

**PENGARUH WAKTU REFLUKS DALAM KONVERSI
BIODIESEL MINYAK DEDAK PADI (*Rice Bran Oil*) DENGAN
MODIFIKASI KATALIS ZrO_2 TEREMBAN PADA ABU DAUN
BAMBU**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
Gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada Program Studi Kimia
Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



Disusun Oleh:

**ANA TAUSHIYAH
No. Mahasiswa : 14612165**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2018**

**PENGARUH WAKTU REFLUKS DALAM KONVERSI BODIESEL
MINYAK DEDAK PADI (*Rice Bran Oil*) DENGAN MODIFIKASI
KATALIS ZrO_2 TEREMBAN PADA ABU DAUN BAMBU**

Oleh:

**ANA TAUSHIYAH
No. Induk Mahasiswa: 14612165**

Telah dipertahankan di Hadapan Panitia Ujian Skripsi
Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 15 Februari 2018

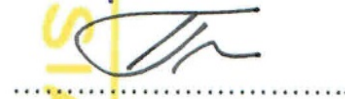
Dewan Penguji

Tanda Tangan

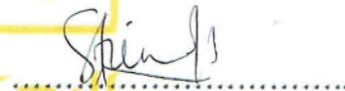
1. Dr. Is Fatimah, M.Si.



2. Gani Purwiandono, M.Sc.

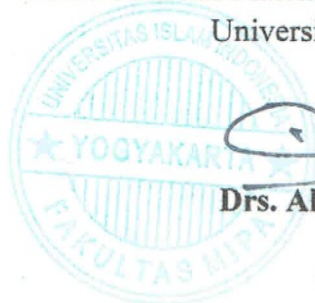


3. Dhina Fitriastuti, M.Sc.



Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D

PERNYATAAN ETIKA AKADEMIK

Yang bertanda tangan di bawah ini, saya:

Nama : Ana Taushiyah

No. Mahasiswa : 14612165

Judul Skripsi : Pengaruh Waktu Refluks Dalam Konversi Biodiesel Minyak Dedak Padi (*Rice Bran Oil*) Dengan Modifikasi Katalis ZrO_2 Teremban Pada Daun Bambu

Melalui surat ini menyatakan bahwa:

1. Selama melakukan penelitian dan pembuatan laporan penelitian skripsi saya tidak melakukan tindak pelanggaran etika akademik dalam bentuk apapun seperti penjiplakan, pembuatan skripsi oleh orang lain, atau pelanggaran lain yang bertentangan dengan etika akademik yang dijunjung tinggi Universitas Islam Indonesia. Oleh karena itu, skripsi yang saya buat merupakan karya ilmiah saya sebagai penulis, bukan karya jiplakan atau karya orang lain.
2. Apabila di kemudian hari, setelah saya lulus dari Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia menemukan bukti secara meyakinkan bahwa skripsi saya adalah karya jiplakan atau karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi akademis yang di tetapkan oleh Universitas Islam Indonesia.

Yogyakarta, 19 Februari 2018

Yang Menyatakan,



Ana Taushiyah
NIM: 14612165

MOTTO

“Sesungguhnya sholatku, ibadahku, hidup dan matiku hanya karena Allah SWT”

*Mustahil adalah bagi mereka yang tidak pernah mencoba – **Jim Goodwin***

Kegagalan hanya terjadi bila kita menyerah.

*Jangan tanya apa yang dibuat oleh negara untukmu, tapi tanyalah apa yang boleh kamu buat untuk negara -**Abraham Lincoln***

*Berusahalah untuk tidak menjadi manusia yang berhasil tapi berusahalah menjadi manusia yang berguna. ~ **Einstein***

*Pendidikan merupakan perlengkapan paling baik untuk hari tua. (**Aristoteles**)*

*“Apa yang kita tanam itulah yang akan kita tunai. Karena curahan hujan tidak memilih-milih apakah pohon apel atau hanya semak belukar” (**Wira Sagala**)*

*Today is the best than yesterday. (**Wira Sagala**)*

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan nama Allah yang maha pengasih, lagi maha penyayang. Segala puji bagi Allah, Tuhan seluruh alam, yang maha pengasih, maha penyayang. Pemilik hari pembalasan. Hanya kepada Engkaulah kami menyembah dan hanya kepada Engkaulah kami mohon pertolongan.. Tunjukkanlah kami jalan yang lurus, (yaitu) jalan orang – orang yang telah Engkau beri nikmat kepada Nya, bukan (jalan) mereka yang dimurkai, dan bukan (pula jalan) mereka yang sesat (Al-Fatihah 1-7).

Dengan kerendahan hati kupersembahkan karya kecil ini kepada mereka yang kusayangi.

1. Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang atas segala nikmat yang diberikan untuk penulis. Sehingga tiada alasan bagi penulis untuk berhenti bersyukur. “Alhamdulillah Alhamdulillah Alhamdulillah.
2. Nabi Muhammad SAW yang memberikan teladan kepada seluruh umatnya Termasuk penulis, dimana mendorong penulis untuk selalu ingin menjadi orang yang lebih baik lagi.
3. Teruntuk kedua orang tuaku (SADONO DAN AISAH) yang selalu ada dan akan selalu mendukungku. Terima kasih atas doa dan dukungannya selama ini. Karya kecil ini adalah kado terindah yang dapat kuberikan sementara ini. Karya ini adalah awal cita – cita besar yang Insyaallah akan kupersembahkan kepada kalian orang tuaku tercinta.
4. Kedua saudaraku yaitu kakak tersayang Muhammad Danial Asyari, serta adiiikku tercinta Muhammad Jati Sampurna yang selalu memberikan dukungan dan selalu mendoakan dalam menyelesaikan kuliah ini. Kalian pasti bisa dan

bisa lebih baik dari apa yang telah kulakukan. Percayalah tidak ada yang tidak mungkin di dunia ini jika Allah berkehendak. Semangat!!!

5. Dosen pembimbing terbaikku Ibu Is Fatimah yang dengan sabar dan telah meluangkan waktunya untuk membimbing saya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Terimakasih banyak bu Is, Jasamu Tiada Tara
6. Teman terbaikku Mas Alfin Rohmawan yang selalu memberi dukungan, motivasi, doa dan selalu menemaniku dalam keadaan susah ataupun senang.
7. Untuk teman – teman seperjuangan angkatan 2014 khususnya (Loli, Lita, Iroh, Ulil, Faiha, Indah, Sinta, Nana, Gendis, Zulfa) yang selalu menemaniku dalam keadan susah ataupun senang, selalu memberikan semangat, cinta dan kasih sayangnya.
8. Tim penelitian bambu cute (Nana dan Ulil) yang telah semangat bekerja siang dan malam di laboratorium dan membantu menyelesaikan penelitian ini.
9. Teman – teman Material Scince Club (MSC) 2014 yang saling mendukung satu sama lain, semangat semuanya !!!

Akhir kata, skripsi ini saya dedikasikan untuk semua orang yang mengenalku, mengasihiku,atau bahkan yang kurang senang denganku.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, wassholaatu wassalaamu 'alaa Rosulillahi, wa' alaa'aalihi wasohbihiman waalah.

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmatnya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul “Pengaruh Waktu Refluks Dalam Konversi Biodiesel Minyak Dedak Padi (*Rice Bran Oil*) Dengan Modifikasi Katalis ZrO_2 Teremban Pada Daun Bambu”. Sholawat dan salam semoga tetap tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menunjukkan manusia dari jalan kegelapan menuju jalan yang terang benderang.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Dengan penyusunan skripsi ini diharapkan mahasiswa dapat mengetahui sejauh mana penetapan teori yang telah didapatkan selama kuliah. Dalam penyusunan skripsi ini penulis menyadari telah banyak mendapatkan bantuan dari berbagai pihak. Maka dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada:

1. Bapak Nandang Sutrisno, SH., M.Hum., LL.M., Ph.D., selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
2. Bapak Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Dr. Is Fatimah, selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan,

motivasi, saran serta arahannya selama proses penelitian hingga penyusunan skripsi

4. Bapak Gani Purwiandono., M.Sc., dan ibu Dhina Fitriastuti, M.Sc. selaku dosen penguji yang telah berkenan menyediakan waktu dan pikiran untuk mendiskusikan topik yang penulis angkat.
5. Seluruh dosen dan karyawan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
6. Kedua orang tuaku, kakak, dan adikku tercinta serta seluruh keluarga yang telah memberikan doa, semangat, serta dukungannya.
7. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dalam perbaikan skripsi ini agar menjadi lebih sempurna. Semoga hasil dari skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkan dimasa yang akan datang. Amin ya Rabbal'alam

Wassalamualaikum Wr.Wb.

Yogyakarta, Februari 2018

Penulis

Ana Taushiyah

**PENGARUH WAKTU REFLUKS DALAM KONVERSI BIODIESEL
MINYAK DEDAK PADI (*Rice Bran Oil*) DENGAN MODIFIKASI
KATALIS ZrO_2 TEREMBAN PADA ABU DAUN BAMBU**

Oleh:

Ana Taushiyah

No .Mahasiswa: 14612165

INTISARI

Bahan bakar minyak bumi merupakan salah satu kebutuhan utama yang banyak digunakan di berbagai negara. Akan tetapi cadangan bahan bakar fosil semakin menipis seiring semakin meningkatnya kebutuhan bahan bakar. Oleh karena itu keberadaan bahan bakar alternatif yang terbarukan dan ramah lingkungan mutlak dibutuhkan. Biodiesel memiliki kelebihan yaitu *biodegradable*, ramah lingkungan dan dapat diproduksi dari bahan alam yang dapat diperbaharui seperti minyak nabati. Penggunaan katalis homogen dalam produksi biodiesel tidak efektif digunakan dan tidak ramah lingkungan, karena katalis tersebut sulit diregenerasi kembali karena bercampur dengan minyak dan metanol sehingga menyebabkan proses pemisahan lebih kompleks. Untuk mengatasi hal tersebut, telah dilakukan penelitian pengaruh waktu refluks dalam konversi biodiesel minyak dedak padi (*rice bran oil*) dengan modifikasi katalis ZrO_2 teremban pada daun bambu. Daun bambu merupakan salah satu solusi yang dapat dijadikan katalis yang ramah lingkungan untuk pembuatan biodiesel minyak dedak padi. Pembuatan katalis dari limbah daun bambu yaitu dengan proses pemanasan dan dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam dan didapatkan abu daun bambu. Abu daun bambu yang diperoleh ditambahkan dengan $ZrOCl_2$. Padatan yang diperoleh dianalisis menggunakan XRD, SEM – EDX, FTIR, BET dan Analisis kebasaaan. Katalis digunakan pada proses konversi minyak:metanol = 20:50 secara refluks selama 2, 3 dan 5 jam. Hasil transesterifikasi analisis GC-MS diperoleh hasil konversi terbesar pada waktu 3 jam sebesar 37 mL, sedangkan pada katalis bekas dengan metode titrasi yang didasari pada nilai keasaman diperoleh hasil konversi terbesar pada waktu 5 jam sebesar 45,94% Hasil penelitian menunjukkan potensi pemanfaatan limbah daun bambu untuk produksi energi alternatif.

Kata kunci : Biodiesel, Abu daun bambu, ZrO_2 .

EFFECT OF REFLUX TIME IN BIODIESEL CONVERSION FROM RICE BRAN OIL WITH MODIFICATION OF ZrO_2 CATALYST SUPPORTED ON BAMBOO LEAVES ASH

By:

Ana Taushiyah

14612165

ABSTRACT

Petroleum fuel is one of the main needs that is widely used in various countries. However, fossil fuel reserves are depleting as fuel needs increase. Therefore, the existence of alternative renewable and environmentally friendly fuel is absolutely necessary. Biodiesel has the advantage of being biodegradable, environmentally friendly and can be produced from renewable natural materials such as vegetable oils. The use of homogeneous catalysts in biodiesel production is ineffective and environmentally unfriendly, since the catalyst is difficult to regenerate because it mixes with oil and methanol, causing a more complex separation process. To overcome this problem, we have studied the influence of reflux time in the conversion of rice bran oil biodiesel with modification of ZrO_2 catalyst on the bamboo leaf. Bamboo leaf is one solution that can be used as an environmentally friendly catalyst for making biodiesel rice bran oil. Preparation of catalyst from bamboo leaf waste is by heating process and calcined at 500 oC for 4 hours and obtained bamboo ash leaf. The obtained bamboo leaves are added with $ZrOCl_2$. The obtained solids were analyzed using XRD, SEM - EDX, FTIR, BET and Alkaline Analysis. The catalyst is used in the oil conversion process: methanol = 20:50 reflux for 2, 3 and 5 hours. The transesterification results were analyzed with GC-MS obtained the greatest conversion result at 3 hours by 37 mL, while the used catalyst with titration method based on the acidity value obtained the greatest conversion result at 5 hours at 45.94% The results showed the potential of waste utilization bamboo leaves for alternative energy production.

Keywords: Biodiesel, Bambu Leaves Ash, ZrO_2 .

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN ETIKA AKADEMIK.....	iii
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	viii
INTISARI.....	x
ABSTRACT.....	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
BAB III DASAR TEORI	9
3.1 Biodiesel Minyak Dedak Padi.....	9
3.2 Katalis Heterogen	11
3.3 Bambu	12
3.4 Zirkonium Dioksida (ZrO ₂).....	13
3.5 Metanol.....	14
3.6 <i>Fourier Transform InfraRed</i> (FTIR)	15
3.7 <i>BET Surface Area Analyzer</i> (SAA)	16
3.8 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	17
3.9 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	19
3.10 <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS).....	21
3.10 Hipotesis Penelitian	22
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN	23

4.1 Alat dan Bahan Penelitian	23
4.1.1 Alat penelitian.....	23
4.1.2 Bahan penelitian	23
4.2 Prosedur Penelitian.....	23
4.2.1 Preparasi $ZrO_2 - SiO_2$ dari daun bambu	23
4.2.2 Uji aktivasi katalis ZrO_2 teremban pada abu daun bambu.....	24
4.2.3 Penentuan hasil konversi biodiesel	25
4.2.4 Analisis kebasaaan katalis ZrO_2/ADB	25
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	26
5.1 Preparasi Katalis ZrO_2 Yang Teremban Pada Abu Daun Bambu	26
5.2 Hasil Analisis XRD	27
5.3 Hasil Analisis SEM-EDX.....	28
5.4 Hasil Analisis BET (Brunauer-Emmet-Teller).....	31
5.4 Hasil Analisis FTIR.....	32
5.5 Hasil Analisis Kebasaan	33
5.6 Uji Aktivasi Katalis ZrO_2 Teremban Pada Daun Bambu	34
5.7 Hasil Analisis GC-MS	37
5.8 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Konversi Pada Katalis Bekas.....	39
BAB VI PENUTUP	42
6.1 Kesimpulan.....	42
6.2 Saran	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN.....	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Reaksi Transesterifikasi	4
Gambar 2. Pendekatan Isoterm Adsorpsi BET	17
Gambar 3. Hukum Bragg	18
Gambar 4. Skema Alat Difraksi Sinar-X	18
Gambar 5. Skema kerja alat SEM	20
Gambar 6. XRD Pola Dari Material ($\bullet = T\text{-ZrO}_2$)	27
Gambar 7. Struktur Dari $T\text{-ZrO}_2$	28
Gambar 8. Hasil analisis SEM katalis ADB dengan perbesaran 500x	29
Gambar 9. Kurva EDX katalis ADB	29
Gambar 10. Hasil analisis SEM katalis ZrO_2/ADB dengan perbesaran 10.000x	30
Gambar 11. Pola Adsorpsi – Desorpsi dari ZrO_2	32
Gambar 12. Hasil Analisis FTIR	33
Gambar 13. Mekanisme Reaksi Katalis $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ Dalam Transesterifikasi	35
Gambar 14. Pemisahan Lapisan Biodiesel Dan Gliserol	36
Gambar 15. Hasil Analisis GC-MS Biodiesel Selama 2 Jam Refluks	37
Gambar 16. Hasil Analisis GC-MS Biodiesel Selama 3 Jam Refluks	37
Gambar 17. Hasil Analisis GC-MS Biodiesel Selama 5 Jam Refluks	37
Gambar 18. Grafik Hubungan Antara Waktu Dengan Konversi Reaksi Pada Proses Transesterifikasi	38
Gambar 19. Grafik Hubungan Antara Waktu Dengan Konversi Reaksi Pada Proses Transesterifikasi Dengan Katalis Bekas Reaksi	40

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Aktivitas Katalis ZrO_2 Terhadap Produksi Biodisel	6
Tabel 2. Komposisi Asam Lemak Dalam Minyak Dedak	10
Tabel 3. Hasil analisis EDX material katalis ADB	29
Tabel 4. Hasil analisis EDX material katalis ZrO_2 /ADB.....	30
Tabel 5. Data Bahan Spesifik Luas Permukaan, Volume Pori Dan Jari-Jari Pori	31
Tabel 6. Data Waktu Retensi Dan Hasil Analisis GC-MS Biodiesel Minyak Dedak Padi	38
Tabel 7. Pengaruh Waktu Refluks Terhadap Penentuan Nilai Asam	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Data	44
1.1 Pembuatan Larutan Zirkonium 20% dari Zirkon (IV) Oksiklorida.....	44
1.2 Pembuatan Larutan Standar NaOH 0,5 M dalam 250 mL.....	44
1.3 Pembuatan Larutan H ₃ PO ₄ 1 M Dalam 100 mL	44
1.4 Perhitungan Ukuran Kristal Katalis Dari Analisis XRD	45
1.5 Pembuatan Larutan Standar KOH 0,1 M Dalam 100 mL	46
1.6 Penentuan Nilai Asam Pada Katalis Bekas	47
1.7 Perhitungan Hasil Konversi Biodiesel Katalis Bekas.....	47
1.8 Perhitungan Hasil Konversi Biodiesel Dengan GC-MS.....	48
Lampiran 2. Data Analisis FTIR.....	50
Lampiran 3. Data Analisis XRD	52
Lampiran 4. Data Analisis GC-MS.....	57
Lampiran 5.Foto Penelitian.....	65

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar diesel yang dibuat dari sumber yang dapat diperbaharui seperti minyak nabati dan lemak hewan. Untuk memenuhi harga biodiesel yang bersaing dengan petroleum, maka salah satunya dengan menggunakan katalis heterogen. Penggunaan katalis menjadi bagian penting dalam pembuatan metil ester (biodiesel). Pengembangan sistem katalis saat ini adalah katalis yang mampu membantu mempercepat reaksi pada proses transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel. Katalis homogen seperti asam klorida dan asam sulfat pada awal perkembangan banyak digunakan. Namun, penggunaan homogen mempunyai kelemahan yaitu tidak ramah lingkungan serta memberikan efek kesulitan dalam pemisahan produk dan reaktan dengan katalisnya sehingga katalisnya tidak dapat digunakan kembali.

Untuk mengatasi kelemahan tersebut, mulai dikembangkan penggunaan katalis heterogen (padat) untuk menggantikan katalis alkali tersebut. Katalis heterogen yang pernah diteliti diantaranya ZnO, TiO₂/ZrO₂, Al₂O₃/ZrO₂, dan lain sebagainya. Bambu mengandung silika yang cukup tinggi (Suhardiman, 2011; Amu dan Adetuberu, 2010). Berdasarkan hasil penelitian yang pernah dilakukan bambu memiliki kadar selulosa berkisar 42,4% - 53,6% kadar lignin berkisar antara 19,8% - 26,6%, kadar pentosane 1,24% - 3,77%, kadar abu 1,24% - 3,77%, kadar silica 0,10% - 1,28%, kadar ekstratif 0,9% - 6,9% dan bambu mengandung holoselulosa (selulosa dan hemiselulosa) berkisar antara 73,32% - 83,80% (Krisdianto dkk., 2000).

Dalam pengembangannya untuk meningkatkan aktivitas katalis daun bambu maka kedalamnya sering ditambahkan zat-zat aktif seperti ZrO₂, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃. Katalis asam padat yaitu ZrO₂ – SiO₂ ini didasari pada sifat dari oksida-oksida tersebut sangat asam, sehingga efektif digunakan untuk transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel (Richardson, 1989). Penggunaan

katalis ini diharapkan dapat meningkatkan laju reaksi transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel (Gao dkk., 2008). Dalam reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel telah dicampurkan ZrO_2 teremban pada abu daun bambu dan menghasilkan metil ester asam lemak. Modifikasi katalis abu daun bambu dengan menambahkan $ZrOCl_2$ ini dapat meningkatkan hasil konversi metil ester.

Reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel dari minyak dedak padi ini dibantu dengan pemanasan (refluks). Cara kerja refluks melalui panas yang terkandung pada gelombang melalui kemampuan pemecahan ikatan kompleks dari FFA atau trigliserida yang terkandung dalam minyak nabati. Pada metode konvensional, panas ditransfer ke reaktan dengan cara konduksi, konveksi dan radiasi (Khopkar, 2002). Freedman (1984) menyatakan bahwa semakin lama waktu reaksi berlangsung, maka semakin banyak produk yang terbentuk, akan tetapi apabila kesetimbangan reaksi telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak lagi mempengaruhi pada peningkatan metil ester.

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian tentang pengaruh waktu refluks dalam konversi biodiesel minyak dedak padi (*rice bran oil*) dengan modifikasi katalis ZrO_2 yang teremban pada abu daun bambu (selanjutnya disebut ZrO_2 /ADB). Selain itu, di dalam penelitian ini juga dipelajari apakah katalis dapat diregenerasi kembali dengan pengaruh waktu reaksi terhadap konversi biodiesel menggunakan katalis baru dan katalis bekas diamati dalam penelitian ini.

1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana aktivitas katalis ZrO_2 /ADB terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu refluks terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel dengan penambahan katalis ZrO_2 /ADB?
3. Apakah katalis yang sudah digunakan dapat digunakan kembali?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui aktivitas katalis ZrO_2/ADB terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi waktu refluks terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel dengan penambahan katalis ZrO_2/ADB .
3. Untuk mempelajari apakah katalis yang sudah digunakan dapat digunakan kembali.

1.4 Manfaat Penelitian

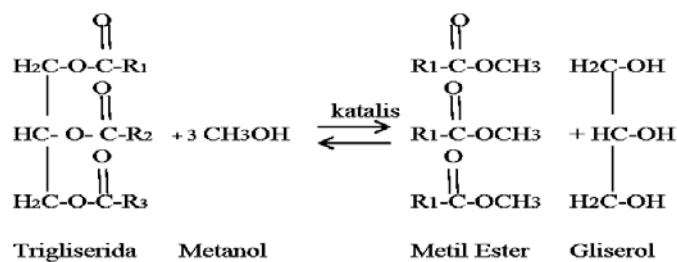
2. Dapat mengetahui aktivitas katalis ZrO_2/ADB terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel.
3. Dapat mengetahui pengaruh variasi waktu refluks terhadap hasil reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menjadi biodiesel dengan penambahan katalis ZrO_2/ADB .
4. Dapat mempelajari apakah katalis yang sudah digunakan dapat digunakan kembali.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Salah satu sumber energi alternatif saat ini yaitu biodiesel, telah menjadi perhatian peneliti di seluruh dunia hingga saat ini. Biodiesel adalah sejenis bahan bakar yang di proses dari sumber yang dapat diperbarui umumnya minyak tumbuhan dan lemak hewan (Basumatary, 2013; Indriyani, 2010). Beberapa keuntungan biodiesel untuk terus dikembangkan hingga saat ini antara lain memiliki sifat *biodegradable*, tidak mencemari lingkungan, keberlanjutan yang tinggi, diperoleh dari sumber yang dapat diperbarui, rendah emisi gas buang secara keseluruhan, kandungan sulfur terabaikan, mempunyai titik nyala yang unggul dan efisiensi pembakaran yang lebih tinggi dan membuka peluang ditemukannya pasar baru untuk produk hasil pertanian (Thanh dkk., 2012; Indriyani, 2010).

