

**UJI AKTIVITAS DAN PENGGUNAAN KEMBALI KATALIS
KITOSAN-HIDROTALSIT PADA SINTESIS BODIESEL
SKRIPSI**

**Diajukan untuk Memenuhi Salah satu Syarat Mencapai
Gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia**



Diajukan Oleh:

AVIYATUL FIKRIYAH

No Mahasiswa: 14612100

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

UJI AKTIVITAS DAN PENGGUNAAN KEMBALI KATALIS KITOSAN-HIDROTALSIT PADA SINTESIS BIODIESEL

Oleh:

AVIYATUL FIKRIYAH

No. Induk Mahasiswa: 14612100

Telah Dipertahankan di Hadapan Dewan Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Yogyakarta, 8 Mei 2020

Dewan Penguji

Tanda Tangan

Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si.

Imam Sahroni, S.Si., M.Sc.

Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si. M.Si.

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

HALAMAN PERSEMBAHAN

الحمد لله رب علمين

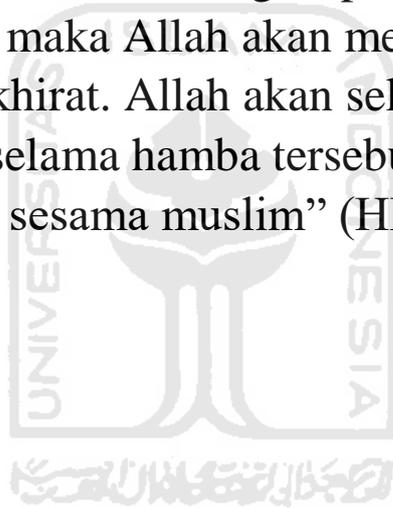
Segala puji bagi Allah Subhanahu Wa Ta'ala rabb semesta alam yang telah menciptakan semesta alam ini, sehingga sebagai makhluk-Nya harus selalu bersyukur dan meminta pertolongan serta perlindungan-Nya dari kejahatan dan perbuatan kami. Shalawat serta salam saya haturkan kepada junjungan Nabi besar Muhammad Shalallahu 'Alaihi Wasallam yang telah membawa ajaran islam dari zaman kegelapan hingga zaman terang benderang saat ini.

Puji syukur kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala yang telah memberikan nikmat sehat sehingga skripsi ini dapat diselesaikan. Terima kasih kepada kedua orang tua saya Bapak Taufiq dan Ibu Izzah yang telah memberikan semangat, doa dan segala kontribusi untuk membantu saya menyelesaikan skripsi ini. Semoga pencapaian saya saat ini dapat membanggakan kedua orang tua saya.

Tidak lupa saya ucapkan terima kasih kepada ibunda dosen pembimbing saya yaitu Ibu Is Fatimah yang sangat sabar dalam membimbing saya selama pengerjaan skripsi, semoga kesabaran ibu dibalas berlipat ganda oleh Allah Subhanahu Wa Ta'ala. Dan kepada tim sukses saya dalam penyelesaian skripsi ini. Saya ucapkan terima kasih untuk Yulianti dan Catur Hayati, ada dan tidak adanya kalian skripsi ini akan tetap selesai.

HALAMAN MOTTO

“Barang siapa yang melepaskan satu kesulitan seorang mukmin dari suatu kesulitan dunia, maka Allah akan membebaskannya dari suatu kesulitan pada hari kiamat. Barang siapa yang memberikan kemudahan kepada orang yang berada dalam kesulitan, maka Allah akan memberikan kemudahan di dunia dan di akhirat. Barang siapa menutupi aib seorang muslim, maka Allah akan menutup aibnya di dunia dan di akhirat. Allah akan selalu menolong hamba-Nya selama hamba tersebut menolong saudaranya sesama muslim” (HR Muslim)



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aviyatul Fikriyah

NIM 14612100

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul **Uji Aktivitas dan Penggunaan Kembali Katalis Kitosan-Hidrotalsit pada Sintesis Biodiesel** bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulisan tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini.

Apabila di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 22 Juli 2020

Yang Menyatakan,



Aviyatul Fikriyah

NIM. 14612100

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalaamu'alaikum Warahmatullaahi Wabarakaatuh

Segala puji dan syukur penulis haturkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya serta pertolongan-Nya. Sehingga skripsi yang berjudul Uji Aktivitas dan Penggunaan Kembali Katalis KITOSAN-Hidrotalsit ini dapat terselesaikan. Shalawat dan salam senantiasa tercurahkan kepada tauladankita, Nabi Muhammad SAW, keluarganya, serta sahabatnya yang kita nanti-nantikan syafaatnya di yaumul akhir.

Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat akademis yang harus dipenuhi untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan skripsi ini penulis telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta arahan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam skripsi ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT dan Nabi Muhammad SAW yang selalu memberikan kasih dan sayang serta petunjuk bagi hamba-Nya.
2. Kedua orang tua dan adik-adik saya yang menjadi sumber semangat terbesar penulis dan selalu mendoakan serta memberikan dukungan baik materiil maupun non materiil.
3. Bapak Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
4. Bapak Prof Riyanto, S.Pd., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
5. Bapak Dr. Dwiwarso Rubiyanto, S.Si., M.Si. Ketua Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
6. Ibu Dr. Is Fatimah, M.Si., selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan pengarahan, bimbingan, dan saran selama penulis melaksanakan penelitian dan penulisan skripsi ini.

7. Teman-teman seperjuangan Angkatan 2014 Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
8. Semua pihak, khususnya para laboran yang telah memberikan pertolongan selama kuliah di Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.

Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan kalian dan senantiasa melimpahkan rahmat dan kasih sayang-Nya kepada kita semua. Amiin.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakaatuh



Yogyakarta, 20 Januari 2020

Aviyatul Fikriyah

DAFTAR ISI

JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
HALAMAN MOTTO.....	iv
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	v
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
INTISARI.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Manfaat.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
BAB III DASAR TEORI.....	10
3.1 Biodiesel.....	10
3.2 Transesterifikasi.....	10
3.3 Katalis Heterogen.....	12
3.4 Katalis Kitosan Hidrotalsit.....	12
3.5 Metode Refluk.....	14
3.6 GC-MS.....	14
3.7 FTIR.....	17
3.8 XRD.....	18
BAB IV METODE PENELITIAN.....	20
4.1 Alat dan Bahan.....	20
4.2 Bahan.....	20
4.3 Prosedur Kerja.....	20
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
5.1 Preparasi Kitosan.....	23
5.2 Pembuatan Kitosan Hidrotalsit.....	23

5.3	Karakterisasi Katalis Kitosan Hidrotalsit dengan FTIR.....	24
5.4	Karakterisasi Katalis dengan XRD.....	26
5.5	Pembuatan Biodiesel	27
5.6	Analisis Biodiesel dengan GC-MS.....	29
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN		33
6.1	Kesimpulan	33
6.2	Saran	33
Lampiran		40



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi ester	8
Gambar 2 Reaksi transesterifikas	10
Gambar 3 Struktur Kitin.	13
Gambar 4 Rumus reaksi NaOH pada serat.	24
Gambar 5 Spektrum katalis kitosan-hidrotalsit sebelum; b. Spektrum katalis kitosan-hidrotalsit sesudah	24
Gambar 6 Difraktogram hidrotalsit dan Difraktogram Kitosan-Hidrotalsit	26
Gambar 7 Grafik penggunaan kembali katalis kitosan-hidrotalsit	28
Gambar 8 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 1x pemakaian.....	29
Gambar 9 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 2× pemakaia	30
Gambar 10 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 3× pemakaian	31



DAFTAR TABEL

Tabel 1 Tumbuhan Indonesia Penghasil Minyak	7
Tabel 2 Hasil Yield Biodiesel.....	28
Tabel 3 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 1×.....	30
Tabel 4 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 2×.....	31
Tabel 5 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 3×.....	32



UJI AKTIVITAS DAN PENGGUNAAN KEMBALI KATALIS KITOSAN-HIDROTALSIT PADA SINTESIS BIODIESEL

INTISARI

AVIYATUL FIKRIYAH

NIM 14612100

Biodiesel adalah salah satu bahan bakar alternatif untuk menambahkan cadangan minyak bumi yang semakin sedikit, kelebihan dari biodiesel yaitu biodegradable dan penyediaan bahan baku melimpah dari bahan alam yang telah diperbaharui. Bahan baku yang digunakan adalah minyak goreng dari pohon sawit yang telah diproses menjadi CPO kemudian di sterilisasi. Salah satu cara untuk menghasilkan atau mendapatkan biodiesel yaitu dengan menggunakan katalis dengan metode refluks. Katalis yang digunakan merupakan kitosan dengan campuran sorbosit yang disebut kitosan-hidrotalsit. Hidrotalsit dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam. Kitosan hidrotalsit diperoleh dari campuran kitosan dengan sorbosit yang ditambahkan asam asetat 10% dan dicetak dalam NaOH 1 M, kemudian direndam selama semalaman dan dioven pada suhu 60°C sampai katalis mengering. Katalis dicampurkan dengan minyak lalu panaskan selama 3 jam, pada kondisi hangat ditambahkan methanol. Sampel minyak dimasukkan ke dalam corong pisah, tambahkan HCl dan aquades. Fasa yang berwarna kuning adalah biodiesel. Dilakukan konversi biodiesel untuk menguji aktivitas katalis dalam variasi penggunaan kembali. Hasil terbaik pada konversi biodiesel yaitu penggunaan katalis pertama karena menunjukkan hasil yield sesuai dengan SNI. Analisis dengan GC-MS dan karakterisasi katalis kitosan-hidrotalsit dengan XRD FTIR. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan hidrotalsit mengalami perubahan struktur akibat penambahan kitosan dalam pembuatan katalis. Karakterisasi FTIR memperlihatkan gugus hidroksil pada serapan 3456 cm⁻¹ sebagai gugus khas dari hidrotalsit dan gugus C-N pada serapan 1369 cm⁻¹ sebagai gugus khas dari kitosan. Hasil analisis GC-MS terdapat beberapa senyawa turunan metil ester yang merupakan senyawa dari biodiesel. Senyawa turunan tersebut adalah metil palmitat, metil oleat, dan metil linoneat.

Kata Kunci: Biodiesel, Kitosan, Hidrotalsit, Katalis Kitosan-Hidrotalsit, Refluks

ACTIVITY AND RE-USE OF CHITOSAN-HYDROTALCITE CATALYST IN BIODIESEL SYNTHESIS

ABSTRACT

AVIYATUL FIKRIYAH

14612100

Biodiesel is an alternative fuel to add oil reserves dwindling, the advantages of biodiesel is biodegradable and abundant supply of raw materials from natural materials which have been refurbished. Raw materials used cooking oil from palm trees that have been processed into palm oil then sterilized. The purpose of this study was to determine the catalyst activity test chitosan-hydrotalcite on biodiesel conversion and catalyst characterization and reuse of the catalyst to the conversion of biodiesel. One way to produce or obtain biodiesel is by using a catalyst with reflux method. The catalyst used is chitosan with mixture of hydrotalcite called chitosan-hydrotalcite. Hydrotalcite calcined at temperatures of 400 °C for 2 hours. Chitosan is obtained from a mixture of hydrotalcite, hydrotalcite added chitosan with 10% acetic acid and was printed in 1 M NaOH, then soaked for overnight and put into oven 60°C until the catalyst in variety out. The best results un the conversion of biodiesel is the use of a catalyst both time because it shows the results of yield in accordance with SNI. Analysis by GC-MS and characterization chitosan-hydrotalcite catalyst by XRD and FTIR. The characterization results of XRD showed hydrotalcite undergo structural changes due to the addition of chitosan in the modification of catalyst. The characterization FTIR showed hydroxyl group at the absorption 3456 cm⁻¹ and clusters C-N in absorption 1369 cm⁻¹ as a group typical of chitosan. The results of GC-MS analysis contained some methyl ester derivate which is a compound of biodiesel. The derivate compound is methyl palmitate, methyl oleate, and methyl linoleate.

