

Prof. Dr. Ir. Nyoman Puspa Asri, M.S.
Dr. Rahaju Saraswati, S.T., M.T.



PRODUKSI BIODIESEL DARI MINYAK KESAMBI PERAN KATALIS NANO ZnO /MWCNTs

PRODUKSI BIODIESEL DARI MINYAK KESAMBI PERAN KATALIS NANO ZnO/MWCNTs

Surabaya, LPPM Universitas WR Supratman Surabaya

Halaman : vi + 114
Ukuran : 14,8 × 21 cm (A5)
Penulis : Prof. Dr. Ir. Nyoman Puspa Asri, M.S.
Dr. Rahaju Saraswati S.T., M.T.
Editor : Dr. Rahaju Saraswati S.T., M.T.
Tata Letak : Akhmad Riyanto, S.M.
Desain Sampul : Akhmad Riyanto, S.M.

ISBN: 978-602-72783-9-4

Cetakan Pertama: 1 Desember 2021

Penerbit:

LPPM Universitas WR Supratman Surabaya

Arief Rachman Hakim 14 Surabaya 60111

lppm.unipra18@gmail.com

Percetakan:

Isi di luar tanggung jawab percetakan

UNDANG-UNDANG NOMOR 28 TAHUN 2014 PASAL 113 TENTANG HAK CIPTA

- (1) Setiap Orang yang dengan tanpa hak melakukan pelanggaran hak ekonomi sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf i untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 1 (satu) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp100.000.000 (seratus juta rupiah).
- (2) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf c, huruf d, huruf f, dan/atau huruf h untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 3 (tiga) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).
- (3) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf e, dan/atau huruf g untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp1.000.000.000,00 (satu miliar rupiah).
- (4) Setiap Orang yang memenuhi unsur sebagaimana dimaksud pada ayat (3) yang dilakukan dalam bentuk pembajakan, dipidana dengan pidana penjara paling lama 10 (sepuluh) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp4.000.000.000,00 (empat miliar rupiah).

Hak Cipta dilindungi oleh Undang-Undang. Dilarang mengutip dan/atau memperbanyak tanpa izin tertulis dari Penerbit sebagian atau seluruhnya dalam bentuk apa pun.

KATA PENGANTAR

Puji syukur marilah kita panjatkan kehadiran Allah SWT. yang telah melimpahkan rahmat, hidayah dan inayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan sebuah buku yang berjudul **“PRODUKSI BIODIESEL DARI MINYAK KESAMBI, PERAN KATALIS NANO ZnO/MWCNTs”**. Sadar bahwa selesainya buku ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang membantu penulisan buku ini

Buku ini ditulis berdasarkan pengamatan, penelitian dan hasil studi pustaka mengenai katalis. Berbagai upaya telah dilakukan penulis untuk mendapatkan hasil terbaik dalam buku ini. Penulis menyadari bahwa buku ini tak lepas dari kesalahan dan kekurangan dikarenakan kemampuan penulis yang terbatas. Oleh karena itu penulis berharap kritik dan saran yang bersifat membangun dari pembaca guna kesempurnaan karya tulis ini. Penulis berharap semoga buku ini dapat bermanfaat serta menambah pengetahuan bagi pembaca.

Surabaya, Desember 2021

Prof. Dr. Nyoman Puspa Asri, M.S.



DAFTAR ISI

Kata Pengantar.....	iii
---------------------	-----

BAB 1

PENDAHULUAN.....	1
-------------------------	----------

1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Tujuan Penulisan	3
1.4 Manfaat Penulisan	3

BAB 2

KAJIAN PUSTAKA.....	5
----------------------------	----------

2.1 Minyak Kesambi.....	5
2.2 Biodiesel	6
2.3 Reaksi Transesterifikasi.....	10
2.4 Reaksi Sulfonasi.....	11
2.5 Katalis	12
2.5.1 Klasifikasi Katalis.....	12
2.5.2 Parameter Katalis	13
2.5.3 Komponen Katalis.....	14
2.5.4 Katalis ZnO/MWCNTs.....	17
2.5.5 Metode Karakterisasi Katalis.....	17
2.6 Karakterisasi Biodisel.....	20
2.6.1 Viskositas kinematik.....	21
2.6.2 Berat jenis (<i>Density</i>).....	21
2.6.3 Bilangan Asam	21

2.6.4 <i>Free Fatty Acid</i> (FFA)	22
2.6.5 Kadar Air (<i>Moisture Content</i>)	23
2.6.6 Angka Penyabunan.....	23
2.6.7 Angka Iodium (<i>Iodine Value</i>)	23
2.6.8 Kromatografi Gas.....	24

BAB 3

METODE PEMECAHAN MASALAH..... 25

3.1 Jenis Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan.....	25
3.3 Variabel dan Kondisi Proses.....	27
3.4 Prosedur Percobaan.....	27
3.4.1 Pembuatan Katalis ZnO/MWCNTs	27
3.4.2 Proses <i>Degumming</i>	31
3.4.3 Penurunan Kadar <i>Free Fatty Acid</i> (FFA)	32
3.4.4 Transesterifikasi Biodiesel.....	33
3.5 Prosedur Analisis	35
3.5.1 Kadar air	35
3.5.2 <i>Free fatty acid</i> (FFA).....	35
3.5.3 Densitas.....	36
3.5.4 Viskositas.....	36
3.5.5 Angka Penyabunan.....	36
3.6 Metode Pengolahan Data.....	37

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN 38

4.1 Karakteristik Minyak Kesambi	38
4.1.1 Bahan Baku Sebelum Tahap Perlakuan	38
4.1.2 Bahan Baku Setelah Tahap Perlakuan	39
4.2 Karakterisasi Katalis	40
4.2.1 Uji <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	40
4.2.2 Uji <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET)	43

