

BUKTI KORESPONDENSI ARTIKEL JURNAL
JURNAL TEKNOLOGI INDUSTRI PERTANIAN (TIP) VOL. 25 No. 1,
2015

PUBLISHED: 7-08-2015

Nama: Sriatun

No.	Tanggal	Aktivitas Korespondensi
1.	22 September 2014	Submission artikel melalui email redaksi Jurnal Teknologi Industri Pertanian Judul naskah/artikel: Pemanfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse untuk Mengkonversi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel Penulis: Sriatun, Taslimah, Linda Suyati (Lampiran 1)
2.	23 September 2014	Menerima permintaan revisi 1 dari editor (Lampiran 2)
3.	24 September 2014	Mengirimkan naskah/artikel revisi 1 beserta surat pernyataan (Lampiran 3)
4.	24 September 2014	Menerima respon editor atas pengiriman artikel yang sudah direvisi. (Lampiran 4)
5.	15 Januari 2015	Daftar perbaikan dan naskah perbaikan/ artikel revisi ke-2 (Lampiran 5)
6.	5 Februari 2015	Naskah/artikel disetujui (Lampiran 6)
7.	17 Juni 2015	Menerima email surat keterangan tentang penerbitan artikel (Lampiran 7)
8.	22 Juni 2015	Menerima permintaan proof reading naskah/artikel (Lampiran 8)
9.	24 Juni 2015	Pengiriman hasil proof reading (Lampiran 9)
10.	3 Agustus 2015	Menerima email pemberitahuan tentang biaya publikasi (Lampiran 10)
11.	6 Agustus 2015	Mengirimkan bukti pembayaran biaya publikasi (Lampiran 11)
12.	7 Agustus 2015	Artikel telah terpublikasi pada Jurnal Teknologi Industri Pertanian Vol. 25 No. 1 (2015), 35-42 PUBLISHED: 7-08-2015 Judul: Pemanfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse pada pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai Penulis: Sriatun, Taslimah, Linda Suyati

		<ul style="list-style-type: none">• TIP Vol. 25 No 1 (2015)• Abstrak• Artikel (Lampiran 12)
--	--	---

LAMPIRAN 1

The screenshot shows a Gmail interface. At the top, the browser address bar displays <https://mail.google.com/mail/u/0/#inbox/1489b69b0a6b95d3>. The Gmail logo and search bar are visible. On the left, the navigation menu includes 'Kotak Masuk (11)', 'Penting', 'Pesan Terkirim', 'Draf (3)', 'Lingkaran', 'Call log', 'Perjalanan', 'SMS', and 'Selengkapnya'. A red 'TULIS' button is at the top left. The main content area shows an email with the following text:

Email ke redaksi Jurnal TIP

Kepada Yth:
Redaksi Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
FATETA IPB

Berikut saya kirimkan draf artikel untuk Jurnal Teknologi Industri Pertanian dengan judul "Pemanfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse untuk Mengkonversi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel", adapun biodata penulis adl sbb:
Nama: Sriatun, M.Si
Instansi: Jurusan Kimia FSM Universitas Diponegoro

Terimakasih
Sriatun

At the bottom, a Windows taskbar is visible with icons for Internet Explorer, Google Chrome, File Explorer, Firefox, a security shield, Microsoft Word, a drawing application, Microsoft Excel, and a download icon.

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE UNTUK MENGKONVERSI MINYAK GORENG SISA PAKAI MENJADI BIODIESEL

Sriatun¹, Taslimah¹, Linda Suyati¹

Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro

e-mail: sriatun71@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan sintesis katalis silika alumina dari bagasse untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel. Untuk memperoleh katalis silika alumina, bagasse diabukan dan diekstraksi kandungan silikanya, selanjutnya direaksikan dengan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), suhu dan waktu hidrotermal 100°C dan 3 hari. Selanjutnya reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel dengan variasi rasio methanol:minyak (1:3 dan 1:6), waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDS dan surface area analyzer. Karakter produk reaksi konversi ditentukan dengan GC, GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse termasuk jenis zeolit tipe Na sodalit dengan bentuk partikel yang homogen dan teratur serta memiliki stabilitas termal tinggi meskipun luas permukaannya kecil. Rendemen produk reaksi konversi lebih tinggi pada rasio methanol:minyak 1:3 selama 60 menit, namun hanya sekitar 13,83 % yang berhasil dikonversi menjadi biodiesel.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu/bagasse mengandung komponen lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu/bagasse digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa dalam hal ini ampas tebu membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2% (digilib.petra.ac.id, 2012). Kadar komponen tersebut dapat berbeda tergantung

daerah tumbuh tanaman tebunya. Kadar SiO₂ dari PG. Tasik Madu Karanganyar kadar sebesar 70,97% (Aida, 2010), 64,65 % (Hanafi dan Nandang, 2010)

Potensi yang dapat dikembangkan menyebutkan bahwa ampas tebu komponen penyusun pada pembuatan keramik, campuran semen dengan rasio semen : ampas tebu = 1 : 12 memberikan hasil lebih kuat, ringan dan tahan terhadap kondisi agresif.

Okonkwo *et al* (2010) telah memanfaatkan bagasse untuk membuat selulosa nanofiber dengan porositas tinggi. Sampai saat ini penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Sementara itu penggunaan bahan alam anorganik seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat

diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos, *et al.*, 2007, Yoo, *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian *et al.*, 2009 dan Jatuporn, *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 Å.

Sementara itu di sisi lain, biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng bekas dan lemak hewan. Kelebihan biodiesel adalah bersifat *biodegradable* dan *renewable* (Lang *et al.*, 2001).

Pada proses konversi asam lemak menjadi metil ester dan gliserol melalui reaksi transesterifikasi, salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktifitas dan usia katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel konvensional (katalis homogen) seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006), CH₃ONa pada soybean (Agarwal *et al.*, 2010). Pengembangan katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al.* (2010) yang menggunakan zirkonia sulfat, Arzamendi *et al.* (2007) menggunakan NaOH/alumina, Sharma *et al.* (2010) menggunakan cangkang telur. Oleh karena itu dalam penelitian dilakukan penggunaan katalis silika alumina dari bagasse untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

METODOLOGI PENELITIAN

Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse dibakar sampai terbentuk arang kemudian diabukan pada temperatur 700°C selama 4 jam. Sebanyak 96 gram abu ukuran 100 mesh direaksikan dengan larutan NaOH 6 M, hasilnya disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat.

Sintesis katalis silika alumina

Natrium silikat dari tahap 1 direaksikan dengan natrium aluminat, rasio silikat:aluminat 1:1 (v/v). Suhu pemanasan 100°C selama 3 hari. Hasil disaring dan dikeringkan. Hasil tahap ini dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM-EDS, surface area analyzer.

Uji katalitik pada reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel (reaksi transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi dilakukan dalam peralatan refluks labu leher tiga. Rasio metanol:minyak (v/v) 1:3 dan 1:6, waktu kontak 60 dan 120 menit. Campuran minyak, metanol katalis dipanaskan pada temperatur 60°C dan ditambahkan beberapa tetes HCl. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk masih yang berupa campuran (metanol, metil ester dan gliserol) dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk tahap ini dikarakterisasi dengan GC, GCMS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

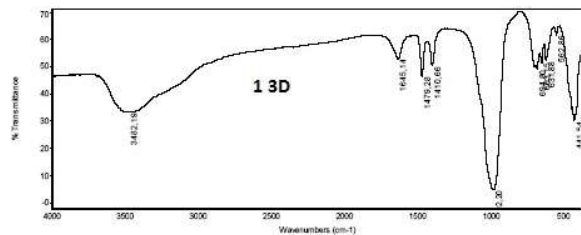
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka setelah dibakar komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina dengan bahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Monomer-monomer silikat (SiO₄⁴⁻) dan aluminat (AlO₄⁵⁻) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat, sebelumnya natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol atau asam silikat (Si(OH)₄) (Schubert and Husing,

2000). Banyaknya silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan tipe produk sintesis, dalam penelitian ini rasio 1:1.

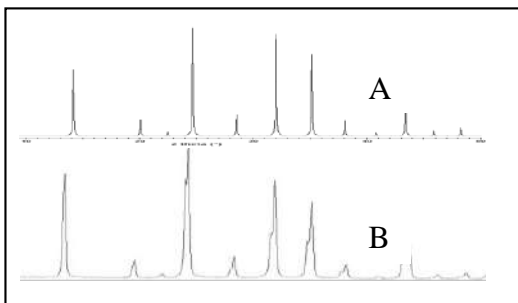
Karakterisasi Katalis

Secara umum, produk sintesis menunjukkan telah terbentuk kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si yaitu pada bilangan gelombang sekitar 992cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur asimetri. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694cm^{-1}), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441cm^{-1}), *double ring* (562cm^{-1}) dan kemungkinan *pore opening*



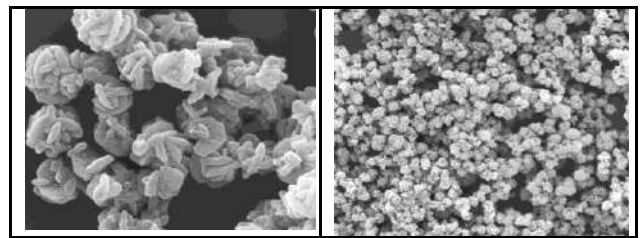
Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse

Berdasarkan hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse memberikan puncak utama pada $2\theta = 24,58$; $14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Puncak-puncak tersebut mengindikasikan bahwa katalis berupa sodalit dengan rumus kimia $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001).



Gambar 2. Difraktogram XRD (A) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (B) katalis hasil sintesis

Analisis SEM-EDS bertujuan menganalisis permukaan dan tekstur (topologi), bentuk dan ukuran benda (morfologi) serta komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif. Tampak bahwa produk memiliki ukuran dan bentuk yang homogen. Katalis ini mengandung Na sebesar 17,96 % , sedangkan Al 18,97% Si 17,04%. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis tipe Na sodalit dan memiliki rasio Si/Al mendekati 1. Katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55\text{ \AA}$, dengan volume pori $5,73.10^{-3}\text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $14,57\text{ m}^2/\text{g}$.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis

Karakterisasi Produk Reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel

Dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng, ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, (Erliza, dkk, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

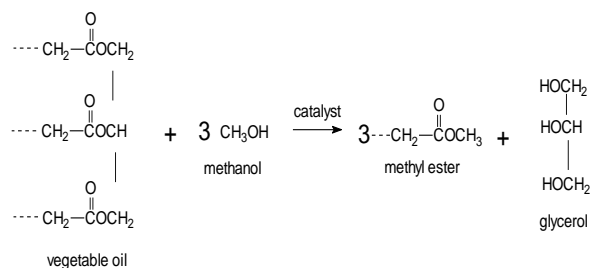
Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng bekas, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi pertukaran gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol seperti metanol, yang dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa. Katalis yang bersifat asam, umumnya asam kuat dalam reaksi transesterifikasi bertindak sebagai donor proton pada gugus karbonil ester, sehingga karbonil menjadi lebih elektrophil. Penggunaan katalis bersifat basa dapat melepaskan proton dari alkohol sehingga menyebabkan metanol lebih nukleofil (Zen, 2013).

Dalam perkembangannya proses transesterifikasi dikatalisis zeolit alam dan monmorilonit terpillar sebagai katalis heterogen dan menghasilkan produk dengan kualitas bagus (Wijaya, 2009). Endalew *et al* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati.

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah methanol dan minyak. Reaksi menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse, pada perbandingan methanol:minyak 1:6 menghasilkan rendemen produk 3,8 % untuk waktu kontak 60 menit dan 4,5% untuk waktu kontak 120 menit, sedangkan pada

perbandingan 1:3 diperoleh 16,25% dan 11,87%. Jika semakin besar volume methanolnya maka semakin besar pula rendemen produk, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul methanol.

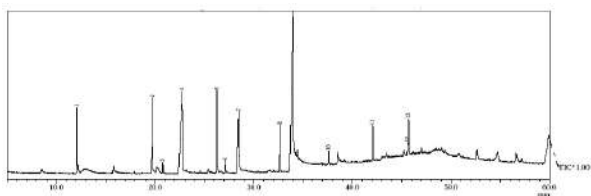


Gambar 4. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Penambahan methanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk, dalam hal ini waktu kontak 60 menit memberikan hasil lebih tinggi.

Berdasarkan hasil analisis GC, rasio metanol: minyak 1:6 waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit.

Untuk mengetahui komponen penyusun produk digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada gambar 5.



Gambar 5. Kromatogram produk konversi

Terlihat masih banyak puncak yang muncul, adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada tabel 1.

Tabel. 1 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi

Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, dekanat dan dodekanoat)
3	20,793	0,72	Metil oktanoat /metil kaprilat(MES)
6	27,116	0,9	Metil dekanat/metil kaprat (MES)
8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
12	45,64	0,84	Metil linoleat
13	45,73	3,06	Metil oktadekanoat/metil stearat

Produk konversi minyak goreng sisa pakai menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Hal ini dikarenakan terlalu sedikitnya metanol yang digunakan dalam reaksi konversi, data ini sejalan dengan rendahnya rendemen. Munculnya keton sebagai produk samping

DAFTAR PUSTAKA

Agarwal, M., Arya, I., Chaurasia, S.P., Singh, K., George, S., 2010, Synthesis and Characterization of Biodiesel, *Indian Chemical Engineer*, 51 (4), 300-308.
 Arzamendi, G., Campo, I., Arguinarena, E., Sanchez, M., Montes, M., Gandia, L.M., 2007, Synthesis of Biodiesel

with Heterogenous NaOH/alumina Catalyst: Comparison with Homogenous NaOH, *Chemical Engineering Journal*, 134 (1-3), 123-130.

Endalew Abebe K., Yohannes Kiros, Rolando Zanzi, 2011, Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils, *Biomass and Bioenergy*, 35 : 3787-3809.

Faghihian, H, dan Godazandeha, N, 2009, Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite, *Journal Porous Mater*, Vol 16, No.16, Hal.331-335

Jatuporn, W., Pongtanawat K, and Sanchai P., 2008, Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica, *Korean J. Chem. Eng.*, Vol. 25, No.4, Hal.861-864

Hanafi, A., Nandang, A., 2010, Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik, *Jurnal Kimia Indonesia*, 5 (1), 35-38

Hermiati, E., Mangunwidjaja, D., Sunarti, T.C., Suparno, O., Prasetya, B., 2010, Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu Untuk Produksi Bioetanol, *Jurnal Litbang Pertanian*, 29 (4).

Holser, R. A. and Harry-O'Kuru, R., 2006, Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel*, 85, 2106-2110.

Kardatos, K., Gavela, S., Ntziouni, A., Pistiolas, K., N., Kyristi, A., Kasselouri-Rigopoulo, V., 2007, Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash, *Microporous and Mesoporous Material*, 108, 193-203

- Lang, X., Dalai, A. K., Bakhshi, N. N., Reaney, M. J., Hertz, P. B., 2001, Preparation and characterization of bio-diesel from various bio-oils. *Bioresource Technol.*, 80, 53-62.
- Muthu, H., SathyaSelvabala, V., Varathachary, T.K., Selvaraj, D.K., Nandagopal, J., Subramanian, S., 2010, Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification, *Braz. J. Chem. Eng.*, 27 (4).
- Sharma, Y.C., Singh, B., Korstad, J., 2010, Application of an Efficient Nonconventional Heterogenous Catalyst For Biodiesel Synthesis from Pongamia Pinnata Oil, *Energy Fuels*, 24 (5), 3223-3231.
- Wijaya, K., 2009, *Asam Padat Berbasis Monmorilonit Sebagai Katalis Dalam Proses Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah*, Advanced Material Workshop I, Yogyakarta.
- Yoo, C. W., Zhang, X., Tsapatsi, M., Stein, A., 2011, Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes, *Microporous and Mesoporous Material*

LAMPIRAN 2

The screenshot shows a Gmail interface on a Windows desktop. The browser address bar displays the URL <https://mail.google.com/mail/u/0/#inbox/1489b69b0a6b95d3>. The email content is as follows:

Kepada Yth Ibu Sriatun
Di Tempat

Terima kasih bu naskahnya sdh kami terima
Sebelum proses review kami lakukan ada beberapa hal yg harus di tambahkan/diperbaiki, antara lain:

1. Tambah Judul dalam bhs inggris
2. Tambahkan alamat lengkap instansi dr penulis (jl, no, kode pos)
3. Tambahkan abstrak dan kata kunci dalam hbs inggris
4. Naskah di tulis dalam 1 kolom dan gambar mohon diperbesar spy lbh jls
5. Format penulisan tabel mohon disesuaikan dengan format jurnal tip (lht panduan penulisan)
6. Tambahkan kesimpulan dan saran
7. Penulisan nama penulis pada daftar pustaka mohon disesuaikan dengan format jurnal TIP (lht panduan penulisan)

Demikian bu, mohon naskah ibu diperbaiki sesuai saran diatas
Atas perhatian dan kerjasamanya kami sampaikan terima kasih

Tini

Sekretariat Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian

The desktop taskbar at the bottom includes icons for Windows, Google Chrome, File Explorer, Firefox, Internet Security, Microsoft Word, AutoCAD, Microsoft Excel, and a folder icon.

LAMPIRAN 3

File Edit View History Bookmarks Tools Help

M pengiriman draf artikel jur... x +

https://mail.google.com/mail/u/0/#inbox/1489b69b0a6b95d3 data JCPDS

Google

Gmail

TULIS

Kotak Masuk (11)

- Penting
- Pesan Terkirim
- Draf (3)
- Lingkar
- Call log
- Perjalanan
- SMS
- Selengkapnya

Pada Senin, 22 September 2014 10:31, Siatun Siatun <sriatun71@gmail.com> menulis:

...

Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com> 12.07 (1 menit yang lalu) ☆

ke Redaksi

Kepada Yth.
Redaksi Jurnal Teknologi Industri Pertanian
di Tempat

Berikut saya kirimkan kembali draf artikel perbaikan beserta surat pernyataan.

Terimakasih
Siatun

Pada 22 September 2014 10.47, Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id> menulis:

Windows Taskbar: Internet Explorer, Google Chrome, File Explorer, Firefox, McAfee, Microsoft Word, Microsoft Excel, Microsoft PowerPoint, and a folder icon.



Pesan Anda telah dikirim.

Gmail

Navigation icons: back, forward, home, search, refresh, delete, archive, and a 'Lainnya' dropdown menu.

TULIS

Pada 22 September 2014 10.47, Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id> menulis:

...

2 Attachments



- Kotak Masuk (11)
- Penting
- Pesan Terkirim
- Draf (3)
- Lingkaran
- Call log
- Perjalanan
- SMS
- Selengkapnya

Klik di sini untuk [Balas](#) atau [Teruskan](#)



PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE UNTUK MENGKONVERSI MINYAK GORENG SISA PAKAI MENJADI BIODIESEL

UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM BAGASSE TO CONVERT THE USED COOKING OIL INTO BIODIESEL

Sriatun¹, Taslimah¹, Linda Suyati¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang Semarang 50275
e-mail: sriatun71@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan sintesis katalis silika alumina dari bagasse untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel. Katalis silika alumina dibuat dengan cara bagasse diabukan dan diekstraksi kandungan silikanya dengan NaOH. Selanjutnya direaksikan dengan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), suhu dan waktu hidrotermal 100°C dan 3 hari. Uji katalitik pada reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel dengan variasi rasio methanol:minyak (1:3 dan 1:6), waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDS dan surface area analyzer. Karakter produk reaksi konversi ditentukan dengan GC, GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse termasuk jenis zeolit tipe Na-sodalit dengan Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%, bentuk partikel yang homogen dan teratur. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai ukuran diameter pori 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g. Sementara itu rendemen produk reaksi konversi lebih tinggi pada rasio methanol:minyak 1:3 selama 60 menit, namun hanya sekitar 13,83% yang berhasil dikonversi menjadi biodiesel.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

Abstract

Silica alumina catalyst has been synthesized from bagasse to converted the used cooking oil into biodiesel. The aim of this research establish the catalytic performance of silica alumina to obtain biodiesel. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by the way bagasse was ashed, then the content of silica was extracted by sodium hydroxide. Furthermore it was reacted with sodium aluminat, the ratio was 1:1 (v/v). The reaction was carried on hydrothermal temperature 100°C during 3 days. Catalytic ability to be tested on transesterification reaction of used cooking oil. This Catalytic test to establish the catalytic performance of silica alumina catalyst to obtain biodiesel from the used cooking oil. Free variables were ratio of methanol:used cooking oil (1:3 and 1:6) and contact time of reaction (60 and 120 minutes). Catalyst characteristic was determined by XRD, FTIR, SEM-EDS and surface analyzer, meanwhile the product of transesterification was determined by, GC, GC-MS. The result shows that the silica alumina catalyst is Na-sodalite. The highest of product yield on methanol:used cooking oil 1:3 for 60 minutes, but biodiesel product only 13,83%.

Key words: silica alumina, bagasse, used cooking oil, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu/bagasse mengandung komponen lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu/bagasse digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa dalam hal ini ampas tebu membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO_2 71%, Al_2O_3 1,9%, Fe_2O_3 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K_2O 8,2%, P_2O_5 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar komponen tersebut dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya. Kadar SiO_2 dari PG. Tasik Madu Karanganyar sebesar 70,97% (Aida, 2010), 64,65% (Hanafi dan Nandang, 2010)

Potensi yang dapat dikembangkan menyebutkan bahwa ampas tebu komponen penyusun pada pembuatan keramik, campuran semen dengan rasio semen : ampas tebu = 1 : 12 memberikan hasil lebih kuat, ringan dan tahan terhadap kondisi agresif.

Okonkwo *et al* (2010) telah memanfaatkan bagasse untuk membuat selulosa nanofiber dengan porositas tinggi. Sampai saat ini penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Sementara itu penggunaan bahan alam anorganik seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos, *et al.*, 2007, Yoo, *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian *et al.*, 2009 dan Jatuporn, *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 Å.

Sementara itu di sisi lain, biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng bekas dan lemak hewan. Kelebihan biodiesel adalah bersifat *biodegradable* dan *renewable* (Lang *et al.*, 2001).

Pada proses konversi asam lemak menjadi metil ester dan gliserol melalui reaksi transesterifikasi, salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektifitas, aktifitas dan usia katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel konvensional (katalis homogen) seperti

NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006), CH_3ONa pada soybean (Agarwal *et al*, 2010). Pengembangan katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al* (2010) yang menggunakan zirkonia sulfat, Arzamendi *et al* (2007) menggunakan NaOH/alumina, Sharma *et al* (2010) menggunakan cangkang telur. Oleh karena itu dalam penelitian dilakukan penggunaan katalis silika alumina dari bagasse untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse dibakar sampai terbentuk arang kemudian diabukan pada temperatur 700°C selama 4 jam. Sebanyak 96 gram abu ukuran 100 mesh direaksikan dengan larutan NaOH 6 M, hasilnya disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat.

Sintesis katalis silika alumina

Natrium silikat dari tahap 1 direaksikan dengan natrium aluminat dimana rasio silikat:aluminat 1:1 (v/v). Suhu pemanasan 100°C selama 3 hari. Hasil disaring dan dikeringkan. Hasil tahap ini dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM-EDS, surface area analyzer.

Uji katalitik pada reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel (reaksi transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi dilakukan dalam peralatan refluks labu leher tiga. Rasio metanol:minyak (v/v) 1:3 dan 1:6, waktu kontak 60 dan 120 menit. Campuran minyak, metanol katalis dipanaskan pada temperatur 60°C dan ditambahkan beberapa tetes HCl. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran (metanol, metil ester dan gliserol) dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk tahap ini dikarakterisasi dengan GC, GCMS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

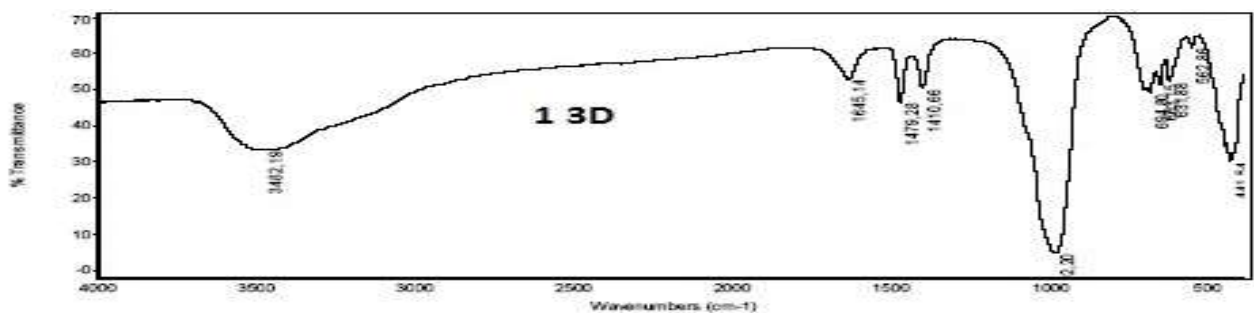
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta

mikroba, maka setelah dibakar komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina dengan bahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Monomer-monomer silikat (SiO_4^{4-}) dan aluminat (AlO_4^{5-}) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat, sebelumnya natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol atau asam silikat ($\text{Si}(\text{OH})_4$) (Schubert and Husing, 2000). Banyaknya silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan tipe produk sintesis, dalam penelitian ini rasio 1:1.

Karakterisasi Katalis

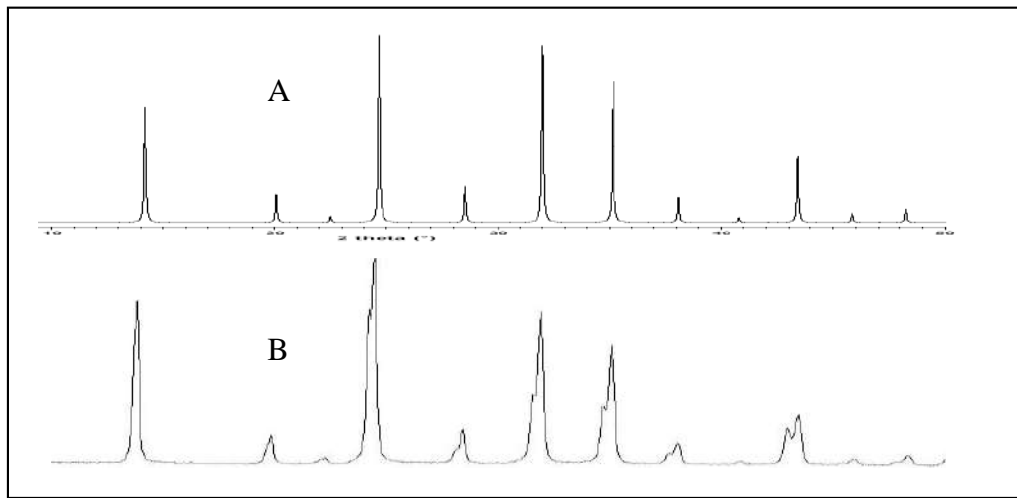
Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694cm^{-1}), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441cm^{-1}), *double ring* (562cm^{-1}) dan kemungkinan *pore opening*.



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse

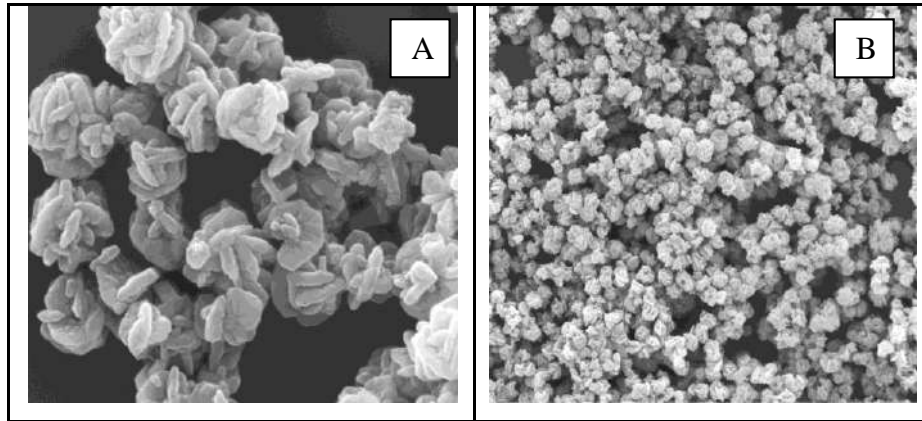
Berdasarkan hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse memberikan puncak utama pada $2\theta = 24,58$; $14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dan diketahui bahwa puncak-puncak tersebut mengindikasikan bahwa katalis berupa Na-sodalit dengan rumus kimia $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Katalis ini

memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak yang tajam berintensitas tinggi.



Gambar 2. Difraktogram XRD (A) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (B) katalis hasil sintesis

Analisis SEM-EDS bertujuan menganalisis permukaan dan tekstur (topologi), bentuk dan ukuran benda (morfologi) serta komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3.. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak. Katalis ini mengandung Na sebesar 17,96 % , sedangkan Al 18,97% Si 17,04%. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis tipe Na sodalit dan memiliki rasio Si/Al mendekati 1. Dengan demikian ukuran pori akan relatif kecil. Terbukti dari hasil pengukuran diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar 4,55 Å, dengan volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g. Luas permukaan ini merupakan berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x (b) perbesaran 20000x

Karakterisasi Produk Reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel

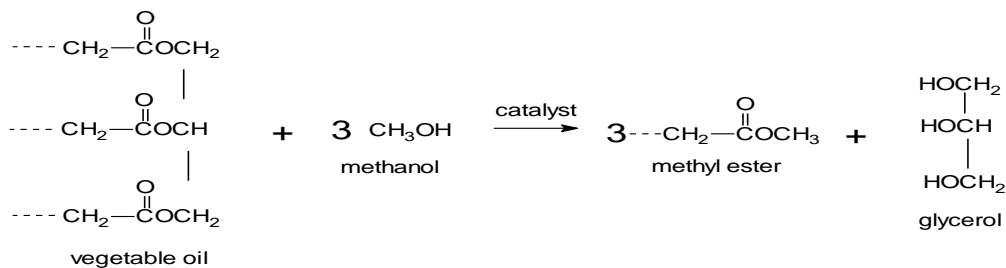
Dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng, ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, (Erliza, dkk, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng bekas, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi pertukaran gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol seperti metanol, yang dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa. Katalis yang bersifat asam, umumnya asam kuat dalam reaksi transesterifikasi bertindak sebagai donor proton pada gugus karbonil ester, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil. Penggunaan katalis bersifat basa dapat melepaskan proton dari alkohol sehingga menyebabkan metanol lebih nukleofil (Zen, 2013).

Dalam perkembangannya proses transesterifikasi dikatalisis zeolit alam dan monmorilonit terpillar sebagai katalis heterogen dan menghasilkan produk dengan kualitas bagus (Wijaya, 2009). Endalew *et al* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati.

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah methanol dan minyak. Reaksi menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse, pada perbandingan methanol:minyak 1:6 menghasilkan rendemen produk 3,8 % untuk waktu kontak 60 menit dan 4,5% untuk waktu kontak 120 menit, sedangkan pada perbandingan 1:3 diperoleh 16,25% dan 11,87%. Jika semakin besar volume methanolnya maka semakin besar pula rendemen produk, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul methanol.

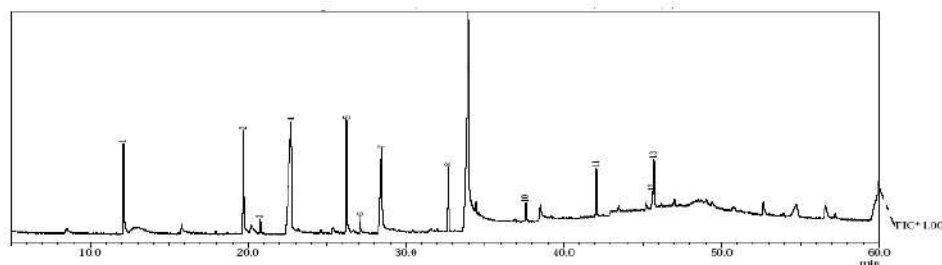


Gambar 4. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metal ester)

Penambahan methanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk, dalam hal ini waktu kontak 60 menit memberikan hasil lebih tinggi.

Berdasarkan hasil analisis GC, rasio metanol: minyak 1:6 waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit.

Untuk mengetahui komponen penyusun produk digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada gambar 5.



Gambar 5. Kromatogram produk konversi

Pada gambar 5 dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada tabel 1.

Tabel. 1 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi

Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, deka noat dan dodekanoat)
3	20,793	0,72	Metil oktanoat/metil kaprilat (MES)
6	27,116	0,9	Metil deka noat/metil kaprat (MES)
8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
12	45,64	0,84	Metil linoleat
13	45,73	3,06	Metil okta dekanoat/metil stearat

Produk konversi minyak goreng sisa pakai menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Asam lemak tersebut adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam deka noat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol yang digunakan dalam reaksi, data ini sejalan dengan rendahnya rendemen, sedangkan adanya keton muncul sebagai produk samping.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina. Perbandingan Si/Al 1:1 dengan waktu hidrotermal 100°C selama 3 hari menghasilkan silika alumina bertipe Na-sodalit dengan persentase

Na sebesar 17,96 % , Al 18,97% dan Si 17,04%. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai ukuran diameter pori 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan methanol:minyak. Perbandingan methanol:minyak 1:3 dengan katalis Na-sodalit sekitar 1% (b/v) menghasilkan biodiesel sebesar 16,25% (60 menit) dan 11,87% (120 menit) berupa metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat.

SARAN

Untuk meningkatkan rendemen hasil biodiesel perlu dikaji lebih lanjut perbandingan metanol:minyak atau jumlah metanol ditingkatkan, selain itu perlu dikaji pula persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chemical Engineer*. 51 (4): 300-308.
- Arzamendi G, Campo I, Arguinarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of Biodiesel with Heterogenous NaOH/alumina Catalyst: Comparison with Homogenous NaOH. *Chemical Engineering Journal*. 134 (1-3): 123-130.
- Endalew AK, Yohannes K, Rolando Z. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioenergy*. 35 : 3787-3809.
- Faghihian H, Godazandeha N. 200., Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite. *Journal Porous Mater*. 16 (16): 331–335.
- Jatuporn W, Pongtanawat K, Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J. Chem. Eng*. 25(4): 861-864
- Hanafi A, Nandang A. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*. 5 (1): 35-38
- Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu Untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian*. 29 (4).

- Holser RA, Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel*. 85: 2106-2110.
- Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulo V. 2007. Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Microporous and Mesoporous Material*. 108: 193-203.
- Lang X, Dalai AK, Bakhshi NN, Reaney MJ, Hertz PB. 2001. Preparation and characterization of bio-diesel from various bio-oil.. *Bioresource Technol*. 80: 53-62.
- Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification. *Braz. J. Chem. Eng.*..27 (4).
- Sharma YC, Singh B, Korstad J. 2010. Application of an Efficient Nonconventional Heterogenous Catalyst For Biodiesel Synthesis from Pongamia Pinnata Oil. *Energy Fuels*. 24 (5): 3223-3231.
- Wijaya K. 2009. *Asam Padat Berbasis Monmorilonit Sebagai Katalis Dalam Proses Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah*. Advanced Material Workshop I. Yogyakarta.
- Yoo CW, Zhang X, Tsapatsi M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Material*.