Keywords: Biodiesel, Chitosan, Hydrotalcite, Catalyst Chitosan-Hydrotalcite

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi menjadi salah satu faktor terpenting dalam kehidupan manusia, dikarenakan pertumbuhan manusia akan terus bertambah yang berimplikasi pada naiknya pemakaian energi, sehingga cadangan energi akan semakin berkurang. Ketersediaan energi selama ini didapatkan dari sumber daya alam yaitu minyak bumi. Untuk mengatasi hal ini pemerintah memberi ruang dan mendorong para peneliti membuat konversi minyak bumi dengan energi terbarukan. Menurut Undang-Undang No.30/2007 tentang energi pasal 20 ayat 4 menyatakan bahwa penyediaan dan pemanfaatan energi baru dan terbarukan wajib ditingkatkan oleh pemerintah pusat dan pemerintah daerah sesuai dengan kewenangannya.

Energi terbarukan yang dapat dibuat di Indonesia salah satunya yaitu biodiesel. Peneliti memilih biodiesel sebagai bahan baku alternatif karena *renewable* dan produksi dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Biodiesel merupakan bahan bakar untuk mesin diesel (solar) dengan bahan bakulemak nabati ataupun hewani yang mengandung gugus alkil ester rantai panjang. Bahan baku lemak yang digunakan berupa minyak non-fosil sehingga pembakarannya terbebas dari sulfur, yang menghasilkan dampak positif terhadap lingkungan. Karakteristik biodiesel ini memiliki angka setana yang lebih tinggi dari minyak solar, dapat terdegradasi dengan mudah (*biodegradable*), tidak mengandung sulfur (atau sangat rendah, jika ada) dan mengandung senyawa aromatik sehingga emisi pembakaran yang dihasilkan lebih ramah lingkungan dari pada bahan bakar fosil jenis minyak solar (Priyanto dan Sudarmanta, 2015).

Menurut Syamsudin (2010) biodiesel secara sederhana didapatkan dengan mereaksikan minyak nabati/hewani dengan alkohol (metanol) dengan bantuan hidroksida kuat (NaOH / KOH) sebagai katalisnya. Dari proses itu

akan dihasilkan produk biodiesel dan gliserin sebagai hasil sampingan. Produk sampingan ini merupakan bahan yang sangat berguna untuk dijadikan bahan dasar sabun dan aneka produk lain.

Biodiesel dapat direaksikan dengan metode transesterifikasi. Reaksi tersebut membutuhkan alkohol yang berlebih untuk bereaksi dengan trigliserida dengan adanya katalis (Endalew *et al*, 2011). Banyak yang mempengaruhi yield biodiesel dan ekonomi proses. Faktor-faktor yang mempengaruhi adalah jenis alkohol, perbandingan rasio mol alkohol dan minyak, suhu dan waktu reaksi, jenis dan jumlah katalis, dan kandungan air dari bahan baku (El-Mashad *et al*, 2007). Selain itu, kadar asam lemak bebas dari bahan baku dapat menyebabkan pembentukan sabun ketika bahan kimia alkali digunakan sebagai katalis karena kimia alkali bereaksi untuk menetralkan asam lemak bebas dalam minyak. Pembentukan sabun dapat menurunkan yield biodiesel dan menghambat pemisahan dan pemurnian produk biodiesel. Pembentukan sabun dapat dihindari dengan perlakuan awal minyak dengan katalis asam untuk mengubah asam lemak bebas menjadi ester sebelum katalis alkali digunakan. Akan tetapi reaksi dengan katalis asam jauh lebih lambat dibandingkan reaksi dengan katalis basa. Penggunaan katalis homogen memiliki kelemahan seperti adanya limbah dari proses pencucian residu katalis dan katalis ini tidak dapat digunakan kembali (Marchetti *et al*, 2006).

Minyak yang digunakan dalam proses biodiesel yaitu dengan memanfaatkan buah sawit. Ketersediaan buah sawit ini melimpah sehingga proses untuk mendapatkan bahan bakar sangat ekonomis dan berkelanjutan. Kelapa sawit merupakan tumbuhan industri atau perkebunan yang berguna sebagai penghasil minyak masak, minyak industri, maupun bahan bakar (Lina, 2014). Secara umum kelapa sawit ini berbentuk minyak masak namun dapat dikonversikan menjadi bahan bakar non-fosil. Proses produksi bahan bakar ini dibuat dengan menggunakan katalis homogen, namun beberapa katalis heterogen telah digunakan untuk menghasilkan biodiesel antara lain : ZnO-Al₂O₃/ZSM-5 dengan hasil 99,00% (Kim *et al.*, 2009), K₃PO₄ dengan hasil

97,30% (Guan *et al.*, 2009) KF/Ca-Al hidrotalsit dengan hasil 97,14% (Gao *et al.*, 2010), CaO-ZnO dengan hasil 96,00% (Ngamcharussrivichai *et al.*, 2008), Mg/MCM-41 dengan konversi 85,00% (Georgogianni *et al.*, 2009). Dalam industri katalis heterogen harus memiliki kelebihan sebagai berikut: 1. keamanan yaitu meliputi tidak volatile, tidak korosi, dan tidak toksik; 2. mudah disiapkan dan biaya murah; 3. tingginya aktivitas pada suhu ruang; 4. stabilitas kimia dan kemampuan penggunaan kembali yang tinggi. Katalis basa padat seperti CaO, MgO, Al₂O₃, ZnO, Na₂SiO₃, Mg-Al hidrotalsit (HT) dan CaSiO₃ dapat digunakan untuk mengkatalisasi reaksi transesterifikasi pada kondisi yang jauh lebih ringan daripada katalis basa (Xing-xia *et al.*, 2018).

Katalis heterogen yang akan digunakan dalam penelitian berupa kitosan hidrotalsit. Kitosan merupakan suatu biopolimer dari D-glukosamin yang dihasilkan dari proses deasetilasi kitin dengan menggunakan alkali kuat. Kitosan bersifat sebagai polimer kationik yang tidak larut dalam air dan larutan alkali dengan pH diatas 6,5. Kitosan mudah larut dalam asam organik seperti asam formiat, asam asetat, dan asam sitrat (Mekawati *et al.*, 2000). Menurut Koev *et al.* (2010), kitosan sebagai biomaterial cocok untuk dikembangkan dan diaplikasikan pada banyak bidang, sebab kitosan bersifat *biocompatible* dan *biodegradable*. Selain itu hasil degradasi dari kitosan tidak berbahaya dan non-antigenik (tidak menyebabkan respon kekebalan pada organisme).

Kitosan diisolasi dari cangkang hewan *crustaceae*, terutama udang melalui serangkaian proses, diantaranya depigmentasi, deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi, dimana gugus asetil telah hilang sehingga menyisakan gugus amina bebas yang yang menyebabkan sifat polikationik (Emma *et al.*, 2004). Modifikasi kitosan dapat meningkatkan kelarutannya dalam pH netral (Zhang *et al.*, 2003). Kitosan adalah senyawa yang berbentuk padatan amorf berwarna putih kekuningan, bersifat polielektrolit. Umumnya larut dalam asam organik, pH sekitar 4 - 6,5; tidak larut pada pH yang lebih rendah atau lebih tinggi. Kelarutan dipengaruhi oleh bobot molekul dan derajat deasetilasi (Mima *et al.* 1983).

Penelitian sebelum ini bertujuan untuk menguji dan mengkarakterisasi katalis kitosan hidrotalsit dalam proses biodiesel dengan variasi waktu, sedangkan dalam penelitian ini menggunakan variasi pengulangan penggunaan katalis. Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra-Red), XRD (X-Ray Diffraction), dan GC-MS (Gas Chromatography Mass Spectroscopy) Pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis pada penggunaan kembali.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil karakterisasi katalis kitosan-hidrotalsit setelah dianalisis menggunakan FTIR dan XRD?
2. Apakah terdapat metil ester pada katalis kitosan-hidrotalsit terhadap biodiesel menggunakan GC-MS
3. Bagaimana aktivitas katalis kitosan-hidrotalsit dalam pengulangan penggunaan terhadap pembuatan biodiesel?
4. Bagaimana pengaruh penggunaan berulang katalis kitosan-hidrotalsit terhadap nilai yield biodiesel yang dihasilkan?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui karakteristik katalis kitosan-hidrotalsit dengan analisis FTIR dan XRD;
2. Mengetahui metil ester pada katalis kitosan-hidrotalsit terhadap biodiesel dengan analisis GC-MS
3. Mengetahui aktivitas katalis kitosan-hidrotalsit dalam pengulangan penggunaan terhadap konversi biodiesel;
4. Mengetahui pengaruh penggunaan berulang katalis kitosan-hidrotalsit terhadap nilai yield biodiesel yang dihasilkan.

1.4 Manfaat

Dari penelitian ini akan memberikan alternatif kebutuhan bahan bakar dengan penggunaan katalis basa heterogen, sehingga bisa didapatkan energi alternatif. Tidak hanya sebatas menyediakan energi alternatif, namun juga sangat ramah lingkungan, dapat mengurangi limbah cangkang udang sebagai katalisnya, dan mendapatkan kemurnian biodiesel.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif dengan formulasi khusus untuk mesin diesel yang terbuat dari minyak nabati (bio-oil). Keuntungan biodiesel yaitu tidak diperlukan modifikasi mesin, memiliki bilangan setana (indeks bahan bakar solar) yang tinggi, dan memiliki daya pelumas yang tinggi sehingga pengendaraan akan merasa aman. Biodiesel tersusun dari berbagai macam ester, asam lemak yang dapat diproduksi dari minyak tumbuhan maupun lemak hewan. Minyak tumbuhan yang sering digunakan antara lain minyak sawit (*palm oil*), minyak kelapa, minyak jarak pagar dan minyak biji kapok randu, sedangkan lemak hewani seperti lemak babi, lemak ayam, lemak sapi, dan juga lemak yang berasal dari ikan (Wibisono,2007; Sathivel, 2005).

Emisi karbon dioksida yang dihasilkan bahan bakar biodiesel jauh lebih rendah yakni 70-75% dari bahan bakar jenis lain (solar) yang dihasilkan dari fosil hewan. Perbandingan kandungan hidrogen dan karbon pada biodiesel jauh lebih kecil dari pada solar, yang berpengaruh pada emisi pembakaran. Semakin cepat suatu bahan bakar mengalami proses pembakaran di dalam mesin diesel setelah diinjeksikan ke dalam ruang bakar, semakin baik/tinggi angka setana bahan bakar tersebut (Knothe *et al*, 2005). Pemerintah telah mengeluarkan Peraturan Menteri Energi Sumber Daya Mineral No. 12 Tahun 2015, yang mewajibkan pemakaian biodiesel sebesar 20% (B20) pada kendaraan bermotor pada tahun 2016. Realisasi distribusi bahan bakar nabati (BBN) jenis biodiesel (B20) selama periode Januari 2016 berhasil menembus angka 222.455 kiloliter (KL) atau 41,7% dari target sebesar 533.000 KL sehingga pemakaian BBN akan ditingkatkan hingga 30% pada tahun 2020 (ESDM,2016).