4.2.3 Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) dan <i>Energy Dispersive X-ray</i> (EDX)	44
4.2.4 Uji <i>Spektroskopi Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	45
4.3 Uji Aktivitas Katalis.....	47
4.3.1 Pengaruh <i>Loading</i> ZnO terhadap <i>Yield</i> Produk.....	47
4.3.2 Pengaruh Rasio Molar Minyak-Metanol Terhadap <i>Yield</i> Produk.....	48
4.4 Uji Karakterisasi Biodiesel	49

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN.....	53
5.2 Kesimpulan.....	53
5.3 Saran	54
Daftar Pustaka.....	55

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Salah satu permasalahan pengembangan biodiesel di Indonesia adalah biaya produksinya tinggi sehingga harga biodiesel tidak dapat berkompetisi dengan harga minyak solar. Hal tersebut disebabkan karena proses produksi biodiesel menggunakan bahan baku dari minyak pangan yakni minyak sawit serta prosesnya juga masih memakai katalis homogen asam/basa.^[1] *Non-edible oil (NEO)* sangat berpotensi digunakan sebagai bahan baku biodiesel untuk mengurangi biaya produksi. Namun kandungan *free fatty acid (FFA)* NEO yang cukup tinggi, maka pembuatan biodiesel dari NEO memerlukan dua tahap, tahap esterifikasi dan tahap transesterifikasi. Hal ini berdampak pada meningkatnya kebutuhan energi sehingga mengakibatkan biaya produksi yang cukup tinggi.^[1] Pengembangan katalis heterogen merupakan solusi yang tepat, karena katalis heterogen mempunyai banyak kelebihan diantaranya adalah ramah lingkungan, mudah dipisahkan, dan dapat digunakan kembali.^{[2][3]}

Penulis telah melakukan penelitian untuk mengembangkan beberapa katalis heterogen basa yaitu $\text{CaO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{CaO}/\text{KI}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.^{[2][6-7]} Hasil penelitian menunjukkan bahwa kedua katalis tersebut mempunyai aktivitas yang tinggi, khususnya katalis $\text{CaO}/\text{KI}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang menghasilkan *yield* tinggi (95-97%). Namun, katalis tersebut masih sensitif terhadap *low grade oil (LGO)*. Hal tersebut terbukti dari *yield* transesterifikasi *waste cooking oil (WCO)* dengan katalis $\text{CaO}/\text{KI}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, hanya berada pada kisaran 80-83 % [4]. Katalis heterogen asam dapat mengatasi permasalahan tersebut karena mempunyai *insensitivity* relatif lebih tinggi terhadap *FFA* dibanding katalis heterogen basa [5].

Peneliti telah mengembangkan katalis heterogen $ZnO/\gamma-Al_2O_3$ (ZA) dan $ZnO-CuO-SO_4/\gamma-Al_2O_3$ (ZCSA) untuk transesterifikasi minyak kesambi (*Schleiera oleosa l.*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa transesterifikasi minyak kesambi dengan katalis ZCSA pada suhu $65^\circ C$ tidak memuaskan (*yield* biodiesel hanya 35%), hal ini disebabkan katalis tersebut baru berfungsi dengan baik pada suhu tinggi ($>200^\circ C$) [1][6]. Sebaliknya pada kondisi yang sama transesterifikasi dengan katalis ZA menghasilkan *yield* yang cukup tinggi (92.2%). Kelemahan utama katalis asam tersebut adalah sisi aktifnya mudah direduksi oleh hidrasi gugus hidroksil asam (OH) yang merupakan *Bronsted acid sites* dengan adanya air. Katalis asam berbasis karbon adalah alternatif yang tepat karena hidrasi gugus OH dapat dicegah dengan sifat hidrofobik *carbon sheet*. Diantara beberapa penyangga seperti γ -alumina, silika maupun berbagai macam jenis karbon, *multi-walled carbon nanotubes* (MWCNTs) paling menjanjikan untuk digunakan sebagai penyangga katalis, karena sifat – sifat intrinsiknya seperti: *high surface area, high purity, and well-developed surface morphology and porosity* [7]. Oleh karena itu, peneliti akan **mengembangkan material maju katalis heterogen nano seng oksida dengan penyangga *multi-walled carbon nanotubes* (MWCNTsZ)** agar diperoleh katalis dengan karakteristik luas permukaan relatif besar, *high activity, high insensitivity* terhadap FFA, *robust* dan stabil. Katalis berdimensi nano, diharapkan mampu meningkatkan bidang kontak antara reaktan dengan katalis dan meningkatkan difusivitas. Selanjutnya, katalis MWCNTsZ tersebut diaplikasikan untuk transesterifikasi minyak kesambi. Minyak kesambi merupakan pilihan yang tepat, karena saat ini Perum. Perhutani sedang menggalakkan budi daya tanaman kesambi.

Penelitian ini berkaitan pengembangan ke arah fundamental dan aplikasi pada reaktor unggun tetap (*fixed bed*) kontinyu. Pada arah fundamental meliputi sintesis dan karakterisasi katalis MWCNTsZ serta pemodelan kinetika reaksi. Selanjutnya katalis MWCNTsZ diaplikasikan untuk pembuatan biodiesel dari minyak kesambi dalam reaktor *fixed bed* kontinyu. Data-data yang diperoleh dapat digunakan untuk pengembangan pada skala *pilot-plant* yang menjadi dasar untuk aplikasi dalam skala industri.

1.2 Permasalahan

1. Apakah ada pengaruh loading katalis ZnO/MWCNTs terhadap persentase (%) *yield* produk?
2. Apakah ada pengaruh rasio molar minyak-metanol terhadap persentase (%) *yield* produk?