SURAT PERNYATAAN

Kepada Yth.
Redaksi Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Di Tempat

Bersama ini kami kirimkan naskah

Judul : Pemanfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse untuk Mengkonversi
Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel
Penulis : 1. Sriatun, S.Si, M.Si
2. Dra. Taslimah, M.Si
3. Dra. Linda Suyati, M.Si
Instansi : Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika UNDIP

Untuk dapat diterbitkan pada Jurnal Teknologi Industri Pertanian. Kami menyatakan bahwa selama naskah tersebut belum pernah diterbitkan, dan selama naskah ini masih dalam proses penelaahan dan penyuntingan tidak akan diajukan untuk diterbitkan di media manapun, kecuali kami telah mencabut secara resmi naskah tersebut dari Jurnal Teknologi Industri Pertanian.

Mohon agar korespondensi ditujukan kepada:

Nama : Sriatun, S.Si, M.Si
Alamat : Jurusan Kimia FSM UNDIP
Telepon : 081228951971
E-mail : sriatun71@gmail.com

Demikian surat pernyataan ini, atas perhatian dan kerjasamanya disampaikan terimakasih.

Semarang, 23 September 2014
Hormat Kami



Sriatun, S.Si, M.Si

LAMPIRAN 4

File Edit View History Bookmarks Tools Help

pengiriman draf perbaikan ... x +

https://mail.google.com/mail/u/0/#inbox/148a655bbc14492e

Google

Gmail

TULIS

Kotak Masuk (12)

- Penting
- Pesan Terkirim
- Draf (3)**
- Lingkar
- Call log
- Perjalanan
- SMS
- Selengkapnya

pengiriman draf perbaikan Kotak Masuk x

Sriatun Sriatun Kepada Yth Redaksi Jurnal Teknol 24 Sep (1 hari yang lalu)

Redaksi Jurnal TIP 24 Sep (1 hari yang lalu)

ke saya

terima kasih bu perbaikan naskahnya sdh kami terima untuk selanjutnya sebelum naskah ibu direview oleh reviewer dari luar, naskah ibu akan direview secara internal oleh dewan editor kami, jika ada yang hrs diperbaiki akan segera kami sampaikan ke ibu Demikian bu atas perhatian dan kerjasamanya kami sampaikan terima kasih.

Sekretariat Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

Pada Rabu, 24 September 2014 13:25, Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Transferring data from plus.google.com...

Taskbar icons: Windows, Chrome, File Explorer, Firefox, and a security icon.

LAMPIRAN 5

Daftar perbaikan dari komentar reviewer

RISALAH PERBAIKAN

Judul: Pemanfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse untuk Mengkonversi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel

REVIEWER	KOMENTAR UMUM	URAIAN PERBAIKAN
Reviewer 1	Naskah perlu perbaikan besar	
	Perlu perhitungan penelitian dalam lingkup penelitian yang dilakukan	Perhitungan pada penelitian ini mencakup pembuatan larutan NaOH, Na-aluminat dalam hal ini komposisi telah ditambahkan dalam naskah. Untuk perhitungan perbandingan telah dituliskan berat/volume atau volum/volume. Tidak dituliskannya berapa jumlah larutan atau bahan yang digunakan karena lebih fleksibel. Dalam pelaksanaan penelitian tidak hanya menggunakan satu takaran/resep. Data yang disajikan adalah rata-rata yang diperoleh pada berbagai takaran, dan menunjukkan kemiripan hasil (baik kualitatif maupun kuantitatif/rendemen) Perhitungan persentase rendemen telah dilakukan dari data mentah dari beberapa kali percobaan pengulangan, karena untuk mendapatkan sejumlah volume produk yang diinginkan.
	Dalam pembahasan perlu dikaitkan antara pendahuluan yang diteliti agar tujuan penelitian dapat dicapai	Tujuan penelitian telah diperjelas pada bagian pendahuluan. Pembahasan pada bagian sintesis untuk mendapatkan katalis dari bagasse telah dikaitkan dengan tujuan penelitian. Demikian pula pada bagian pembuatan biodiesel.
	Perlu perbaikan teknis penelitian: judul, gambar, angka desimal dalam abstrak, pembuatan tabel dll	Telah dilakukan perbaikan judul dan teknis penulisan untuk gambar, tabel, penulisan angka desimal. Gambar dan tabel juga telah diacu pada naskah
	Naskah diterima setelah dilakukan perbaikan kecil	

Reviewer 2	Abstrak penelitian perlu diperbaiki. Secara keseluruhan struktur kalimat perlu diperbaiki.	Abstrak telah diperbaiki, struktur kalimat telah diperbaiki.
	Tujuan penelitian perlu dijelaskan dalam pendahuluan.	Tujuan penelitian telah diperjelas pada bagian pendahuluan
	Penelitian ini secara baik menjelaskan pembuatan katalis, namun tidak bisa menjelaskan dengan baik proses produksi biodieselnnya. Dengan demikian pembahasan perlu didukung oleh referensi.	Pada pembahasan telah ditambahkan proses produksi biodiesel terkatalisis Na-sodalit. Serta telah ditambahkan pula referensi terkait.
	Kesimpulan tidak bisa dinilai karena tujuan penelitian tidak dijelaskan di dalam pendahuluan.	Tujuan penelitian telah ditambahkan dalam pendahuluan
	Bahan dan metode perlu dirinci dan diperbaiki	Bahan, alat dan instrumentasi telah ditambahkan pada naskah. Metode telah dilengkapi dan dirinci.
	Disarankan untuk membaca rujukan penting: Chemical Engineering Journal (Volume 183, 15 February 2012, pages: 104-107)	Jurnal tersebut telah ditambahkan sebagai referensi penting yang berkaitan erat dengan penelitian ini,, perbedaan pada prosedur pembuatan katalis.
	Naskah ditolak	
Reviewer 3	<p>Penulisan naskah kurang baik dan sistematis karena</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Banyak kalimat yang tersusun tidak lengkap 2. Penulisan beberapa kata tidak konsisten di antaranya metanol dan jelantah 3. Beberapa gambar tidak jelas 4. Beberapa referensi yang dikutip dalam isi naskah tidak tertulis pada daftar pustaka 5. Penulisan beberapa daftar pustaka tidak lengkap 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Bagian pendahuluan dan tujuan penelitian telah dilengkapi. 2. Penulisan kata untuk metanol yang betul adalah metanol bukan methanol. Sedangkan kata jelantah tetap dipakai sesuai dengan referensi yang digunakan, tetapi dalam artikel ini yang berasal dari penelitian menggunakan kata sisa pakai 3. Gambar telah diperjelas pada angka-angka yang tercantum. 4. Referensi yang dikutip pada naskah: Treacy dan Higgins, Schubert dan Husing, telah dituliskan pada daftar pustaka. Erliza yang betul adalah Hambali karena nama lengkapnya Erliza Hambali telah dituliskan pada daftar pustaka. Okonkwo tidak dituliskan dalam daftar pustaka, diganti dengan Chin (sesuai saran reviewer 2)

		<p>karena lebih dekat kajiannya.</p> <p>5. Penulisan referensi pada daftar pustaka seperti volume, nomer jurnal serta halaman telah dilengkapi</p>
	<p>Bobot naskah relatif rendah karena jumlah variabel penelitian yang digunakan sedikit akibatnya justifikasi hasil penelitian belum dapat dilakukan dengan baik</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Pada bagian pendahuluan telah ditambahkan kajian mengenai hasil penelitian sebelumnya seperti Muthu, Arzamendi dan Sharma. Ada penambahan tentang alasan minyak goreng digunakan sebagai sumber untuk pembuatan biodiesel - Tujuan penelitian telah diperbaiki - Pada bagian bahan dan metode telah ditambahkan nama bahan, asal dan peralatan yang digunakan dalam penelitian Metode penelitian telah dibuat lebih rinci. - Pada proses sintesis katalis silika alumina, tidak terdapat variabel yang dikaji, karena prosedur sintesis mengacu pada kondisi yang optimum untuk menghasilkan senyawa target (rasio Si/Al 1) dan ini telah dilakukan pada penelitian sebelumnya. - Pada uji katalitik hanya diambil variabel waktu dan perbandingan metanol:minyak dengan pertimbangan beberapa penelitian lainnya menunjukkan bahwa waktu 60 dan 120 menit sudah cukup untuk reaksi transesterifikasi. Pada bagian ini telah ditambahkan data dari perbandingan metanol:minyak 6:1.
	<p>Beberapa bagian pembahasan perlu diperjelas dan didukung oleh referensi terkait</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Rasio 1:1 telah diperjelas berikut korelasinya dengan tipe dan karakter katalis. Data XRD dilengkapi dengan tabel yang terkait gambar difraktogram. - Data persentase (%) unsur Na, Al dan Si telah diperjelas. - Data rendemen serta GCMS telah ditambah dengan data dari perbandingan metanol:minyak 6:1. - Pembahasan mengenai produksi biodiesel terkatalis Na-sodalit telah ditambahkan. - Pembahasan mengenai pembentukan keton sebagai

		produk sampling.
--	--	------------------

**PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE
PADA PEMBUATAN BIODIESEL
DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI**

**UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGARCANE
BAGASSE ON BIODIESEL SYNTHESIS
FROM THE USED COOKING OIL**

Sriatun¹, Taslimah¹, Linda Suyati¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang Semarang 50275

e-mail: sriatun71@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika yang terdapat pada bagasse diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% katalis silika alumina. Adapun variabel yang dikaji adalah perbandingan metanol:minyak yaitu 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan surface area analyzer, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol:minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol:minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

Abstract

It has been synthesized biodiesel from the used cooking oil utilized silica alumina catalyst. The aim of this research establish the catalytic performance of silica alumina to obtain biodiesel. The content of silica in sugar cane baggase was extracted by sodium hydroxide 6M until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by the way sodium silicate was reacted with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v). then the mixture was hydrothermally heated at 100°C during 3 days. Futhermore, catalytic ability to be tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This Catalytic test to establish the catalytic performance of 1% silica alumina catalyst to obtain biodiesel from the used cooking oil. As for the variables examined were

ratio of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact time (60 and 120 minutes). Catalyst characteristic was determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite also had homogenized shapes and sizes where the pore diameter 4.55Å, pore volume 5.73.10⁻³cc/g and surface area 1.457.10⁵cm²/g. The biodiesel product on methanol:used cooking oil 1:3 for 60 minutes was 13.83% that consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleat and methyl stearate. Meanwhile on methanol:used cooking oil 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.

Key words: silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu/bagasse mengandung komponen lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu/bagasse digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa dalam hal ini ampas tebu membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO₂ pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar SiO₂ 70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010) bagasse mengandung 49,09 % SiO₂, abu bagassanya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos, *et al.*, 2007, Yoo, *et al.*,

2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009 dan Jatuporn, *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 Å.

Sementara itu di sisi lain, biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng, (Hambali, dkk, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi, salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan usia katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH oleh Holser and Harry-O'Kuru (2006), CH₃ONa pada soybean (Agarwal *et al*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi

minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95 % pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5 % katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu $65 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Endalew *et al* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, furnace, hot plate/magnetic stirrer, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (*Fourrier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*, GC-MS (*Gas chromatography-mass spectrometry*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH) pellet, aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH_3OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

Metode

Preparasi Natrium Silikat dari Baggase

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada

temperatur 700°C dalam furnace selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran digojog menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/Na₂SiO₃.

Sintesis katalis silika alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g Al(OH)₃ sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang diperoleh merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*.

Uji katalitik pada reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel (reaksi transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1 % (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS (*Gas chromatography-mass spectrometry*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

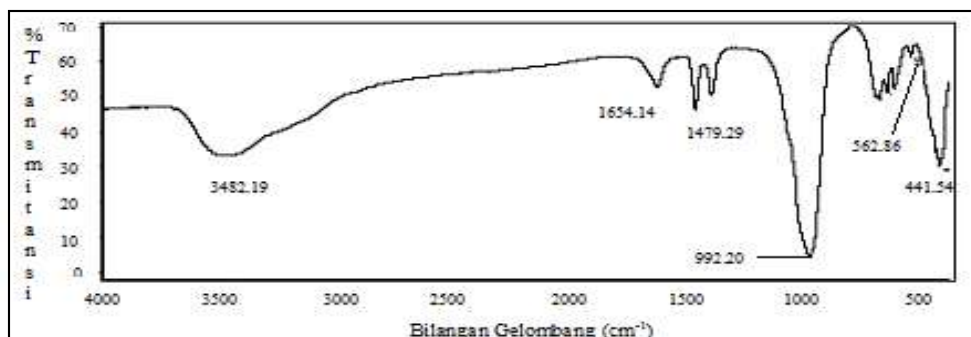
Pembuatan katalis silika alumina dari bagasse

Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol ($\text{Si}(\text{OH})_4$) (Schubert and Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO_4^{4-}) dan aluminat (AlO_4^{5-}) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofo biknya yang rendah (Hamdan, 1992).

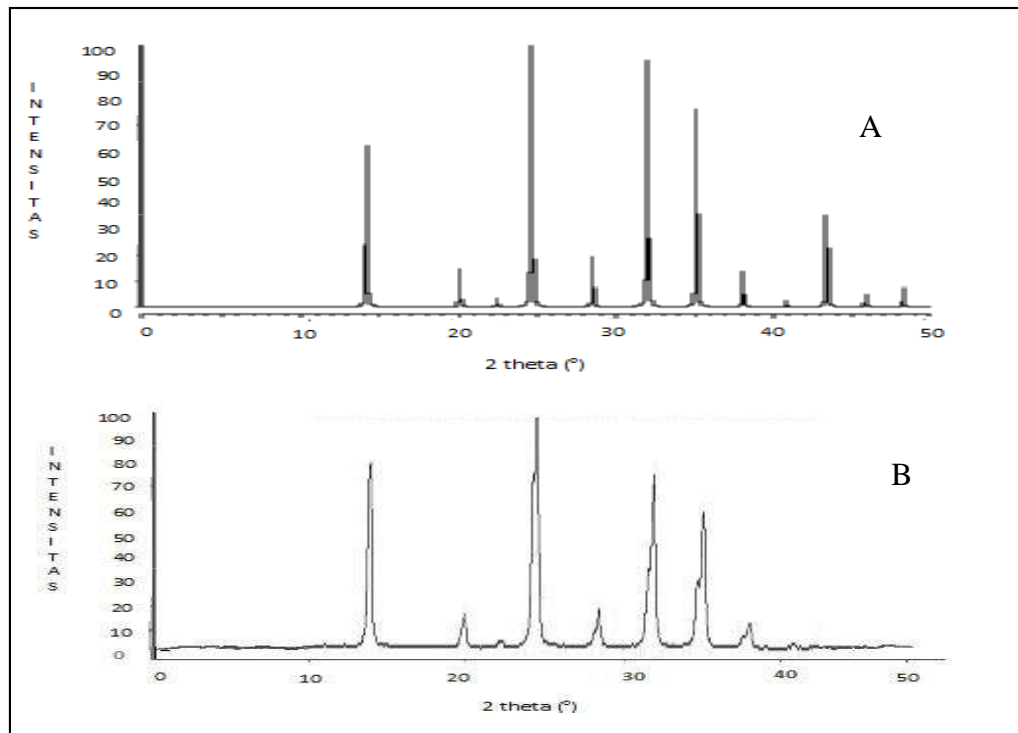
Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm^{-1}), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm^{-1}), *double ring* (562 cm^{-1}) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada $2\theta = 24,58$; $14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 2. Difraktogram XRD (A) soda lit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (B) katalis hasil sintesis

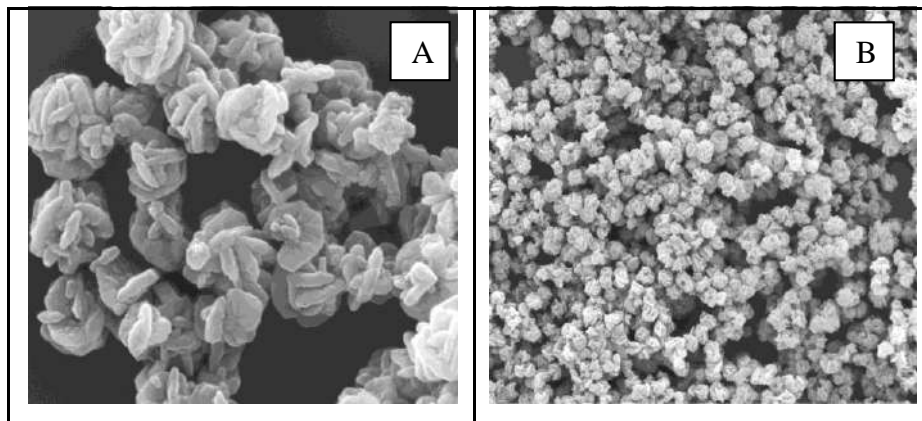
Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1. Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/pembanding dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika katalis ini

digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3.. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x (b) perbesaran 20000x