Dalam banyak penelitian, biodiesel dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi, dengan mempertimbangkan kandungan asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak tumbuhan dan lemak hewan. Transesterifikasi adalah reaksi antara lemak dan alkohol membentuk alkil ester dan produk samping gliserol. Pinsip dasar transesterifikasi adalah satu alkohol menempati asam lemak menghasilkan ester. Reaksi yang terjadi adalah reversibel dan memerlukan alkohol berlebih untuk mempercepat kesetimbangan kearah produk (Roschat dkk., 2012). Menurut Freedman (1984), beberapa faktor yang akan mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi yaitu Molar ratio antara minyak-lemak dengan alkohol, jenis dan jumlah katalis yang digunakan, waktu reaksi, suhu reaksi, kandungan asam lemak dan air dalam minyak-lemak.



Gambar 1. Reaksi Transesterifikasi

Shailendra (2007) dalam penelitiannya tentang pengembangan biodiesel dari minyak dedak padi dengan optimalisasi proses transesterifikasi dan karakterisasi bahan bakar menyatakan bahwa reaksi transesterifikasi terus meningkat pada waktu reaksi dari 45-105 menit. Selain itu, Zhang (2013) tentang produksi biodiesel dari minyak dedak padi yang dikatalisis oleh asam klorosulfonat yang dimodifikasi zirkonia menyatakan bahwa reaksi transesterifikasi terus meningkat pada waktu reaksi 4-12 jam.

Penelitian yang dilakukan João (2012) dalam penelitiannya tentang produksi biodiesel dari minyak dedak padi dengan katalis kalium iodida yang disintesis dengan aluminium menunjukkan bahwa reaksi transesterifikasi terus meningkat pada berat katalis 1% – 5%. Zullaikah (2005) dalam penelitiannya tentang produksi biodiesel dari minyak dedak padi dengan katalis asam menyatakan bahwa reaksi transesterifikasi terus meningkat pada waktu reaksi 0-26 jam. Sedangkan Lin (2008) dalam penelitiannya tentang Produksi biodiesel dari minyak dedak padi mentah menyatakan bahwa reaksi transesterifikasi berlangsung secara meningkat pada waktu reaksi 20-75 menit.

Diantara beberapa minyak nabati yang telah banyak digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel, minyak dedak padi merupakan bahan baku yang jumlahnya sangat melimpah di Indonesia. Dedak padi mengandung 16%-32% berat minyak. Sekitar 60%-70% minyak dedak padi tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan (*non-edible oil*) dikarenakan kestabilan dan perbedaan cara penyimpanan dedak padi (Goffman dkk., 2003).

Beberapa peneliti telah mempelajari pemakaian katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi minyak nabati. Disamping itu beberapa jenis pengemban (*support*) juga telah diteliti untuk kepentingan katalis pada reaksi transesterifikasi. Katalis padat tidak dikonsumsi atau dilarutkan dalam reaksi, oleh karena itu pada akhir reaksi katalis dapat dengan mudah dipisahkan dari produk. Katalis juga dapat diregenerasi dan digunakan kembali, di samping itu reaksi lebih ramah lingkungan karena tidak diperlukan larutan asam atau air pada langkah pemisahan produk (Dossin dkk., 2006).

Tabel 1. Aktivitas katalis ZrO_2 terhadap produksi biodiesel

Katalis	Minyak	Hasil	Peneliti, Tahun
ZrO_2 teremban pada CaO	Kedelai	Waktu reaksi mempengaruhi aktivitas katalis terhadap hasil konversi biodiesel	Xiaoming dkk., 2014
ZrO_2 teremban pada La_2O_3	Bunga matahari	Temperatur kalsinasi katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Sun Hui dkk., 2009
ZrO_2 teremban pada La_2O_3	Canola	Berat katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Salinas dkk., 2017
ZrO_2 teremban pada WO_3	Kedelai	Suhu reaksi dan berat katalis mempengaruhi hasil konversi biodiesel	Furuta dkk., 2006
ZrO_2 teremban pada Li	Kedelai	Suhu reaksi, waktu reaksi, dan berat katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Hui Lou dkk., 2010
ZrO_2 teremban pada $S_2O_8^{2-}$	Kedelai kadaluarsa	Temperatur kalsinasi katalis mempengaruhi hasil biodiesel	GangWang-Hui dkk., 2016
ZrO_2 teremban pada $MnO-NiO-SO_4^{2-}$	Kelapa sawit	Suhu reaksi, waktu reaksi, dan berat katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Taufiq-Yap dkk., 2017
ZrO_2 teremban pada alkalin	Minyak goreng bekas	Aktivitas katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Wan Nor dkk., 2011
ZrO_2 teremban pada SO_4^{2-}	Limbah catering	Rasio minyak dan metanol, Suhu reaksi, waktu reaksi, dan berat katalis mempengaruhi hasil biodiesel	Yan-Hua GAO dkk., 2014
ZrO_2 teremban pada KOH	Kelapa sawit	Waktu reaksi mempengaruhi hasil konversi biodiesel	Pisitpong dkk., 2013

Dari Tabel 1, katalis ZrO_2 teremban pada CaO digunakan pada transesterifikasi minyak kedelai dengan metanol sehingga hasil FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) meningkat dengan cepat pertama dengan meningkatnya reaksi waktu, dan kemudian mencapai daerah yang stabil pada suhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ (Xiaoming dkk., 2014). Pada penelitian katalis ZrO_2 teremban pada La_2O_3 diperoleh data bahwa pada suhu kalsinasi $110\text{ }^\circ\text{C}$ sampai dengan $600\text{ }^\circ\text{C}$ hasil konversi reaksi terus meningkat, namun pada suhu kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ sampai $800\text{ }^\circ\text{C}$ hasil konversi reaksi menurun (Sun dkk., 2009). Penelitian yang dilakukan Salinas (2017) katalis ZrO_2 teremban pada La_2O_3 digunakan pada transesterifikasi minyak canola dan metanol dengan pengaruh berat katalis ZrO_2 murni (0% La_2O_3) tidak menunjukkan pembentukan FAME. Untuk katalis $La_2O_3 - ZrO_2$, dapat dilihat bahwa produksi metil ester yang lebih besar diperoleh dengan menggunakan 3% $La_2O_3 - ZrO_2$ (56% pada 4 jam) dan 2% $La_2O_3 - ZrO_2$ (27% pada 4 jam), sedangkan untuk katalis 1% $La_2O_3 - ZrO_2$ (1,4%) dan katalis 5% $La_2O_3 - ZrO_2$ (3%) hasil yang diperoleh lebih rendah.

Katalis padat super asam ZrO_2 dan WO_3 , digunakan pada transesterifikasi minyak kedelai dengan metanol pada suhu $200\text{-}300\text{ }^\circ\text{C}$ dan esterifikasi asam n-octanoic dengan metanol pada suhu $175\text{-}200\text{ }^\circ\text{C}$ (Furuta dkk., 2006). Lou (2010) katalis ZrO_2 teremban pada Li , digunakan pada transesterifikasi minyak kedelai dengan metanol sehingga diperoleh hasil FAME 98,2% dicapai pada katalis 0,1 Li/ZrO_2 yang dikalsinasi pada suhu $650\text{ }^\circ\text{C}$ dibawah kondisi reaksi optimum. Pada penelitian Gang Wang-Hui (2016) konversi lengkap dari minyak kedelai kadaluwarsa yang dikatalisis oleh $S_2O_8^{2-}/ZrO_2$, dikalsinasi pada $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam, diperoleh bila rasio metanol terhadap minyak molar 20: 1, suhu reaksi $110\text{ }^\circ\text{C}$ dan waktu reaksi 4 jam sehingga dapat berkontribusi pada pembentukan asam super dalam katalis, yang bekerja untuk aktivitas katalitik yang tinggi di bawah suhu reaksi yang rendah.

Secara stokhiometri diperlukan 1:15 molar ratio antara triglyserida dengan metanol. Pada berat katalis $MnO-NiO-SO_4^{2-}/ZrO_2$ 3%, waktu reaksi 3 jam dan suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga diperoleh konversi FFA $97,7 \pm 1,02\%$. Secara umum ditunjukkan bahwa semakin banyak jumlah alkohol yang digunakan, maka

konversi yang diperoleh juga akan semakin bertambah (Taufiq-Yap dkk., 2017). Pada penelitian Nor (2011) alkalin dimodifikasi dengan katalis *zirconia* yaitu Mg/ZrO_2 , Ca/ZrO_2 , Sr/ZrO_2 , dan Ba/ZrO_2 disiapkan agar bisa menyaring potensi katalis untuk produksi biodiesel dari WCO dengan FFA tinggi. Pada Sr/ZrO_2 , yang memiliki sifat keasaman, sehingga menunjukkan aktivitas katalitik tertinggi. Sekitar 79,7% hasil metil ester dihasilkan pada katalis 2,7 wt% (Sr/ZrO_2), dengan molar rasio 29: 1 antara metanol dan minyak kelapa sawit.

Yan-Hua (2014) Dalam penelitiannya tentang transesterifikasi minyak bunga matahari menjadi biodiesel dengan katalis ZrO_2 teremban La_2O_3 , diperoleh data bahwa selama waktu 8 jam hasil konversi biodiesel 50%, Sedangkan pada waktu 9 jam hasil konversi biodiesel meningkat menjadi 65%. Pada penelitian Pisitpong (2013) katalis ZrO_2 teremban pada KOH, digunakan pada transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol 1 : 15 dengan variasi waktu 30 menit hingga 5 jam diperoleh waktu reaksi optimal 3 jam dengan memberikan kandungan metil ester sebesar 95,37% dengan berat katalis 20 wt%.

Bambu mengandung silika yang cukup tinggi (Suhardiman, 2011; Amu and Adetuberu, 2010). Berdasarkan hasil penelitian yang pernah dilakukan, bambu memiliki kadar selulosa berkisar 42,4% - 53,6% kadar lignin berkisar antara 19,8% - 26,6%, kadar pentosane 1,24% - 3,77%, kadar abu 1,24% - 3,77%, kadar silica 0,10% - 1,28%, kadar ekstratif 0,9% - 6,9% dan bambu mengandung holoselulosa (selulosa dan hemiselulosa) berkisar antara 73,32% - 83,80% (Krisdianto dkk., 2000). Dalam pengembangannya untuk meningkatkan aktivitas katalis daun bambu maka kedalamnya sering ditambahkan zat-zat aktif seperti ZrO_2 , TiO_2 , SiO_2 , dan Al_2O_3 . Katalis asam padat yaitu ZrO_2 ini didasari pada sifat dari oksida-oksida tersebut sangat asam, sehingga efektif digunakan untuk transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel. Selain itu oksida-oksida ini memiliki luas permukaan yang besar (Richardson, 1989).

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Biodiesel Minyak Dedak Padi

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dari bahan mentah terbarukan (*renewable*) selain bahan bakar diesel dari minyak bumi. Biodiesel sebagai bahan non-petroleum umumnya mengandung metil ester asam lemak atau etil ester asam lemak yang dihasilkan dari transesterifikasi minyak, dimana komponen utamanya trigliserida dengan metanol atau etanol (Gao dkk., 2008). Biodiesel tersusun dari berbagai macam ester asam lemak yang dapat diproduksi dari minyak-minyak tumbuhan yang biasa disebut minyak nabati seperti minyak sawit (*palm oil*), minyak kelapa, minyak jarak, minyak biji kapuk randu, minyak dedak padi dan masih ada lebih dari 30 macam tumbuhan Indonesia yang potensial untuk dijadikan sumber energi bentuk cair ini (Prakoso, 2003).

Minyak dedak padi adalah minyak berkandungan gizi tinggi karena mengandung asam lemak, komponen-komponen aktif biologis, dan antioksidan (Goffman dkk., 2003 dan Özgül dkk., 1993). Minyak mentah dedak padi sulit dimurnikan karena tingginya kandungan asam lemak bebas dan senyawa tak tersaponifikasikan berwarna gelap (Bhattacharyya dkk., 1983). Kandungan asam lemak bebas 4%-8% tetap diperoleh walaupun dedak padi diekstrak sesegera mungkin. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya lipase aktif dalam dedak, karena alasan tersebut minyak dedak padi tidak dapat digunakan sebagai edible oil.

Tabel 2. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak (SBP Board of Consultants and Engineers, 1998)

Jenis asam lemak	Komposisi (%)
Asam miristat (C14:0)	0,1
Asam palmitat (C16:0)	12-18
Asam stearat (C18:0)	1-3
Asam palmitoleat (C20:0)	0,2-0,4
Asam oleat (C18:1)	40-50
Asam linoleat (C18:2)	29-42
Asam linoleat (C18:3)	1

Biodiesel tidak mengakibatkan pemanasan global sebanyak bahan bakar fosil. Biodiesel ini 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). Terdapat 5 alasan mengapa biodiesel amatlah penting antara lain (Dharsono, 2010).

1. Menyediakan pasar bagi kelebihan produksi minyak tumbuhan dan lemak hewan.
2. Untuk mengurangi ketergantungan pada bahan bakar fosil.
3. Biodiesel dapat diperbaharui dan siklus karbonnya yang tertutup tidak menyebabkan pemanasan global analisis siklus kehidupan memperlihatkan bahwa emisi CO₂ secara keseluruhan berkurang sebesar 78% dibandingkan dengan mesin diesel yang menggunakan bahan bakar petroleum.
4. Emisi yang keluar dari karbon monoksida, hidrokarbon yang tidak terbakar, dan partikulat dari biodiesel lebih rendah dibandingkan bahan bakar petroleum untuk diesel.
5. Bila ditambahkan ke bahan bakar diesel biasa dengan jumlah sekitar 1% - 2%, biodiesel ini dapat mengubah bahan bakar dengan kemampuan pelumas yang rendah, seperti modern *ultra low sulfur diesel fuel*, menjadi bahan bakar yang

dapat diterima umum (Gerpen, 2004).

3.2 Katalis Heterogen

Katalis merupakan suatu zat atau spesies yang dapat mempercepat suatu reaksi. Menurut fasanya katalis dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan yang dikatalisis. Kebanyakan untuk katalis ini ada pada industri besar seperti industri minyak bumi yang menggunakan katalis silika alumina berfasa padatan untuk mengkonversi minyak mentah yang diuapkan (Fatimah, 2013).

Secara umum, pengertian kimia katalis heterogen melibatkan interaksi adsorpsi reaktif dari berbagai reaktan dan produk, area permukaan dari katalis, dan desorpsinya. Klasifikasi katalis padatan didasarkan pada sifat elektriknya sebagai konduktor, semikonduktor, atau insulator dan klasifikasi berdasarkan pembentukannya apakah berupa logam murni, logam teremban pada padatan pendukung, dan seterusnya (Fatimah, 2013).

Suatu katalis heterogen dicirikan mempunyai karakter dengan parameter seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilisasi atau perilaku deaktivitasnya (Fatimah, 2013). Aktivitas adalah ukuran seberapa cepat suatu reaksi berlangsung oleh adanya penambahan katalis. Secara kinetika aktivitas dapat ditentukan dengan pengukuran laju reaksi (r) per satuan volume atau massa katalis dengan,

$$r = \frac{\text{Jumlah reaktan terkonversi atau produk hasil konversi}}{\text{Volume atau massa katalis} \times \text{waktu retensi}}$$

($\text{mol.L}^{-1}.\text{jam}^{-1}$ atau $\text{mol.kg}^{-1}.\text{jam}^{-1}$)

Selektivitas ditingkatkan dengan mengarahkan sifat permukaan katalis untuk mendukung salah satu mekanisme dari beberapa mekanisme yang mungkin karena selektivitas reaksi merupakan hal yang sangat penting pada katalis heterogen. Dasar utama dari mekanisme katalis permukaan adalah proses adsorpsi dan desorpsi. Proses tersebut berbeda dengan penyerapan gas yang masuk ke bagian dalam permukaan cairan yang dikenal dengan adsorpsi, melainkan proses interaksi terikatnya suatu molekul gas atau cair (adsorbat) pada permukaan

padatan (adsorben) (Fatimah, 2013). Katalis heterogen sangat mudah dipisahkan dari sistem di akhir proses atau reaksi dan dapat digunakan kembali (Leung dkk., 2009).

3.3 Bambu

Bambu merupakan tanaman yang tidak asing lagi bagi masyarakat Indonesia dan sudah menyebar di kawasan Nusantara. Tanaman ini dapat tumbuh di daerah iklim basah sampai iklim kering (Departemen Kehutanan dan Perkebunan, 1999). Pada tanaman bambu, daunnya merupakan daun tunggal yang lengkap karena mempunyai bagian daun berupa pelepah daun (*vagina*), tangkai daun (*petiolus*), dan helaian daun (*lamina*). Daun ini mempunyai bangun daun garis (*Linearis*). Ujung daunnya runcing (*acutus*), pangkal daunnya membulat, memiliki tepi daun yang rata, daging daun seperti perkamen, pertulangan daun sejajar, permukaan atas dan bawah daun kasar, warna daun bagian atas hijau tua sedangkan warna bagian bawah daun hijau muda (Krisdianto dkk., 2000). Tanaman daun bambu yang jatuh ke tanah hanya dianggap sebagai sampah semata oleh masyarakat. Hal itu sangat disesalkan, karena di dalam daun bambu tersebut masih terdapat senyawa yang dapat digunakan yaitu silika.

Bambu mengandung silica yang cukup tinggi (Suhardiman, 2011; Amu and Adetuberu, 2010). Berdasarkan hasil penelitian yang pernah dilakukan, bambu memiliki kadar selulosa berkisar 42,4% - 53,6% kadar lignin berkisar antara 19,8% - 26,6%, kadar pentosane 1,24% - 3,77%, kadar abu 1,24% - 3,77%, kadar silica 0,10% - 1,28%, kadar ekstratif 0,9% - 6,9% dan bambu mengandung holoselulosa (selulosa dan hemiselulosa) berkisar antara 73,32% - 83,80% (Krisdianto dkk., 2000). Dengan kandungan holoselulosa yang cukup tinggi maka bambu sangat cocok untuk dijadikan bahan kertas dan rayon, bahkan China sangat mengandalkan bahan bambu sebagai bahan baku industri kertasnya. Selain itu, dengan kandungan holoselulosa yang sangat tinggi membuat bambu menjadi bahan berlignoselulosa yang mempunyai prospek yang cukup baik untuk dikembangkan sebagai bahan baku produksi bioetanol.

3.4 Zirkonium Dioksida (ZrO₂)

Bahan ZrO₂ ditemukan oleh M.H. Kalaproth pada tahun 1788 dalam bentuk mineral zirkon yang tidak ditemukan di alam dalam bentuk bebas tetapi sebagai oksida atau silikat dalam kerak bumi dan bebatuan dalam kadar kecil. Zirkonium dioksida adalah logam berwarna putih keabu-abuan, berbentuk kristal (amorf/struktur kristal yang tidak teratur), lunak, dapat ditempa dan diulur bila murni, juga tahan terhadap udara bahkan api. Bahan ini termasuk keramik teknik yang mempunyai sifat kegetasan (*brittle*) yang tinggi dan resistansi tinggi terhadap berbagai jenis asam dan alkali, air laut dan agen lain-lain, memiliki titik lebur yang sangat tinggi (>2000 °C) dan sensitif terhadap gas oksigen (Fleming dan Cahn, 2000).

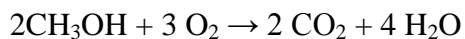
Zirkonium melimpah keberadaannya di alam seperti zirkon (*hyacianth*) dan zirkonium (*baddeleyite*). *Baddeleyite* merupakan oksida zirkonium yang tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga dapat digunakan untuk pelapis tanur tinggi. Zirkonium terjadi secara alami, terdapat 4 isotop yang stabil dan dari 1 radioisotop yang mempunyai waktu hidup yang sangat panjang. Radioisotop kedua yang paling stabil adalah ⁹³Zr yang mempunyai waktu paruh 1,53 juta tahun. Berdasarkan penelitian Simbolon (2000) tentang penentuan unsur-unsur tak murnian di dalam zirkonium oksida, didapatkan hasil bahwa zirkonium oksida mengandung unsur kadmium (Cd) dengan konsentrasi 3,8-7,44 ppm, unsur silikat (Si) antara 74,38-150,33 ppm dan krom (Cr) antara 19,00-45,76 ppm (Sholikhati dan Prayitno, 2009).

Zirkonium merupakan bahan yang mempunyai peran yang sangat strategis dalam berbagai industri (Sajima dkk., 2007) dan pemakaian zirkonium saat ini masih relatif sedikit (Roziqin dan Wahyuni, 2007). Salah satu aplikasinya digunakan sebagai penghias batu permata alami yang digunakan pada intan kemudian diproses untuk menghasilkan kubik zirkonia. Kubik zirkonia ini berwujud kristal yang bisa digunakan sebagai pengganti intan dengan harga yang lebih terjangkau. Dalam matriks, zirkonium berperan meningkatkan densitas matriks yang memberikan kekuatan pada matriks agar lebih tahan terhadap kompresi dan perlakuan mekanis (Hidayat dkk., 2009). Sedangkan pada bidang

mekanik/otomotif, elektrik, refraktori bahan ini termasuk salah satu jenis dari keramik teknik yang aplikasinya sangat luas (Maghfirah, 2008).

3.5 Metanol

Metanol juga dikenal sebagai metil alkohol, *wood alcohol* atau spiritus, adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CH₃OH. Metanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer, metanol berbentuk cairan yang ringan, mudah menguap, tidak berwarna, mudah terbakar, dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan dari pada etanol). Metanol digunakan sebagai bahan pendingin anti beku, pelarut, bahan bakar dan sebagai bahan aditif bagi etanol industri. Metanol diproduksi secara alami oleh metabolisme anaerobik oleh bakteri. Hasil proses tersebut adalah uap metanol (dalam jumlah kecil) di udara. Setelah beberapa hari, uap metanol tersebut akan teroksidasi oleh oksigen dengan bantuan sinar matahari menjadi karbon dioksida dan air. Reaksi kimia metanol yang terbakar di udara dan membentuk karbon dioksida dan air adalah sebagai berikut (Hikmah dan Zuliyana, 2010).