1.3 Tujuan Penulisan

1. Mempelajari pengaruh loading katalis ZnO/MWCNTs terhadap persentase (%) *yield* produk.
2. Pengaruh rasio molar minyak-metanol terhadap persentase (%) *yield* produk.

1.4 Manfaat Penulisan

1. Bagi Peneliti
Sebagai referensi untuk menambah ilmu pengetahuan mengenai pembuatan biodiesel dari minyak kesambi dengan katalis ZnO-MWCNTs.
2. Bagi Masyarakat & Pemerintah
Sebagai informasi untuk masyarakat bahwa minyak kesambi mempunyai manfaat sebagai salah satu bahan bakar alternatif yang bisa digunakan untuk menunjang kegiatan sehari-hari. Penulisan ini dimaksudkan agar pemerintah membuat program teknologi terbaru dan tepat guna dalam pengembangan sumber energi alternatif yang terbarukan sehingga dapat mengurangi kelangkaan energi di masa yang akan datang.

KAJIAN PUSTAKA

2.1 Minyak Kesambi

Kesambi termasuk salah satu tumbuhan hutan yang mudah beradaptasi, mempunyai manfaat yang serbaguna (*multi-purpose*) serta bernilai ekonomis dan sangat potensial untuk dikembangkan. Buah pohon kesambi digemari dan dapat dimakan oleh manusia, binatang dan burung. Oleh karena itu pohon kesambi dapat menjadi alternatif tanaman unggulan di dalam dan di luar kawasan hutan (Bachli, 2007).

Minyak kesambi lebih dikenal dengan nama minyak makasar sering digunakan untuk penerangan, obat tradisional untuk gatal, jerawat, dan beberapa masalah kulit lainnya, encok (minyak urut), mempercepat pertumbuhan rambut, dan industri batik (Council of Scientific & Industrial Research, 1972).

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak pada minyak kesambi

Jenis asam lemak (Kinds of fatty acid)	Komposisi, % (Composition %)
Asam miristat (<i>Myristic acid</i>)	1
Asam palmitat (<i>Palmytic acid</i>)	5-8
Asam stearat (<i>Stearic acid</i>)	2-6
Asam arakidat (<i>Arabydic acid</i>)	20-30
Asam oleat (<i>Oleic acid acid</i>)	40-60
Asam linoleat (<i>Linole ic acid</i>)	2-5

(Sumber: Anonim, 2002)

Kandungan potensial minyak yang cukup tinggi sekitar 70-73% dari biji kering, membuat minyak kesambi diharapkan dapat dijadikan sebagai sumber baru penghasil biodiesel.

2.2 Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang dihasilkan oleh reaksi kimia antara minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek, misalnya metanol, etanol, atau butanol dengan dibantu katalis, proses ini disebut transesterifikasi. Dari sudut pandang lingkungan, penggunaan biodiesel memiliki beberapa keuntungan misalnya dapat mereduksi emisi karbonmonoksida dan karbondioksida, *nontoxic* dan *biodegradable*. Diharapkan biodiesel dapat mereduksi penggunaan bahan bakar fosil. (Maceiras dkk., 2011)

Biodiesel diproduksi melalui proses transesterifikasi menggunakan katalis asam/basa homogen (Asri dkk., 2010). Biodiesel menawarkan banyak keuntungan seperti tidak beracun, titik nyala tinggi, angka setana tinggi, pelumasan tinggi, volatilitas atau sifat mudah terbakar yang rendah, sifat transportasi dan penyimpanan yang baik, emisi karbon monoksida rendah dan mudah diuraikan. (Asri dkk., 2015)

Biodiesel bisa dibuat dari minyak nabati seperti minyak kelapa, minyak kedelai, minyak kelapa sawit dan minyak dari biji-bijian tanaman yang lain. Biodiesel memiliki beberapa kelebihan dibanding dengan petrodiesel. Biodiesel mengurangi emisi gas-gas beracun seperti CO₂, CO, HC, NO, SO, mengurangi senyawa karsinogenik dan meningkatkan pelumasan mesin. Salah satu tumbuhan yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai biodiesel adalah dari biji pohon kesambi (*Schleichera oleosa* Lour). Minyak dari biji kesambi mengandung beberapa jenis asam lemak dengan komposisi tertentu yang mirip dengan tanaman penghasil biodiesel lainnya. Asam-asam lemak yang terdapat pada minyak kesambi yaitu asam miristat, asam palmitat, asam stearat, asam arakidat, asam oleat dan asam linoleat. (Sudrajat, 2010)

Biodiesel banyak digunakan sebagai bahan bakar pengganti solar. Sebagai bahan bakar pengganti solar, biodiesel harus mempunyai sifat

fisik dan kimia yang mirip dengan minyak solar. Salah satu sifat fisik yang penting adalah viskositas. Sebenarnya, minyak lemak nabati sendiri dapat dijadikan bahan bakar, namun, viskositasnya masih terlalu tinggi sehingga tidak dapat memenuhi persyaratan untuk dijadikan bahan bakar mesin diesel. Perbandingan sifat fisik dan kimia biodiesel dengan minyak solar disajikan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Perbandingan sifat fisik dan kimia biodiesel dan solar

Sifat Fisik/Kimia	Biodiesel	Solar
Komposisi	Ester Alkil	Hidrokarbon
Densitas, g/ml	0,8624	0,875
Viscositas, cSt	5,55	4,6
Titik Kilat, °C	172	98
Angka Setana	62,4	53
Energi yang dihasilkan	40,1 MJ/kg	45,3 MJ/Kg

(Sumber: Internasional Biodiesel, 2001)