Minyak nabati memiliki potensi sebagai sumber bahan bakar yang terbarukan, sekaligus sebagai alternatif bahan bakar minyak yang berbasis petroleum (petrodiesel). Biodiesel mempunyai sifat yang sangat mirip dengan petrodiesel ataupun minyak diesel sintesis, yaitu memiliki energi pembakaran dan

angka setana yang lebih tinggi dari 60 sehingga selain pembakarannya lebih efisiensi dapat juga melumasi piston besi (Syamsudin, 2010). Semua minyak nabati dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar namun dengan proses-proses pengolahan tertentu. Berikut ini berbagai jenis tanaman yang dapat menghasilkan minyak nabati beserta kadarnya sebagaimana dalam Tabel 1.

Tabel 1 Tumbuhan Indonesia Penghasil Minyak

No	Nama Latin	Nama	Sumber	Kadar %-b-kr	P/NP
1.	<i>Adenantha pavonina</i>	Saga utan	Inti biji	14-28	P
2.	<i>Aleurites mohiccana</i>	Kemiri	Inti biji	57-59	P
3.	<i>Aleurites trisperma</i>	Kemiri cina	Inti biji	-	P
4.	<i>Annona muricate</i>	Sirsak	Inti biji	20-30	NP
5.	<i>Annona squamosal</i>	Srikaya	Biji	15-30	NP
6.	<i>Arachis hypogel</i>	Kacang suuk	Biji	35-55	P
7.	<i>Azadiractha indica</i>	Nimba	Daging biji	40-50	NP
8.	<i>Bombax malabaricum</i>	Randu alas	Biji	18-26	NP
9.	<i>Callophyllum inophyllum</i>	Nyamplung	Inti biji	40-73	NP
10.	<i>Carbera manghas</i>	Bintaro	Biji	43-64	NP
11.	<i>Carica papaya</i>	Papaya	Biji	20-25	P
12.	<i>Ceiba pentandra</i>	Kapuk	Biji	24-50	NP
13.	<i>Cinnamomum burmanni</i>	Kayu manis	Biji	30	P
14.	<i>Cocos nucifera</i>	Kelapa	Daging biji	60-70	NP
15.	<i>Croton tiglium</i>	Cerakin	Inti biji	50-60	NP
16.	<i>Cucurbita moschata</i>	Labu merah	Biji	35-38	P
17.	<i>Elais guineensis</i>	Sawit	Sabut+daging buah	45-70 + 45-54	P

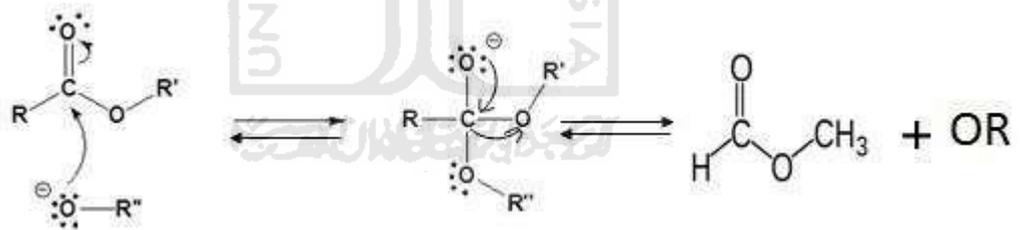
Keterangan:

kr= kering, P= minyak/lemak pangan(*edible fat/oil*); NP= minyak/lemak Non Pangan (*non-edible fat/oil*) (Soerawidjaja *et al*, 2005).

Bahan baku yang berpotensi untuk dijadikan biodiesel sebagai alternatif bahan bakar motor diesel di Indonesia yaitu kelapa sawit dan minyak jelantah, kelapa, jarak pagar, karet dan alga (Priyohadi *et al*, 2013). Menurut Paryanto (2016), kelapa sawit menjadi pilihan sebagai bahan baku utama pembuatan biodiesel karena produksinya lebih banyak dibanding bahan baku lain dan sudah tersebar serta area perkebunan luas.

Biodiesel disintesis dari asam lemak dengan rantai karbon antara C₆ dan C₂₂ dengan reaksi transesterifikasi. Biodiesel bisa digunakan dengan mudah karena dapat bercampur dengan segala komposisi dalam minyak solar yang mempunyai sifat-sifat fisik mirip dengan solar biasa, sehingga dapat dimanfaatkan langsung untuk mesin-mesin diesel yang ada hampir tanpa modifikasi (Prakoso,2003). Proses transesterifikasi mensyaratkan bahan baku minyak nabati yang digunakan mengandung Asam Lemak Bebas (ALB) < 1% (Syah,2006). Bahan-bahan pembuatan biodiesel menurut Mittelbach, 2004 adalah: a. Trigliserida yaitu komponen utama aneka lemak dan minyak lemak, b. Asam-asam lemak yaitu produk sampingan industri pemulusan (*refining*) lemak dan minyak lemak.

Transesterifikasi dengan katalis basa menggunakan katalis logam alkali alkoksida dari alkohol. Laju reaksi transesterifikasi dengan katalis basa lebih cepat dibandingkan dengan katalis asam. Karena dalam larutan basa, suatu karbonil dapat diserang langsung oleh nukleofilik tanpa protonasi sebelumnya. Berdasarkan alasan ini, proses industri sering menggunakan katalis basa (Supandi, 2003). Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi ester dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 1 Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi ester

Laju reaksi yang membentuk transesterifikasi memerlukan katalis, yang berfungsi untuk menurunkan tingkat energi aktivasi yang dibutuhkan dalam reaksi. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk. Dengan menurunnya energi aktivasi untuk pembentukan produk, maka tiap satuan waktu semakin banyak molekul-molekul yang mencapai energi minimum tersebut, sehingga waktu yang dibutuhkan dalam pembentukan produk dapat diperkecil, atau dengan kata lain reaksinya semakin cepat.

Katalis yang digunakan untuk mempercepat laju reaksi dalam transesterifikasi adalah katalis heterogen. Katalis tersebut adalah kitosan hidrotalsit. Kitosan umumnya ditemukan di alam sebagai kitin, yang secara natural merupakan komponen makromolekul berupa polisakarida yang dibentuk dari n-asetil-2-amino-2-detoksi-d-glukosa melalui ikatan β -(1,4) glikosida. Kitosan terbentuk ketika beberapa gugus asetil dihilangkan dari kitin. Pada tiga decade terakhir kitosan digunakan dalam proses detoksifikasi air. Apabila kitosan diatas permukaan air maka mampu menyerap lemak, minyak, logam berat, dan zat yang berpotensi sebagai toksik lainnya (Kumar *et al*,1998). Biasanya produk dengan nilai derajat deasetilasi lebih dari 60% dapat dilarutkan dalam larutan asam yang disebut kitosan.



BAB III

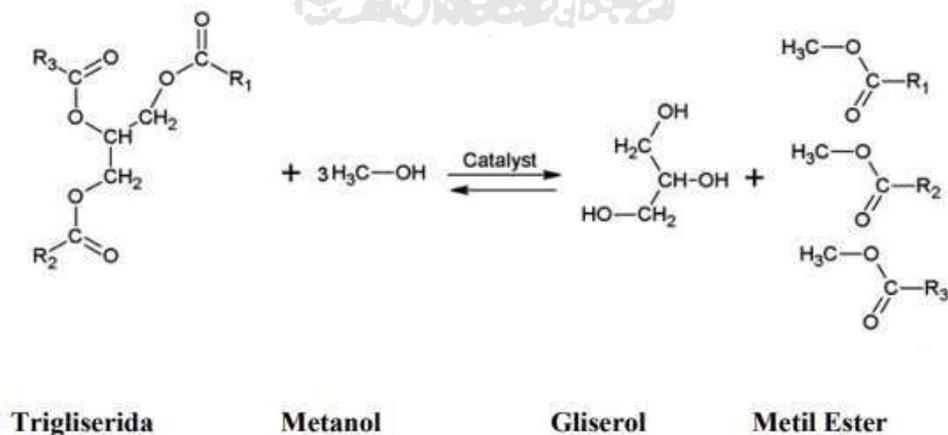
DASAR TEORI

3.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif terbarukan yang dihasilkan dari minyak nabati (Knothe *et al*, 2005) yang ramah lingkungan dan dapat diperbaharui serta bersifat *biodegradable*, sehingga dapat dijadikan sebagai sumber energi alternative yang baik (Encinar *et al.*, 2006). Biodiesel dibuat dari trigliserida-trigliserida maupun asam lemak dengan proses reaksi kimia esterifikasi dan transesterifikasi. Sumber utama dari trigliserida maupun asam lemak adalah lemak atau minyak lemak (mentah) yang diperoleh dari tumbuhan dan hewan (Soerawidjaja, 2006).

Biodiesel memiliki banyak kelebihan yaitu bahan bakar yang tidak mengakibatkan pemanasan global sebanyak bahan bakar fosil dan dapat digunakan langsung tanpa melakukan modifikasi ulang mesin diesel. Mesin diesel yang menggunakan biodiesel menghasilkan emisi karbon monoksida hidrokarbon yang tidak terbakar partikulat, dan udara beracun yang lebih rendah dibandingkan dengan mesin diesel yang menggunakan bahan bakar petroleum (Gerpen, 2004).

3.2 Transesterifikasi



Gambar 2 Reaksi transesterifikasi

Proses transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor penting antara lain:

a. Suhu Reaksi

Pengaruh suhu terhadap reaksi transesterifikasi menghasilkan metal ester dengan bahan baku trigliserida dapat dilakukan dalam berbagai suhu reaksi. Konwar, (2013) telah melakukan reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan variasi suhu reaksi 50 sampai 100°C. Peningkatan suhu menghasilkan peningkatan laju transesterifikasi. Meskipun demikian, suhu yang paling tepat untuk transesterifikasi adalah 80°C dengan tidak adanya kandungan asam lemak bebas di dalam bahan baku (Konwar, 2013).

b. Perbandingan Molar Alkohol dengan Minyak

Perbandingan molar antara metanol dengan minyak merupakan salah satu faktor yang sangat penting dengan adanya asam lemak bebas yang terkandung di dalam bahan baku minyak maupun lemak. Karena transesterifikasi merupakan reaksi setimbang, maka dibutuhkan alkohol berlebih agar kesetimbangan mengarah pada pembentukan ester asam lemak. Yao *et al* (2010) telah melakukan reaksi transesterifikasi minyak biji kapas dengan variasi mol alkohol dengan minyak yaitu 3:1 ; 1:9 ; 12:1 (mol/mol) dengan metal ester maksimal yang diperoleh pada perbandingan 12:1 (mol/mol).

c. Konsentrasi Katalis

Konsentrasi katalis yang digunakan bergantung pada bahan baku. Dalam katalis asam heterogen, konsentrasi katalis mengacu pada banyaknya gugus sulfonat yang terikat pada katalis tersebut bersifat polar sehingga mampu mengkonservasi asam lemak bebas dalam bahan baku. Penelitian sebelumnya menggunakan konsentrasi katalis sebesar 2 – 6,5% (berat) untuk transesterifikasi minyak jarak dengan asam lemak bebas 8,17% (Konwar, 2013).

d. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi transesterifikasi maka semakin besar *yield* yang diperoleh dari reaksi tersebut. Yao *et al* (2010) telah melakukan

reaksi transesterifikasi minyak biji kapas dengan variasi waktu 1-5 jam. Diperoleh hasil bahwa metil ester meningkat pada waktu reaksi 1 dan 2 jam sedangkan pada 3-5 jam peningkatan kadar metil ester yang terjadi tidak terlalu signifikan (Yao *et al*, 2010).

