

**LAPORAN AKHIR  
PENELITIAN HIBAH BERSAING  
(BOPTN)**



**PENGEMBANGAN KATALIS HETEROGEN  
BERBASIS SILIKA ALUMINA DARI AMPAS TEBU  
DAN APLIKASINYA PADA PEMBUATAN BIODIESEL  
DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI**

**Tahun ke-2 dari rencana 2 tahun**

**Sriatun, S.Si, M.Si/0015037102  
Dra. Taslimah, M.Si/0009075602  
Dra. Linda Suyati, M.Si/0015016406**

Dibiayai oleh Direktorat penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan (Ditlitabmas Dikti Kemendikbud) Bantuan Operasional Perguruan Tinggi Negeri (BOPTN) Tahun Anggaran 2014, melalui Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Diponegoro Nomor DIPA : 023.04.02.189185/2014 tanggal 05 Desember 2013

**UNIVERSITAS DIPONEGORO SEMARANG**

**OKTOBER, 2014**

HALAMAN PENGESAHAN

**Judul Kegiatan** : Pengembangan Katalis Heterogen Berbasis Silika Alumina dari Ampas Tebu dan Aplikasinya Pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai

**Peneliti / Pelaksana**

Nama Lengkap : SRIATUN S.Si, M.Si.  
NIDN : 0015037102  
Jabatan Fungsional :  
Program Studi : Kimia  
Nomor HP : 02470127747  
Surel (e-mail) : sriatun71@gmail.com

**Anggota Peneliti (1)**

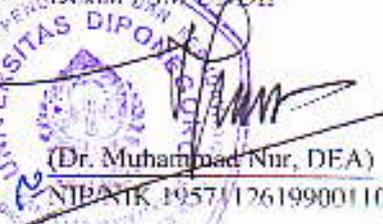
Nama Lengkap : Dra TASLIMAH M.Si  
NIDN : 0009075602  
Perguruan Tinggi : Universitas Diponegoro

**Anggota Peneliti (2)**

Nama Lengkap : Dra. LINDA SUYATI M.Si.  
NIDN : 0015016406  
Perguruan Tinggi : Universitas Diponegoro

**Institusi Mitra (jika ada)**

Nama Institusi Mitra :  
Alamat :  
Penanggung Jawab :  
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 2 tahun  
Biaya Tahun Berjalan : Rp. 52.500.000,00  
Biaya Keseluruhan : Rp. 121.720.000,00

Mengetahui  
Dekan FSM UNDIP  
  
(Dr. Muhammad Nur, DEA)  
NIP/NIK 195711261990011001

Mengetujui,  
Kepala LPPM UNDIP  
  
Prof. Dr. Dicky Kama Radjasa, M.Sc  
NIP/NIK 196510291990031001

Semarang, 4 - 11 - 2014,  
Ketua Peneliti.



(SRIATUN S.Si, M.Si.)  
NIP/NIK 197103151997022001

## RINGKASAN

Dalam rangka mendapatkan katalis heterogen berbasis silika alumina yang akan digunakan untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel maka pada penelitian ini dikembangkan material silika alumina dengan memanfaatkan ampas tebu sebagai sumber silika. Tujuan khusus penelitian tahun pertama adalah memperoleh material katalis heterogen berbasis silika alumina (zeolit) dengan luas permukaan yang besar serta stabilitas termal yang tinggi, untuk memperoleh biodiesel dari minyak goreng sisa pakai.

Untuk mencapai tujuan pada tahun pertama tersebut, dilakukan serangkaian tahap kegiatan yaitu (1) pembuatan zeolit dari natrium silikat hasil ekstraksi abu ampas tebu yang direaksikan dengan natrium aluminat (2) Modifikasi terhadap zeolit yang disintesis dari abu ampas tebu menggunakan garam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan  $\text{NiCl}_2$ . (3) Karakterisasi produk sintesis menggunakan XRF, SEM, keasaman, BET dan DTA-TGA. (4) Uji katalitik katalis hasil sintesis untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel pada variasi rasio minyak:metanol (6:1, 3: dan 1:6) waktu kontak ( 60 dan 120 menit). Karakter produk reaksi konversi ditentukan dengan GC, GC-MS, densitas, viskositas dan titik nyala.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada data XRF, adanya modifikasi dengan garam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  hanya mampu mengurangi sekitar 1% kadar Si, sedangkan adanya  $\text{NiCl}_2$  menurunkan kadar Si sekitar 26 %. Kadar nikel yang tinggi juga didukung oleh morfologi permukaan pada pengamatan dengan SEM. Modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan  $\text{NiCl}_2$  mampu meningkatkan keasaman total dan luas permukaan material zeolit. Analisis DTA menunjukkan bahwa adanya modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  menggeser daerah endotermik dari  $104,3 - 165,6^\circ\text{C}$  menjadi  $62,2-142,0^\circ\text{C}$  sedangkan pada  $\text{NiCl}_2$  menjadi  $39,3-106,8^\circ\text{C}$ . Termogram TGA menunjukkan keseluruhan produk sintesis maupun modifikasi memiliki kestabilan termal setelah temperatur  $320^\circ\text{C}$ . Pada uji katalitik 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 tetapi ketika rasio minyak:methanol 1:6 rendemen menjadi 85,51 %. Densitas produk reaksi konversi berkisar 0,827-0,907, sedangkan titik nyalanya antara  $106-110^\circ\text{C}$ .

## **PRAKATA**

Alhamdulillah, puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT yang senantiasa memberikan hidayah dan petunjuk, sehingga peneliti dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul “Pengembangan Katalis Heterogen Berbasis Silika Alumina dari Ampas Tebu dan Aplikasinya Pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai,” ini dengan baik.

Pada kesempatan ini, peneliti mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Pemberi dana penelitian dalam hal ini Ditlitabmas Dikti
2. Lembaga Penelitian Undip yang memberikan kesempatan kepada Peneliti untuk melaksanakan penelitian ini.
3. Dekan Fakultas MIPA, Ketua Jurusan Kimia dan Kepala laboratorium kimia anorganik yang telah memberikan fasilitas untuk terlaksananya penelitian ini.
4. Semua pihak yang telah membantu dari awal sampai terselesaikannya penelitian ini yang tidak bisa peneliti sebutkan satu persatu.

Peneliti menyadari sepenuhnya bahwa apa yang peneliti sampaikan masih jauh dari sempurna, untuk itu peneliti berharap ada pengembangan lebih lanjut dari penelitian ini. Besar harapan kami semoga informasi dari penelitian ini dapat berguna bagi para pembaca.

Semarang, November 2014

Peneliti

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
RINGKASAN .....	iii
PRAKATA.....	iv
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>v</b>
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>4</b>
2.1 Zeolit suatu silika alumina berstruktur tiga dimensi.....	4
2.2 Ampas Tebu sebagai sumber silika... ..	5
2.3 Transesterifikasi minyak menjadi biodiesel.....	5
<b>BAB III TUJUAN DAN MANFAAT .....</b>	<b>8</b>
3.1 Tujuan Penelitian .....	8
3.2 Manfaat Penelitian .....	8
<b>BAB IV METODE PENELITIAN .....</b>	<b>9</b>
<b>BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>11</b>
5.1 Sintesis Material Katalis Silika Alumina.....	11
5.2 Modifikasi Material Katalis Silika Alumina Menjadi Bentuk Asam.....	12
5.3 Modifikasi dengan Pengembangan Logam.....	12
5.4 Karakterisasi Material hasil Modifikasi.....	13
5.4.1 Karakterisasi dengan XRF.....	14
5.4.2 Karakterisasi dengan SEM.....	15
5.4.3 Karakterisasi Sifat Asam.....	16
5.4.4 Karakterisasi dengan BET surface area analyzer.....	17
5.4.5 Karakterisasi dengan DTA-TGA.....	18

5.5 Uji Katalitik pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Sisa Pakai	
Menjadi Metil ester/biodiesel .....	19
5.5.1 Karakterisasi dengan GC .....	20
5.5.2 Karakterisasi dengan GCMS.....	22
5.5.3. Karakterisasi Densitas, Viskositas dan Flash Point.....	23
<b>BAB VII KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>25</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>26</b>
<b>LAMPIRAN</b>	

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 5.1 Komponen Penyusun Material Zeolit hasil sintesis dan modifikasi.....	14
Tabel 5.2 Keasaman Total Material Zeolit sebelum dan sesudah modifikasi .....	16
Tabel 5.3 Hasil pengukuran BET terhadap material zeolit hasil sintesis dan modifikasi ..	17
Tabel 5.4 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi .....	23
Tabel 5.5 Densitas produk konversi .....	24

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi asam lemak dan metanol menjadi metil ester....	6
Gambar 5.1 Abu ampas tebu .....	11
Gambar 5.2 Abu ampas tebu setelah diekstraksi dengan NaOH.....	11
Gambar 5.3 Produk Katalis H.....	12
Gambar 5.4 Hasil pengamatan SEM .....	15
Gambar 5.5 Interaksi asam Lewis (A) dan asam Bronsted (B) dengan suatu basa (NH <sub>3</sub> )....	16
Gambar 5.6 Kurva DTA-TGA.....	18
Gambar 5.7 Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester).....	19
Gambar 5.8 Kromatogram produk konversi menggunakan katalis zeolit hasil sintesis (M)	21
Gambar 5.9 Kromatogram produk konversii menggunakan katalis zeolit yang dimodifikasi NH <sub>4</sub> Cl (H) .....	21
Gambar5.10 Kromatogram produk konversi menggunakan katalis zeolit yang dimodifikasi NiCl <sub>2</sub> (C).....	22
Gambar5.11 Kromatogram produk konversi minyak:methanol 6:1.....	22
Gambar5.12 Kromatogram produk konversi minyak:methanol 1:6.....	23

## BAB I PENDAHULUAN

Ampas tebu (*bagasse*) adalah hasil samping dari proses ekstraksi cairan tebu. Menurut Indriani dan Sumiarsih dalam Anwar (2012) ampas tebu yang dihasilkan sekitar  $35 \pm 40\%$  dari berat tebu yang digiling. Kumia (2010) mengungkapkan bahwa potensi ampas tebu di Indonesia menurut Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia tahun 2008 adalah cukup besar dengan komposisi limbah cair 52,9 %, blotong 3,5 %, ampas 32 %, tetes 4,5 %, gula 7,05 % dan abu 0,1 %.

Secara umum ampas tebu mengandung kadar air 52,67%, C-organik 55,89%, N-total 0,25%,  $P_2O_5$  0,16% dan  $K_2O$  0,38%. Ampas tebu yang telah diabukan dapat mengandung  $SiO_2$  sebesar 64,65% (Hanafi dan Nandang, 2010), sedangkan ampas tebu dari PG. Tasik Madu Karanganyar kadar  $SiO_2$ nya 70,97% (Aida, 2010).

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. Selain itu zeolit alam juga mempunyai kelemahan karena komposisi mineral yang bervariasi, ukuran pori-pori tidak seragam dan relatif kecil. Oleh karena itu penelitian tentang eksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit) perlu dilakukan.

Sebagaimana diketahui bahwa minyak nabati mempunyai rantai karbon cukup panjang karena mengandung senyawa stearat, linoleat dan palmitat. Ukurannya yang besar membuatnya sulit untuk berdifusi ke dalam zeolit. Struktur mesopori material silika alumina dapat dikendalikan dengan merekayasa cetakan (*template*) yang berupa surfaktan, penambahan bahan organik yang dapat membantu reaksi seperti mesitilen dan perubahan parameter reaksi seperti komposisinya, pH, waktu reaksi dan temperatur. Untuk *mesoporous molecular sieve* disintesis dari campuran amina organik (surfaktan), silika dan/atau silika-alumina untuk membentuk larutan super jenuh pada temperatur 70 – 150 °C (Beck *et al*, 1992).

Penelitian yang telah dilakukan Sriatun dkk (2002, 2005), katalis zeolit Y/Ni mampu mengkonversi hidrokarbon  $C_{10}$ - $C_{17}$  dari minyak bumi. Corma *et al* (1995) telah menunjukkan bahwa katalis Ni, Mo - MCM-41 mempunyai aktivitas sangat tinggi dan

cocok digunakan sebagai katalis dengan umpan yang mempunyai ukuran besar. Selain itu, MCM-41 merupakan katalis asam yang baik untuk alkilasi Friedel-Crafts 2,4 di-terstier-butilfenol (suatu senyawa aromatik yang meruah) dengan sinamil alkohol (Kloetstra *et al.*, 1995). Informasi tersebut menguatkan bahwa zeolit yang merupakan material berbasis silika alumina mampu mengkatalis sejumlah reaksi pemecahan senyawa hidrokarbon terutama untuk mendapatkan bahan bakar alternatif.

Pada tahun pertama telah diupayakan untuk mengatasi keterbatasan ukuran pori dengan mengubah struktur zeolit ke arah struktur mesopori menggunakan cetakan (*template*) molekul organik meruah (*bulky organic molecule*) yaitu cetiltrimetilamonium dan polietilenglikol agar porinya menjadi besar. Hasil penelitian tahun pertama menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan menggunakan surfaktan tersebut termasuk jenis zeolit yaitu sodalit dan NaP1. Adapun keduanya mempunyai ukuran dan bentuk partikel homogen, distribusi pori yang seragam, stabilitas termal tinggi serta luas permukaan pori relatif besar. Berdasarkan karakter tersebut maka produk ini dapat digunakan sebagai katalis heterogen.

Telah kita ketahui bahwa laju peningkatan produksi bahan bakar minyak tidak mampu mengimbangi peningkatan konsumsi, hal ini berakibat terjadinya kelangkaan BBM akhir-akhir ini. Kondisi ini menuntut kita untuk melakukan usaha-usaha mencari bahan bakar alternatif. Bahan bakar nabati banyak diminati untuk mensubstitusi penggunaan minyak bumi yang harganya semakin meningkat dan kurang ramah lingkungan.

Biodiesel merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng bekas dan lemak hewan. Kelebihan-kelebihan biodiesel dibandingkan bensin dari minyak bumi adalah (1) biodiesel aman digunakan sebagai bahan bakar karena tidak beracun dan titik nyalanya tiga kali lebih tinggi dibandingkan bensin (2) emisi hidokarbon lebih sedikit (3) 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 menggunakan katalis basa seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006), CH<sub>3</sub>ONa pada soybean dengan variasi temperatur 30-40, 40-50, 50-60, 60-70 dan 70-80°C (Agarwal *et al*, 2010) yang merupakan katalis homogen pada reaksi transesterifikasi. Pengembangan katalis heterogen 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 pada reaksi transterifikasi.