Apabila dilihat dari perbandingan diatas, biodiesel mempunyai beberapa keunggulan. Keunggulan paling utamanya adalah emisi pembakarannya yang ramah lingkungan karena mudah diserap kembali oleh tumbuhan dan tidak mengandung SOx. Perbandingan emisi pembakaran biodiesel dengan minyak solar disajikan dalam Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Perbandingan emisi pembakaran biodiesel dengan solar

Senyawa Emisi	Biodiesel	Solar
SO ₂ , ppm	0	78
NO	37	64
NO ₂ , ppm	1	1
CO, ppm	10	40
Partikulat, mg/Nm ³	0,25	5,6
Benzen, mg/Nm ³	0,3	5,01
Toluen, mg/Nm ³	0,57	2,31
Xilen, mg/Nm ³	0,73	1,57
Etil benzen, mg/Nm ³	0,3	0,73

(Sumber: Internasional Biodiesel, 2001)

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015, Biodiesel ini merupakan revisi dari SNI 7128:2012, Biodiesel yang disusun dengan maksud untuk menetapkan persyaratan mutu dan metode uji biodiesel dengan merevisi beberapa bagian, yaitu persyaratan mutu kadar belerang, fosfor, angka asam, dan kestabilan oksidasi serta penambahan parameter kadar monogliserida dalam biodiesel. Pemanfaatan biodiesel diarahkan untuk bisa memberikan kontribusi yang signifikan terhadap bauran energi nasional (*national energy mix*) terutama sebagai bahan bakar substitusi untuk motor diesel. Oleh karena itu, pemerintah terus meningkatkan kebijakan pemanfaatan Biodiesel di Indonesia melalui Mandatori BBN. (BSN, 2015)

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini memiliki peran penting dalam menjaga kualitas biodiesel yang dipasarkan di dalam negeri untuk melindungi konsumen, produsen dan mendukung perkembangan industri biodiesel. Dalam rangka mencapai tujuan itu, perlu adanya evaluasi SNI biodiesel secara berkelanjutan sesuai kebutuhan dan kondisi dalam negeri. (BSN, 2015)

Tabel 2.4 Syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015

No	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1	Massa jenis pada 40°C	kg/m ³	850-890
2	Viskositas kinematik pada 40°C	mm ² /s (cSt)	2,3-6,0
3	Angka setana	min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Titik kabut	°C, maks	18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50°C)		nomor 1
7	Residu karbon	%-massa, maks	
	- dalam percontoh asli; atau		0,05
	- dalam 10% ampas distilasi		0,3
8	Air dan sedimen	%-volume, maks	0,05
9	Temperatur distilasi 90%	°C, maks	360
10	Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02
11	Belerang	mg/kg, maks	50
12	Fosfor	mg/kg, maks	4
13	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,5

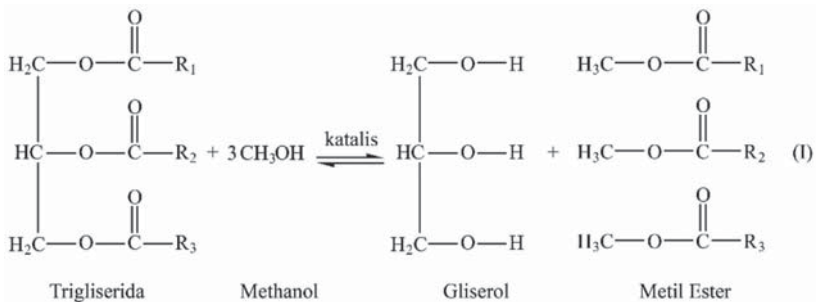
No	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
14	Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
15	Gliserol total	%-massa, maks	0,24
16	Kadar ester metil	%-massa, min	96,5
17	Angka iodium	%-massa, min	115
18	Kestabilan oksidasi	(g-I ₂ /100 g), maks	480
	Periode induksi metode rancimat atau Periode induksi metode petro oks		36
19	Monogliserida	%-massa, maks	0,8

(Sumber: Badan Standardisasi Nasional, 2015)

2.3 Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah reaksi pembentukan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters/FAME*) atau biodiesel dan gliserol dengan mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek. Trigliserida merupakan triester dari gliserol, monogliserida dan digliserida dapat diperoleh dari trigliserida dengan mensubstitusikan dua dan satu asam lemak dengan gugus hidroksi. Alkohol rantai pendek yang sering digunakan adalah metanol karena kereaktifannya yang tinggi. (Utomo, 2011)

Didalam reaksi transesterifikasi minyak nabati, trigliserida bereaksi dengan alkohol dengan adanya asam kuat atau basa kuat sebagai katalis menghasilkan *fatty acid alkyl ester* dan gliserol. (Asri dkk., 2017).



Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi. Sumber: (Asri dkk., 2015)

Pada proses reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel memerlukan bantuan katalis yang berfungsi untuk mempercepat reaksi. Percepatan reaksi tersebut terjadi karena katalis mempengaruhi mekanisme reaksi yang berlangsung, dimana penggunaan katalis asam atau basa melibatkan mekanisme yang berbeda. Secara umum diketahui bahwa reaksi transesterifikasi diawali dengan reaksi antara alkohol dengan katalis untuk menghasilkan spesies aktif yang selanjutnya bereaksi dengan asam lemak. (Lestari, 2017)

Reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dipengaruhi beberapa faktor antara lain adalah waktu reaksi, pengadukan, katalis dan suhu reaksi. Secara umum, untuk reaksi kimia diketahui bahwa semakin lama waktu reaksi maka interaksi antar molekul semakin intensif dan menghasilkan produk yang lebih banyak. Prinsip dasar reaksi ini berlaku untuk reaksi transesterifikasi, sehingga faktor ini telah dikaji dalam banyak penelitian. (Lestari, 2017)