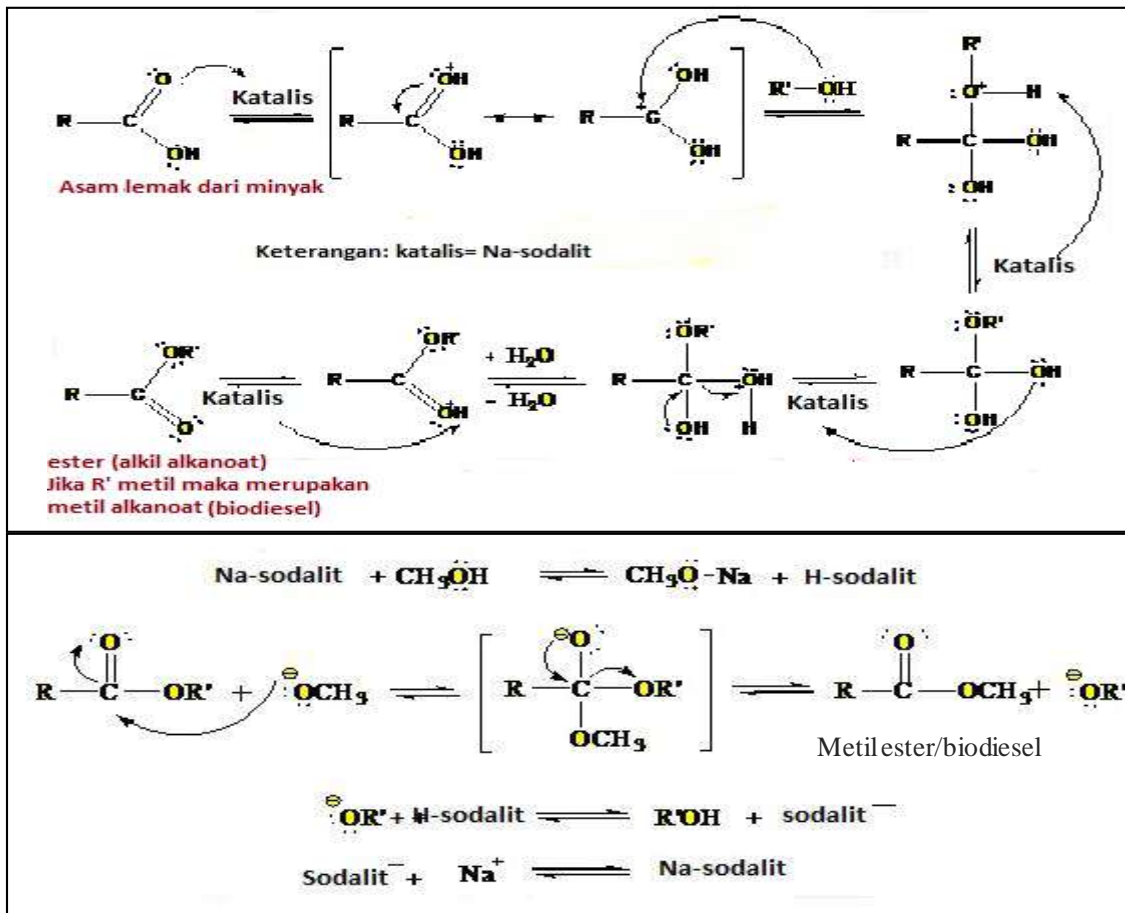
Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96 % , sedangkan Al 18,97% Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan

dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

Pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi reversibel gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah (50 – 80°C). Pada penelitian ini menggunakan suhu 60°C sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse, karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

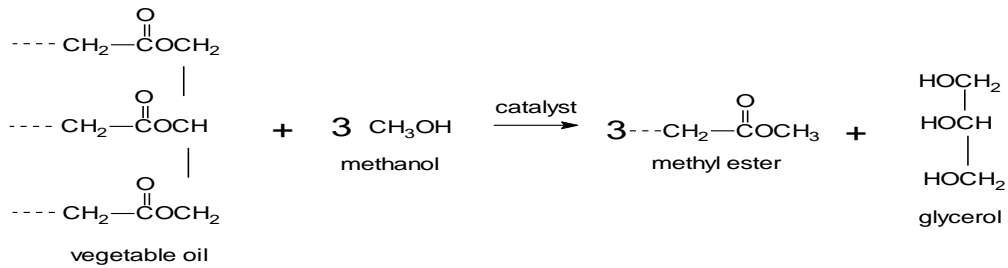


Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

Menurut Wijaya (2009) karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanoat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

Karakterisasi Produk Reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel

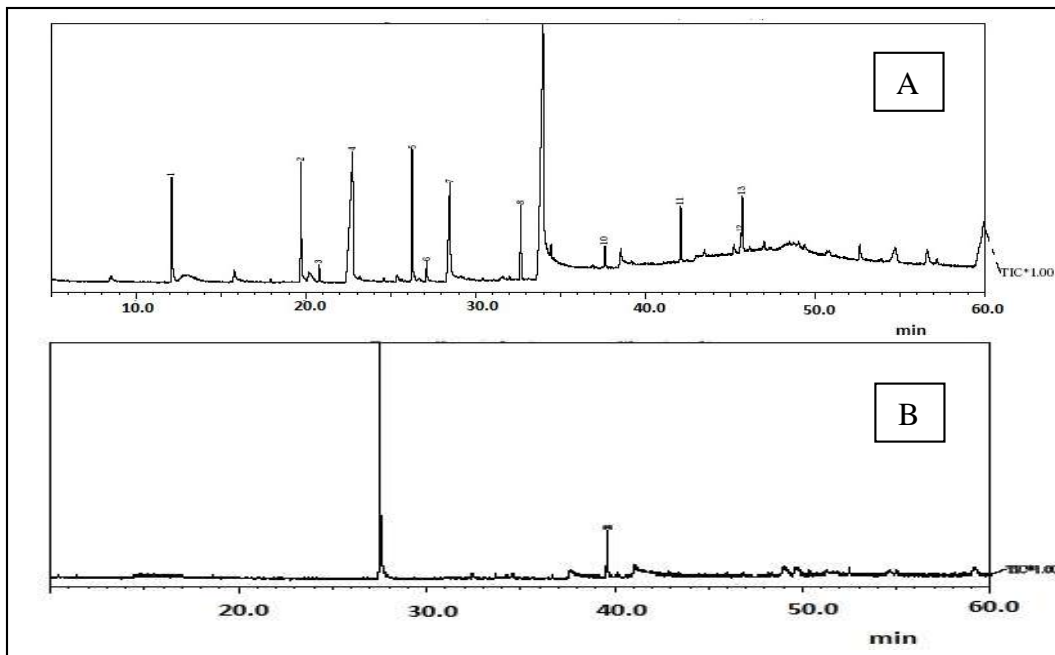
Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi adalah 60°C serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1 % (b/v), perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8 %. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen yaitu 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol:minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4 % ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit.

Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada Gambar 6.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6 (A) dan 6:1 (B)

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, deka noat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat/metil kaprilat (MES)
	6	27,116	0,9	Metil deka noat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetra deka noat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
	13	45,73	3,06	Metil okta deka noat/metil stearat
6:1	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utama pada waktu rentensi sekitar 33, 36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol:minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam deka noat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol yang digunakan dalam reaksi, data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali, 2007). Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh

adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat –COOH, akan mengalami dekarboksilasi melepaskan CO₂. Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol:minyak.

SARAN

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chemical Engineer* 51 (4): 300-308.
- Aida N, Dewanti L. 2010. Pembuatan Silika Gel Dari Abu Ampas Tebu Dengan Proses Ekstraksi Basa (NaOH) dan Sol Gel. *D3 Teknik Kimia*. Institut Teknologi Surabaya.

- Arzamendi G, Campo I, Arguinarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of Biodiesel with Heterogenous NaOH/alumina Catalyst: Comparison with Homogenous NaOH. *Chemical Engineering Journal* 134(1-3): 123-130.
- Chairul. 1996. Analisis Kandungan Kimia Ekstrak Metanol Rimpang Kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indonesia* 3 (2): 34-36.
- Chin LH, Abdullah AZ, Hameed BH. 2012. Sugar Cane Bagasse as Solid Catalyst for Synthesis of Methyl Ester from Palm Fatty Acid Distillate. *Chemical Engineering Journal* 183: 104-107.
- Endalew Abebe K, Yohannes Kiros, Rolando Zanzi. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioenergy*. 35 : 3787-3809.
- Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi*. Agromedia. Jakarta.
- Faghihian H, Godazandeha N. 2009. Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite. *Journal Porous Mater* 16 (16): 331–335.
- Jatuporn W, Pongtanawat K, Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J. Chem. Eng* 25(4): 861-864
- Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification*. 1st Edition, Universiti Teknologi Malaysia. Kualalumpur.
- Hanafi A, Nandang A. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia* 5 (1): 35-38
- Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu Untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian* 29 (4):121-130.
- Holser RA, Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.
- Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulo V. 2007. Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.
- Kirk RE, Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology*. 3th Ed. John Willey and Sons. New York.
- Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification. *Braz. J. Chem. Eng* 27 (4): 601-608.
- Schubert U, Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material*. Wiley Vch. Federal Republic of Germany.
- Sharma YC, Singh B, Korstad J. 2010. Application of an Efficient Nonconventional Heterogenous Catalyst For Biodiesel Synthesis from Pongamia Pinnata Oil. *Energy Fuels* 24 (5): 3223-3231.
- Treacy MMJ, Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. 4th Ed. Elsevier.
- Wijaya K. 2009. *Asam Padat Berbasis Monmorilonit Sebagai Katalis Dalam Proses Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah*. Advanced Material Workshop I. Yogyakarta.

Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Material* 149 (1): 147-157.

LAMPIRAN 6

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGARCANE BAGASSE ON BIODIESEL SYNTHESIS FROM THE USED COOKING OIL

Artikel revisi ke-3

Sriatun¹, Taslimah¹, Linda Suyati¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang Semarang 50275

e-mail: sriatun71@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika yang terdapat pada bagasse diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% katalis silika alumina. Adapun variabel yang dikaji adalah perbandingan metanol:minyak yaitu 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan surface area analyzer, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol:minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol:minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

Abstract

It has been synthesized biodiesel from the used cooking oil utilized silica alumina catalyst. The aim of this research establish the catalytic performance of silica alumina to obtain biodiesel. The content of silica in sugar cane baggase was extracted by sodium hydroxide 6M until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by the way sodium silicate was reacted with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v). then the mixture was hydrothermally heated at 100°C during 3 days. Futhermore, catalytic ability to be tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This Catalytic test to establish the catalytic performance of 1% silica alumina catalyst to obtain biodiesel from the used cooking oil. As for the variables examined were

ratio of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact time (60 and 120 minutes). Catalyst characteristic was determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite also had homogenized shapes and sizes where the pore diameter 4.55Å, pore volume 5.73.10⁻³cc/g and surface area 1.457.10⁵cm²/g. The biodiesel product on methanol:used cooking oil 1:3 for 60 minutes was 13.83% that consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleat and methyl stearate. Meanwhile on methanol:used cooking oil 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.

Key words: *silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel*

PENDAHULUAN

Ampas tebu/bagasse mengandung komponen lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu/bagasse digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa dalam hal ini ampas tebu membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO₂ pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar SiO₂ 70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010) bagasse mengandung 49,09 % SiO₂, abu bagassanya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos, *et al.*, 2007, Yoo, *et al.*,

2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009 dan Jatuporn, *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 Å.

Sementara itu di sisi lain, biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng, (Hambali, dkk, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi, salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan usia katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH oleh Holser and Harry-O'Kuru (2006) dan CH₃ONa pada soybean (Agarwal *et al*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi

minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95 % pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5 % katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu $65 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Endalew *et al* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, furnace, hot plate/magnetic stirrer, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (*Fourrier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*, GC-MS (*Gas chromatography–mass spectrometry*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH) pellet, aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH_3OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

Metode

Preparasi Natrium Silikat dari Baggase

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada

temperatur 700°C dalam furnace selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran digojog menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/Na₂SiO₃.

Sintesis katalis silika alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g Al(OH)₃ sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang diperoleh merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourrier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*.

Uji katalitik pada reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel (reaksi transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1 % (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS (*Gas chromatography-mass spectrometry*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

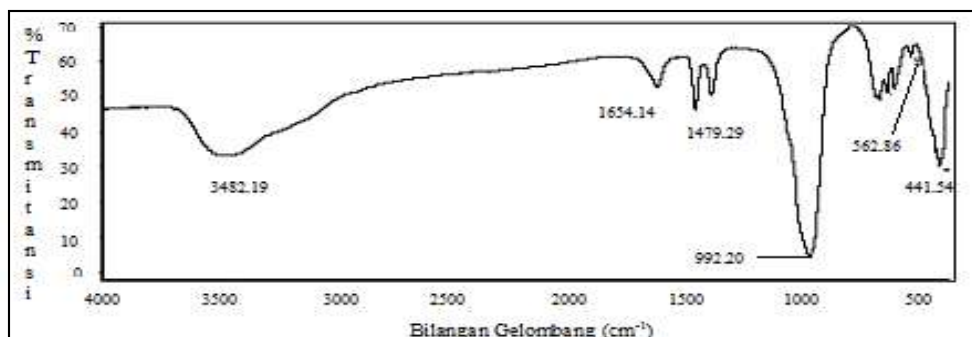
Pembuatan katalis silika alumina dari bagasse

Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol ($\text{Si}(\text{OH})_4$) (Schubert and Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO_4^{4-}) dan aluminat (AlO_4^{5-}) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofo biknya yang rendah (Hamdan, 1992).

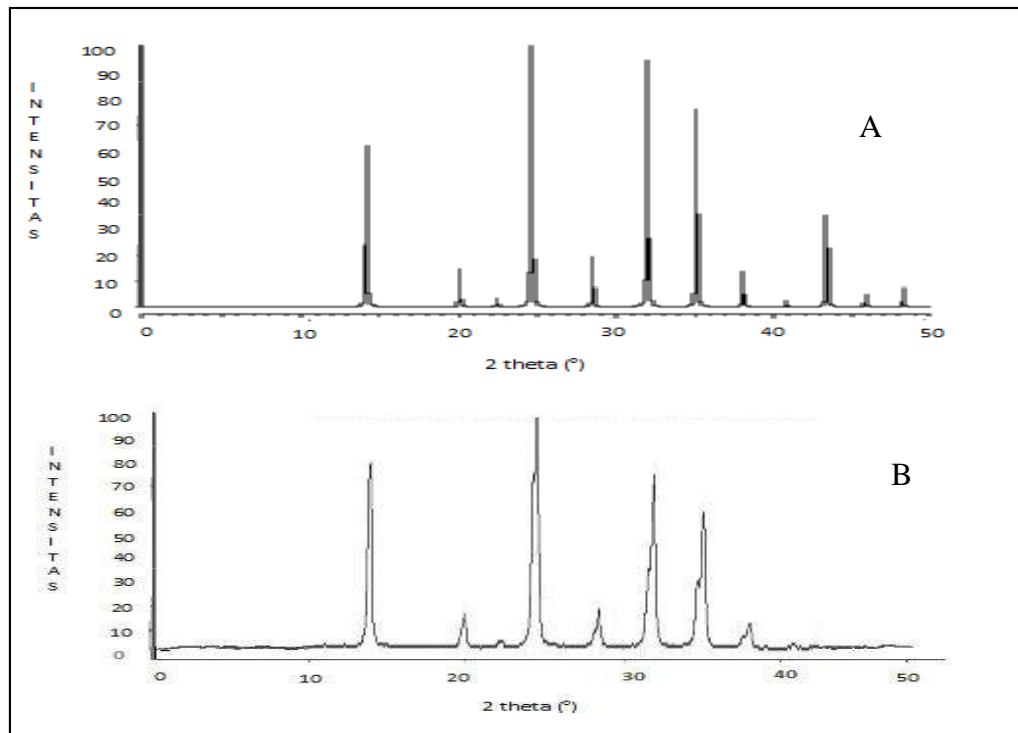
Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm^{-1}), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm^{-1}), *double ring* (562 cm^{-1}) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada $2\theta = 24,58$; $14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 2. Difraktogram XRD (A) soda lit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (B) katalis hasil sintesis

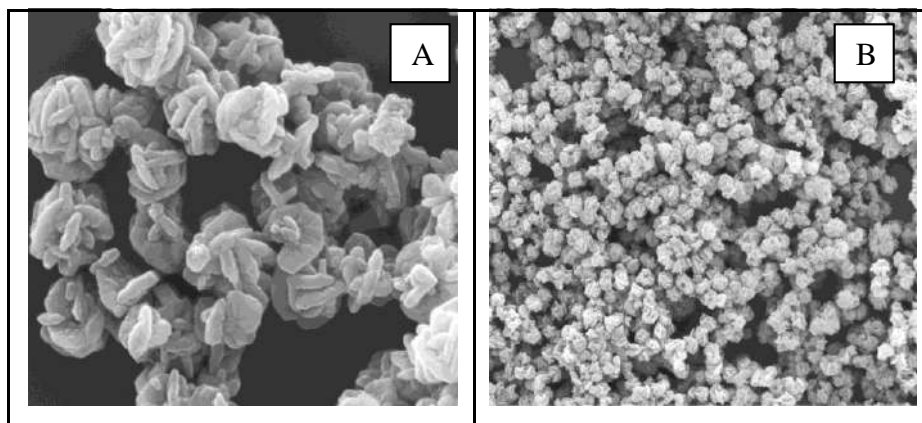
Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1. Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/pembanding dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika katalis ini

digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3.. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x (b) perbesaran 20000x

