HALAMAN PENGESAHAN**

Laporan Penelitian ini disahkan oleh

Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LP2M)  
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang  
Pada tanggal 17 September 2016

Peneliti

Nama : Suci Amalia, M.Sc  
NIP : 198211042009012007  
Tanda Tangan :

Ketua LP2M  
UIN Maulana Malik Ibrahim Malang,

Dr. Hj. Mufidah Ch, M. Ag  
NIP 196009101989032001

**PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN**

Kami yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Suci Amalia, M.Sc.  
NIP : 19821104 200901 2 007  
Pangkat/Golongan : Penata/IIIc  
Fakultas/ Jurusan : Saintek/ Kimia

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa dalam penelitian ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila di kemudian hari ternyata dalam penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur penjiplakan dan pelanggaran etika akademik, maka kami bersedia mengembalikan dana penelitian yang telah saya terima dan diproses sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Malang, 31 Agustus 2016

Peneliti,

Suci Amalia, M.Sc.  
NIP. 198211042009012007

### **PERNYATAAN TIDAK SEDANG TUGAS BELAJAR**

Kami yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Suci Amalia, M.Sc.

NIP : 19821104 200901 2 007  
Pangkat/ Gol.Ruang : Penata/ III-c  
Tempat, Tgl. Lahir : Bone, 4 November 1982  
Judul Penelitian : KetuaPeneliti

Denganini menyatakan bahwa:

1. Saya TIDAK SEDANG TUGAS BELAJAR;
2. Apabila di kemudian hari terbukti bahwa kami sedang tugas belajar, maka secara langsung kami menyatakan mengundurkan diri dan mengembalikan dana yang telah kami terima dari Program Penelitian Kompetitif 2016.

Demikian Surat Pernyataan ini kami buat sebagaimana mestinya.

Malang, 31 Agustus 2016

Peneliti,

Suci Amalia, M.Sc.  
NIP. 198211042009012007

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR TABEL.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	vi
ABSTRAK.....	vii

## BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Khusus.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	5

## BAB II STUDI PUSTAKA

2.1 Kajian Riset Sebelumnya.....	6
2.2 Kajian Teoritis.....	11
2.2.1 Tanaman jarak kepyar ( <i>Ricinus communis L</i> ) .....	11
2.2.2 Biodiesel.....	13
2.2.3 Katalis M-zeolit .....	14
2.2.4 Fotokatalis semikonduktor titanium oksida .....	16
2.3 Road Map Penelitian.....	17

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan .....	20
3.2 Tahapan Penelitian .....	20
3.3 Prosedur Penelitian .....	21
3.3.1 Preparasi dan aktivasi zeolit .....	21
3.3.1.1 Preparasi zeolit alam .....	21
3.3.1.2 Aktivasi zeolit alam .....	21
3.3.2 Sintesis komposit $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit alam Malang dengan metode hidrotermal .....	21
3.3.3 Karakterisasi komposit $K_2O$ /zeolit dan $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit dengan XRD..	21
3.3.4 Uji aktivitas katalis .....	22
3.3.4.1 Reaksi transesterifikasi .....	22
3.3.4.2 Reaksi fototransesterifikasi .....	22
3.3.5 Analisis komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi .....	23
3.3.5.1 Karakterisasi FTIR .....	23
3.3.5.2 Karakterisasi GC-MS .....	23
3.3.6 Karakterisasi minyak jarak dan metil ester (biodiesel) dari konversi minyak jarak.....	24
3.3.6.1 Analisis asam lemak bebas .....	24
3.3.6.2 Uji densitas .....	24
3.3.6.3 Uji kadar air .....	24

## **BAB VI HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang .....	26
4.2 Sintesis Komposit Fotokatalis $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit Alam Teraktivasi .....	27
4.3 Karakterisasi XRD Komposit $K_2O$ /Zeolit dan $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit .....	29
4.4 Uji Aktivitas Fotokatalis Material Komposit $K_2O$ /Zeolit dan $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit Alam Teraktivasi Pada Reaksi Transesetrifikasi Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak Kepyar .....	31
4.5 Karakterisasi Minyak dan Produk Biodiesel yang Dihasilkan.....	34

## **BAB V PENUTUP**

5.1 Kesimpulan .....	49
5.2 Saran .....	49

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	50
-----------------------------	----

<b>LAMPIRAN</b> .....	53
-----------------------	----

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak minyak jarak.....	11
Tabel 2.2 Reaksi kimia yang umum digunakan di industri pengolahan minyak jarak 12	
Tabel 2.3 Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk biodiesel .....	14
Tabel 2.4 Perbedaan struktur titanium oksida fasa anatas, brukit, dan rutil .....	17
Tabel 3.1 Komposisi katalis dan rasio molar .....	22
Tabel 3.2 Pengondisian instrument GC-MS.....	23
Tabel 4.1 Puncak khas pada $\text{TiO}_2$ , zeolit, dan variasi komposit $\text{TiO}_2$ -zeolit .....	34
Tabel 4.2 Nilai luas permukaan variasi komposit $\text{TiO}_2$ -zeolit .....	39
Tabel 4.3 Hasil uji keasaman katalis.....	40

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kromatogram GC hasil transesterifikasi minyak jarak.....	6
Gambar 2.2 Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % ALB .....	9
Gambar 2.3 Hasil konversi ALB (%) minyak goreng bekas dengan berbagai variasi katalis heterogen pada variasi waktu 0,2,4,5, dan 6 jam .....	10
Gambar 2.4 Hasil impretasi spektra massa metal risinoleat .....	11
Gambar 2.5 Daerah energi pada semikonduktor TiO <sub>2</sub> .....	16
Gambar 3.1 Rangkaian reaktor uji reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan katalis komposit K <sub>2</sub> O-TiO <sub>2</sub> /zeolit .....	22
 Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit .....	 31
Gambar 4.2 Hasil aktivasi zeolit sebelum aktivasi dan setelah kalsinasi .....	32
Gambar 4.3 Difraktogram hasil karakterisasi (a) zeolit (b) TiO <sub>2</sub> (c) TiO <sub>2</sub> anatas-zeolit (10%:90%) .....	34
Gambar 4.4 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang <i>methylene blue</i> .....	36
Gambar 4.5 Struktur <i>methylene blue</i> .....	37
Gambar 4.6 Kurva waktu operasional <i>methylene blue</i> .....	37
Gambar 4.7 Kurva baku <i>methylene blue</i> konsentrasi 1-8 ppm.....	38
Gambar 4.8 Mekanisme reaksi ALB dan metanol dengan katalis asam heterogen H-zeolit	43
Gambar 4.9 Hasil konversi biodiesel (%) dengan berbagai variasi katalis heterogen pada variasi waktu 0, 2, 4, 5, dan 6 jam.....	45
Gambar 4.10 Mekanisme reaksi terbentuknya radikal ALB dan radikal metanol sebagai akibat dari penyinaran sinar UV yang mengenai semikonduktor..	47



## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT, Rabb pemilik dan penguasa alam semesta, karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan laporan penelitian penguatan program studi ini.

Seiring terselesaikannya penyusunan laporan ini tidak lepas dari bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si.
2. Ketua LP2M UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, Dr. Hj. Mufidah Ch, M.Ag, yang telah memberikan arahan program dalam pelaksanaan riset penelitian kompetitif dosen.
3. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
4. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik serta saran atas kekurangan laporan ini sangat diharapkan. Akhir kata semoga dengan tersusunnya laporan ini dapat memberikan manfaat dan masukan bagi kita semua.

Malang, 15 September 2016

Penulis

## ABSTRAK

### **Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak (*Castor Oil*) Menggunakan Fotokatalis Komposit $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit Sebagai Energi Alternatif Ramah Lingkungan**

Penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif mempunyai kendala diantaranya pada penggunaan katalis homogen. Penggunaan katalis homogeny memerlukan banyak pelarut dan pelarut. Upaya yang dapat dilakukan untuk mengurangi biaya produksi biodiesel dengan membuat katalis heterogen yang murah dan mudah dipisahkan dari produk. Tujuan penelitian ini adalah untuk memanfaatkan komposit  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit sebagai katalis heterogen yang bersifat basa dan dilakukan pada suhu kamar dengan bantuan sinar UV.

Zeolit alam diaktivasi kimia terlebih dahulu dengan direndam dalam HCl 6 M, kemudian menggunakan larutan KOH 20 %. Aktivasi fisika dilakukan dengan kalsinasi pada 450 °C selama 4 jam. Sintesis material komposit  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit dilakukan dengan metode hidrotermal. Uji aktivitas katalis dilakukan dengan variasi komposisi komposit  $K_2O$ /zeolit terhadap minyak jarak dengan merefluksnya pada suhu 60 °C. Uji aktivitas tersebut dibandingkan dengan aktivitas fotokatalis komposit  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit pada suhu kamar. Hasil material komposit dianalisis XRD, hasil reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan FTIR dan GCMS. Biodiesel yang dihasilkan dianalisis angka asam, densitas, dan kadar air.

Hasil uji aktivitas katalis  $K_2O$ /zeolit dan  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit menunjukkan bahwa pemanfaatan komposit  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit sebagai fotokatalis pada pembuatan biodiesel dari minyak jarak belum efektif, hal ini ditunjukkan dengan masih adanya asam lemak bebas dan sampel minyak jarak yang belum terkonversi yang terdeteksi pada alat GCMS. Sedangkan hasil analisis FTIR menunjukkan tidak adanya perubahan vibrasi gugus fungsi dari minyak jarak maupun produk biodiesel.

**Kata Kunci:** Zeolit, Komposit,  $TiO_2$ ,  $K_2O$ , Fotokatalis, Minyak jarak, Biodiesel

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Penggunaan bahan bakar fosil tanpa peningkatan efisiensi produksi dan peralihan ke sumber energi alternatif terbarukan, menyebabkan cadangan sumber energi bahan bakar fosil dunia khususnya minyak bumi diperkirakan hanya akan cukup untuk 30-50 tahun lagi (Nugroho, 2006). Hal tersebut mengakibatkan melambungnya harga BBM (Bahan Bakar Minyak) yang mempengaruhi kenaikan harga komoditas lainnya. Kelangkaan BBM membuat kebutuhan hidup masyarakat semakin berat, banyak industri yang gulung tikar. Berdasarkan hal inilah diperlukan suatu sumber energi baru, yang ramah lingkungan dan terbarukan. Salah satu alternatif sebagai pengganti bahan bakar minyak adalah biodiesel. Dengan peningkatan produksi biodiesel sebesar 2 % setiap tahunnya, maka Indonesia akan dapat melewati krisis energi bahan bakar motor diesel pada tahun 2053 (Kuncahyo, dkk., 2013). Biodiesel memiliki keunggulan dibandingkan dengan minyak diesel yaitu: merupakan sumber daya energi terbarukan, tidak bersifat toksik, ramah lingkungan karena bahan baku tidak mengandung sulfur serta emisi rendah (Murugesan, dkk., 2009). Keunggulan lain dari biodiesel yaitu memiliki angka setana lebih tinggi dari solar. Pemerintah sangat mendukung penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif. Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral menetapkan kewajiban pencampuran Bahan Bakar Nabati (BBN) sebanyak 15 % pada solar mulai 1 April 2015. Berdasarkan peraturan tersebut, produksi biodiesel di Indonesia akan memberikan nilai ekonomis yang tinggi.

Tanaman jarak merupakan salah satu tanaman hayati yang dapat ditemui di semua negara tropis atau sub tropis termasuk Indonesia. Minyak jarak adalah suatu trigliserida dari asam lemak yang diperoleh melalui ekstraksi pelarut dan pengepresan biji jarak. Biodiesel dapat dibuat dari sumber daya hayati terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewani. Tanaman jarak sudah banyak diteliti dan dikembangkan untuk pembuatan biodiesel. Apabila pembuatan biodiesel dilakukan dari minyak jarak maka akan menambah nilai kemanfaatan dari tanaman jarak. Minyak jarak mengandung racun sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak pangan, artinya jika minyak jarak digunakan sebagai biodiesel maka tidak mempengaruhi kebutuhan minyak nabati untuk kebutuhan pangan nasional. Oleh karena itu minyak jarak merupakan salah satu bahan baku utama pembuatan biodiesel yang saat ini menjadi prioritas pemerintah Indonesia (Rustamaji, dkk., 2010).

Berman, dkk (2011), menjelaskan kandungan terbesar minyak jarak adalah trigliserida yang tersusun dari asam risionelat sebagai komponen terbesar. Jika minyak jarak dikonversi menjadi biodiesel dengan reaksi transesterifikasi tanpa menggunakan katalis maka reaksi akan berjalan sangat lambat. Corro, dkk (2013) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. Umumnya biodiesel komersial diproduksi dengan katalis basa homogen seperti NaOH dan KOH (Xie dan Huang, 2006). Namun, penggunaan katalis homogen ini mengalami kesulitan pada saat memisahkan dengan produk. Membutuhkan proses yang lebih rumit dan biaya yang lebih mahal, sehingga lebih efektif menggunakan katalis heterogen yang mudah dipisahkan dengan produk (Lopez, dkk., 2005). Penelitian minyak jarak sebagai biodiesel telah banyak dilaporkan diantaranya yaitu: Kilic, dkk (2013), Pradhan, dkk. (2012), Berman, dkk (2011), Cavalcante, dkk. (2010), Ramezani, dkk (2010), Scholz dan Da Silva (2008), Plentz dkk (2006).

Zeolit alam merupakan salah satu sumber katalis heterogen yang sangat melimpah di Indonesia dan murah. Penggunaan zeolit alam sebagai katalis heterogen akan mengurangi biaya produksi biodiesel. Zeolit juga dapat berfungsi sebagai penyangga katalis karena mempunyai pori yang dapat digunakan sebagai tempat inti aktif katalis basa (Hanif, 2008). Banyak penelitian melakukan impregnasi katalis homogen (KOH) pada katalis heterogen seperti zeolit untuk proses reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel, diantaranya: Kusuma, dkk (2013) telah membuat biodiesel dari minyak jarak menggunakan KOH/zeolit alam didapat produk 95,09 %, Noiroj, dkk (2009), membandingkan penggunaan katalis KOH/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan KOH/zeolit NaY didapatkan produk metil ester (biodiesel) berturut-turut 81,96% dan 91,07 % dengan waktu reaksi selama 3 jam. Intarapong, dkk (2013) dengan katalis KOH/modernit didapatkan produk 96,7 %.

Diantara berbagai macam semikonduktor oksida logam,  $\text{TiO}_2$  merupakan material semikonduktor yang aktif sebagai fotokatalis. Hal ini karena  $\text{TiO}_2$  memiliki aktivitas fotokatalisis yang tinggi, material yang relatif murah, mudah diperoleh, tidak beracun, bersifat amfifilik dan tahan korosi. Teknologi fotokatalisis yang memanfaatkan energi foton dengan katalis semikonduktor seperti  $\text{TiO}_2$  merupakan alternatif proses yang efektif dan potensial untuk dikembangkan dalam produksi biodiesel. Keunggulan sifat inilah yang menyebabkan  $\text{TiO}_2$  lebih diminati sebagai material terapan dibandingkan semikonduktor lainnya (Gunlazuardi, 2001).

Reaksi transesterifikasi berjalan optimal pada suhu 60-70°C, akan tetapi dengan menggunakan fotokatalis maka reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada suhu rendah.

Corro, dkk (2013) telah membuat biodiesel dengan konversi 96 % dengan fotokatalis  $\text{ZnO/SiO}_2$ , Manique, dkk (2016) melaporkan  $\text{TiO}_2$  telah digunakan dalam reaksi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  (P25) menghasilkan konversi 86 % dan dengan menggunakan metode hidrotermal untuk mengubah P(25) menjadi TiNT (*Titania Nano Tube*), dalam reaksi TiNT menghasilkan konversi yield sebesar 59,3 %. Penggunaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  memiliki banyak keunggulan yaitu memiliki aktivitas fotokatalisis yang tinggi, stabil, tidak beracun, dan harga yang relatif lebih murah (Hasibuan, 2012).

Hasil penelitian Roufina (2014), Angelia (2014), dan Suiva (2014) menjelaskan bahwa  $\text{TiO}_2$ -zeolit alam sangat efektif sebagai fotokatalis reaksi esterifikasi minyak goreng bekas untuk pembuatan biodiesel. Suiva (2014) telah membuat biodiesel dengan variasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit (10:90, 20:80 dan 25:75). Hasil yang didapat menunjukkan  $\text{TiO}_2$ -zeolit (25:75) memiliki aktivitas katalitik paling tinggi. Hal ini membuktikan bahwa variasi komposisi  $\text{TiO}_2$ -zeolit, sangat mempengaruhi aktivitas fotokatalis.

Kusuma, dkk (2012) melaporkan bahwa penambahan KOH pada zeolit alam asal Pacitan menyebabkan katalis heterogen KOH/zeolit dapat digunakan sampai tiga kali reaksi dengan yield biodiesel yang dihasilkan di atas 70 %. *Reusable* katalis tersebut dicoba tiga kali pada reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol. Pengulangan penggunaan katalis KOH/zeolit dilakukan dengan metode yang sama menghasilkan produk metil ester berturut-turut: 95,05 %, 86,08 % dan 72,31 % setiap kali katalis dipakai.

Penggunaan fotokatalis  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  untuk reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel belum pernah dilaporkan. Oleh karena itu, pada penelitian ini memanfaatkan komposit  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  sebagai katalis heterogen yang bersifat basa dan dilakukan pada suhu kamar dengan bantuan sinar UV. Umumnya reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk pembuatan biodiesel dilakukan pada suhu 60°C. Penelitian ini akan dilakukan pembuatan komposit  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  dengan variasi  $\text{TiO}_2$ -zeolit (10:90, 20:80 dan 25:75). Roufina (2014), menjelaskan bahwa material komposit  $\text{TiO}_2$ -zeolit merupakan katalis bifungsional. Penggunaan fotokatalis  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  akan memberikan nilai ekonomis yang sangat tinggi dalam pembuatan biodiesel. Adapun keunggulan katalis ini adalah sebagai berikut: (1)  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  merupakan katalis basa. Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. (2)  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  merupakan katalis heterogen. Proses pemisahan yang lebih mudah dari katalis homogen akan memberikan nilai ekonomis yang lebih tinggi. (3) Dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  reaksi yang biasanya membutuhkan suhu 60-70 °C akan dapat berjalan pada suhu ruang/kamar.

(4) Zeolit sangat murah karena ketersediaannya sangat melimpah di Indonesia, sehingga penggunaan zeolit lebih ekonomis.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana aktivitas katalitik dari komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dan  $K_2O/zeolit$  pada reaksi transesterifikasi minyak jarak?
2. Bagaimana karakteristik biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan katalis komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dan  $K_2O/zeolit$ ?

## **1.3 Tujuan Khusus**

Meningkatkan nilai guna tanaman jarak untuk diproses menjadi sumber bahan baku alternatif biodiesel agar lebih bermanfaat dan ekonomis. Membantu mengatasi kelangkaan minyak bumi dengan pembuatan biodiesel yang ramah lingkungan sebagai bahan bakar alternatif terbarukan.

Mengetahui karakterisasi material komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  sebagai katalis heterogen yang dapat digunakan berulang kali sebagai katalis, mengetahui hasil konversi minyak jarak menjadi biodiesel, dan mengetahui kriteria metil ester (biodiesel) yang diperoleh apakah sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI).

## **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

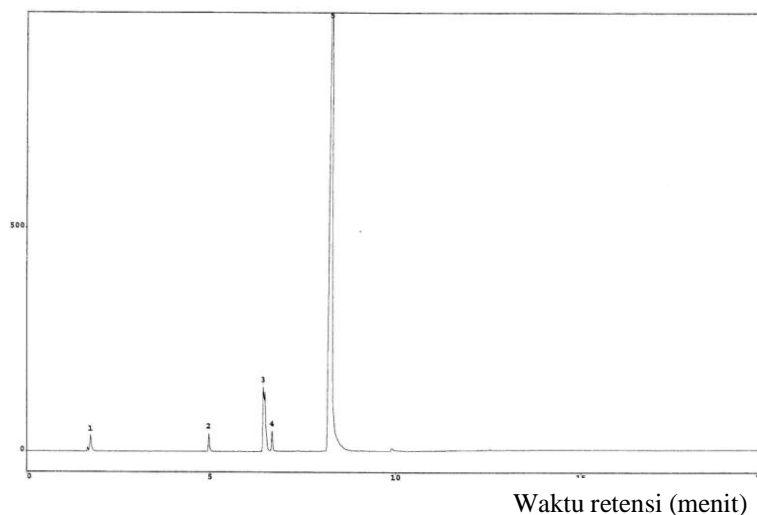
1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam Malang.
2. Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu kamar dan sintesis material komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dilakukan dengan metode hidrotermal.
3. Minyak jarak yang digunakan merupakan minyak jarak kepyar dengan merk X.
4.  $K_2O$  yang digunakan pada material komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dan  $K_2O/zeolit$  menggunakan penambahan senyawa KOH.
5. Uji karakterisasi material komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dan  $K_2O/zeolit$  dengan XRD dan Spektrofotometer FTIR.
6. Uji aktivitas fotokatalitik dengan analisis Spektrofotometer FTIR dan GC-MS.
7. Uji karakterisasi biodiesel menggunakan uji densitas, viskositas, dan uji kadar air.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kajian Riset Sebelumnya

Pemanfaatan minyak jarak menggunakan katalis basa homogen sebagai biodiesel telah banyak dilaporkan diantaranya: Kilic, dkk (2013) melaporkan dengan reaksi transesterifikasi minyak jarak (*castor oil*) dengan variasi suhu (30-80 °C) menggunakan katalis basa natrium etoksida memperoleh produk tertinggi pada suhu 30 °C sebesar 93,78 %. Calvacante, dkk (2010) mempelajari proses metanolisis minyak jarak menggunakan katalis KOH dan didapatkan produk tertinggi 80 % pada suhu 30 °C. Pradhan (2012) melaporkan dengan menggunakan metode RSM, castor oil berhasil dikonversi menjadi biodiesel sebesar 92 % pada suhu 35,5 °C selama 40 menit dengan katalis KOH. Hasil penelitian peneliti dalam Amalia (2008) menunjukkan metil risinoleat merupakan komponen utama campuran metil ester hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak. Analisis GC terhadap produk reaksi transesterifikasi (Gambar 2.1) menunjukkan adanya metil risinoleat dengan kadar 86,19 % pada waktu retensi 8,3 menit.