Api dari metanol biasanya tidak berwarna. Oleh karena itu, kita harus berhati-hati bila berada dekat metanol yang terbakar untuk mencegah cedera akibat api yang tak terlihat. Karena sifatnya yang beracun, metanol sering digunakan sebagai bahan aditif bagi pembuatan alkohol untuk penggunaan industri. Penambahan racun ini akan menghindarkan industri dari pajak yang dapat dikenakan karena etanol merupakan bahan utama untuk minuman keras (minuman beralkohol). Metanol kadang juga disebut sebagai *wood alcohol* karena ia dahulu merupakan produk samping dari distilasi kayu. Saat ini metanol dihasilkan melalui proses multi tahap. Secara singkat, gas alam dan uap air dibakar dalam tungku untuk membentuk gas hidrogen dan karbon monoksida, kemudian, gas hidrogen dan karbon monoksida ini bereaksi dalam tekanan tinggi dengan bantuan katalis untuk menghasilkan metanol. Tahap pembentukannya adalah endotermik dan tahap sintesisnya adalah eksotermik (Hikmah dan Zuliyana, 2010).

3.6 *Fourier Transform InfraRed (FTIR)*

FT-IR merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi (Anam, 2007). Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak (Chusnul, 2011). Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 - 1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 - 10 cm^{-1} . Prinsip kerja spektrofotometer infra merah adalah sama dengan spektrofotometer yang lainnya yakni interaksi energi dengan suatu materi. Spektroskopi inframerah berfokus pada radiasi elektromagnetik pada rentang frekuensi 400 - 4000 cm^{-1} , dimana cm^{-1} yang dikenal sebagai *wavenumber*, yang merupakan ukuran unit untuk frekuensi (Silverstein, 2002). FTIR terdiri dari 5 bagian utama, yaitu (Griffiths, 1975):

1. Sumber sinar, yang terbuat dari filamen Nerst atau global yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperatur 1000-1800 $^{\circ}\text{C}$.
2. Beam splitter berupa material transparan dengan indeks relatif, sehingga menghasilkan 50% radiasi akan direfleksikan dan 50% radiasi akan diteruskan.
3. Interferometer, merupakan bagian utama dari FTIR yang berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju detektor.
4. Daerah cuplikan, dimana berkas acuan dan cuplikan masuk ke dalam daerah cuplikan dan masing-masing menembus sel acuan dan cuplikan secara bersesuaian.
5. Detektor, merupakan piranti yang mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. Detektor yang sering digunakan adalah termokopel dan balometer.

Mekanisme yang terjadi pada alat FTIR dapat dijelaskan sebagai berikut. Sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan, dan kemudian akan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian dipantulkan oleh dua cermin yaitu cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan

menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan menyebabkan sinar yang sampai pada detektor akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor ini akan menghasilkan sinyal pada detektor yang disebut interferogram. Interferogram ini akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan computer berdasarkan operasi matematika (Tahid, 1994).

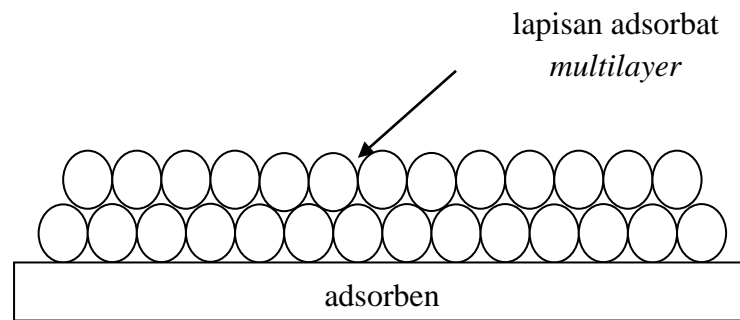
3.7 BET Surface Area Analyzer (SAA)

Surface Area Analyzer (SAA) merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi material yang memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil biasanya berkisar 0,1 sampai 0,01 gram. Alat ini khususnya berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan (Gregg, 1982).

Adsorpsi isotherm menunjukkan banyaknya zat yang teradsorpsi per gram adsorben yang dialirkan pada suhu tetap. Adsorpsi adalah suatu proses interaksi terikatnya suatu molekul gas atau cair (adsorbat) pada permukaan padatan (adsorben). Gas yang biasanya digunakan sebagai bahan terserap pada isothermal BET adalah N_2 (Hadrah, 2011).

Teori isotherm adsorpsi BET merupakan hasil kerja dari S. Brunauer, P.H. Emmet, dan E. Teller. Teori ini menganggap bahwa adsorpsi juga dapat terjadi di atas lapisan adsorbat *monolayer*. Sehingga, isotherm adsorpsi BET dapat diaplikasikan untuk adsorpsi *multilayer*. Keseluruhan proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai berikut:

- a. Penempelan molekul pada permukaan padatan (adsorben) membentuk lapisan *monolayer*
- b. Penempelan molekul pada lapisan *monolayer* membentuk lapisan *multilayer*



Gambar 2. Pendekatan isoterm adsorpsi BET

Persamaan umumnya adalah :

$$\frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right) - 1\right]} = \frac{1}{WmC} + \left(\frac{C-1}{WmC}\right) \frac{P}{P_0}$$

Dimana,

W = Berat gas yang diserap (adsorbed) pada tekanan relative P/P₀

W_m = Berat gas nitrogen (adsorbate) yang membentuk lapisan monolayer pada permukaan zat padat

P = Tekanan kesetimbangan adsorpsi

P₀ = Tekanan penjumlahan adsorpsi cuplikan pada suhu rendama pendingin

P/P₀ = Tekanan relatif adsorpsi

C = Konstanta energi

3.8 X-Ray Diffraction (XRD)

Spektroskopi difraksi sinar-X (*X-ray diffraction*) merupakan salah satu metode karakteristik material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Riyanto, 2009).

Prinsip dari *X-ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar-X mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisis pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, identifikasi kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difraksi berbagai macam material (Riyanto, 2009).

Pancaran sinar X yang mengenai permukaan kristal, sebagaiannya akan dipantulkan oleh atom pada lapisan pertama. Sebagian sinar yang lain akan dipantulkan oleh lapisan kedua dan seterusnya. Interferensi konstruktif maupun dekonstruktif beroperasi dengan cara yang sama dengan kekisi optis (Anshari, 2009). Interferensi ini sesuai dengan Hukum Bragg, dimana Hukum Bragg merupakan perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas sinar difraksi. Skema difraktometer sinar-X ditunjukkan dalam Gambar 4.

Persamaan Bragg yaitu :

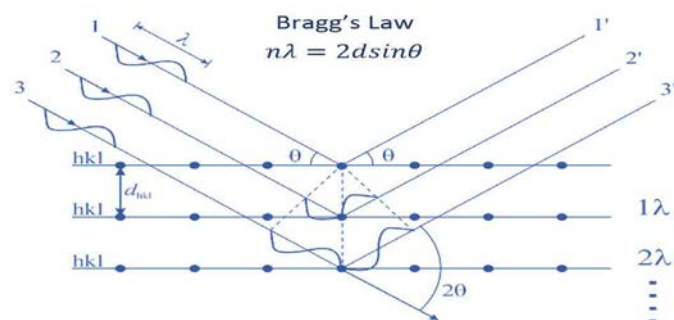
$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

Dengan : n : bilangan bulat

λ : panjang gelombang

d : jarak antar bidang dalam kristal

θ : sudut difraksi



Gambar 3. Hukum Bragg



Gambar 4. Skema alat difraksi sinar-X (Abdulah, 2008).

Skema alat difraktometer sinar-X ditunjukkan dalam Gambar 4 dengan panjang gelombang sinar-X sekitar $1,540 \text{ \AA}$ sebab target anoda terbuat dari bahan

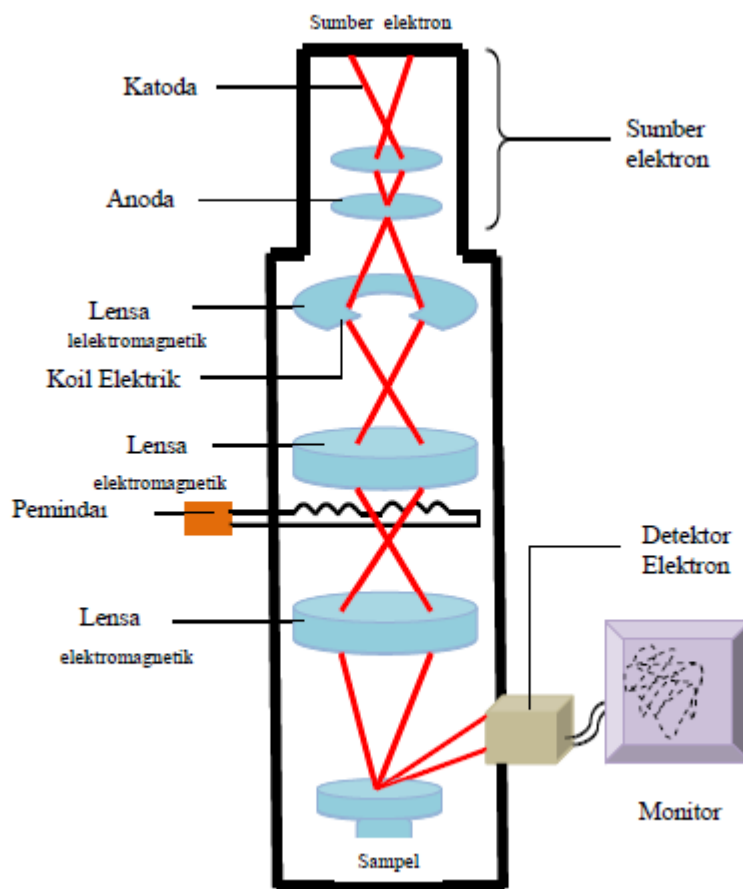
tembaga (Cu). Sinar-X yang berasal dari anoda melewati sistem celah (soller slit) agar berkas sinar yang sampai ke sampel berbentuk paralel dan memiliki tingkat divergensi yang kecil. Demikian pula berkas hamburan dari sampel juga melewati sistem celah sebelum ditangkap oleh detektor sinar-X. Sudut datang θ merupakan sudut antara bidang sampel dengan sinar datang, sedangkan sudut hambur 2θ merupakan sudut antara proyeksi sumber sinar-X dengan detektor. Untuk pergerakan sumber sinar-X sebesar θ maka detektor bergerak sebesar 2θ (Suryanarayana dan Grant, 1998).

3.9 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy atau SEM adalah suatu tipe mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel melalui proses scan dengan menggunakan pancaran energy yang tinggi dari elektron dalam suatu pola scan raster. SEM dilengkapi dengan mikroskop optik yang digunakan untuk mempelajari tekstur, topografi, dan sifat permukaan bubuk atau padatan dan karena ketajaman fokus dari alat SEM sehingga gambar yang dihasilkan memiliki kualitas tiga dimensi yang pasti (Goldstein dkk., 1981).

SEM memiliki resolusi (daya pisah) sekitar 0,5 nm dan ketajaman gambar yang hingga 50.000 kali, selain itu cara analisis SEM tidak merusak bahan. Kemampuan daya pisah ini disebabkan karena SEM menggunakan elektron sebagai sumber radiasinya. Daya pisah setiap instrumen optik dibatasi oleh difraksi sehingga besarnya berbanding lurus dengan panjang gelombang yang dipakai untuk menyinari benda yang diselidiki (Beiser, 1987).

Pada prinsipnya SEM secara umum terdiri dari beberapa komponen yaitu kolom elektron, ruang sampel, sistem pompa vakum, kontrol elektronik dan sistem pencitraan bayangan. Diagram skematik dari SEM dapat ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema kerja alat SEM (Goldstein dkk., 1981).

Berdasarkan Gambar 5 di atas, dapat diterangkan bahwa SEM adalah alat instrumen terdiri dari sumber elektron yang ditembakkan (*electron gun*), tiga lensa elektrostatik dan kumparan scan elektromagnetik yang terletak diantara lensa kedua dan ketiga serta tabung foto multiplier untuk mendeteksi cahaya pada layar scanner ke TV. SEM menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk menghasilkan bayangan. Berkas elektron dihasilkan dengan memanaskan filamen melalui tegangan tinggi, kemudian dikumpulkan melalui lensa kondensor elektromagnetik dan difokuskan oleh lensa objektif. Ketika arus dialirkan pada filamen maka terjadi perbedaan potensial antara kutub katoda dan anoda yang akhirnya akan menghasilkan elektron. Elektron yang dihasilkan selanjutnya akan melewati celah pelindung pada anoda dan lensa magnetik dan lensa objektif. Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan menumbuk sampel atau

specimen pada *stage* melalui *scanning coil* menghasilkan elektron sekunder (*secondary electron*), elektron hambur balik (*backscattered electron*) yang dipantulkan dari sampel kemudian dideteksi dan dikuatkan oleh tabung multiplier yang kemudian ditransmisikan ke *scanner* ke TV, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinaran (*imaging beam*). Faktor yang menentukan penampilan dan resolusi adalah arus dan berkas pemercepat (Sampson, 1996).

Dalam SEM, kumparan scan (*scanning coil*) yang berarus listrik dipakai untuk menimbulkan medan magnetik yang berlaku sebagai lensa untuk memfokuskan berkas elektron pada benda yang diselidiki dan alat ini menghasilkan bayangan yang diperbesar pada layar pendar (*fluoresen*) atau alat fotografik. Untuk menghindari penghamburan bayangan yang dihasilkan dipakai lapisan yang tipis dan seluruh sistem divakumkan (Beiser, 1987).

Analisis komposisi unsur pada permukaan suatu eksperimen dapat dilakukan dengan menangkap dan mengolah sinyal dari fluoresensi sinar-X yang dikeluarkan oleh suatu volume kecil dari permukaan spesimen. Teknik yang biasa dipakai adalah *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) yang akan menghasilkan kandungan unsur secara kualitas ataupun kuantitatif terhadap suatu daerah kecil dari permukaan spesimen. SEM yang dilengkapi dengan sistem EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) akan dapat mengidentifikasi unsur-unsur yang dimiliki oleh fasa yang terlihat pada gambar mikrostruktur (Beiser, 1987).

3.10 Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit (Fowles, 1998).

Penggunaan kromatografi gas cukup luas terutama dalam industri minyak dan gas. Gas kromatografi (GC) merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya. Gas kromatografi biasa digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga

menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas. Sedangkan Spektroskopi massa adalah suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jari-jari orbit melingkarnya dalam medan magnetik seragam (Fowlis, 1998).

Prinsip dasar kromatografi gas yaitu penguapan sampel dalam inlet injektor yang diinjeksikan ke dalam bagian atas dari kolom kemudian sampel dibawa melalui kolom oleh gas pembawa yang bersifat *inert*. Fasa gerak yang biasa digunakan adalah gas helium atau nitrogen. Sedangkan fasa diamnya yaitu padatan berupa silika, alumina, grafit atau bahan polimer berpori.

3.10 Hipotesis Penelitian

1. Penambahan zirkonium dioksida pada abu daun bambu sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi dapat meningkatkan aktivitas katalis dan meningkatkan konversi biodiesel.
2. Semakin lama waktu reaksi transesterifikasi, maka panas yang dihasilkan semakin besar sehingga laju reaksi semakin cepat dan konversi biodiesel yang dihasilkan semakin besar
3. Katalis yang telah digunakan dapat digunakan kembali serta meminimalisir persoalan limbah yang dapat berdampak negatif terhadap lingkungan.

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

Pada percobaan ini dilakukan preparasi ZrO_2 teremban pada abu daun bambu untuk membantu mempercepat reaksi pada proses transesterifikasi. Proses tersebut bertujuan untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester (biodiesel). Proses transesterifikasi ini dilakukan dengan menambahkan methanol, katalis ZrO_2 / ADB dan menggunakan metode konvensional (refluks).

4.1 Alat dan Bahan Penelitian

4.1.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi, *furnace*, neraca analitik, lumpang alu, cawan porselin, kaca arloji, batu didih, statif dan klem, corong pisah, corong gelas, erlenmeyer, gelas beker, labu takar, botol semprot, batang pengaduk, spatula, pro pipet, pipet volume, pipet ukur, pipet tetes, kertas saring dan tisu. Pengujian sampel dilakukan menggunakan GC-MS (Shimadzu, QP2010 Plus), FTIR (Shimadzu, Prestige21), BET, dan XRD (Shimadzu, 6000).

4.1.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah daun bambu, zirkonil klorida ($ZrOCl_2$), NaOH, KOH, Eter, minyak dedak padi, metanol (CH_3OH), HCl, n-heksana, Asam fosfat (H_3PO_4), indikator phenolphthalein ($C_2OH_{14}O_4$), alkohol teknis (C_2H_6O), dan akuades (H_2O).

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Preparasi ZrO_2 – SiO_2 dari Daun Bambu

Katalis yang akan digunakan dalam pembuatan biodiesel ini adalah katalis ZrO_2 /ADB 20% dari bahan dasar daun bambu. Pertama, daun bambu dicuci hingga bersih menggunakan air untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor, kemudian dijemur di bawah terik matahari hingga kering. Setelah itu, daun bambu dibakar kemudian dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam, kemudian ditumbuk hingga halus menggunakan mortar sehingga didapatkan abu daun bambu. Langkah selanjutnya yaitu menimbang zirkonil klorida ($ZrOCl_2$),.

Setelah itu dilarutkan dengan 50 mL akuades dan distirer selama 30 menit, selanjutnya larutan tersebut diteteskan sedikit demi sedikit kedalam 10 gram abu daun bambu yang sudah dilarutkan dengan 200 mL akuades di dalam gelas beker 250 mL. Kemudian distirer selama 24 jam, lalu dioven hingga larutan kering dan tidak mengandung air. Selanjutnya dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 400 °C. Hasil Preparasi akan diuji kebasaaan dan dianalisis dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dan metode *BET surface area analyzer (SAA)*.

4.2.2 Uji aktivasi katalis ZrO₂ Teremban Pada Daun Bambu

Aktivasi katalis diuji dengan reaksi transesterifikasi pada konversi metil ester dari minyak dedak padi (*rice bran oil*) menggunakan metode konvensional (refluks) dengan variasi waktu refluks. Diambil 2 gram sampel katalis ZrO₂ /ADB, ditambah 50 mL metanol, dan 20 mL minyak dedak padi dimasukkan ke dalam labu leher dua, kemudian direfluks dengan variasi waktu pemanasan yaitu 2; 3 dan 5 jam pada suhu konstan 55 °C. Kemudian, produk dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambahkan dengan 1 mL HCl 37% dan 10 mL akuades dan digojog selama 5 menit, kemudian diambil lapisan atas. Lapisan atas ditambahkan dengan 10 mL n-heksana dan digojog selama 5 menit dan diambil lapisan atas sebagai hasil biodiesel. Hasil biodiesel dianalisis menggunakan GC-MS. Analisis GC-MS untuk menentukan data konversi total (%) serta selektivitas reaksi terhadap pembentukan metil ester.

Katalis daun bambu yang terendapkan dalam labu selanjutnya dicuci dengan 10 mL alkohol teknis, lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan selanjutnya dititrasi dengan HCl hingga pH 7. Sedang katalis daun bambu dioven pada suhu 60 °C selama 5 jam, kemudian katalis tersebut akan digunakan kembali dengan menggunakan metode konvensional (refluks) dengan variasi waktu refluks 2, 3, dan 5 jam. Biodiesel yang dihasilkan selanjutnya dihitung dengan penentuan nilai asam. Hasil tertinggi di setiap variasi dianggap sebagai kondisi optimum dan dibandingkan dengan standard mutu biodiesel SNI 7182: 2012.

4.2.3 Penentuan Hasil Konversi Biodiesel

1. Perhitungan Hasil Konversi Biodiesel Dengan GC-MS

Biodiesel yang diperoleh dari hasil transesterifikasi selanjutnya dihitung hasil konversinya (*yield*). Rumus yang digunakan untuk menghitung *yield* biodiesel adalah :

$$mL\ Rendemen = mL\ Hasil\ Biodiesel \times \% Area$$

2. Penentuan Hasil Konversi Biodiesel Didasari Pada Nilai Keasaman

Penentuan konversi didasari pada nilai asam dilakukan dengan menimbang 4 gram hasil biodiesel dari masing – masing variasi waktu 2, 3 dan 5 jam, dilarutkan dalam eter dan etanol (1:1) 10 mL. Kemudian ditambahkan 2-3 tetes fenolftalein ke dalam campuran larutan dan diaduk untuk sementara waktu. Sebanyak 0,1 mol/L larutan kalium hidroksida (KOH) digunakan untuk mentitrasi larutan di atas. Nilai asam bisa ditentukan berdasarkan rumus berikut:

$$AV_1 = \frac{V_1 \times M_{KOH} \times Mr_{KOH}}{g\ sampel}$$

Dimana: V_1 : Volume titrasi larutan KOH (mL)

C : konsentrasi larutan KOH (mol)

g : Massa Sampel (g)

Mr : Molekul relatif KOH (g/mol)

Nilai keasaman memungkinkan untuk menentukan konversi reaksi sebagai berikut:

$$\% Konversi = \frac{AV_0 - AV_1}{AV_0} \times 100\%$$

Dimana : AV_0 : nilai asam sebelum reaksi

AV_1 : nilai asam sesudah reaksi

4.2.4 Analisis kebasaaan Katalis ZrO_2/ADB

Analisis kebasaaan dilakukan dengan menimbang 0,1 gram katalis ZrO_2/ADB , dilarutkan dalam 50 mL asam phospat (H_3PO_4) 1 M dalam gelas beker. Lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Setelah itu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang didapatkan dipipet sebanyak 5 mL lalu dititrasi menggunakan NaOH 0,5 M dengan indikator Phenolphthalein (PP).

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dibahas tentang pengaruh waktu refluks dalam konversi biodiesel minyak dedak padi (*rice bran oil*) dengan modifikasi katalis ZrO_2 teremban pada daun bambu yang dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Katalis ZrO_2 /ADB tersebut dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Surface Area Analyzer* (SAA), FTIR, diuji aktivitas katalitiknya menggunakan metode refluks (metode konvensional) dan hasil biodiesel dianalisis menggunakan GC-MS dan penentuan nilai konversi yang didasari pada nilai keasaman.

5.1 Preparasi Katalis ZrO_2 Yang Teremban Pada Abu Daun Bambu

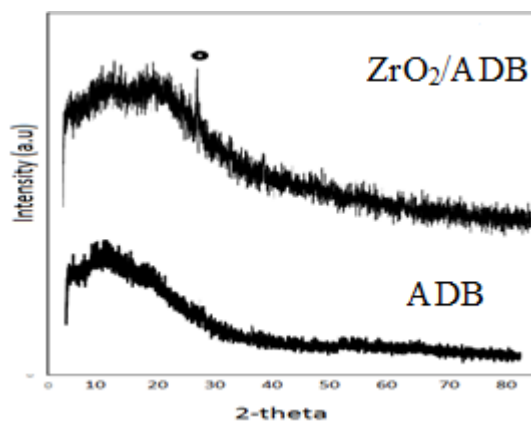
Proses preparasi katalis ZrO_2 /ADB meliputi pembuatan abu daun bambu dengan proses daun bambu yang sudah kering dibakar dan dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Ketika melakukan kalsinasi *furnace* dipanaskan secara perlahan (bertahap) yaitu pada suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ selama 0,5 jam kemudian dinaikkan menjadi $300\text{ }^\circ\text{C}$ selama 0,5 jam kemudian baru dinaikkan menjadi $500\text{ }^\circ\text{C}$. Kalsinasi selama 4 jam dihitung sejak suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ tercapai. Proses kalsinasi ini berfungsi untuk mengeliminasi komponen – komponen organik dari daun bambu. Setelah kalsinasi daun bambu proses selanjutnya yaitu pengembanan abu daun bambu pada ZrO_2 .