3.3 Katalis Heterogen

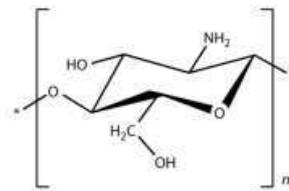
Reaksi heterogen adalah reaksi yang berlangsung dalam suatu sistem yang heterogen, yaitu sistem yang di dalamnya terdapat dua atau lebih fasa. Banyak reaksi-reaksi kimia fasa cair maupun gas yang hanya dapat berlangsung pada permukaan padatan. Karena sifat reaksinya hanya bergantung pada fasa padat, maka reaksi tersebut dikatakan berkatalisis dengan fasa padat sebagai katalisnya (Prianto, 2008). Ada lima tahapan dalam reaksi heterogen (Rahayu, 1995): difusi molekul-molekul pereaksi menuju permukaan, adsorpsi molekul-molekul pereaksi pada permukaan, reaksi berlangsung di permukaan, desorpsi hasil reaksi dari permukaan, dan difusi hasil-hasil reaksi meninggalkan permukaan menuju sistem keseluruhan.

Katalis heterogen memiliki keuntungan dibandingkan dengan katalis homogen yaitu: mudah dipisahkan dari produk reaksi, lebih tahan terhadap asam lemak bebas yang terkandung di dalam bahan baku tanpa melalui reaksi saponifikasi sehingga memungkinkan untuk melakukan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi sekaligus dengan bahan baku yang mengandung kadar asam lemak bebas yang tinggi, baik bahan baku yang berasal dari hewan maupun yang berasal dari tumbuhan (Drelinkiewicz *et al*, 2014).

3.4 Katalis Kitosan Hidrotalsit

Kitosan yang mempunyai rumus umum $(C_6H_{11}NO_4)_n$ adalah suatu biopolymer yang tersusun dari kopolimer glukosamin dan N-asetilglukosamin dan mempunyai rantai tidak linier. Kitosan dapat dibuat dengan cara menghidrolisis kitin dengan menggunakan basa kuat sehingga terjadi deasetilasi dari gugus asetamida ($NH-COCH_3$) menjadi gugus amino (NH_2) (Savitri, *et al*. 2010). Proses tersebut sering disebut sebagai deasetilasi kitin.

Kitin memiliki sifat mudah terdegradasi secara biologis, tidak beracun, tidak larut dalam air, asam anorganik encer, serta asam-asam organik lainnya, tetapi larut dalam larutan dimetil asetamida dan litium klorida (Harianingsih, 2010). Sedangkan kitosan mudah larut dalam asam organik seperti asam formiat, asam asetat dan asam sitrat (Istiqomah, 2011). Struktur dari kitin sebagai berikut:



Gambar 3 Struktur Kitin (Teng,2012)

Tahun 1859 merupakan awal penemuan kitosan oleh C. Rouget dengan cara mereaksikan kitin dengan kalium hidroksida (KOH) pekat (Pradip *et al.*,2004). Dalam tahun 1934 selanjutnya, Rigby mendapatkan dua paten, yaitu penemuan mengenai pembuatan kitosan dari kitin dan pembuatan film dari serat kitosan (Devi, 2009). Penggunaan kitin dan kitosan berikutnya meningkat pada tahun 1940-an dan semakin berkembang pada tahun 1970-an seiring dengan meningkatnya kebutuhan bahan alami dalam berbagai bidang industri (Bhuvaneshwari *et al.*, 2007). Sejak saat itu juga penelitian terkait kitosan semakin berkembang pesat dari tahun ke tahun. Perkembangan ini bukan karena ketersediaan kitosan yang melimpah di alam, melainkan karena sifatnya yang non-toxic, *biodegradable*, dan *renewable*.

Tang *et al.* (2007) menjelaskan bahwa kitosan merupakan polimer linier yang tersusun oleh 2000 - 3000 monomer N-asetil-D-glukosamin dalam ikatan (1,4)-2-Amino-2-Deoksi- β -D-Glukosa dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$. Struktur molekul kitosan ini menyerupai struktur molekul pada selulosa (serat pada sayuran atau buah-buahan). Bedanya terletak pada gugus rantai C-2 yang merupakan gugus hidroksil (OH) yang digantikan oleh amino (NH_2). Pada suhu 250 °C kitosan mengalami 30% pengurangan berat dan 300 °C pengurangan berat 40%. Temperatur lebih besar dari 250 °C mengalami

pengurangan berat sangat drastis hingga didapatkan berat yang stabil pada temperatur 600 ° C. Temperatur 600 °C diperkirakan mengalami dekomposisi sempurna.

Hidrotalsit (sorbacit) merupakan hidroksida berlapis disebut juga *anionic clays*. Hidrotalsit dilapisi dua hidroksi yang membentuk anionik dan dasar lempung dengan rumus umum $(M_{(1-x)}^{2+}M_x^{3+}(\text{OH})_2)^{b+} [A_n b^-] M \text{H}_2\text{O}$, dimana M^{2+} adalah kation dan A_n adalah anion (Fatimah *et al*, 2018).

3.5 Metode Refluk

Refluks adalah ekstraksi dengan pelarut pada temperatur titik didihnya selama waktu tertentu dalam jumlah pelarut terbatas yang relatif konstan dengan adanya pendingin balik (Depkes RI, 2000). Prinsip kerja metode refluks yaitu penarikan komponen kimia yang dilakukan dengan cara sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat bersama-sama dengan cairan penyari lalu dipanaskan, uap-uap cairan penyari terkondensasi pada kondensor bola menjadi molekul-molekul cairan penyari yang akan turun kembali menuju labu alas bulat, sehingga akan menyari kembali sampel yang berada pada labu alas bulat, demikian seterusnya berlangsung berkesinambungan sampai penyari sempurna. Filtrat yang dikumpulkan dan dipekatkan. Kelebihan metode refluks adalah untuk mengekstraksi sampel yang bertekstur kasar dan tahan terhadap pemanasan langsung. Sedangkan kekurangan dari metode ini yaitu membutuhkan volume total pelarut yang besar dan sejumlah manipulasi dari operator (Akhyar, 2010).

3.6 GC-MS

GC-MS merupakan gabungan dari instrument *Gas Chromatography* yang dipadukan dengan detector berupa *Mass Spectrometry*. Pada paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat untuk mengidentifikasi senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya. *Gas Chromatography* merupakan metode dinamis yang digunakan untuk memisahkan dan mendeteksi senyawa-senyawa yang mudah menguap dalam suatu campuran

(Gandjar & Rohman, 2007). Ketika suatu uap senyawa organik dilewatkan pada ruang ionisasi spektrometer massa, senyawa ini akan ditembak dengan elektron berenergi tinggi sehingga melepaskan elektron berenergi tinggi dan melepaskan elektron dari senyawa tersebut. Senyawa yang kehilangan elektronnya ini akan membentuk ion positif yang disebut ion molekul (Dachriyanus, 2004).

Prinsip kerja dari kromatografi gas terkait dengan titik didih senyawa yang dianalisis serta perbedaan interaksi analit dengan fase diam dan fase gerak. Senyawa dengan titik didih yang tinggi memiliki waktu retensi yang lama. Prinsip kerja spektrometri massa adalah menembak bahan yang sedang dianalisis dengan berkas elektron secara kuantitatif mencatat hasilnya sebagai suatu spektrum fragmen ion positif. Fragmen-fragmen tersebut berkelompok sesuai dengan massanya (Fessenden, 1982).

Menurut Potter, 1982 bahwa cuplikan disuntikkan ke dalam injector, aliran gas pembawa akan mengangkut cuplikan yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dari cuplikan, komponen-komponen akan terdeteksi oleh detektor dan menghasilkan sinyal dalam bentuk puncak-puncak. Distribusi molekul cuplikan diantara dua fasa ditentukan oleh tetapan kesetimbangan yang dikenal dengan Koefisien Partisi,

$$K = \frac{C_s}{C_m}$$

Ket: K = Koefisien distribusi

C_s = Konsentrasi senyawa pada fasa diam

C_m = Konsentrasi senyawa pada fasa gerak

Jika harga K besar maka konsentrasi senyawa dalam fasa diam lebih besar dibandingkan dengan fasa gerak dan molekul cuplikan akan tinggal lebih lama dalam fasa diam (Potter, 1982).

Komponen-komponen utama pada Kromatografi Gas:

1. Fase gerak

Fase geraknya yaitu gas pembawa solute kedalam kolom. Fase gerak akan membawa campuran sampel menuju kolom. Campuran dalam fase gerak akan berintegrasi dengan fase diam (Eaton, 1989). Faktor yang menyebabkan suatu senyawa bergerak melalui kolom kromatografi gas adalah sifat mudah menguap dari cuplikan, aliran gas pembawa melalui kolom dapat terjadi karena perbedaan tekanan pada ujung masuk dan ujung keluar dari kolom tersebut. Gas pembawa yang sering dipakai adalah Helium (He), Argon (Ar), Nitrogen (N₂), dan Karbondioksida (CO₂). Gas pembawa yang dipakai harus disesuaikan dengan jenis detektornya (Adnan, 1997).

2. Ruang suntik sampel

Lubang injeksi didesain untuk memasukkan sampel secara cepat dan efisien.

3. Kolom

Kolom merupakan tempat terjadinya proses pemisahan karena didalamnya terdapat fase diam. Oleh karena itu, kolom merupakan komponen sentral pada kromatografi gas (Rohman, 2009). Kolom dapat dibuat dari tembaga, kuningan, aluminium, zat sintetik atau gelas, berbentuk lurus, melengkung, ataupun gulungan spiral sehingga lebih menghemat ruang (Herman and Goofried, 1988).

4. Detektor

Detektor adalah gawai yang memasok sinyal keluaran sebagai tanggapan terhadap cuplikan. Alat ini disambungkan dengan keluaran kolom untuk memantau efluen kolom dalam waktu sebenarnya. Fungsi detektor adalah untuk mendeteksi dan mengukur sejumlah kecil komponen yang terpisahkan pada aliran gas yang meninggalkan kolom. Keluaran dari detektor direkam oleh sebuah perekam yang akan menghasilkan sebuah kromatogram (Kosasih, 1991).

3.7 FTIR

FTIR (*Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy*) merupakan alat yang dipergunakan untuk menganalisis secara kuantitatif maupun kualitatif, secara kuantitatif adalah berdasarkan gugus fungsi yang ada dengan menggunakan standard sedangkan kualitatif untuk identifikasi dari senyawa organik karena spektrum yang unik dihasilkan oleh setiap zat organik dengan puncak struktural yang sesuai dan fitur yang berbeda (Silverstein, 2002; Stevens, 2011). Spektrum infra merah dapat membantu dalam mengidentifikasi ikatan kovalen yang dapat diperkirakan gugus fungsionalnya (Fessenden, 1997). Hampir setiap senyawa yang memiliki ikatan kovalen, baik organik maupun anorganik akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum inframerah. Hukum yang mendasari perhitungan frekuensi vibrasi adalah hukum Hooke Silverstein.

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi} \times \sqrt{\frac{f}{\mu}}$$

dimana:

$\bar{\nu}$ = frekuensi (bilangan gelombang)

c = kecepatan cahaya (3×10^{10} cm/det)

f = tetapan pegas

μ = massa tereduksi = $(m_1 \cdot m_2) / (m_1 + m_2)$

Radiasi inframerah (*Infrared, IR*) tidak memiliki cukup energi untuk menyebabkan transisi electron. Bila radiasi IR dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul akan menyerap energi sehingga terjadi vibrasi (Hendayana *et al*, 1994). Panjang gelombang serapan oleh suatu ikatan bergantung pada jenis getaran ikatan antar atom. Oleh karena itu, tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi IR pada Panjang gelombang yang berbeda (Fessenden dan Fessenden, 1986).

3.8 XRD

XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000: 145).