**Gambar 2.1** Kromatogram GC hasil transesterifikasi minyak jarak

Albuquerque, dkk (2009) melaporkan kualitas biodiesel yang dihasilkan dari proses

metanolisis dengan menggunakan katalis natrium metoksida pada suhu 25 °C dimana biodiesel yang dihasilkan memiliki viskositas 13,5 mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>, densitasnya adalah 920 Kg m<sup>-3</sup>, dengan bilangan iodin 85,2 g I<sub>2</sub>/100 g, dan angka asam 0,42 mg KOH. Ramezani, dkk (2010) melaporkan dengan menggunakan variasi katalis (NaOCH<sub>3</sub>, NaOH, KOH) berhasil mengkonversi biodiesel yang dihasilkan 85 % pada suhu 65 °C selama 120 menit.

Pemanfaatan zeolit sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi juga telah banyak dilaporkan. Penggunaan zeolit tersebut dilakukan dengan mengimpregnasi zeolit menggunakan logam alkali tanah, dimana semakin tinggi jumlah alkalinitas dari sisi aktif zeolit maka akan semakin tinggi pula sisi kebasaanya sehingga akan mempercepat reaksi transesterifikasi (Supess, dkk., 2004; Ramos, dkk., 2008). Berbagai jenis katalis heterogen seperti katalis alkali, alkali tanah, logam oksida dan berbagai macam senyawa logam alkali yang diimbangkan pada logam alumina telah dipelajari pada proses transesterifikasi (Lukic, dkk., 2009; Boey, dkk., 2009).

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

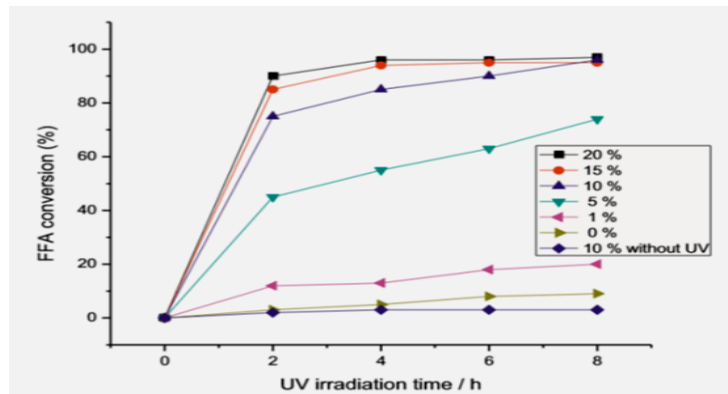
Zeolit modernit telah banyak digunakan dalam jenis reaksi katalisis dengan dimodifikasi menggunakan logam alkali untuk menaikkan keaktifan zeolit tersebut. Wu dkk. (2013) melakukan penelitian tentang pengaruh kebasaaan zeolit dengan mengimpregnasi logam alkali tanah CaO. Zeolit yang diimpregnasi menggunakan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



KOH yang diimbangkan pada jenis zeolit NaY dan NaX dapat mencegah proses deaktivasi katalis karena adanya logam K menyebabkan kestabilan sisi aktif dari zeolit meskipun sisi aktif tersebut digunakan berulang dengan produk sebesar 91 % (Nairoj, dkk., 2009). Kusuma, dkk (2012) melakukan penelitian dengan menggunakan katalis heterogen KOH yang diimpregnasikan dalam zeolit alam jenis mordenit. Zeolit yang diimpregnasi menggunakan logam KOH menunjukkan kenaikan sifat kebasaaan dari katalis zeolit yang digunakan. Penggunaan perbandingan molar rasio minyak dan metanol adalah 1 : 7 selama 120 menit pada temperatur 60 °C dihasilkan produk 95,05 %. Katalis yang digunakan merupakan katalis heterogen maka *reusable* sangat penting sehingga dilakukan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis yang sama dan produk yang dihasilkan menjadi 86,08% dan pada tahap transesterifikasi yang ketiga produk yang dihasilkan menjadi 72,31%, menurunnya produk dikarenakan gugus aktif dari katalis KOH/modernit mengalami deaktivasi selama proses transesterifikasi antara metanol dengan minyak sawit.

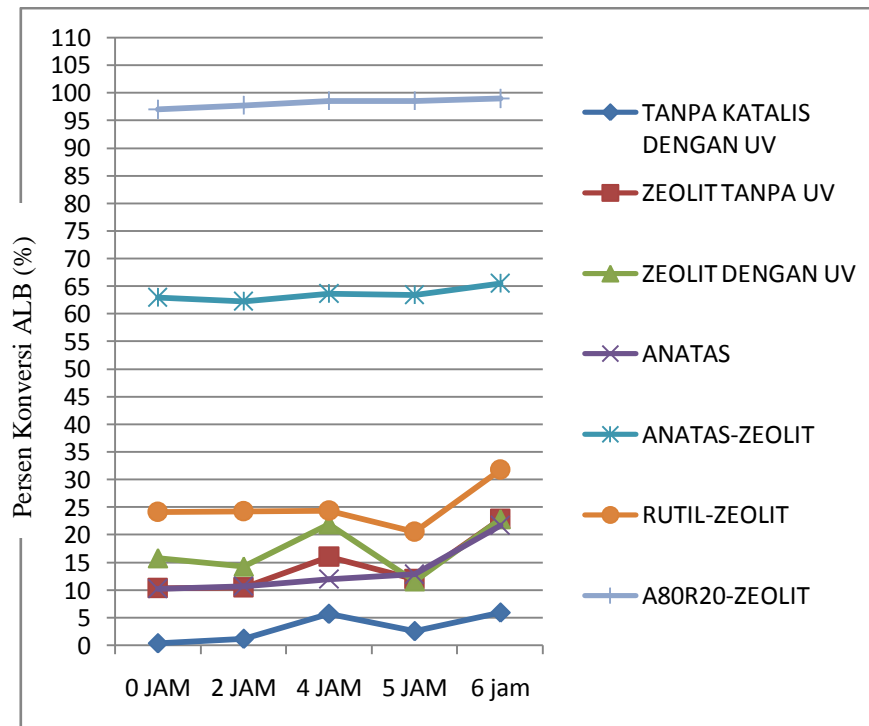
Salinas (2010) mempelajari dalam produksi biodiesel dari minyak *canola* dengan menggunakan variabel katalis TiNT (*Titania Nano Tube*) dan TiO<sub>2</sub> (Titanium Dioksida). Dari hasil penelitian tersebut penambahan logam alkali K yang berlebih pada pengemban TiO<sub>2</sub> dan TiNT akan menyebabkan reaksi berjalan sangat lambat dibuktikan dari produk yang dihasilkan sangat sedikit. Kondisi optimum diperoleh ketika digunakan 20 % KOH pada TiNT dan 10 % KOH pada TiO<sub>2</sub>. Dengan menggunakan 20 % KOH pada TiNT dan 10 % KOH pada TiO<sub>2</sub>, katalis TiNT berhasil memperoleh yield optimum 100 % dengan reaksi transesterifikasi berjalan 7 jam, sedangkan TiO<sub>2</sub> tidak ada yang mencapai konversi optimum meskipun selama 7 jam. Hal ini dapat dijelaskan karena TiO<sub>2</sub> memiliki kebasaaan yang rendah dibandingkan dengan TiNT.

Pemanfaatan fotokatalis pada minyak jarak dilaporkan oleh Corro, dkk (2013). Penelitian ini melaporkan penggunaan minyak mentah biji jarak *Jatropha curcas* (JCCO) untuk produksi biodiesel menggunakan komposit ZnO/SiO<sub>2</sub> melalui reaksi esterifikasi dengan metanol di bawah lampu UV pada suhu kamar. Hal ini mengindikasikan dengan adanya radiasi UV dapat meningkatkan konversi asam lemak bebas (ALB). Konversi ALB dihasilkan 96 % dalam kurun waktu 4 jam dengan perbandingan massa katalis/JCCO 15 %.



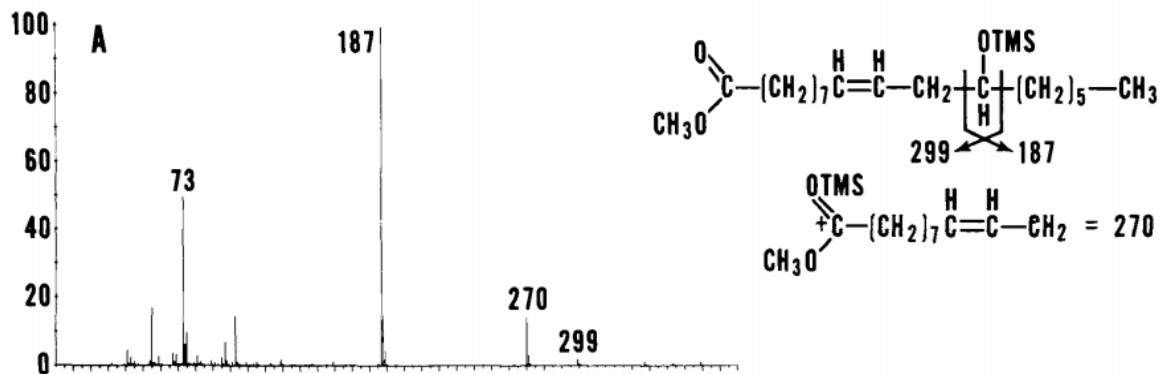
**Gambar 2.2** Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % ALB (Corro, dkk., 2013)

Peneliti dalam Amalia dan Khalifah (2014) melaporkan bahwa hasil uji aktivitas menggunakan 6 jenis material katalis berhasil mengubah ALB pada minyak goreng bekas menjadi metil ester. Hasil esterifikasi ALB dengan metanol berlebih diidentifikasi menggunakan metode titrasi asam basa. Hasil konversi ALB minyak goreng bekas menjadi metil ester ditunjukkan pada Gambar 2.3. Berdasarkan hasil konversi ALB atau metil ester pada reaksi tersebut menunjukkan bahwa reaksi esterifikasi yang tidak menggunakan katalis dan bantuan sinar UV menunjukkan angka konversi ALB yang kecil yaitu di bawah 10 %. Hal ini berarti bahwa tanpa adanya katalis, reaksi esterifikasi tidak berjalan sempurna. Efektifitas katalis zeolit alam/ $\text{TiO}_2$  anatas:rutil 80:20 dibandingkan dengan reaksi esterifikasi yang menggunakan zeolit sebagai katalis asam ataupun  $\text{TiO}_2$  anatas sebagai katalis, menunjukkan angka konversi ALB yang lebih tinggi daripada tidak menggunakan katalis ataupun fotokatalis (bantuan sinar UV). Hal ini terbukti bahwa adanya katalis maupun fotokatalis sangat berperan penting pada berlangsungnya reaksi esterifikasi.



**Gambar 2.3** Hasil konversi ALB (%) minyak goreng bekas dengan berbagai variasi katalis heterogen pada variasi waktu 0, 2, 4, 5, dan 6 jam

Biodiesel merupakan golongan dari senyawa metil ester. Jenis metil ester dapat diketahui dengan menggunakan instrumentasi Spektro Massa, adanya silasi pada gugus hidroksi metil ester mempermudah dalam mengidentifikasi senyawa metil ester yang terbentuk. Hubungan dari ikatan rangkap gugus trimetilsiloksi (TMS) menghasilkan spektra massa yang khas. Pada ester yang memiliki gugus TMS yang dipisahkan dari ikatan rangkap oleh satu gugus metil, pemutusan ion  $\alpha$  ( $\alpha$ -cleavage) akan mudah terjadi dan memiliki kelimpahan tinggi pada gugus alkena yang paling dekat dengan gugus TMS dibandingkan dengan gugus lain yang dekat pada TMS. Pada ester yang memiliki gugus TMS dan dipisahkan oleh dua gugus metil, pembelahan  $\alpha$  ( $\alpha$ -cleavage) akan memiliki nilai spektra massa yang sama. Meskipun informasi yang diperoleh dari spektra massa dari metil ester asam lemak jenuh sangat luas, karena adanya penataan ulang dalam spektra massa menghasilkan spektra yang sulit untuk diinterpretasikan. Capella, dkk (1969) melaporkan telah mengidentifikasi spektra massa dari metil risinoleat. Kleiman, dkk (1972) spektra dari trimetilsilasi (TMS) turunan dari metil risinoleat Gambar 2.4 menunjukkan kestabilan puncak tertinggi diperoleh  $m/z$  187 dan 229 yang dihasilkan dari pembelahan ( $\alpha$ -cleavage) sisi tidak jenuh dari gugus silil eter.



**Gambar 2.4** Hasil impretasi spektra massa metil risinoleat (Kleiman, dkk., 1972)

## 2.2 Kajian Teoritis

### 2.2.1 Tanaman Jarak Kepyar (*Ricinus communis L* )

Tanaman jarak pagar termasuk famili *Euphorbiaceae*, satu famili dengan karet dan ubi kayu. Tanaman jarak pagar sebagai salah satu penghasil bahan baku energi alternatif mulai mendapat perhatian di Indonesia sejak tahun 2006. Hal ini berkaitan dengan pemenuhan kebutuhan energi di masa depan yang diperkirakan tidak dapat dipenuhi lagi dari energi yang berbasis fosil. Walaupun jarak pagar dapat tumbuh dimana saja, penyebaran paling luas terdapat di daerah kering di wilayah tropis dengan curah hujan tahunan 300-1.000 mm.

**Tabel 2.1** Kandungan asam lemak minyak biji jarak

Asam lemak	Jumlah (%)
Asam risinoleat	89,15
Asam oleat	3,30
Asam linoleat	4,61
Asam stearat	1,10
Asam Lignoreat	0,04

Sumber : Berman,dkk., (2011)

Kandungan asam lemak minyak jarak berupa asam risinoleat. Kandungan asam risinoleat yang mencapai 86 % menyebabkan minyak jarak tersebut sangat potensial digunakan dalam produksi biodiesel, karena dengan asam tersebut minyak jarak akan larut dalam alkohol dan dapat bereaksi pada suhu 30°C sehingga akan menurunkan harga produksi (Chen, dkk., 2011).

**Tabel 2.2** Reaksi kimia yang umum digunakan di industri pengolahan minyak jarak

Gugus Fungsi	Reaksi	Pereaksi	Tipe Produk
Karboksilat	Hidrolisis	Asam, enzim	Asam lemak, gliserol
	Esterifikasi	Alkohol	Ester
	Saponifikasi	NaOH, KOH	Sabun
	Reduksi	Logam Na	Alkohol
	Amidasi	Alkil amina, alkanolamina	Garam amina, amida, alkanolamida
	Halogenasi	SOCl <sub>2</sub>	Asil halida
Ikatan rangkap	Oksidasi, polimerisasi	Oksigen, <i>Crosslinked agent</i>	Minyak terpolimerisasi
	Hidrogenasi	Hidrogen	Hidroksi stearat
	Epoksidasi	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Minyak terepoksidasi
	Halogenasi	Cl <sub>2</sub> , Br <sub>2</sub> , I <sub>2</sub>	Minyak terhalogenasi
	Adisi	S, asam maleat	Minyak terpolimerisasi
	Sulfonasi	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Minyak tersulfonasi
Gugus hidroksil	Dehidrasi, Hidrolisis	Katalis	Minyak terdehidrasi, asam oktadekadienoat
	<i>Caustic fusion</i>	NaOH	Asam sebasat, kapril alkohol
	Halogenasi	PCl <sub>5</sub> , POCl <sub>3</sub>	Minyak terhalogenasi
	Alkoksilasi	Etilen, propilen oksida	Minyak teralkoksilasi
	Sulfasi	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<i>Turkey red oil</i>
	Pembuatan uretan	Isosianat	Polimer uretan

Penggunaan minyak jarak secara langsung tidak begitu banyak, manfaat yang lebih banyak diperoleh dari turunan komponen utama minyak jarak yaitu turunan asam risinoleat. Turunan minyak jarak digunakan dalam industri pelumas, surfaktan, tekstil, kosmetik, coating, *nylon-11*, dan *urethane*. Reaksi-reaksi kimia pada minyak jarak dan turunannya dilakukan terutama pada tiga gugus fungsi pada asam risinoleat yaitu gugus

karbonil, gugus hidroksil, dan gugus alkena. Reaksi kimia yang umum digunakan di industri-industri pengolahan minyak ditunjukkan pada Tabel 2.2.

### **2.2.2 Biodiesel**

Salah satu permasalahan yang dihadapi dunia sekarang ini adalah kebutuhan energi fosil yang sangat tinggi. Sehingga banyak negara yang berlomba-lomba mengembangkan energi alternatif terutama Indonesia. Permasalahan Indonesia saat ini yaitu produksi bahan bakar minyak bumi yang tidak dapat mengimbangi besarnya konsumsi bahan bakar minyak. Sebagai solusi dalam permasalahan tersebut dapat digunakan energi selain minyak bumi, salah satu energi lain yang dapat digunakan ialah biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang terbuat dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, meliputi minyak tumbuhan dan hewan. Bahan bakar minyak ini dihasilkan melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi.

Produksi biodiesel dapat melalui dua cara yaitu reaksi transesterifikasi pada trigliserida atau reaksi esterifikasi pada asam lemak bebas (ALB). Reaksi transesterifikasi adalah suatu proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati ataupun lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol menghasilkan metil ester atau biodiesel dan gliserol sebagai produk samping.

Reaksi transesterifikasi menunjukkan bahwa trigliserida bereaksi dengan metanol dan katalis basa menghasilkan metil ester dan gliserol. Reaksi ini tidak akan berjalan sempurna apabila minyak mengandung asam lemak bebas (ALB), karena kandungan ALB yang tinggi akan bereaksi dengan katalis basa (reaksi penyabunan), membentuk hasil samping berupa sabun, sehingga dapat menghambat pembentukan biodiesel dan mempersulit proses pemisahan serta pemurnian biodiesel.

**Tabel 2.3** Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk biodiesel

No.	Karakteristik	Satuan	Nilai
1.	Angka Setana		min. 51
2.	Massa Jenis	Kg/m <sup>3</sup>	820 – 860
3.	Viskositas Kinematik	mm <sup>2</sup> /s(cSt)	2,3 – 6,0
4.	Titik Nyala (Flash Point)	°C	min. 100
5.	Titik Kabut (Cloud Point)	°C	max. 18
6.	Titik Tuang (Pour Point)	°C	max. 18
7.	Kandungan Air	%-volume	max. 0,05
8.	Gliserol Bebas	%-massa	max. 0,02
9.	Gliserol Total	%-massa	max. 0,24
10.	Total Acik Number (TAN)	mgKOH/gr	max. 0,8
11.	Saponification Number	mg KOH/gr	-
12.	Ester Content	%-massa	min. 96,5

Sumber : BPPT, Standard Biodiesel Indonesia (SNI) (2005) dalam Akbar (2012)

### 2.2.3 Katalis M-Zeolit

Definisi katalis, pertama kali dikemukakan oleh Ostwald, yaitu suatu substansi yang mengubah laju suatu reaksi kimia tanpa mengubah besarnya energi yang menyertai reaksi tersebut. Menurut Smith (1994), katalis berdasarkan pada fase-fasenya digolongkan dalam katalis homogen (fase yang sama dengan campuran reaksinya) dan heterogen (fase yang berbeda dengan campuran reaksinya).

Indonesia memiliki cadangan deposit zeolit alam yang melimpah dengan kandungan utama modernit dan klinoptilolit dengan kadar bervariasi (Trisunaryanti, 2009). Zeolit alam pada umumnya memiliki stabilitas termal yang tidak terlalu tinggi, ukuran pori tidak seragam dan aktivitas katalitik rendah sehingga perlu dilakukan modifikasi atau aktivasi. Aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan perlakuan asam maupun basa, yaitu

mereaksikan zeolit dengan larutan asam seperti ammonium nitrat ataupun larutan basa seperti KOH ataupun NaOH.

Zeolit merupakan suatu mineral berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air (Lestari, 2010). Zeolit telah banyak diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion, dan sebagai katalis. Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang saling menghubungkan oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga, yang di dalamnya terisi oleh ion-ion logam, biasanya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas.

Beberapa penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa homogen yang berupa KOH, NaOH,  $\text{NaOCH}_3$ ,  $\text{KOCH}_3$ . Kelemahan digunakannya katalis basa tersebut dikarenakan hanya bisa digunakan dalam sekali reaksi dan dalam proses pemurniannya dengan biodiesel sangat sulit sehingga akan menaikkan biaya produksi. Penelitian-penelitian terbaru menunjukkan bahwa zeolit sangat berguna untuk reaksi transesterifikasi dikarenakan adanya gugus basa dan memiliki luas permukaan serta memiliki ukuran pori yang luas.

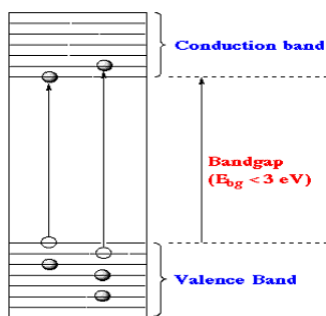
Mekanisme reaksi transesterifikasi yang menggunakan katalis KOH/zeolit yaitu pembentukan ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^-$ ) antara gugus aktif yang terdapat pada zeolit ( $\text{K}_2\text{O}$ ) dengan metanol, ion metoksida adalah basa kuat yang memiliki aktivitas katalis yang tinggi. Kereaktifan dari ion metoksida akan menyerang gugus karbonil yang ada pada trigliserida untuk membentuk senyawa intermediet sehingga akan menghasilkan metil ester dan anion digliserida. Anion digliserida akan distabilkan dengan  $\text{H}^+$  dari katalis. Digliserida akan kembali bereaksi dengan ion metoksida untuk menghasilkan metil ester dan monodigliserida. Tahap terakhir monodigliserida akan bereaksi dengan metoksida dan menghasilkan metil ester dan gliserol.

Katalis heterogen telah banyak dilaporkan pada reaksi transesterifikasi produksi biodiesel dari berbagai macam minyak tumbuhan ataupun hewan. Katalis heterogen  $\text{K}_2\text{CO}_3$  yang diimbangkan pada alumina/silica (Lukic, dkk., 2009). Gabungan katalis logam oksida kalsium dengan seng (Ngamcharussrivichai, dkk. 2008). Katalis heterogen yang digunakan harus memiliki aktivitas katalisis yang tinggi, dengan harga yang rendah dan nilai *reusable* yang tinggi.