Padatan abu daun bambu yang telah dibuat dilakukan penambahan logam ZrO_2 konsentrasi 20%. Sebanyak 3,905 gram $ZrOCl_2$ yang dilarutkan dalam 50 mL akuades dan diaduk selama 30 menit, selanjutnya larutan tersebut diteteskan sedikit demi sedikit kedalam 10 gram abu daun bambu yang sudah dilarutkan dengan 200 mL akuades. Campuran tersebut kemudian diaduk selama kurang lebih selama ± 24 jam, proses pengadukan ini berfungsi untuk meningkatkan homogenitas ZrO_2 dalam abu daun bambu. Setelah diaduk, kemudian dioven pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ hingga kering. Kemudian dikalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2

jam. Ketika melakukan kalsinasi *furnace* dipanaskan secara perlahan (bertahap) yaitu pada suhu 200 °C selama 0,5 jam kemudian dinaikkan menjadi 300 °C selama 0,5 jam kemudian baru dinaikkan menjadi 400 °C. Kalsinasi selama 2 jam dihitung sejak suhu 400 °C tercapai. Menurut Alkan (2005) pada suhu 100 – 400 °C terjadi penghilangan berat yang berkaitan dengan proses predehidrasi yang merupakan penataan ulang lapisan. Padatan yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) metode *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) dan *X-ray Diffraction* (XRD), FTIR, dan analisis kebasaaan.

5.2 Hasil Analisis XRD

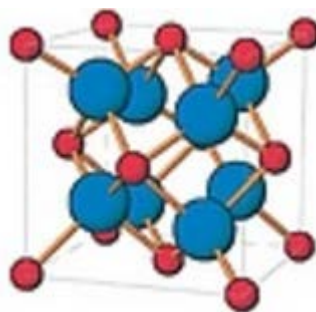
Metode difraksi sinar-X atau XRD merupakan teknik analisis non-destruktif untuk menentukan perubahan yang terjadi pada katalis ZrO_2/ADB dan mengetahui kristalinitas suatu material dengan menggambarkan hubungan antara intensitas dengan sudut 2θ . Hasil analisis XRD material katalis ZrO_2/ADB dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. XRD Pola dari material (● = $t-ZrO_2$)

Pola XRD dari ZrO_2/ADB dibandingkan dengan abu daun bambu (ADB) disajikan pada Gambar 6, pada pola ADB hanya ada satu puncak yang luas berpusat pada $2\theta = 23,19^\circ$, menunjukkan bahwa amorf SiO_2 dibentuk selama kalsinasi pada suhu 500 °C. Ini menunjukkan bahwa metode sintesis yang digunakan mempromosikan dispersi tinggi ZrO_2 dalam matriks silika amorf. ZrO_2 tetragonal diamati dari pola XRD pada metode tahap demi tahap, ini menunjukkan bahwa semua silika yang halus terdistribusi. ZrO_2 tetragonal diperoleh kadar silika rendah dan puncak yang terindeks untuk ZrO_2 tetragonal

bergeser ke sudut yang lebih tinggi dengan meningkatnya kadar silika. Penelitian menunjukkan bahwa ZrO_2 tetragonal dan silika dioksida hadir setelah dikalsinasi pada $400\text{ }^\circ\text{C}$. Penggabungan silika dalam kisi ZrO_2 mengakibatkan hilangnya urutan dalam struktur ZrO_2 ketika dikalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$, dengan peningkatan suhu kalsinasi yang dapat mengarah ke perubahan fasa. Struktur $t-ZrO_2$ disajikan pada Gambar 7.

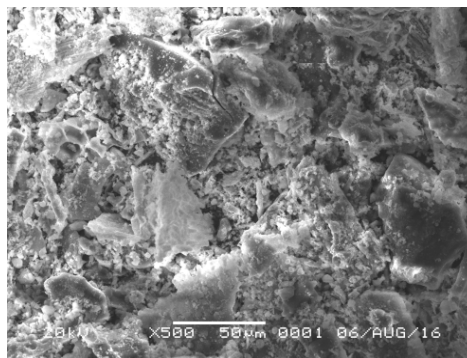


Gambar 7. Struktur dari $t-ZrO_2$

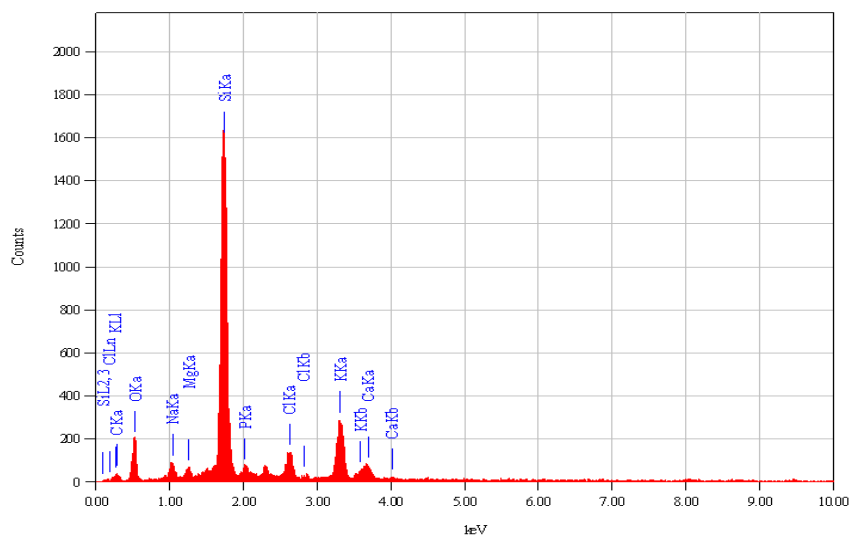
Menurut Fatimah dkk. (2005) sudut refleksi 30° dan 50° menunjukkan adanya ZrO_2 yang berbentuk fase tetragonal (T). Dalam penelitian ini difraksi sinar-X dari sampel katalis ZrO_2/ADB muncul pada puncak $2\theta = 28,01^\circ$, $30,66^\circ$, $31,56^\circ$, $34,25^\circ$ atribut ke ZrO_2 tetragonal (JCPDS-17-0923), sesuai dengan tetragonal ADB di samping satu puncak di $23,19^\circ$, yang dapat dikaitkan dengan SiO_2 amorf. Hal ini menunjukkan bahwa transformasi ZrO_2 dari $t-ZrO_2$ sampai $m-ZrO_2$ tidak terjadi karena stabilisasi tetragonal ZrO_2 oleh SiO_2 . Davies (2005) menyebutkan bahwa puncak sekitar 28° menunjukkan fase *monoclinic* ZrO_2 . Perubahan fase dari tetragonal menjadi *monoclinic* ini kemungkinan dikarenakan proses kalsinasi dan hidrogenasi yang menyebabkan kerusakan struktur akibat panas.

5.3 Hasil Analisis SEM-EDX

Analisis menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan padatan dan mengetahui komposisi pada sampel. Hasil analisis SEM katalis ADB dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil analisis SEM katalis ADB dengan perbesaran 500x
Komposisi unsur-unsur di dalam katalis ADB dapat diketahui melalui EDX.



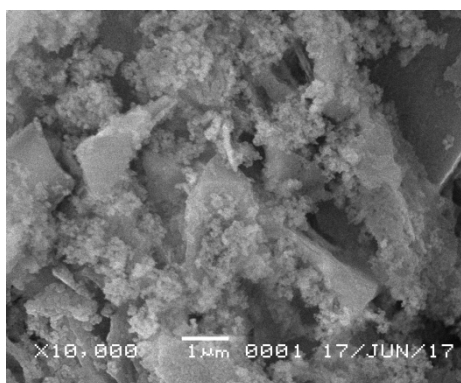
Gambar 9. Kurva EDX katalis ADB

Hasil analisis EDS material katalis ADB dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis EDX material katalis ADB

Komponen	Persentasi (% wt.)
SiO ₂	78.98
C	5.09
MgO	4.99
Na ₂ O	2.80
K ₂ O	1.58
P ₂ O ₅	2.77
CaO	3.08

Pada katalis ADB dilakukan analisis SEM-EDX dan hasilnya disajikan pada Gambar 8. Dari hasil analisis EDX (Tabel 3) dapat dilihat bahwa diperoleh unsur dominan SiO_2 dengan persentasi 78,98% dan merupakan komponen utama ADB dengan beberapa pengotor terdiri dari Ca, C, P, Na dan Mg. Karena hasilnya dapat disimpulkan bahwa ADB memiliki potensi sebagai pendukung oksida logam. Hasil analisis SEM katalis ZrO_2/ADB dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Hasil analisis SEM katalis ZrO_2/ADB dengan perbesaran 10.000x

Komposisi unsur-unsur di dalam katalis ZrO_2/ADB dapat diketahui melalui EDX. Hasil analisis EDX material katalis ZrO_2/ADB dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil analisis EDX material katalis ZrO_2/ADB

Komposisi	ZrO_2/ADB (% wt.)
SiO_2	38,88
ZrO_2	6,58
MgO	1,24
Al_2O_3	0,3

Berdasarkan Tabel 4, komponen utama dalam katalis ZrO_2/ADB terdiri dari SiO_2 dan ZrO_2 dengan kadar 38,88% dan 6,58%. Diameter rata-rata ZrO_2/ADB partikel nanokomposit meningkat karena ZrO_2 berada pada permukaan SiO_2 (Gambar 10). Analisis EDX menunjukkan adanya kualitatif Zr, O, dan Si sebagai elemen utama dan mengkonfirmasi bahwa partikel ZrO_2 berada di permukaan partikel SiO_2 .

5.4 Hasil Analisis BET (Brunauer-Emmet-Teller)

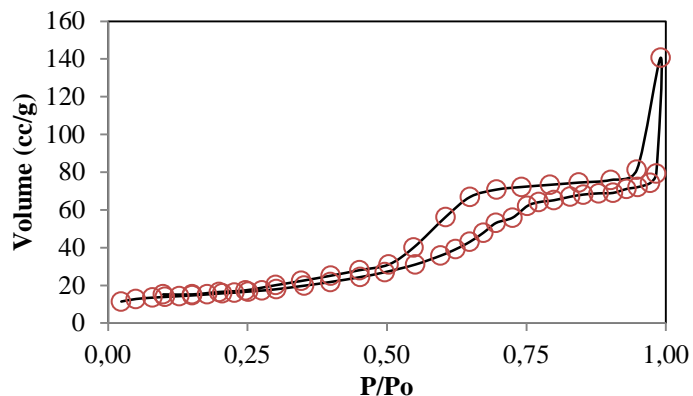
Metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) dalam analisis menggunakan adsorpsi serapan gas N₂ yang digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik dan volume total pori dari suatu material. Banyaknya gas N₂ yang teradsorpsi pada permukaan padatan berbanding langsung dengan luas permukaan, sehingga semakin banyak gas N₂ yang terserap maka luas permukaan spesifik padatan semakin luas. Hasil analisis adsorpsi gas N₂ material katalis dapat dilihat dalam Tabel 5.

Tabel 5. Data bahan spesifik luas permukaan, volume pori dan jari-jari pori

Parameter	ZrO ₂ /ADB	ADB
BET Luas Permukaan spesifik (m ² /g)	103,09	14,45
Rata – rata jejari pori (Å)	18,45	14,05
Volume total pori (cc/g)	0,568	0,036

Dari Tabel 5, dapat dilihat bahwa luas permukaan katalis ZrO₂/ADB (103,09 m²/g) lebih besar daripada katalis ADB (14,45 m²/g). Hal ini membuktikan bahwa ADB telah terdistribusi mengisi sebagian pori katalis ZrO₂/ADB. Konsentrasi ADB yang diimbangkan juga mempengaruhi besarnya luas permukaan spesifik dan volume total pori.

Rata-rata jejari pori dan volume total pori katalis ZrO₂/ADB mengalami peningkatan dibandingkan rata-rata jejari pori dan volume total pori ADB. Volume total pori ADB sebesar 0,036 cc/g naik menjadi 0,568 cc/g setelah diimbangkan dengan logam ZrO₂, sedangkan jejari pori ADB sebesar 14,05 Å naik menjadi 18,45 Å. Meningkatnya volume total pori dan rata – rata jejari pori menunjukkan banyaknya volume gas N₂ yang teradsorpsi oleh sampel pada setiap tekanan relatif lebih besar dibandingkan dengan volume gas N₂ yang teradsorpsi oleh ADB.

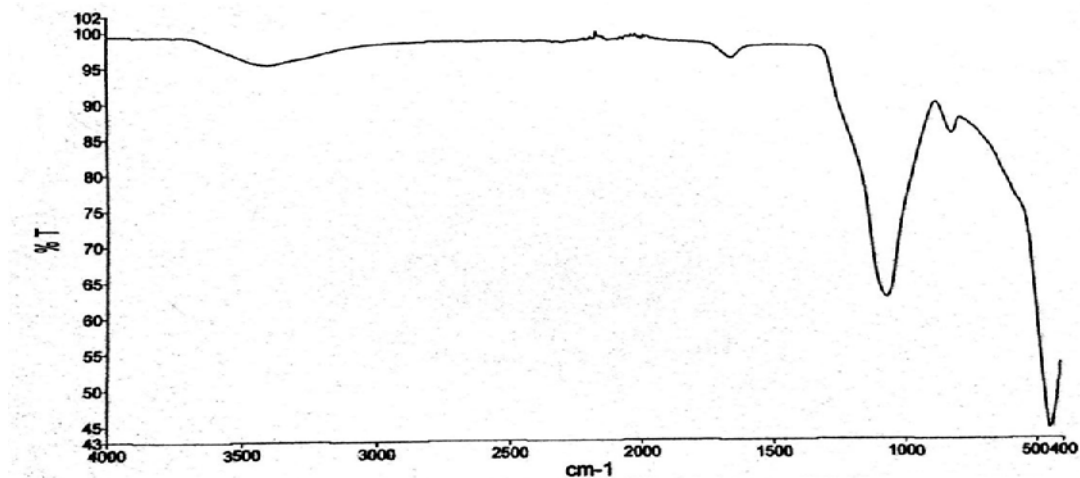


Gambar 11. Pola adsorpsi – desorpsi dari ZrO_2/ADB

Pada Gambar 11 pola adsorpsi-desorpsi ZrO_2/ADB dan luas permukaan spesifik, volume pori dan jari-jari pori data yang diukur berdasarkan pola adsorpsi-desorpsi tercantum dalam Tabel 5. Pola profil adsorpsi-desorpsi menunjukkan struktur mikropori bahan karena merujuk pada jenis IUPAC IV - adsorpsi-desorpsi klasifikasi kurva dengan lingkaran histeresis menunjukkan pembentukan mesopori dalam struktur. Pola ini umumnya ditemukan dalam bahan struktur amorf dan silika berbasis.

5.4 Hasil analisis FTIR

Analisis FTIR (*Fourier Transform Infrared*) bertujuan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75-1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 – 10 cm^{-1} . Spektrum serapan inframerah suatu material mempunyai pola yang khas yang bermanfaat untuk identifikasi material dan identifikasi keberadaan gugus-gugus fungsi yang ada.



Gambar 12. Hasil analisis FT-IR

Kehadiran ikatan kimia antara SiO_2 dan ZrO_2 dilihat dengan analisis FT-IR (Gambar 12). Dapat dilihat Si-O-Si asimetri peregangan di $1.055,08 \text{ cm}^{-1}$ sesuai dengan SiO_2 . Karakteristik puncak dari Si-OH pada $793,50 \text{ cm}^{-1}$ dapat dikaitkan dengan kelompok silanol pada partikel SiO_2 . Dalam kedua spektrum, puncak yang muncul pada sekitar $3.400,17 \text{ cm}^{-1}$ disebabkan oleh getaran lentur OH dari air, hal tersebut sesuai dengan penelitian Darehkordi dkk. (2012) menyebutkan pita pada daerah $3.448,36 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi gugus O-H (regangan) dari molekul air pada lapisan permukaan. Dalam spektrum FT-IR dari $\text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2$ partikel nanokomposit bola, diamati bahwa puncak bergeser dari $1.055,08 - 1.073 \text{ cm}^{-1}$. Menurut Zhan (1999) dan Lee (1988) pergeseran ini muncul dari zirkonia dalam ikatan Si-O-Zr karena elektro positivitas kuat ZrO_2 . Menurut Chen (2004) bahwa adanya interaksi Si-O-Zr dapat dilihat dari spektrum pada 1.055 cm^{-1} yang dikaitkan dengan jaringan silika yang membentuk pita Si-O-Zr. Laporan-laporan ini konsisten dengan temuan kami dan diverifikasi jembatan oksigen antara Si dan Zr.

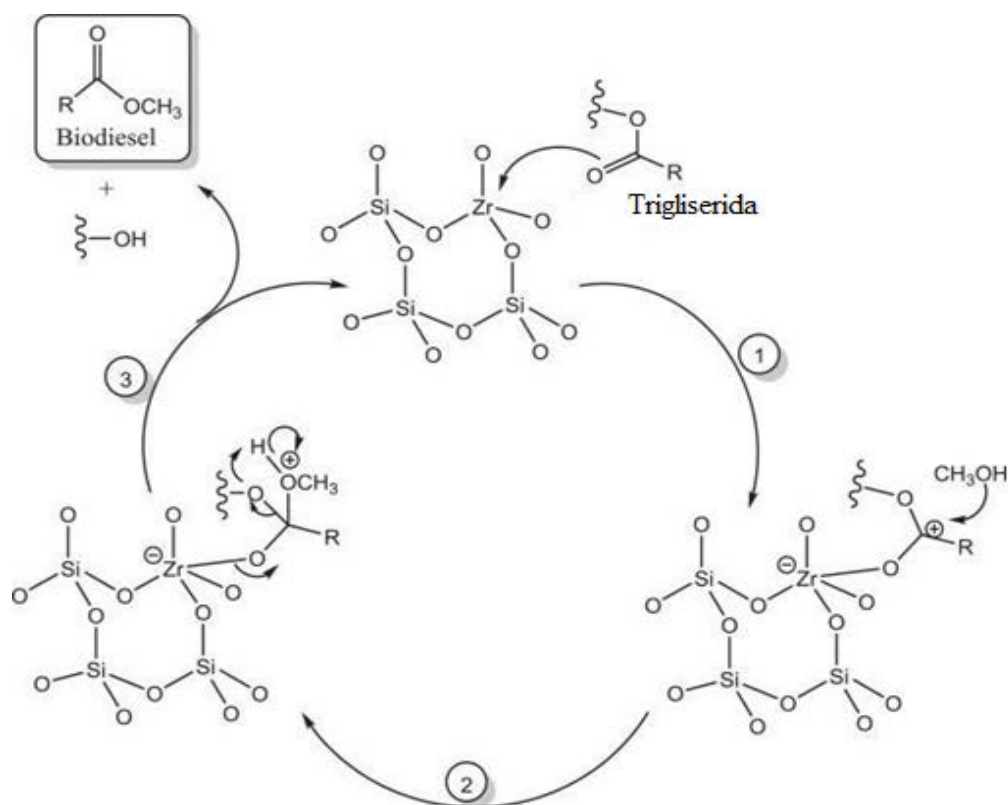
5.5 Hasil Analisis Kebasaan

Hasil volume titrasi pada uji kebasaaan katalis ZrO_2/ADB adalah 17,6 mL. Pada titrasi menggunakan larutan NaOH 5 M untuk menetralsir sisa asam dari asam fospat yang berlebih. Semakin besar volume titrasi maka semakin besar pula sisa asam fospat yang berlebih, sehingga semakin besar sisa asam fospat maka semakin kecil tingkat kebasaaan katalis.

Keasaman bahan yang dihasilkan oleh titrasi dengan NaOH, yang hanya mengidentifikasi situs asam Brønsted, dimana sulfasi disukai pembentukan situs asam Lewis dan menyebabkan penurunan lokasi asam Brønsted. Sebagai situs asam Lewis lebih kuat dari pada situs asam Brønsted, disitu oksida campuran fosfat menunjukkan konsentrasi yang lebih tinggi dari lokasi asam dari pada bahan standar (ZrO_2/ADB).

5.6 Uji aktivasi katalis ZrO_2 Teremban Pada Daun Bambu

Katalis ZrO_2/ADB diuji aktivasi katalitiknya menggunakan metode konvensional (refluks). Metode ini merupakan salah satu metode dalam sintesis senyawa organik yang mengandalkan sumber panas, panas ditransfer ke reaktan dengan cara konduksi, konveksi dan radiasi. Metode refluks dalam konversi metil ester dari minyak dedak padi ini mempunyai keunggulan diantaranya kondisi reaksi terkontrol dengan baik, rendemen bisa cukup banyak, dan reaksi berlangsung secara bertahap. Penggunaan metode refluks ini dapat mengontrol reaksi dengan baik menggunakan bantuan katalis ZrO_2 teremban pada daun bambu. ZrO_2/ADB ini berfungsi sebagai agen isomerisasi karena katalis tersebut memiliki karakter keasaman, kestabilan dan selektivitas yang besar pada konversi metil ester dari minyak dedak padi. Disisi lain, adanya pilar-pilar ZrO_2 dalam antar lapis silika dari abu daun bambu dapat meningkatkan aktivitas dan luas permukaan spesifik dari katalis. Reaksi konversi triglyserida menjadi produk biodisel dengan katalis ZrO_2-SiO_2 dapat dilihat pada Gambar 13.

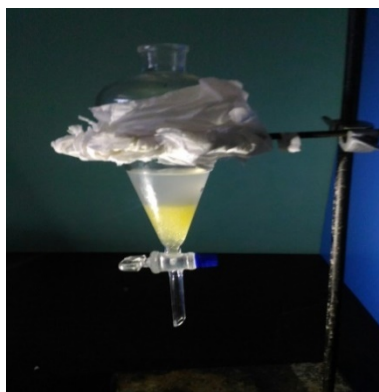


Gambar 13. Mekanisme reaksi katalis ZrO_2-SiO_2 dalam transesterifikasi
(Elaine dkk., 2009)

Pada reaksi konversi triglyserida menjadi produk biodiesel dengan katalis ZrO_2/ADB . Reaksi yang pertama bahwa ikatan π dari $C=O$ akan membentuk ikatan dengan Zr karena Zr memiliki orbital d yang kosong. Kemudian setelah elektron yang berasal ikatan π didonorkan pada Zr maka C karbonil yang terdapat pada trigliserida menjadi bermuatan positif. Setelah itu metoksi yang merupakan nukleofilik akan menyerang karbokation pada trigliserida sehingga terjadi reaksi transesterifikasi.