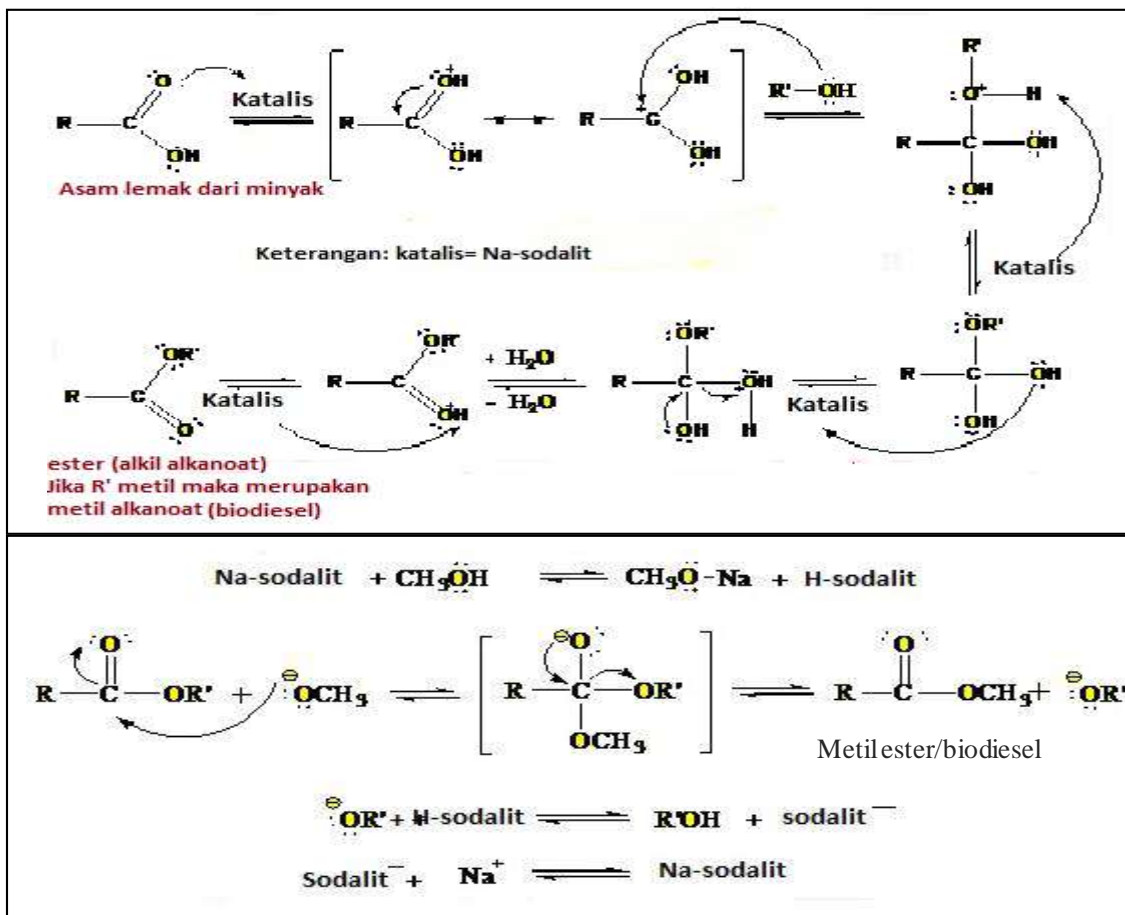
Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96 % , sedangkan Al 18,97% Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan

dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

Pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi reversibel gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah (50 – 80°C). Pada penelitian ini menggunakan suhu 60°C sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse, karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

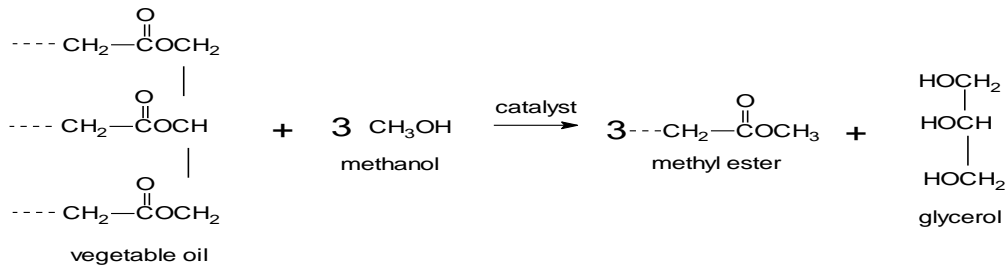


Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

Menurut Wijaya (2009) karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanoat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

Karakterisasi Produk Reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel

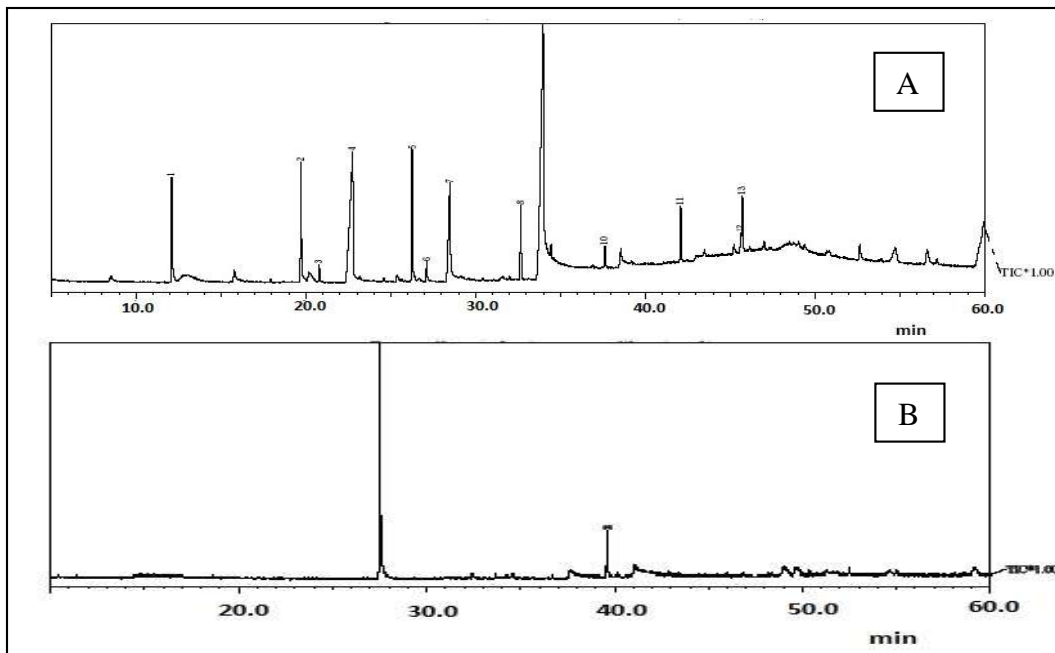
Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi adalah 60°C serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1 % (b/v), perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8 %. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen yaitu 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol:minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4 % ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol (Wijaya, 2009) seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit.

Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada Gambar 6.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6 (A) dan 6:1 (B)

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, deka noat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat/metil kaprilat (MES)
	6	27,116	0,9	Metil deka noat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetra deka noat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
	13	45,73	3,06	Metil okta deka noat/metil stearat
6:1	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utama pada waktu rentensi sekitar 33, 36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol:minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam deka noat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol pada perbandingan metanol:minyak 1:3 dan 1:6 data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali, 2007). Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh

adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat –COOH, akan mengalami dekarboksilasi melepaskan CO₂. Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol:minyak.

SARAN

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chemical Engineer* 51 (4): 300-308.
- Aida N, Dewanti L. 2010. Pembuatan Silika Gel Dari Abu Ampas Tebu Dengan Proses Ekstraksi Basa (NaOH) dan Sol Gel. [Tugas Akhir]. Institut Teknologi Sepuluh November.

- Arzamendi G, Campo I, Arguinarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of Biodiesel with Heterogenous NaOH/alumina Catalyst: Comparison with Homogenous NaOH. *Chemical Engineering Journal* 134 (1-3): 123-130.
- Chairul. 1996. Analisis Kandungan Kimia Ekstrak Metanol Rimpang Kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indonesia* 3 (2): 34-36.
- Chin LH, Abdullah AZ, Hameed BH. 2012. Sugar Cane Bagasse as Solid Catalyst for Synthesis of Methyl Ester from Palm Fatty Acid Distillate. *Chemical Engineering Journal* 183: 104-107.
- Endalew Abebe K, Yohannes Kiros, Rolando Zanzi. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioenergy*. 35 : 3787-3809.
- Faghihian H, Godazandeha N. 2009. Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite. *Journal Porous Mater* 16 (16): 331–335.
- Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi*. Agromedia. Jakarta.
- Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification*. 1st Edition, Universiti Teknologi Malaysia. Kualalumpur.
- Hanafi A, Nandang A. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia* 5 (1): 35-38
- Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu Untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian* 29 (4):121-130.
- Holser RA, Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.
- Jatuporn W, Pongtanawat K, Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J. Chem. Eng* 25(4): 861-864
- Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulo V. 2007. Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.
- Kirk RE, Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology*. 3th Ed. John Willey and Sons. New York.
- Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification. *Braz. J. Chem. Eng* 27 (4): 601-608.
- Schubert U, Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material*. Wiley Vch. Federal Republic of Germany.
- Sharma YC, Singh B, Korstad J. 2010. Application of an Efficient Nonconventional Heterogenous Catalyst For Biodiesel Synthesis from Pongamia Pinnata Oil. *Energy Fuels* 24 (5): 3223-3231.
- Treacy MMJ, Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. 4th Ed. Elsevier.
- Wijaya K. 2009. Asam Padat Berbasis Monmorilonit Sebagai Katalis Dalam Proses Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah. *Advanced Material Workshop I*. Yogyakarta.
- Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Material* 149 (1): 147-157.



Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Surat keterangan

Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Balas Ke: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Kepada: Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

17 Juni 2015 14.41

Yth. Bu Sriatun

Assalamu'alaikumWrWb.
Terlampir kami kirimkan surat keterangan jurnal. Terima kasih.

Wassalamu'alaikumWrW.
Ketih

Tim Editor Pelaksana
Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

 **Surat keterangan Bu Sriatun.pdf**
350K

SURAT KETERANGAN

No. 1086/J. TIN/06/2015

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Prof. Dr. Ir. Marimin, MSc

NIP. : 19610905 198609 1 001

Jabatan : Ketua Dewan Editor

menerangkan bahwa naskah jurnal dengan :

Judul : Pemamfaatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai

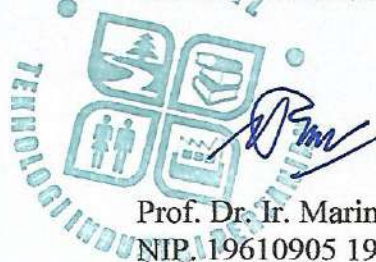
Penulis : Sriatun, Taslimah dan Linda Suyati

Secara substansi artikel tersebut telah diterima untuk dipublikasi pada Jurnal Teknologi Industri Pertanian, saat ini sedang dalam proses editing dan artikel tersebut akan terbit pada volume 25, Nomor 1, Edisi April 2015.

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Bogor, 16 Juni 2015

Ketua Dewan Editor

The image shows a circular official stamp of the journal 'Jurnal Teknologi Industri Pertanian'. The stamp contains icons representing agriculture, industry, and technology. Overlaid on the stamp is a handwritten signature in blue ink.

Prof. Dr. Ir. Marimin, MSc

NIP. 19610905 198609 1 001



Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Surat keterangan

Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

18 Juni 2015 08.58

Kepada: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>

Tim Editor Pelaksana
Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

Assalamu'alaikum .

Kami telah menerima surat keterangan mengenai penerbitan jurnal yang memuat artikel kami. Terimakasih yang sebesar-besarnya kami haturkan kepada Tim editor Jurnal TIP yang telah berkenan menerima dan menerbitkan artikel yang kami kirimkan,

Wassalamu'alaikum
Sriatun

[Kutipan teks disembunyikan]



Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Proof Reading Jurnal TIP

Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Balas Ke: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Kepada: Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

22 Juni 2015 15.02


Yth Bu Sriatun

Assalamu'aliakum wr wb

Terlampir kami sampaikan proof reading jurnal tip, mohon dikoreksi
jika ada perbaikan, kami harapkan perbaikan dapat kami terima paling lambat hari Rabu, 24 JUNI
2015

Terima kasih.

Tim Editor Pelaksana
Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

 **5. F_Sriatun #050215 (Repaired).docx**
2105K

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGAR CANE BAGASSE ON BIODIESEL SYNTHESIS FROM THE USED COOKING OIL

Sriatun*, Taslimah, dan Linda Suyati

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang, Semarang, Jawa Tengah, Indonesia, 50275
e-mail: sriatun71@gmail.com

Received 24 September 2014; Revised 15 Januari 2015; Accepted 5 Februari 2015

ABSTRACT

It was synthesized biodiesel from the used cooking oil using silica alumina catalyst. The aim of this research was to establish the catalytic performance in the form of silica alumina. The silica in sugarcane bagasse was extracted by 6 M sodium hydroxide until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by reacting sodium silicate with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v), then the mixture was hydrothermally heated at 100°C for 3 days. Catalytic ability was tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This catalytic test was to measure the performance of 1% silica alumina in converting used cooking oil into biodiesel. The variables were examined including ratios of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact times (60 and 120 minutes). Catalyst characteristics were determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite has homogenized shapes and sizes where the pore diameter of 4.55 Å, pore volume of 5.73.10⁻³ cc/g and surface area of 1.457.10⁵ cm²/g. The biodiesel product at methanol:used cooking oil of 1:3 for 60 minutes was 13.83% consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleate and methyl stearate. Meanwhile at methanol:used cooking oil of 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.

Keywords: silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel

ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika diperoleh dari bagasse yang diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% silika alumina. Adapun peubah yang dikaji adalah perbandingan metanol: minyak 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan *surface area analyzer*, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol: minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol: minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu (bagasse) mengandung lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas bagasse digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa tersebut

membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO₂ pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari

PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar SiO₂ 70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010), bagasse mengandung 49,09 % SiO₂, abu bagasennya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al.* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos *et al.*, 2007; Yoo *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009; Jatuporn *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 Å.

Sementara itu, di sisi lain biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng (Hambali *et al.*, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi. Salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai

upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan umur katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006) dan CH₃ONa pada soybean (Agarwal *et al.*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al.* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al.* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) dan selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al.* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95% pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5% katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu 65 ± 0,5°C. Endalew *et al.* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, *furnace*, *hot plate/magnetic stirrer*, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*, GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH), aluminium hidroksida (Al(OH)₃) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH₃OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

Metode

Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada temperatur 700°C dalam *furnace* selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran dikocok pelan menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/Na₂SiO₃.

Sintesis Katalis Silika Alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat yang diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL akuades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g Al(OH)₃ sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon yang tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) dan *surface area analyzer*.

Uji Katalitik Pada Reaksi Konversi Minyak Goreng Sisa Pakai menjadi Biodiesel (Reaksi Transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio yang digunakan adalah sebagai berikut: metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1% (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah

mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse

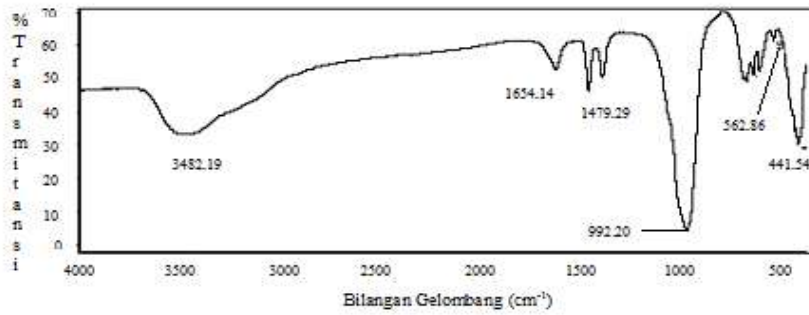
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol (Si(OH)₄) (Schubert dan Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO₄⁴⁻) dan aluminat (AlO₄⁵⁻) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofobiknya yang rendah (Hamdan, 1992).