### 2.2.4 Fotokatalis Semikonduktor $\text{TiO}_2$ (*Titanium Dioksida*)

Fotokatalis merupakan suatu proses yang dapat diterapkan untuk pemulihan lingkungan. Fotokatalisis memanfaatkan foton (cahaya) tampak atau ultraviolet untuk mengaktifkan katalis yang kemudian bereaksi dengan senyawa kimia yang berada pada atau dekat dengan permukaan katalis (Palupi, 2006). Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang atau energi sela (*band gap energy*). Berdasarkan pengertian ini, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* tersebut yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi (Gambar 2.4). Semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalconide* (oksida:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{ZrO}$ ,  $\text{CeO}_2$  atau sulfida:  $\text{ZnS}$ ,  $\text{CdS}$ ) (Afrozi, 2010).



**Gambar 2.5** Daerah energi pada semikonduktor  $\text{TiO}_2$  (Licciulli dan Lisi, 2002)

Senyawa  $\text{TiO}_2$  tidak menyerap cahaya tampak tetapi mampu menyerap radiasi UV sehingga dapat menyebabkan terjadinya radikal hidroksil pada pigmen sebagai fotokatalis. Partikel  $\text{TiO}_2$  telah cukup lama digunakan sebagai fotokatalis pendegradasi berbagai senyawa organik.  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor yang memiliki fotoaktivitas, stabilitas kimia tinggi serta tahan terhadap fotokorosi dalam semua kondisi larutan kecuali pada larutan yang sangat asam.

Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  terdiri dari tiga macam, yaitu rutil, anatas dan brookit. Rutil stabil pada suhu tinggi dengan bentuk kristal tetragonal. Anatas stabil pada suhu rendah

dengan bentuk kristal tetragonal. Brookit biasanya hanya terdapat pada mineral dengan struktur kristalnya orthorombik. Perbedaan struktur kristal juga mengakibatkan perbedaan energi struktur pita elektroniknya. Tingkat energi hasil hibridisasi yang berasal dari kulit 3d titanium bertindak sebagai pita konduksi, sedangkan tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p oksigen bertindak sebagai pita valensi. Konsekuensinya posisi tingkat energi pita valensi, pita konduksi dan besarnya energi gap diantara keduanya akan berbeda bila lingkungan atau penyusun atom Ti dan O di dalam kristal TiO<sub>2</sub> berbeda (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001).

**Tabel 2.4** Perbedaan struktur titanium oksida fasa anatas, brukit, dan rutil

Sifat		Anatas	Rutil	Brukite
<b>Bentuk Kristal</b>		Tetragonal	Tetragonal	Orthorombik
<b>Band Gap, eV</b>		3,25	3,0	3,05
<b>Banyak TiO<sub>2</sub> per Unit sel</b>		4	2	8
<b>Volume per TiO<sub>2</sub>, nm<sup>3</sup></b>		0,03407	0,03122	0,03211
<b>Massa Jenis Teoritis, kg/m<sup>3</sup></b>		3895	4250	4133
<b>Tingkat kekerasan, skala Moh</b>		5,5-6	7-7,5	-
<b>Indeks bias</b>		2,5688	2,9467	2,809
<b>Mobilitas elektron</b>		10 <sup>-3</sup> cm <sup>2</sup> /V	10 <sup>-6</sup> cm <sup>2</sup> /V	-
<b>Kapasitas panas</b>		55,52 J/mol°C	55,06 J/mol°C	
<b>Jarak</b>	<b>Ti-Ti</b>	3,79 Å dan 3,04 Å	3,57 Å dan 2,96 Å	
	<b>Ti-O</b>	1,93 Å dan 1,98 Å	1,949 Å dan 1,980 Å	
	<b>O-O</b>		2,54 Å, 2,78 Å, dan 2,96 Å	
<b>Jarak kisi pada suhu ruang</b>		a = b = 3,7842 Å	a = b = 4,5937 Å	a = 9,16 Å

	$c = 9.5146 \text{ \AA}$	$c = 2.9581 \text{ \AA}$	$b = 5.43 \text{ \AA}$ $c = 5.13 \text{ \AA}$
--	--------------------------	--------------------------	--

Sumber : Hasibuan, 2012, Marlupi, 2003, dan Landman, dkk., 2012

### 2.3 Road Map Penelitian

Penelitian mengenai pemanfaatan  $\text{TiO}_2$ /zeolit sebagai fotokatalis telah dimulai sejak tahun 2014, dimulai dari pemanfaatan minyak goreng bekas untuk produksi biodiesel. Penelitian tersebut dimulai dengan sintesis material komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit terlebih dahulu. Pada sintesis material komposit tersebut, kami dihadapkan pada upaya mengkonversi struktur dari titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ) struktur anatase diubah menjadi titanium oksida struktur rutil. Selanjutnya menguji aktivitas fotokatalitik dari material komposit  $\text{TiO}_2$ -zeolit menggunakan minyak goreng bekas. Analisis asam lemak bebas yang terkonversi menjadi metil ester dianalisis menggunakan metode titrasi asam basa dikarenakan minyak goreng bekas mengandung komponen yang cukup banyak sehingga tidak dilakukan analisis GC-MS. Material komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit diprediksi lebih bersifat sebagai katalis asam, sehingga hanya mengkonversi minyak nabati yang mengandung asam lemak bebas tinggi menjadi metil ester.

Selanjutnya pada rentang tahun 2014 sampai sekarang dilakukan berbagai sintesis material katalis heterogen, yaitu berupa sintesis zeolit NaX dan zeolit NaY menggunakan bahan silika alami yang berasal dari abu vulkanik erupsi Gunung Kelud, lumpur Lapindo, abu ampas tebu, dan abu sekam padi. Hasil penelitian tersebut belum pernah diaplikasikan sebagai fotokatalis reaksi transesterifikasi, karena zeolit sintesis yang dihasilkan masih berupa campuran dan dalam bentuk amorf. Akan tetapi ke depan zeolit-zeolit sintesis tersebut diaplikasikan pada berbagai bidang riset, misalnya sebagai pengemban obat, dll.

	Pemanfaatan Zeolit alam dan Zeolit Sintesis NaX/NaY	
Tahap I (2014)	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sintesis material zeolit</li> <li>Uji aktifitas <math>\text{TiO}_2</math>/zeolit alam</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Reaksi esterifikasi minyak goreng bekas</li> </ul>

		sebagai biodiesel
Tahap II (2015)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sintesis material katalis zeolit NaX/NaY dari berbagai sumber silika alami seperti abu vulkanik erupsi Gunung Kelud, lumpur Lapindo, abu ampas tebu, dan abu sekam padi</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Penentuan struktur zeolit, morfologi zeolit, karakter pori, luas area material katalis</li> </ul>
Tahap III (2016)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sintesis material <math>K_2O-TiO_2</math>/zeolit</li> <li>• Uji aktifitas material <math>K_2O-TiO_2</math>/zeolit</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Reaksi transesterifikasi minyak jarak sebagai biodiesel</li> </ul>

Selanjutnya pada tahun ini (2016) dilakukan: 1) Optimasi pada material katalis yaitu perubahan situs aktif dari zeolit alam teraktivasi dari asam menjadi bersifat basa sehingga dapat digunakan sebagai material katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi minyak nabati/hewani, 2) Optimasi pada minyak nabati yang digunakan untuk produksi biodiesel yaitu menggunakan minyak jarak kepyar yang mengandung asam risinoleat sebagai komponen terbesar.

Penelitian ini ke depannya diharapkan dapat menghasilkan konsep baru terhadap pengembangan ilmu dan teknologi material mengenai desain material fotokatalis baru untuk reaksi esterifikasi/transesterifikasi asam lemak bebas minyak nabati atau hewani, serta memberikan informasi terhadap industri dalam produksi biodiesel yang digunakan sebagai sumber energi alternatif.

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: hotplate, magnetic *stirrer*, *stirrer*, beaker glass, rangkaian uji *photocatalytic*, ayakan 200 mesh, corong, cawan, pipet tetes, pipet volume, stopwatch, H meter, neraca analitik, oven pengering, seperangkat difraksi sinar-X (XRD), dan Komatografi Gas-Spekstrokopi Massa (GC-MS), *Fourir Transform Infra Red* (FTIR)

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: zeolit alam Turen, kota Malang, TiO<sub>2</sub>-anatas 99,99% Sigma-Aldrich No 1907, minyak jarak (*Castor Oil*) pasaran, metanol, aquabides, KOH, NaOH, HCl 6 M, petroleum eter, natrium sulfat anhidrat, aluminium foil dan kertas saring.

#### **3.2 Tahapan Penelitian**

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Preparasi dan aktivasi zeolit alam Malang.
- 2) Sintesis komposit fotokatalis K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/zeolit alam teraktivasi.
- 3) Karakterisasi komposit K<sub>2</sub>O/zeolit dan K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/zeolit dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)
- 4) Uji aktivitas komposit K<sub>2</sub>O/zeolit pada reaksi transesterifikasi dan TiO<sub>2</sub>/K<sub>2</sub>O-zeolit pada reaksi foto-transesterifikasi minyak jarak kepyar. Analisis metil ester hasil reaksi transesterifikasi dengan Karakterisasi
  - a. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)
  - b. *Gas Chromatography Massa Spectrometry* (GCMS)
- 5) Karakterisasi metil ester (biodiesel) minyak jarak kepyar
  - a. Analisis asam lemak bebas
  - b. Uji massa jenis pada 40 °C
  - c. Uji kadar air

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

### **3.3.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit (Kusuma, dkk., 2011; Intarapong, dkk., 2013)**

#### **3.3.1.1 Preparasi Zeolit Alam**

Zeolit diayak hingga ukuran 200 mesh. Setelah itu ditimbang sebanyak 200 gram dan direndam dengan akuades selama 24 jam. Kemudian zeolit dipisahkan dengan akuades. Zeolit dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam. Zeolit direndam dengan HCl 6 M selama 4 jam. Zeolit dipisahkan dengan HCl 6 M dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Zeolit dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam.

#### **3.3.1.2 Aktivasi Zeolit Alam**

Ditimbang 20 gram KOH dan dilarutkan ke dalam 100 mL aquadest. Ditimbang 100 gram zeolit, zeolit direndam dengan larutan 20 % KOH selama 24 jam. Dipisahkan larutan KOH dari campuran dengan menggunakan corong *Buchner*. Endapan yang terbentuk kemudian dikeringkan dalam oven yang bersuhu 110° C selama 24 jam untuk menghilangkan air. Selanjutnya zeolit dikalsinasi pada suhu 450° C selama 4 jam (Kusuma, dkk., 2011)

### **3.3.2 Sintesis Komposit K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/Zeolit Alam Malang dengan Metode Hidrotermal**

Sampel komposit K<sub>2</sub>O/zeolit ditimbang dan dilarutkan dalam aquades kemudian ditambahkan dengan TiO<sub>2</sub> dengan perbandingan berat zeolit dan TiO<sub>2</sub> (90 : 10) yaitu berat TiO<sub>2</sub> 1,5 gram dan berat zeolit 13,5 gram dengan 27 mL akuades. Selanjutnya campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dimasukkan ke dalam botol hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 90 °C selama 16 jam di dalam oven. Setelah dingin dilakukan penyaringan. Endapan hasil penyaringan dioven pada suhu 100 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air. Selanjutnya campuran komposit dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam.

### **3.3.3 Karakterisasi Komposit K<sub>2</sub>O/zeolit dan K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/zeolit dengan X-Ray Diffractometer (XRD)**

Difraksi sinar-X (*X-Ray Diffractometer*) adalah instrument yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur material kristalit maupun non-kristalit, dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Analisis XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K<sub>α</sub> ( $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ) pada 30 kV dan 30 mA,  $2\theta = 5\text{-}60^\circ$ , step  $0.020^\circ$ , dan waktu step 1 detik.

### **3.3.4 Uji Aktivitas Katalis**

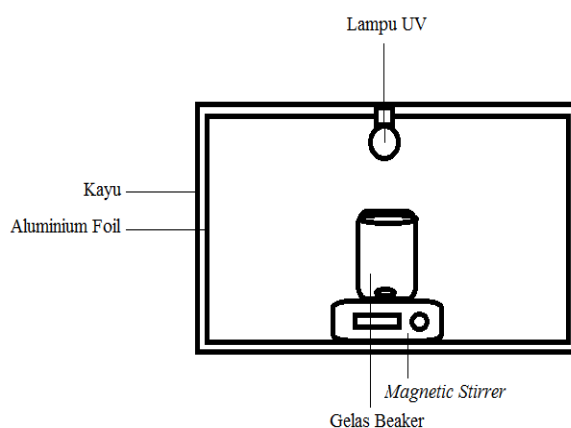
#### **3.3.4.1 Reaksi Transesterifikasi**

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan rangkaian alat refluks yang dilengkapi labu alas bulat leher tiga dengan kondensor. Metanol dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga diikuti dengan penambahan katalis. Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 60 °C selama 3 jam dengan pengadukan. Biodiesel yang dihasilkan dicuci dengan air sampai air berubah warna menjadi jernih.

**Tabel 3.1** Komposisi katalis dan rasio molar

Katalis	Berat katalis (% berat minyak w/w)	Rasio molar ( minyak : metanol)
NaOH	0,5	1 : 6
K <sub>2</sub> O/zeolit	15	1 : 12
K <sub>2</sub> O/zeolit	20	1 : 12

### 3.3.4.2 Reaksi Fototransensterifikasi



**Gambar 3.1** Rangkaian reaktor uji foto-transesterifikasi minyak jarak dengan katalis komposit K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/zeolit

Rangkaian uji foto-transesterifikasi dilakukan dengan Gambar 3.1 dengan menggunakan radiasi UV pada panjang gelombang 366 nm. Minyak jarak dimasukkan ke dalam reaktor kemudian diikuti dengan penambahan metanol pada perbandingan rasio molar metanol : minyak jarak adalah 12 : 1. Minyak jarak (*castor oil*) sebanyak 100 mL dicampurkan dengan metanol sebanyak 58,64 mL dengan katalis 15 % berat total minyak yaitu 17,874 gram, reaksi dilakukan suhu ruangan (28–30 °C). Perlakuan di atas juga dilakukan untuk komposit fotokatalis TiO<sub>2</sub>/zeolit (10:90%), tanpa menggunakan radiasi UV.

### 3.3.5 Analisis Komposisi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi

#### 3.3.5.1 Karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

*Fourier Transform Infra Red* (FTIR) adalah instrument yang digunakan untuk mengamati spektra inframerah dari hubungan antara absorbansi, emisi dan konduktivitas. Diambil sampel sebanyak 2 tetes, kemudian ditetaskan pada kalium bromida (KBr) dan dipres pada tekanan 80 torr. Sampel dimasukkan ke dalam alat IR, ditunggu proses pembacaan data dan muncul kromatogram pada komputer.

#### 3.3.5.2 *Gas Chromatography Massa Spectrometry* (GCMS)

Produk hasil reaksi disaring untuk memisahkannya dari katalis komposit. Kemudian produk dimasukkan ke dalam corong pisah. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan. Diambil lapisan atas (biodiesel) dan dibuang lapisan bawah (gliserol). Selanjutnya biodiesel dianalisis dengan instrument GC-MS. Hasil analisis akan didapatkan informasi tentang kadar dan jenis metil ester (biodiesel) hasil konversi minyak jarak. Biodiesel sebanyak 2 µL diinjeksikan ke dalam instrumen GC-MS yang dikondisikan pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.2** Pengondisian instrument GC-MS

Alat	Kondisi	Alat	Kondisi
Jenis kolom	Rastek RXi-5MS	Energi ionisasi	70 ev
Panjang kolom	30 meter.	Suhu kolom	60 °C
Suhu Injektor	240 °C	<i>Injection mode</i>	Split
Gas pembawa	Helium	Tekanan gas	16,5 kPa
Sistem ionisasi	<i>Electron Impact</i>	Kec. Alir gas	0,5 mL/menit

Kadar biodiesel hasil konversi minyak jarak (*yield*) dihitung dengan rumus sebagai berikut (Kusuma, dkk., 2013):

$$Yield (\%) = \frac{\text{Berat biodiesel (gram)} \times \% \text{ Asam lemak metil ester}}{\text{berat minyak jarak (gram)}} \times 100\%$$

### 3.3.6 Karakterisasi minyak jarak dan metil ester (biodiesel) dari konversi minyak jarak

#### 3.3.6.1 Analisis Asam Lemak Bebas

Sampel metil ester ditimbang 3,525 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan 25 mL etanol 95% dan 1 mL indikator *phenolphthalein*. Selanjutnya dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,1 M. Titik akhir titrasi



ditandai dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda bening. Untuk menghitung % ALB dapat digunakan persamaan berikut :

$$\% \text{ ALB} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times EM_{\text{NaOH}}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\%$$

### 3.3.6.2 Uji Densitas

Piknometer dibilas dengan aquades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hair dryer*. Ditimbang piknometer ( $W_1$ ). Piknometer diisi dengan metil ester, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang ( $W_2$ ) (Aziz, dkk., 2012). Untuk menghitung densitas digunakan persamaan berikut:

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan:

$\rho$  : densitas (g/mL)

$W_2$  : massa piknometer + sampel (g)

$W_1$  : massa piknometer (g)

### 3.3.6.3 Uji Kadar Air

Cawan porselen kosong dioven selama 15 menit, lalu didinginkan di dalam desikator. Metil ester ditimbang sebanyak 5 gram ( $W_1$ ) dan dimasukkan ke dalam cawan porselen. Cawan porselen dan metil ester ditimbang ( $W_2$ ) dan dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C. Selanjutnya cawan porselen berisi metil ester dimasukkan dalam desikator dan ditimbang ( $W_3$ ) hingga konstan (Aziz, dkk., 2012). Untuk menghitung kadar air digunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ kadar air} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

$W_1$  : berat sampel (g)

$W_2$  : berat cawan + sampel minyak sebelum dipanaskan (g)

$W_3$  : berat cawan + sampel minyak setelah dipanaskan (g)

## **BAB IV**

### **PEMBAHASAN**

#### **4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang**

Penyeragaman ukuran zeolit dilakukan dengan proses pengayakan menggunakan ayakan ukuran zeolit 200-230 mesh. Kusuma, dkk (2013) menjelaskan bahwa menyeragaman ukuran zeolit akan efektif pada pemanfaatan zeolit tersebut sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi. Selanjutnya dilakukan aktivasi kimia pada zeolit alam. Ertan & Ozkan (2005) menjelaskan bahwa aktivasi zeolit bertujuan untuk membersihkan ukuran pori dengan menghilangkan pengotor anorganik dan memperluas permukaan zeolit. Chong, dkk. (2009) menjelaskan mineral alam (zeolit) yang digunakan untuk sintesis komposit harus diaktivasi terlebih dahulu untuk meminimalisir terjadinya reaksi antara titanium dengan logam pengotor, sehingga tidak mempengaruhi sifat fisika maupun kimia dari komposit yang dihasilkan.

Aktivasi dilakukan dengan merendam zeolit dalam HCl 6 M. Penggunaan HCl dalam aktivasi zeolit alam dikarenakan menurut penelitian Botianovi (2012) kandungan logam pengotor terbesar selain silika dalam mineral zeolit alam Malang adalah logam Fe (besi) dengan persentase sebesar 25,3 %. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF yang dilakukan Yessica (2016) menunjukkan bahwa aktivasi zeolit yang dilakukan tanpa melalui perendaman menggunakan larutan asam HCl, tidak mampu mendesak atau mengurangi jumlah dari kandungan logam pengotor besi yang terkandung dalam zeolit alam. Selain itu juga banyak penelitian yang menggunakan HCl untuk aktivasi zeolit. Diantaranya Yuanita (2010), Bandas, dkk. (2013) dan Mahardiani (2010) yang mana hasil XRF menunjukkan terjadi penurunan logam pengotor (Fe, Ca, Mg). Logam Fe dapat larut ke dalam larutan asam HCl menghasilkan reaksi berikut (Svehla, 1990):



Perendaman zeolit dalam HCl tersebut, menyebabkan filtrat yang dihasilkan berwarna kuning yang dimungkinkan adanya kelarutan logam besi dengan bilangan oksidasi tiga dengan ion klorida membentuk senyawa besi(III) klorida ( $\text{FeCl}_3$ ).

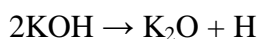
Proses selanjutnya zeolit dicuci dengan akuades hingga pH filtrat menjadi netral. Akuades akan melarutkan ion klorida yang masih terperangkap pada pori-pori zeolit. Aziz, dkk. (2012) menjelaskan untuk mendeteksi tidak adanya ion klorida pada zeolit, dideteksi dengan larutan  $\text{AgNO}_3$ , sampai tidak terbentuk endapan perak klorida ( $\text{AgCl}$ ). Setelah itu

dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 4 jam untuk menguapkan uap air. Didapatkan zeolit alam teraktivasi berwarna abu-abu muda.

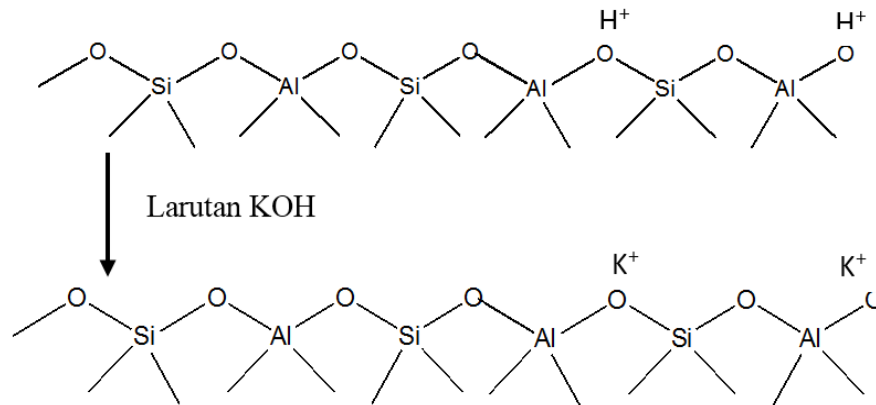
#### **4.2. Sintesis Komposit Fotokatalis K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/Zeolit Alam Teraktivasi**

Tujuan pembentukan komposit ini adalah untuk menggabungkan sifat khas dari masing-masing komponen penyusunnya (TiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O dan zeolit). Komposit yang didapat akan bersifat fotokatalis (sifat dari TiO<sub>2</sub>), basa kuat (K<sub>2</sub>O) dan mempunyai luas permukaan yang tinggi (zeolit) sehingga akan efektif digunakan sebagai fotokatalis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk pembuatan biodiesel. Langkah pertama dalam sintesis ini adalah penempelan sisi aktif K<sub>2</sub>O pada zeolit. Penempelan dilakukan dengan perendaman zeolit ke dalam larutan KOH selama 24 jam, lalu dikeringkan pada suhu 110 °C untuk menguapkan air. Intarapong, dkk. (2013) menyebut metode ini dengan impregnasi, yaitu proses penempelan sisi aktif dengan cara merendam katalis heterogen ke dalam larutan yang mengandung sisi aktif.