Dalam penelitian ini telah dikembangkan penggunaan katalis heterogen berbasis berbasis silika alumina (zeolit) dari ampas tebu yang telah dibuat pada tahun pertama untuk mengkonversi minyak goreng sisa pakai (jelantah) menjadi biodiesel.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zeolit suatu silika alumina berstruktur tiga dimensi

Zeolit merupakan material silika alumina sering digunakan sebagai katalis dalam pengolahan minyak dan sintesis organik khususnya untuk molekul yang mempunyai diameter kurang dari 10 Å. Terdapat beberapa hal yang menyebabkan zeolit berfungsi sebagai katalis superior.

- struktur zeolit tiga dimensi sehingga memiliki luas permukaan dan kapasitas adsorpsi yang tinggi.
- sifat adsorpsi zeolit dapat diatur tergantung dari ukuran porinya
- situs asam yang aktif terdistribusi merata. Kekuatan dan konsentrasi situs asam dapat diubah sesuai dengan kepentingan dengan cara mengubah ke dalam bentuk asam (HZ).
- bentuk dan ukuran kanal (*channel*) dan rongganya (*cavities*) spesifik dan umumnya untuk molekul dengan ukuran pori (5-12 Å). Struktur kanal zeolit yang rumit menyebabkan zeolit mempunyai berbagai pola selektivitas, misalnya selektif terhadap reaktan, produk, atau keadaan transisi.
- Terdapat medan listrik yang kuat dalam mikroporinya dan bersama-sama dengan kurungan elektronik (*electronic confinement*) dari molekul yang masuk bertanggung jawab terhadap preaktivasi reaktan.
- zeolit dapat diaktivasi untuk menghasilkan material stabil yang tahan terhadap panas, tekanan dan serangan kimia.

Dari berbagai keunggulan karakter zeolit, ternyata terdapat kelemahannya yaitu zeolit tidak mampu mengkatalisis reaksi dengan umpan yang ukuran molekulnya lebih besar daripada ukuran pori zeolit.

Pada **tahun pertama** telah diupayakan untuk mengatasi keterbatasan ukuran pori tersebut dengan mengubah struktur zeolit ke arah struktur mesopori seperti menggunakan cetakan (*template*) molekul organik meruah (*bulky organic molecule*) yaitu cetiltrimetilamonium dan polietilenglikol agar porinya menjadi besar.

Beberapa penelitian yang telah dilakukan untuk membuat material mesopori yang mempunyai stabilitas hidrotermal yang tinggi dan jumlah situs aktif yang memadai yang dapat mengubah molekul berat dan dapat menghasilkan bahan bakar cair dengan selektivitas yang rendah untuk fraksi gas dan arang.

## 2.2. Ampas tebu sebagai sumber silika

Telah diketahui bahwa ampas tebu mengandung komponen lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Hermiati (2010) telah menggunakan ampas tebu untuk memproduksi bioetanol/biodiesel. Namun pada pembuatan biodiesel dari biomassa dalam hal ini ampas tebu membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi. Ampas tebu juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu  $\text{SiO}_2$  71%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  1,9%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  7,8%,  $\text{CaO}$  3,4%,  $\text{MgO}$  0,3%,  $\text{K}_2\text{O}$  8,2%,  $\text{P}_2\text{O}_5$  3,0% dan  $\text{MnO}$  0,2% (digilib.petra.ac.id, 2012). Tingginya kadar oksida besi membuat abu ampas berwarna kecoklatan. Beberapa penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa ampas tebu dapat digunakan sebagai komponen penyusun pada pembuatan keramik, campuran semen dengan rasio semen : ampas tebu = 1 : 12 memberikan hasil lebih kuat, ringan dan tahan terhadap kondisi agresif. Aida (2010) telah berhasil membuat silika gel dari ampas tebu dengan ekstraksi basa. Penggunaan ampas tebu tersebut dikarenakan kadar  $\text{SiO}_2$  nya yang tinggi yaitu 71%. Mengingat kadar silika  $\text{SiO}_2$  yang tinggi maka ampas tebu dapat dijadikan sebagai sumber alternatif untuk mendapatkan silika pada pembuatan material katalis silika alumina yaitu zeolit.

**Hasil penelitian tahun pertama** menunjukkan bahwa produk sintesis dari abu ampas tebu tanpa surfaktan menghasilkan material jenis zeolit yaitu sodalit, sedangkan yang menggunakan surfaktan CTAB dan PEG menghasilkan NaP1. Adapun keduanya mempunyai ukuran dan bentuk partikel homogen, distribusi pori yang seragam, stabilitas termal tinggi serta luas permukaan pori relatif besar. Berdasarkan karakter tersebut maka produk ini dapat digunakan sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak goreng menjadi biodiesel.

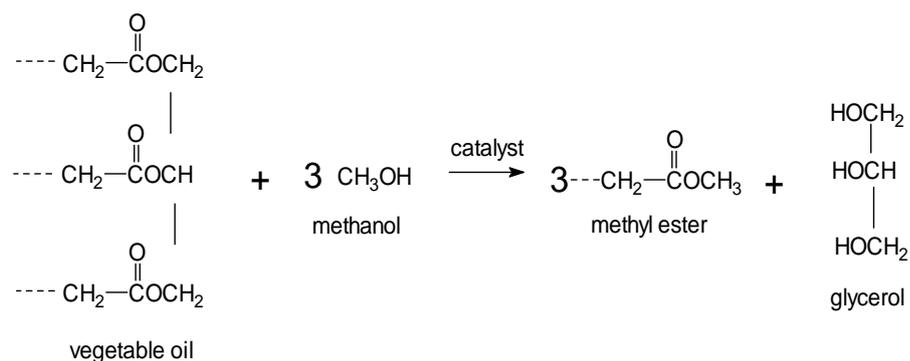
## 2.3. Transesterifikasi minyak menjadi biodiesel

Bahan bakar nabati/biodiesel banyak diminati untuk mensubstitusi penggunaan minyak bumi yang harganya semakin meningkat dan kurang ramah lingkungan. Biodiesel merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng bekas dan lemak hewan. Asam lemak yang terdapat pada minyak antara lain stearat  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ , linoleat  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$ , palmitat  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ .

Kelebihan-kelebihan biodiesel dibandingkan bensin dari minyak bumi adalah (1) biodiesel aman digunakan sebagai bahan bakar karena tidak beracun dan titik nyalanya tiga kali lebih tinggi dibandingkan bensin (2) emisi hidokarbon lebih sedikit (3) 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.

Oleh karena itu dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak nabati yang telah menjadi limbah (minyak goreng jelantah). Karena minyak nabati mengandung asam lemak dalam trigliserida berupa karbon berantai panjang (C<sub>14</sub>-C<sub>22</sub>) (Fessenden, 1992). Trigliserida ini dipecah menjadi monoalkil ester asam lemak dan gliserol melalui reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodiesel. Monoalkil metil ester dapat mensubstitusi fungsi bensin. Sebagian besar bahan-bahan kimia yang dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi digunakan dalam produk obat-obatan, kosmetik, dan biofuel (Kozlowski, *et al.*,2009).

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). Pada gambar 2.1 dapat diamati proses reaksi transesterifikasi dengan katalis.



Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi asam lemak dan metanol menjadi metil ester

Dalam perkembangannya proses transesterifikasi dikatalisis oleh katalis basa seperti NaOH, KOH dan CH<sub>3</sub>CONa yang merupakan katalis homogen tetapi kurang efisien untuk skala besar. Wijaya (2009) telah menggunakan zeolit alam dan monmorilonit terpillar

sebagai katalis heterogen dan menghasilkan produk dengan kualitas bagus. Pratama dkk (2009) menggunakan abu tandan kosong kelapa sawit sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi. Katalis basa lainnya yang digunakan dalam transesterifikasi *refined palm oil* adalah CaO dari cangkang bekicot (Qoniah dan Prasetyoko, 2011). Endalew *et al* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati.

Katalis heterogen mengandung kation-kation dari logam Mg, Cu, Co, Ni, Mn, dan Zn. Katalis heterogen bersifat basa adalah MgO, CaO, ZnO, *zeolit*, resin penukar ion dan hidrotalsit  $Mg_6Al_2(OH)_{16}(CO_3) \cdot 4(H_2O)$ . Pada umumnya, katalis heterogen yang bersifat basa banyak digunakan dalam reaksi transesterifikasi. Hal tersebut karena katalisnya dapat digunakan kembali, ramah lingkungan, tidak korosif, murah dan relatif tahan terhadap temperatur (Zen, 2013).

Oleh karena itu, pada tahun kedua ini dilakukan pembuatan biodiesel dengan memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai/jelantah menggunakan katalis heterogen yang telah dibuat pada tahun pertama dimana produk tahun pertama merupakan katalis heterogen dengan karakter ukuran dan bentuk partikel homogen, distribusi pori yang seragam, stabilitas termal tinggi serta luas permukaan pori relatif besar diharapkan mampu menghasilkan produk berkualitas baik.

## **BAB III**

### **TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN**

#### **3.1. Tujuan Penelitian**

- Meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomis ampas tebu dan minyak goreng sisa pakai (minyak jelantah).
- Merumuskan korelasi keberhasilan proses sintesis dengan aktivitas katalitik pada pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai (minyak jelantah)
- Meningkatkan kemampuan peneliti dalam bidang sintesis material anorganik terutama zeolit, mendorong perintisan riset dasar di bidang material anorganik dan energi untuk pengembangan riset terapan.

#### **3.2. Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan ilmu pengetahuan, penyediaan bahan bakar alternatif untuk mengatasi krisis minyak bumi di tanah air dan mengurangi limbah ampas tebu dan minyak jelantah. Keberhasilan sintesis katalis berbasis silika alumina dari ampas tebu merupakan inovasi/terobosan baru yaitu ditemukannya sumber silika alternatif untuk membuat katalis heterogen sehingga dapat meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomis dua jenis limbah sekaligus yaitu ampas tebu dan minyak goreng sisa pakai/minyak jelantah. Kelebihan katalis ini adalah sifatnya yang porous jadi akan lebih selektif terhadap reaktan dan produk reaksi. Katalis ini padat dengan sifat aman dan mudah peyimpanannya serta tidak mudah rusak.

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian pada tahun kedua ini merupakan lanjutan dari penelitian tahun pertama. Pada tahun pertama sudah diperoleh material katalis silika alumina. Untuk meningkatkan sifat katalitiknya akan lebih baik jika dalam material didukung oleh logam yang aktif katalitik sesuai dengan reaksi transesterifikasi minyak nabati. Oleh karena itu disusun rangkaian kegiatan penelitian dan cara kerja sebagai berikut:

#### 1. Sintesis material katalis dari abu ampas tebu

a. Pada bagian ini kondisi sintesis mengacu pada tahun pertama. Ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang kemudian diabukan dalam furnace pada temperatur  $700^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh. Langkah selanjutnya adalah mendapatkan silikat dengan cara 100 gram abu tersebut ditambah larutan NaOH 6 M diaduk/digojog selama 24 jam. Campuran yang diperoleh kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat. Untuk mendapatkan natrium aluminat dibuat dengan melarutkan 30 g NaOH p.a dalam 100 mL aquades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 gram  $\text{Al}(\text{OH})_3$  sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang.

b. Sintesis material katalis dilakukan dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat (v/v) 1:1 sambil diaduk hingga homogen. Campuran diaduk /distirer pada suhu kamar sampai terbentuk gel. Selanjutnya sampel dipanaskan dalam wadah tertutup rapat pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 3 hari. Sampel kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  sampai berat konstan.

#### 2. Modifikasi material katalis silika alumina menjadi bentuk asam

Produk tahap 1 dicampur dengan larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M (rasio w/v) 1 : 2. Campuran diaduk menggunakan magnetic stirrer/shaker selama 4 jam tanpa pemanasan. Selanjutnya disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral ( $\text{pH} \pm 7$ ). Padatan yang diperoleh dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu  $350^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam.

#### 3. Pengembangan logam

Logam yang akan digunakan sebagai dopan adalah  $\text{NiCl}_2$  karena telah diketahui mempunyai aktivitas katalitik transesterifikasi yang baik. Pengembanan  $\text{NiCl}_2$  secara impregnasi yaitu dopan dalam bentuk larutan dicampur dengan padatan pengembanan. Selanjutnya diuapkan sampai semua pelarut habis, lalu dikeringkan.

4. Karakterisasi produk tahap 2 dan 3 meliputi keasaman, luas permukaan, volume pori dan ukuran pori, morfologi permukaan.

5. Uji katalitik

Variabel bebas: rasio minyak/katalis, lama waktu reaksi.

Variabel tetap : temperatur, kecepatan pengadukan

Uji katalitik katalis produk tahap (1) pada reaksi transesterifikasi dilakukan dalam peralatan refluks menggunakan labu leher tiga. Rasio minyak/katalis (volume/berat) divariasi. Sebelum katalis dimasukkan ke dalam minyak, dicampur dulu dengan metanol. Campuran minyak dan metanol katalis dipanaskan pada temperatur  $60^\circ\text{C}$  disertai pengadukan menggunakan stirer. Lama waktu reaksi transesterifikasi divariasi. Setelah mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang berupa campuran (metanol, metil ester dan gliserol) dipisahkan menggunakan corong pisah. Kemudian dilakukan serangkaian pemurnian untuk mendapatkan produk biodiesel. Sebagai pembanding, uji katalitik juga dilakukan dengan menggunakan abu ampas tebu.

Karakterisasi produk menggunakan GC, GC-MS, titik nyala, viskositas, kerapatan, kadar air.

5. Pengolahan data dan pembuatan laporan.
6. Publikasi dalam jurnal atau seminar nasional.
7. Pendaftaran paten

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 5.1. Sintesis material katalis

Pada penelitian tahun kedua ini material katalis harus disintesis dulu dari ampas tebu/baggase yang diambil dari PG. Gondang Baru Klaten. Kondisi proses sintesis dikendalikan dengan parameter yang telah dipelajari/diperoleh pada tahun pertama. Setelah ampas tebu dijadikan arang lalu diabukan dalam furnace pada temperature 700°C hingga pada abu tersebut hanya tertinggal oksida-oksida logam saja. Untuk mengekstraksi silika dioksida pada abu maka ditambahkan NaOH 6 M waktu kontak 24 jam, ekstraksi dilakukan dua kali, sesuai dengan yang dilakukan pada tahun pertama.

Selanjutnya natrium silikat ditambah natrium aluminat (v/v) 1:1. Campuran diaduk /distirer pada suhu kamar sampai terbentuk gel. Selanjutnya sampel dipanaskan dalam wadah tertutup rapat pada suhu 100 °C selama 3 hari. Sampel kemudian disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C sampai berat konstan. Prosedur ini dipilih karena telah menghasilkan produk terbaik pada tahap sebelumnya.