Untuk menguji aktivitas katalitiknya dilakukan dengan ditimbang 2 gram katalis ZrO_2 teremban pada daun bambu, ditambah 50 mL metanol, dan 20 mL minyak dedak padi dimasukkan ke dalam labu leher dua. Pada penelitian ini menggunakan katalis asam (ZrO_2/ADB 20%). Perbandingan metanol dan minyak yang digunakan adalah 2 : 5, jumlah metanol sengaja dibuat berlebih karena proses transesterifikasi merupakan reaksi *reversible*, agar kesetimbangan bergeser

kearah hasil reaksi. Selanjutnya di refluks dengan variasi waktu pemanasan yaitu 2, 3 dan 5 jam pada suhu 55 °C. Kemudian, produk dimasukkan kedalam corong pisah lalu ditambahkan dengan 1 mL HCl 37% dan 10 mL akuades, penambahan HCl 37% dan akuades ini berfungsi untuk meningkatkan distribusi antara gliserol dan metil ester. Setelah itu digojog selama 10 menit dan didekantasi selama 1 malam, Lalu diambil lapisan atas.



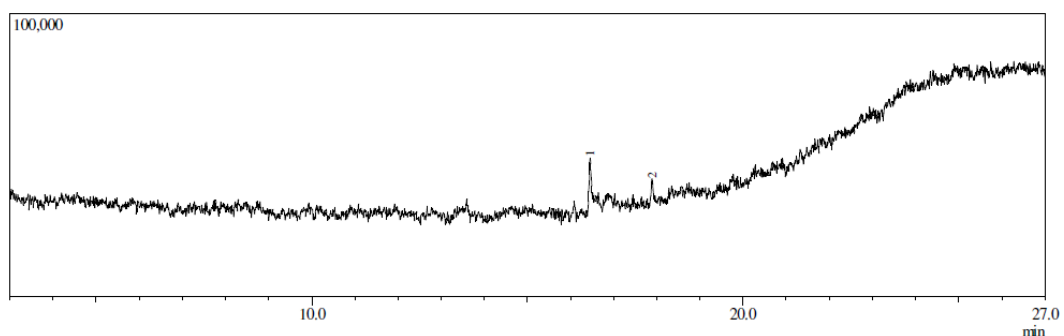
Gambar 14. Pemisahan lapisan biodiesel dan gliserol

Pemisahan lapisan ini terjadi karena perbedaan kepolaran yang sangat tinggi antara gliserol dan biodiesel. Biodiesel seperti minyak umumnya bersifat nonpolar, sedangkan gliserol merupakan senyawa polar dan karena massa jenis biodiesel lebih rendah dari pada gliserol, maka biodiesel terletak dibagian atas lapisan. Kemudian lapisan atas ditambahkan dengan 10 mL n-heksana dan digojog selama 10 menit dan diambil lapisan atas sebagai hasil biodiesel. Penambahan n-heksana ini bertujuan untuk pemurnian hasil biodiesel. Hasil biodiesel dianalisis menggunakan GC-MS. Analisis GC-MS untuk menentukan data konversi total (%) serta selektivitas reaksi terhadap pembentukan metil ester.

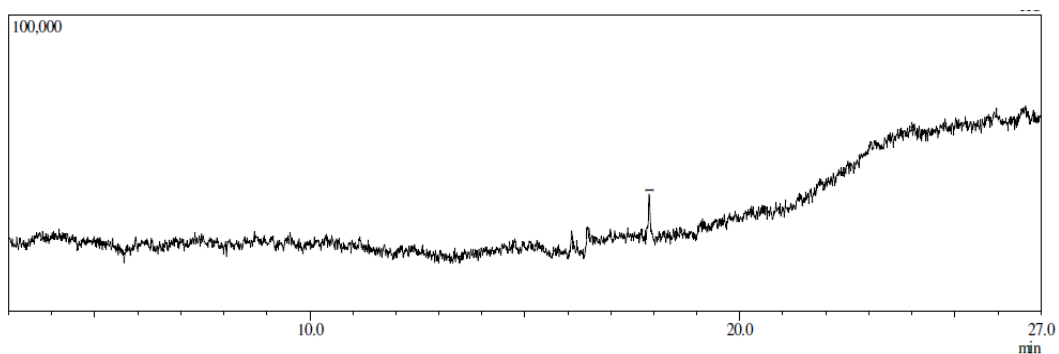
Katalis daun bambu yang terendapkan dalam labu selanjutnya dicuci dengan 10 mL alkohol teknis, lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan selanjutnya dititrasi dengan HCl hingga pH 7. Sedangkan katalis daun bambu dioven pada suhu 60 °C selama 5 jam, kemudian katalis tersebut akan digunakan kembali dengan menggunakan metode konvensional (refluks) dengan variasi waktu refluks 2, 3, dan 5 jam. Biodiesel yang dihasilkan selanjutnya dihitung hasil konversi yang didasari pada nilai keasaman.

5.7 Hasil Analisis GC-MS

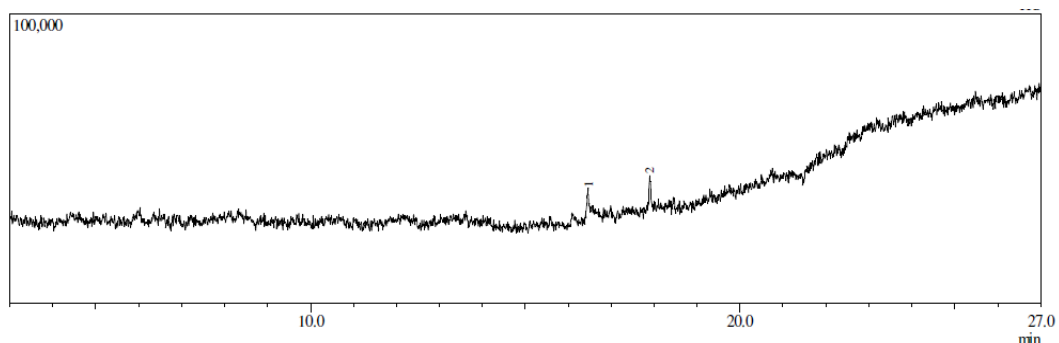
Dari hasil analisis *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) yang dilakukan, proses transesterifikasi sebagai upaya untuk memanfaatkan dedak padi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dapat menghasilkan metil ester.



Gambar 15. Hasil analisis GC-MS biodiesel selama 2 jam dengan katalis 20% dengan metode konvensional



Gambar 16. Hasil analisis GC-MS biodiesel selama 3 jam dengan katalis 20% dengan metode konvensional

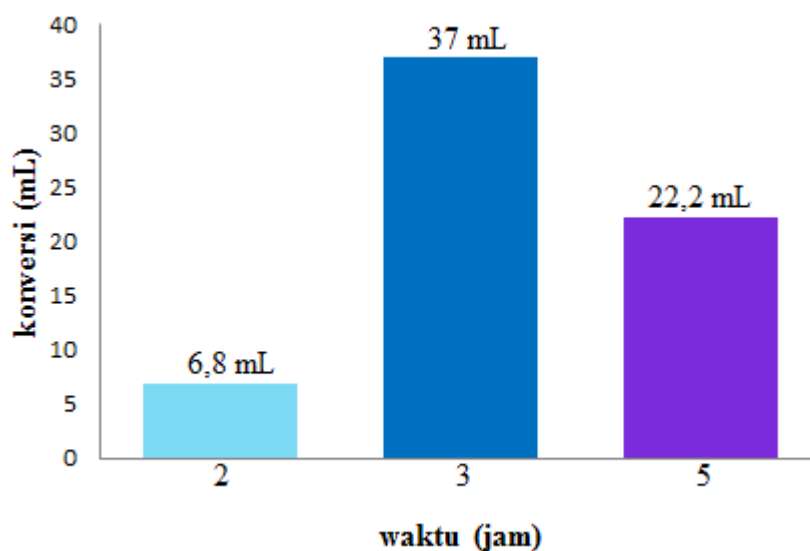


Gambar 17. Hasil analisis GC-MS biodiesel selama 5 jam dengan katalis 20% dengan metode konvensional

Tabel 6. Data Waktu Retensi dan Luas Puncak Kromatogram Kromatografi Gas serta senyawa yang diduga dari Biodiesel Minyak Dedak Padi

No	Nama Senyawa	2 jam		3 jam		5 jam	
		R Time	% Area	R Time	% Area	R Time	% Area
1.	Metil palmitat	16,508	77,28	-	-	16,466	46,79
2.	Metil oleat	17,892	22,72	17,750	100,00	17,900	53,21

Dari data MS dapat dinyatakan bahwa hasil sintesis dari penelitian ini adalah memang benar merupakan senyawa biodiesel, yakni metil ester. Senyawa metil ester yang diperoleh adalah metil palmitat dan metil oleat. Senyawa metil ester yang diperoleh tersebut sesuai dengan kandungan asam lemak yang terdapat pada bahan dasar minyak dedak padi yang digunakan untuk sintesis. Berdasarkan data hasil analisis GC-MS biodiesel dari metode konvensional (refluks), pada biodiesel dengan katalis ZrO_2/ADB 20% dengan waktu reaksi 2 jam diperoleh hasil rendemen sebesar 6,8 mL, pada biodiesel dengan katalis ZrO_2/ADB 20% dengan waktu 3 jam diperoleh hasil rendemen sebesar 37 mL, dan pada biodiesel dengan katalis ZrO_2/ADB 20% dengan waktu 5 jam diperoleh hasil rendemen sebesar 22,2 mL.



Gambar 18. Grafik Hubungan antara Waktu dengan Konversi Reaksi pada Proses Transesterifikasi

Berdasarkan teori semakin lama waktu reaksi, maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil. Dalam penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data bahwa selama waktu 2 jam sampai dengan 3 jam hasil konversi reaksi terus meningkat, namun pada waktu 5 jam hasil konversi reaksi menurun, hal ini disebabkan karena kesetimbangan reaksi sudah tercapai dalam waktu kurang lebih 3 jam, sehingga dalam waktu yang lebih lama dari 3 jam tidak akan menguntungkan, karena tidak memperbesar hasil dan karena reaksi yang terjadi dalam proses transesterifikasi adalah reversible (bolak-balik), maka apabila sudah terjadi kesetimbangan, reaksi akan bergeser ke kiri, dan akan memperkecil produk yang diperoleh.

5.8 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Konversi Pada Katalis Bekas

Penentuan konversi didasari pada nilai keasaman ditentukan menurut UNE EN 14104 (2003) untuk menghitung jumlah asam yang ada dalam biodiesel. Penentuan konversi didasari pada nilai keasaman dilakukan untuk mengetahui banyaknya KOH yang digunakan dalam proses netralisasi.

Minyak dedak padi hasil transesterifikasi ditimbang sebanyak 4 gram dari masing – masing variasi waktu 2, 3, dan 5 jam, kemudian ditempatkan dalam erlenmeyer dan dilarutkan dalam eter dan etanol (1:1) 10 mL. alkohol yang digunakan dalam proses ini harus dalam keadaan netral agar tidak mempengaruhi kesetimbangan. Apabila alkohol tidak dalam keadaan netral, maka reaksi kesetimbangan akan bergeser ke kanan (kelebihan asam) atau kiri (kelebihan basa. Setelah itu ditambahkan 2-3 tetes phenolphthalein ke dalam campuran larutan dan diaduk untuk sementara waktu. Larutan dititrasi menggunakan KOH 0,1 N dan dihitung volume KOH yang digunakan untuk menitrasi larutan hingga terjadi perubahan warna larutan dari kuning menjadi merah muda.

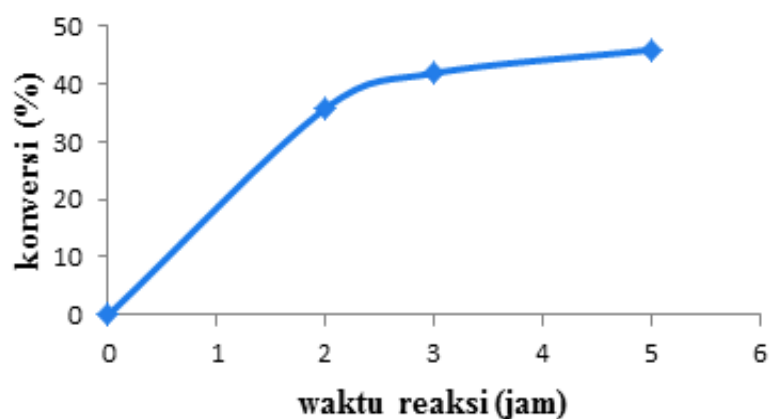
Data hasil proses konversi yang didasari pada nilai keasaman yang diperoleh adalah jumlah volume KOH yang dipakai pada proses titrasi. Hasil nilai asam dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Pengaruh Waktu Refluks Terhadap Konversi Pada Katalis Bekas

Waktu refluks	2 jam	3 jam	5 jam
Titran (mol/L KOH)	0,1	0,1	0,1
Nilai asam (mg KOH/g)	26,6	24,08	22,4

Massa biodiesel : 4 g ; campuran pelarut ($V_{\text{ether}} : V_{\text{etanol}} = 1:1$) = 10 mL

Perubahan kadar asam lemak bebas selama proses reaksi transesterifikasi berlangsung menunjukkan adanya reaksi antara asam lemak bebas dengan metanol untuk menghasilkan metil ester. Semakin rendah kadar asam lemak bebasnya semakin banyak metil ester yang terbentuk dari asam lemak bebas minyak dedak padi. Hasil konversi metil ester dari minyak dedak padi pada berbagai variasi waktu reaksi transesterifikasi ini dapat dilihat pada Gambar 19.



Gambar 19. Grafik Hubungan antara Waktu dengan Konversi Reaksi pada Proses Transesterifikasi dengan katalis bekas reaksi

Proses transesterifikasi dimulai dari waktu reaksi selama 2, 3 dan 5 jam. Hal tersebut dilakukan agar reagen-reagen bereaksi hingga terbentuk campuran yang homogen. Berdasarkan Gambar 15 hasil penentuan nilai asam biodiesel dari metode konvensional (refluks) dengan katalis ZrO_2 /ADB 20% yang telah digunakan. Pada waktu reaksi transesterifikasi 2 jam, 3 jam, 5 jam diperoleh % konversi berturut – turut yaitu 35,81%, 41,89% dan 45,94%. Sehingga dari grafik dapat dilihat bahwa semakin lama waktu transesterifikasi maka konversi yang dihasilkan semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa produk metil ester dari asam lemak bebas dapat terbentuk dengan baik.

Setiap molekul yang bergerak memiliki energi kinetik dalam suatu reaksi kimia. Semakin cepat gerakannya semakin besar energi kinetiknya, maka frekuensi molekul-molekul bertumbukan juga semakin besar, sehingga dapat memutuskan beberapa ikatan kimia yang merupakan langkah awal pembentukan produk (Chang, 2005).

Chang (2005) juga menyatakan bahwa untuk mengawali reaksi kimia, maka diperlukan energi kinetik yang besarnya dapat melampaui energi aktivasi. Oleh karena itu, proses reaksi dilakukan dalam sistem refluks agar diperoleh energi kinetik dari pemanasan refluks. Energi yang dihasilkan dari pemanasan refluks tersebut yang akan berperan untuk meningkatkan energi kinetik molekul agar dapat mencapai energi aktivasi.

Freedman (1984) menyatakan bahwa semakin lama waktu reaksi berlangsung, maka semakin banyak produk yang terbentuk, akan tetapi apabila kesetimbangan reaksi telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak lagi mempengaruhi pada peningkatan metil ester.

BAB VI

PENUTUP

6.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Partikel ZrO_2 dapat tererman pada abu daun bambu yang dibuktikan dengan hasil analisis XRD diperoleh hasil bahwa ZrO_2 dapat tererman pada ADB pada difraktogramnya, pada analisis SEM-EDX terkandung unsur dominan SiO_2 38,88% dan ZrO_2 6,58%, pada analisis FTIR terdapat jembatan Si-O-Zr antara partikel SiO_2 dan ZrO_2 dan pada analisis BET diperoleh luas permukaan spesifik pada katalis ZrO_2/ADB 103,09 m^2/g .
2. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi, maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil. Dari hasil transesterifikasi yang dianalisis dengan GC-MS diperoleh hasil konversi terbesar pada waktu 3 jam sebesar 37 mL, sedangkan pada katalis bekas dengan metode titrasi yang didasari pada nilai keasaman diperoleh hasil konversi terbesar pada waktu 5 jam sebesar 45,94%.
3. Katalis heterogen (ZrO_2/ADB) dapat menjadi alternatif yang baik dalam proses pembuatan biodiesel. Katalis ini dapat dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi sehingga dapat digunakan kembali serta meminimalisir persoalan limbah yang dapat berdampak negatif terhadap lingkungan.

6.2 Saran

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat membantu mengatasi masalah keterbatasan sumber daya energi minyak bumi, dapat memberikan gambaran serta dukungan kepada masyarakat terhadap pembuatan biodiesel sebagai energi alternatif. Dapat meningkatkan nilai ekonomis minyak dedak sebagai bahan bakar mesin diesel. Selain itu, penelitian ini nantinya dapat digunakan sebagai acuan bagi peneliti-peneliti lanjutan atau sebagai tambahan informasi bagi masyarakat yang berkaitan dengan biofuel.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrijal, Ahmad, R., Maruly, Liherlinah, dan Sanny, M. 2008. Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk α -Al₂O₃ Skala Submikron dengan Metoda Proses Prekursor. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1, pp. 5-11.
- Alkan, M., C. Hopa Z Alkan, M., C. Hopa, Z, Yilmas, H dan Guler., 2005. *The effect alkaliconcentration and solid/liquidratio on the hydrothermalsynthesis of zeolite NaA fromnatural kaolinite.Microporousand Mesoporous Materials* 86,176-184
- Anam, Choirul. Sirojudin. 2007. *Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji, Bensin Dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FT-IR*. Berkala Fisika. Vol 10 no.1. 79 – 85
- Anshari, JA., 2009, *Siklisasi Intramolekuler Sitronelal Dikatalisis Zeolit Dan Bahan Mesoporus*, Karya Tulis Ilmiah, FMIPA Universitas Padjadjaran, Bandung.
- Amu, O. O and Adetuberu, A. A. 2010. *Characteristics of Bambu Leaf Ash Stabilization on Lateritic Soil in Higway Construction*. International Journal of Engineering and Technology. Vol. 2 Vol. 4. Pp. 212-219.
- Beiser, A., 1987, *Konsep Fisika Modern*, Edisi ke-4, Alih bahasa DR. The Houw Liong, Erlangga, Jakarta.
- Basumatary S. 2013. *Transesterification with heterogeneous catalyst in production of biodiesel: A Review*. Journal of Chemical and Pharmaceutical Research
- Bhattacharrya, D.K., Chakrabarty M.M., Vaidyanathan R.S., dan Bhattachryya A.C., 1983, *Acritical study of the refining of rice bran oil*, *J Am Oil Chem Soc*, 60, 467-471.
- Chang, dan Raymond. 2005. *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti Jilid I*. Jakarta: Erlangga.
- Chen R dan Song X. 2004. *J Chinese Chem Soc*, 51 – 945.
- Chusnul, (2011), *Spektroskopi IR*, (www. Scribd.com), Diakses tanggal 21 Maret 2017.
- Daniela Salinas, Catherine Sepúlveda, Néstor Escalona, J.L. GFierro, dan Gina Pecchi. 2017. *Sol–gel La 2 O 3 –ZrO 2 mixed oxide catalysts for biodiesel production*. Sciencedirec; Journal of Energy Chemistry

- Davies L., N. Bonini, S. Locatelli dan E. Gonzo. 2005. "*First study of the interaction between zirconia and carbon dioxide*". 2nd International Conference on Inorganic Materials, Santa Barbara, USA. P148.
- Departemen Kehutanan dan Perkebunan. 1999. *Undang – Undang Nomor 41 Tahun 1999 Tentang Kehutanan*. Dephutbun RI. Jakarta.
- Dharsono, W., 2010, *Proses Pembuatan Biodiesel Dari Dedak Dan Metanol Dengan Esterifikasi In Situ*, Skripsi, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Dossin T. F., Reyniers M. F., Berger R. J., dan Marin G. B., 2006, Simulation of heterogeneously MgO – catalyzed transesterification for fine-chemical and biodiesel industrial production, *Applied Catalysis B: Environmental*, 67, 1–2, 136–148.
- Fatimah, I., 2013, *Kinetika Kimia*, Graha Ilmu, Yogyakarta.
- Fatimah, I dan Wijaya, K., 2005, *Prosiding Seminar Nasional Kimia XIV*, ISSN : 1410-8313, 167-178
- Flemings, M.C. and Chan, R.W. 2000. *Organization and Trends in Mater*. Acta Mater 48 Scie and Eng. Education in USA and Europe. Page. 371-383.
- Fowles, I.A., 1998, *Gas Chromatography Analytical Chemistry by Open Learning*, John Wiley & Sons Ltd, UK.
- Freedman, BEHP, Pryde, EH, dan Mounts, TL. (1984). *Variables affecting the yields of fatty esters from transesterified vegetable oils*. Journal of the American Oil Chemists Society, 61(10), 1638-1643
- Furuta, S., Matsushashi, H. dan Arata, K. 2006. *Biodiesel fuel production with solid amorphous-zirconia catalysis in fixed bed reactor*. *Biomass and Bioenergy* 30: 870-873.
- Gerpen, J. V., B. Shanks, R. Pruszko, D. Clements dan G. Knothe. 2004. *Biodiesel Production Technology*, National Renewable Energy Laboratory, United State Of America.
- Goffman, F.D., Pinson, S., and Bergman C., 2003, *Genetic Diversity for Lipid Content and Fatty Acid Profile in Rice Bran*, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, pp. 485-490.
- Goldstein, J. I. 1981. *Scanning Electron Microscope and Xray Microanalysis*. Plenum Press. Newyork.