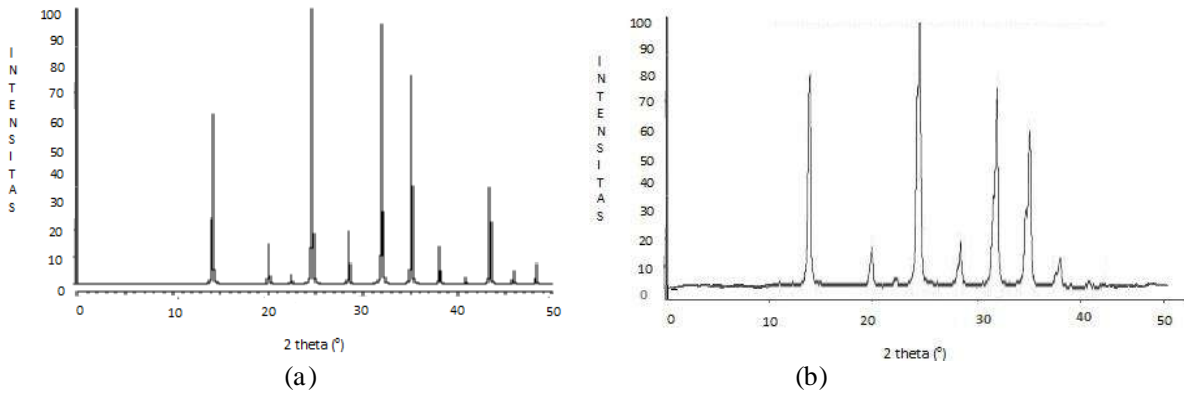
Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992 cm⁻¹ yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm⁻¹), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm⁻¹), *double ring* (562 cm⁻¹) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada 2θ = 24,58 ; 14,11 dan 31,91 dengan intensitas mencapai 23110 *counts*, 18470 *counts* dan 17276 *counts*. Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse



Gambar 2. Difraktogram XRD (a) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (b) katalis hasil sintesis

Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

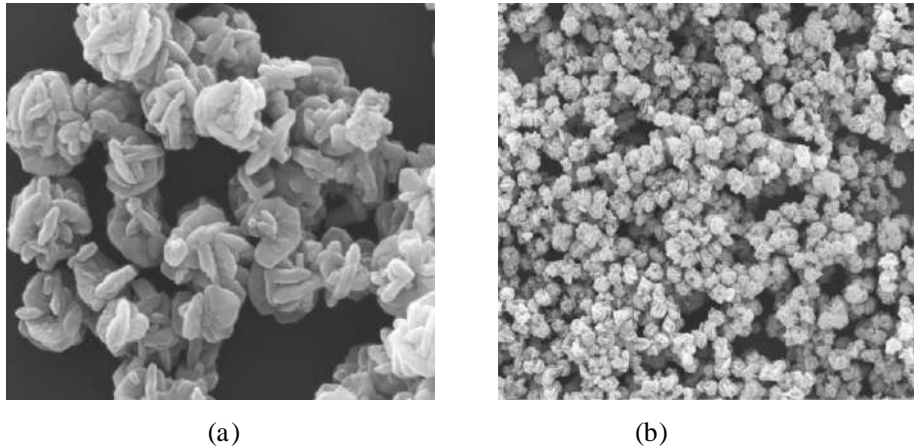
Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/perbandingan dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah $Na_6Al_6Si_6O_{24}Na_2(OH)_2(H_2O)_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika

katalis ini digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x, (b) perbesaran 20000x

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai

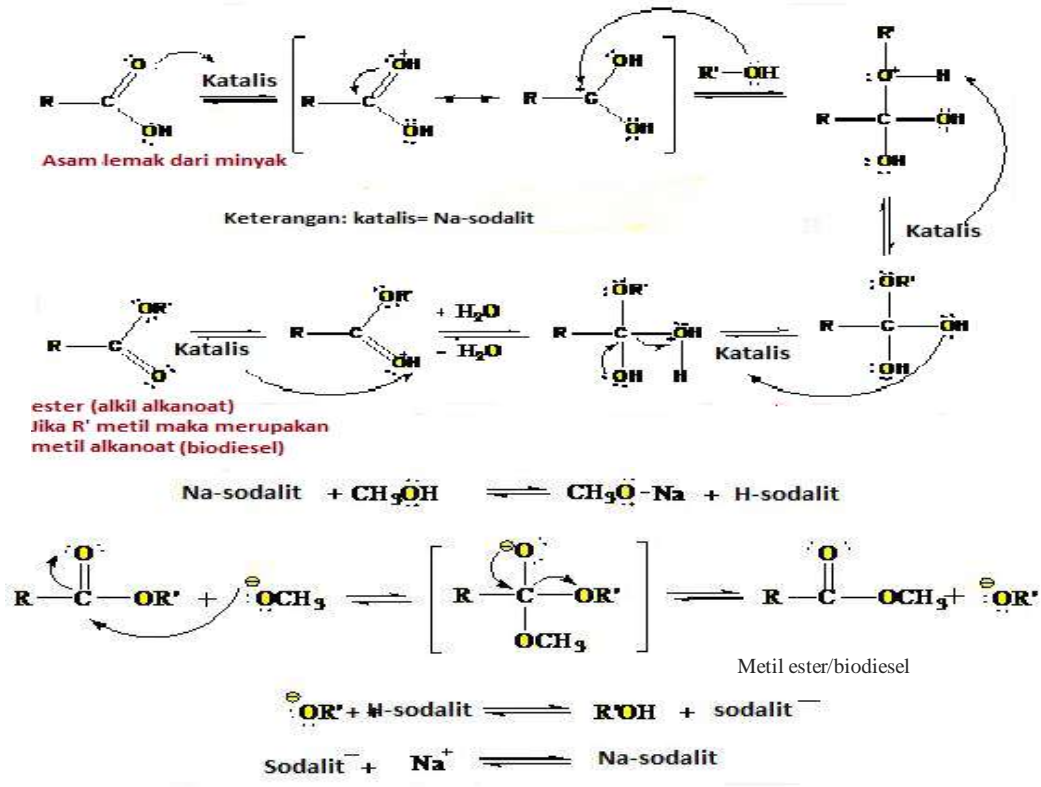
Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah ($50 - 80^\circ\text{C}$). Pada penelitian ini menggunakan suhu 60°C sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse. Karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

Menurut Wijaya (2009), karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam

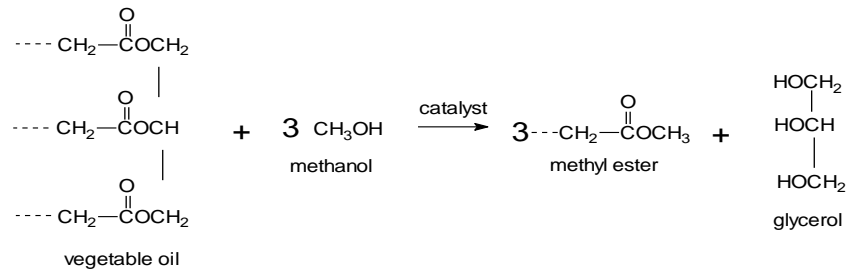
Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanolat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi yg digunakan adalah 60°C serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1% (b/v), dengan perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8%. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol: minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4% ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol (Wijaya, 2009) seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

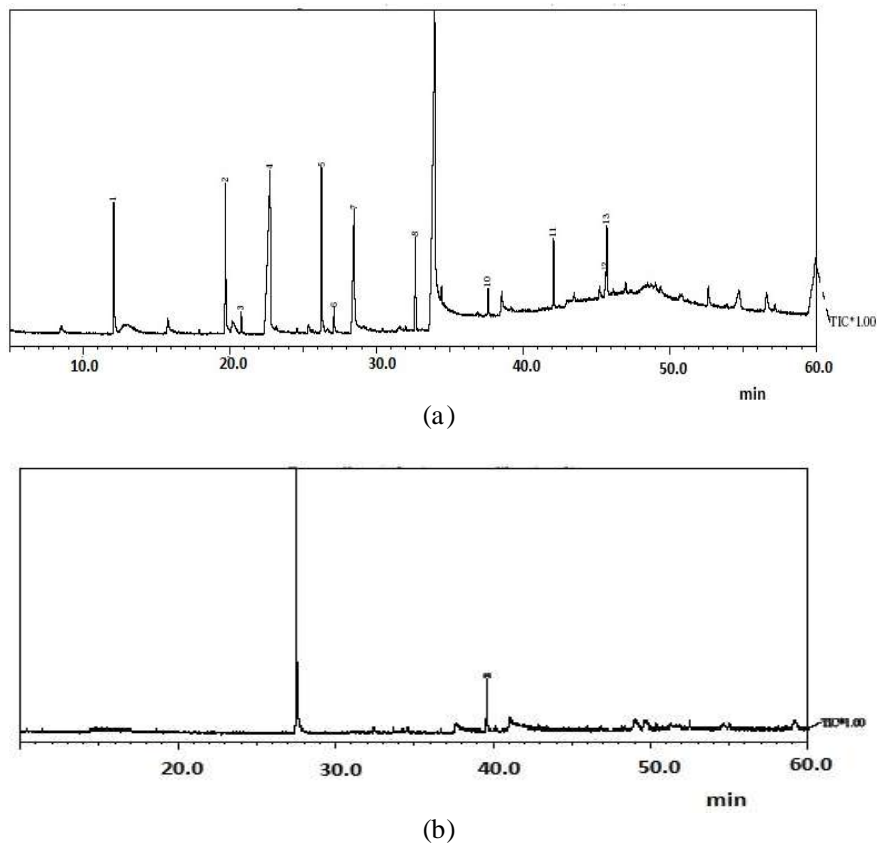


Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit. Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, seba gaimana kromatogram pada Gambar 6.

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul. Kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utamapada waktu rentensi sekitar 33,36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol: minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6(a) dan 6:1 (b)

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, dekanooat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat/metil kaprilat(MES)
	6	27,116	0,9	Metil dekanooat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
	13	45,73	3,06	Metil oktadekanoat/metil stearat
6:1	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam dekanooat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol pada perbandingan metanol:minyak 1:3 dan 1:6 data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali *et al.*, 2007).

Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat –COOH, akan mengalami dekarboksilasi melepaskan CO₂. Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol: minyak.

Saran

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chem Eng.* 51 (4): 300-308.
- Aida N dan Dewanti L. 2010. Pembuatan silika gel dari abu ampas tebu dengan proses ekstraksi Basa (NaOH) dan sol gel. [Tugas Akhir]. Institut Teknologi Sepuluh November.
- Arzamendi G, Campo I, Arguarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of biodiesel with heterogenous NaOH/alumina catalyst: Comparison with homogenous NaOH. *Chem Eng J.* 134 (1-3): 123-130.
- Chairul. 1996. Analisis kandungan kimia ekstrak metanol rimpang kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indo.* 3 (2): 34-36.
- Chin LH, Abdullah AZ, dan Hameed BH. 2012. Sugar cane bagasse as solid catalyst for synthesis of methyl ester from palm fatty acid distillate. *Chem Eng J.* 183: 104-107.
- Endalew AK, Yohannes K, dan Rolando Z. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioen.* 35: 3787-3809.
- Faghihian H dan Godazandeha N. 2009. Synthesis of nanocrystalline zeolite Y from bentonite. *J Porous Mat.* 16 (16): 331-335.
- Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi.* Agromedia. Jakarta.
- Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification.* 1st Edition, Kualalumpur: Universiti Teknologi Malaysia.
- Hanafi A dan Nandang A. 2010. Studi pengaruh bentuk silika dari ampas tebu terhadap kekuatan produk keramik. *J Kim Indo.* 5 (1): 35-38.
- Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan bio massa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol. *J Litbang Pert.* 29 (4): 121-130.
- Holser RA dan Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (*Asclepias*) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.
- Jatuporn W, Pongtanawat K, dan Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J Chem Eng* 25(4): 861-864.
- Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulou V. 2007. Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.
- Kirk RE dan Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology.* 3th Ed. New York: John Wiley and Sons.
- Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification. *Braz J Chem Eng.* 27 (4): 601-608.
- Schubert U dan Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material.* Wiley Vch. Federal Republic of Germany.
- Sharma YC, Singh B, dan Korstad J. 2010. Application of an efficient nonconventional heterogenous catalyst for biodiesel synthesis from pongamia pinnata oil. *Energy Fuels.* 24 (5): 3223-3231.
- Treacy MMJ dan Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites.* 4th Ed. Elsevier.
- Wijaya K. 2009. Asam padat berbasis monmorilonit sebagai katalis dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Advanced Material Workshop I.* Yogyakarta.
- Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Mat.* 149 (1): 147-157.



LAMPIRAN 9

Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Proof reading jurnal

Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>
Kepada: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>

24 Juni 2015 13.20

Tim Editor Pelaksana
Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

Assalamu'alaikum wr.wb.
Berikut kami sampaikan hasil proof reading jurnal kami, terdapat sedikit perbaikan pada abstrak.

Terimakasih.
Wassalam, wr.wb

Sriatun

 **5#050215 (Repaired) 24 juni.doc**
2212K

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGAR CANE BAGASSE ON BIODIESEL SYNTHESIS FROM THE USED COOKING OIL

Sriatun*, Taslimah, dan Linda Suyati

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang, Semarang, Jawa Tengah, Indonesia, 50275
e-mail: sriatun71@gmail.com

Received 24 September 2014; Revised 15 Januari 2015; Accepted 5 Februari 2015

ABSTRACT

It was synthesized biodiesel from the used cooking oil using silica alumina catalyst. The aim of this research was to establish the catalytic performance in the form of silica alumina. The silica in sugarcane bagasse was extracted by 6 M sodium hydroxide until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by reacting sodium silicate with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v), then the mixture was hydrothermally heated at 100°C for 3 days. Catalytic ability was tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This catalytic test was to measure the performance of 1% silica alumina in converting used cooking oil into biodiesel. The variables were examined including ratios of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact times (60 and 120 minutes). Catalyst characteristics were determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite had homogenized shapes and sizes which the pore diameter of 4.55 Å, pore volume of 5.73.10⁻³ cc/g and surface area of 1.457.10⁵ cm²/g. The biodiesel obtained at methanol:used cooking oil of 1:3 for 60 minutes was 13.83% consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleate and methyl stearate. Whilst at methanol:used cooking oil of 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.

Keywords: silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel

ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika diperoleh dari bagasse yang diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% silika alumina. Adapun peubah yang dikaji adalah perbandingan metanol: minyak 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan *surface area analyzer*, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol: minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol: minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu (bagasse) mengandung lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu (bagasse) digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa tersebut

membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO₂ pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari

PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar SiO_2 70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010), bagasse mengandung 49,09 % SiO_2 , abu bagasennya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al.* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintesis (zeolit). Zeolit sintesis seperti ZSM-5 (Kordatos *et al.*, 2007; Yoo *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009; Jatuporn *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 \AA .

Sementara itu, di sisi lain biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng (Hambali *et al.*, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi. Salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai

upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan umur katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006) dan CH_3ONa pada soybean (Agarwal *et al.*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al.* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al.* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) dan selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al.* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95% pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5% katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu $65 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Endalew *et al.* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, furnace, hot plate/magnetic stirrer, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (Fourier Transform Infrared), XRD (X-ray Diffraction), SEM-EDX (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), surface area analyzer, GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH), aluminium hidroksida (Al(OH)₃) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH₃OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

Metode

Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada temperatur 700°C dalam *furnace* selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran dikocok pelan menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/Na₂SiO₃.

Sintesis Katalis Silika Alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat yang diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL akuades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g Al(OH)₃ sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon yang tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) dan *surface area analyzer*.

Uji Katalitik Pada Reaksi Konversi Minyak Goreng Sisa Pakai menjadi Biodiesel (Reaksi Transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio yang digunakan adalah sebagai berikut: metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1% (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah

mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse

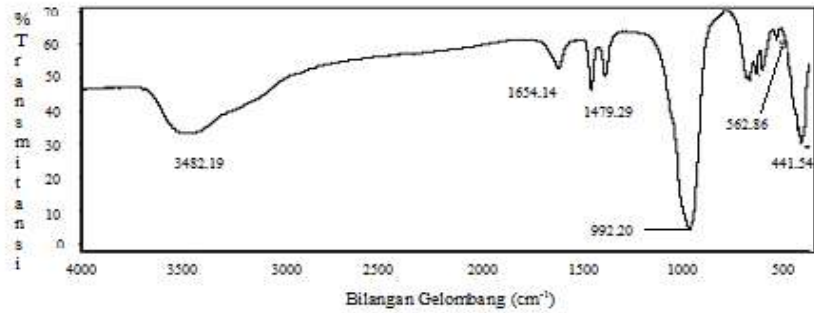
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol (Si(OH)₄) (Schubert dan Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO₄⁴⁻) dan aluminat (AlO₄⁵⁻) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofobiknya yang rendah (Hamdan, 1992).

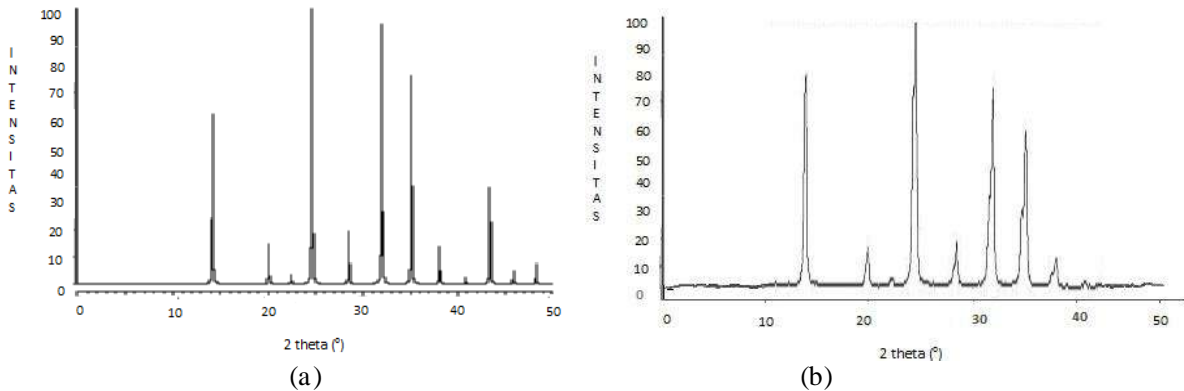
Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992 cm⁻¹ yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm⁻¹), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm⁻¹), *double ring* (562 cm⁻¹) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada 2θ = 24,58 ; 14,11 dan 31,91 dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse



Gambar 2. Difraktogram XRD (a) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (b) katalis hasil sintesis

Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

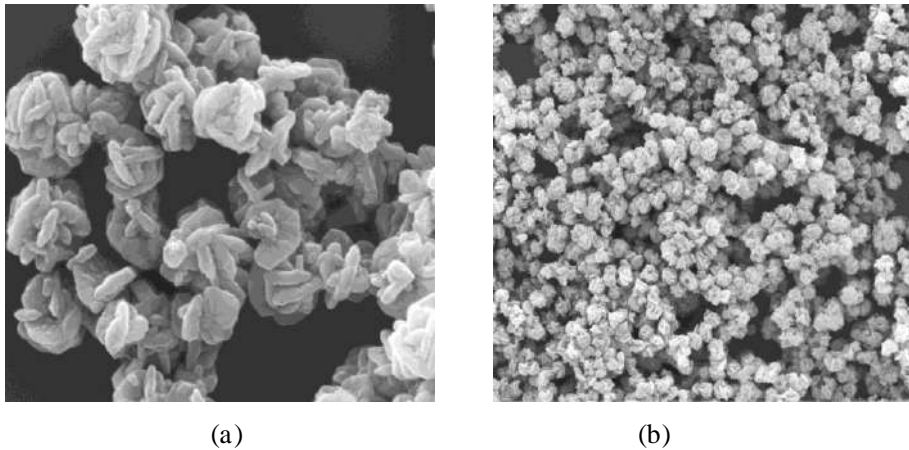
Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/perbandingan dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah $Na_6Al_6Si_6O_{24}Na_2(OH)_2(H_2O)_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika

katalis ini digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x, (b) perbesaran 20000x