Gambar 5.1 Abu ampas tebu



Gambar 5.2 Abu ampas tebu setelah diekstraksi dengan NaOH

## 5.2. Modifikasi material katalis silika alumina menjadi bentuk asam

Produk sintesis dicampur dengan larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M (rasio w/v) 1 : 2. Campuran diaduk menggunakan magnetic stirrer/shaker selama 4 jam tanpa pemanasan. Selanjutnya disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral ( $\text{pH} \pm 7$ ). Padatan yang diperoleh dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu  $350^\circ\text{C}$  selama 4 jam.

Modifikasi ini bertujuan untuk mensubstitusi ion penyeimbang pada material katalis yaitu ion  $\text{Na}^+$  dengan ion  $\text{NH}_4^+$  dari  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Substitusi dapat terjadi antara kation-kation di dalam material katalis jadi tidak hanya Na saja tapi juga kation lainnya. Pemilihan ion  $\text{NH}_4^+$  sebagai penukar kation dikarenakan mempunyai nilai selektivitas yang tinggi  $\text{NH}_4 > \text{Ag} > \text{Ba} > \text{Na} > \text{Sr} > \text{Ca} > \text{Li} > \text{Cu}$  (Tsitsishvili dkk, 1992), serta kemudahan untuk membentuk bentuk asamnya katalis-H. Pemanasan pada suhu  $350^\circ\text{C}$  dapat menyebabkan dekomposisi  $\text{NH}_4^+$  untuk melepaskan  $\text{NH}_3$  dan terbentuk katalis-H. Secara fisik tidak tampak adanya perubahan warna maupun tekstur padatan produk.



Gambar 5.3 Produk katalis-H

## 5.3. Modifikasi dengan Pengembangan Logam

Logam yang akan digunakan sebagai dopan adalah  $\text{NiCl}_2$  karena telah diketahui mempunyai aktivitas katalitik transesterifikasi yang baik. Pengembangan  $\text{NiCl}_2$  sebesar 10% dari berat katalis dilakukan secara impregnasi yaitu dopan dalam bentuk larutan dicampur dengan padatan pengembangan dalam hal ini material katalis. Selanjutnya diuapkan sampai semua pelarut habis, lalu dikeringkan. Teramati bahwa material katalis yang tadinya berwarna putih menjadi berwarna biru kehijauan.

Penambahan dopan  $\text{NiCl}_2$  pada padatan pengembangan bertujuan untuk memperluas permukaan sehingga akan meningkatkan aktivitas logam tersebut. Semakin banyak logam

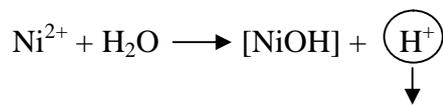
yang terembankan secara merata pada permukaan pengemban diharapkan luas permukaan spesifik dari pengemban akan meningkat. Peningkatan luas permukaan spesifik sangat penting dalam aktivitas katalisis. Adanya dopan ini diperoleh katalis-Ni.

Pembentukan kristal NiO dari larutan yang mengandung Ni<sup>2+</sup> meliputi beberapa tahap. Pelarutan kristal NiCl<sub>2</sub> ke dalam akuades menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis kristal garam Nikel (II) klorida heksahidrat.



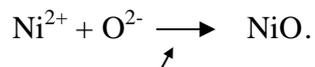
Reaksi hidrolisis yang terjadi pada Ni<sup>2+</sup> juga mampu berfungsi sebagai sisi aktif katalitik berupa situs asam Brønsted.

Reaksi hidrolisis Ni<sup>2+</sup>:



↓  
situs asam Brønsted

Tahap selanjutnya adalah reaksi Ni<sup>2+</sup> menjadi NiO dengan bantuan panas. Kalsinasi pada suhu 450°C memacu pembentukan ikatan kovalen antara atom Ni dengan atom O.



Kristal NiO yang terbentuk diharapkan berfungsi sebagai salah satu situs aktif katalitik. Orbital d kosong yang dimiliki oleh Ni<sup>2+</sup> berperan sebagai situs asam Lewis yang sangat potensial untuk situs aktif katalitik. Kation divalen dan trivalen akan mengalami reaksi hidrolisis dengan adanya uap air dan membentuk situs asam Brønsted (Boudart (1987) dalam Handoko (2002)).

#### 5.4 Karakterisasi material hasil modifikasi

Zeolit yang merupakan material hasil sintesis dari abu ampas tebu setelah dimodifikasi dengan amonium klorida kemudian dikalsinasi pada temperatur 350°C menjadi H-zeolit. Selanjutnya penambahan NiCl<sub>2</sub> mengakibatkan terbentuknya Ni-zeolit. Untuk mengetahui perubahan yang terjadi akibat adanya perlakuan tersebut dilakukan karakterisasi XRF, morfologi permukaan menggunakan SEM, keasaman total, luas permukaan (BET), DTA-TGA.

#### 5.4.1 Hasil karakterisasi dengan XRF

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui unsur/komponen-komponen yang terdapat dalam suatu material. Sebagai pembandingan karakterisasi juga dilakukan terhadap abu asal sebelum diekstrak dan dikonversi menjadi material zeolit.

Tabel 5.1 Komponen penyusun material hasil sintesis dan modifikasi

Komponen (%)	Jenis Material			
	Abu (A)	Zeolit sebelum modifikasi (M)	Zeolit setelah modifikasi dg $\text{NH}_4\text{Cl}$ (H)	Zeolit setelah modifikasi dg $\text{NiCl}_2$ (C)
Si	27,7	44,1	43,0	17,3
Al	0	26,2	25,9	14
P	3,1	1,1	0,77	0,2
S	1,9	-	-	-
K	28,9	2,1	2,2	0,41
Ca	20,1	3,59	3,49	0,66
Ti	0,64	0,45	0,4	0,077
Mn	2,35	0,15	0,14	-
Fe	10,0	0,85	0,83	0,29
Ni	1,99	3,55	2,99	58,35

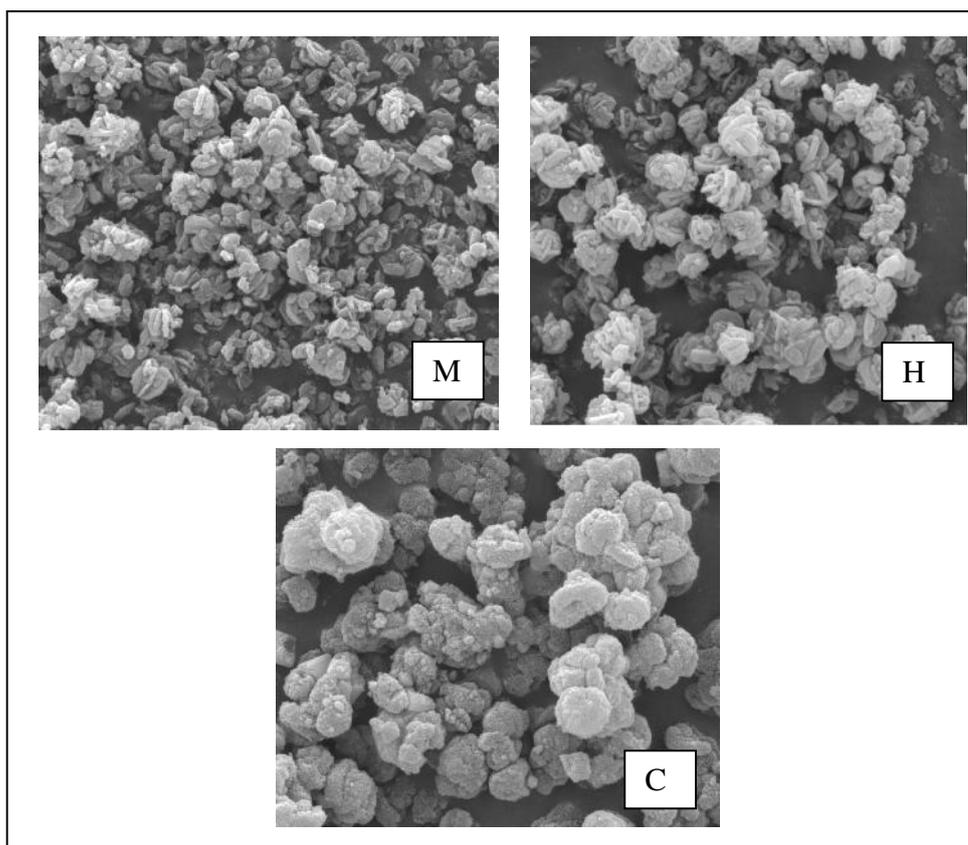
Pada tabel 5.1 dapat diketahui bahwa abu dari ampas tebu (A) mengandung Si sebesar 27,7 % tidak mengandung Al, sementara itu komponen yang keberadaannya cukup besar adalah alkali K 28,9 % dan alkali tanah Ca 20,1 % dan Fe 10 %. Besarnya kadar silika dapat dimanfaatkan untuk sumber Si dalam membuat material silika alumina seperti zeolit. Setelah abu ampas tebu diekstraksi dengan NaOH 6 M kemudian ekstrak silika ini direaksikan dengan natrium aluminat diperoleh material zeolit (M). Material zeolit M memiliki rasio Si/Al 1,67, pada material ini komponen lain terutama K, Ca dan Fe mengalami penurunan signifikan, yang menunjukkan bahwa dalam proses ekstraksi silika komponen-komponen tersebut hanya sedikit yang ikut terekstrak oleh NaOH. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan NaOH sebagai agen pengekstrak silika cukup efektif.

Adanya modifikasi/perlakuan dengan amonium klorida 2 M menghasilkan H-zeolit (H) tidak memberikan pengaruh terhadap persentase komponen penyusun material zeolit M bahkan rasio Si/Al juga dapat dikatakan tidak berubah. Perubahan yang mencolok dapat teramati ketika ada pengembunan  $\text{NiCl}_2$  pada material zeolit M menjadi material Ni-zeolit (C). Kadar Si, Al dan Ni berturut-turut 44,1%; 26,3% dan 3,55% menjadi 17,3%; 14% dan 58,35% bahkan komponen lainnya juga mengalami penurunan. Tingginya kadar nikel

dalam zeolit C menunjukkan bahwa proses pengembangan  $\text{NiCl}_2$  terhadap zeolit M tersebut efektif.

#### 5.4.2. Karakterisasi dengan SEM

Tujuan karakterisasi produk sintesis menggunakan SEM adalah untuk mengetahui morfologi permukaan material, melihat kehomogenan bentuk dan ukuran. Gambar 5.4 menampilkan morfologi permukaan material zeolit M, H dan C.



Gambar 5.4 Hasil pengamatan SEM perbesaran 20.000 x untuk material zeolit M (sebelum dimodifikasi), H (setelah modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) dan C (setelah pengembangan  $\text{NiCl}_2$ )

Pada material zeolit M dan H tampak bahwa bentuk dan ukuran partikel-partikel penyusunnya mempunyai kemiripan yaitu menyerupai mahkota bunga yang bertumpuk, dengan diameter berukuran sekitar  $1,5\mu\text{m}$ . Namun terlihat bahwa pada H lebih homogen karena partikel-partikel kecil yang berbentuk persegi relatif sedikit, di samping itu tampak pula ruang-ruang kosong yang lebih banyak. Hal ini menunjukkan bahwa adanya perlakuan dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  mampu membuat zeolit M menjadi lebih homogen. Pada material zeolit C tampak jelas bahwa pada bagian permukaan partikel zeolit terdapat butiran-butiran halus partikel lain yang diduga merupakan nikel oksida/nikel yang diembankan pada zeolit M.

Adanya Nikel klorida menjadikan lebih homogen dan meningkatkan ukuran partikel menjadi sekitar 2 $\mu$ m.

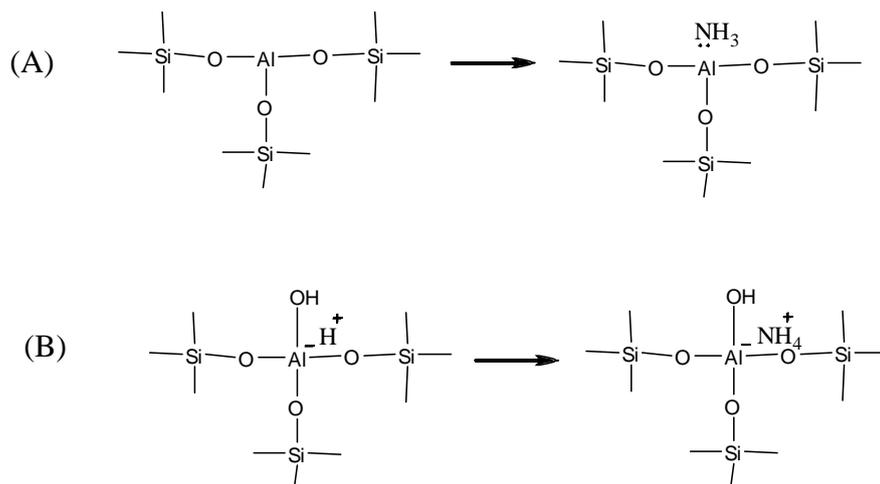
### 5.4.3. Karakterisasi Sifat Asam

Karakterisasi sifat asam/keasaman total dilakukan dengan metode gravimetri, yaitu pengukuran selisih massa material zeolit sebelum dan setelah interaksi dengan suatu basa dalam penelitian ini digunakan piridin selama 24 jam. Keasaman total material hasil sintesis dan modifikasi terdapat pada tabel 5.2.

**Tabel 5.2** Keasaman total material zeolit sebelum dan sesudah modifikasi

Material	Berat piridin yang teradsorp (gram)	Keasaman total (mmol/g)
Zeolit sebelum modifikasi (M)	0,0016	0,2022
Zeolit setelah modifikasi NH <sub>4</sub> Cl (H)	0,0017	0,2149
Zeolit setelah modifikasi NiCl <sub>2</sub> (C)	0,0032	0,4045

Pengukuran sifat asam material padatan ditentukan berdasarkan jumlah basa piridin yang teradsorp oleh total situs asam padatan. Situs asam padatan meliputi situs asam Lewis dan Brønsted. Jumlah basa piridin yang teradsorpsi diasumsikan sama dengan jumlah situs asam dalam silika alumina. Interaksi yang terjadi adalah interaksi antara suatu basa dengan situs asam Brønsted maupun Lewis padatan seperti pada gambar 5.5.



Gambar 5.5 Interaksi asam Lewis (A) dan asam Bronsted (B) dengan suatu basa (NH<sub>3</sub>)

Pada tabel 5.2 terlihat bahwa adanya perlakuan dengan NH<sub>4</sub>Cl tidak mengubah keasaman total material zeolit M, namun adanya logam nikel dalam material zeolit

menyebabkan keasaman total padatan meningkat karena ion logam  $\text{Ni}^{2+}$  memiliki orbital d kosong. Hal ini sejalan dengan data pengukuran kadar nikel dalam material. Diharapkan material zeolit dengan keasaman yang besar memiliki aktivitas katalitik yang besar pula.