Bila seberkas sinar x mengenai suatu bahan kristalin, berkas ini akan didifraksi oleh bidang atom dalam kristal tersebut. Berkas sudut difraksi θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar x dan jarak d antar bidang. Untuk mendapatkan *hukum bragg* kita mulai dengan mengasumsikan bahwa tiap-tiap bidang dari atom secara parsial merefleksikan gelombang datang. Sinar x tidak benar-benar direfleksikan, tetapi dihamburkan. Pada bidang ini kita menyebutnya “bidang refleksi” dan gelombang pantulan disebut dengan “gelombang refleksi”, puncak-puncak yang terlihat dalam pola difraksi sinar x disebut refleksi.

Berdasarkan gelombang-gelombang yang terdifraksi. Diasumsikan bahwa sudut yang terbentuk adalah sama, θ pada bidang atom yang dikenai gelombang datang. Patokan untuk keberadaan gelombang yang terdifraksi adalah adanya hamburan (“yang terefleksikan”) sinar x akan melewati garis gelombang seperti BB'. Panjang antara garis AA' dan BB' haruslah berbeda bilangan bulatnya (n) dari panjang gelombang. Oleh karena itu perbedaannya, δ haruslah

$$\delta = n \lambda$$

Dimana n adalah bilangan bulat. Dan ketika CC' dan CD terbentuk, kita dapat menuliskan sebagai berikut :

$$\delta = DE + EC' = 2EC' \quad (2.4)$$

Dari trigonometri dasar, kita peroleh hasil sebagai berikut

$$\delta = 2CE \sin \theta \quad (2.5)$$

dan karena CE adalah jarak interplanar d' dapat ditulis sebagai berikut

$$\delta = 2 d' \sin \theta \quad (2.6)$$

dengan menggabungkan persamaan (2.3) dan (2.6), kita mendapatkan

$$n \lambda = 2 d' \sin \theta \quad (2.7)$$

Persamaan ini dikenal sebagai Hukum Bragg dan sangat penting dalam memberikan indeks saat melihat pola difraksi sinar x. Parameter n dikenal sebagai urutan dari refleksi dan disinilah perbedaannya, pada nomor dari panjang gelombang diantara atom-atom yang terdekat pada bidang seperti pada persamaan (1). Urutan pertama refleksi terjadi ketika $n = 1$ hamburan dan panjang datang mempunyai perbedaan panjang gelombang. Kita dapat menuliskan kembali persamaan (2.7) sebagai berikut :

$$\lambda = 2 d \sin \theta$$

□

$$(2.8)$$

dimana didefinisikan pada Gambar dibawah ini, d' sesuai dengan jarak antara bidang (hkl) dan d/n sesuai dengan jarak antar bidang ($n_h n_k n_l$). Jadi kita dapat menganggap refleksi terbesar pada refleksi urutan pertama pada jarak $1/n$ dengan jarak sebelumnya. Dengan mengatur $d = d'/n$ dan mensubstitusikan ke persamaan (2.7), kita dapat menuliskan Hukum Bragg menjadi : $\lambda = 2 d \sin \theta$

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas beker 50 mL dan 25 mL, Erlenmeyer 250 mL, labu ukur 50 mL dan 250 mL, buret 50 mL, pipet ukur 10 mL dan 50 mL, gelas ukur 10 mL, propipet, labu alas bulat leher dua, labu alas datar leher tiga, sendok sungu, pengaduk besi, kaca arloji, *magnetic stirrer*, batu didih, corong pisah 100 mL, corong, cawan porselen, mortar, statif, klem, kondensor, selang, pompa, *siring*, botol semprot, loyang, kertas saring, neraca analitik, *heating mantle*, oven, *furnace*, *Fourier Transform infra Red (FTIR)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Gas Cromatografy Mass Spectrometry (GCMS)*.

4.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah kitosan, hidrotalsit, minyak goreng merek *Bimoli*, metanol, asam klorida (HCl), asam asetat (CH₃COOH), natrium dioksida (NaOH), kalium dioksida (KOH), asam fosfat (H₃PO₄), indikator pp, akuades.

4.3 Prosedur Kerja

4.3.1 Preparasi Bahan

Kitosan sebanyak 70 gram ditimbang menggunakan neraca analitik. Kemudian dimasukkan kedalam cawan porselen. Setelah ditimbang, kitosan dikalsinasi pada suhu 400^o C selama 2 jam dengan menggunakan *furnace*.

4.3.2 Pembuatan Katalis Kitosan-Hidrotalsit

Mula-mula ditimbang kitosan sebanyak 5 gram, lalu dimasukkan kedalam gelas beker. Ditimbang hidrotalsit yang telah dikalsinasi

sebanyak 5 gram, kemudian dimasukkan kedalam gelas beker yang sudah berisi kitosan. Ditambahkan asam asetat 10% sebanyak 50 mL, lalu diaduk sampai kitosan dan hidrotalsit tercampur membentuk gumpalan. Setelah terbentuk gumpalan, sampel dicetak menggunakan *siring*. Hasil cetakan dimasukkan kedalam gelas beker yang telah diisi NaOH sebanyak 100 mL. Selanjutnya didiamkan semalaman. Dibilas menggunakan akuades. Lalu dioven pada suhu 60° C sampai mengering. Terbentuklah gel hidrotalsit dari kitosan dan hidrotalsit.

4.3.3 Pengujian Hidrotalsit dalam Pembuatan Biodiesel

Mula-mula ditimbang sebanyak 2 gram serbuk hidrotalsit dan dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga. Ditambahkan minyak goreng merek Bimoli sebanyak 10 mL. Selanjutnya direfluks selama 3 jam. Ditambahkan methanol sebanyak 50 mL pada saat suhu 60° C atau saat kondisi hangat.

Setelah direfluks selama 3 jam, sampel dipindahkan kedalam corong pisah 100 mL. kemudian ditambahkan HCl 1 M sebanyak 10 mL kedalam corong pisah. Ditambahkan akuades sebanyak 50 mL kedalam corong pisah. Setelah itu, digojog sampai terbentuk larutan berwarna putih susu dan sesekali dikeluarkan udara yang dihasilkan. Didiamkan beberapa saat sampai terbentuk 2 fasa. Setelah terbentuk 2 fasa, pada lapisan bawah terbentuk gliserol berwarna putih sedangkan di lapisan atas terbentuk biodiesel berwarna kuning. Dikeluarkan gliserol dan biodiesel dalam wadah terpisah dan diberi label pada keduanya. Biodiesel yang diperoleh kemudian diukur volume dan beratnya.

4.3.4 Pengujian Penggunaan Kembali Katalis Kitosan-Hidrotalsit

Mula-mula ditimbang sebanyak 2 gram kitosan-hidrotalsit dan dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga. Ditambahkan minyak goreng merek *Bimoli* sebanyak 10 mL, kemudian direfluks selama 3

jam. Ditambahkan methanol sebanyak 50 mL pada saat suhu 60° C atau saat kondisi hangat (hangat kuku).

Setelah direfluks, sampel disaring dan diambil katalis kitosan-hidrotalsit. Kemudian dipindahkan kedalam corong pisah 100 mL. Ditambahkan HCl 1 M sebanyak 10 mL ke dalam corong pisah. Ditambahkan akuades sebanyak 50 mL ke dalam corong pisah. Setelah itu, digojog sampai terbentuk larutan berwarna putih susu dan sesekali dikeluarkan udara yang dihasilkan. Didiamkan beberapa saat sampai terbentuk 2 fasa. Setelah terbentuk 2 fasa, pada lapisan bawah terbentuk gliserol berwarna putih sedangkan lapisan atas terbentuk biodiesel berwarna kuning. Keluarkan gliserol dan biodiesel dalam wadah terpisah dan diberi label pada keduanya. Kitosan-Hidrotalsit yang telah disaring dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga, kemudian dilakukan pengunaan pelakuan sebanyak 2×.

4.3.5 Uji Karakterisasi Katalis

Uji karakter katalis dilakukan dengan XRD, FTIR, dan GC-MS. Katalis yang diperoleh dianalisis menggunakan FTIR bertujuan untuk karakterisasi dan analisis gugus fungsi pada katalis, pada analisis XRD bertujuan untuk menentukan sistem kristal pada katalis, dan pada analisis GC-MS bertujuan untuk identifikasi senyawa dengan struktur molekul.

4.3.6 Penentuan Nilai Konversi Biodiesel

Penentuan nilai konversi biodiesel menggunakan rumus GC-MS. Catat hasil volume biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dan catat mol minyak, berikut rumus yang digunakan:

$$\text{yield} = \frac{\text{mol biodiesel}}{\text{mol minyak}} \times 100\%$$

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menjelaskan tentang Pengaruh Pemakaian Katalis Kitosan Hidrotalsit Terhadap Pembuatan Biodiesel dengan Metode Refluk. Katalis kitosan hidrotalsit merupakan campuran kitosan dan sorbacit kemudian dikarakterisasi dengan metode *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transformation Infrared Spectra (FTIR)*, *Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)*, pengujian kebasaaan dan pengujian *yield*.

5.1 Preparasi Kitosan

Langkah pertama untuk preparasi pada kitosan yaitu dikalsinasi dengan menggunakan alat furnace pada suhu 400 °C selama 2 jam dengan berat 50 gram. Proses kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan kadar H₂O dalam kitosan serta sisa pengotor, apabila kitosan tidak dikalsinasi pada suhu tersebut dapat mengganggu proses sintesis. Setelah melalui proses kalsinasi dengan alat furnace, kitosan tersebut didinginkan.

5.2 Pembuatan Kitosan Hidrotalsit

Kitosan yang telah di kalsinasi hingga dingin, dicampurkan dengan sorbacid, kemudian ditambahkan asam asetat (CH₃COOH) yang berfungsi untuk melarutkan kitosan yang bersifat polimer kationik dan hanya dapat terlarut dalam larutan asam organik (Mekawati *et al.* 2000). Hidrotalsit sebagai lempung yang akan membentuk cetakan katalis. Sedangkan kitosan sebagai bahan utama dalam pembuatan katalis yang bersifat basa, karena kitosan memiliki sepasang electron bebas yang mudah untuk dimodifikasi. Sehingga kitosan menjadi salah satu polimer katalis basa heterogen.

Katalis dicetak menggunakan *syringe*, fungsi *syringe* untuk memperkecil perluasan bentuk katalis apabila bentuk katalis lebar atau besar

maka akan mempengaruhi pengovenan katalis. Katalis yang telah dicetak direndam dalam larutan natrium hidroksida berfungsi untuk mengubah permukaan fiber menjadi kasar, sehingga meningkatkan kelekatan mekanis dan juga menyebabkan semakin banyaknya jumlah selulosa yang semakin tampak. Hal ini dapat meningkatkan jumlah tempat yang memungkinkan terjadinya reaksi adhesi atau tarik menarik yang berguna untuk meningkatkan kelekatan antara fiber dan matrik.