- Gregg, S.J., and Sing, K.S.W., 1982, *Adsorpsi, Surface and Porosity*, 2 ed, Academic Press, London.
- Gravent MG, Sampson JE. dan Klamidia trachomatis. 1996. High Risk Pregnancy Management option. London : WB Saunders Co Ltd,:520-21.
- Griffiths.P.R., 1975, *Chemical Infrared Fourier Transform 43*, Toronto : John Willey & SMS.
- Hadrah, 2011, *Pilarisasi Montmorillonit Dengan [(n-C₄H₉)₄N]₂[Mo₂O₇] Untuk Desulfurisasi Asam Merkaptopropanoat*, Thesis Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok.
- Hidayat, C., Supriyadi dan Prabondari. 2009. Pengembangan Zirkonia Agarosa Sebagai Matrik untuk Biokatalis pada Amobilisasi Lipase Candida Rugosa. *Agritech* Vol. 29 No. 3. Page. 159-166.
- Hui-Gang Wang, Guo-Liang Shi, Feng Yu, Rui-Feng Li. 2016. *Mild synthesis of biofuel over a microcrystalline S₂O₈²⁻/ZrO₂ catalyst*. *Fuel Processing Technology* 145, 9–13
- Hui Sun, Yuqi Ding, Jinzhao Duan, Qijun Zhang, Zhiyong Wang, Hui Lou, dan Xiaoming Zheng. 2010. *Transesterification of sunflower oil to biodiesel on ZrO₂ supported La₂O₃ catalyst*. Zhejiang University, Hangzhou. China
- Indriyani NP. 2010. Pemanfaatan Limbah Minyak Tepung Ikan Sardin untuk Pembuatan Biodiesel Terkatalisis H-Zeolit dan Naoh. [Skripsi]. Yogyakarta (ID): Universitas Gadjah Mada.
- João P.C.Evangelista' ThiagoChellappa' Ana C.F.Coriolano' Valter J.Fernandes Jr. Luiz D.Souza, Antonio S.Araujo. 2012. *Synthesis of alumina impregnated with potassium iodide catalyst for biodiesel production from rice bran oil*. *Fuel Processing Technology*. Vol 104, Pages 90-95
- Johnson, Elaine. 2009. *Contextual Teaching & Learning, Menjadikan Kegiatan Belajar Mengajar Mengasyikan dan Bermakna*. Mizan Learning Center. Bandung.
- Jiaojiao Su, Yongfeng Li, Huigang Wang, Xiaoliang Yan, Dahai Pan, Binbin Fan, and Ruifeng Li. 2016. *Super-microporous solid base MgO-ZrO₂ composite and their application in biodiesel production*. Chemical Engineering, Taiyuan University of Technology
- Khopkar. 2002. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press. Jakarta.
- Krisdianto. 2000. *Sari Hasil Penelitian Bambu*

- Lee SW dan Condrate RA. 1988. *Mater Sci*, 23 – 2951.
- Leung, Dennis Y.C., Xuan Wu, M.K.H Leung, 2009, A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification, *Applied Energy*, 87, 1083-1095.
- Maharani Nurul Hikmah, Zuliyana., 2010, Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) Dari Minyak Dedak Dan Metanol Dengan Proses Esterifikasi Dan Transesterifikasi, Skripsi, Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Ozgul, Y. dan Turkey. S., 1993, *In Situ Esterification of Rice Bran Oil with Methanol and Ethanol*, J. Am. Oil Chem. Soc., pp. 145-147.
- Pisitpong Intarapong, Sotsanan Iangthanasat, Apanee Luengnaruemitchai and Samai Jai-In. 2014. *Biodiesel Production from Palm Oil Using Potassium Hydroxide Loaded on ZrO₂ Catalyst in a Batch Reactor*. Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand.
- Prakoso, Tirto, 2003, *Potensi Biodiesel Indonesia*, Laboratorium Termofluida dan Sistem Utilitas, Departemen Teknik Kimia ITB, Bandung.
- Putrawan ,I.D.G.A., Shobih, dan Soerawidjaja ,T.H., 2006, *Stabilisasi Dedak Padi sebagai Sumber Minyak Pangan*, Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, Palembang
- Richardson J.T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press: New York
- Riyanto., 2009, *Diktat Kuliah Kimia Instrumental 1*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia , Yogyakarta.
- Roschat, W., Kacha, M., Yoosuk, B., Sudyoadsuk, T. dan Promarak, V. (2012). Biodiesel production based on heterogeneous process catalyzed by solid waste coral fragment. *Fuel* 98: 194-202.
- Roziqin, M.M dan Tri Wahyuni, I. 2007. *Perilaku Material Amorf Gelas Metalik Biner dan Tersier Berbasis Zirkonium terhadap Laju Korosi*. Journal PKM. Surabaya. Fisika MIPA Universitas Airlangga. Page. 1-9.
- Sajima., Tunjung, I. dan Mulyono. 2007. *Pembuatan Larutan Umpan Proses Pengendapan Zr(OH)₄ Menggunakan Metode Re-Ekstraksi*. Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir STT Nuklir-BATAN. Yogyakarta. Page. 73-79
- Salam H.H. Al-Jaberi, Umer Rashid, Fairs A.J. Al-Doghachi, G. Abdulkareem-Alsultan, dan Y.H. Taufiq-Yap. 2017. *Synthesis of MnO-NiO-SO₄²⁻*

/ZrO₂ solid acid catalyst for methyl ester production from palm fatty acid distillate. Energy Conversion and Management, malaysia

- Shailendra, S., Avinash, K, dan Sanjeev, G., 2007, Biodiesel development from rice bran oil; Transesterification process optimization and fuel characterization, *Energy Concersion & Management*, 49, 1248-1257.
- SBP Board of Consultants dan Engineers, 1998, *SBP Handbook Oil Seeds, Oils, Fats & Derivatives*, SBP Publication Division, New Delhi.
- Sholikhati dan Prayitno. 2009. *Penentuan Kecepatan Adsorpsi Boron Dalam Larutan Zirkonium dengan Zeolit.* Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta. STTN. BATAN. Page. 639-646.
- Silverstein, R.M. 2002. *Penyelidikan Spektrometri Senyawa Organik Edisi 4.* Terjemahkan Hartomo. Hlm249-278. Erlangga.Jakarta
- Simbolon, S., Masduki., Busron dan Aryadi. 2000. *Penentuan Unsur-Unsur Tak Murnian di dalam Zirkonium Oksida dengan Metode Spektrografi Emisi.* Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V P2TBDU dan P2BGDN-BATAN. Jakarta. Page. 639-646.
- Suhadirman, M. (2011). *Kajian Pengaruh Penambahan Serat Bambu Ori Terhadap Kuat Tekan dan Terik Beton.* Jurnal Teknik.
- Suryanarayana, C dan Grant, M. N. 1998. *X-ray Diffraction: A Practical Approach.* p273.
- Tahid, 1994, *Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier No II Th VIII,* Bandung : Warta Kimia Analitis
- Thanh LT, Okitsu K, Boi LV, dan Maeda Y. 2012. catalytic technologies for biodiesel fuel production and utilization of glycerol: a review. *Catalysts*. 2: 191-222.
- Wan Nor Nadyaini Wan Omar, dan Nor Aishah Saidina Amin. 2011. *Biodiesel production from waste cooking oil over alkaline modified zirconia catalyst.* Universiti Teknologi Malaysia, 81310 UTM, Skudai, Johor, Malaysia
- Xiaoming Guo, Dongsen Mao, Zhangping Shi, Guisheng Wu, Shengfei Xia, dan Guanzhong Lu. 2014. *Biodiesel synthesis over CaO-ZrO₂ solid base catalyst prepared by urea-nitrate combustion method.* RSC Advances.
- Yan-Hua GAO. 2014. *Synthesize biodiesel through SO₄²⁻ /ZrO₂ for use as solid super acid catalyst in biodiesel production.* Heilongjiang, China :Northeast Petroleum University

- Young-Moo Park, Joon Yeob Lee, Sang-Ho Chung, dan In Seon Park, Seung-Yeon Lee, Deog-Keun Kim, Jin-Suk Lee, Kwan-Young Lee. 2010. *Esterification of used vegetable oils using the heterogeneous WO₃/ZrO₂ catalyst for production of biodiesel*. Korea University
- Yuan – Chung Lin, Kuo – Hsiang Hsu, dan Jia – Fang Lin. 2009. *Rapid Palm – Biodiesel Production Assisted by a Microwave System and Sodium Catalyst*. *Fuel*. Sciencedirect. 115: 306 – 311
- Yue Zhang, Wing-Tak Wong, dan Ka-Fu Yung. 2013. One-step production of biodiesel from rice bran oil catalyzed by chlorosulfonic acid modified zirconia via simultaneous esterification and transesterification. *Bioresource Technology*, 147, 59–64
- Yuqi Ding, Hui Sun, Jinzhao Duan, Ping Chen, Hui Lou, dan Xiaoming Zheng. 2011. *Mesoporous Li/ZrO₂ as a solid base catalyst for biodiesel production from transesterification of soybean oil with methanol*. Zhejiang University. China
- Zhan Z dan Zeng HG. 1999. *J Padatan Non-Cryst* , 243 – 26.
- Zhang, Y., Dubé, M.A., McLean, D.D. dan Kates, M., 2003, *Biodiesel production from waste cooking oil*, 2. Economic assessment and sensitivity analysis, *Bioresour. Technol.*, 90(3), 229-40.
- Zullaikah, S. Lai, C.C. Vali, S.R dan Ju, Y.H., (2005), “A two-step acid-catalyzed process for the production of biodiesel from rice bran oil”, *Bioresource Technology*, 96, hal.1889-1896.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Data

1.1 Pembuatan Larutan Zirkonium 20% Dari Zirkon (IV) Oxidchlorid

10 gram daun bambu

↓ 20%

2 gram

Jadi, Zr yang diambil dalam zirkon (IV) oxidchloric ($ZrOCl_2$):

$$2 \text{ gram Zr} \rightarrow \frac{Mr \text{ ZrOCl}_2}{Ar \text{ Zr}} \times 2 \text{ gram}$$

$$= \frac{178,12}{91,22} \times 2 \text{ gram}$$

$$= 3,905 \text{ gram} \rightarrow \text{dilarutkan dalam 50 mL Aquades}$$

1.2 Pembuatan Larutan Standar NaOH 0,5 M Dalam 250 mL

$$M = \frac{mol}{L}$$

$$0,5M = \frac{mol}{0,25 L}$$

$$mol = 0,5 M \times 0,25 L$$

$$= 0,125 \text{ mol}$$

$$mol = \frac{g}{M_r}$$

$$0,125 \text{ mol} = \frac{g}{40 \text{ g/mol}}$$

$$g = 5 \text{ gram, dilarutkan dalam 250 mL Aquades}$$

1.3 Pembuatan Larutan H_3PO_4 1 M Dalam 100 mL

$$\rho \text{ H}_3\text{PO}_4 = 1,71 \text{ kg/L}$$

$$m = \rho \times V$$

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

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

$$\text{massa H}_3\text{PO}_4 \text{ 85 \%} = \frac{85\%}{100\%} \times 1710 \text{ gram}$$

$$= 1453,5 \text{ gram}$$

$$M = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$M = \frac{m/Mr}{L}$$

$$M = \frac{1453,5 \text{ gram} / 98 \text{ gram/mol}}{1 \text{ L}}$$

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

Untuk membuat konsentrasi H_3PO_4 1 M

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

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

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

1.4 Perhitungan Ukuran Kristal Katalis Dari Analisis XRD

Berikut rumus scheer:

$$D = \frac{K \times \lambda}{\beta \times \cos \theta}$$

Misal D = $\text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2$

$$\text{a) } \text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2 (2\theta) \rightarrow 28,0171$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{0,9 \times 0,154060}{\left(0,297 \text{ deg} \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{28,017}{2}} \\ &= \frac{0,138654}{0,0050266} \\ &= 27,58 \text{ nm} \end{aligned}$$

b) $\text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2 (2\theta) \rightarrow 30,660$

$$\begin{aligned} D \text{ (III)} &= \frac{0,9 \times 0,154060}{\left(0,080 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{30,660}{2}} \\ &= \frac{0,138654}{0,00134536} \\ &= 103,08 \text{ nm} \end{aligned}$$

c) $\text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2 (2\theta) \rightarrow 31,566$

$$\begin{aligned} D &= \frac{0,9 \times 0,154060}{\left(0,133 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{31,566}{2}} \\ &= \frac{0,138654}{0,00223264} \\ &= 62, 103 \text{ nm} \end{aligned}$$

d) $\text{ZrO}_2 / \text{SiO}_2 (2\theta) \rightarrow 34,253$

$$\begin{aligned} D &= \frac{0,9 \times 0,154060}{\left(0,2667 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{34,253}{2}} \\ &= \frac{0,138654}{0,00444613} \\ &= 31,185 \text{ nm} \end{aligned}$$

1.5 Pembuatan Larutan Standar KOH 0,1 M Dalam 100 mL

$$M = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$0,1M = \frac{\text{mol}}{0,1L}$$

$$\text{mol} = 0,1 M \times 0,1 L$$

$$= 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{g}{M_r}$$

$$0,01 \text{ mol} = \frac{g}{56 g / \text{mol}}$$

$$g = 0,56 \text{ gram, dilarutkan dalam } 100 \text{ mL Akuades}$$

1.6 Penentuan Nilai asam pada katalis bekas

rumus yang digunakan untuk menghitung nilai asam :

$$AV1 = \frac{V1 \times M KOH \times Mr KOH}{g \text{ sampel}}$$

→ Variasi waktu reaksi transesterifikasi 2 jam, 3 jam dan 5 jam dengan katalis yang telah dipakai.

$$a. AV2 = \frac{19 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M} \times 56 \text{ g/mol}}{4 \text{ g}}$$

$$= 26,6 \text{ mmol}$$

$$b. AV3 = \frac{17,2 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M} \times 56 \text{ g/mol}}{4 \text{ g}}$$

$$= 24,08 \text{ mmol}$$

$$c. AV5 = \frac{16 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M} \times 56 \text{ g/mol}}{4 \text{ g}}$$

$$= 22,4 \text{ mmol}$$

Pengaruh waktu refluks terhadap penentuan nilai asam

Waktu refluks	2 jam	3 jam	5 jam
Titran (mol/L KOH)	0,1	0,1	0,1
Nilai asam (mg KOH/g)	26,6	24,08	22,4

Massa biodiesel : 4 g ; campuran pelarut (Vether : Vetanol = 1:1) = 10 mL

1.7 Perhitungan Hasil Konversi Biodiesel katalis yang telah dipakai

Nilai keasaman memungkinkan untuk menentukan konversi reaksi sebagai berikut:

$$\% \text{ Konversi} = \frac{AV_0 - AV_1}{AV_0} \times 100\%$$

Dimana : AV_0 : nilai asam sebelum reaksi

AV_1 : nilai asam sesudah reaksi

$$\begin{aligned}
 AV0 &= \frac{V0 \times M \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{g \text{ Sampel}} \\
 &= \frac{29,6 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M} \times 56 \text{ g/mol}}{4 \text{ g}} \\
 &= 41,44 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

→Perhitungan hasil konversi biodiesel variasi waktu 2,3 dan 5 jam katalis bekas

$$\begin{aligned}
 a. \% \text{ Konversi waktu 2 jam} &= \frac{41,44 \text{ mol} - 26,6 \text{ mol}}{41,44 \text{ mol}} \times 100\% \\
 &= 35,81 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 b. \% \text{ Konversi waktu 3 jam} &= \frac{41,44 \text{ mol} - 26,6 \text{ mol}}{41,44 \text{ mol}} \times 100\% \\
 &= 41,89 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 c. \% \text{ Konversi waktu 5 jam} &= \frac{41,44 \text{ mol} - 22,4 \text{ mol}}{41,44 \text{ mol}} \times 100\% \\
 &= 45,94 \%
 \end{aligned}$$

1.8 Perhitungan Hasil Konversi Biodiesel dengan GC-MS

Rumus yang digunakan untuk menghitung *yield biodiesel* adalah :

$$\text{mL Rendemen} = \text{mL Hasil Biodiesel} \times \% \text{ Area}$$

1. Variasi waktu 2 jam

$$\text{Volume Biodiesel} = 29,7 \text{ mL}$$

$$\% \text{ Metil Ester} = 22,97 \%$$

$$\text{mL rendemen} = 29,7 \text{ mL} \times \frac{1}{100} \times 22,97\%$$

$$= 29,7 \times 0,2297\%$$

$$= 6,82209 \text{ mL}$$

2. Variasi waktu 3 jam

$$\text{Volume biodiesel} = 37 \text{ mL}$$

$$\% \text{ metil ester} = 100\%$$

$$\text{mL rendemen} = 37 \times \frac{1}{100} \cdot 100\%$$

$$= 37 \text{ mL}$$

3. Variasi waktu 5 jam

$$\text{Volume biodiesel} = 41,7 \text{ mL}$$

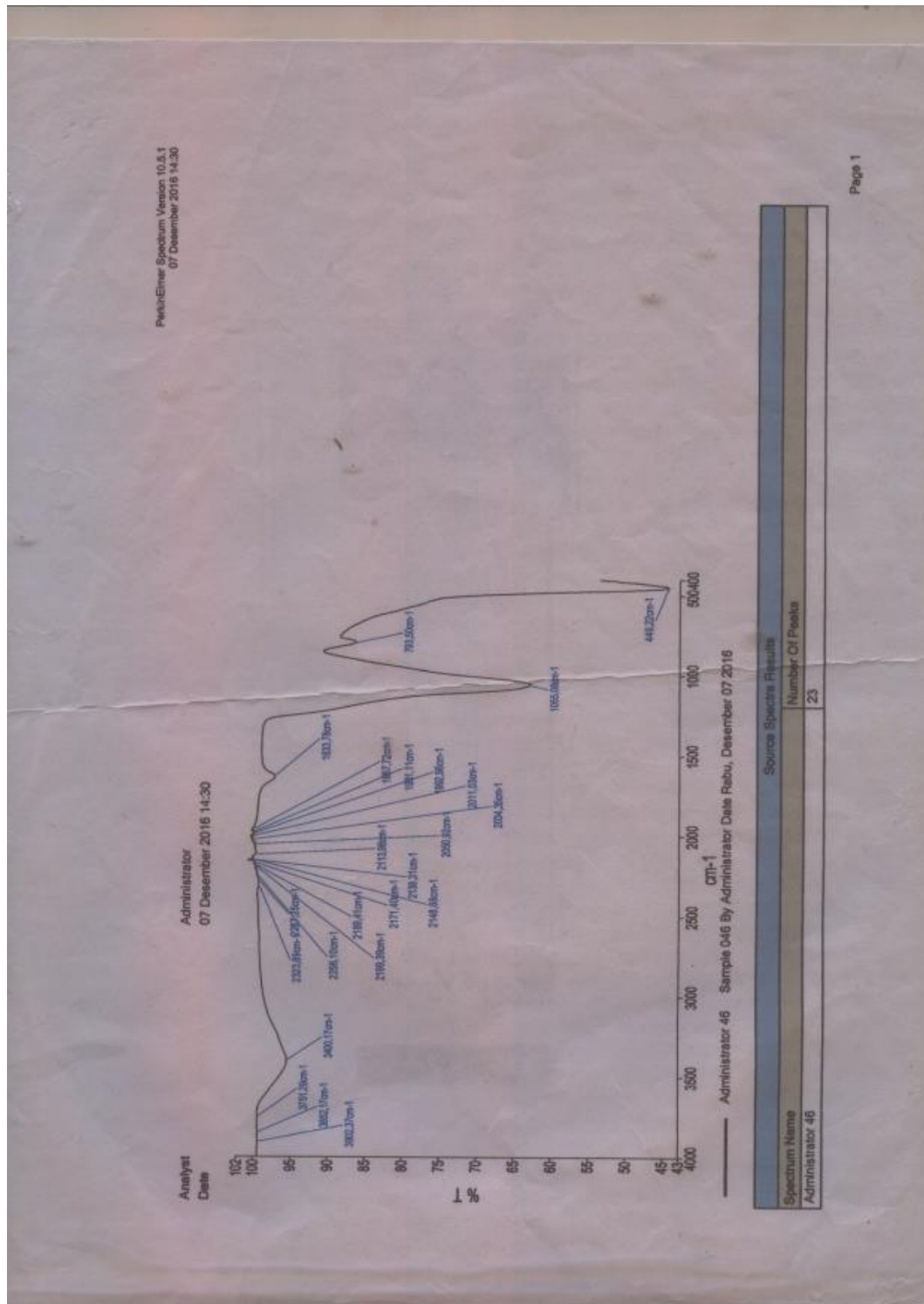
$$\% \text{ metil ester} = 53,21\%$$

$$\text{mL rendemen} = 41,7 \text{ mL} \times \frac{1}{100} \cdot 53,21\%$$

$$= 41,7 \text{ mL} \times 0,5321\%$$

$$= 22,18857 \text{ mL.}$$

Lampiran 2. Data Analisis FTIR Katalis ZrO_2/ADB



Peak Number	List of Peak Area/Height X (cm-1) (cm-1)
1	3902.37
2	3652.17
3	3751.29
4	3400.17
5	2923.89
6	2287.25
7	2256.1
8	2199.39
9	2189.41
10	2171.4
11	2148.88
12	2138.31
13	2113.98
14	2060.52
15	2034.35
16	2011.03
17	1982.98
18	1881.11
19	1867.72
20	1633.78
21	1055.08
22	793.5
23	449.22

Lampiran 3. Data Analisis XRD Katalis ZrO₂/ADB

*** Basic Data Process ***

Group Name : Desember
 Data Name : Katalis-1
 File Name : Katalis-1.PKR
 Sample Name : ZrO₂-SiO₂ Daun Bambu
 Comment : ZrO₂-SiO₂ Daun Bambu

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated (Counts)	Int
1	1	3.5200	25.08061	100	0.77720	99	6365	
2	2	4.5800	19.27803	86	0.00000	85	0	
3	3	5.3600	16.47427	65	0.00000	64	0	

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated (Counts)	Int
1	3.5200	25.08061	100	0.77720	99	6365	
2	4.5800	19.27803	86	0.00000	85	0	
3	5.3600	16.47427	65	0.00000	64	0	
4	6.2200	14.19827	45	0.00000	45	0	
5	7.1200	12.40544	34	1.52000	34	3217	
6	8.4800	10.41869	32	0.00000	32	0	
7	8.9200	9.90573	28	0.66280	28	855	
8	9.9200	8.90930	22	1.32000	22	914	
9	10.4050	8.49508	27	0.40000	27	416	
10	11.2600	7.85187	20	0.48000	20	666	
11	12.0350	7.34793	27	0.35000	27	537	
12	12.5333	7.05689	23	0.34670	23	474	
13	13.6350	6.48907	19	0.27000	19	371	
14	14.4400	6.12908	6	0.16000	6	80	
15	15.5200	5.70492	6	0.08000	6	46	
16	16.2033	5.46584	12	0.07330	12	109	
17	17.1560	5.16440	9	0.08800	9	105	
18	17.9525	4.93703	12	0.13500	12	134	
19	18.9725	4.67384	13	0.09500	13	119	
20	19.7683	4.48745	19	0.44330	19	461	
21	20.8900	4.24896	14	0.42000	14	319	
22	21.5010	4.12957	10	0.25800	10	125	
23	22.3050	3.98250	18	0.55000	18	600	
24	23.1950	3.83167	22	0.35000	22	435	
25	24.2125	3.67290	14	0.09500	14	157	
26	25.1709	3.53518	23	0.31530	23	504	
27	25.6250	3.47356	13	0.19000	13	148	
28	26.7550	3.32936	21	0.21000	21	330	
29	28.0171	3.18218	52	0.29710	51	1153	
30	29.0933	3.06687	16	0.18670	16	268	
31	29.7633	2.99934	10	0.15330	10	145	
32	30.6600	2.91363	9	0.08000	9	81	
33	31.5666	2.83199	11	0.13330	11	90	
34	32.1508	2.78185	13	0.15170	13	101	
35	33.1150	2.70302	3	0.03000	3	11	
36	33.6925	2.65800	6	0.05500	6	26	
37	34.2533	2.61575	12	0.26670	12	149	
38	34.9000	2.56875	3	0.04000	3	7	
39	36.1880	2.48022	9	0.09600	9	108	
40	36.9100	2.43335	13	0.26000	13	318	
41	37.7800	2.37929	3	0.08000	3	58	
42	38.3883	2.34297	11	0.16330	11	111	
43	38.8100	2.31848	9	0.24660	9	164	
44	39.4200	2.28400	9	0.04000	9	56	
45	40.2000	2.24146	35	0.24000	35	469	
46	40.7300	2.21351	9	0.10000	9	74	
47	41.4225	2.17809	8	0.12500	8	57	