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai

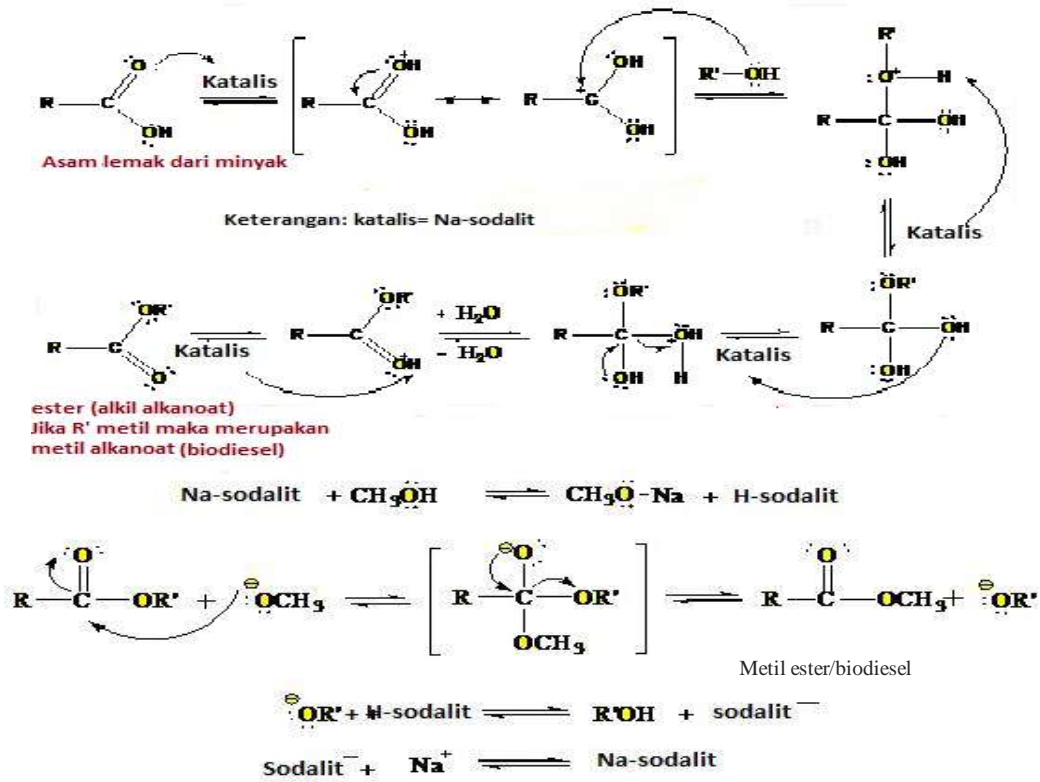
Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah ($50 - 80^\circ\text{C}$). Pada penelitian ini menggunakan suhu 60°C sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse. Karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

Menurut Wijaya (2009), karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam

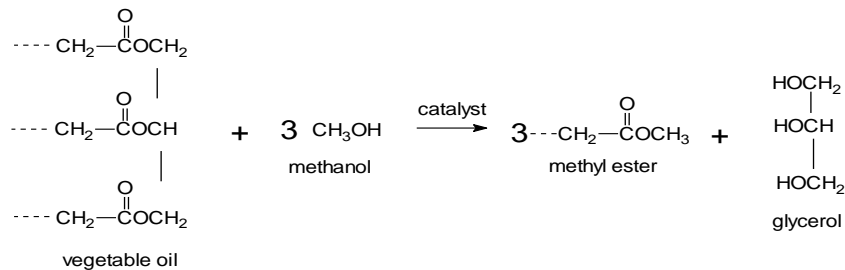
Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanolat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi yg digunakan adalah 60°C serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1% (b/v), dengan perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8%. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol: minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4% ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol (Wijaya, 2009) seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

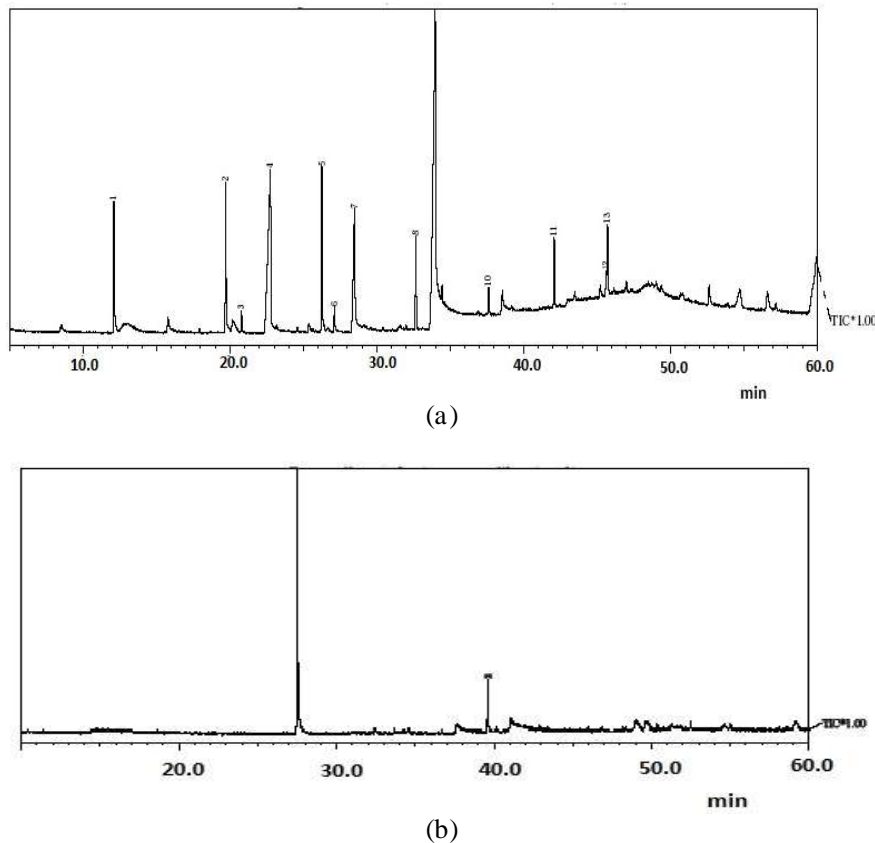


Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit. Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, seba gaimana kromatogram pada Gambar 6.

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul. Kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utama pada waktu rentensi sekitar 33,36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol: minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6 (a) dan 6:1 (b)

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, dekanooat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat/metil kaprilat (MES)
	6	27,116	0,9	Metil dekanooat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
	13	45,73	3,06	Metil oktadekanoat/metil stearat
6:1	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam dekanooat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol pada perbandingan metanol:minyak 1:3 dan 1:6 data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali *et al.*, 2007).

Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat -COOH, akan mengalami dekarboksilasi melepaskan CO₂. Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol: minyak.

Saran

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chem Eng.* 51 (4): 300-308.
- Aida N dan Dewanti L. 2010. Pembuatan silika gel dari abu ampas tebu dengan proses ekstraksi Basa (NaOH) dan sol gel. [Tugas Akhir]. Institut Teknologi Sepuluh November.
- Arzamendi G, Campo I, Arguarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of biodiesel with heterogenous NaOH/alumina catalyst: Comparison with homogenous NaOH. *Chem Eng J.* 134 (1-3): 123-130.
- Chairul. 1996. Analisis kandungan kimia ekstrak metanol rimpang kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indo.* 3 (2): 34-36.
- Chin LH, Abdullah AZ, dan Hameed BH. 2012. Sugar cane bagasse as solid catalyst for synthesis of methyl ester from palm fatty acid distillate. *Chem Eng J.* 183: 104-107.
- Endalew AK, Yohannes K, dan Rolando Z. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioen.* 35: 3787-3809.
- Faghihian H dan Godazandeha N. 2009. Synthesis of nanocrystalline zeolite Y from bentonite. *J Porous Mat.* 16 (16): 331-335.
- Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi.* Agromedia. Jakarta.
- Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification.* 1st Edition, Kualalumpur: Universiti Teknologi Malaysia.
- Hanafi A dan Nandang A. 2010. Studi pengaruh bentuk silika dari ampas tebu terhadap kekuatan produk keramik. *J Kim Indo.* 5 (1): 35-38.
- Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan bio massa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol. *J Litbang Pert.* 29 (4): 121-130.
- Holser RA dan Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (*Asclepias*) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.
- Jatuporn W, Pongtanawat K, dan Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J Chem Eng* 25(4): 861-864.
- Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulou V. 2007. Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.
- Kirk RE dan Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology.* 3th Ed. New York: John Wiley and Sons.
- Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via transesterification. *Braz J Chem Eng.* 27 (4): 601-608.
- Schubert U dan Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material.* Wiley Vch. Federal Republic of Germany.
- Sharma YC, Singh B, dan Korstad J. 2010. Application of an efficient nonconventional heterogenous catalyst for biodiesel synthesis from pongamia pinnata oil. *Energy Fuels.* 24 (5): 3223-3231.
- Treacy MMJ dan Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites.* 4th Ed. Elsevier.
- Wijaya K. 2009. Asam padat berbasis monmorilonit sebagai katalis dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Advanced Material Workshop I.* Yogyakarta.
- Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Mat.* 149 (1): 147-157.



Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Biaya jurnal

Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Balas Ke: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>
Kepada: Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

3 Agustus 2015 14.07

Yth. Bu Sriatun

AssWrWb. Bu Sriatun maaf mengganggu, kami dari jurnal TIP Departemen TIN Fateta IPB Bogor, informasi tentang biaya jurnal. Biaya jurnal sebesar Rp. 600.000 + ongkos kirim Rp. 28.000,- = Rp. 628.000,-. Untuk penulis mendapatkan 1 eksempral jurnal utuh dan 5 eksemplar cetak lepas. Kalau Ibu mau tambah jurnalnya sebesar Rp. 50.000/eks. Biaya dikirim ke Bank BNI Bogor, Capem Darmaga, No. rek : 0275671500 a.n. Ketih Suketih. Demikian infromasi dari kami. Terima kasih.

Wassalam,
Ketih

Tim Editor Pelaksana
Jurnal Teknologi Industri Pertanian
Departemen Teknologi Industri Pertanian
Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor



Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

Pengiriman bukti pembayaran

Sriatun Sriatun <sriatun71@gmail.com>

6 Agustus 2015 11.22

Kepada: Redaksi Jurnal TIP <jurnal_tip@yahoo.co.id>

Kepada yth:
Redaksi Jurnal TIP
IPB Bogor

Assalamualaikum
Terimakasih atas informasinya mengenai penerbitan artikel kami pada jurnal TIP, besaran biaya yg harus kami kirimkan. Untuk itu kami sampaikan bukti pembayaran tersebut dengan rincian 628.000 serta tambahan 2 eks sebesar 100.000,

Terimakasih atas perhatian dan kerja sama nya.
Wassalam

Sriatun
Laboratorium Kimia Anorganik
Kimia FSM Undip



20150805_160726.jpg
3837K

BUKTI TRANSFER BIAYA JURNAL TEKNOLOGI INDUSTRI PERTANIAN (TIP) IPB

05/08/15 14:06 S1CKRUA002
KCP SYARIAH HIDAYATULLAH

***222610939613

NO. REKORD 3296

NAMA PENGIRIM: IBU SRIATUN

REK.TUJUAN : 0275671500

NAMA PENERIMA: IBU KETIH SUKETIH

JUMLAH : RP728.000

BERITA : 050815

SIMPAN RESI INI
SEBAGAI BUKTI TRANSAKSI YANG SAH

LAMPIRAN 12**Journal of Agroindustrial Technology**[Current](#) [Archives](#) [About](#) [PUBLICATION ETHICS](#) [Aim and Scope](#)[Author Guidelines](#) [Editorial Boards](#) [Mitra Bebestari](#) [Article Review Process](#)[SUBSCRIPTIONS & MANUSCRIPT CHARGE](#) [Open Access & Copyright Notice](#)[Home](#) / [Archives](#) / Vol. 25 No. 1 (2015): Jurnal Teknologi Industri Pertanian**Vol. 25 No. 1 (2015): Jurnal Teknologi Industri Pertanian****Published:** 2015-08-07**Articles****Cover Jurnal Teknologi Industri Pertanian**

Cover Jurnal Teknologi Industri Pertanian TIP

**Prakata Jurnal Tejnologi Industri Pertanian**

Prakata TIN

**Ucapan Terima Kasih Jurnal Teknologi Industri Pertanian**

Ucapan Terimakasih TIN

**PERUBAHAN KANDUNGAN KIMIA SARI ROSELA MERAH DAN UNGU (*Hibiscus sabdariffa* L.) HASIL PENGERINGAN MENGGUNAKANCABINET DRYER DAN FLUIDIZED BED DRYER**

Mardiah, Fransiska Rungkat Zakaria, Endang Prangdimurti, Rizal Damanik TIP

 PDF

ADSORPTION MODELING ON CARBON MONOLITHIC COLUMN FOR METHYLENE BLUE REMOVAL

Darmadi, Medyan Riza dan Mirna Rahman Lubis TIP

 PDF

PROSES HIDROLISIS ASAM DAN ENZIM PADA POLISAKARIDA *Euchema cottonii* UNTUK BAHAN BAKU BIOETANOL

Pandit Herwono, Dwi Setyaningsih dan Bagus Sediadi Bandol Utomo TIP

 PDF

INVESTASI DAN PEMILIHAN TEKNOLOGI PENGILINGAN PADA AGROINDUSTRI PADI DENGAN PENDEKATAN FUZZY, STUDI KASUS DI KABUPATEN CIANJUR

Faqih Udin, Marimin, Sukardi, Agus Buono , Hariyadi Halid TIP

 PDF

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

Sriatun, Taslimah dan Linda Suyati TIP

 PDF

Artikel telah terpublikasi

FORMULATING STRATEGIES TO IMPROVE FOOD SAFETY OF BAKERY SMALL-MEDIUM ENTERPRISES THROUGH GOOD MANUFACTURING PRACTICE

Yandra Arkeman, Triningsih Herlinawati, Dhani S. Wibawa, Himawan Adinegoro TIP

 PDF

PROSES REAKTIVASI TANAH PEMUCAT BEKAS SEBAGAI ADSORBEN UNTUK PEMURNIAN MINYAK SAWIT KASAR DAN BIODIESEL

Ani Suryani, Gustan Pari dan Amelia Aswad TIP

 PDF

KARAKTERISASI PEPTON IKAN HASIL TANGKAP SAMPINGAN TIDAK LAYAK KONSUMSI SEBAGAI SUMBER NUTRIEN PERTUMBUHAN MIKROORGANISME

Tati Nurhayati, Bustami Ibrahim, Pipih Suptijah, Ella Salamah, Risa Nurul Fitra, Eska Rizky wiji Astuti TIP

 PDF

PERENKAHAN KATALITIK METIL ESTER DARI MINYAK LIMBAH CAIR PABRIK MINYAK KELAPA SAWIT DENGAN KATALIS Cr/Mo/HZA DAN Ni/Mo/HZA

Agus Sundaryono, Dewi Handayani, Budiman , Sherly Winda TIP

 PDF

KARAKTERISTIK KOMPON KARET DENGAN BAHAN PENGISI ARANG AKTIF TEMPURUNG KELAPA DAN NANO SILIKA SEKAM PADI

Popy Marlina, Filli Pratama, Basuni Hamzah, Rindit Pambayun TIN

 PDF

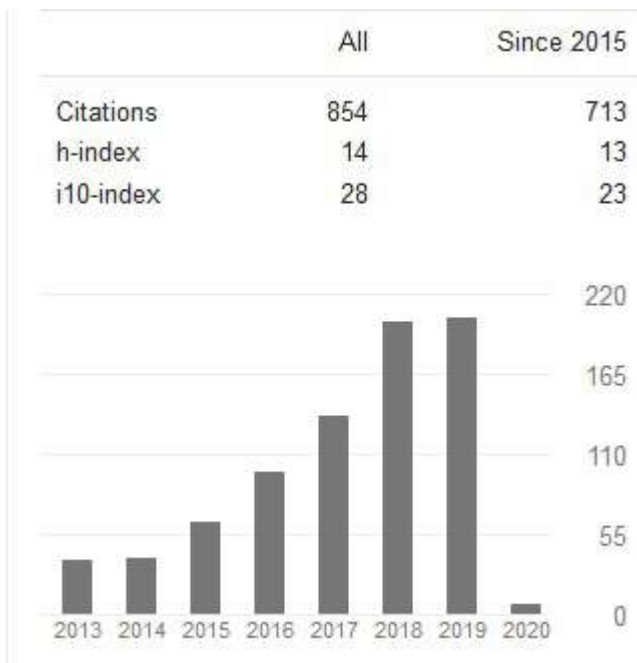
Pedoman Bagi Penulis Jurnal Teknologi Industri Pertanian

Pedoman Bagi Penulis TIP

 PDF

[Open Journal Systems](#)

JTIP Citations





DOAJ DIRECTORY OF
OPEN ACCESS
JOURNALS



Journal of Agroindustrial Technology

[Current](#) [Archives](#) [About](#) [PUBLICATION ETHICS](#) [Aim and Scope](#)