Kation K<sup>+</sup> pada larutan KOH mempunyai kemampuan mendesak kation-kation yang menutupi permukaan zeolit. Hussain, dkk. (2000) menjelaskan bahwa kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan sebagai berikut : Cs<sup>+</sup> > K<sup>+</sup> > NH<sub>4</sub><sup>+</sup> > Na<sup>+</sup> > H<sup>+</sup> > Li<sup>+</sup>. Proses pendesakan ini prinsipnya seperti yang dijelaskan oleh Banon dan Suharto (2008). Permukaan zeolit yang mengandung H<sup>+</sup> (hasil aktivasi dengan HCl) dan beberapa kation pengotor akan terdesak oleh kation K<sup>+</sup>. Proses selanjutnya, zeolit dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam. Kusuma, dkk. (2013) menjelaskan pada proses kalsinasi KOH akan berubah menjadi K<sub>2</sub>O. Reaksinya yaitu:



Noiroj, dkk. (2009) dan Soetaredjo, dkk. (2011) menjelaskan bahwa K<sub>2</sub>O memiliki aktivitas katalitik yang lebih tinggi dibanding katalis basa lainnya. Oleh sebab itu proses kalsinasi perlu dilakukan pada penelitian ini. Hasil akhir didapatkan komposit K<sub>2</sub>O-zeolit yang berwarna abu-abu gelap.



**Gambar 4.1** Mekanisme pertukaran ion pada permukaan zeolit

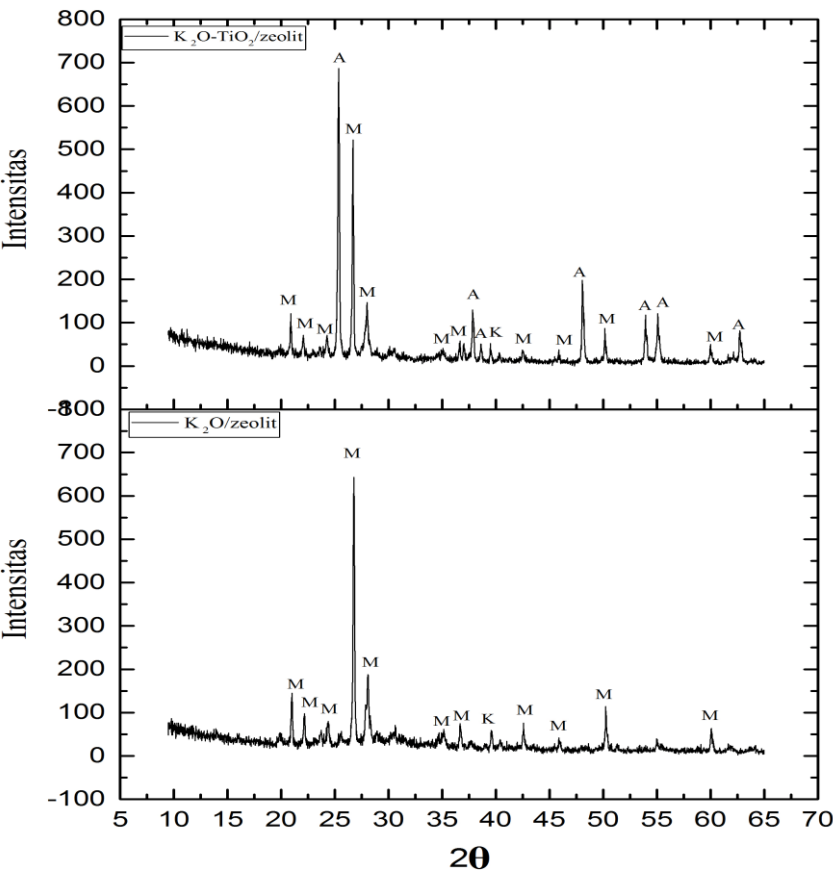
Langkah kedua adalah sintesis komposit  $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit menggunakan metode hidrotermal. Alasan dipilih metode hidrotermal ini seperti yang dijelaskan Byrappa dan Yoshima (2001) yaitu: dapat dilakukan pada suhu yang rendah, dihasilkan produk kristal yang homogen akibat adanya pertumbuhan kristal, tidak membutuhkan waktu sintesis yang lama, luas permukaan semakin besar, dan menjaga kemurnian bahan dari kontaminasi luar.

$TiO_2$  dan  $K_2O$ -zeolit dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian ditambah akuades dan diaduk selama 4 jam. Selanjutnya campuran  $TiO_2$  dan  $K_2O$ -zeolit dimasukkan dalam botol hidrotermal lalu dipanaskan pada suhu  $90\text{ }^{\circ}C$ . Proses pengadukan berfungsi untuk memaksimalkan kontak antara  $TiO_2$  dan  $K_2O$ -zeolit sehingga  $TiO_2$  terdistribusi lebih merata. Fungsi penambahan air adalah untuk mengisi kekosongan pada pori-pori zeolit (Byrappa & Yoshima, 2001), sehingga peristiwa *sintering* akan sulit terjadi. Di dalam botol hidrotermal akan terjadi *solid-state reactions* (Bandas, dkk., 2013). Roop (2003) menjelaskan bahwa reaksi padatan hanya terjadi di permukaan (*interface*). Reaksi ini terjadi ketika 2 padatan saling bersinggungan (dibantu proses pengadukan dan pemanasan pada suhu tertentu), hal ini menyebabkan terjadinya interaksi antar partikel yang kemudian akan terbentuk batas fasa (*boundary*).

Senyawa  $TiO_2$ ,  $K_2O$ , dan zeolit yang telah dibuat komposit dengan proses hidrotermal, dipanaskan pada suhu  $100\text{ }^{\circ}C$  untuk menguapkan air. Setelah itu dilakukan kalsinasi pada suhu  $400\text{ }^{\circ}C$  selama 2 jam. Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik, menjadikan kristalinitas zeolit lebih tinggi. Sedangkan menurut Chong dan Jin (2012), kalsinasi menyebabkan interaksi antar komponen dalam komposit semakin kuat dengan terbentuknya ikatan  $Ti-O-Si$ .

#### 4.3. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) komposit $K_2O$ /zeolit dan $K_2O$ - $TiO_2$ /zeolit

Identifikasi struktur dan kristalinitas material komposit menggunakan instrumen XRD digunakan untuk mengetahui pembentukan fasa baru dalam proses sintesis. Hasil uji dengan XRD dapat dilihat pada difraktogram Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Data XRD dari komposit  $K_2O/zeolit$  dan  $K_2O-TiO_2/zeolit$

**Tabel 4.1** Puncak difraktogram  $K_2O/zeolit$  dan  $K_2O-TiO_2/zeolit$

$K_2O/zeolit$		$K_2O-TiO_2/zeolit$		Puncak Zeolit Mordenit Referensi (JCPDS No. 700232)		Puncak Anatase Referensi (JCPDS No. 21-1272)	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas

5,4539	100,00	5,9670	75,85	6,51	100		
20,9911	13,92	20,8901	11,22	20,95	1,4		
22,1568	8,79	22,0519	6,59	22,20	46,1		
23,6764	3,16			23,64	6,9		
24,3576	5,88	24,2654	6,74	24,53	4,5		
25,5437	2,84						
		25,3428	100			25,281	100
26,7647	76,83	26,6775	72,60				
		27,9880	12,77				
28,0725	20,25	30,3122	1,52				
30,4606	2,81	34,9475	1,93	30,34	5,5		
35,1228	3,43	36,6128	5,94	35,12	0,5		
36,6833	5,68	37,0064	4,84	36,54	5,3		
		37,8430	16,37			37,801	20
		38,6262	5,30				
		39,5273	3,48			38,576	10
39,6109	4,64	40,3243	1,73	39,54	1,1		
40,4217	2,05	42,5295	3,54	40,40	2,2		
42,5738	5,69	45,8037	1,57	42,64	0,5		
45,9212	2,49	48,0854	27,0	45,95	0,8		
		50,1666	11,75			48,050	35
50,2627	10,70	53,9423	14,59				
						53,891	20
55,1807	1,13	55,0932	17,28				
		60,0005	5,47			55,062	20
60,0764	5,96						
61,8487	1,32	62,7247	11,23				
						62,690	14

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa, puncak zeolit yang diperoleh sesuai dengan JCPDS No. 700232. Dari puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa zeolit alam merupakan zeolit jenis mordenit dengan puncak karakteristik seperti pada Gambar 4.2. Puncak  $K_2O$  muncul pada  $2\theta = 39^\circ$ . Kusuma, dkk (2013) melaporkan gugus  $K_2O$  muncul pada  $2\theta = 31^\circ; 39^\circ; 51^\circ; 55^\circ$  dan  $62^\circ$ . Pada komposit  $K_2O-TiO_2/zeolit$  puncak karakteristik dari zeolit alam masih dapat dipertahankan dan terbentuknya puncak serapan baru yang mengindikasikan bahwa puncak anatas dan  $K_2O$  muncul.

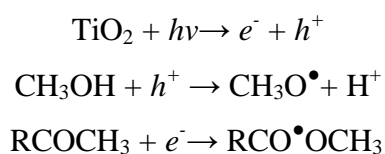
#### 4.4. Uji Aktivitas Fotokatalis Material Komposit $K_2O/Zeolit$ dan $K_2O-TiO_2/Zeolit$ Alam Teraktivasi Pada Reaksi Transesterifikasi Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak Kepyar

Uji aktivitas komposit bertujuan untuk mengetahui efektifitas katalis dengan perubahan variasi komposisi  $TiO_2$  dan  $K_2O-zeolit$  yang paling baik untuk digunakan sebagai fotokatalis reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel. Reaksi dilakukan dalam

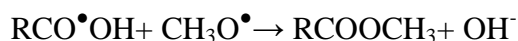
reaktor sederhana dengan sumber lampu UV 360 nm. Perbandingan mol minyak jarak dan metanol adalah 1:7. Metanol dibuat berlebih bertujuan untuk mendapatkan konversi biodiesel yang lebih tinggi (Suryani, 2009). Pada penelitian ini, pemilihan metanol dibanding jenis alkohol lainnya karena menurut Plentz, dkk. (2006) reaksi transesterifikasi menggunakan metanol berjalan lebih cepat dibanding etanol.

Minyak, metanol dan katalis  $K_2O-TiO_2/zeolit$  dicampur menjadi satu, lalu dimasukkan dalam reaktor. Selama reaksi dilakukan pengadukan untuk menambah kecepatan gerak partikel, sehingga reaksi akan berjalan lebih cepat. Dalam reaksi ini, komposit  $TiO_2/K_2O-zeolit$  bertindak sebagai katalis bifungsional. Roufina (2014) menjelaskan bahwa katalis bifungsional adalah katalis yang dapat mengalami dua atau lebih mekanisme reaksi dalam satu waktu dan menghasilkan produk reaksi yang sama. Dalam penelitian ini terjadi 2 mekanisme reaksi dalam waktu yang sama.  $TiO_2$  berfungsi sebagai fotokatalis dan  $K_2O-zeolit$  berfungsi sebagai katalis basa heterogen.

Reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol untuk pembuatan biodiesel dengan fotokatalis  $K_2O-TiO_2/zeolit$  diasumsikan melalui mekanisme reaksi sebagai berikut (Mengacu mekanisme Corro, dkk. 2013):



Sinar UV diserap oleh fotokatalis  $TiO_2$  yang menyebabkan terbentuknya elektron ( $e^-$ ) dan hole ( $h^+$ ). Metanol akan bereaksi dengan hole (oksidasi) dan minyak bereaksi dengan elektron (reduksi) menjadi dua senyawa radikal. Dua senyawa radikal ini bereaksi menjadi metil ester (biodiesel).



Adapun asumsi mekanisme reaksi antara dua radikal tersebut menggunakan fotokatalis  $TiO_2$  ditunjukkan pada Gambar 4.3.

**Gambar 4.3** Mekanisme reaksi senyawa radikal menjadi metil ester

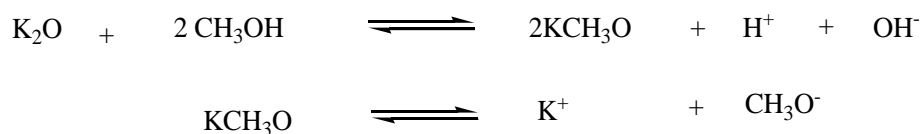
Sedangkan mekanisme reaksi minyak dan metanol dengan katalis basa heterogen  $K_2O$ -zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.4.

**Tabel 4.2** Persen hasil (*yield*) biodiesel dari minyak jarak

Sampel biodiesel dengan katalis	Yield (%)
Biodiesel NaOH	96
Biodiesel $K_2O$ /Zeolit (15 %)	86
Biodiesel $K_2O$ /Zeolit (20 %)	83
Biodiesel fototransesterifikasi $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit (15 %)	70,5
Biodiesel transesterifikasi $K_2O$ - $TiO_2$ /Zeolit (15 %)	86,7

Komposisi terbesar dari metil ester hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak adalah metil risinoleat. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui persen hasil biodiesel menggunakan katalis homogen NaOH adalah sebesar 96 %. Penggunaan katalis heterogen  $K_2O$ /zeolit mengakibatkan penurunan % persen hasil dari biodiesel. Katalis  $K_2O$ /zeolit dengan konsentrasi 15 % menghasilkan 86 % biodiesel. Sedangkan katalis dengan konsentrasi lebih tinggi yaitu 20 % menghasilkan % persen hasil yang lebih rendah yaitu sebesar 83 %. Persen hasil biodiesel pada reaksi fototransesterifikasi menggunakan katalis  $TiO_2$ - $K_2O$ /zeolit memiliki nilai yang jauh lebih rendah dari katalis homogen NaOH maupun katalis heterogen  $K_2O$ /zeolit, yaitu sebesar 70,5 %. Katalis yang sama namun dengan reaksi yang berbeda yaitu untuk reaksi transesterifikasi menghasilkan % persen hasil yang lebih baik.





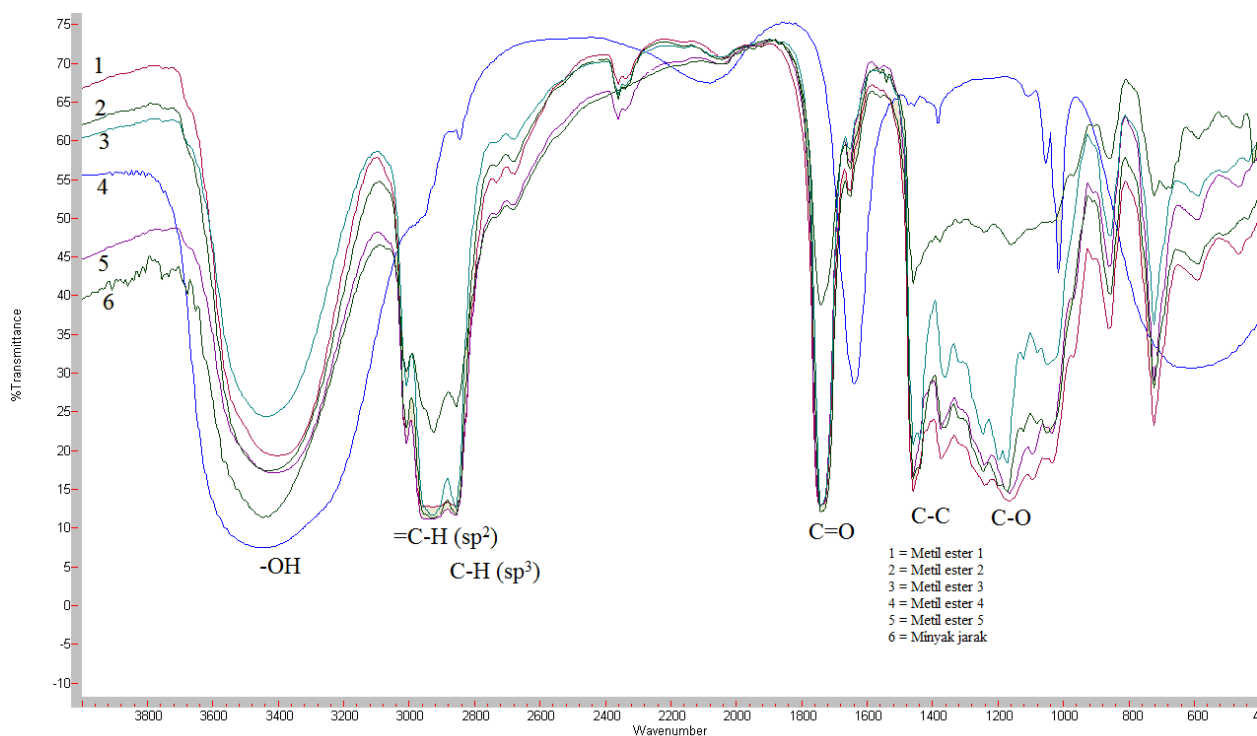
**Gambar 4.4** Reaksi transesterifikasi dengan katalis K<sub>2</sub>O/Zeolit

Komposisi terbesar dari metil ester hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak adalah metil risinoleat. Berdasarkan Tabel 4.2 dapat diketahui persen hasil biodiesel menggunakan katalis homogen NaOH adalah sebesar 96 %. Penggunaan katalis heterogen K<sub>2</sub>O/zeolit mengakibatkan penurunan % persen hasil dari biodiesel. Katalis K<sub>2</sub>O/zeolit dengan konsentrasi 15 % menghasilkan 86 % biodiesel. Sedangkan katalis dengan konsentrasi lebih tinggi yaitu 20 % menghasilkan % persen hasil yang lebih rendah yaitu sebesar 83 %. Persen hasil biodiesel pada reaksi fototransesterifikasi menggunakan katalis K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/zeolit memiliki nilai yang jauh lebih rendah dari katalis homogen NaOH maupun katalis heterogen K<sub>2</sub>O/zeolit, yaitu sebesar 70,5 %. Katalis yang sama namun dengan reaksi yang berbeda yaitu untuk reaksi transesterifikasi menghasilkan % persen hasil yang lebih baik.

## **4.5 Karakterisasi Minyak Jarak dan Produk Biodiesel yang Dihasilkan**

### **4.5.1 Karakterisasi FTIR**

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa minyak jarak dan biodiesel yang dihasilkan. Karakterisasi FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang senyawa minyak dan metil ester yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan spektra dapat dilihat pada Gambar 4.5.



**Gambar 4.5** Hasil Spektra FTIR minyak jarak dan produk metil ester

Pada Gambar 4.5 menunjukkan serapan pada pita-pita khas yang dimiliki oleh minyak dan produk metil ester. Adanya serapan tajam dengan intensitas kuat muncul pada rentang  $\pm 1700 \text{ cm}^{-1}$ , serapan lebar dengan intensitas kuat muncul pada  $\pm 3400 \text{ cm}^{-1}$ , merupakan vibrasi-vibrasi gugus khas yang muncul dari minyak jarak dan suatu metil ester. Semua metil ester, asam lemak maupun trigliserida memiliki karakteristik dari vibrasi gugus C=O (karbonil) yang muncul pada daerah serapan  $1700 \text{ cm}^{-1}$ . Serapan yang muncul pada kisaran  $2926,06$  dan  $2856,94 \text{ cm}^{-1}$  dapat dimungkinkan vibrasi uluran dari C-H ( $\text{sp}^3$ ) dimana struktur dari metil ester memiliki dua letak kemungkinan  $-\text{CH}_3$  yaitu pada gugus metil yang terikat gugus karbonil dan gugus metil yang terletak pada kerangka ekor rantai metil ester.