Gambar 4 Rumus reaksi NaOH pada serat. Sumber: Wijaya et al. 2014

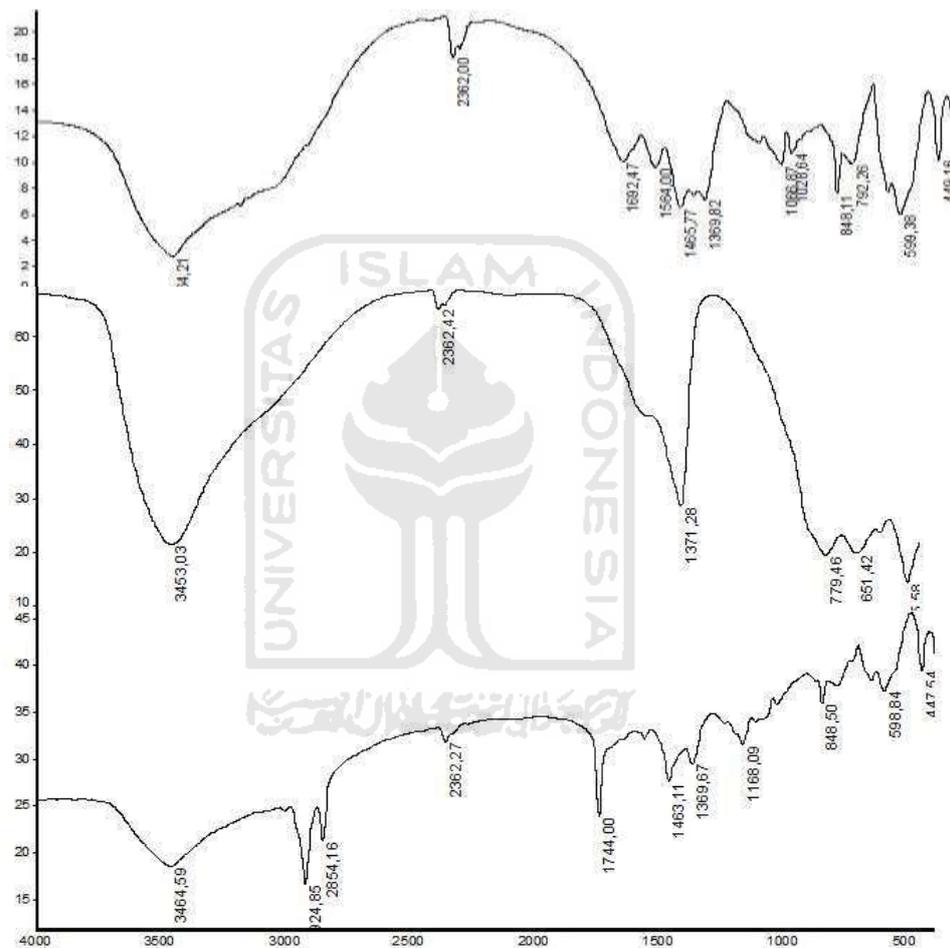
Katalis direndam semalaman untuk meningkatkan jumlah selulosa yang tampak. Cuci katalis kemudian dioven pada suhu 60°C selama 3 jam, fungsi dari pengovenan untuk menghilangkan kadar air dan zat pengotor yang tersisa pada katalis.

5.3 Karakterisasi Katalis Kitosan Hidrotalsit dengan FTIR

Analisis FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis ikatan kimia pada senyawa yang terkandung dalam sampel. Puncak-puncak yang terlihat merupakan gugus fungsinya, kemudian puncak tersebut dianalisis dengan menyesuaikan puncak yang terbentuk dari panjang gelombang yang sesuai gugus fungsi. Dalam penelitian ini analisis FTIR digunakan untuk melihat jenis ikatan kimia yang terbentuk dari katalis sebelum atau sesudah pembuatan biodiesel dan hidrotalsit.

Analisis FTIR sebagaimana pada gambar 5 terbagi menjadi dua spektrum. Spektrum pertama merupakan katalis kitosan hidrotalsit sebelum pembuatan biodiesel dan spektrum kedua merupakan katalis setelah pembuatan biodiesel. Spektrum pertama terlihat panjang gelombang yaitu gugus hidroksil, cincin siklik (cincin aromatik), dan vibrasi di luar *fingerprint*. Gugus hidroksil terlihat pada vibrasi 3464 cm⁻¹, merupakan sisa-sisa kandungan air yang tidak mengalami pelepasan pada saat pengovenan. Cincin aromatik terlihat pada vibrasi 1692 cm⁻¹ dan 1564 cm⁻¹

sehingga diperkuat oleh terbacanya panjang gelombang pada vibrasi 848 cm^{-1} dan 792 cm^{-1} . menurut silversteinsalah satu serapan karakteristik untuk senyawa kitin adalah adanya serapan peregangan pada daerah 1310 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus C-N pada ikatan (-NHCOCH₃) (Silverstein, 1986).



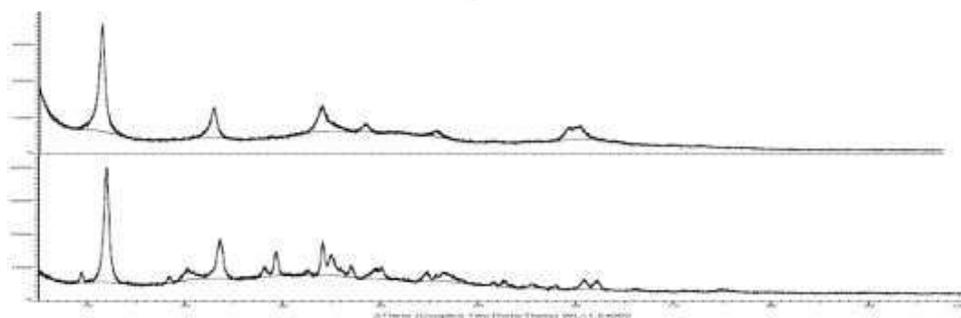
Gambar 5. a. Hidrotalsit; b. Katalis-Hidrotalsit sebelum; c. Kitosan-Hidrotalsit sesudah

Spektrum kedua merupakan katalis kitosan hidrotalsit setelah pembuatan biodiesel. Panjang gelombang yang terbaca lebih banyak dari sebelumnya, dikarenakan terbawanya senyawa organik pada pembuatan biodiesel, sehingga vibrasi yang terbaca di luar daerah *fingerprint* dan

terlihat ikatan senyawa C=O . Gugus hidroksil merupakan ciri khas dari sorbacit pada rentang panjang gelombang 3450 cm^{-1} . Ikatan kimia C=O berada pada panjang gelombang 1744 cm^{-1} yang merupakan senyawa ester dengan diperkuat munculnya ikatan kimia CH (alkana) pada panjang gelombang 2924 cm^{-1} dan bentuk grafik yang kuat. Menurut Silverstein et al 1989 salah satu serapan karakteristik untuk senyawa kitosan adalah adanya peregangan lemah pada daerah 1650 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus C=O pada ikatan (-NHCOCH³). Sehingga menandakan ikatan tersebut melakukan stretching terhadap C karbonil dan pembentukannya terjadi karena proses pembuatan biodiesel.

Spektrum ini merupakan hidrotalsit . Dalam analisis ini terbaca beberapa ikatan kimia yaitu gugus hidroksil. Gugus hidroksil berada pada panjang gelombang 3453 cm^{-1} yang memiliki kekuatan *stretching*. Dilihat dari gambar 5 dan gambar 6 memiliki kesamaan panjang gelombang $3400\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus hidroksil dan pada panjang gelombang 2362 cm^{-1} merupakan senyawa khas dari sorbacit, sedangkan perbedaan dari dua spektra yaitu terdapat gugus C-N yang merupakan ciri khas dari kitin.

5.4 Karakterisasi Katalis dengan XRD



Gambar 7 Difraktogram hidrotalsit dan Difraktogram Kitosan-Hidrotalsit

Karakterisasi XRD bertujuan untuk menentukan struktur kristal menggunakan sinar-x. Dari difraktogram diatas membandingkan antar struktur kristal hidrotalsit dengan kitosan hidrotalsit. Difraktogram sorbacite terlihat puncak pada sudut 2θ : 11.66° , 23.379° , 29.498° ,

34.785°. Difraktogram dibawah yaitu stuktur kristal kitosan hidrotalsit yang membentuk sudut 2 theta pada: 11.969°, 18.446°, 20.255°, 23.604°, 29.347°. Menurut Song,*et al* 2008 bahwa karakterisasi XRD dari kitosan murni membentuk difraktogram yang terlihat pada sudut 2theta adalah 19.85°, karena kitosan merupakan *amorphous* maka terjadi reaksi setelah pencampuran dengan senyawa lain nya maka akan terlihat pada sudut 2 theta 20.20°(Nargawal *et al*, 2011).

5.5 Pembuatan Biodiesel

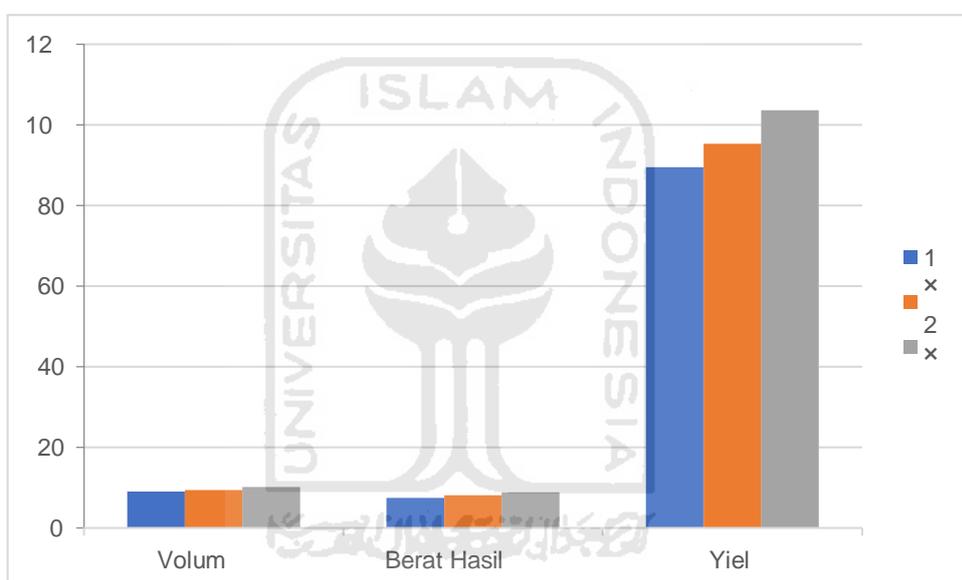
Pembuatan biodiesel menggunakan katalis kitosan hidrotalsit, pertama campurkan 2 gram katalis kitosan hidrotalsit dan minyak goreng merek Bimoli 10 ml ke dalam labu alas datar leher tiga. Ditambahkan minyak gorang merek Bimoli sebanyak 10 mL, kemudian direfluks selama 3 jam. Pada saat suhu 60° atau saat kondisi hangata-hangat kuku dilakukan penambahan methanol 50 mL.

Setelah direfluks, sampel dipisahkan antara katalis dengan minyak. Kemudian minyak dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL dan ditambahkan HCl 1 M sebanyak 10 mL. Lalu ditambahkan akuades sebanyak 50 mL dan digojog sampai terbentuk larutan berwarna putih susu dan sesekali keluarjan udara yang dihasilkan. Diamkan beberapa saat hingga terbentuk 2 fasa. Fasa akan terbentuk menjadi dua yaitu lapisan bawah merupakan gliserol sedangkan lapisan atas merupakan biodiesel berwarna kuning. Pisahkan kedua lapisan tersebut dalam wadah terpisah dan beri label pada keduanya. Lakukan penimbangan, pengukuran, dan pencatatan yang terjadi pada lapisan biodiesel.