2.4 Reaksi Sulfonasi

Reaksi sulfonasi adalah reaksi pembentukan asam sulfonat (SO_3H) pada molekul organik dengan menggunakan agent sulfonasi. Agent sulfonasi didefinisikan sebagai komponen atau bahan yang dapat menggantikan ikatan hidrogen dalam suatu senyawa dengan gugus sulfonat (SO_3H). (Purwanto, 2006)

Sulfonasi merupakan reaksi substitusi elektrofilik, dimana terjadi pembentukan gugus $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{SO}_2\text{Cl}$ dalam molekulnya. Pereaksi sulfonasi dapat berupa oleum, asam sulfat pekat dan asam chlorosulfonat. Reaksi sulfonasi merupakan reaksi dapat balik, dapat terbentuk produk ataupun kembali ke reaktannya tergantung pada kondisi reaksi (Murry, 2002). Reaksi sulfonasi dengan oleum akan berjalan lebih cepat dibandingkan dengan asam sulfat pekat pada benzene. (Handayani, 2002)

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Nur Hidayah Deris dkk., (2020) tentang “*Study the Effect of Various Sulfonation Methods on Catalytic Activity of Carbohydrate-Derived Catalysts for Ester Production*”, empat jenis metode sulfonasi yang telah dilakukan, termasuk perlakuan termal dengan asam sulfat pekat (H_2SO_4), dekomposisi termal amonium sulfat (NH_4SO_4),

perlakuan termal dengan klorosulfonik dalam kloroform (HSO_3Cl), dan polimerisasi in situ poli (sodium 4-styrenesulfonate) (PSS), digunakan untuk mengubah *incomplete carbonized glucose* (ICG) menjadi katalis heterogen tersulfonasi untuk produksi *fatty acid metil ester* (FAME). Menurut hasil percobaan, *acid density* memegang peran penting atas persentase hasil FAME. Selain *acid density*, juga perlu disebutkan bahwa berbagai metode sulfonasi termasuk mekanisme yang berbeda, bahan kimia dan agen sulfonasi memegang peranan penting dalam persentase hasil FAME.

2.5 Katalis

Katalis adalah substansi yang dapat meningkatkan laju reaksi pada suatu reaksi kimia yang mendekati kesetimbangan dimana katalis tersebut tidak terlibat secara permanen. Kata kunci pada definisi ini adalah permanen, karena terdapat cukup bukti bahwa katalis dan reaktan saling berinteraksi sebelum terjadinya suatu zat antara (*intermediate*) yang reaktif. Dari zat antara tersebut akan terbentuk suatu produk. Interaksi katalis dengan reaktan dapat terjadi secara homogen (mempunyai fasa yang sama) maupun heterogen (mempunyai fasa yang berbeda). (Agustine, 1996)

Katalis meningkatkan laju reaksi dengan cara mempengaruhi energi pengaktifan suatu reaksi kimia. Keberadaan katalis akan menurunkan energi pengaktifan, sehingga reaksi dapat berjalan dengan cepat. (Utomo, 2007)

2.5.1 Klasifikasi Katalis

Berdasarkan fasanya, katalis dapat dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan dan produk reaksi, sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan dan produk reaksi. Penggunaan katalis homogen di dalam industri sudah mulai dikurangi karena sulitnya pemisahan katalis dari produk dan untuk mengatasi masalah tersebut, maka penggunaan katalis heterogen bisa dijadikan solusi.

Contoh katalis heterogen yang umum digunakan adalah katalis basa heterogen dan katalis asam heterogen. Katalis basa heterogen yang paling

umum digunakan adalah senyawa-senyawa oksida logam seperti oksida logam alkali dan oksida logam alkali tanah seperti MgO, CaO, SrO dan BaO. Selain katalis basa heterogen, katalis asam heterogen juga banyak digunakan di industri. Katalis senyawa karbon berbasis sulfonat menjadi katalis asam heterogen yang sangat diminati saat ini karena memiliki gugus $-SO_3H$ dengan kerangka karbon yang stabil sehingga memiliki kinerja yang baik dan mudah dipisahkan dari sistem reaksi. (Kang dkk., 2013).

2.5.2 Parameter Katalis

Menurut Nurhayati (2008), ada beberapa parameter yang harus diperhatikan untuk mengetahui baik tidaknya suatu katalis, antara lain sebagai berikut:

1. Aktivitas, yakni kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yakni kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yakni lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
4. Rendemen katalis/*yield*, yakni jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yakni proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

Beberapa kriteria katalis asam heterogen yang ideal antara lain: memiliki stabilitas tinggi, memiliki pusat aktif yang kuat, memiliki pori-pori besar, memiliki permukaan yang bersifat *hydrophobic*, harganya relatif murah, mudah dilakukan pemisahan katalis dari media reaksi sehingga meminimalisasi kontaminasi produk, dan dapat dilakukan regenerasi. (Lam dkk., 2010). Namun katalis asam heterogen yang tersedia saat ini memiliki beberapa kekurangan, seperti rendahnya luas permukaan katalis, densitas asam yang rendah, dan terjadinya leaching pusat aktif. Penelitian dalam pembuatan katalis asam heterogen saat ini terus dilakukan untuk menghasilkan katalis asam heterogen yang memiliki *acid site density* yang tinggi, stabil, serta memiliki luas

permukaan yang besar. Salah satu penelitian sintesis katalis asam heterogen yang sangat banyak dikembangkan saat ini adalah sintesis katalis senyawa karbon tersulfonasi berbahan dasar sakarida. (Santoso dkk., 2016).