Untuk mengetahui adanya serapan dari vibrasi gugus  $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}(-\text{CH}=\text{CH}-)$  pada struktur metil ester yang diperoleh, maka pada data spektra infra merah menunjukkan

adanya serapan pada daerah  $3007,52\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas serapan yang lemah dan tajam. Vibrasi gugus  $-\text{CH}=\text{CH}-$  diperkuat dengan adanya serapan  $1654,45\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi dari gugus  $-\text{C}=\text{C}-$  dan serapan tajam pada daerah sidik jari yaitu  $725\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi bengkokan C-H *cis*-alkena ke luar bidang

**Tabel 4.3** Analisis bilangan gelombang spektra FTIR dari minyak jarak dan produk metil ester yang dihasilkan

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )						Posisi serapan	Gugus Fungsional
Metil Ester 1	Metil Ester 2	Metil Ester 3	Metil Ester 4	Metil Ester 5	Minyak Jarak		
3400,98	3420,47	3434,845	3437,03	3416,637	3447,73	3400-3500	-OH, regangan
3007,52	3007,78	3007,590	3008,09	3007,72	3008,03	3100-3000	Uluran $=\text{C}-\text{H}$ ( $\text{sp}^2$ )
2926,06 2856,94	2926,42 2856,4	2927,25 2856,46	2927,48 2855,48	2932,71 2857,08	2924,52 2854,62	3000-2800	Uluran C-H ( $\text{sp}^3$ )
1743,41	1740,070	1739,92	1740,69	1743,41	1741,39	1750-1725	Uluran C=O
1654,45	1653,71	1652	1654,2	1654,21	1653,69	1700-1600	Uluran C=C
1460,01	1459,18	1459,4	1462,45	1460,18	1459	1600-1450	Uluran C-C
1167,39 1240,65	1173,56 1245,49	1173,9 1246,489	1198,51 1246,603	1167,76 1240,92	1160,7 1241,50	1300-1110	Uluran C-O

Keterangan : Metil ester 1 reaksi fotokatalis dengan 15 % berat katalis selama 4jam dengan kondisi ruangan

Metil ester 2 reaksi transesterifikasi dengan katalis  $\text{K}_2\text{O}$ /eolit 20 % selama 3 jam pada suhu  $60^\circ\text{C}$

Metil ester 3 reaksi transesterifikasi dengan katalis  $\text{K}_2\text{O}$ /eolit 15 % selama 3 jam pada suhu  $60^\circ\text{C}$

Metil ester 4 reaksi transesterifikasi dengan katalis NaOH 0,5 % selama 3 jam pada suhu  $60^\circ\text{C}$

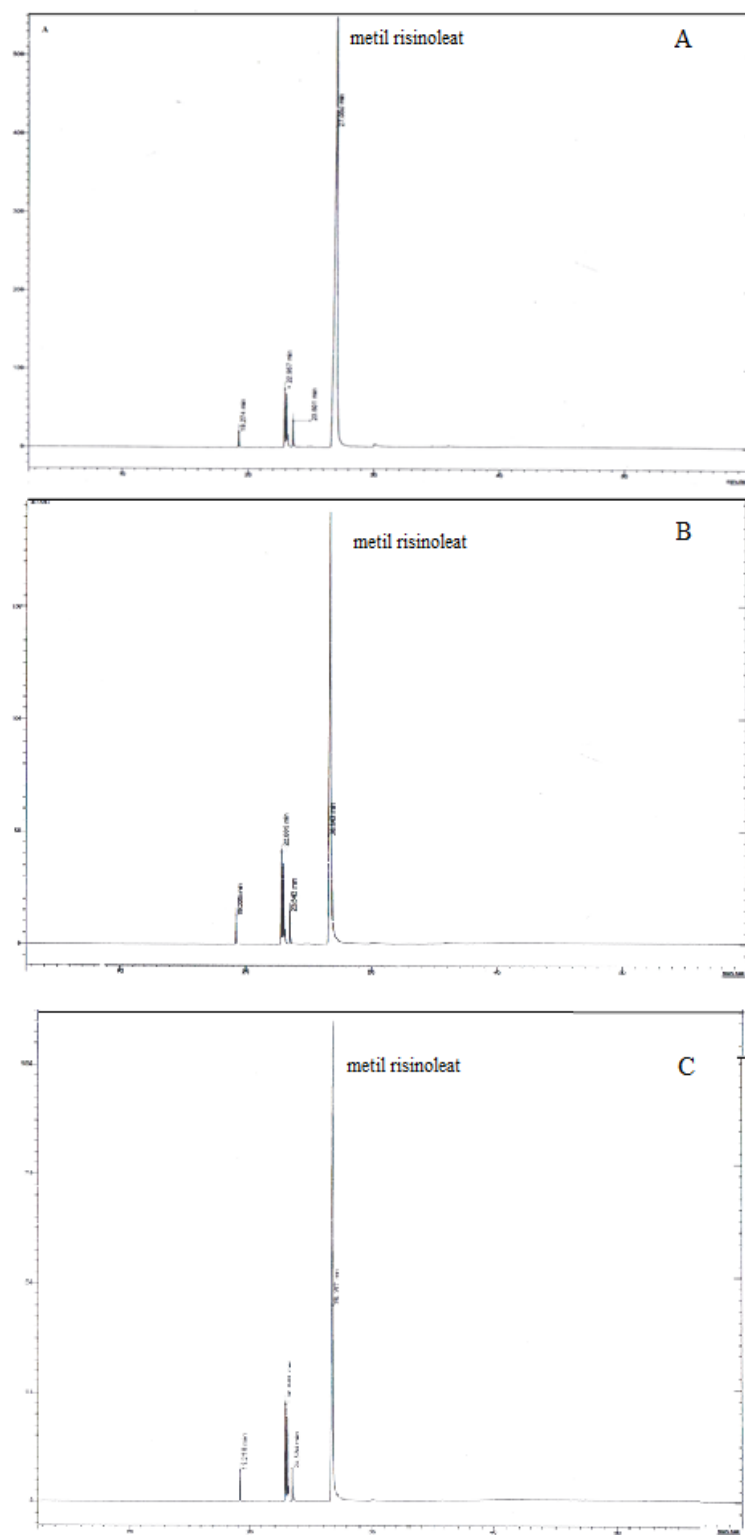
Metil ester 5 reaksi tanpa fotokatalis dengan 15 % katalis  $\text{K}_2\text{O}-\text{TiO}_2$ /eolit selama 4 jam dengan kondisi ruangan

Pada rentang  $3400\text{ cm}^{-1}$ , dimana pada pita serapan ini merupakan khas dari vibrasi gugus  $-\text{OH}$ . Vibrasi gugus  $-\text{OH}$  yang berada pada minyak jarak tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan dibandingkan vibrasi gugus  $-\text{OH}$  pada produk metil ester. Perbedaan yang terlihat hanya dari intensitas persen transmitansinya saja, hal ini dimungkinkan adanya perbedaan interaksi ikatan  $-\text{OH}$  bebas dan adanya ikatan  $-\text{OH}$  yang terikat pada asam lemak yang terdapat dalam minyak atau produk metil ester. Meningkatnya ketajaman dan lebar intensitas serapan gugus  $-\text{OH}$  pada metil ester hasil reaksi transesterifikasi dan fototransesterifikasi menunjukkan adanya kemungkinan bertambahnya gugus  $-\text{OH}$  yang dihasilkan dari terputusnya asam lemak dan terbentuknya gliserol akibat dari proses pemisahan yang kurang maksimal. Ketajaman

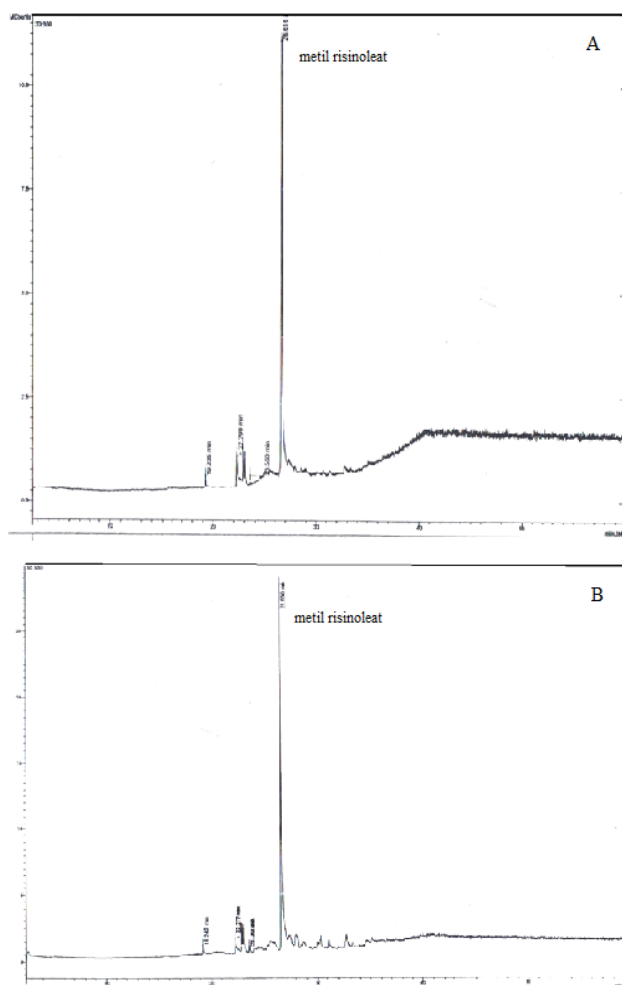
gugus  $-OH$  yang dihasilkan pada reaksi fotokatalis dan tanpa fotokatalis metil ester meningkat jika dibandingkan dengan metil ester reaksi transesterifikasi. Gugus fungsi yang muncul sebagian besar tidak mengalami perubahan yang tinggi, karena gugus tersebut merupakan ciri-ciri dari ikatan yang mungkin dihasilkan oleh minyak ataupun metil ester.

#### **4.5.2 Analisis GC-MS Metil Ester Yang Dihasilkan Dari Minyak Jarak**

Salah satu analisis yang digunakan untuk meramalkan kemungkinan suatu senyawa adalah dengan melihat berat molekulnya. GC-MS adalah instrumen yang dapat memperkirakan pola fragmentasi dari suatu senyawa berdasarkan massa molekul. Dimana dari hasil analisis GC dari reaksi transesterifikasi diperoleh lima puncak sedangkan untuk reaksi fotokatalis dan tanpa fotokatalis diperoleh enam puncak. Kromatogram yang dihasilkan dapat dilihat pada Lampiran 5.1. Hasil kromatogram GC menunjukkan terbentuk lima puncak yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi sedangkan pada reaksi fototransesterifikasi dihasilkan 6 puncak dengan kelimpahan tertinggi dihasilkan metil risinoleat. Senyawa-senyawa yang muncul pada kromatogram dapat diperkirakan dari pola fragmentasi spektra massa hasil analisis alat MS. Puncak GC hasil reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 4.6 sedangkan reaksi fototransesterifikasi ditunjukkan pada gambar 4.7. Pola fragmentasi spektra target yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4.8.

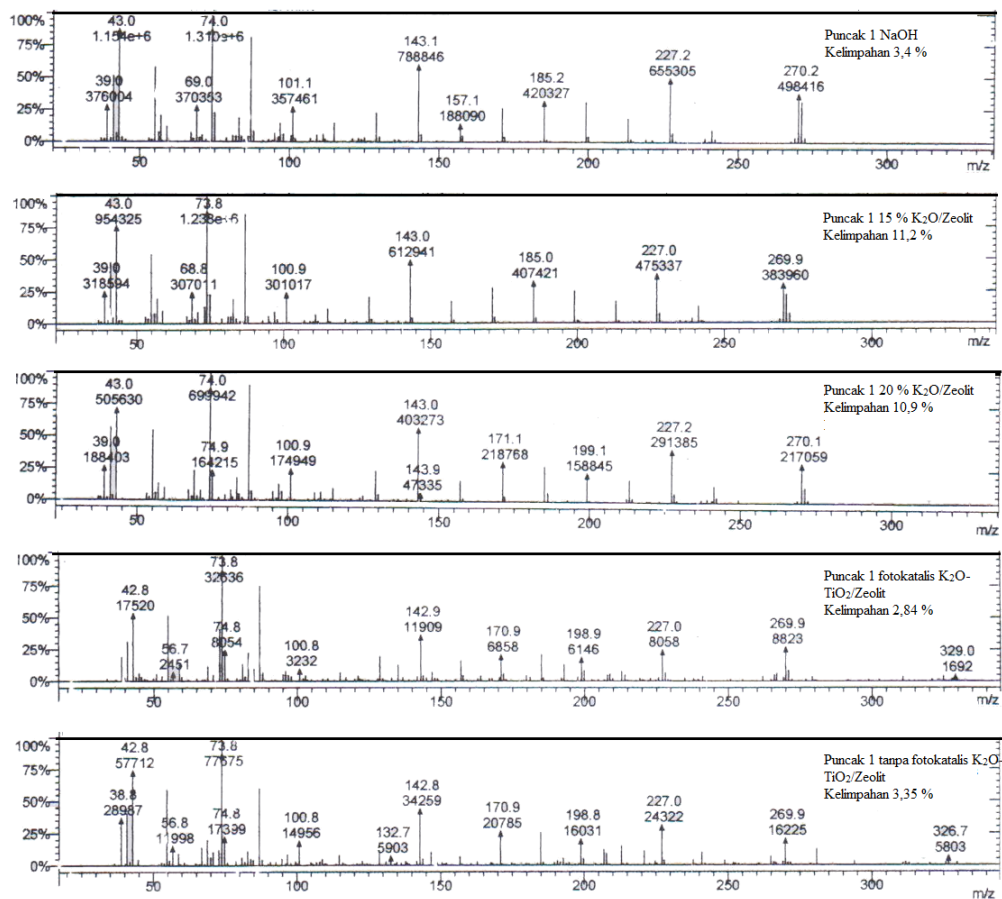


**Gambar 4.6** Kromatogram GC reaksi transesterifikasi (A) katalis NaOH (B) katalis 15 %  $K_2O$ /zeolit (C) katalis 20 %  $K_2O$ /zeolit

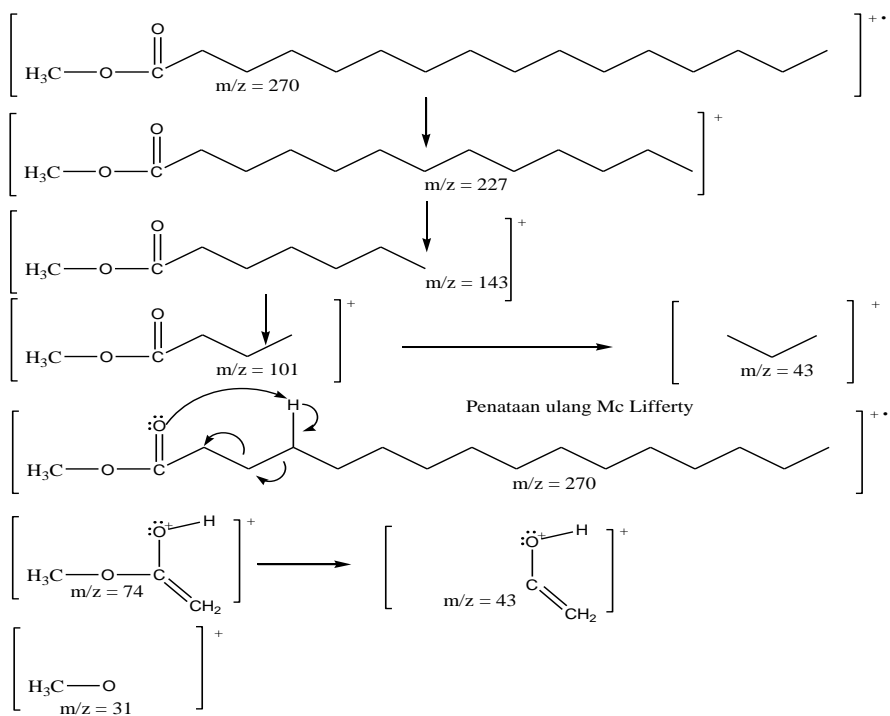


**Gambar 4.7** Kromatogram GC reaksi fototransesterifikasi (A) fotokatalis 15 %  $\text{K}_2\text{O}$ - $\text{TiO}_2$ /zeolit (B) tanpa fotokatalis 15 %  $\text{K}_2\text{O}$ - $\text{TiO}_2$ /zeolit

Hasil spektra GC-MS menunjukkan puncak pertama yang muncul dari semua metil ester yang dihasilkan memiliki berat molekul dengan  $m/z$  270, hal ini menunjukkan bahwa fragmentasi tersebut hasil dari berat molekul metil palmitat (270 g/mol). Fragmentasi molekul lainnya dari metil palmitat adalah  $m/z$  227, 143, 101 dan kelimpahan tertinggi senyawa metil palmitat dari fragmentasi molekul yang mengalami penataan ulang Mc Lafferty dengan  $m/z$  43 dan 74. Perkiraan fragmentasi dapat ditunjukkan pada Gambar 4.9.

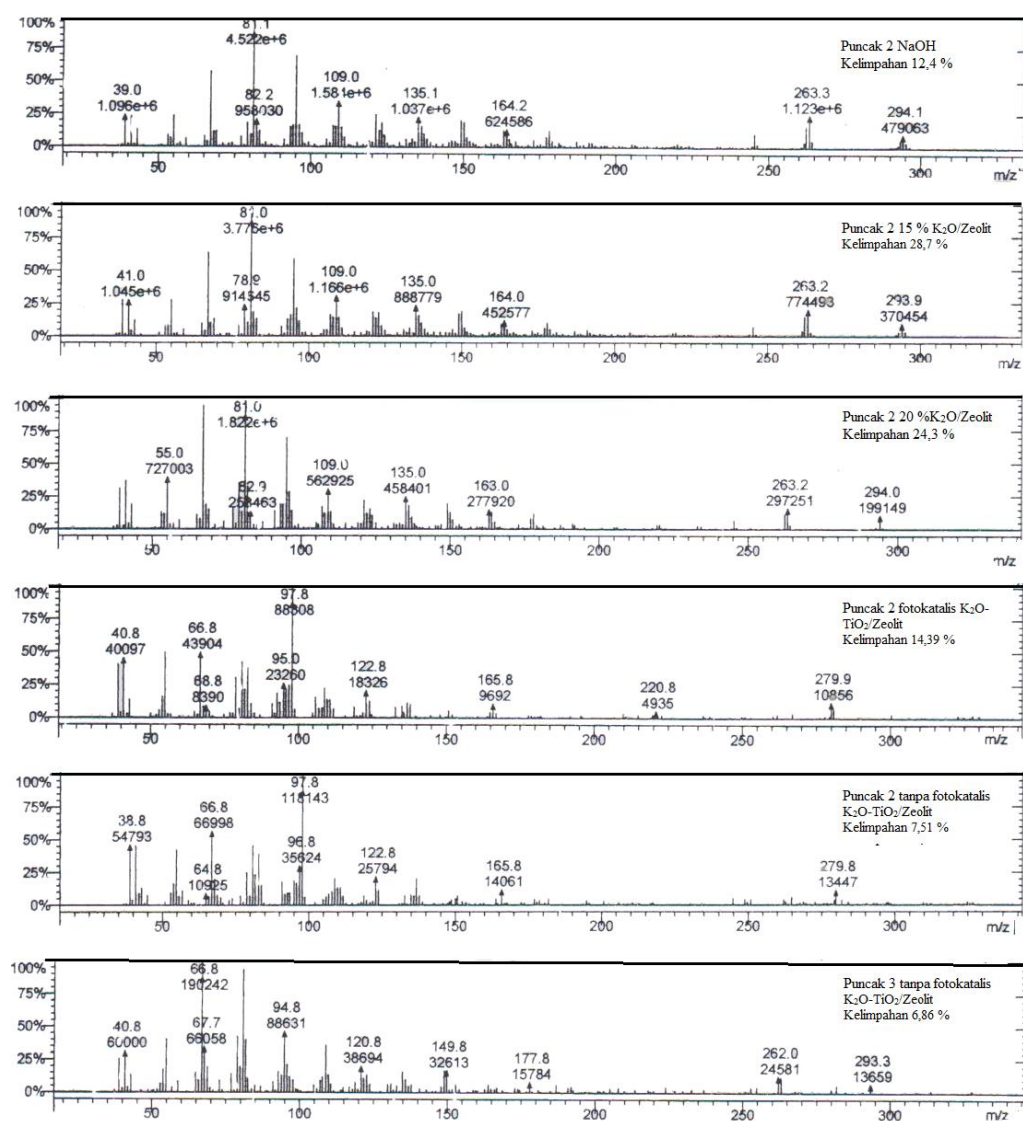


**Gambar 4.8** Spektra fragmentasi metil ester puncak pertama



**Gambar 4.9** Perkiraan fragmentasi puncak metil palmitat

Puncak kedua yang dihasilkan pada metil ester hasil reaksi transesterifikasi memiliki berat molekul  $m/z$  294, sedangkan puncak kedua yang muncul pada reaksi fotokatalis dan tanpa reaksi fotokatalis mempunyai berat molekul  $m/z$  280. Senyawa dengan berat molekul 294 g/mol diprediksi sebagai metil linoleat, sedangkan berat molekul 280 g/mol adalah asam linoleat. Senyawa produk yang diperoleh dari hasil reaksi minyak jarak dan metanol menunjukkan bahwa dari reaksi transesterifikasi dihasilkan metil ester, sedangkan dengan reaksi fotokatalis dan tanpa fotokatalis masih dalam bentuk asam lemak yang terikat pada trigliseridanya.

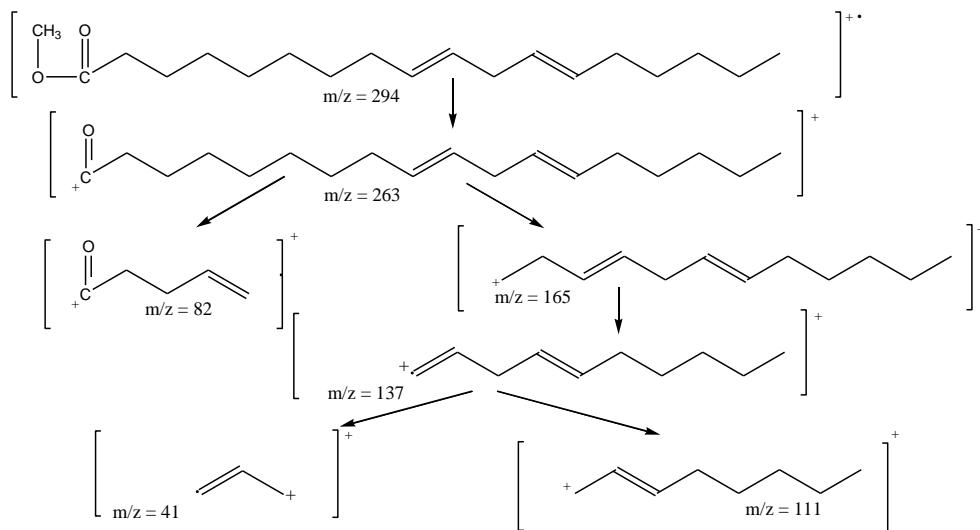


**Gambar 4.10** Spektra fragmentasi metil ester puncak kedua

Pola fragmentasi yang diperoleh dari spektra metil linoleat dengan reaksi transesterifikasi adalah  $m/z$  294, 263, 165, 137, 81, 110 dan 41. Untuk fragmentasi spektra



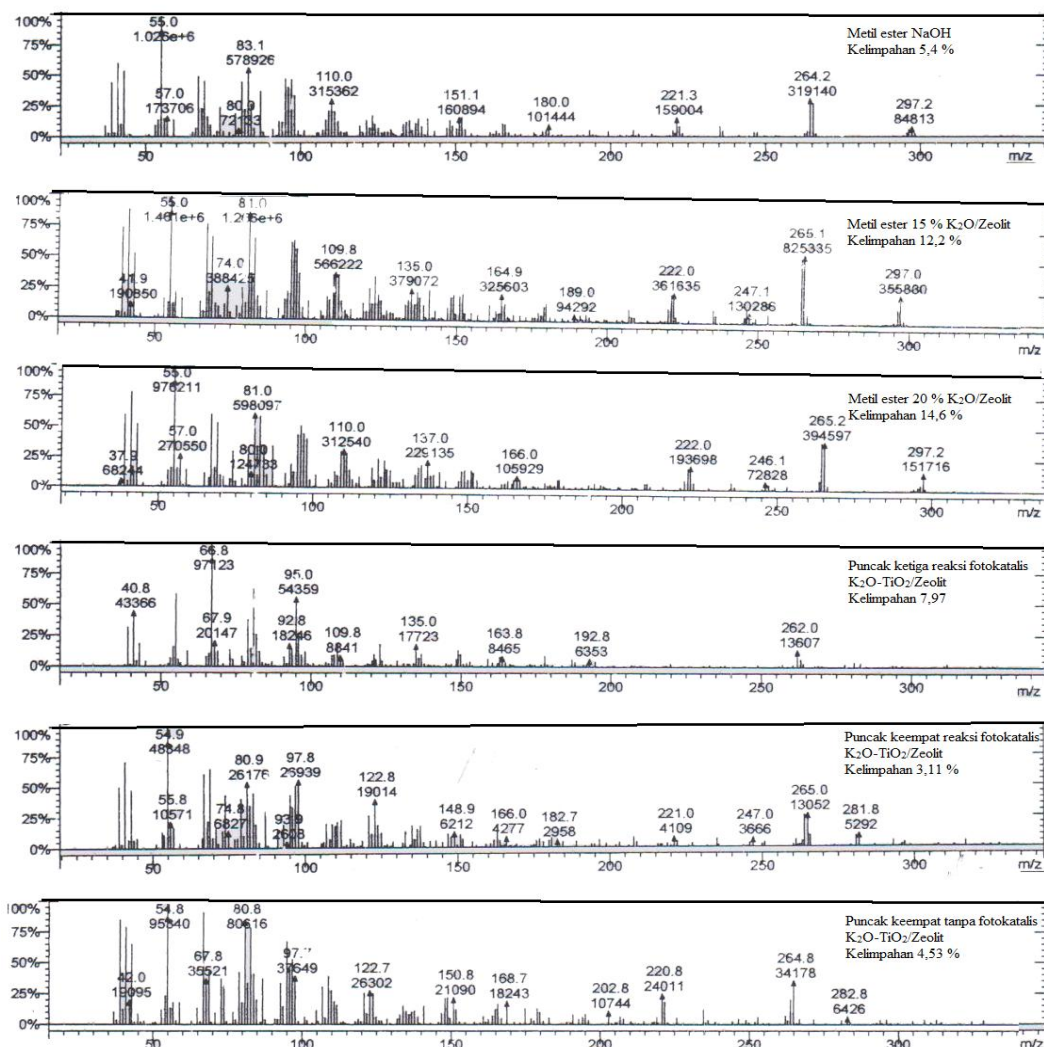
massa hasil fotokatalis dan tanpa fotokatalis adalah fragmentasi dengan  $m/z$  280, 221, 165, 98, 69, 41, untuk reaksi tanpa fotokatalis pada puncak ketiga diperoleh  $m/z$  293 diprediksi metil linoleat. Perkiraan pola fragmentasi dapat dilihat pada Gambar 4.11.