[Author Guidelines](#) [Editorial Boards](#) [Mitra Bebestari](#) [Article Review Process](#)

[SUBSCRIPTIONS & MANUSCRIPT CHARGE](#) [Open Access & Copyright Notice](#)

[Home](#) / [Archives](#) / [Vol. 25 No. 1 \(2015\): Jurnal Teknologi Industri Pertanian](#) / [Articles](#)

PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

Sriatun, Taslimah dan Linda Suyati TIP

Abstract

It was synthesized biodiesel from the used cooking oil using silica alumina catalyst. The aim of this research was to establish the catalytic performance in the form of silica alumina. The silica in sugarcane bagasse was extracted by 6 M sodium hydroxide until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by reacting sodium silicate with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v), then the mixture was hydrothermally heated at 100°C for 3 days. Catalytic ability was tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This catalytic test was to measure the performance of 1% silica alumina in converting used cooking oil into biodiesel. The variables were examined including ratios of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact times (60 and 120 minutes). Catalyst characteristics were determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite had homogenized shapes and sizes which the pore diameter of 4.55 Å, pore volume of 5.73.10⁻³cc/g and surface area of 1.457.105cm²/g. The biodiesel obtained at methanol:used cooking oil of 1:3 for 60 minutes was 13.83% consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleate and methyl stearate. Whilst at methanol:used cooking oil of 6:1 yielded 85.51%

**PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL
DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI**

**UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGAR CANE BAGASSE ON BIODIESEL
SYNTHESIS FROM THE USED COOKING OIL**

Sriatun*, Taslimah, dan Linda Suyati

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang, Semarang, Jawa Tengah, Indonesia, 50275
e-mail: sriatun71@gmail.com

Makalah: Diterima 24 September 2014; Diperbaiki 15 Januari 2015; Disetujui 5 Februari 2015

ABSTRACT

It was synthesized biodiesel from the used cooking oil using silica alumina catalyst. The aim of this research was to establish the catalytic performance in the form of silica alumina. The silica in sugarcane bagasse was extracted by 6 M sodium hydroxide until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by reacting sodium silicate with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v), then the mixture was hydrothermally heated at 100°C for 3 days. Catalytic ability was tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This catalytic test was to measure the performance of 1% silica alumina in converting used cooking oil into biodiesel. The variables were examined including ratios of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact times (60 and 120 minutes). Catalyst characteristics were determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite had homogenized shapes and sizes which the pore diameter of 4.55 Å, pore volume of 5.73.10⁻³ cc/g and surface area of 1.457.10⁵ cm²/g. The biodiesel obtained at methanol:used cooking oil of 1:3 for 60 minutes was 13.83% consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleat and methyl stearate. Whilst at methanol:used cooking oil of 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.

Keywords: silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel

ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika diperoleh dari bagasse yang diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% silika alumina. Adapun peubah yang dikaji adalah perbandingan metanol: minyak 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan *surface area analyzer*, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10⁻³ cc/g dan luas permukaan 1,457.10⁵ cm²/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol:minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol:minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

PENDAHULUAN

Ampas tebu (bagasse) mengandung lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu (bagasse) digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa tersebut

membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO₂ 71%, Al₂O₃ 1,9%, Fe₂O₃ 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K₂O 8,2%, P₂O₅ 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO₂ pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari

PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar SiO_2 70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010), bagasse mengandung 49,09 % SiO_2 , abu bagassanya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al.* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos *et al.*, 2007; Yoo *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009; Jatuporn *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari 20 \AA .

Sementara itu, di sisi lain biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng (Hambali *et al.*, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi. Salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai

upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan umur katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006) dan CH_3ONa pada soybean (Agarwal *et al.*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al.* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al.* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) dan selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al.* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95% pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5% katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu $65 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Endalew *et al.* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, *furnace*, *hot plate/magnetic stirrer*, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*, GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH), aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH_3OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

Metode

Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada temperatur 700°C dalam *furnace* selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran dikocok pelan menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/ Na_2SiO_3 .

Sintesis Katalis Silika Alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat yang diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g $\text{Al}(\text{OH})_3$ sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon yang tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) dan *surface area analyzer*.

Uji Katalitik Pada Reaksi Konversi Minyak Goreng Sisa Pakai menjadi Biodiesel (Reaksi Transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio yang digunakan adalah sebagai berikut: metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1% (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah

mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse

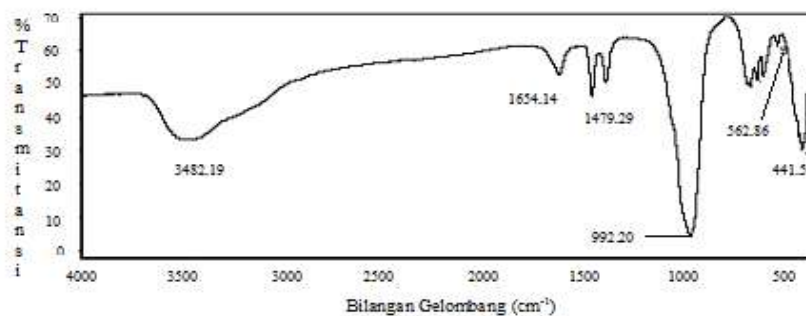
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol ($\text{Si}(\text{OH})_4$) (Schubert dan Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO_4^{4-}) dan aluminat (AlO_4^{5-}) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofobiknya yang rendah (Hamdan, 1992).

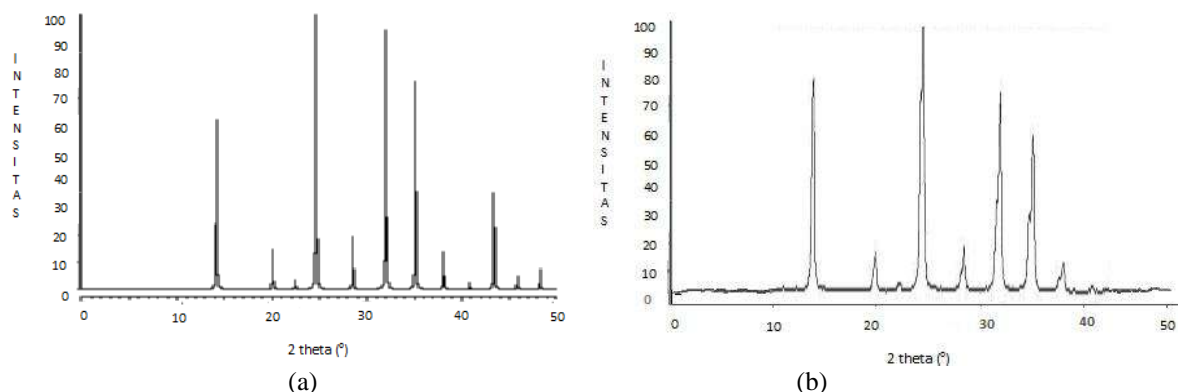
Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992 cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm^{-1}), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm^{-1}), *double ring* (562 cm^{-1}) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada $2\theta = 24,58$; $14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts , 18470 counts dan 17276 counts . Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse



Gambar 2. Difraktogram XRD (a) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (b) katalis hasil sintesis

Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

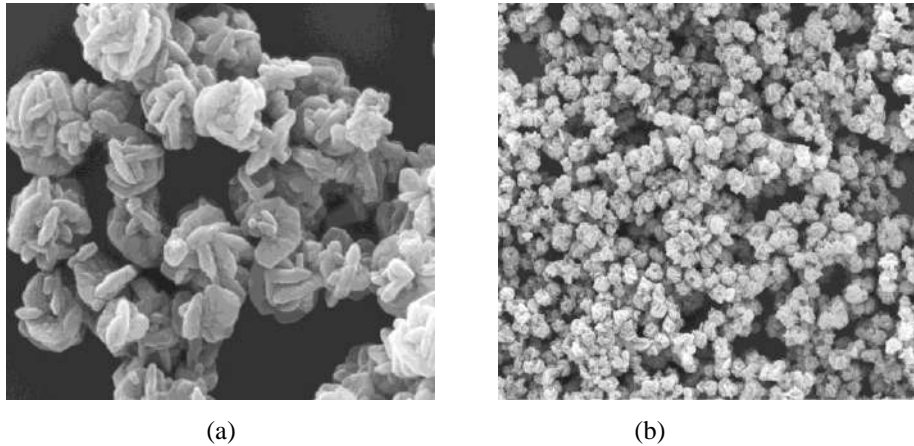
Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/pembanding dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika

katalis ini digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x, (b) perbesaran 20000x

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar $4,55 \text{ \AA}$, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$. Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai

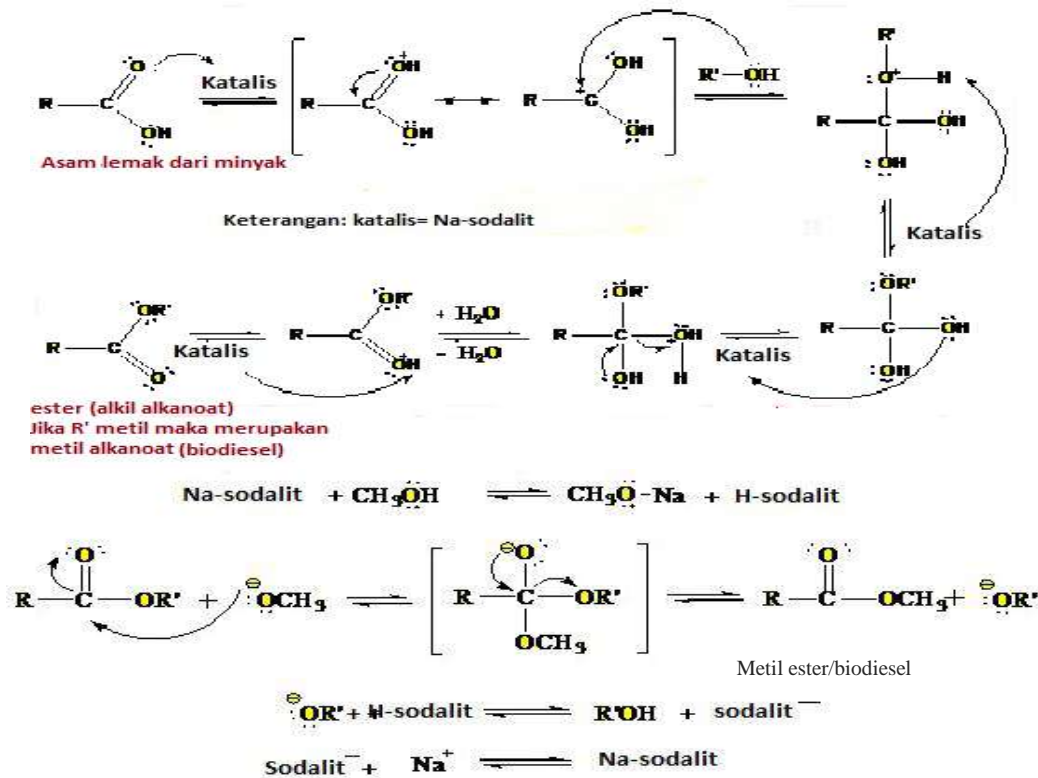
Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah ($50 - 80^\circ\text{C}$). Pada penelitian ini menggunakan suhu 60°C sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse. Karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

Menurut Wijaya (2009), karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam

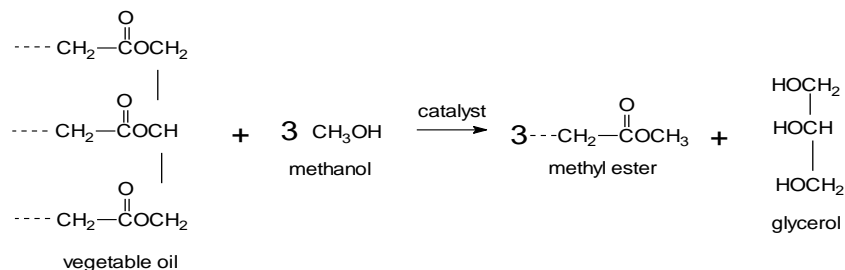
Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanooat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi yg digunakan adalah 60°C serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1% (b/v), dengan perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8%. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol:minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4% ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol (Wijaya, 2009) seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

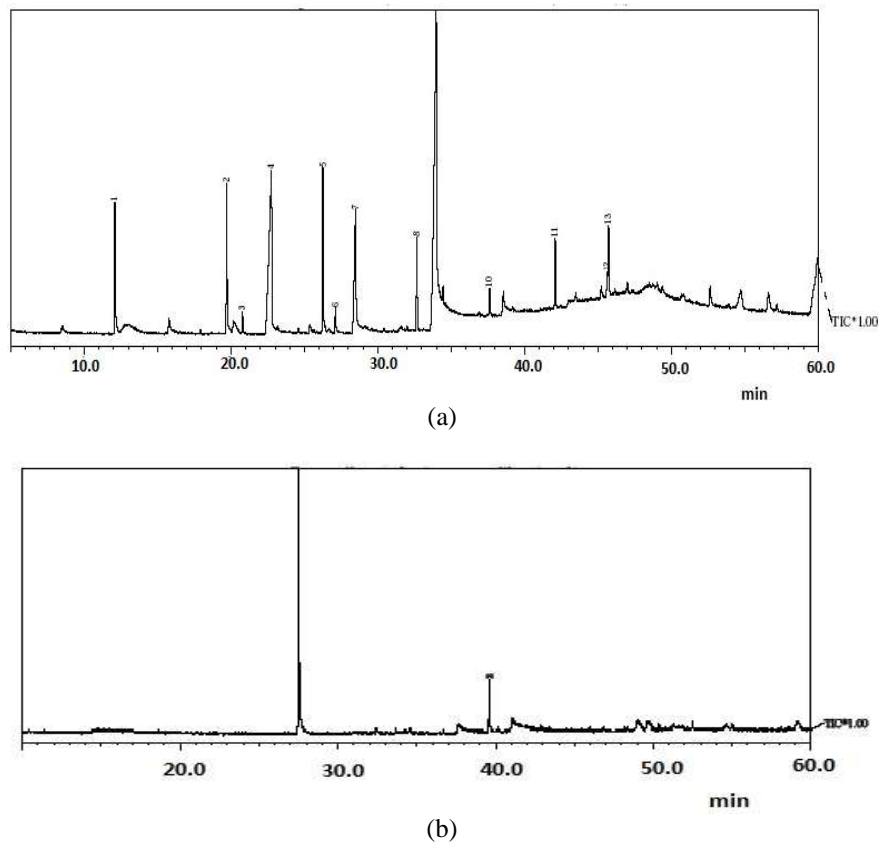


Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit. Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada Gambar 6.

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul. Kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utama pada waktu rentensi sekitar 33, 36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol:minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6 (a) dan 6:1 (b)

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, dekanooat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat /metil kaprilat(MES)
	6	27,116	0,9	Metil dekanooat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
6:1	13	45,73	3,06	Metil oktadekanoat/metil stearat
	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam dekanooat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol pada perbandingan metanol:minyak 1:3 dan 1:6 data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali *et al.*, 2007).

Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat $-COOH$, akan mengalami dekarboksilasi melepaskan CO_2 . Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori $5,73 \cdot 10^{-3}$ cc/g dan luas permukaan $1,457 \cdot 10^5$ cm²/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol:minyak.

Saran

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chem Eng.* 51 (4): 300-308.

Aida N dan Dewanti L. 2010. Pembuatan silika gel dari abu ampas tebu dengan proses ekstraksi Basa (NaOH) dan sol gel. [Tugas Akhir]. Institut Teknologi Sepuluh Noverber.

Arzamendi G, Campo I, Arguinarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of biodiesel with heterogenous naoh/alumina catalyst: Comparison with homogenous NaOH. *Chem Eng J.* 134 (1-3): 123-130.

Chairul. 1996. Analisis kandungan kimia ekstrak metanol rimpang kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indo.* 3 (2): 34-36.

Chin LH, Abdullah AZ, dan Hameed BH. 2012. Sugar cane bagasse as solid catalyst for synthesis of methyl ester from palm fatty acid distillate. *Chem Eng J.* 183: 104-107.

Endalew AK, Yohannes K, dan Rolando Z. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioen.* 35 : 3787-3809.

Faghihian H dan Godazandeha N. 2009. Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite. *J Porous Mat.* 16 (16): 331-335.

Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi.* Agromedia. Jakarta.

Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification.* 1st Edition, Kualalumpur: Universiti Teknologi Malaysia.

Hanafi A dan Nandang A. 2010. Studi pengaruh bentuk silika dari ampas tebu terhadap kekuatan produk keramik. *J Kim Indo.* 5 (1): 35-38.

Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan biomassa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol. *J Litbang Pert.* 29 (4):121-130.

Holser RA dan Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.

Jatuporn W, Pongtanawat K, dan Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J Chem Eng* 25(4): 861-864.

Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulo V. 2007. Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.

Kirk RE dan Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology.* 3th Ed. New York: John Willey and Sons.

Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification. *Braz J Chem Eng.* 27 (4): 601-608.

Schubert U dan Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material.* Wiley Vch. Federal Republic of Germany.

Sharma YC, Singh B, dan Korstad J. 2010. Application of an efficient nonconventional heterogenous catalyst for biodiesel synthesis from pongamia pinnata oil. *Energy Fuels.* 24 (5): 3223-3231.

Treacy MMJ dan Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites.* 4th Ed. Elsevier.

Wijaya K. 2009. Asam padat berbasis monmorilonit sebagai katalis dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Advanced Material Workshop I.* Yogyakarta.

Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Mat.* 149 (1): 147-157.