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	42.3100	2.13443	7	0.10000	7	63
49	43.2816	2.08874	10	0.14330	10	95
50	44.0283	2.05503	11	0.08330	11	108
51	44.8550	2.01906	12	0.13000	12	119
52	45.3450	1.99837	6	0.15000	6	88
53	45.9800	1.97224	3	0.02000	3	5
54	46.8050	1.93938	6	0.13000	6	49
55	47.6383	1.90739	13	0.26330	13	205
56	48.9100	1.86072	10	0.14000	10	153
57	49.9000	1.82610	17	0.20000	17	251
58	50.9250	1.79173	7	0.13000	7	73
59	51.7250	1.76588	4	0.13000	4	33
60	52.2833	1.74833	6	0.20670	6	57
61	52.7866	1.73284	11	0.21330	11	174
62	53.8833	1.70013	9	0.12670	9	64
63	54.3950	1.68534	4	0.11000	4	31
64	54.9566	1.66944	7	0.11330	7	49
65	55.7000	1.64891	7	0.16000	7	108
66	56.6200	1.62428	6	0.32000	6	119
67	57.5816	1.59942	8	0.30330	8	165
68	58.2700	1.58215	10	0.18000	10	100
69	58.8550	1.56781	9	0.21000	9	145
70	59.5216	1.55183	7	0.17670	7	66
71	60.1850	1.53631	7	0.09000	7	69
72	61.0066	1.51757	10	0.13330	10	126
73	61.6150	1.50404	7	0.17000	7	107
74	62.1800	1.49172	10	0.42000	10	274
75	62.9000	1.47637	9	0.20000	9	143
76	63.6633	1.46049	6	0.07330	6	64
77	65.0700	1.43228	7	0.14000	7	105
78	66.1100	1.41224	17	0.30000	17	339
79	67.2833	1.39044	5	0.08670	5	32
80	67.8600	1.38002	9	0.16000	9	103
81	68.4266	1.36997	11	0.14670	11	101
82	69.2900	1.35499	6	0.10000	6	95
83	70.0100	1.34281	11	0.16000	11	109
84	70.5400	1.33401	5	0.08000	5	46
85	71.6300	1.31637	10	0.18000	10	104
86	72.0800	1.30925	11	0.12000	11	89
87	72.9925	1.29512	11	0.21500	11	163
88	73.5433	1.28678	8	0.19330	8	86
89	74.2900	1.27568	10	0.22000	10	137
90	74.8350	1.26774	3	0.03000	3	9
91	75.7550	1.25461	5	0.09000	5	49
92	76.3375	1.24648	6	0.11500	6	70
93	76.9400	1.23822	6	0.20000	6	70
94	77.6833	1.22822	6	0.19330	6	108
95	78.4700	1.21786	3	0.06000	3	16
96	79.1600	1.20897	7	0.08000	7	53
97	79.8583	1.20014	3	0.05670	3	27
98	81.0633	1.18532	4	0.11330	4	56
99	82.0500	1.17354	12	0.26000	12	212
100	82.7000	1.16596	3	0.08000	3	73
101	83.2150	1.16005	9	0.15000	9	146
102	84.1850	1.14914	7	0.13000	7	96
103	84.9666	1.14055	11	0.14670	11	180
104	85.8383	1.13119	10	0.21670	10	188
105	86.5066	1.12416	6	0.34670	6	102
106	87.1183	1.11783	14	0.21670	14	147
107	87.7550	1.11135	9	0.27000	9	123
108	88.3216	1.10568	7	0.06330	7	33
109	89.5250	1.09391	7	0.15000	7	73

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group Name      : Desember
  Data Name      : Katalis-1
  File Name      : Katalis-1.RAW
  Sample Name    : ZrO2-SiO2 Daun Bambu
  Comment       : ZrO2-SiO2 Daun Bambu
  Date & Time    : 12-27-16 11:20:59

# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kV)
  current        : 30.0 (mA)

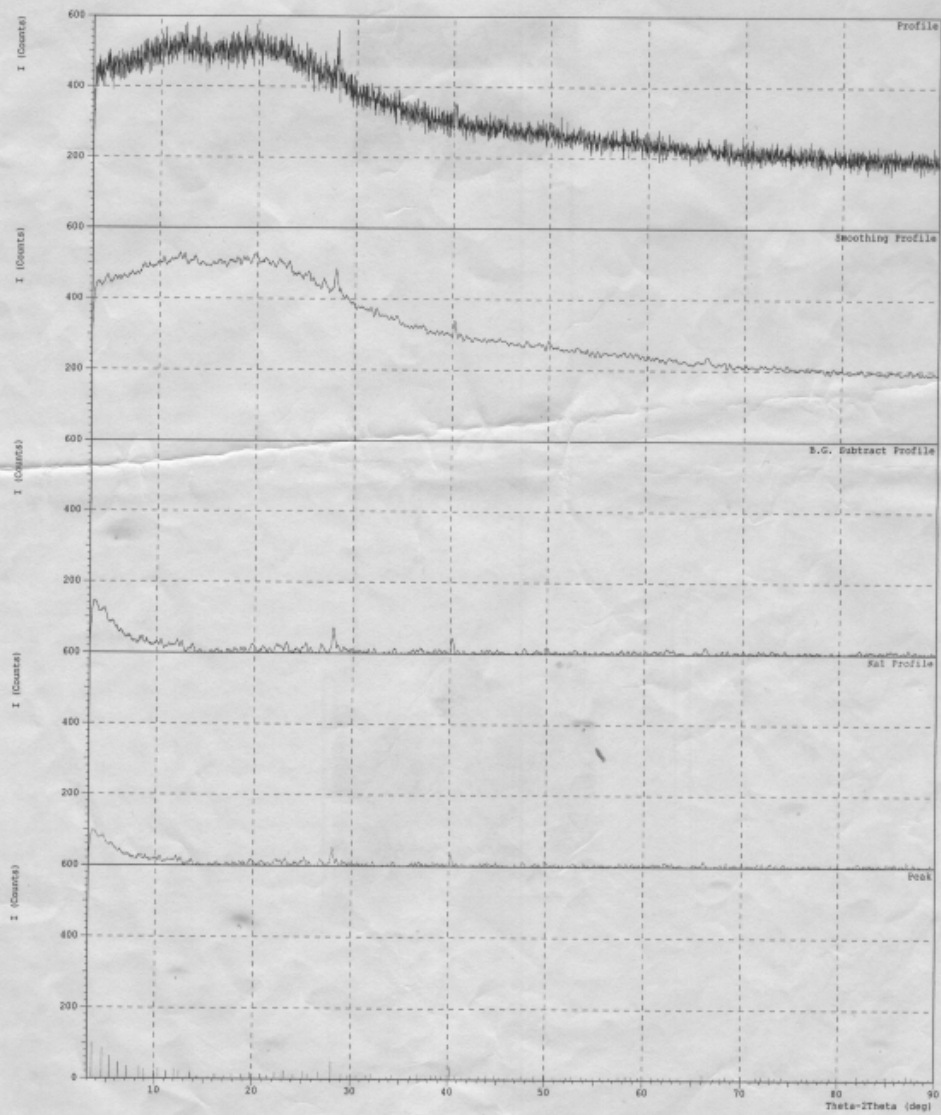
  Slits
  divergence slit : 1.00 (deg)
  scatter slit   : 1.00 (deg)
  receiving slit  : 0.30 (mm)

  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 3.0200 - 90.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 4.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.30 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
  smoothing points : 27
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 27
  repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search     [ AUTO ]
  differential points : 39
  FWHM threshold : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

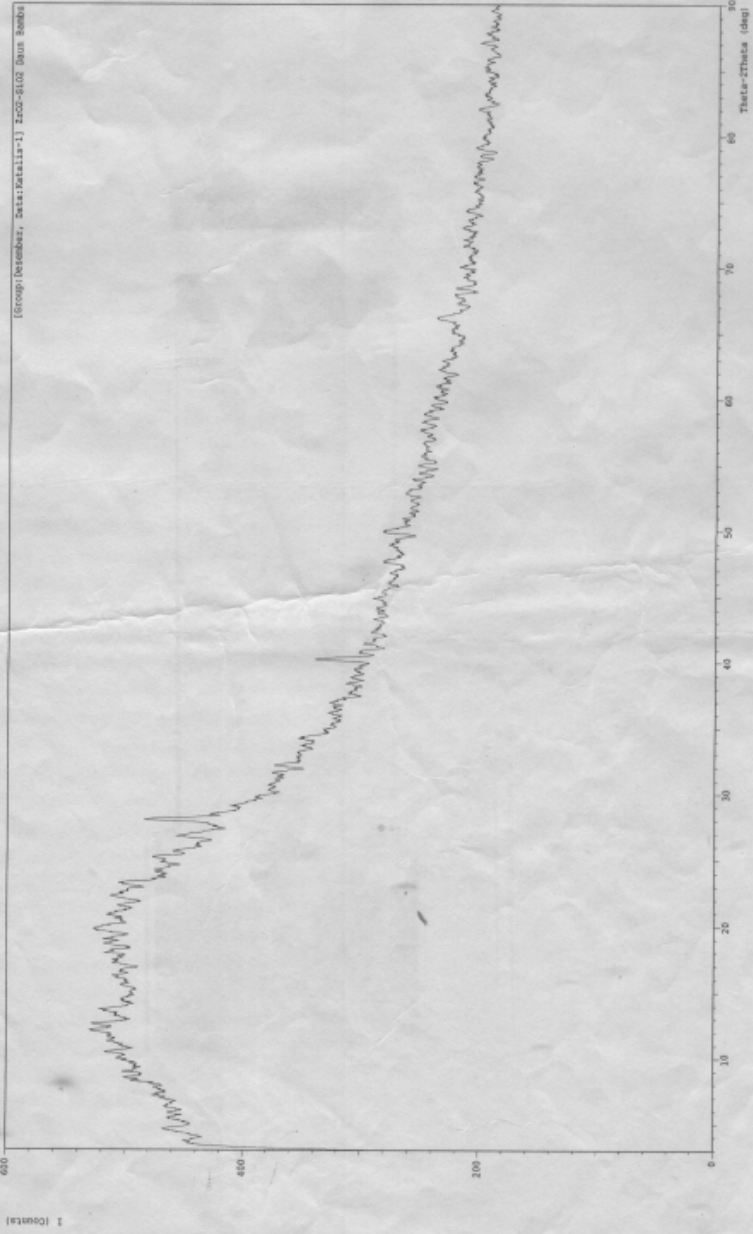
*** Basic Data Process ***

Group Name : Desember
Data Name : Katalis-1
File Name : Katalis-1.PKR
Sample Name : ZrO₂-SiO₂ Daun Bambu
Comment : ZrO₂-SiO₂ Daun Bambu



*** Multi Plot ***

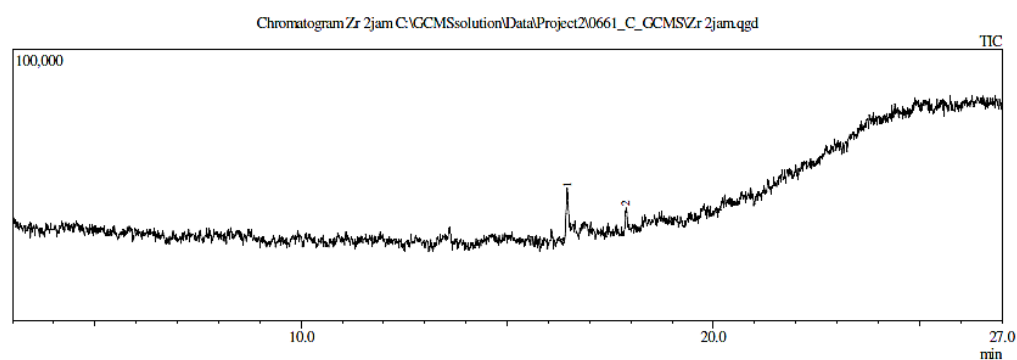
File Name : Desember\Katalis-1
Sample Name : ZrO2-SiO2 Daun Bambu
Date & Time : 12-27-16 11:20:59
Condition :
X-ray Tube : Cu(1.54060 Å) ✓ Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 3.0000 <-> 90.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm
Comment : ZrO2-SiO2 Daun Bambu



Lampiran 4. Data analisis GC-MS

1. Hasil GC-MS dengan Waktu Reaksi Transesterifikasi 2 jam

Sample Information
Analyzed by : Admin
Analyzed : 12/6/2016 9:57:09 AM
Sample Name : Zr 2jam
Sample ID : 1
Injection Volume : 0.50
Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project20661_C_GCMSZr 2jam.qgd
Tuning File : C:\GCMSsolution\SystemTune1\Tuning 14112016.qgt



Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Peak Report TIC		
				Area	Area%	Height
1	16.458	16.400	16.508	55053	77.28	16658
2	17.891	17.858	17.933	16186	22.72	6868
				71239	100.00	23526

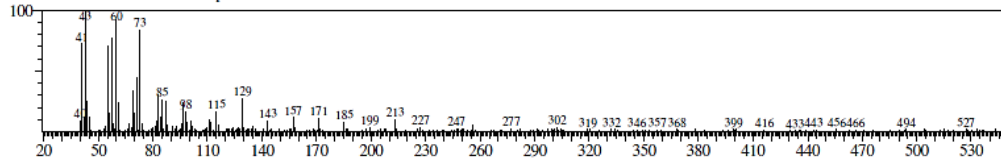
Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:16.458(Scan#:1976) MassPeaks:300

RawMode:Averaged 16.450-16.467(1975-1977) BasePeak:43.05(1337)

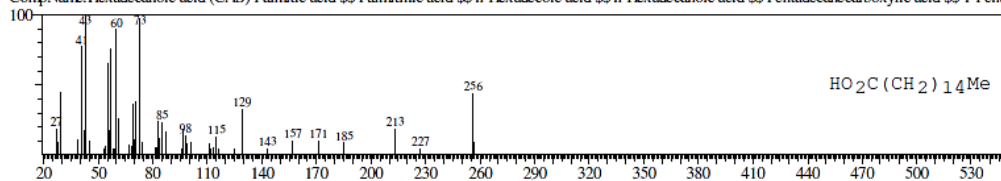
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:164461 Library:WILEY7.LIB

SE91 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

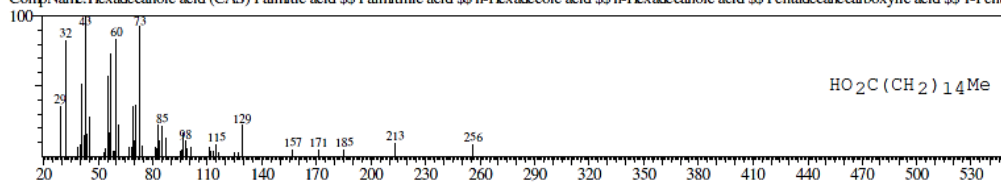
CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta



Hit#:2 Entry:164462 Library:WILEY7.LIB

SE91 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

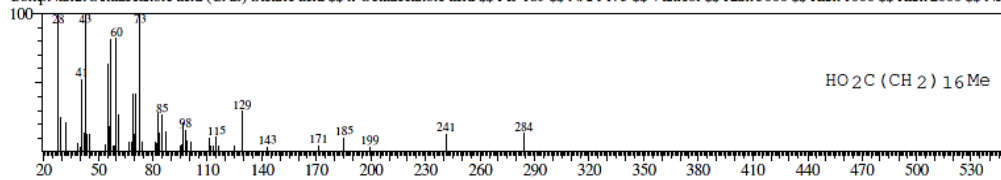
CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta



Hit#:3 Entry:195573 Library:WILEY7.LIB

SE91 Formula:C18 H36 O2 CAS:57-11-4 MolWeight:284 RetIndex:0

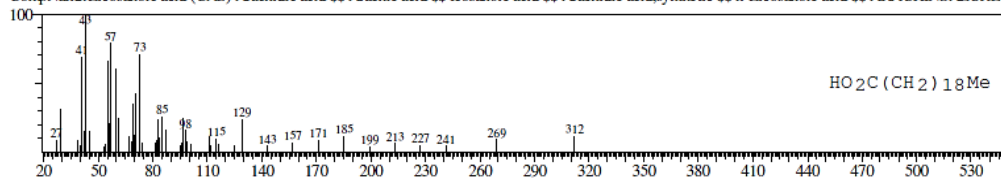
CompName:Octadecanoic acid (CAS) Stearic acid \$\$ n-Octadecanoic acid \$\$ PD 185 \$\$ NAA 173 \$\$ Vanicol \$\$ Kam 3000 \$\$ Kam 1000 \$\$ Kam 2000 \$\$ Neo



Hit#:4 Entry:223354 Library:WILEY7.LIB

SE91 Formula:C20 H40 O2 CAS:506-30-9 MolWeight:312 RetIndex:0

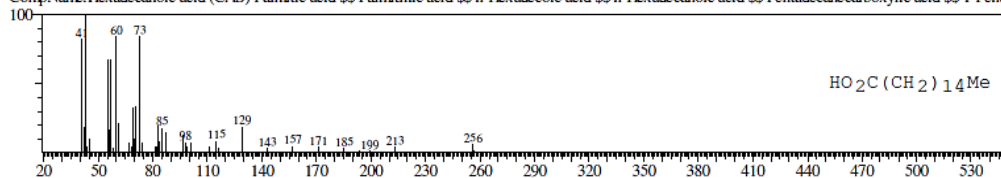
CompName:Eicosanoic acid (CAS) Arachidic acid \$\$ Arachic acid \$\$ Icosenoic acid \$\$ Arachidic acid,synthetic \$\$ n-Eicosanoic acid \$\$ ARACHINSAEURE \$



Hit#:5 Entry:164469 Library:WILEY7.LIB

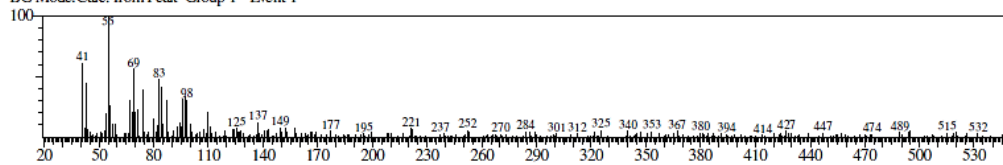
SE91 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta

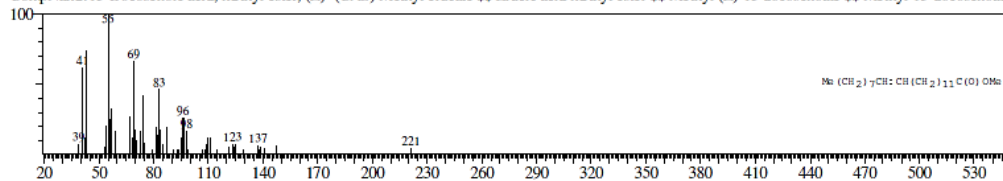


<< Target >>

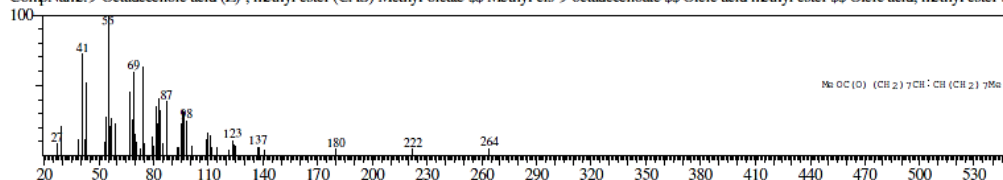
Line#:2 R.Time:17.892(Scan#:2148) MassPeaks:269
 RawMode:Averaged 17.883-17.900(2147-2149) BasePeak:55.05(633)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



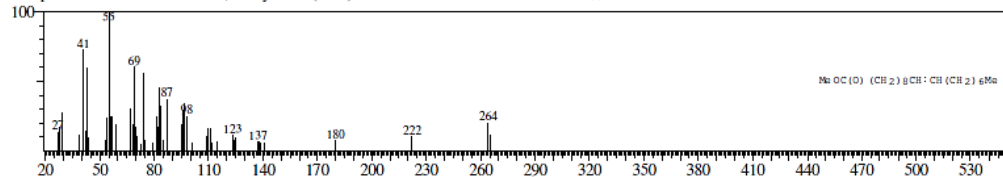
Hit#:1 Entry:255934 Library:WILEY7.LIB
 SE84 Formula:C23 H44 O2 CAS:1120-34-9 MolWeight:352 RetIndex:0
 CompName:13-Docosenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl erucate \$\$ Erucic acid methyl ester \$\$ Methyl (Z)-13 docosenoate \$\$ Methyl 13-docosenoate



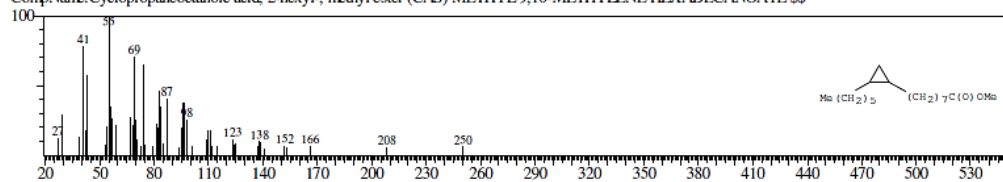
Hit#:2 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB
 SE83 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$



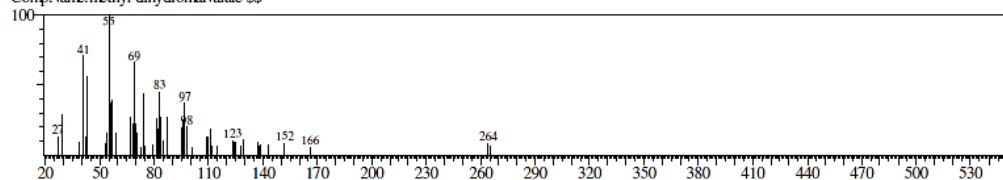
Hit#:3 Entry:207529 Library:WILEY7.LIB
 SE82 Formula:C19 H36 O2 CAS:13481-95-3 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:10-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-10-ENOATE \$\$



Hit#:4 Entry:193360 Library:WILEY7.LIB
 SE82 Formula:C18 H34 O2 CAS:10152-61-1 MolWeight:282 RetIndex:0
 CompName:Cyclopropanoic acid, 2-hexyl-, methyl ester (CAS) METHYL 9,10-METHYLENE HEXADECANOATE \$\$