Biodiesel yang telah melalui proses konversi dilakukan penimbangan, berfungsi sebagai mengetahui yield dari biodiesel tersebut. Kemudian pengukuran volume dari biodiesel yang didapat dan hasil akhir dari pengukuran dan penimbangkan menghasilkan besaran yield dari biodiesel. Biodiesel yang sudah diberikan label dilakukan analisis dengan GC-MS

Tabel 2 Hasil Yield Biodiesel

Penggunaan	Volum (mL)	Berat (gram)	Hasil	Yield%
1×	9	7,416		89,50
2×	9,4	8,136		95,31



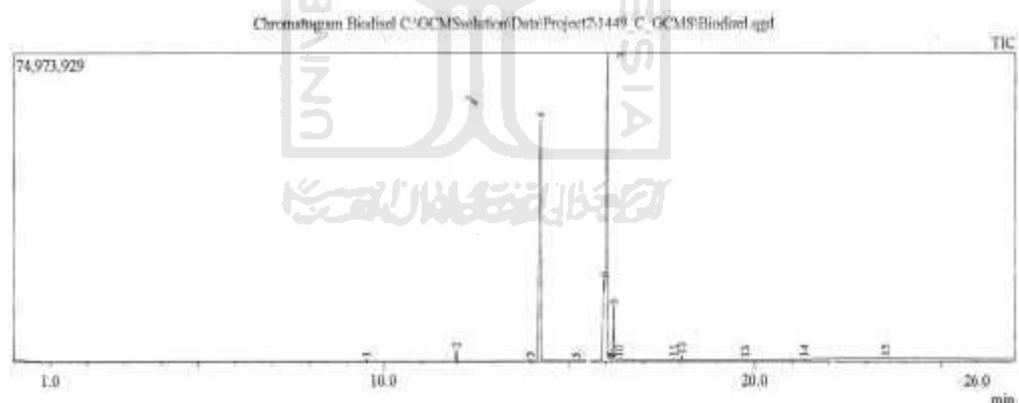
Gambar 8 Grafik penggunaan kembali katalis kitosan-hidrotalsit

Gambar 8 menunjukkan bahwa setiap penggunaan pada sampel mengalami kenaikan. Pada volume biodiesel yang didapat dari satu kali pemakaian sebanyak 9 ml, kemudian pada pemakaian katalis kedua kali sebanyak 9,4, dan pada pemakaian katalis ketiga kali sebanyak 10,15. Grafik ini memperlihatkan bahwa pemakaian katalis memiliki pengaruh terhadap pembentukan biodiesel dikarenakan grafik mengalami kenaikan ketika digunakan dari pemakaian katalis satu kali ke pemakaian katalis kedua kali dan pada pemakaian katalis ketiga kali. Apabila katalis yang sama digunakan untuk pembuatan biodiesel yang baru akan menghasilkan kadar biodiesel yang banyak dari pembuatan biodiesel pertama.

Menurut penelitian Zhang (2004) bahwa berat katalis merupakan salah faktor penting yang dapat mempengaruhi *yield* dari biodiesel yang dihasilkan. Banyaknya mol yang tersedia didalam reaksi tergantung pada banyaknya jumlah katalis yang ditambahkan, sehingga dapat menyebabkan kemungkinan terjadinya tumbukan semakin banyak dan kecepatan reaksi akan semakin meningkat. Namun penambahan katalis tidak akan memberikan pengaruh pada apapun apabila sudah tercapai kondisi yang optimum.

5.6 Analisis Biodiesel dengan GC-MS

Analisis GC-MS digunakan untuk mengetahui senyawa metal ester dan jenis senyawa lainnya yang terkandung dalam metil ester. Hasil dari GC-MS merupakan puncak-puncak spektra yang menunjukkan jenis metil ester yang lebih spesifik. Analisis biodiesel didapatkan dari puncak-puncak fragmentasi yang telah teridentifikasi sebagai senyawa biodiesel.



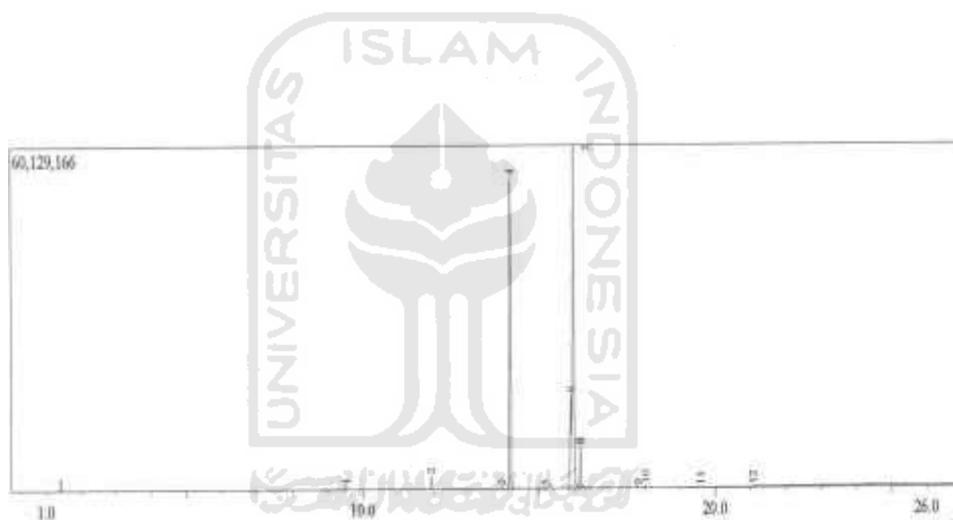
Gambar 8 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 1x pemakaian

Berdasarkan kromatogram dari GC-MS yang diperlihatkan pada gambar 8 terdapat 2 puncak tertinggi yang menunjukkan adanya kandungan metil ester, yaitu pada puncak 4, 6, dan 7. Puncak ke-4 dengan waktu retensi 14,229 merupakan senyawa metil ester palmitat dengan rumus kimia $\text{Me}(\text{CH}_2)_{14}\text{C}(\text{O})\text{OMe}$ dan luas area sebesar 34,39%. Puncak ke-6 dengan waktu retensi 15,931 merupakan senyawa metil ester linoleate dengan

senyawa kimia $\text{MeOC(O)(CH}_2)_7\text{CH:CHCH}_2\text{CHCH(CH}_2)_4\text{Me}$ dan sebesar 10,41%. Puncak ke-7 dengan waktu retensi 16,026 merupakan senyawa metil oleat dengan rumus kimia $\text{MeOC(O)(CH}_2)_7\text{CH:CH(CH}_2)_7\text{OMe}$ dan luas area sebesar 47,64%. Sehingga metil ester dari produk yang dihasilkan seluruhnya sebesar 91,44%.

Puncak	Waktu Retensi	Senyawa	Luas Puncak(%)
4	14,229	Metil Palmitat	34,39
6	15,931	Metil Linoleat	10,41
7	18.089	Metil Oleat	47,64

Tabel 3 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 1×



Gambar 10 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 2× pemakaian

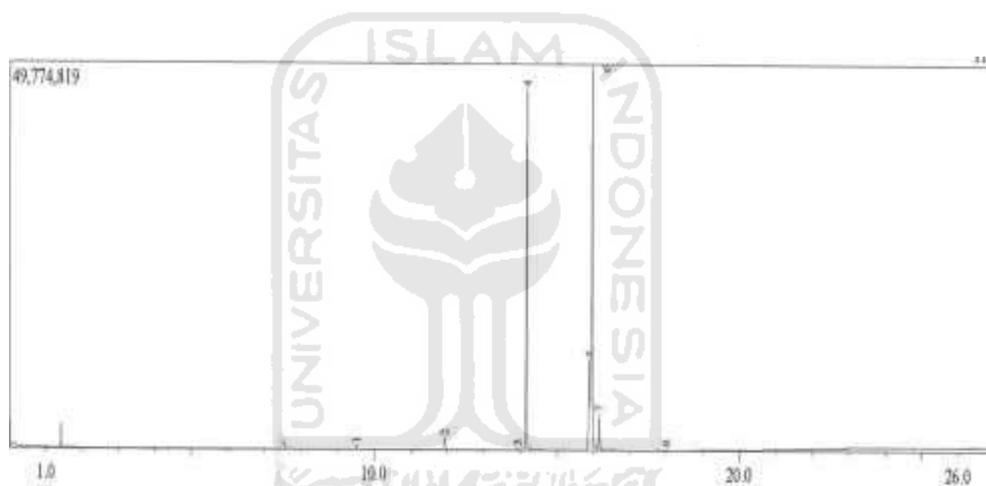
Berdasarkan kromatogram dari GC-MS yang diperlihatkan pada gambar 10 terdapat 3 puncak tertinggi yang menunjukkan adanya kandungan senyawa metil ester, yaitu pada puncak 4, 5, dan 6. Puncak ke-4 terbaca pada waktu retensi 14,167 yang merupakan senyawa metil ester palmitat dengan rumus kimia $\text{Me(CH}_2)_{14}\text{C(O)OMe}$ dan luas area sebesar 39,14%. Puncak ke-5 terbaca pada waktu retensi 15,884 yang merupakan senyawa metil ester linoleate dengan rumus kimia $\text{MeOC(O)(CH}_2)_7\text{CH:CHCH}_2\text{CHCH(CH}_2)_4\text{Me}$ dan luas area sebesar 9,58 %. Puncak ke-6 terbaca pada waktu retensi 15,594 yang merupakan senyawa metil oleat dengan rumus kimia $\text{MeOC(O)(CH}_2)_7\text{CH:CH(CH}_2)_7\text{OMe}$ dan

luas area sebesar 46,20%. Sehingga metil ester dari produk yang dihasilkan seluruhnya sebesar 94,82%.

Tabel 4 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 2×

Puncak	Waktu Retensi	Senyawa	Luas Area(%)
4	a 14,167	Metil Palmitat	39,14
5	b 15,884	Metil Linoleat	9,58
6	a 15,594	Metil Oleat	46,20

11 Kromatogram biodiesel katalis kitosan hidrotalsit 3× pemakaian



Berdasarkan kromatogram dari GC-MS yang diperlihatkan pada gambar 11 Terdapat 3 puncak tertinggi yang menunjukkan adanya kandungan senyawa etal ester, yaitu pada puncak 4, 6, dan 7. Puncak ke-4 terbaca pada waktu retensi 14,185 yang merupakan senyawa etal ester palmitat dengan rumus kimia $\text{Me}(\text{CH}_2)_{14}\text{C}(\text{O})\text{Ome}$ dan luas area sebesar 38,93%. Puncak ke-5 terbaca pada waktu retensi 15,897 yang merupakan senyawa etal ester linoleate dengan rumus kimia $\text{MeOC}(\text{O})(\text{CH}_2)_7\text{CH}:\text{CHCH}_2\text{CHCH}(\text{CH}_2)_4\text{Me}$ dan luas area sebesar 10,48%. Puncak ke-6 terbaca pada waktu retensi 15,978 yang merupakan senyawa etal oleat dengan rumus kimia $\text{MeOC}(\text{O})(\text{CH}_2)_7\text{CH}:\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{Ome}$ dan luas area sebesar 44,79%. Sehingga etal ester dari produk yang dihasilkan seluruhnya sebesar 94,20%.

Puncak	Waktu Retensi	Senyawa	Luas Area (%)
4	14,185	Metil Palmitat	39,14
5	15,884	Metil Linoleat	9,58
6	15,594	Metil Oleat	46,20

Tabel 5 Hasil Konversi Biodiesel Variasi Pemakaian 3×



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian tentang pengaruh penggunaan katalis kitosan hidrotalsit dapat disimpulkan bahwa:

1. Kitosan hidrotalsit dapat digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel. Karakterisasi menggunakan FTIR menghasilkan gugus hidroksil, cincin siklik, dan C=O. Karakterisasi dengan XRD didapatkan difraktogram kitosan-hidrotalsit terlihat puncak pada sudut 2θ : 11.66° , 23.379° , 29.498° , 34.785° .
2. Katalis kitosan-hidrotalsit menghasilkan sintesis biodiesel dengan senyawa metil palmitat, metil linoleat, dan metil oleat.
3. Penggunaan kembali katalis 1, 2, dan 3 berpengaruh terhadap hasil konversi biodiesel yang masing-masing menghasilkan volume biodiesel 7,416 mL; 8,136 mL; 8,844 mL. Sehingga semakin katalis sering digunakan maka kandungan biodiesel akan semakin banyak.
4. Sintesis biodiesel terhadap penggunaan kembali katalis kitosan hidrotalsit mendapatkan hasil dengan penggunaan satu kali sebanyak 89,5 %; penggunaan dua kali sebanyak 95,31%; penggunaan tiga kali sebanyak 103,61%.