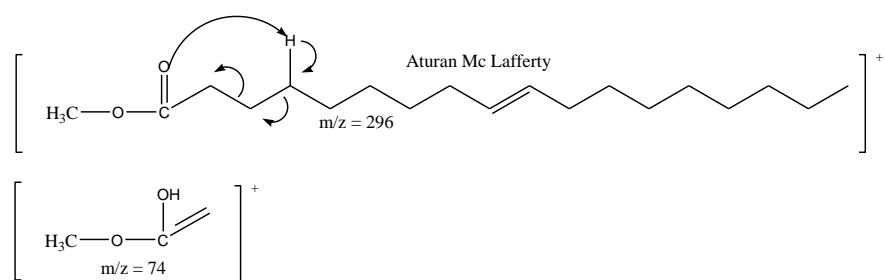
**Gambar 4.11**

Perkiraan fragmentasi metil linoleat

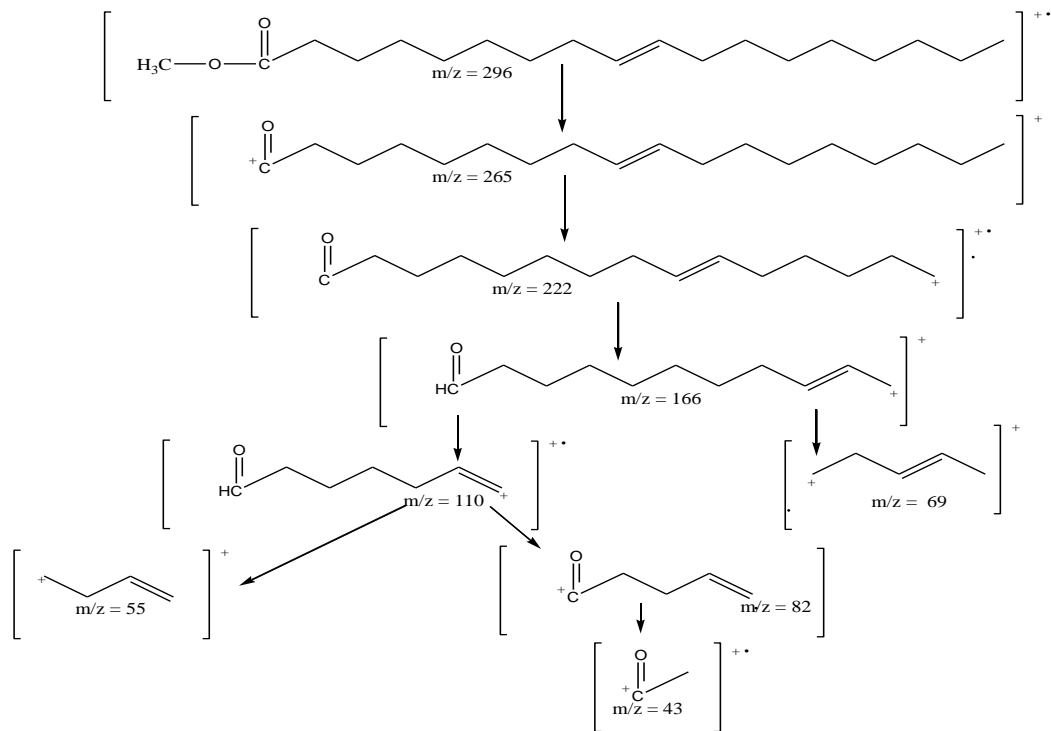
Puncak ketiga yang diperoleh dari hasil analisis GC-MS reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol mempunyai berat molekul dengan  $m/z$  298, untuk reaksi tanpa fotokatalis diperoleh  $m/z$  293, diperkirakan metil linoleat sedangkan untuk reaksi fotokatalis  $m/z$  262 dengan hasil fragmentasi memiliki kemiripan dengan berat molekul metil oleat dengan berat molekul 296 g/mol. Tetapi pada puncak keempat hasil GC-MS reaksi fotokatalis dan tanpa fotokatalis diperoleh fragmentasi  $m/z$  282, diperkirakan fragmentasi tersebut memiliki kemiripan dengan berat molekul dari asam oleat (282 g/mol). Sedangkan puncak kelima yang dihasilkan dari reaksi tanpa fotokatalis diperoleh senyawa dengan  $m/z$  297, senyawa yang teridentifikasi adalah dimungkinkan metil oleat karena berat molekul metil oleat (296 g/mol). Hasil fragmentasi yang diperoleh menunjukkan kemiripan dengan spektra fragmentasi metil oleat dari telaah literatur. Perkiraan fragmentasi menunjukkan kemiripan kestabilan pemutusan ikatan dengan  $m/z$  166, 110, 81, 69, 55 dan 43, kestabilan tertinggi yang diperoleh pada fragmentasi  $m/z$  74 diperkirakan dari penataan ulang Mc Lafferty. Perkiraan pola fragmentasi dapat dilihat pada Gambar 4.14.



**Gambar 4.12** Spektra fragmentasi metil ester puncak ketiga



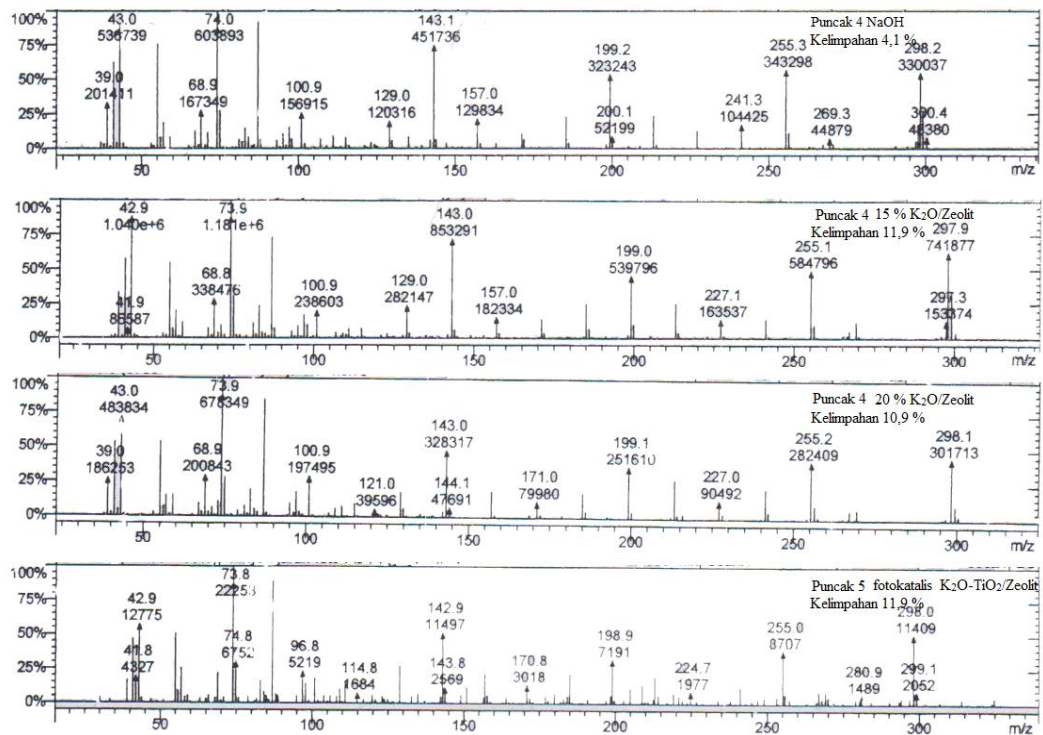
**Gambar 4.13** Penataan ulang Mc Lafferty



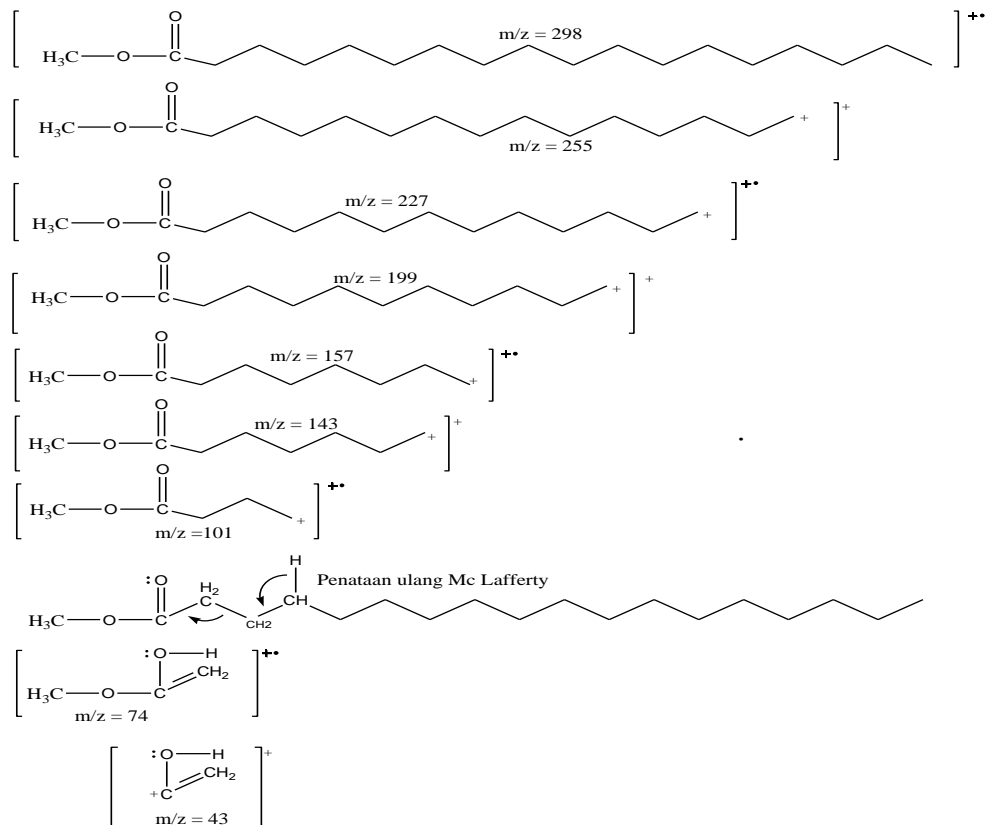
**Gambar 4.14** Perkiraan fragmentasi metil oleat

Puncak keempat spektra GC-MS yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi menunjukkan bahwa kestabilan fragmentasi yang terbentuk  $m/z$  298, berdasarkan literatur diketahui berat molekul 298 g/mol merupakan metil stearat. Fragmentasi lain yang terbentuk karena memiliki kestabilan tinggi dari spektra target yaitu  $m/z$  298, 255, 227, 199, 157, 143, 101 dan muncul fragmentasi dengan  $m/z$  74 yang merupakan hasil penataan ulang dari Mc Lafferty.

Hasil GC-MS yang diperoleh dari biodiesel reaksi fotokatalis, pada puncak kelima memiliki berat molekul dengan  $m/z$  298, berdasarkan fragmentasi-fragmentasi yang diperoleh memiliki kemiripan dengan berat molekul dari metil stearat. Fragmentasi yang terbentuk dari spektra target  $m/z$  298, 255, 224, 199, 143 dan intensitas fragmentasi tinggi  $m/z$  74, 43 dihasilkan dari penataan ulang Mc Lafferty. Perkiraan fragmentasi dapat dilihat pada Gambar 4.16.



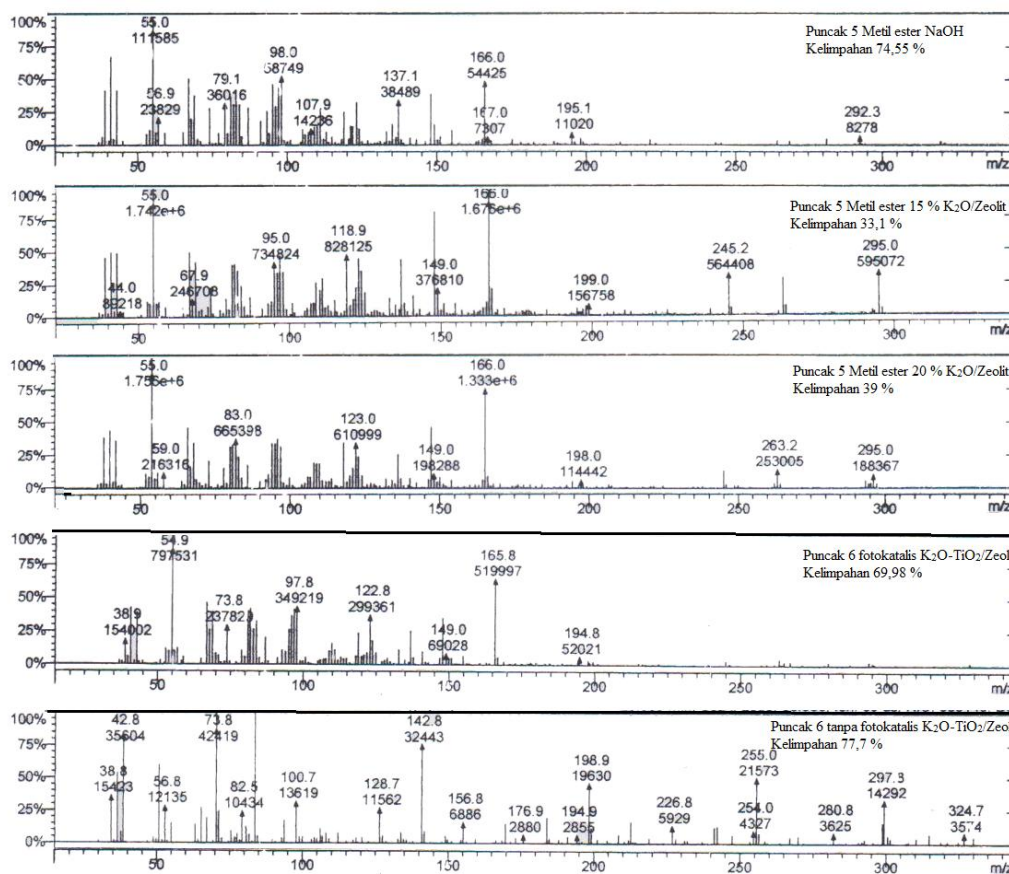
**Gambar 4.15** Spektra fragmentasi metil ester puncak keempat



**Gambar 4.16** Perkiraan fragmentasi metil stearat

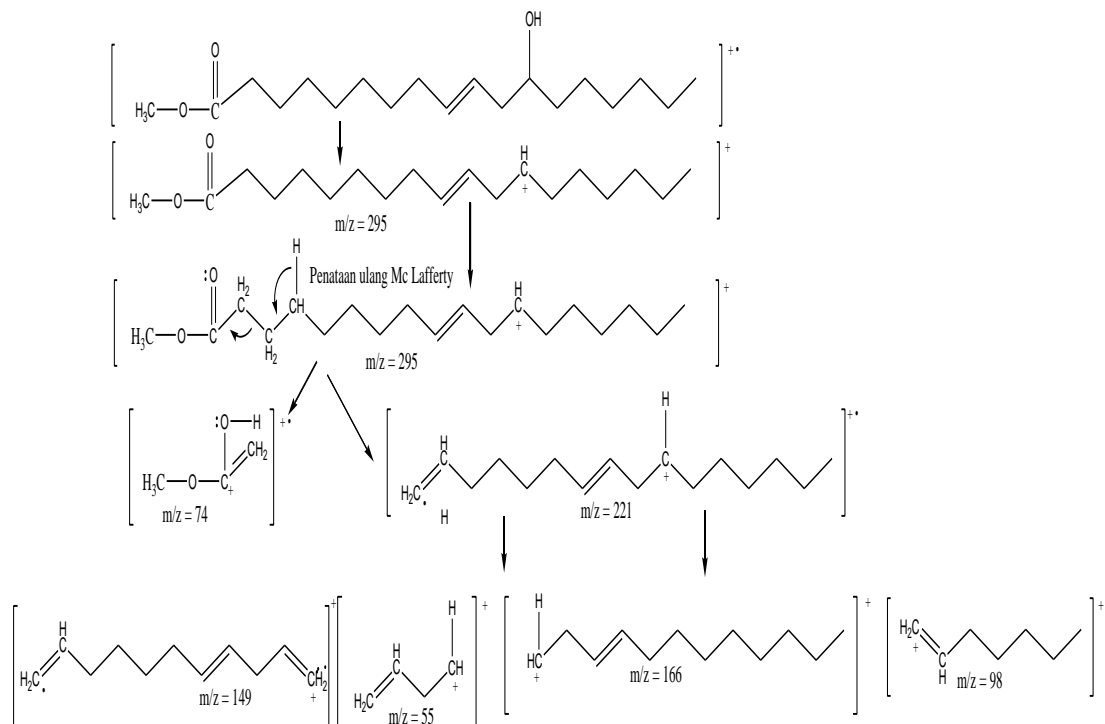
Puncak kelima yang muncul dari karakterisasi GC-MS pada reaksi transesterifikasi menunjukkan molekul dengan  $m/z$  295, dari analisis fragmentasi yang terbentuk memiliki

kemiripan dengan fragmentasi standar librari metil risinoleat (312 g/mol). Kesetabilan  $m/z$  312 sangat rendah sehingga pada spektra target hanya meunculkan  $m/z$  295, 263, 166, 149, 123 dan 55. Kesetabilan tertinggi hasil fragmentasi dari metil risinoleat adalah  $m/z$  166 dan  $m/z$  55.



**Gambar 4.17** Spektra fragmentasi metil ester puncak kelima

Hasil GC-MS pada reaksi tanpa fotokatalis pada puncak keenam berdasarkan spektra target yang dihasilkan terbentuk senyawa dengan fragmentasi  $m/z$  295, 263, 166, 123, 55. Kemungkinan fragmentasi yang dihasilkan merupakan metil risinoleat karena adanya pola fragmentasi  $m/z$  295 kemudian ciri khas yang dihasilkan dari metil risinoleat adalah adanya intensitas tinggi pada fragmentasi  $m/z$  166 dan  $m/z$  55. Puncak keenam yang dihasilkan dari karakterisasi GC-MS biodiesel reaksi tanpa fotokatalis menghasilkan fragmentasi pada  $m/z$  166, 149, 123 dan 55. Hasil yang diperoleh menunjukkan kemungkinan senyawa metil risinoleat atau asam risinoleat. Perkiraan pola fragmentasi dapat dilihat pada Gambar 4.18.



**Gambar 4.18** Perkiraan fragmentasi metil stearat

### 4.5. 3 Uji Densitas

Densitas merupakan salah satu sifat yang dianalisa untuk mengetahui karakteristik minyak atau biodiesel yang dihasilkan. Biodiesel yang baik seharusnya sesuai dengan standar SNI (max 850-890 kg/m<sup>3</sup>). Nilai massa jenis dari minyak jarak dan produk metil ester yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.4. Nilai massa jenis yang diperoleh menunjukkan angka yang melebihi standar SNI. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa masih banyak zat-zat pengotor seperti sabun dan gliserol dari hasil reaksi penyabunan, asam-asam lemak yang tidak terkonversi menjadi metil ester maupun sisa metanol yang masih terdapat dalam biodiesel yang menyebabkan naiknya massa jenis.

**Tabel 4.4.** Nilai massa jenis minyak jarak dan produk metil ester

Sampel	Katalis	Massa Jenis (kg/m <sup>3</sup> )
Minyak	-	944
Metil ester	NaOH	903
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 15 % (w/w)	922
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 20 % (w/w)	920
Metil ester (fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	950
Metil ester (tanpa fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	942

#### 4.5.4 Uji Asam Lemak Bebas

Angka asam adalah jumlah miligram KOH atau NaOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram lemak. Hasil angka asam yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil uji asam lemak bebas yang terdapat pada sampel minyak dan biodiesel yang dihasilkan menunjukkan bahwa kandungan asam lemak bebas yang terdapat pada sampel sangat rendah. Hasil yang diperoleh masih dibawah standar SNI (max 0,8 mg-KOH/g).