2.5.3 Komponen Katalis

Komponen katalis terdiri dari 3 komponen yakni komponen aktif, penyangga dan promotor.

a. Komponen aktif

Komponen aktif merupakan komponen inti terhadap reaksi kimia. Pemilihan komponen aktif adalah tahap pertama dalam desain katalis. Pada penelitian iniyang akan menjadi komponen aktif yaitu ZnO. Seng oksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus ZnO, berbentuk bubuk putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak memiliki bau. ZnO sulit larut dalam air atau alkohol, tetapi larut dalam garam-garam ammonium, asam atau basa dan tidak beracun (Adi dkk., 2007).

b. Penyangga

Fungsi yang paling penting penyangga adalah menjaga agar luas permukaan komponen aktif tetap besar. Peran penyangga menjadi sangat penting dimana logam aktif didispersikan di permukaan penyangga. Penyangga memiliki banyak fungsi, namun yang menjadi fungsi utamanya adalah menyediakan area permukaan untuk komponen aktif. *Support* digunakan sebagai penyedia luas permukaan yang besar bagi komponen aktif yang berujuan untuk memperluas kontak antara inti aktif dan reaktan, tanpa mengurangi aktivitas intrinsik fasa aktif. (Liherlinah, 2009)

Kemampuan *loading* adalah penting untuk mendukung peran penyangga dalam pengaturan dispersi komponen aktif. Porositas sangat diperlukan untuk area permukaan yang tinggi, bentuk pori dan distribusi ukuran juga menjadi faktor yang penting.

Carbon Nano Tube (CNT) merupakan salah satu penyangga atau *support* katalis yang sedang dikembangkan saat ini. CNT luas permukaan spesifik yang besar, konduktivitas elektron yang sangat baik yang digabungkan dengan

kelembaman kimia yang baik dan stabilitas oksidasi yang relatif tinggi, menjadikannya bahan pendukung yang menjanjikan untuk katalis heterogen (Dresselhaus dkk., 2001).

CNT adalah salah satu struktur *carbon* yang berbentuk seperti silinder dengan diameter dalam orde nanometer. Salah satu keunikan dalam struktur ini adalah kelebihanannya dalam hal kekuatan, sifat keelektrikannya, dan juga sifat dalam penghantaran panas yang baik. Struktur ini memiliki bermacam bentuk turunan yang masing-masing memiliki sifatnya tersendiri. Keistimewaan *carbon nanotube* membuatnya menjadi harapan baru dalam perkembangan teknologi nano. Struktur *carbon nano tube* terdiri dari *Single Walled Nanotubes* (SWNTs) dan *Multi Walled Nanotubes* (MWNTs).

1. ***Single walled nanotubes* (SWNTs)**

Struktur ini memiliki diameter kurang lebih 1 nanometer dan memiliki panjang hingga ribuan kali dari diameternya. Struktur SWNTs dapat dideskripsikan menyerupai sebuah lembaran panjang struktur grafit (disebut graphene) yang tergulung. Umumnya SWNTs terdiri dari dua bagian dengan properti fisik dan kimia yang berbeda. Bagian pertama adalah bagian sisi dan bagian kedua adalah bagian kepala. SWNTs memiliki beberapa bentuk struktur berbeda yang dapat dilihat bilamana struktur tube dibuka.

SWNTs memiliki sifat ke-elektrikan yang tidak dimiliki oleh struktur MWNTs. Hal ini memungkinkan pengembangan struktur SWNTs menjadi nanowire karena SWNTs dapat menjadi konduktor yang baik. Selain itu SWNTs telah dikembangkan sebagai pengganti dari *field effect transistors* (FET) dalam skala nano. Hal ini karena sifat SWNTs yang dapat bersifat sebagai nFET juga p-FET ketika bereaksi terhadap oksigen. Karena dapat memiliki sifat sebagai n-FET dan p-FET maka SWNTs dapat difungsikan sebagai *logic gate*.

2. ***Multi walled nanotubes* (MWNTs)**

MWNTs dibentuk dari beberapa lapisan struktur grafit yang digulung membentuk silinder atau dapat juga dikatakan MWNTs tersusun oleh

beberapa SWNTs dengan berbeda diameter. MWNTs jelas memiliki sifat yang berbeda dengan SWNTs.

Pada MWNTs yang hanya memiliki 2 lapis dinding *Double-Walled Carbon Nanotubes* (DWNTs) memiliki sifat yang penting karena memiliki sifat yang menyerupai SWNTs dengan *chemical resistance* yang lebih baik. Hal ini dikarenakan pada SWNTs hanya memiliki 1 lapis dinding sehingga bilamana terdapat ikatan C=C yang rusak maka akan menghasilkan lubang di SWNTs dan hal ini akan mengubah sifat mekanik dan elektrik dari ikatan SWNTs tersebut. Sedangkan pada DWNTs masih terdapat 1 lapisan lagi di dalam yang akan mempertahankan sifatnya.

3. Promotor

Promotor katalis merupakan salah satu faktor yang meningkatkan aktivitas katalis heterogen padat. (Rahmawati dkk., 2013). Penambahan situs aktif atau promotor berupa asam pada katalis ZnO bertujuan meningkatkan tingkat keasaman katalis yang dibutuhkan untuk menaikkan *yield* biodiesel. Situs aktif berupa asam merupakan komponen yang bertanggungjawab terhadap reaksi transesterifikasi. (Rahmawati dkk., 2013).