6.2 Saran

Pengembangan baru terhadap metode lain sehingga dapat menghasilkan biodiesel yang murni.

Daftar Pustaka

- Adnan, M., 1997. *Teknik Kromatografi untuk Analisis Bahan Makanan*, Edisi Pertama, 9, 14, 15, Penerbit Andi, Yogyakarta
- Akhyar, 2010, Uji Daya Hambat dan Analisis KLT Bioautografi Ekstrak Akar dan Buah Bakau (*Rhizophora Stylosa Griff.*) Terhadap *Vibrio Harveyi*, Makassar (Skripsi)
- Bhuvaneshwari, S., Sruthi, D., Sivasubramanian, V., Niranjana kalyani., Sugunabai, J., 2007. Development and Characterization of Chitosan Film. *International Journal of Engineering Research and Application (IJERA)*, Vol. 1, Issue 2, Hal: 292-299
- Dachriyanus, 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Cetakan I. Padang: Andalas University Press
- Depkes RI, 2000 Ditjen POM. (2000). *Parameter Standar Umum Ekstrak Tumbuhan Obat*. Cetakan Pertama. Jakarta: Departemen Kesehatan RI
- Drelinkiewiez, A., 2014 Drelienkiewics, D., Kalemba-Jaje, Z., Lalik, E., Kosydar, R. 2014. Organo-Sulfonic Acids Doped Polyaniline-Based Solid Acid Catalysts for The Formation of Bio-esters in Transesterification and Esterification Reactions. *Fuel* 116: 760-771
- Eaton, D. C. (1989). *Laboratory Investigations In Organic Chemistry*. USA: McGraw- Hill
- El-Mashad, H.M., Zhang, R., Avenabustillos, R.J., 2007. A Two-Step Process for Biodiesel Production from Salmon Oil. *Biosystem Engineering* 99, pp.220-227 2007

- Emma R., M.T. Suhartono., Dahrul Syah, Sugiyono. 2004. Karakterisasi Kitosan Hasil Deasetilisasi Enzimatis Oleh Kitin Deasetilasesi Isolat *Bacillus papandayan* K29-14.
- Encinar, J.M., Gonzalez, J.F., Rodriguez-Reinares, A., 2005. Biodiesel from Used Frying Oil Variables Affecting the Yields and Characteristics of the Biodiesel. *Ind & Eng. Chem Research*. 44(15). 5491-5449
- Endalew, A.K., Kiros, Y., Zanzi, R., 2011. Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production from *Jatropha Curcas* Oil (JCO). *Energy*, pp.1-8 2011
- Fatimah, Is., Rubiyanto, Dwiwarso., Nugraha, Jaka., 2018. Preparation, Characterization, and Modelling Activity of Potassium Fluoride Modified Hydrotalcite for Microwave Assisted Biodiesel conversion. *Elsavier: sustainable chemistry and pharmacy* 8 (2018) 63-70
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S., 1982, *Kimia Organik* (diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H.), Edisi ketiga, Jilid 2, Erlangga, Jakarta
- Fessenden dan Fessenden. 1986. *Kimia Organik*. Edisi Ketiga. Jilid 1. Jakarta: Erlangga
- Fessenden JR, Fessenden JS. 1997. *Dasar-dasar Kimia Organik*, diterjemahkan oleh Sukmariah Maun. Binarupa Aksara. Jakarta
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. (2007). Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar*
- Guan Guoqing., Kusakabe Katsuki., Sakurai Nozomi., 2009. Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel Fuel Using Acid Catalysts in the Presence of Dimethyl Ether, *Fuel*, Vol.88 Pages:81-86

- Gao Lijing., Teng Guangyuan., Xiao Guomin., Wei Ruiping., 2010. Biodiesel from Palm Oil Via Loading KF/Ca-Al Hydrotalcite Catalyst. *Biomass and Bioenergy*, Vol.34 Pages:1283-1288.
- Georgogianni, K.G., Katsoulidis, A.P., Pomonis, P.J., Kontominas, 2009. Transesterification of Soybean Frying Oil to Biodiesel Using Heterogeneous Catalysts, *Fuel Processing Technology*, Vol.90 Pages:671-676
- Gritter, R. J., Bobbit, J.M. dan Schwarting, A.E., 1991. *Pengantar Kromatografi*, diterjemahkan oleh Kosasih Padmawinata, Edisi II, 107. Penerbit ITB. Bandung
- Hendayana, S., Kadarohmah, A., Sumarna, A. A., dan Supriatna, A. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Edisi Kesatu. IKIP Semarang Press. Semarang
- Hermann J. and Gottfried Blaschke, 1988. *Analisis Farmasi*, terjemahan S. Kisman dan S. Ibrahim. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta
- Kadim, Lina Arlina Nur. 2014. Jurnal Analisis Hubungan Faktor yang Mempengaruhi Harga Jual Minyak Kelapa Sawit pada PT. Langkat Nusantara Kepong PKS Padang Brahrang.
- Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral, 2013. Cadangan Minyak Indonesia, <https://www.esdm.go.id/> (diakses tanggal 13 September 2016)
- Kim Manhoe., Yan Shuli., Salley, O.S., Ng Simon, K.Y., 2009. The Effect of Sodium on the Catalytic Activity of ZnO-Al₂O₃/ZSM-5 and SnO-Al₂O₃/ZSM-5 for the Transesterification of Vegetable Oil with Methanol. *National Biofuels Energy*, Wayne State University

- Konwar, L. 2013. Biodiesel Production From Acid Oils Using Sulfonated Carbon Catalyst Derived From Oil-Cake Waste. *Journal of Molecular Catalysis*. Elsevier B.V. All rights reserved:1-10
- Koev ST, Dykstra PH, Luo X, Rubloff GW, Bentley WE, Payne GF, Ghodssi R. 2010. Chitosan an integrative biomaterial for lab-on-a-chip devices. *Lab Chip* 10: 3026-3042
- Knothe, G., Gerpen, J.V. and Krahl, J., 2005, *The Biodiesel Handbook*, 9-10, Champaign, Illinois USA, AOCS Press.
- Kumar RMNV, Pradiv Kumar Dutta, Nakamura S. 1998. Methods Of Metal Capture From Wastewater In Advances In Wastewater Technology. Global Science Publication
- Kuncahyo, Priyohadi., Zuhdi M, Aguk., Semin. Analisa Prediksi Potensi Bahan Baku Biodiesel Sebagai Suplemen Bahan Bakar Motor Diesel Di Indonesia. *JURNAL TEKNIK POMITS* Vol. 2, No. 1, (2013) ISSN: 2337-3539.
- Mekawati, F. E., dan D. Sumardjo. 2000. Aplikasi Kitosan Hasil Tranformasi Kitin Limbah Udang (*Penaeus merguensis*) untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal. *Jurnal Sains and Matematika* 8 : 51-54.
- Mima, S., Miya, M., Iwamoto, R. and Yoshikawa, S. 1983. *J Appl Polym Sci*. 28 (6): 1909-1917
- Ngamcharussrivichai, C., Nunthasanti, P., Tanachai, S., Banyakiat, K., 2010, Biodiesel Production Through Transesterifikasi over Natural Calciums, *Fuel Prossesing Techonology*, Vol.91 Pages:1409-1419
- Prianto, Bayu. 2008. Katalis Heterogen dengan Mekanisme Langmuir-Hinshel Wood Sebagai Model Reaksi Elektrolisis NaCl. Penelitian Bidang Material Dirgantara. LAPAN

- Priyanto, Dimas., Sudarmanta, Bambang. 2015. Studi Eksperimental Pengaruh Temperatur Pemanasan Bahan Bakar Biodiesel *Palm Oil* (B100) Terhadap Unjuk Kerja Mesin Diesel Sistem Injekso Langsung Diamond Tipe Di800. *Jurnal Teknik Pomits* vol 4 No. 2, (2015) ISSN: 2301-9271
- Rahayu, Susanto Imam, 1995. *Kinetika Kimia*. Penerbit ITB, Bandung
- Rohman, A., 2009, *Kromatografi Untuk Analisis Obat*, Graha Ilmu, Yogyakarta,
- Silverstein, R.M. 2002. *Penyelidikan Spektrometrik Senyawa Organik*, Edisi 4, diterjemahkan Hartomo. Erlangga. Jakarta
- Soerawidjaja, T.H., 2006, Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel, Handout Seminar Nasional “Biodiesel sebagai Energi Alternatif Masa Depan”, UGM Yogyakarta.
- Stevens, M.P. 2011. *Kimia Polimer*, Edisi dua, diterjemahkan oleh Sopyan. Pradnya Paramita. Jakarta
- Syamsudin. 2010. *Membuat Sendiri Biodiesel*. Yogyakarta : C.V Andi Offse
- Tang ZX, Shi L, Qian J. 2007. Neutral lipase from aqueous solutions on chitosan nano particles. *Journal Biochemical Engineering*. 34: 217-223
- Teng D.Yao K, Li J, Yao F, Yin Y, 2012. From chitin to chitosan Chitosan-Based Hydrogels: Functions and Applications. Boca Raton: CRC
- Xing-Xia Yanga, Yi-Tong Wanga,, Ya-Ting Yanga,, Er-Zhong Feng, Jia Luoa, Fan Zhang, Wen-Jing Yang, Gui-Rong Bao. 2018. Catalytic transesterification to biodiesel at room temperature over several solid bases. *Energy Conversion and Management* 164 (112-121)

Yao, J.,Sun.P.,Zhang.L.,Xu.N. 2010. Low Boiling Point Organaic Amine-Catalyzed Transesterification of Cottonsed Oil to Biodiesel with Trace Amount of KOH as Co-Calatyst. University of Tecnology Nanjing China.

Zhang, Y., Dubé, M.A., McLean, D.D., & Kates, M., 2003, Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: 1. Process Design and Technological Assessment Bioresource Technology, 89, 1-16.



Lampiran

1.1 Pembuatan HCl 1 M dari HCL 37%

$$\begin{aligned}M &= \frac{\% \cdot 10 \cdot \square}{\square \square} \\ &= \frac{37\% \cdot 10 \cdot 1,1 \square \square / \square}{36,5} \\ &= 12,06 \text{ M}\end{aligned}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12,06 \cdot V_1 = 1 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \square \cdot 100 \square \square}{12,06 \square}$$

$$V_1 = 8,29 \text{ mL}$$

1.2 Pembuatan Larutan H₃PO₄ 1 M dalam 100 mL dari Larutan H₃PO₄ 85%

$$\square \text{H}_3\text{PO}_4 = 1,21 \text{ kg/L}$$

$$m = \square \times \square$$

$$m = 1,71 \text{ kg/L} \times 1 \text{ L}$$

$$m = 1710 \text{ gram} \rightarrow \text{jika kadar } 100\%$$

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_3\text{PO}_4 \text{ 85\%} &= \frac{85\%}{100\%} \times 1710 \text{ gram} \\ &= 1453,5 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$M = \frac{\square \square}{\square}$$

$$= \frac{\square \square}{\square}$$

$$= \frac{1453,5 \square \square \square \square}{98 \square \square \square \square \square \square}$$

$$= 14,83 \text{ M}$$

Untuk membuat konsentrasi H₃PO₄ 1 M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL} = 14,83 \text{ M} \cdot V_2$$

$$V_2 = 6,74 \text{ mL}$$