**Tabel 4.5.** Nilai angka asam minyak jarak dan produk metil ester

Sampel	Katalis	Angka Asam (mg-NaOH/g)
Minyak	-	0,101
Metil ester	NaOH	0,013
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 15 % (w/w)	0,029
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 20 % (w/w)	0,028
Metil ester (fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	0,0195
Metil ester (tanpa fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	0,0085

#### 4.5. 5 Uji Kadar Air

Kadar air adalah salah satu tolak ukur mutu dari biodiesel. Kadar air yang tinggi dapat menyebabkan terjadinya proses hidrolisis yang dapat menyebabkan turunnya panas pembakaran dalam mesin dan bersifat korosif jika bereaksi dengan sulfur. Kadar air dalam biodiesel dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil kadar air minyak jarak kepyar sangat rendah, tetapi pada biodiesel kadar air yang diperoleh sangat tinggi, hal ini dikarenakan pada proses setelah reaksi dilakukan pencucian dengan menggunakan akuades untuk memisahkan biodiesel dengan sisa reaktan. Penurunan kadar air dapat dilakukan dengan menambahkan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**Tabel 4.5.** Nilai kadar air minyak jarak dan produk metil ester

Sampel	Katalis	Kadar Air (%)
Minyak	-	0,52
Metil ester	NaOH	6,6
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 15 % (w/w)	4,5
Metil ester	K <sub>2</sub> O/zeolit 20 % (w/w)	4,9
Metil ester (fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	8,5
Metil ester (tanpa fotokatalis)	K <sub>2</sub> O- TiO <sub>2</sub> /zeolit 15 % (w/w)	7,88

Hal : Undangan

Kepada:

Yth.Bapak/ Ibu/ Sdr

.....  
Di Fakultas Sains dan Teknologi UIN

Maulana Malik Ibrahim Malang

*Assalamu'alaikum Wr. Wb.*

Dengan hormat, mengharap kehadiran Bapak/ Ibu/ Sdr pada:

Hari/Tanggal : Rabu, 7 September 2016

Pukul : 12.30 WIB s.d selesai

Tempat : Ruang Diskusi II Jurusan Kimia Fakultas Saintek

Acara : Seminar Hasil Penelitian Kompetitif Individual Program Bantuan Dana  
Penelitian Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang  
tentang **“Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak (*Castor Oil*)  
Menggunakan Fotokatalis Komposit  $K_2O-TiO_2$ /Zeolit  
Sebagai Alternatif Ramah Lingkungan”**.

Demikian undangan kami, atas perhatiannya disampaikan terima kasih.

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 31 Agustus 2016

Peneliti,

Suci Amalia, M.Sc

NIP. 19821104 200901 2 007



**JADWAL KEGIATAN**  
**SEMINAR HASIL PENELITIAN KOMPETITIF INDIVIDUAL**  
**PROGRAM BANTUAN DANA PENELITIAN**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG**

Hari/Tanggal : Rabu, 7 September 2016  
Pukul : 08.00 WIB -selesai  
Tempat : Ruang Diskusi II Jurusan Kimia Fakultas Saintek

Jam	Acara	Tema	Narasumber
08.00-08.30	Pembukaan		
08.30-11.30	Presentasi Kemajuan Penelitian	Potensi Zeolit Alam Malang Sebagai Katalis Heterogen Pada Pembuatan Biodisel Dari Minyak Jarak	Suci Amalia, M.Sc.
11.30-12.30	Istirahat		
12.30-15.30	Presentasi Kemajuan Penelitian	Pengaruh Variasi Penambahan KOH Pada Katalis $K_2O-TiO_2$ /Zeolit Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Menjadi Biodiesel	Suci Amalia, M.Sc.
15.30-15.15	Penutup		

**DAFTAR HADIR**  
**SEMINAR HASIL PENELITIAN KOMPETITIF INDIVIDUAL**  
**PROGRAM BANTUAN DANA PENELITIAN**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG**

**Judul Penelitian : PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JARAK  
(*CASTOR OIL*) MENGGUNAKAN FOTOKATALIS  
KOMPOSIT  $K_2O-TiO_2$ /ZEOLIT SEBAGAI ALTERNATIF  
RAMAH LINGKUNGAN**

Peneliti : Suci Amalia, M.Sc. (NIP. 19821104 200901 2 007)

Jurusan : Kimia

Tanggal Pelaksanaan : 7 September 2016

TempatPelaksanaan :Ruang Diskusi II Jurusan Kimia

[illegible]

[illegible]

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

1. Produksi biodiesel dengan katalis homogen NaOH menghasilkan yield 96 % dengan komposisi metil tertinggi adalah metil risinoleat mencapai 74,55 %.
2. Zeolit alam yang diimpregnasi dengan larutan KOH dapat digunakan sebagai katalis heterogen dengan yield optimum yang diperoleh pada penambahan 15 % katalis dihasilkan yield 86 % dengan komposisi metil tertinggi adalah metil risinoleat mencapai 33,1 %, sedangkan penambahan 20 % katalis menghasilkan yield 83 dengan komposisi metil tertinggi metil risinoleat mencapai 39 %.
3. Zeolit alam yang diimpregnasi dengan larutan KOH dan dikompositkan dengan  $\text{TiO}_2$  belum optimal digunakan sebagai katalis heterogen dalam reaksi fototransesterifikasi . Kondisi optimal katalis  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{zeolit}$  untuk produksi pembuatan biodiesel adalah dengan penggunaan fotokatalis dibandingkan tanpa fotokatalis. Hasil yang kromatogram GC-MS reaksi fotokatalis diperoleh enam puncak yang diperkirakan masih berbentuk asam-asam lemak.
4. Katalis homogen NaOH masih lebih dominan dibandingkan katalis  $\text{K}_2\text{O}/\text{Zeolit}$ ,  $\text{K}_2\text{O-TiO}_2/\text{Zeolit}$ . Karena proses pemisahan katalis NaOH dari metil ester yang sulit sehingga katalis  $\text{K}_2\text{O}/\text{Zeolit}$  dapat digunakan sebagai alternatif.

#### **5.2 Ucapan terima kasih**

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang untuk dukunganya terhadap penelitian ini. Laboratorium Central, Universitas Negeri Malang untuk analisa XRD.

## DAFTAR PUSTAKA

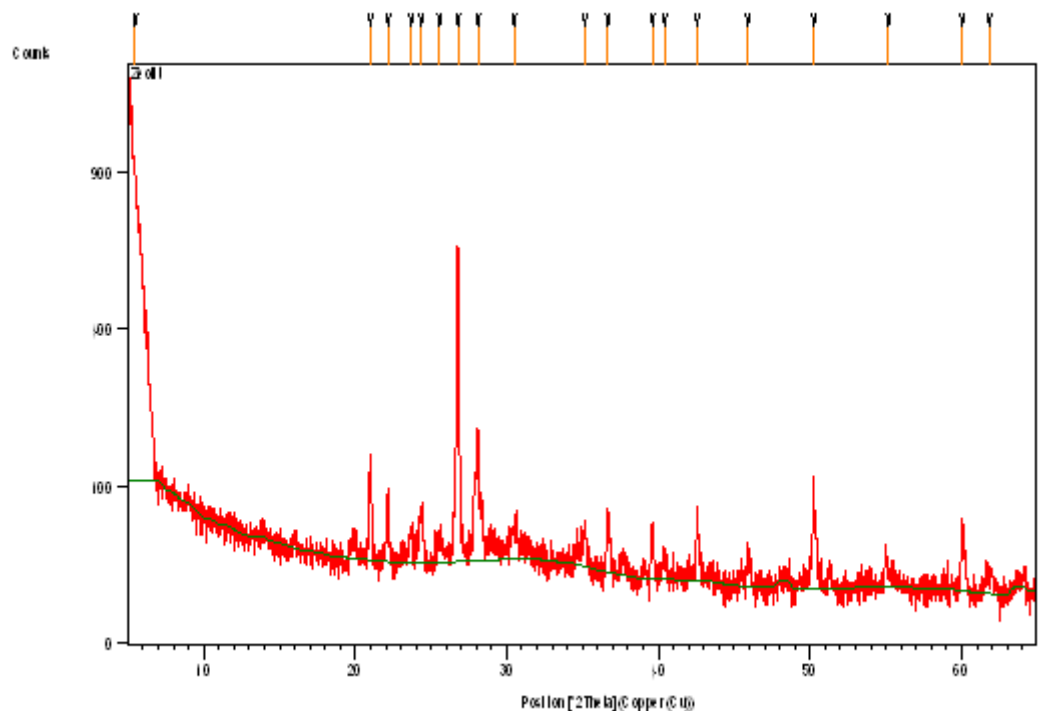
- Albuquerque, M. C. G., Machado, Y.L., Torres, A. E. B., Azevedo, D. C. S., Cavalcante, Jr. C. L., Firmiano, L. R., Parente, Jr. E. J. S. 2009. Properties of Biodiesel Oils Formulated Using Different Biomass Sources and Their Blends. *Applied Renewable Energy*, Vol 34: 857-859
- Amalia, S. 2008. Reaksi Amidasi Asam 9,10,12-Trihidroksi Stearat dari Minyak Jarak. *Tesis*. Yogyakarta: FMIPA Jurusan Kimia Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Amalia, S. dan Khalifah, S. N. 2014. Modifikasi Komposit  $\text{TiO}_2$ /Zeolit Alam Sebagai Fotokatalis Untuk Produksi Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas. *Laporan Penelitian*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Angelia, S. R. 2014. Sintesis dan karakterisasi Komposit Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  Anatas dan Rutil Dengan Zeolit Alam Teraktivasi Serta Uji Aktivitasnya Pada Reaksi esterifikasi Minyak Goreng Bekas. *Skripsi*. Malang: Jur. Kimia Fak. Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Atalbani AE, Silitonga AS, Badruddin IA, Mahlia TMI, Masjuki HH, Mekhilef S. 2012. A Comprehensive Review on Biodiesel as an Alternative Energy Resource and Its Characteristics. *Renew Sust Energy Rev* Vol 16. 2070-2093
- Berman P, Nizri S, Wiesman Z. 2011. Castor Oil Biodiesel and its Blends as Alternative Fuel. *Applied Biomass and Bioenergy*, Vol 35: 2861-2866
- Boey, P. L., Maniam, G. P., Hamid, S. A. 2009. Biodiesel Production Via Transesterification of Palm Olein using Waste Mud Crab (*Scylla serrata*) Shell as a Heterogeneous Catalyst. *Bioresource Technology*, Vol 100: 6362–6368
- Cavalcante, K. S. B., Penha M. N. C., Mendonça K. K. M., Louzeiro H. C., Vasconcelos A. C. S., Maciel A. P., De Souza. A. G., Silva. F. C. 2010. Optimization of Transesterification of Castor Oil with Ethanol using a Central Composite Rotatable Design (CCRD). *Fuel*, Vol 89: 1172-1176
- Chen C. Y, Yeh K. L, Aisyah R, Lee D. J, Chang J. S. 2011. Cultivation, Photobioreactor Design and Harvesting of Microalgae for Biodiesel Production: a Critical Re-view. *Bioresouce Technology*, Vol 88: 399-410
- Corro, G., Pal, U., dan Tellez, N. 2013. Biodiesel Production from *Jatropha Curcas* Crude Oil using  $\text{ZnO/SiO}_2$  Photocatalysts for Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B: Environmental*, Vol 129: 39-47.
- Hanif, A. S. 2008. Sintesis Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi Minyak Sawit Menggunakan Katalis Heterogen KOH/Zeolit. *Skripsi*. Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Intarapong, P, Iangthanarata, S, Phanthonga, P, Luengnaruemitchai, A, Jai-In, A. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm oil. *Journal of Energy Chemistry* 22. Vol 22: 690–700

- Kılıç, M., Uzun, B. B., Pütün, E., Pütün, E. A. 2013. Optimization of Biodiesel Production from Castor Oil. *Applied Biochem Biotechnology*, Vol 111: 105-110
- Kuncahyo, P., Fathallah, A.Z.M., Semin. 2013. Analisa Prediksi Potensi Bahan Baku Biodiesel sebagai Suplemen Bahan Bakar Motor Diesel di Indonesia. *Jurnal Teknik Pomits*, Vol. 2, No. 1
- Kusuma R. I, Hadinoto J. P, Ayucitra A, Soetaredjo F. E, Ismadji S. 2013. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Transesterification of Palm Oil. *Applied Clay Science*. Vol 74: 121-126
- Lestari, D. Y.. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia UNY*. 30 Oktober 2010.
- Lopez, D. E., Goodwin, J. G., Bruce, D. A., Lotero, E. 2005. Transesterification of Triacetin with Methanol on Solid Acid and Base Catalysts. *Applied Catalyst*, Vol 295: 97-105.
- Lukic, I., Krstic, J., Jovanovic, D., Skala, D. 2009. Alumina/Silica Supported  $K_2CO_3$  as a Catalyst for Biodiesel Synthesis from Sunflower Oil. *Bioresource Technology*. Vol 100. 4690-4696
- Manique, M. C., Silva, A. P., Alves, A. K., Bergmann, C. P. 2016. Application of Hydrothermally Produced  $TiO_2$  Nanotubes in Photocatalytic Esterification of Oleic Acid. *Applied Material Science*, Vol 206. 17-21
- Ngamcharussrivichai, C., Totarat, P., Bunyakiat, K., 2008. Ca and Zn Mixed Oxide as a Heterogeneous Base Catalyst for Transesterification of Palm Kernel Oil. *Applied Catalysis A: General*, Vol 341: 77-85
- Noiroj, K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A., Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of  $KOH/Al_2O_3$  and  $KOH/NaY$  Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Applied Renewable Energy*. Vol 34: 1145-1150
- Nugroho, A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar, Bahan Bakar Alternatif Yang Ramah Lingkungan*, Tangerang, PT Agro Media.
- Plentz, S. M., Meneghetti, M. R., Wolf, C. R., Silva, E. C., Lima, G. E. S., De Lira Silva L. 2006. Biodiesel from Castor Oil: a Comparison of Ethanolysis Versus Methanolysis. *Energy Fuel*, Vol 20: 2262-2265
- Pradhan. S., Madankar. C. S., Mohanty. P., Naik. S. N. 2012 Optimization of Reactive Extraction of Castor Seed to Produce Biodiesel using Response Surface Methodology. *Applied Biochem Biotechnol*, Vol 156: 1-11
- Ramezani, K., Rowshanzamir, S., Eikani, M. H., 2010. Castor Oil Transesterification Reaction: a Kinetic Study and Optimization of Parameters. *Applied Energy*, Vol 35: 4142-4148
- Roufina, R. 2014. Material Komposit  $TiO_2$ /Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatase dan Rutil Sebagai Fotokatalis Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah. *Skripsi*. Malang: Jur. Kimia Fak. Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim

- Rustamaji, Heri, Arief B., Sulisty, H. 2010. Alkoholisasi Minyak Jarak Pagar Dengan Katalisator Asam Padat. *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*. ISSN : 1411-4216
- Salinas D, Guerrero, S., Araya, P. 2010. Transesterification of Canola Oil on Potassium-Supported TiO<sub>2</sub> Catalysts. *Applied Catalysis*, Vol 11 773-777
- Salinas D., Araya, P., Guerrero, S. 2012. Study of Potassium-Supported TiO<sub>2</sub> Catalysts for the Production of Biodiesel. *Applied Catalysis*, Vol 117-118: 260-267
- Scholz, V. Da Silva, J. N. 2008. Prospects And Risks Of The Use Of Castor Oil As a Fuel. *Biomass and Bioenergy*. Vol 32. 95-100
- Smith, M. B. 1994. *Organic Synthesis*. Second Edition. Boston: McGraw Hill
- Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., Maukar, A. L., 2011. KOH/Bentonite Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied Clay Science*, Vol 53: 341-346
- Sudradjat, R. dan D. Setiawan. 2003. Teknologi Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Jarak Pagar. *Laporan Hasil Penelitian*. Pusat Litbang eknologi Hasil Hutan. Bogor
- Suiva, K. A. 2014. Esterifikasi Minyak Goreng Bekas Menggunakan Fotokatalis Komposit TiO<sub>2</sub>-Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Malang: Jur. Kimia Fak. Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Tjahjanto, R.T dan J. Gunlazuardi. 2001. Preparasi Lapisan Tipis Sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara. Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, Vol 5, No 2: 81-91.
- Trisunaryanti, W. 2009. *Zeolit Alam Indonesia: Sebagai Absorben dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.
- Wu H, Zhang J, Wei Q, JZheng J, Zhang J. 2013. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using Zeolite Supported CaO as Strong Base Catalysts. *Applied Fuel Processing Technology*. Vol 109 13-19
- Wu, H., Zhang, J., Wei, Q., Zheng, J., Zhang, J. 2013. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel using Zeolite Supported CaO as strong Base Catalysts. *Applied Fuel Processing Technology*. Vol 109: 13-18
- Xie, W, Huang X. 2006. Soybean Oil Methyl Esters Preparation Using NaX Zeolites Loaded with KOH. *Journal School of Chemistry and Chemical Engineering*, 936-939.

**Lampiran 5. Data Karakterisasi XRD**

**a) K<sub>2</sub>O/Zeolit**

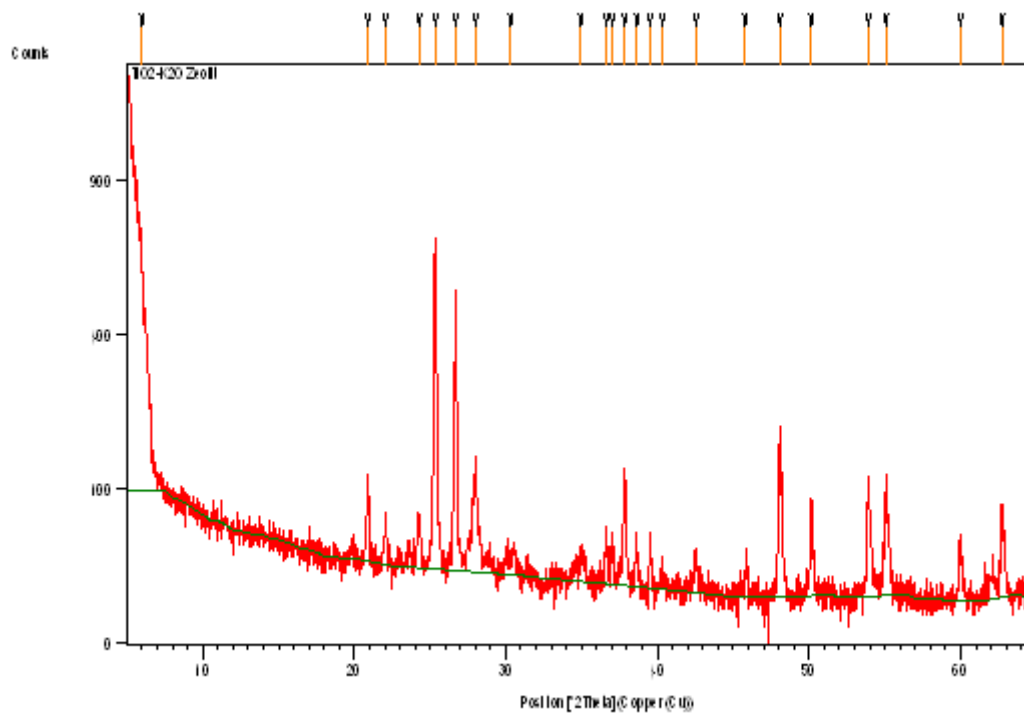


**Peak List**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
5.4539	796.04	0.9446	16.20429	100.00
20.9911	110.84	0.0787	4.23221	13.92
22.1568	69.95	0.0984	4.01212	8.79
23.6764	25.15	0.2362	3.75795	3.16
24.3576	46.81	0.1968	3.65437	5.88
25.5437	22.59	0.2362	3.48731	2.84
26.7647	611.56	0.1378	3.33093	76.83
28.0725	161.22	0.0984	3.17865	20.25
30.4606	22.36	0.4723	2.93467	2.81
35.1228	27.32	0.3149	2.55508	3.43
36.6833	45.22	0.1574	2.44989	5.68
39.6109	36.95	0.1968	2.27531	4.64
40.4217	16.35	0.2362	2.23152	2.05
42.5738	45.30	0.1574	2.12357	5.69
45.9212	19.84	0.2362	1.97627	2.49
50.2627	85.16	0.1574	1.81527	10.70
55.1807	8.97	0.4723	1.66456	1.13
60.0764	47.47	0.1574	1.54010	5.96
61.8487	10.53	0.7680	1.49891	1.32