2.5.4 Katalis ZnO/MWCNTs

Katalis seng oksida berpenyangga MWCNTs (ZnO/MWCNTs) sebagai katalis heterogen untuk transesterifikasi telah berhasil dibuat melalui modifikasi metode sintesis seperti Stober. Katalis ini karakterisasi dengan analisis *X-ray diffraction* (XRD), Analisis N_2 *adsorption-desorption* dengan perhitungan *Brunauer Emmett-Teller* (BET) untuk menentukan total luas permukaan, dan *scanning electron microscopy* menggunakan *energy dispersive x-ray spectroscopy* (SEM-EDX). (Asri dkk., 2020)

Aktivitas Katalitik ZnO/MWCNTs telah diuji pada transesterifikasi minyak kesambi (*Schleichera oleosa*) di sebuah reaktor *batch*. Minyak kesambi adalah salah satu dari minyak berkualitas rendah yang memiliki kandungan

gum dan kadar *free fatty acid* (FFA) yang tinggi. Sebelum esterifikasi dan transesterifikasi dilakukan secara bersamaan, minyak kesambi harus dimurnikan untuk menghilangkan kotoran yang disebut proses degumming. (Asri dkk., 2020)

2.5.5 Metode Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari produk yang dihasilkan adalah ukuran kristal/katalis, luas permukaan katalis, dan kristalinitasnya. Dengan karakterisasi bisa membuktikan bahwa material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur

2.5.5.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Analisa difraksi sinar X atau *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Profil X-RD juga dapat memberikan data kualitatif dan semi kuantitatif pada padatan atau sampel. (Fatimah, 2017)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) ini bertujuan untuk melihat struktur kristal yang terbentuk. Uji karakterisasi ini dilakukan pada semua sampel yang dihasilkan untuk melihat keberhasilan proses sintesis katalis.

2.5.5.2 *Scanning electron microscopy* (SEM) and *energy-dispersive X-Ray* (EDX) *Spectroscopy*

Scanning electron microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari sampel yang dianalisis. SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada *optical microscope* (OM). Hal ini disebabkan panjang gelombang de Broglie yang memiliki elektron lebih pendek daripada gelombang OM. Karena semakin kecil panjang gelombang yang digunakan maka semakin tinggi resolusi mikroskop. SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada OM. Resolusi yang mampu dihasilkan OM hanya 200 nm, sedangkan resolusi yang

dapat dihasilkan SEM mencapai 0.1–0.2 nm. Analisis SEM digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan katalis. (Septiani, 2015)

Prinsip kerja dari SEM adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh sampel yang akan dianalisis.

Untuk mengetahui komposisi kimia pada permukaan sampel, sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan *energy dispersive x-ray* (EDX). EDX dihasilkan dari sinar-X, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak – puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung.

Dengan EDX juga bisa membuat *elemental mapping* (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda – beda dari masing – masing elemen di permukaan sampel. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing – masing elemen.

SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi, komposisi dari sampel yang dianalisis (Girao, 2017). Topografi adalah kemampuan untuk menganalisa permukaan dan tekstur. Morfologi adalah kemampuan untuk menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel. Komposisi adalah kemampuan menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif.

2.5.5.3 BET (*Brunauer-Emmett-Teller*)

Metode yang paling sering digunakan untuk mengukur luas permukaan, dan yang biasa digunakan untuk studi katalis dikembangkan oleh Brunauer, Emmett, dan Teller. Teori ini menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat. Kuantitas molekul gas yang diadsorpsi bergantung

pada luas permukaan yang dimiliki zat padat tersebut. Dengan demikian, teori ini dapat dipergunakan untuk menentukan luas permukaan zat padat (Abdullah, 2008).

2.5.5.4 Spektroskopi Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Menurut (Septiani, 2015) Spektroskopi infra merah merupakan suatu metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi, komposisi kimia dan tipe ikatan berdasarkan vibrasi atom dalam molekul.

Spektroskopi Fourier Transform Infa-Red (FTIR) merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrum. Bagian inti dari spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yang berfungsi untuk analisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Interferometer akan menghasilkan *interferogram* (plot antara intensitas dengan posisi cermin) yang tidak dapat diintepretasikan dalam bentuk aslinya. Proses transformasi Fourier akan mengubah interferogram menjadi spektrum (Kurniasari, 2006).

Analisis dengan FTIR didasarkan pada vibrasi internal atom suatu gugus fungsi. Ketika sinar inframerah ditembakkan pada suatu molekul, molekul akan menyerap radiasi inframerah pada frekuensi yang sesuai untuk vibrasi molekul. Hanya molekul yang memiliki momen dipol yang dapat menyerap radiasi inframerah. Intensitas radiasi inframerah yang terserap akan diukur sebagai fungsi panjang gelombang. Plot antara energi yang terserap dengan panjang gelombang disebut spektrum (Anam, 2007).

2.6 Karakterisasi Biodisel

Karakterisasi bahan bakar minyak yang akan dipakai pada suatu penggunaan tertentu untuk mesin atau peralatan lainnya perlu diketahui terlebih dahulu dengan maksud agar hasil pembakaran dapat tercapai secara optimal. Secara umum karakteristik bahan bakar minyak khususnya minyak solar yang perlu diketahui adalah sebagai berikut:

2.6.1 Viskositas kinematik

Sifat fisika yang diuji untuk sampel biodiesel serta campurannya adalah viskositas kinematik dan massa jenis dari sampel pada temperatur 40°C (sesuai pengujian SNI untuk viskositas biodiesel). Pengujian viskositas dilakukan dengan menggunakan Viskometer Ostwald dengan mengukur waktu yang diperlukan cairan uji untuk melewati batas yang telah ditentukan. Untuk penentuan viskositas kinematik dari cairan uji, maka selain dari waktu alir, data mengenai massa jenis dari cairan pada berbagai suhu perlu ditentukan. Massa jenis dari cairan uji pada berbagai suhu ditentukan dengan menggunakan metode piknometer. (BSN, 2006)