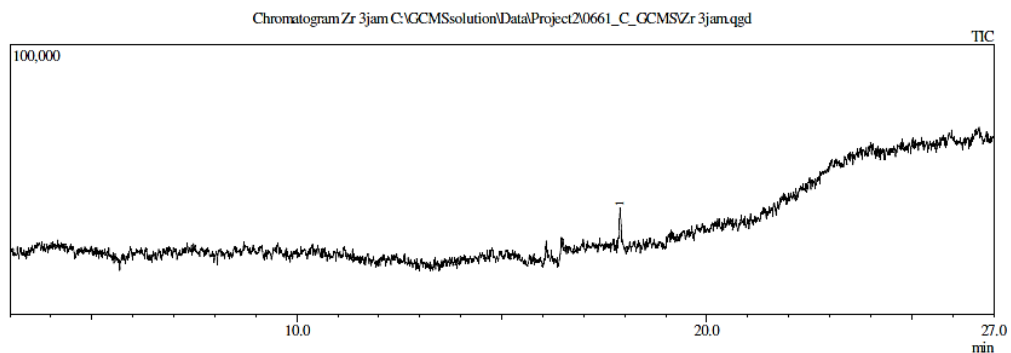


Hit#:5 Entry:207516 Library:WILEY7.LIB
 SE82 Formula:C19 H36 O2 CAS:0-00-0 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:methyl dihydromalvalate \$\$



2. Hasil GC-MS dengan Waktu Reaksi Transesterifikasi 3 jam

Sample Information
Analyzed by : Admin
Analyzed : 12/6/2016 10:28:10 AM
Sample Name : Zr 3jam
Sample ID : 2
Injection Volume : 0.50
Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project2\0661_C_GCMSZr 3jam.qgd
Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tuning 14112016.qgt



Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	17.894	17.750	18.000	70111	100.00	16277
				70111	100.00	16277

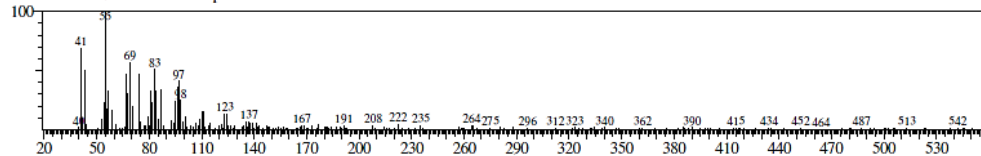
Library

<< Target >>

Line#:1 R. Time:17.892(Scan#:2148) MassPeaks:324

RawMode:Averaged 17.883-17.900(2147-2149) BasePeak:55.10(1114)

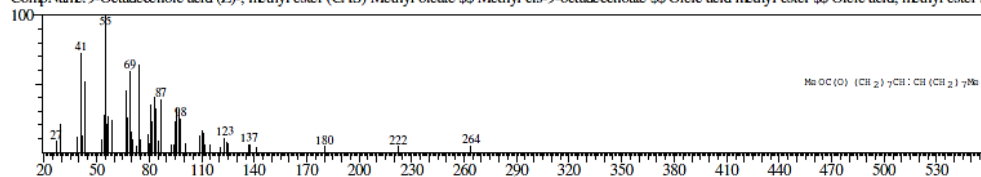
BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB

SI:93 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0

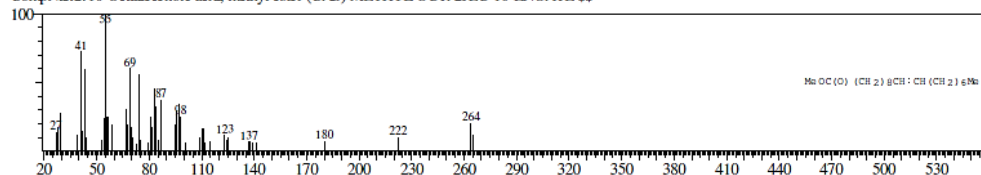
CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$



Hit#:2 Entry:207529 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C19 H36 O2 CAS:13481-95-3 MolWeight:296 RetIndex:0

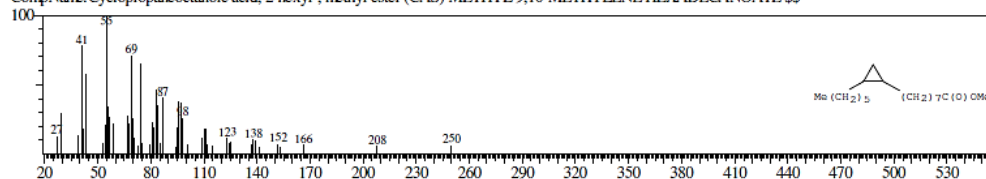
CompName:10-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-10-ENOATE \$\$



Hit#:3 Entry:193360 Library:WILEY7.LIB

SI:90 Formula:C18 H34 O2 CAS:10152-61-1 MolWeight:282 RetIndex:0

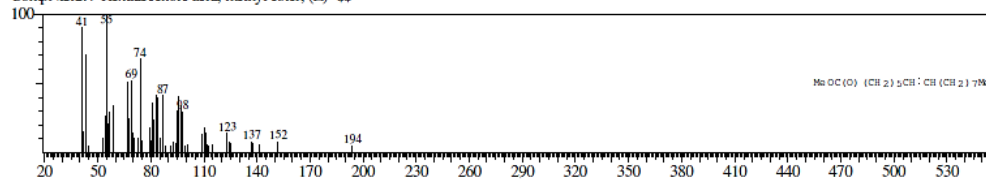
CompName:Cyclopropanoic acid, 2-hexyl-, methyl ester (CAS) METHYL 9,10-METHYLENE HEXADECANOATE \$\$



Hit#:4 Entry:177667 Library:WILEY7.LIB

SI:90 Formula:C17 H32 O2 CAS:56875-67-3 MolWeight:268 RetIndex:0

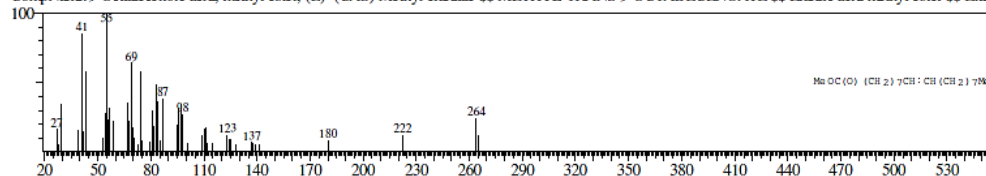
CompName:7-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- \$\$



Hit#:5 Entry:207872 Library:WILEY7.LIB

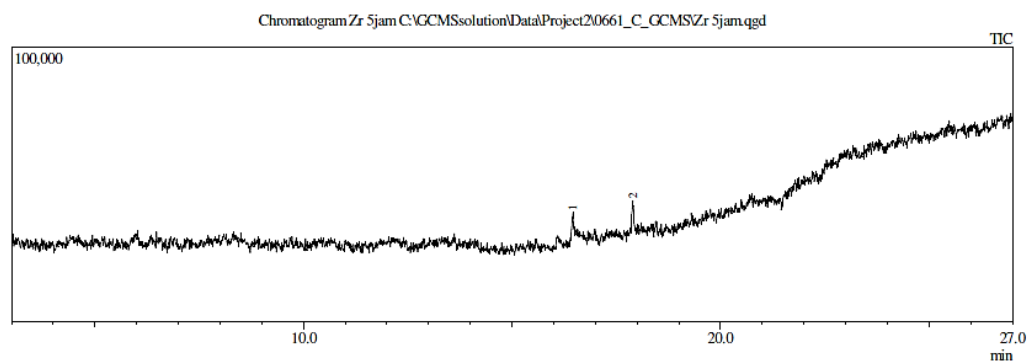
SI:90 Formula:C19 H36 O2 CAS:1937-62-8 MolWeight:296 RetIndex:0

CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)- (CAS) Methyl elaidate \$\$ METHYL-TRANS 9-OCTADECENOATE \$\$ Elaidic acid methyl ester \$\$ Elaidic acid, methyl ester \$\$



3. Hasil GC-MS dengan Waktu Reaksi Transesterifikasi 5 jam

Sample Information
Analyzed by : Admin
Analyzed : 12/6/2016 10:59:04 AM
Sample Name : Zr 5jam
Sample ID : 3
Injection Volume : 0.50
Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project2\0661_C_GCMSZr 5jam.qgd
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\Tuning 14112016.ggt



Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	16.466	16.392	16.483	20728	46.79	7321
2	17.901	17.875	17.958	23574	53.21	9977
				44302	100.00	17298

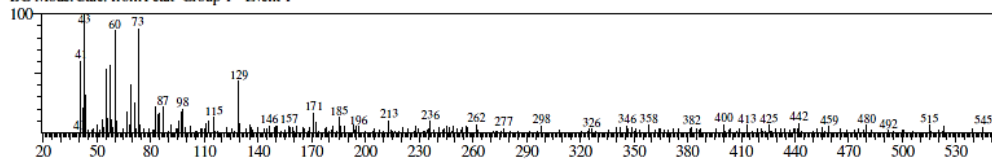
Library

<< Target >>

Line#1 R.Time:16.467(Scan#:1977) MassPeaks:289

RawMode:Averaged 16.458-16.475(1976-1978) BasePeak:43.05(528)

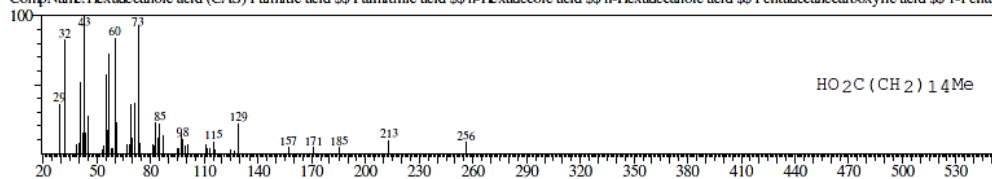
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:164462 Library:WILEY7.LIB

SI:82 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

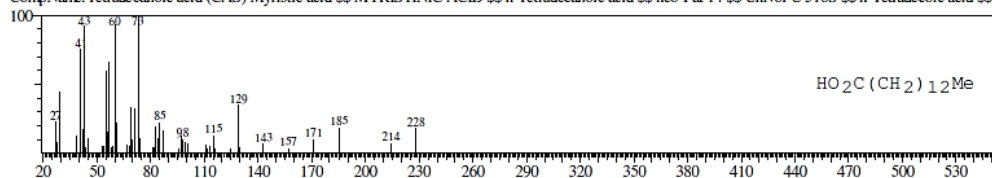
CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecioic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta



Hit#2 Entry:131455 Library:WILEY7.LIB

SI:82 Formula:C14 H28 O2 CAS:544-63-8 MolWeight:228 RetIndex:0

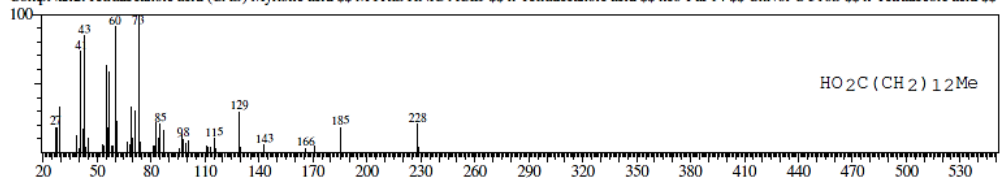
CompName:Tetradecanoic acid (CAS) Myristic acid \$\$ MYRISTINIC ACID \$\$ n-Tetradecanoic acid \$\$ neo-Fat 14 \$\$ Univol U 316S \$\$ n-Tetradecioic acid \$\$



Hit#3 Entry:131451 Library:WILEY7.LIB

SI:82 Formula:C14 H28 O2 CAS:544-63-8 MolWeight:228 RetIndex:0

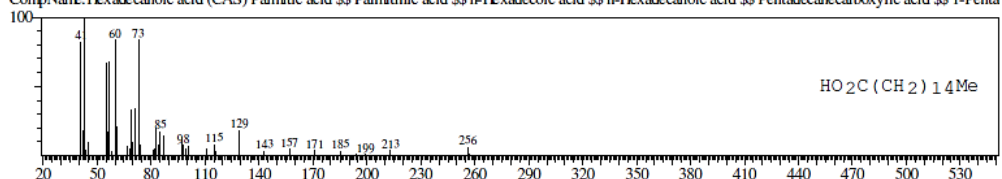
CompName:Tetradecanoic acid (CAS) Myristic acid \$\$ MYRISTINIC ACID \$\$ n-Tetradecanoic acid \$\$ neo-Fat 14 \$\$ Univol U 316S \$\$ n-Tetradecioic acid \$\$



Hit#4 Entry:164469 Library:WILEY7.LIB

SI:81 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

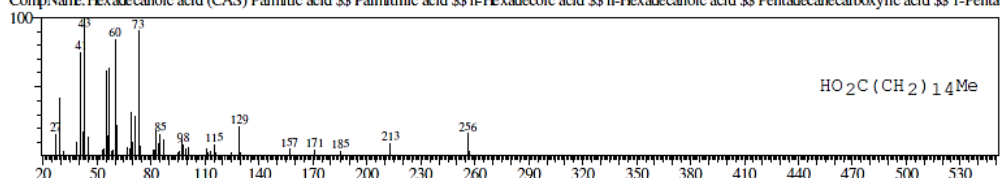
CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecioic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta



Hit#5 Entry:164459 Library:WILEY7.LIB

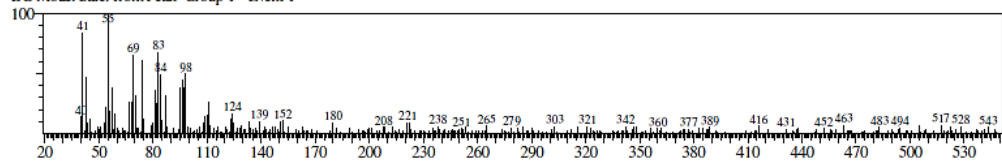
SI:81 Formula:C16 H32 O2 CAS:57-10-3 MolWeight:256 RetIndex:0

CompName:Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecioic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Penta

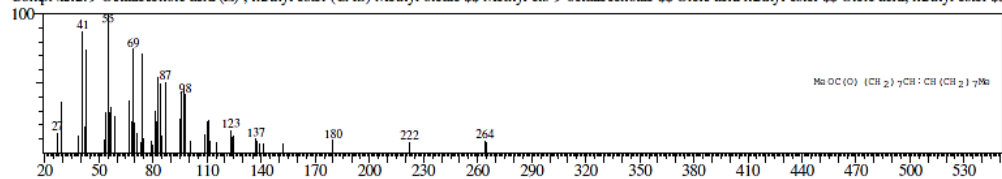


<< Target >>

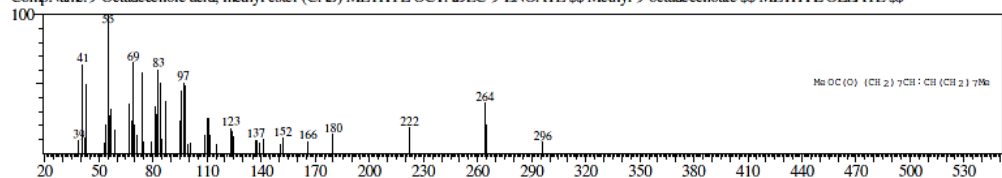
Line#:2 R.Time:17.900(Scan#:2149) MassPeaks:325
 RawMode:Averaged 17.892-17.908(2148-2150) BasePeak:55.10(545)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



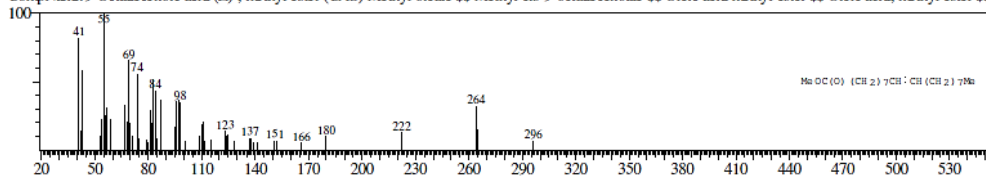
Hit#:1 Entry:207855 Library:WILEY7.LIB
 SI:88 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$



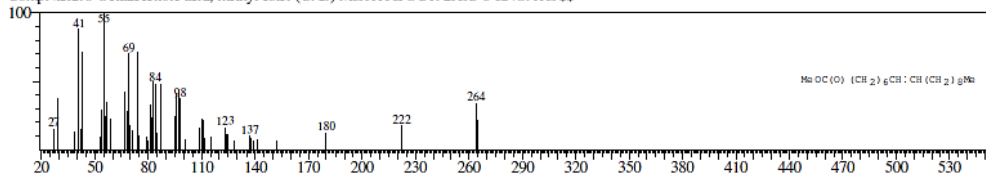
Hit#:2 Entry:207860 Library:WILEY7.LIB
 SI:87 Formula:C19 H36 O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$



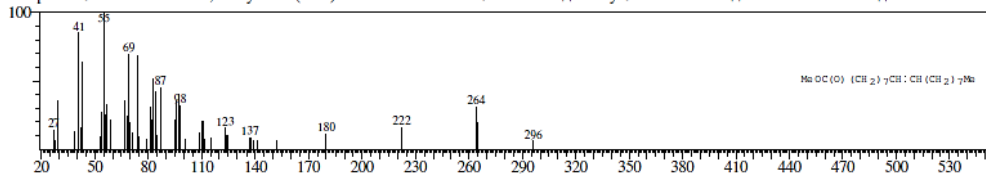
Hit#:3 Entry:207863 Library:WILEY7.LIB
 SI:87 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$



Hit#:4 Entry:207515 Library:WILEY7.LIB
 SI:87 Formula:C19 H36 O2 CAS:2345-29-1 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:8-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-8-ENOATE \$\$



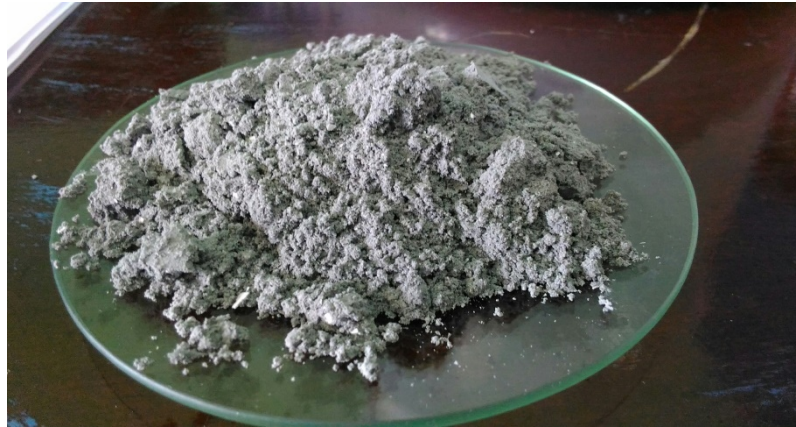
Hit#:5 Entry:207859 Library:WILEY7.LIB
 SI:86 Formula:C19 H36 O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$



Lampiran 5. Foto Penelitian

Daun bambu kering

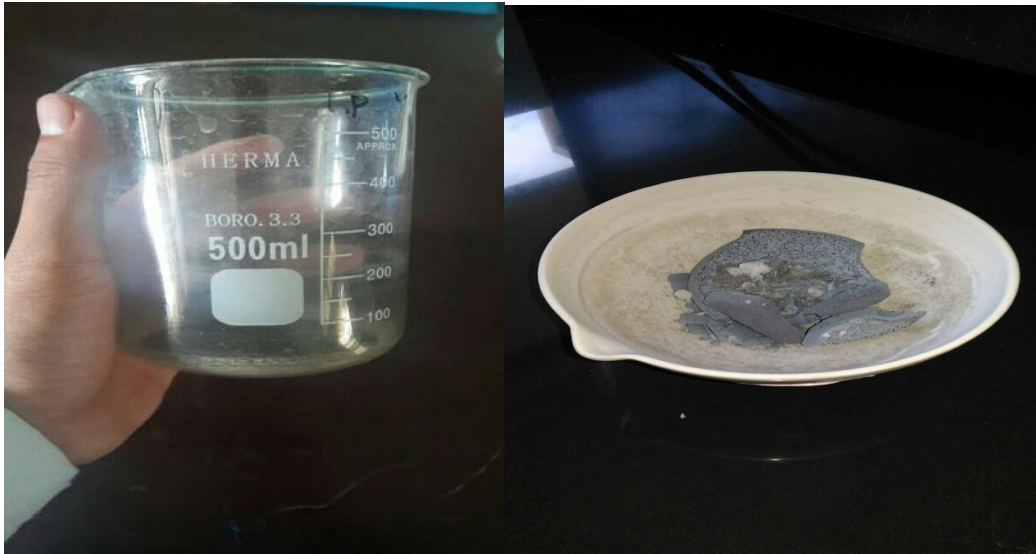
setelah dibakar



Setelah dikalsinasi

Larutan $ZrOCl_2$

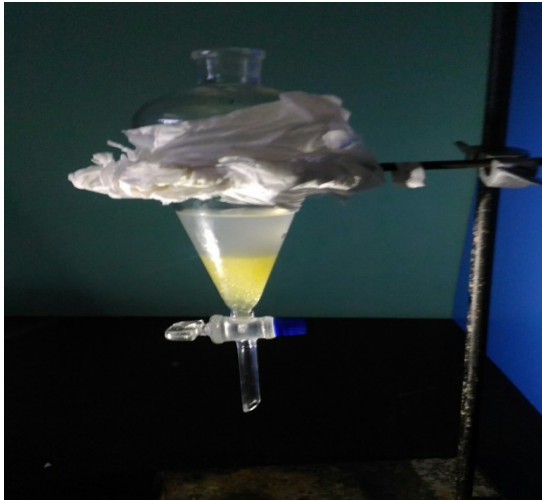
Larutan daun bambu



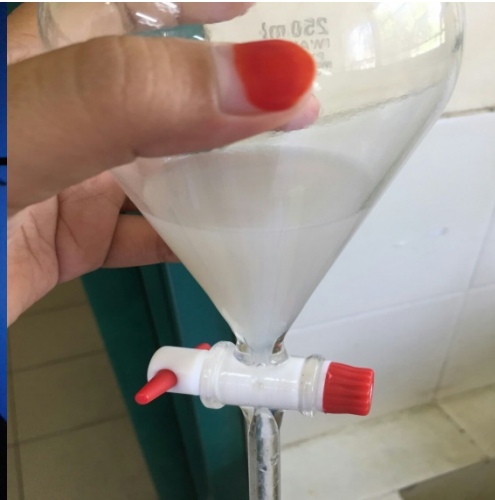
Setelah dioven

Katalis $\text{ZrO}_2 - \text{SiO}_2$ 

Proses Transesterifikasi



Proses ekstraksi + HCl dan akuades



Proses ekstraksi n - heksana



Titration Penentuan nilai asam



Titration analisis Kebasaan



Biodiesel