#### 5.4.4. Karakterisasi luas permukaan, diameter pori dan volume pori material zeolit dengan BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) Surface Area Analyzer

Karakterisasi ini bertujuan untuk menentukan ukuran pori, volume pori dan luas permukaan pori silika alumina hasil sintesis. Dengan demikian dapat diketahui perbedaan porositas material hasil sintesis sebelum dan sesudah modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan pengembanan  $\text{NiCl}_2$ .

Tabel. 5.3 Hasil pengukuran BET terhadap material zeolit hasil sintesis dan modifikasi

Material	Zeolit hasil sintesis (M)	Zeolit setelah modifikasi dengan $\text{NH}_4\text{Cl}$ (H)	Zeolit setelah modifikasi dengan $\text{NiCl}_2$ (C)
Surface area ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	13,5	17,15	116,99
Pore volume ( $\text{cc}/\text{g}$ )	$5,1 \cdot 10^{-3}$	$6,48 \cdot 10^{-3}$	$4,6 \cdot 10^{-2}$
Pore radius Size ( $\text{A}^\circ$ )	1,8	1,8	1,83

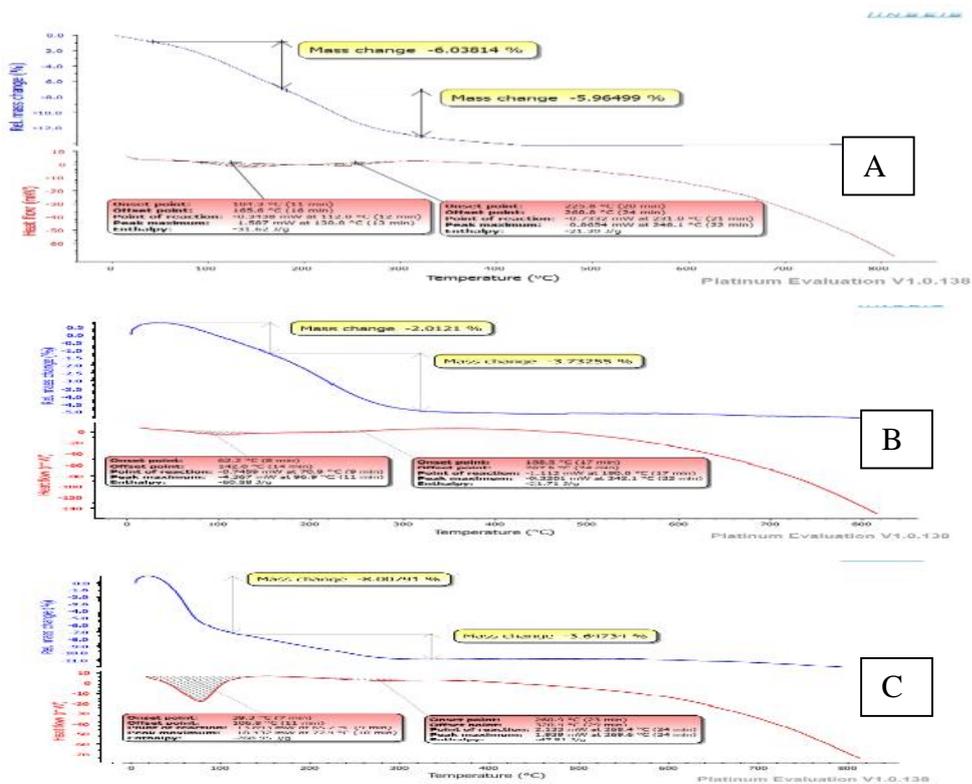
Tabel 5.3 menunjukkan bahwa terjadinya kenaikan luas permukaan setelah modifikasi baik dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  maupun  $\text{NiCl}_2$ . Peningkatan sangat signifikan pada material zeolit setelah pengembanan  $\text{NiCl}_2$  sebagai akibat banyaknya kristal  $\text{NiO}$  yang teremban/menempel pada material zeolit. Hasil ini relevan dengan data pengamatan SEM tentang morfologi permukaan material bahwa pada bagian permukaan partikel tampak adanya partikel lain yang menempel dan diduga partikel tersebut adalah kristal  $\text{NiO}$ .

Jari-jari pori rata-rata material zeolit baik sebelum maupun sesudah modifikasi tidak mengalami perubahan yaitu hanya sekitar  $1,8 \text{ A}^\circ$ . Volume pori untuk material zeolit C sedikit mengalami penurunan, kemungkinan ini terjadi karena  $\text{NiO}$  yang terembankan pada material kemungkinan terakumulasi pada suatu pori/kanal serta menutupi mulut dan saluran pori (terjadi penggumpalan) sehingga mengurangi volumen porinya.

#### 5.4.5. Karakterisasi dengan DTA-TGA (*Differential Thermal Analysis-Thermogravimetri Analysis*)

Karakterisasi dengan DTA bertujuan untuk mempelajari sifat thermal dan perubahan fasa akibat perubahan entalpi dari suatu material. Selain itu juga dapat digunakan sebagai *finger print* material sehingga dapat digunakan untuk analisis kualitatif. Jika material dipanaskan pada suhu tinggi akan mengalami reaksi dekomposisi. Dekomposisi material ini diamati dalam bentuk kurva DTA sebagai fungsi temperatur yang diplot terhadap waktu. Perlu diingat bahwa reaksi dekomposisi dipengaruhi oleh efek spesi lain, rasio ukuran dan volume, serta komposisi materi.

Analisis thermogravimetric (TGA) bertujuan untuk menentukan stabilitas termal material dan fraksi komponen *volatile* dengan menghitung perubahan berat yang dihubungkan dengan perubahan temperatur. Seperti analisis ketepatan yang tinggi pada tiga pengukuran: berat, temperatur, dan perubahan temperatur. Suatu kurva hilangnya berat dapat digunakan untuk mengetahui titik hilangnya berat. Data pengukuran DTA-TGA terdapat pada gambar 5.6. Dengan memperhatikan bahwa sifat-sifat kurva termogravimetri antara lain adalah (1) Bagian-bagian horizontal/datar menunjukkan daerah tak ada perubahan bobot (2) bagian yang melengkung menunjukkan kehilangan bobot.



Gambar 5.6. Kurva DTA-TGA (A) zeolit sebelum modifikasi (B) zeolit setelah modifikasi dengan NH<sub>4</sub>Cl (C) Zeolit setelah modifikasi dengan NiCl<sub>2</sub>



ester. Ketika rasio minyak : metanol diturunkan menjadi 3:1 produk cairan bening menjadi lebih banyak. Tren sama untuk pengaruh waktu juga teramati pada rasio ini. Reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester yang berwarna bening sebagai hasil utama serta gliserol sebagai hasil samping. Karena berat jenis metil ester lebih rendah maka akan berada pada lapisan atas serta gliserol berada pada lapisan bawah.

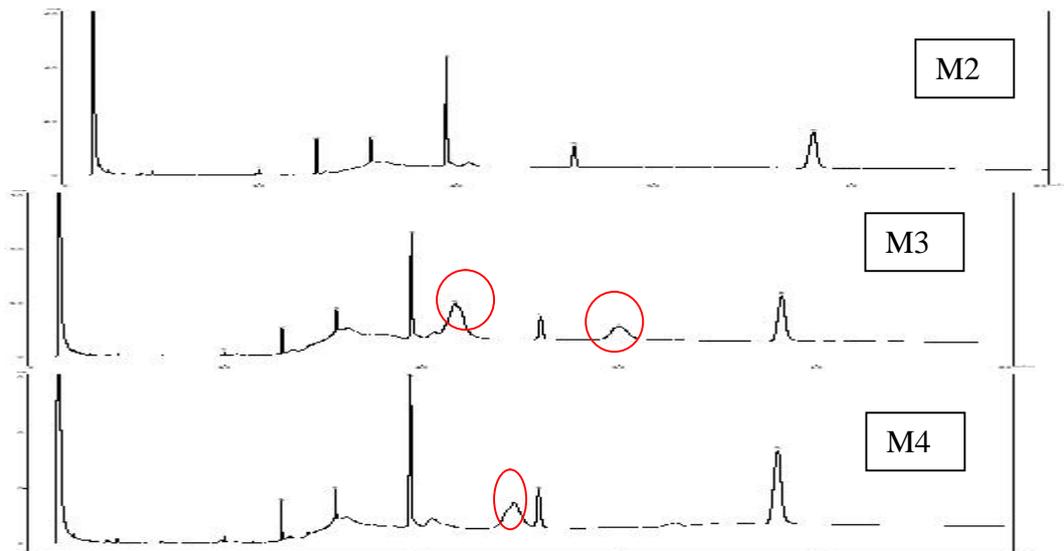
Pada transesterifikasi minyak jelantah : methanol 6:1 selama 60 menit tidak dihasilkan metil ester pada lapisan atas serta gliserol pada lapisan bawah kemungkinan disebabkan reaksi transesterifikasi belum berjalan sempurna sehingga trigliserida yang seharusnya menjadi metil ester, masih membentuk digliserida dan juga monogliserida. Variasi rasio minyak jelantah : methanol yang digunakan pada reaksi transesterifikasi berpengaruh pada banyaknya metil ester yang dihasilkan.

Perbandingan minyak:methanol 6:1 menghasilkan rendemen produk 3,8 % untuk waktu kontak 60 menit dan 4,5% untuk waktu kontak 120 menit, sedangkan pada perbandingan 3:1 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. 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.

### 5.5.1. Karakterisasi dengan GC (*Gas Chromatography*)

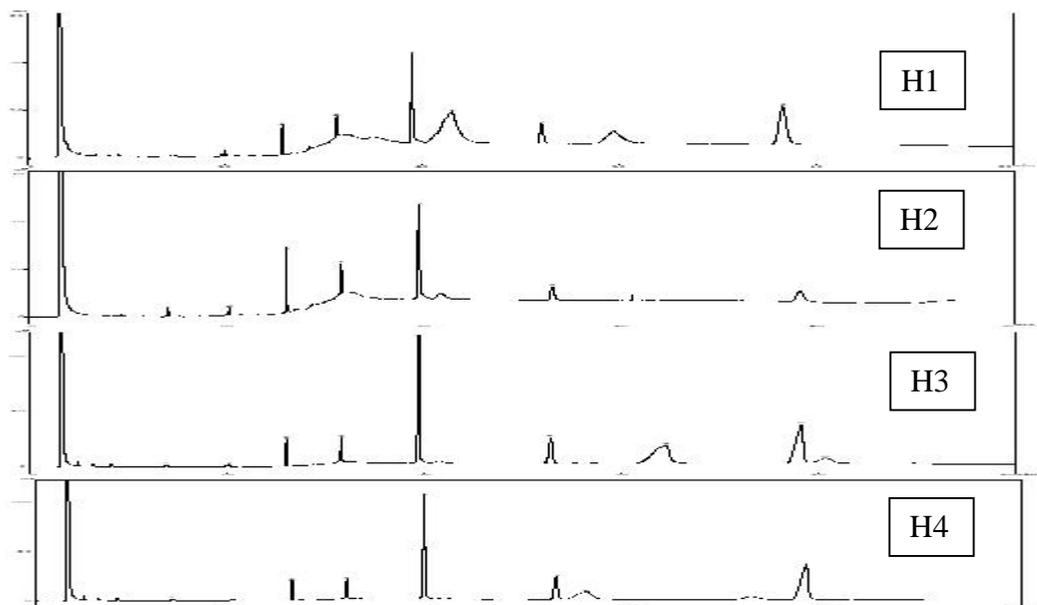
Berdasarkan hasil analisis GC, rasio minyak:metanol 6:1 waktu kontak 60 menit menggunakan katalis zeolit hasil sintesis (M1) menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 6,861; 10,033; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio minyak:metanol 6:1 (M2) maupun 3:1(M4). Dua puncak baru muncul pada rasio minyak:metanol 3:1 waktu kontak 60 menit (M3) 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.





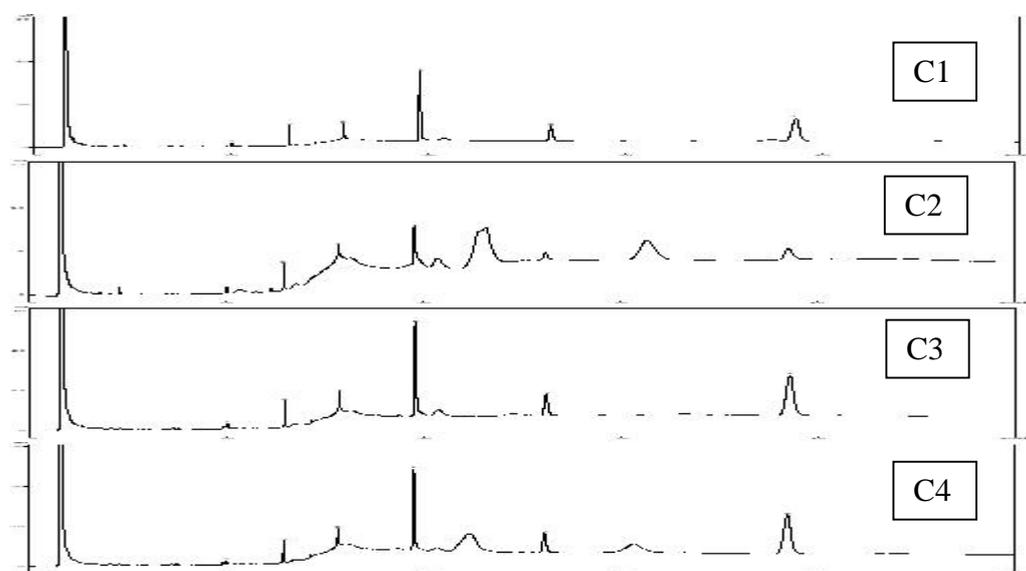
Gambar 5.8 Kromatogram produk konversi menggunakan katalis zeolit hasil sintesis (M)

Pada rasio minyak:metanol 6:1 waktu kontak 60 menit menggunakan katalis zeolit modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (H1) menghasilkan produk dengan waktu retensi ( $t_R$ ) 12,92; 15,67; 19,49; 21,58; 26,07; 38,32. Penggunaan katalis Zeolit H menyebabkan hilangnya puncak pada  $t_R$  6,68; 10,067 namun muncul puncak baru pada  $t_R$  21, 58. Kode H2 merupakan produk yang diperoleh dari reaksi minyak:metanol 6:1 waktu kontak 120 menit, H3 minyak:metanol 3:1 waktu kontak 60 menit dan H4 adalah minyak:metanol 3:1 waktu kontak 120 menit.