**b) K<sub>2</sub>O-TiO<sub>2</sub>/Zeolit**

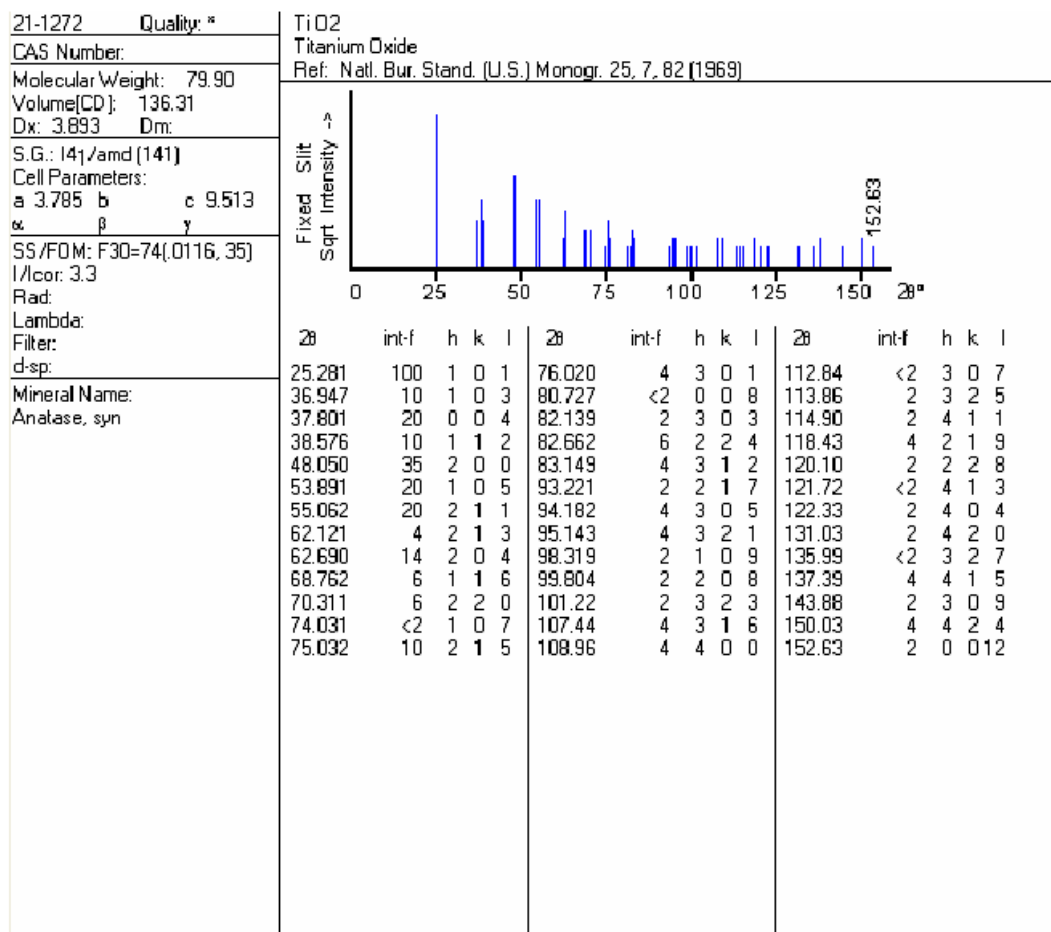




### Peak List

Pos. [°2θ.]	Height [cts]	FWHM [°2θ.]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
5.9670	495.33	0.6298	14.81197	75.85
20.8901	73.29	0.1181	4.25245	11.22
22.0519	43.06	0.1574	4.03096	6.59
24.2654	44.04	0.1574	3.66804	6.74
25.3428	653.06	0.1574	3.51449	100.00
26.6775	474.13	0.1378	3.34162	72.60
27.9880	116.02	0.1181	3.18806	17.77
30.3122	9.92	0.7872	2.94871	1.52
34.9475	12.62	0.6298	2.56749	1.93
36.6128	38.78	0.1574	2.45444	5.94
37.0064	31.59	0.1574	2.42924	4.84
37.8430	106.93	0.0787	2.37743	16.37
38.6262	34.62	0.1181	2.33102	5.30
39.5273	22.75	0.1574	2.27993	3.48
40.3243	11.32	0.2362	2.23669	1.73
42.5295	23.09	0.1574	2.12568	3.54
45.8037	10.23	0.4723	1.98106	1.57
48.0854	176.34	0.0984	1.89225	27.00
50.1666	76.74	0.0787	1.81852	11.75
53.9423	95.29	0.2755	1.69981	14.59
55.0932	112.86	0.0787	1.66700	17.28
60.0005	35.71	0.1181	1.54186	5.47
62.7247	73.33	0.1200	1.48007	11.23

c) JCPDS TiO<sub>2</sub> Fasa Anatase



d) Standar Modernit

## MOR

## Mordenite

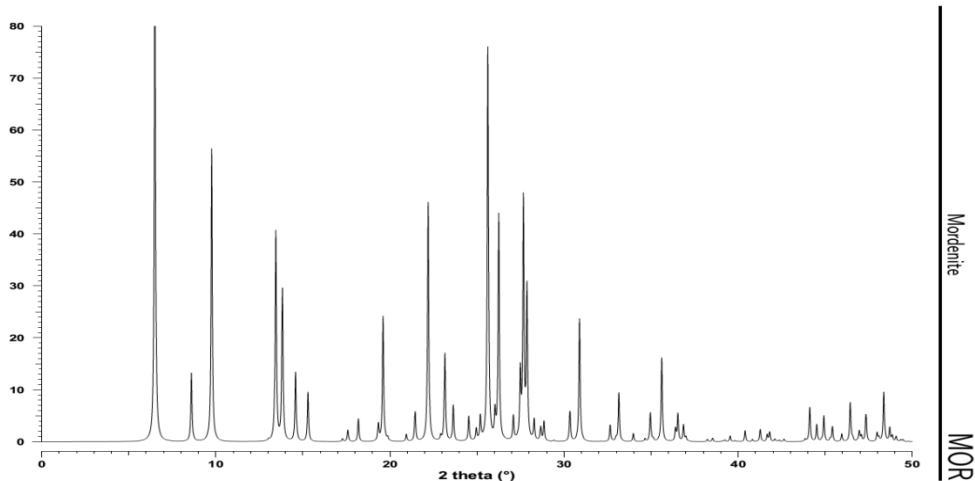
CHEMICAL COMPOSITION:  $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$   
Challis, Idaho, U.S.A.

REFINED COMPOSITION:  $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{25}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$

CRYSTAL DATA: *Cmcm* (No. 63)  
 $a = 18.11 \text{ \AA}$      $b = 20.53 \text{ \AA}$      $c = 7.528 \text{ \AA}$   
 $\alpha = 90^\circ$      $\beta = 90^\circ$      $\gamma = 90^\circ$   
X-ray single crystal refinement,  $R = 0.07$

REFERENCE: V. Gramlich,  
PhD dissertation, ETH, Zurich, (1971).  
And V. Gramlich, Private communication.

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	$2\theta$	<i>d</i>	<i>M</i>	$I_{\text{rel}}$	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	$2\theta$	<i>d</i>	<i>M</i>	$I_{\text{rel}}$	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	$2\theta$	<i>d</i>	<i>M</i>	$I_{\text{rel}}$
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.946	8	0.3	3	7	2	41.81	2.160	8	1.8
0	2	0	8.61	10.265	2	13.1	2	6	1	30.34	2.946	8	5.5	4	2	3	42.10	2.146	8	0.5
2	0	0	9.77	9.055	2	56.4	6	2	0	30.88	2.896	4	2.0	6	4	2	42.22	2.140	8	0.2
2	2	0	13.04	6.791	4	0.3	4	0	2	30.89	2.894	4	12.9	3	9	0	42.36	2.134	4	0.3
1	1	1	13.45	6.584	8	40.4	3	3	2	30.89	2.894	8	8.8	0	8	2	42.64	2.120	4	0.5
1	3	0	13.83	6.402	4	29.1	2	4	2	31.08	2.878	8	0.2	2	8	2	43.85	2.064	8	0.5
0	2	1	14.59	6.071	4	13.3	1	5	2	32.65	2.743	8	3.2	0	10	0	44.11	2.053	2	5.3
3	1	0	15.30	5.791	4	9.5	5	5	0	32.98	2.716	4	0.6	3	9	1	44.11	2.053	8	0.8
0	4	0	17.28	5.133	2	0.6	6	2	1	33.15	2.703	8	2.8	5	1	3	44.13	2.052	8	0.6
2	2	1	17.59	5.042	8	2.3	1	7	1	33.15	2.702	8	6.6	7	3	2	44.51	2.036	8	3.3
1	3	1	18.19	4.877	8	4.4	3	7	0	33.98	2.638	4	1.6	0	6	3	44.79	2.024	4	0.3
3	1	1	19.34	4.590	8	3.2	5	1	2	34.65	2.589	8	0.6	4	4	3	44.92	2.018	8	4.9
4	0	0	19.61	4.528	2	1.4	7	1	0	34.95	2.567	4	0.2	9	1	0	45.28	2.003	4	0.5
3	3	0	19.61	4.527	4	22.7	0	8	0	34.96	2.566	2	5.4	8	4	1	45.41	1.997	8	2.9
2	4	0	19.88	4.465	4	0.6	5	5	1	35.12	2.555	8	0.5	5	3	3	45.95	1.975	8	0.8
0	4	1	20.95	4.241	4	1.4	4	4	2	35.61	2.521	8	0.6	2	6	3	45.95	1.975	8	0.7
4	2	0	21.45	4.142	4	5.7	3	5	2	35.61	2.521	8	15.5	6	8	0	46.44	1.955	4	7.5
1	5	0	22.20	4.004	4	46.1	2	8	0	36.39	2.469	4	1.3	5	7	2	46.58	1.950	8	0.6
3	3	1	22.92	3.880	8	1.0	1	1	3	36.41	2.468	8	1.2	9	1	1	46.95	1.935	8	1.8
2	4	1	23.16	3.840	8	16.9	6	4	1	36.54	2.459	8	5.3	2	10	1	46.96	1.935	8	0.2
0	0	2	23.64	3.764	2	6.9	5	3	2	36.86	2.439	8	1.2	9	3	0	47.07	1.930	4	0.9
4	2	1	24.53	3.629	8	4.5	2	6	2	36.86	2.438	8	1.8	5	9	0	47.08	1.930	4	0.2
1	1	2	24.54	3.627	8	0.3	0	2	3	36.87	2.438	4	0.2	4	8	2	47.34	1.920	8	5.2
5	1	0	24.96	3.567	4	2.3	7	1	1	37.00	2.429	8	0.4	6	2	3	47.97	1.896	8	0.6
1	5	1	25.19	3.535	8	0.3	0	8	1	37.01	2.429	4	0.5	1	7	3	47.98	1.896	8	1.1
0	2	2	25.20	3.534	4	4.3	7	3	0	37.15	2.420	4	0.1	7	5	2	48.08	1.892	8	0.7
2	0	2	25.63	3.476	4	75.7	6	0	2	38.22	2.355	4	0.1	0	0	4	48.36	1.882	2	9.4
0	6	0	26.04	3.422	2	5.0	2	2	3	38.24	2.354	8	0.4	7	7	1	48.45	1.879	8	0.5
3	5	0	26.25	3.395	4	43.5	1	3	3	38.53	2.336	8	0.7	4	10	0	48.70	1.870	4	0.1
2	2	2	27.09	3.292	8	4.7	7	3	1	39.10	2.304	8	0.2	5	9	1	48.70	1.870	8	2.5
1	3	2	27.49	3.245	8	12.6	6	2	2	39.25	2.295	8	0.4	1	1	4	48.85	1.864	8	1.2
5	1	1	27.67	3.223	8	46.1	5	7	0	39.54	2.279	4	1.1	1	11	0	49.07	1.857	4	0.5
5	3	0	27.87	3.201	4	28.8	8	0	0	39.82	2.264	2	0.1	3	9	2	49.07	1.856	8	0.5
2	6	0	27.87	3.201	4	0.1	0	4	3	39.99	2.254	4	0.1	4	6	3	49.33	1.847	8	0.4
3	1	2	28.28	3.156	8	4.0	4	8	0	40.40	2.233	4	2.2	5	5	3	49.45	1.843	8	0.1
0	6	1	28.66	3.115	4	2.7	8	2	0	40.82	2.211	4	0.4	2	0	4	49.46	1.843	4	0.3
4	4	1	28.85	3.095	8	3.3	7	5	0	41.24	2.189	4	0.3	8	6	1	49.79	1.831	8	0.1
3	5	1	28.85	3.095	8	0.5	2	4	3	41.27	2.188	8	2.2							
0	4	2	29.43	3.035	4	0.2	6	6	1	41.67	2.168	8	1.4							











## BIODATA PENELITI

### IDENTITAS DIRI

Nama : Suci Amalia, M.Sc  
NIP/NIK : 19821104 200901 2 007  
Jenis Kelamin : ☐ Laki-laki      ☒ Perempuan  
Tempat dan Tanggal Lahir : Bone, 04 November 1982  
Status Perkawinan : ☒ Kawin   ☐ Belum Kawin   ☐ Duda/Janda  
Agama : Islam  
Golongan / Pangkat : IIIc/ Penata  
Jabatan Fungsional Akademik : Lektor  
Perguruan Tinggi : UIN Maliki Malang  
Alamat : Jl. Gajayana 50 Malang  
Telp./Faks. : (0341) 551354 / (0341) 572533  
Alamat Rumah : Perum Gajayana Inside B 8 Malang  
Telp./Faks. : 081334566111  
Alamat E-mail : Amel\_kimiaa@yahoo.com

### RIWAYAT PENDIDIKAN FORMAL

Tahun	Jenjang	Perguruan Tinggi	Jurusan/ Bidang Studi
1989-1994	MI	MI DDI Mangkoso Barru Sul-Sel	-
1994-1997	MTS	MTs Pesantren Pondok Madinah Makassar	-
1997-2000	MAN	MAN Tambak Beras Jombang	-

2000-2004	S1-Sarjana	Universitas Negeri Malang	Kimia
2004-2005	Akta Mengajar	Universitas Muhammadiyah Malang	Pendidikan
2006-2008	S2- Magister	Universitas Gadjah Mada Yogyakarta	Kimia

#### PELATIHAN PROFESIONAL

Tahun	Pelatihan	Penyelenggara
2005	Program Akta 4 ( Menempuh 36 sks)	Univ. Muhammadiyah Malang
2007	Pelatihan Instrument Kimia	UGM Yogyakarta
2010	Program Peningkatan Kompetensi Pedagogi Dosen (24 jam)	UIN Malang
2010	Pelatihan Metode Penelitian Kualitatif Bidang Sosial Keagamaan Teori dan Praktek Dengan Komputer	UIN Malang
2010	Diklat Prajabnas Golongan III (135 Jam)	Balai Diklat Keagamaan Surabaya
2011	Workshop Pengelolaan Jurnal dan Peningkatan Mutu Jurnal Ilmiah	UIN Malang
2011	Grant Writing Training For Chemical Scientist In Indonesia	Universitas Brawijaya
2011	Workshop Peningkatan Kompetensi Meneliti Bagi Mahasiswa Tahun 2011	Fak. SAINTEK UIN Malang
2012	<i>Workshop Chemical Safety and Security Awareness Training</i>	UIN Malang-HKI-Sandia Laboratory
2012	Workshop Halal dan Sertifikasi Produk Halal	Fak. SAINTEK UIN Malang
2012	Lokakarya Peningkatan Mutu Manajemen Berkala Ilmiah	UIN Malang

#### PENGALAMAN MENGAJAR



Mata Kuliah	Jenjang	Institusi/Jurusan/Program	Tahun ... s.d. ...
Kimia Organik	S-1	UIN Maliki Malang/Biologi	2008-2009
Prak. Kimia Organik	S-1	UIN Maliki Malang/Biologi	2008-2009
Kimia Anorganik Dasar	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009-Sekarang
Prak. Kimia Anorganik I	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009- Sekarang
Prak. Kimia Anorganik II	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009- Sekarang
Ikatan Kimia	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009- Sekarang
Struktur dan Kereaktifan Senyawa	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009- Sekarang
Kimia Bioanorganik	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009-2014
Kimia Unsur	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2009- Sekarang
Kimia Sintesis Anorganik	S-1	UIN Maliki Malang/Kimia	2010-2014

#### PRODUK BAHAN AJAR

Mata Kuliah	Program Pendidikan	Jenis Bahan Ajar (Cetak dan Noncetak)	Semester / Tahun Akademik
Prak. Kimia Anorganik I	S-1/Sarjana	Diktat Petunjuk Praktikum	Genap
Prak. Kimia Anorganik III	S-1/Sarjana	Diktat Petunjuk Praktikum	Ganjil

#### PENGALAMAN PENELITIAN

Tahun	Judul Penelitian	Ketua / Anggota Tim	Sumber Dana
2010	Sintesis Senyawa Kompleks Besi Sebagai Alternatif Pewarna Nyala Parafin (Lilin)	Anggota	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
2011	Sintesis dan Karakterisasi Asam 9,10,12-trihidroksi Stearat (THSA) dengan Bahan Dasar Senyawa Metil	Ketua (Penelitian Individu)	Mandiri

	Risinoleat Hasil Reaksi <i>Trans</i> -Esterifikasi Minyak Jarak		
2011	Isolasi dan Karakterisasi Senyawa Metil Risinoleat Dari Hasil Reaksi <i>Trans</i> -Esterifikasi Minyak Jarak	Ketua (Penelitian Individu)	Mandiri
2011	Modifikasi Zeolit Alam Malang Menjadi Ti-H-Zeolit Alam Malang dan Aktivasinya Sebagai Katalis pada Isomerisasi Glukosa Menjadi Fruktosa	Ketua	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
2012	Isomerisasi Glukosa Menjadi Fruktosa Menggunakan Katalis Ti-Zeolit Alam dan Sn-Zeolit Alam Malang	Ketua	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
2013	Pengaruh Waktu dan Suhu pada Reaksi Isomerisasi Glukosa Menggunakan Katalis Ti-Zeolit Alam Malang	Ketua	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
2014	Aktifitas Zeolit X dari Abu Ampas Tebu Sebagai Penukar Kation untuk Menurunkan Kesadahan Air	Ketua	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
2014	Modifikasi Komposit TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam Sebagai Fotokatalis Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas	Ketua	DIPA BLU UIN Malang
2015	Uji Aktifitas Fotokatalis Zeolit Alam/TiO <sub>2</sub> pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jarak Untuk Produksi Biodiesel	Ketua	DIPA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang

## KARYA ILMIAH

### A. Buku/Bab Buku/Jurnal

Tahun	Judul	Penerbit/Jurnal
2011	Sintesis Senyawa Risinoleil Dietanolamida Melalui Reaksi Amidasi Asam Risinoleat Dengan Dietanolamina	Jurnal SAINSTIS ISSN 2089-0699 Vol 1 No.1/ UIN Malang
2012	Pengaruh Impregnasi Logam Titanium Pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit	Jurnal <i>ALCHEMY</i> , 2012, Volume 2 No.1 Oktober Hal 58-67 (ISSN 2086-1710)
2013	Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Bifungsional Sn-H-Zeolit Alam Malang	Jurnal <i>ALCHEMY</i> , 2013, Volume 2 No.3 Oktober Hal 154-161 (ISSN 2086-1710)

2014	Pemanfaatan Zeolit Alam, H-Zeolit Alam dan Ti-H-Zeolit Alam Malang Sebagai Katalis Reaksi Isomerisasi Glukosa	Jurnal <i>ALCHEMY</i> , 2014, Volume 3 No.1 Maret Hal 31-38  (ISSN 2086-1710)
2015	Pemanfaatan Katalis Zeolit Alam Terimpegnasi Logam Sn dalam Reaksi Isomerisasi Glukosa dengan Variasi Suhu Reaksi	Jurnal <i>ALCHEMY</i> , 2015, Volume 4 No.1 Maret Hal 79-87(ISSN 2086-1710 dan EISSN 2460-6871):
2015	Cation Exchange Capacity of Zeolite X from Bagasse Ash against Magnesium(II)	Jurnal <i>ALCHEMY</i> , 2015, Volume 4 No.2 Oktober Hal 107-112  (ISSN 2086-1710 dan EISSN 2460-6871)

## B. Makalah/Poster

Tahun	Judul	Kegiatan/Penyelenggara
2010	Pemanfaatan Senyawa Kompleks dari Ion logam besi (II) dengan ligan 1,10-fenantrolina sebagai pewarna nyala Lilin ISBN : 978-602-97320-1-6	Seminar Nasional Green Technology For Better Future 2010/ Fakultas Saintek UIN Malang
2011	Sintesis Senyawa <i>N,N</i> -Bis(2-Hidroksietil)-9,10,12-Trihidroksistearamida Melalui Reaksi Amidasi Asam 9,10,12-Trihidroksi Stearat	Seminar Nasional Green Technology II 2011/ Fakultas Saintek UIN Malang
2012	Synthesis of <i>N</i> -(2-Aminoethyl)-9,10,12-Trihydroxy Stearamide Through Amidation Reaction of 9,10,12-Trihydroxy Stearic Acid by Ethylenediamine	<i>International Conference of The Indonesian Chemical Society (ICICS-2012)</i> / HKI (Himpunan Kimia Indonesia) di Univ. Brawijaya Malang
2012	Efektifitas Substitusi Logam Barium dengan Logam Besi Klorida dan Tembaga Klorida Melalui Reaksi <i>Trans</i> -Saponifikasi Sabun Barium	Seminar Nasional Green Technology III 2012/ Fakultas Saintek UIN Malang

Tahun	Judul Kegiatan	Penyelenggara	Panitia/Peserta/ Pembicara
2007	International Conference on Chemical Sciences (ICCS-2007)	UGM Yogyakarta	Peserta
2008	Seminar Nasional Kimia XVIII “Peran Komunitas Kimia Dalam Menghadapi Isu Pemanasan Global”	UGM Yogyakarta	Pembicara
2010	International Symposium “Natural Product Compounds, Derivatization and Its Bioactivities” and “Guest Lecture Spectroscopy and Structure Elucidation of Organic Compounds (Including Macromolecules)”	Univ. Brawijaya	Peserta
2010	International Conference on Global Resource Conversation	Univ. Brawijaya	Peserta
2010	Seminar Nasional Green Technology for Better Future I	UIN MALIKI Malang	Panitia dan Pembicara
2010	Konferensi Nasional Pembangunan Keluarga Indonesia Berbasis Green Tech Life Style	UIN MALIKI Malang	Peserta
2011	Seminar Nasional Green Technology for Better Future II	UIN MALIKI Malang	Pembicara
2012	<i>International Conference of The Indonesian Chemical Society (ICICS-2012)</i>	HKI-Universitas Brawijaya malang	Pembicara
2012	<i>Workshop Chemical Safety and Security Awareness Training</i>	UIN Malang-HKI-Sandia Laboratory	Peserta
2012	Workshop Halal dan Sertifikasi Produk Halal	UIN MALIKI Malang	Peserta dan panitia
2012	<i>National Conference Green Technology 3 "Harmony Technology and Nature"</i>	UIN MALIKI Malang	Pembicara
2012	Workshop Kompetensi Businnes Plan	UIN MALIKI Malang	Panitia
2012	Lokakarya Peningkatan Mutu Manajemen Berkala Ilmiah	UIN MALIKI Malang	Peserta
2014	SEMINAR INTERNASIONAL <i>GREEN TECHNOLOGY V</i> 2014 ISSN: 9772301449000	UIN MALIKI Malang	Pembicara

2015	Simposium Nasional Kimia Bahan Alam XXIII 10-11 November 2015	UM Malang	Pembicara
------	---	-----------	-----------

#### ORGANISASI PROFESI/ILMIAH

Tahun	Organisasi	Jabatan / Jenjang Keanggotaan
2010-sekarang	Himpunan Kimia Indonesia	Anggota

Malang, 6 September

2016

Suci Amalia, M.Sc

NIP

198211042009012007