Gambar 5.9 Kromatogram produk konversii menggunakan katalis zeolit yang dimodifikasi  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (H)

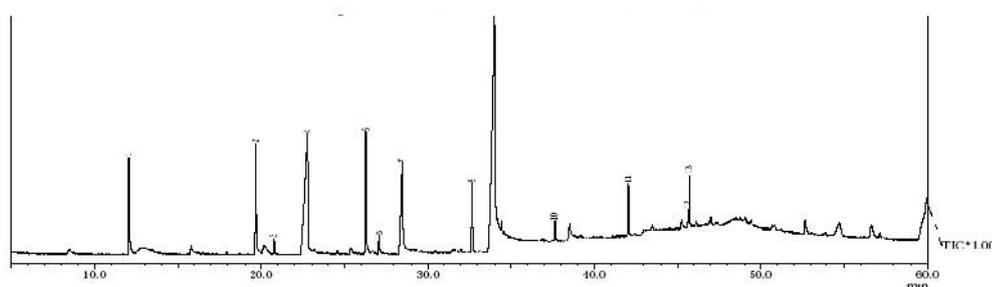
Pada rasio minyak:metanol 6:1 waktu kontak 60 menit menggunakan katalis zeolit modifikasi dengan  $\text{NiCl}_2$  (C1) menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit 10,033; 12,92; 15,73; 19,59; 26,25; 38,70. Kode C2 merupakan produk yang diperoleh dari reaksi minyak:metanol 6:1 waktu kontak 120 menit, C3 minyak:metanol 3:1 waktu kontak 60 menit dan C4 adalah minyak:metanol 3:1 waktu kontak 120 menit. Berdasarkan kemiripan pola kromatogram pada gambar 5.8, 5.9 dan 5.10 d maka dimungkinkan komponen penyusun produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai hampir sama.



Gambar 5.10 Kromatogram produk konversi menggunakan katalis yang dimodifikasi  $\text{NiCl}_2$  (C)

### 5.5.2. Karakterisasi dengan GCMS

Untuk mengetahui komponen penyusun produk digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada gambar 5.11. Pada gambar tersebut tampak masih banyak puncak yang muncul.

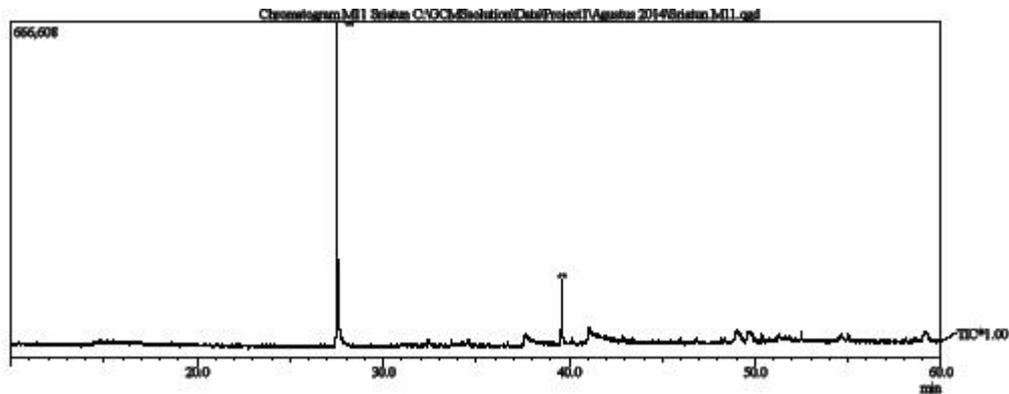


Gambar 5.11. Kromatogram produk konversi minyak:metanol 6:1

Tabel. 5.4. 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 merupakan produk samping.



Gambar 5.12 Kromatogram produk konversi minyak:metanol 1:6

### 5.5.3. Karakterisasi densitas, viskositas dan flash point

Densitas merupakan perbandingan massa cairan dan volumenya pada suhu tertentu. Menurut SNI densitas yang memenuhi standart adalah 850-890 Kg/m<sup>3</sup> atau 0,85-0,89 g/cm<sup>3</sup>. Hasil pengukuran densitas produk konversi (biodiesel) terdapat pada tabel. 5.5.

Tabel 5.5. Densitas produk konversi (biodiesel)

<b>Jenis Sampel</b>	<b>Densitas (suhu kamar) (g/cm<sup>3</sup>)</b>
M3	0,836
M4	0,833
H3	0,907
H4	0,837
C3	0,827
C4	0,837
M11	0,833

#### Viskositas

Viskositas merupakan bilangan yang menyatakan besarnya hambatan suatu cairan untuk mengalir. Semakin tinggi viskositasnya berarti cairan semakin kental dan semakin sulit mengalir.

#### Flash Point

Flash point/titik nyala merupakan suhu terendah dari suatu bahan cair untuk dapat terbakar jika pada permukaannya didekatkan nyala api. Informasi tentang titik nyala penting diketahui untuk tujuan keamanan, seberapa mudah bahan tersebut akan terbakar. Hasil pengukuran titik nyala metode Kohler untuk produk konversi minyak:methanol 6:1 menggunakan katalis zeolit adalah 106 °C, sedangkan pada produk konversi minyak:methanol 1:6 dengan katalis zeolit adalah 110°C. Sementara itu Standart Nasional Indonesia (SNI) menetapkan nilai titik nyala terendah biodiesel adalah 100°C.

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 7.1. KESIMPULAN

Dari hasil dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa:

- Karakter material hasil sintesis meliputi komponen penyusun, morfologi permukaan, keasaman, luas permukaan dan sifat termal material tidak berubah secara signifikan pada modifikasi  $\text{NH}_4\text{Cl}$  terhadap zeolit hasil sintesis, namun adanya modifikasi dengan  $\text{NiCl}_2$  mampu membuat karakter tersebut berubah sangat signifikan.
- Pada uji katalitik, penggunaan katalis zeolit hasil modifikasi dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  maupun  $\text{NiCl}_2$  pada rasio minyak:methanol 6:1 maupun 3:1 menyebabkan berkurangnya senyawa dengan tR rendah pada produk konversi, namun secara umum komponen senyawanya mirip. Pengaruh rasio minyak:methanol terhadap rendemen biodiesel adalah pada minyak:methanol 6:1 untuk waktu kontak 60 menit menghasilkan 3,8 % dan 4,5% untuk waktu kontak 120 menit, sedangkan pada perbandingan 3:1 diperoleh 16,25% (60 menit) dan 11,87% (120 menit). Akan tetapi pada rasio minyak:methanol 1:6 mampu meningkatkan rendemen biodiesel menjadi 85,51% .
- Densitas biodiesel rata-rata 0,82 – 0,83, titik nyala 106 dan 110°C.

#### 7.2 SARAN

Mengingat rendemen produk dari minyak:methanol 6:1 dan 3:1 terlalu kecil sedangkan pada minyak:methanol 1:3 bisa mencapai 85,51% namun methanol berlebih, maka perlu dilakukan *pretreatment* terhadap minyak goreng sisa pakai sebelum digunakan sebagai umpan dalam reaksi konversi. Selain itu perlu dikembangkan lebih lanjut variasi rasio minyak:methanol:katalis agar biodiesel yang diperoleh memenuhi dari segi kuantitas maupun kualitas.

## 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.
- 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, Surabaya.
- 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.
- Beck, J.S., Vartuli, C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C. T.W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., Mc Cullen, S.B., Higgins, J.B., Schlenker, J.L.A., 1992, A New family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Tempalte, *J. Am. Chem. Soc.*, 114, 10834-10843
- Boonamnuayvitaya, V., Tayamanon, C., Sae-ung, S., Tanthapanichakoon, W., 2006, Synthesis and Characterization of Porous Media Produced by A Sol-Gel Method, *Chemical Engineering Science*, 1686-1691
- Corma, A., Martinez, A., Martinez-Soria, V., Monton, J.B., 1995, Hydrocracking of Vacuum Gasoil on the Novel Mesoporous MCM-41 Aluminosilicates Catalysts, *J. Catal.* 153, 25-31.
- Davis, M., E., Lobo, R. F, 1992, Zeolite and Molecular Sieve Synthesis, *Chem. Matter*, 4, 756-768.
- Dessau, R.M., Schlenker, J.L., Higgins, J.B., 1990, Framework Topology of  $AlPO_4-8$ : The First 14-ring Molecular Sieve, *Zeolites*, 10, 522-527.
- Endalew Abebe K., Yohannes Kiros, Rolando Zanzi, 2011, Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils, *Biomass and Bioenergy*, 35 : 3787-3809.
- Estermann, M., Mccusker, L.B., Baerlocher, C., Merrouche, A., Kessler, H., 1991, A Synthetic Gallophosphate Molecular Sieves With a 20-tetrahedral Atom Pore Opening, *Nature*, 352, 320-323.
- Faghihian, H, dan Godazandeha, N, 2009, Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite, *Journal Porous Mater*, Vol 16, No.16, Hal.331-335
- Fessenden, R.J. and Fessenden J.S, 1992, Organic Chemistry, Wadsworth Inc., California
- 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).
- Holmberg, B.A., Wang, H., Yan, Y., 2004, High Silica Zeolite Y Nanocrystals by Dealumination and Direct Synthesis, *Microporous and Mesoporous Material*, 74, 189-198
- 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
- Kloestra, R.K., Van Bekkum, H., 1995, Base and Acid Catalysis by the Alkali Containing MCM-41 Mesoporous Molecular Sieves, *J. Chem. Soc, Chem. Commun*, 1005-1006.
- 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.
- Meier, W.M., Olson D.H., 1987, Atlas of Zeolites Structure Types: Butterworth-Heinemann: London.
- 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).
- Olson, D.H., 1970, A Reinvestigation of the Crystal Structure of The Zeolite Hidrated NaX, *Journal Phys. Chem.*, 74, 2758-2764.
- Pratama, L., Yoeswono, Triyono, Tahir, I., 2009, Effect of Temperature and Speed of Stirrer To Biodiesel Conversion From Coconut Oil with The Use of Palm Empty Fruit Bunches as A Heterogenous Catalyst, *Indo. J. Chem.*, 9 (1), 165-172
- Qoniah, I., Prasetyoko, D., 2011, Penggunaan Cangkang Bekicot Sebagai Katalis untuk Reaksi Transesterifikasi Refined Palm Oil, *Prosiding skripsi Semester Genap 2010/2011*.
- Schlenker, J.L., Rohrbaugh, W.,J., Chu, P., Valyoscik, E.W., Kokotailo, G., T., 1985, The Framework topology of ZSM-48: A High Silica Zeolite, *Zeolites*, 5, 355-356.
- 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.
- Sriatun, Aryanto, Y., Trisunaryati, W, 2002, Preparasi Katalis Ni-Zeolit Y untuk Hidrorengkah Fraksi Minyak Bumi Minas, *Prosiding Seminar Nasional UNNES-UNDIP*.
- Sriatun , 2005, Impregnasi Nikel Klorida pada Zeolit-Y sebagai Katalis Hidrorengkah Fraksi Minyak Bumi Minas. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Vol. VIII No. 3 Desember 2005*.

- Shirazi, L., Jamshidi, E., Ghasemi, M.R., 2008, The Effect of Si/Al Ratio of ZSM-5 Zeolite on its Morphology, Acidity and Crystal Size, *Cryst. Re. Technol.*, Vol. 43 (12), 1300-1306
- Van Koningsveld, H., Jansen, J., C., Van Bekkum, H., 1990, The Monoclinic Framework Structure of Zeolite H-ZSM-5 Comparison with the Orthorombic Framework of as Synthesised ZSM-5, *Zeolites*, 10, Pages 235-241.
- Vong, M.S.W., Bazin, N., dan Sermon, P.A., 2004, Chemical Modification of Silica Gels, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, Issue 1-3, 499-505.
- 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*
- [www.lpmjabar.go.id/2013/01/04, Doping](http://www.lpmjabar.go.id/2013/01/04/Doping) Hidrotalsit (Katalis Untuk Transesterifikas)/ Mochamad Zen
- [www.scribd.com/doc/47591245/Ampas](http://www.scribd.com/doc/47591245/Ampas) tebu/Syaiful Anwar (alumni TIP-FTP UB)
- lordbroken.wordpress.com./2010/01/14/pemanfaatan limbah pabrik gula/Rizky Kurnia W.
- <http://digilib.putra.ac.id/viewer>, php?page=1 submitx=0&submit.pdf

LAMPIRAN 1  
INSTRUMENTASI DAN DOKUMENTASI



Penguapan zeolit hasil modifikasi  $\text{NiCl}_2$  menggunakan hot plate



Peralatan refluks untuk reaksi transesterifikasi



Minyak goreng jelantah/sisa pakai



Minyak goreng jelantah/sisa pakai setelah pemanasan



Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 6:1 selama 60 menit



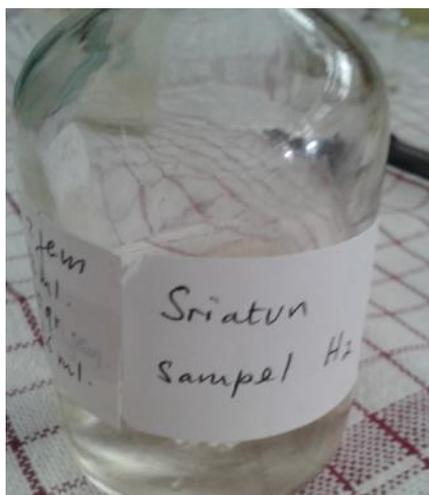
Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 6:1 selama 120 menit



Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 3:1 selama 60 menit



Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 3:1 selama 120 menit



Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 3:1 selama 120 menit



Produk transesterifikasi  
minyak:methanol 1:6 selama 120 menit

**LAMPIRAN 2**  
**PERSONALIA PENELITI**

**1. Ketua Peneliti**

**A. Identitas Diri**

1.	Nama Lengkap (dengan gelar)	: Sriatun, S.Si, M.Si
2.	Jenis Kelamin	: Perempuan
3.	Jabatan Fungsional	: Lektor
4.	NIP/NIK/Identitas lainnya	: 197103151997022001
5.	NIDN	: 0015037102
6.	Tempat dan Tanggal Lahir	: Ceper, 15 Maret 1971
7.	E-mail	: <a href="mailto:sriatun71@gmail.com">sriatun71@gmail.com</a>
8.	Nomer telepon/HP	: 02470127747/081228951971
9.	Alamat Kantor	: Jurusan Kimia/FSM UNDIP Jl. Prof. Soedarto, SH, Tembalang Semarang
10.	Telepon kantor/faks	: 02476480824
11.	Lulusan Yang telah dihasilkan	:S-1: 25    S-2: 0    S-3: 0
12.	Mata Kuliah Yang Diampu	1. Kimia Unsur
		2. Kimia Anorganik I
		3. Kimia Anorganik II
		4. Kimia Mineral
		5. Kimia Organologam
		6. Kimia Bioanorganik
		7. Kewirausahaan

**B. Riwayat Pendidikan**

Program	S1	S2	S3
Nama Perguruan Tinggi	Universitas Diponegoro	Universitas Gajah Mada	-
Bidang Ilmu	Kimia	Kimia Anorganik	-
Tahun Masuk – Lulus	1990 – Januari 1996	1998 – Oktober 2001	-
Judul Skripsi/Thesis/Desertasi	Isolasi Senyawa Sapogenin Steroid dari Buah Solanum Torvum Sw.	Pengaruh Jenis Senyawa Prekursor pada Pembuatan Katalis Ni/Zeolit Y untuk Hidrorengkah Fraksi Minyak Bumi Minas	-
Nama Pembimbing/Promotor	Dra. Meiny Suzery, M.S	Dr. Yateman Aryanto	-

### C. Pengalaman Penelitian 5 Tahun Terakhir

No.	Tahun	Judul Penelitian	Ketua/ Anggota	Pendanaan	
				Sumber	Jumlah (Juta Rp)
1.	2013	Pengembangan Katalis Heterogen Berbasis Silika Alumina dari Ampas tebu dan Aplikasinya pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai	Ketua	DIKTI	60
2.	2012	Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel Mesopori Menggunakan Surfaktan cetiltrimetilamonium dan Polietilenglikol	Ketua	DIPA Fakultas	10
3.	2012	Penelitian Tematik Fakultas "Upaya mengatasi Penyakit Demam Berdarah Dengue"	Anggota	DIPA Fakultas	20
4.	2009	Sintesis Katalis Mesopori MCM-41 dari Limbah Kaca Bekas Dan Aplikasinya Pada Hidrocracking Residu Minyak Bumi Menjadi Bensin	Ketua	DIKTI/DP2MP	35
4.	2007	Sintesis Katalis Mesopori Lempung Terpillar Nanosol Silika -Ni/Mo Dari Lempung Alam Untuk Konversi Batubara Menjadi Minyak Sintetis	Anggota	Kementrian  RISTEK	100

### D. Pengalaman Penulisan Artikel Ilmiah Dalam Jurnal (5 Tahun Terakhir)

No.	Judul Artikel	Penulis Utama/ Anggota	Nama Jurnal	Volume/ Nomer/Tahun
1.	Pengaruh pH dan Rasio Silika/ Surfaktan Pada Pembuatan Silika Sintetis	Penulis utama	Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. XIII, No.1, April 2010
2.	Pemanfaatan Limbah penyulingan Bunga kenanga Sebagai Kompos Dan Pengaruh Penambahan Zeolit Terhadap Ketersediaan Nitrogen Tanah	Penulis utama	Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. XIV No. 1 April 2009
3.	Modifikasi Zeolit Alam	Penulis	Jurnal Kimia Sains dan	Vol. XI,

	Dengan Ligan EDTA untuk Adsorpsi Ion Logam Pb <sup>2+</sup> dan Cd <sup>2+</sup>	Utama	Aplikasi ISSN 1410-8917	No. 3 Desember 2008
4.	Penggunaan Zeolit Alam Terdealuminasi Sebagai Adsorben Senyawa Aromatik	Penulis Utama	Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. VII, No. 1, April 2007

**E. Pemakalah Seminar Ilmiah (*Oral Presentation*) dalam 5 tahun terakhir**

No.	Nama Pertemuan Ilmiah/Seminar	Judul Artikel Ilmiah	Waktu dan Tempat
1.	Seminar Nasional Kimia UNDIP-UNNES-UNS	Pengaruh Penambahan Hexadecyltrimethylammonium (HDTMA) Pada Zeolit Alam Terdealuminasi Terhadap Kemampuan Adsorpsi Ion Cd (II) dan Pb(II)	22 November 2008 di Solo
2.	Seminar Nasional Himpunan Kimia Indonesia (HKI) Jateng	Pemanfaatan Sekam Padi Untuk Membuat Zeolit-Y : kajian Waktu Pemeraman	21 Maret 2009 Di Semarang
3.	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2009	Pembuatan Arang Aktif Tempurung Kelapa Sawit untuk Pemucatan Minyak Goreng Sisa Pakai	10 Oktober 2009 Di Semarang
4.	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2009	Adsorpsi limbah Cair Industri sarung Tenon Menggunakan Zeolit	10 Oktober 2009 Di Semarang
5.	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010	Pengaruh Metode Penambahan Alumunium pada Sintesis Material Silika Alumina	20 November 2010 Di Semarang
6.	Seminar Nasional Pendidikan Ilmu Pengetahuan Alam Bervisi SETS diselenggarakan oleh ICSI	Sintesis Silika Kristalin dari Limbah Kaca	30 April 2011 Di Semarang
7.	Seminar Nasional Pendidikan sains	Sintesis Katalis Berbasis Silika Alumina dari Bagasse	18 Januari 2014 di Surabaya

Semarang, November 2014  
Ketua Peneliti

Sriatun, M.Si  
NIP. 197103151997022001

## 2. Anggota peneliti 1

### A. Identitas Diri

1.	Nama Lengkap (dengan gelar)	: Dra. Taslimah, M.Si
2.	Jenis Kelamin	: Perempuan
3.	Jabatan Fungsional	: Lektor Kepala
4.	NIP/NIK/Identitas lainnya	: 195607091987032001
5.	NIDN	: 0009075602
6.	Tempat dan Tanggal Lahir	: Salatiga, 09 Juli 1956
7.	E-mail	: <a href="mailto:taslimah@undip.ac.id">taslimah@undip.ac.id</a>
8.	Nomer telepon/HP	: 02476482472/081575327865
9.	Alamat Kantor	: Jurusan Kimia/FSM UNDIP Jl. Prof. Soedarto, SH, Tembalang Semarang
10.	Telepon kantor/faks	: 02476480824
11.	Lulusan Yang telah dihasilkan	:S-1: 50 S-2: 0 S-3: 0
12.	Mata Kuliah Yang Diampu	1. Kimia Anorganik II
		2. Kimia Anorganik III
		3. Kimia Dasar
		4. Material Anorganik
		5. Kimia Organologam
		6. Geokimia
		7. Elusidasi Struktur Senyawa Anorganik

### B. Riwayat Pendidikan

Program	S1	S2	S3
Nama Perguruan Tinggi	Universitas Gadjah Mada	Universitas Gadjah Mada	-
Bidang Ilmu	Kimia	Kimia	
Tahun Masuk – Lulus	1976 – 1984	1992 – 1996	
Judul Skripsi/Tesis/Disertasi	Mempelajari Fungsi Termodinamik Sel : $Pb_{(p)} H_2SO_{4(aq)} PbO_{2(p)}$	Kajian Substitusi Isomorfis Pada Abu Layang	
Nama Pembimbing/Promotor	Ir.H.R.A.SahirulAlim, MSc. Drs. Djaka Sasmita	Dr. Yateman Aryanto Dr. Bambang Rusdiarso, DEA	

### C. Pengalaman Penelitian 5 Tahun Terakhir

No	Tahun	Judul Penelitian	Pendanaan	
			Sumber	Jumlah (Juta Rp)
1	2010	Pengaruh Jenis Surfaktan Terhadap Porositas Sukrosa Terkarbonasi	HIBAH JURUSAN	5
2	2011	Pirolisis Limbah Sagu	DIPA MIPA	100

**D. Pengalaman Penulisan Artikel Ilmiah dalam Jurnal (5 Tahun Terakhir)**

No.	Judul	Nama Jurnal	Volume/Nomor/ Tahun
1	Pilarisasi Lempung Dengan $Al_2O_3$ Untuk Agen Pemucat Minyak Sawit	Jurnal Sains Dan Aplikasi, ISSN: 1410-8917	Vol. 11 No. 3, Desember 2008.
2	Pengaruh pH Dan Rasio Silika -Surfaktan Pada Pembuatan Silika Sintetis.	Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi. ISSN 1410-8898917	Vol. XII, No. 1, April 2010.

**E. Pemakalah Seminar Ilmiah (Oral Presentation) dalam 5 Tahun Terakhir**

No.	Nama Pertemuan Ilmiah/Seminar	Judul Artikel Ilmiah	Waktu dan Tempat
1	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pengaruh Suhu Terhadap Serangan Sulfat Pada Beton Semen Klas G-Abu Layang	2006 di Semarang
2	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pengaruh Penambahan Hexadecyltrimethylammonium (HDTMA) Pada Zeolit Alam Terhadap Kemampuan Adsorpsi Ion. $Cd^{2+}$ Dan $Pb^{2+}$	2008 di Solo
3	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pengaruh Penambahan Air Pada Sintesis Silika Gel Dari Tetraetilortosilikat.	2008 di Solo
4	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering Pada Konduktifitas Elektrolit Padat Sistem $Bi_2O_3.CaO$	2007 di Semarang
5	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pemanfaatan Kaca Bekas Sebagai Sumber Silika Dalam Pembuatan Silika Gel.	2007 di Semarang
6	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Adsorpsi Limbah Cair Industri Sarung Tenon Menggunakan Zeolit.	2009 di Semarang
7	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pembuatan Arang Aktif Tempurung Kelapa Sawit Untuk Pemucatan Minyak Goreng Sisa Pakai	2009 di Semarang
8	Seminar Nasional Kimia Bervisi Sets oleh HKI Jawa Tengah	Pengaruh Penambahan Ammonium Karbonat Pada Sintesis Silika gel Dari Abu Sekam Padi.	2009 di Semarang
10	Seminar Nasional Kimia Bervisi Sets oleh HKI Jawa Tengah	Pengaruh Penambahan Ammonium Karbonat Pada Sintesis Silika gel Dari Abu Sekam Padi.	2009 di Semarang
11	Seminar Nasional Kimia	Sintesis Silika gel Termodifikasi	2010 di Semarang

	dan Pendidikan Kimia	Gugus Mercaptobenzotiazol Dengan Gugus Penghubung - Glycidoxypropyltrimethoxysilan	
13	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Pengaruh Jenis Surfaktan Terhadap Porositas Sukrosa Terkarbonasi	2011 di Solo

Semarang, November 2014  
Anggota I

Dra. Taslimah, M.Si  
NIP. 195607091987032001

### 3. Anggota Peneliti 2

#### A. Identitas Diri

1.	Nama Lengkap (dengan gelar)	: Dra. Linda Suyati, M.Si
2.	Jenis Kelamin	: Perempuan
3.	Jabatan Fungsional	: Lektor
4.	NIP/NIK/Identitas lainnya	: 196401151993032002
5.	NIDN	: 0015016406
6.	Tempat dan Tanggal Lahir	: Mojokerto/ 15 Januari 1964
7.	E-mail	: <a href="mailto:linda_suyati@yahoo.com">linda_suyati@yahoo.com</a>
8.	Nomer telepon/HP	: 0815 78970436
9.	Alamat Kantor	: Jurusan Kimia/FSM UNDIP Jl. Prof. Soedarto, SH, Tembalang Semarang
10.	Telepon kantor/faks	: 02476480824
11.	Lulusan Yang telah dihasilkan	:S-1: S-2: 0 S-3: 0
12.	Mata Kuliah Yang Diampu	1. Kimia Fisik I
		2. Termodinamika Kimia
		3. Elektrokimia
		4. Eksplorasi Energi
		5. Energitika Kimia
		6. Kimia dasar

#### B. Riwayat Pendidikan

Program	S 1	S 2	S 3
Perguruan Tinggi	UGM- Yogyakarta	UGM-Yogyakarta	-
Bidang Ilmu	Kimia	Kimia Fisik	-
Tahun Masuk - Lulus	1983 – 1990	1997 – 2000	-
Judul Skripsi/Thesis/ Desertasi	Pembuatan Minyak Kelapa dengan Biji Asam Memakai Metode Kering	Kinetika Reaksi Pirolisis Ter Batubara dengan Katalis Nikel/Zeolit	-
Nama Pembimbing/Promotor	Prof. Dr. Bambang Setiaji	Prof. Dr. Bambang Setiaji	-

#### C. Pengalaman Penelitian (5 tahun terakhir)

No	Judul Penelitian	Pendanaan	
		Sumber	Jumlah (Juta Rp)
1	Profil Produk Cair Pirolisis Ampas Singkong Tanpa Katalis Dan Dengan Katalis	Indofood Nugraha	10
2	Efek KOH terhadap Rendemen MgOH pada Elektrolisis Sistem C KOH  MgSO <sub>4</sub> , KCl C	Mandiri	2,5
3	Efek Natrium Hidroksida terhadap Rendemen magnesium Hidroksida pada Elektrolisis Sistem C NaOH  MgSO <sub>4</sub> , NaCl C	Mandiri	2,5
4	Pembuatan Elektrolit Padat NaMn <sub>2-x</sub> Mg <sub>x</sub> O <sub>4</sub> , dengan Variasi Konsentrasi Larutan Natrium	Mandiri	2,5
5	Konversi Kulit Biji Jambu Mete dengan Katalis Zeolit Alam menjadi Fraksi Gasolin	Mandiri	2,5

**D. Pengalaman Penulisan Artikel Ilmiah dalam Jurnal (5 tahun terakhir)**

No	Judul Artikel	Nama Jurnal	Volume/Nomor/Tahun
1	Pengendalian Korosi baja dalam Air Laut dengan Natrium Kromat	Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Desember 2011
2	Pembuatan Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dan Karakter Konduktivitasnya	Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. 8 No. 2 Agustus 2010
3	Perengkahan Ter sabut Kelapa Menggunakan Katalis Ni/Zeolit	Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. 8 No. 1 April 2010
4	Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Ni/Z untuk Perengkahan Produk Cair Hasil Pirolisis Sekam Padi	Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi ISSN 1410-8917	Vol. 8 No. 1 April 2010

**E. Pengalaman Seminar Ilmiah (*oral Presentation*) dalam 5 tahun terakhir**

No.	Nama pertemuan Ilmiah/Seminar	Judul Artikel Ilmiah	Waktu dan Tempat
1.	Seminar Nasional Kimia dan pendidikan Kimia	Profil Produk Cair Hasil Pirolisis Ampas Singkong dengan Katalis & Tanpa Katalis	22 Nopember 2008 Di Solo
2.	Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses	Perengkahan Produk Cair Hasil Pirolisis Sabut Kelapa Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Pada Suhu 400°C	13-14 Agustus 2008, Fakultas Teknik UNDIP Semarang
3.	Seminar Nasional Kimia dan pendidikan Kimia	Perengkahan Produk Cair Hasil Pirolisis Sabut Kelapa Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Pada Suhu 400°C	10 Oktober 2009 Di Semarang
4.	Seminar Nasional HKI ,	Pengambilan Kembali Perak Buangan Berdasarkan Metode Reduksi Kimiawi	2010 di Semarang
5.	Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia	Studi Kinetika Reaksi Perengkahan Ter Batu Bara Tanpa Katalis	20 Nov 2010 di Semarang
6.	Seminar Nasional Kimian Berbasis SETS,	Pembuatan dan Karakterisasi Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan FTIR , XRD	2011 di Semarang

Semarang, November 2014  
Anggota II

Dra. Linda Suyati, M.Si.  
NIP. 196401151993032002

### **LAMPIRAN 3**

#### **PUBLIKASI DALAM SEMINAR DAN JURNAL**

- 1. ARTICLE OF INTERNATIONAL SEMINAR “9<sup>TH</sup> JOINT CONFERENCE OF CHEMISTRY”**
- 2. ARTIKEL UNTUK JURNAL NASIONAL TERAKREDITASI “JURNAL TEKNOLOGI INDUSTRI PERTANIAN”**

# MODIFICATION OF SYNTHETIC ZEOLITE FROM BAGASSE ASH AND THEIR CHARACTERIZATION

Sriatun<sup>1</sup>, Taslimah<sup>1</sup>, Linda Suyati<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) Chemistry Departement, Sains and Mathematic Faculty, Diponegoro University  
[sriatun71@gmail.com](mailto:sriatun71@gmail.com)

## ABSTARCT

*The modification used  $\text{NH}_4\text{Cl}$  and  $\text{NiCl}_2$  salts to synthetic zeolite as a product of synthesis bagasse ash has been done. Several characterizations such as X-ray diffractometer and FTIR were done on the product of synthesis, whereas XRF and DTA-TGA were done on the product of modification. The FTIR spectra shows the product synthesis has main peaks of finger print of zeolite, meanwhile from the XRD pattern shows sharp peak which high intensity which means the sample has crystalline structure. The XRF analysis shows that modification by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  only slightly reduced of Silica, but modification by  $\text{NiCl}_2$  could reduced about 26 % of Si. From DTA datas has known that has been a shift of endotermic zona from 104.3 -16.6°C to be 62.2-142.0°C on modification by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  and 39.3-106.8°C by  $\text{NiCl}_2$  respectively. The TGA shows that overall of product synthesis and modification have thermal stability at temperature above 320°C.*

*Key words: modification, synthetic zeolite, Bagasse, Characterization*

## INTRODUCTION

Milling process of sugar cane to obtain molasses always leave about 35-40% of bagasse (Indriani and Sumiarsih in Anwar, 2012) or 32 % (P3GI, 2008). Meanwhile it has known that ash of bagasse contains high silika. Based on result's Hanafi and Nandang (2010), the content of silika on bagasse ash was 64,5 %, whereas in research's Aida (2010) was 70,9%. Both of them were considered as a proper potential to upgrade of the economic value of bagasse ash. It means the bagasse ash were converted to be synthetic zeolite that more useful.

Researches about synthesis of material were carried out such as Kondrashova et al (2010) have synthesized  $\text{SiO}_2$  synthetic which tetra ortho silicate as a source of silica and cethyltrimethylammonium bromide as a pore directing agent. The process of synthesis was conducted on various of heating time, they were 3, 24 and 48 hours. Ertan et al (2009) done production of  $\text{SiO}_2$  used sodium silicate as a source of silica, cethyltrimethylammonium bromide as a pore directing agent and heating time 6, 24, 72 hours. Wijayanti and Ediati (2010) had synthesized MCM-41, Khan et al (2010) had synthesized Zeolite-A. Utchariyajit et al (2010) had synthesized SAPO-5 with silica powder as source of Si, and  $\text{Al}(\text{OH})_3$  as source of Al, triethylammine surfactant as pore forming agent.

In this research has been done synthesise zeolite used bagasse ash as source of silica. It needs basic condition in synthesis process to obtain the material target, that pH of solution must be higher than 10 by used NaOH solution. This caused the product contained high sodium. For increasing the quality of product it was needed to modification used salt. Ammonium chloride

was selected because (1) it was easy to replace sodium ion, (2) if ammonium was heated on more than 350°C so it would be decomposed to be ammonia gas and H<sup>+</sup> ion. Exactly, this formation gave a benefit because the acidity will be increase. The adding of NiCl<sub>2</sub> salt into zeolite product also increasing the acidity of zeolite.

## **EXPERIMENTAL AND METHODS**

### **Synthesis of zeolite from bagasse ash**

Bagasse which originating from sugar factory was dried then burned until the charcoal was formed. Furthermore the charcoal was calcined for 4 hours at 700°C. Amount of 96 grams of ash measuring 100 mesh was reacted with NaOH 6 M. If the mixture was filtered, so the filtrate was sodium silicate solution. The next step, sodium silicate was reacted with sodium aluminate. The volume ratio between sodium silicate and sodium aluminate was 1:1. The mixture was rapidly stirred at room temperature until gelatinous materials were formed. Furthermore gelatinous materials were heated at 100°C during 3 days. The obtained product was dried and characterized by FTIR and XRD.

### **Modification on synthesized zeolite by NH<sub>4</sub>Cl dan NiCl<sub>2</sub>**

There were two modification procedures to synthesized zeolite (1) synthetic zeolite was added NH<sub>4</sub>Cl 2 M then shaken for 24 hours, filtered and dried, the last procedur for this step was calcined at 350°C to remove NH<sub>3</sub> gas so only H<sup>+</sup> which remains in modified materials. (2) Synthesized zeolite was added NiCl<sub>2</sub> 10% used impregnation method. The mixture was shaken for 24 hours at room temperature, solvent was evaporated, then the modified materials were dried and calcined at 500°C, so NiO or Ni would be formed. Finally, the properties of modified materials were characterized by XRF, SEM, BET and DTA-TGA.

## **RESULT AND DISCUSSION**

The using of NaOH on silica extraction process from bagasse ash was caused in bagasse ash containing some of metals oxide, meanwhile NaOH more selective to silica. Aqueous solution of NaOH was also used on preparation of sodium aluminate. The high of concentration of NaOH making the degree of acidic of solution system high too. This condition proper to zeolite synthesis process because Si<sub>4</sub>O<sub>8</sub>(OH)<sub>4</sub><sup>4-</sup> and Al(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup> anions will be exist in solution. Anions will interacted and formed silica alumina polymer as a zeolite material. So they have important role play on rate and growth of crystal nuclei (Hamdan, 1992).

FTIR spectra showed that Si-O-Al or Si-O-Si framework has been formed at wavenumber 992 cm<sup>-1</sup>. It is an asymmetric stretching vibration. The following peaks are symmetric stretching vibration at 663 cm<sup>-1</sup>, double ring at 562 cm<sup>-1</sup>, bending vibration of T-O at 441 cm<sup>-1</sup>, and may pore opening.

Based on XRD data, it was known that the obtained product has crystalline structure. This was showed by the peaks that high intensity. It could also observed that the main peaks at  $2\theta = 24.58$ ; 14.11 and 31.91 which have an intensity 23110 counts, 18470 counts and 17276 counts respectively.

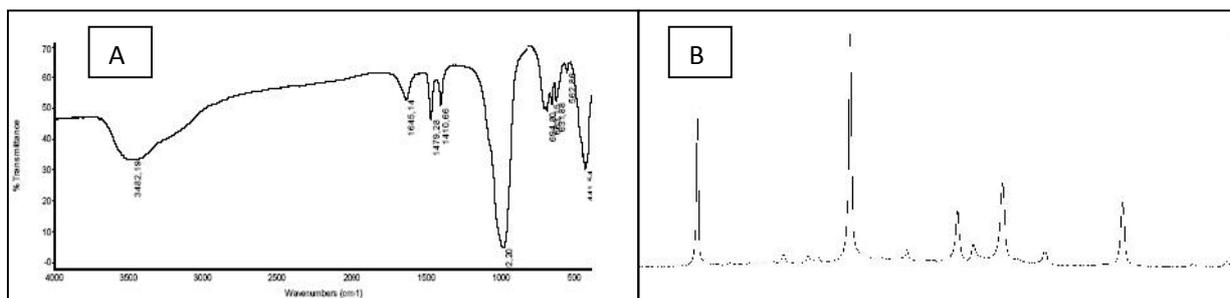


Figure 1. Characterization of synthesized zeolite (A) FTIR spectra (B) XRD diffractogram

### Modification of synthesized zeolite by $\text{NH}_4\text{Cl}$

Modification process aims to substitute for  $\text{Na}^+$  ion by  $\text{NH}_4^+$  in synthesized zeolite. Actually substitution could occur on some other cations, so not only  $\text{Na}^+$  ion. Ammonium ion ( $\text{NH}_4^+$ ) was selected as a cation exchange to  $\text{Na}^+$  because it has high selectivity  $\text{NH}_4 > \text{Ag} > \text{Ba} > \text{Na} > \text{Sr} > \text{Ca} > \text{Li} > \text{Cu}$  (Tsitsishvili et al, 1992). In addition, in synthesized zeolite  $\text{NH}_4^+$  easy to form acidic zeolite (H-zeolite) because heating at  $350^\circ\text{C}$   $\text{NH}_4^+$  was decomposed and released  $\text{NH}_3$  gas so it formed H-zeolite. Physically, there were not any changing on both of color and texture of synthesized and modified zeolite.

### Modification of synthesized zeolite by $\text{NiCl}_2$

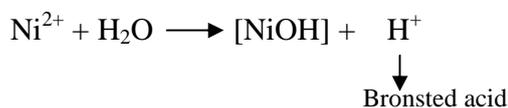
This process used  $\text{NiCl}_2$  as a precursor, because it was known that  $\text{NiCl}_2$  has transesterification catalytic activity. The  $\text{NiCl}_2$  precursor was loaded into synthesized zeolite by the way impregnation method. This way was expected more effectively and there should be no wasted of  $\text{NiCl}_2$ . The concentration of precursor solution was 10%. We could observed that white color of synthesized zeolite has been changed to light blue color on modified zeolite by  $\text{NiCl}_2$ .

The increasing of amount of  $\text{NiCl}_2$  which was loaded into surface of supported materials/synthesized zeolite, so the surface area of materials would also increased. The large of surface area has an important role in raising the catalytic activity.

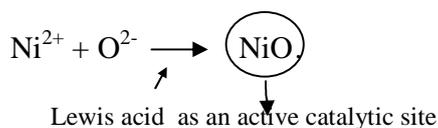
The formation of NiO crystals from solution containing  $\text{Ni}^{2+}$  ion covers several stages. First, dissolving the  $\text{NiCl}_2$  crystal into the aquadest causing the occurrence of hydrolysis of  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .



Hydrolysis reaction of  $\text{Ni}^{2+}$  ion would generated active catalytic site as a Bronsted acid.



The next step was the conversion  $\text{Ni}^{2+}$  to be NiO by heating process. We consider that the calcination temperature at  $450^\circ\text{C}$  spurred the forming of covalent bonding between Ni and O. Nickel has empty d orbital that very potential as active catalytic site.



### Characterization modified zeolite by XRF

This characterization aims to know the elements/components containing in a material. Characterization was also done to baggase ash as starting material. Below is a table of the constituent components of synthesized and modified zeolite.

Table 1 Constituent components of synthesized and modified zeolite

Component (%)	Type of Materials			
	Ash	Zeolite before modification	Modified Zeolite by $\text{NH}_4\text{Cl}$	Modified Zeolite by $\text{NiCl}_2$
Si	27.7	44.1	43.0	17.3
Al	0	26.2	25.9	14
P	3.1	1.1	0.77	0.2
K	28.9	2.1	2.2	0.41
Ca	20.1	3.59	3.49	0.66
Ti	0.64	0.45	0.4	0.077
Mn	2.35	0.15	0.14	-
Fe	10.0	0.85	0.83	0.29
Ni	1.99	3.55	2.99	58.35

From table 1 is known that ash from baggase contains 27.7 % of silica without alumina, 28.9% K as alkali components, 20.1% Ca as earth alkali component and 10% Fe, 2.35% Mn as other components. Therefore the ash from baggase can be used as a source of silica in synthesis silica alumina material like zeolite. The ratio of Si/Al of synthesized zeolite was 1,67. In this material another component such as K, Ca and Fe decline significantly. This indicate that in the process of extraction of silica, only a few of those components which involved in extraction by NaOH. It means the using of NaOH as an extraction agent exactly effective.

The modification by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  2 M on synthesized zeolite gave H-zeolite, however the constituent component only slightly changing, so that's why the ratio of Si/Al appears constant. In spite, the striking changes was observed when modification by  $\text{NiCl}_2$ , synthesized zeolite to be Ni-zeolite. The content of Si and Al reduced to 17.3% and 14%, but percentage of Ni increases to 58.35%, whereas content of other component decline. The high of nickel content in Ni-zeolite indicated that loading process of  $\text{NiCl}_2$  precursor is effective.

### Characterization of modified zeolite by SEM

This characterization aims to know the morphology of material surface, shape and size homogeneity. Figure 1 shows morphology material surface synthesized zeolite, H-zeolite and Ni-zeolite. The shape and size of composing particles in synthesized zeolite have similarity to H-zeolite. Diameter of particle approximately 1.5  $\mu\text{m}$ . However, in H-zeolite more homogenous because there's only a few of the small square particles and there is a lot more empty space. It means the treatment synthesized zeolite by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  could created a more homogenous.

In the meantime, it seems clear that there is a fine grains on the surface of Ni-zeolite material. It was suspected as nickel oxide/nickel which supported into synthesized zeolite. In additional, the size of particles increased to approximately 2  $\mu\text{m}$ .

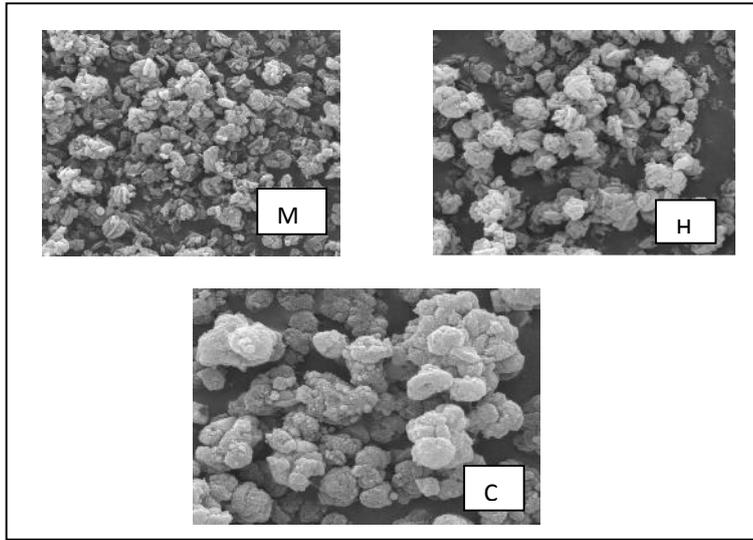


Figure 2 SEM photographs at magnitude 20.000 x (M) synthesized zeolite/before modification, (H) Modified zeolite by  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , (C) Modified zeolite by  $\text{NiCl}_2$

### Characterization of modified zeolite by BET surface Area Analyzer

Characterization by BET aims to establish of pore size, pore volume and surface area a solid materials. Beside that, we could know the differences in material porosity before and after modification process.

Table. 2 Surface area, pore volume and pore radius of synthesized and modified zeolite

Material	Synthesized Zeolite (before modification)	Modified Zeolite by $\text{NH}_4\text{Cl}$	Modified Zeolite by $\text{NiCl}_2$
Surface area ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	13.5	17.15	116.99
Pore volume ( $\text{cc}/\text{g}$ )	$5.1 \times 10^{-3}$	$6.48 \times 10^{-3}$	$4.6 \times 10^{-2}$
Pore radius Size ( $\text{A}^\circ$ )	1.8	1.8	1.83

Table 2 shows that the increasing of surface area after modification process by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  and  $\text{NiCl}_2$ . The raising 9 times was happened on modified zeolite by  $\text{NiCl}_2$  because a lot of NiO crystal addhered on the surface of particles. This result relevan with SEM photo where there is other smaller particles on the surface particles.

Average pore radius of synthesized and modified zeolite were not change, they were about  $1,8^\circ\text{A}$ . The pore volume of Ni-zeolite was decline slightly, it is thought to be due to NiO was accumulated on pore/channel and covered up of the surface of pore, or it might be occured agglomeration.

### Characterization of Modified Zeolite by DTA-TGA (*Differential Thermal Analysis - Thermogravimetri Analysis*)

The purpose of this characterization to know thermal property and phasa changing a material as an effect of enthalpy changing. The material would be decomposed if it was heated at high temperature. Decomposition of material was observed as DTA curve. That is a temperature

function which plotted versus time. Consider that decomposition reaction is affected by other species, the ratio of size and volume, matter composition (Bukit, 2012)

Thermogravimetric analysis (TGA) to determine the thermal stability and fraction of volatile components by the way calculated the weight changing that correlated with temperature changing. Some properties of thermogravimetri are (1) horizontal part/flat indicated no weight changing (2) wrapped part indicated loss weight.

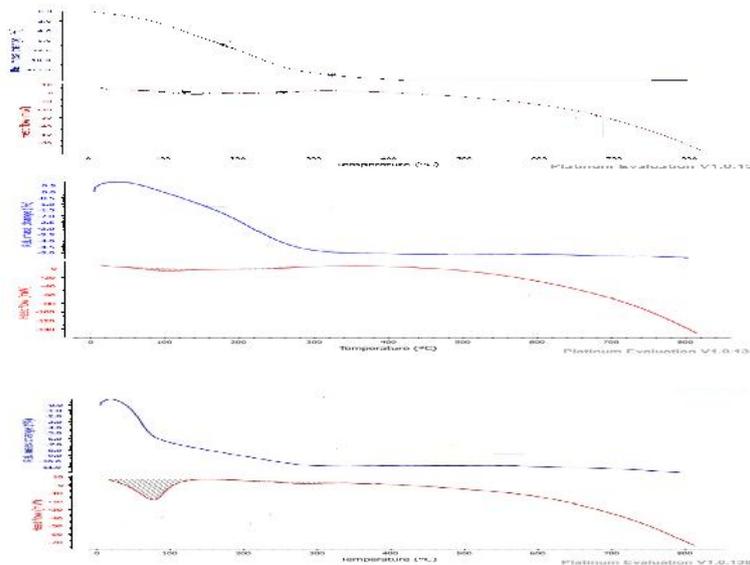


Figure 3. DTA-TGA curve (A) synthesized zeolite (B) Modified zeolite by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (C) Modified Zeolite by  $\text{NiCl}_2$

From DTA data in figure 3, modification treatment has been replaced endothermic region from  $104.3 - 165.6^\circ\text{C}$  to be  $62.2-142.0^\circ\text{C}$  by  $\text{NH}_4\text{Cl}$  and  $39.3-106.8^\circ\text{C}$  by  $\text{NiCl}_2$ . Furthermore thermogram TGA shows all of synthesized and modified product had thermal stability at  $320^\circ\text{C}$  or more.

## CONCLUSION

Based upon results and discussion, we got any conclusion that modification used  $\text{NH}_4\text{Cl}$  and  $\text{NiCl}_2$  salt could improved the properties/characters of synthesized zeolite. This characters included content of constituent component, performance of surface, surface area and thermal stability. The characters just a slightly increased if used  $\text{NH}_4\text{Cl}$  but very tangible on using  $\text{NiCl}_2$ .

## ACKNOWLEDGEMENT

This research is financially supported by DITLITABMAS DIKTI

## REFERENCES

Aida N., Dewanti L., 2010, Pembuatan Silika Gel Dari Abu Ampas Tebu Dengan Proses Ekstraksi Basa ( $\text{NaOH}$ ) dan Sol Gel, D3 Teknik Kimia Institut Teknologi Surabaya, Surabaya.

- Boonamnuayvitaya V., Tayamaron C., Sae-ung S., Tanthapanichakoon W., 2006, Synthesis and Characterization of Porous Media Produced by a Sol-Gel Method, *Chemical Engineering Science*, Vol. 61, 1686-1691.
- Bukit, N., 2012, Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene Reinforced by Calcined and Uncalcined Zeolite, *Makara*, Vol. 16, No.2, 121-128.
- Hanafi, A., Nandang, A., 2010, Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik, *Jurnal Kimia Indonesia*, 5 (1), 35-38
- Khan, A., Arafat, S., Reza, M., Razzaque, S., and Alam, M., 2010, Lynde Type-A Zeolite Synthesis And Effect Of Crystallization On Its Surface Acidity, *Indian Journal Of Chemical Technology*, Vol.17, 303-308
- Kondrashova, N.B, Lebedeva, I.I., Saenko, E.V., and Val'tsifer V.A., 2010, Influence Of the Temperature-Time Conditions on the Textural And Structural Properties Of Mesoporous Silicon Dioxide Synthesized In An Ammonia-Alcohol Medium, *J. App. Chem* Vol. 83 No. 8, 1425-1428
- Utchariyajit, K., and Wongkasemjit, S., 2010, Effect Of Synthesis Parameters On Mesoporous SAPO-5 With AFI-type Formation Via Microwave Radiation Using Alumatrane And Silatrane Precursors, *Microporous And Mesoporous Materials*, 116-123
- Wiyanti, N.D., dan Ediati, R., 2010, Sintesis MCM-41 Menggunakan Sumber Silika Dari Abu Layang Batubara PT. IPMOMI PAITON Dengan Variasi Komposisi Dan Waktu Hidrotermal, *Prosiding Skripsi*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Yoon, S.S., Son, W.J, Biswas, K., and Ahn, S.W., 2008, Synthesis of Periodic Mesoporous Organosilica by Microwave Heating, *Bull. Korean Chem. Soc.* 2008, Vol. 29, No. 3., 609-614

[www.scribd.com/doc/47591245/Ampas/2012 tebu/Syaiful Anwar \(alumni TIP-FTP UB\)](http://www.scribd.com/doc/47591245/Ampas/2012%20tebu/Syaiful%20Anwar%20(alumni%20TIP-FTP%20UB))

# 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

Sriatun<sup>1</sup>, Taslimah<sup>1</sup>, Linda Suyati<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro

Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang Semarang 50275

e-mail: [sriatun71@gmail.com](mailto: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 5,73.10<sup>-3</sup> cc/g dan luas permukaan 1,457.10<sup>5</sup> cm<sup>2</sup>/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  $\text{SiO}_2$  71%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  1,9%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  7,8%,  $\text{CaO}$  3,4%,  $\text{MgO}$  0,3%,  $\text{K}_2\text{O}$  8,2%,  $\text{P}_2\text{O}_5$  3,0% dan  $\text{MnO}$  0,2%. Kadar komponen tersebut dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya. Kadar  $\text{SiO}_2$  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 sintesis (zeolit). Zeolit sintesis 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  $20 \text{ \AA}$ .

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), CH<sub>3</sub>ONa 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 reflux 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**

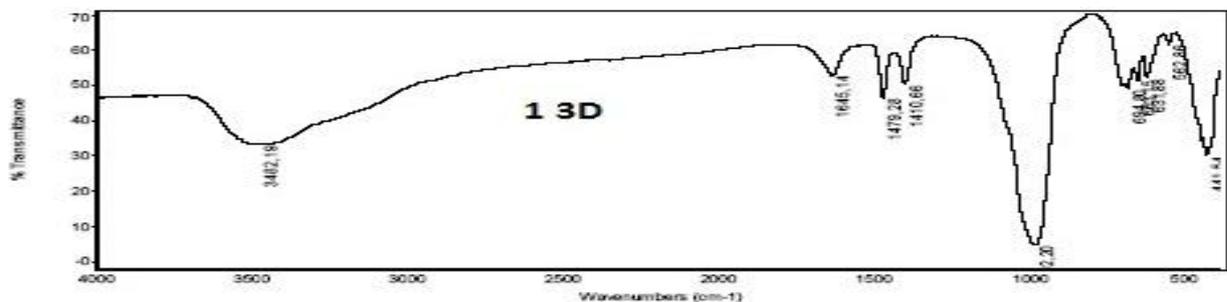
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta

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 ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ) dan aluminat ( $\text{AlO}_4^{5-}$ ) 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

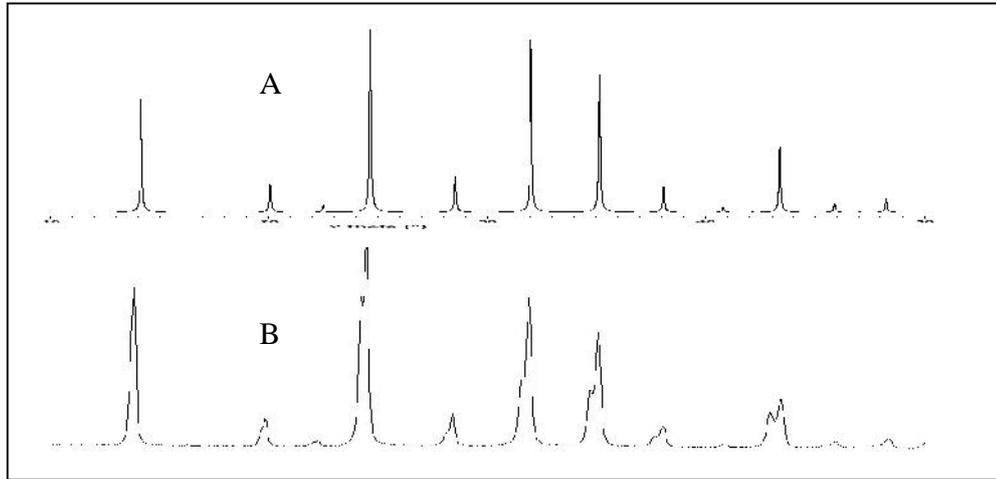
Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang  $992\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya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



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse

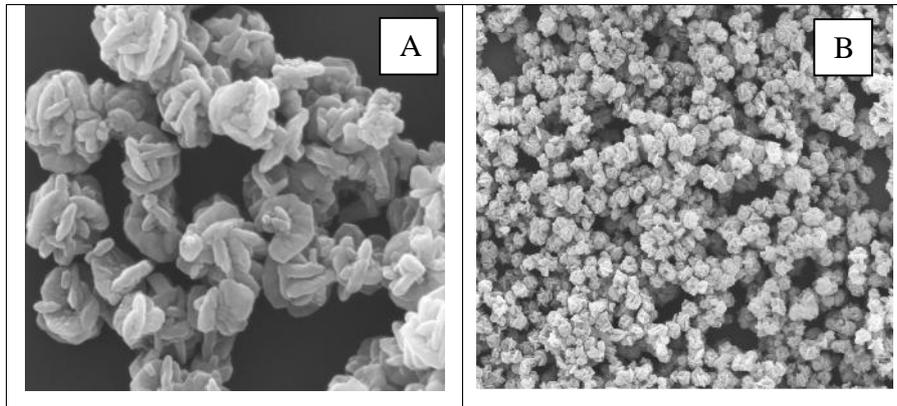
Berdasarkan hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse memberikan puncak utama pada  $2\theta = 24,58 ; 14,11$  dan  $31,91$  dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan 17276 counts. Pola difraktogram dibandingkan dengan data pada 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  $1,457 \cdot 10^5$  cm<sup>2</sup>/g. Luas permukaan ini merupakan berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi.



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

### **Karakterisasi Produk Reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel**

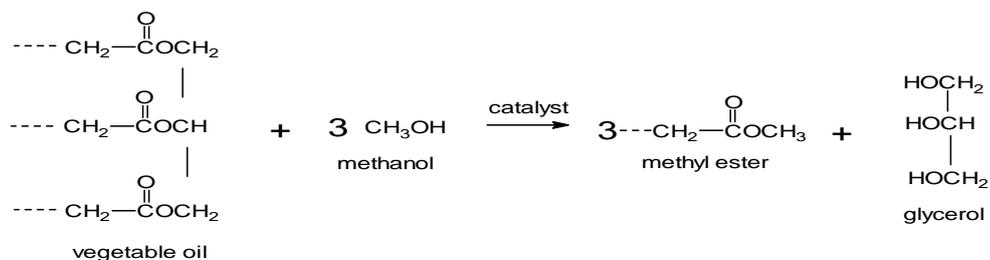
Dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng, ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, (Erliza, dkk, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat 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.

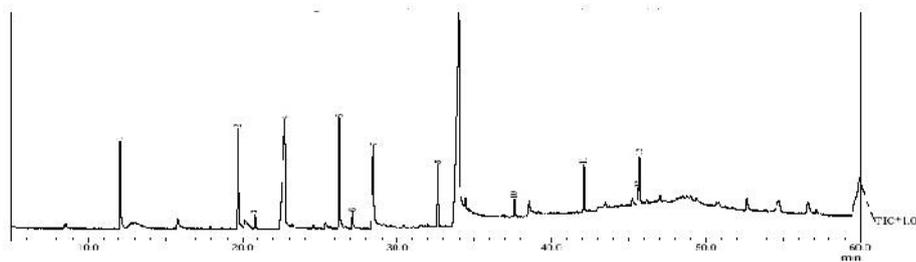


Gambar 4. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metal ester)

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, dekanoat dan dodekanoat)
3	20,793	0,72	Metil oktanoat /metil kaprilat(MES)
6	27,116	0,9	Metil dekanoat/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. Asam lemak tersebut adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam dekanoat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkoversi 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  $1,457 \cdot 10^5$  cm<sup>2</sup>/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*.