2.6.2 Berat jenis (*Density*)

Berat jenis merupakan perbandingan relatif antara massa jenis sebuah zat dengan massa jenis air murni. (Taufik dkk., 2018). Pengukuran massa jenis ini diperlukan untuk memprediksi kandungan air dalam biodiesel. (Prasetyo, 2018)

Jika biodiesel mempunyai massa jenis melebihi ketentuan, akan terjadi reaksi tidak sempurna pada konversi minyak nabati. Biodiesel dengan mutu seperti ini seharusnya tidak digunakan untuk mesin diesel karena akan meningkatkan keausan mesin, emisi, dan menyebabkan kerusakan pada mesin. (Syamsidar, 2010)

2.6.3 Bilangan Asam

Bilangan asam digunakan untuk mengukur jumlah asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak atau lemak (Ketaren, 1986), serta untuk menentukan sifat kimia dan stabilitas minyak yang digunakan (Winarno, 1999). Penentuan derajat keasaman dilakukan dengan cara titrasi KOH terhadap sampel, yang menggunakan prinsip jumlah KOH yang diperlukan (mg) untuk menetralkan 1 g lemak. (Rozi, 2016)

Bilangan asam yang tinggi dapat meningkatkan korosi mesin. Biodiesel yang memiliki asam lemak bebas bersifat korosif dan dapat menimbulkan kerak di *injector* mesin diesel. (Prihandana dkk., 2006)

2.6.4 Free Fatty Acid (FFA)

Salah satu faktor utama penentu keberhasilan produksi biodiesel adalah kadar FFA. Kadar FFA yang tinggi dalam produksi biodiesel mampu memicu terjadinya reaksi saponifikasi yang akan berakibat pada penurunan kadar *fatty acid methyl ester* (FAME) yang dihasilkan. (Rhofita, 2015)

FFA adalah asam lemak yang berada sebagai asam bebas tidak terikat sebagai trigliserida. Asam lemak bebas dihasilkan oleh proses hidrolisis dan oksidasi biasanya bergabung dengan lemak netral. Hasil reaksi hidrolisa minyak sawit adalah gliserol dan FFA. Reaksi ini akan dipercepat dengan adanya faktor-faktor panas, air, keasaman, dan katalis (enzim). Semakin lama reaksi ini berlangsung, maka semakin banyak kadar FFA yang terbentuk. (Ketaren, 1986)

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Tiwari (2007) yang menyatakan kadar FFA minyak diatas 1% akan menurunkan tingkat rendemen yang dihasilkan dan meningkatkan pembentukan sabun, sehingga proses pemisahan biodiesel dan gliserol menjadi sulit. Freedman and Pryde (1982); Liu (1994); Mittelbach dkk., (1992); Wang dkk., (2001); Chanakci (2003), Tiwari dkk., (2007) dan Yingying dkk., (2012) menyatakan bahwa kadar FFA minyak diatas 1 % tidak disarankan menggunakan katalis basa (reaksi transesterifikasi) secara langsung tanpa menurunkan kadar FFA nya dengan menggunakan katalis asam (reaksi esterifikasi). Penggunaan katalis asam seperti HCl dan H₂SO₄ pada reaksi esterifikasi mampu menurunkan kadar FFA minyak dibawah 1%. (Alptekin dkk., 2011)

2.6.5 Kadar Air (Moisture Content)

Kadar air biodiesel mempengaruhi penyimpanan biodiesel dan juga proses pencampuran dengan solar karena sifatnya yang higroskopis. Kadar air biodiesel yang tinggi dapat menyebabkan mikroba mudah tumbuh, sehingga mengotori biodiesel, korosi pada mesin, dan pada suhu rendah menyebabkan pemisahan biodiesel murni maupun *blending*. Selain itu adanya air dalam biodiesel dalam jangka waktu yang lama akan meningkatkan kadar FFA (bilangan asam).

2.6.6 Angka Penyabunan

Angka penyabunan adalah banyak miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 g per contoh. (BSN., 2015). Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai banyaknya (mg) KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram minyak atau lemak, alkohol yang ada dalam KOH berfungsi untuk melarutkan asam lemak hasil hidrolisa dan mempermudah reaksi dengan basa sehingga terbentuk sabun (Ketaren, 1986). Sehingga semakin besar angka penyabunan maka asam lemak akan semakin kecil dan kualitas minyak akan semakin bagus, sebaliknya jika angka penyabunan kecil maka asam lemak besar dan kualitas menurun.

Angka penyabunan adalah angka yang menunjukkan jumlah miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gr minyak. Besarnya angka penyabunan tergantung dari massa molekul minyak, semakin besar massa molekul semakin rendah angka penyabunannya (Herlina, 2011).

2.6.7 Angka Iodium (*Iodine Value*)

Angka iodium adalah ukuran empirik banyaknya ikatan rangkap dua di dalam (asam-asam lemak penyusun) biodiesel dan dinyatakan dalam sentigram iodium yang diabsorpsi per gram percontoh (%-massa iodium terabsorpsi). (BSN, 2015).

Bilangan iodium merupakan parameter mutu untuk menentukan banyaknya ikatan rangkap pada susunan asam lemak dalam minyak/lemak (Ketaren, 2008; Shahidi, 2005; Yildirim, 2009).

2.6.8 Kromatografi Gas

Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan distribusi dari komponen-komponen dalam fasa gerak dan fasa diam. Fasa gerak dapat berupa gas atau cairan, sedangkan fasa diam dapat berupa cairan atau padatan. Fasa gerak berupa gas disebut kromatografi gas (*Gas Chromatography*). Kegunaan dari *gas chromatography* adalah untuk identifikasi semua jenis senyawa organik yang mudah menguap dan juga

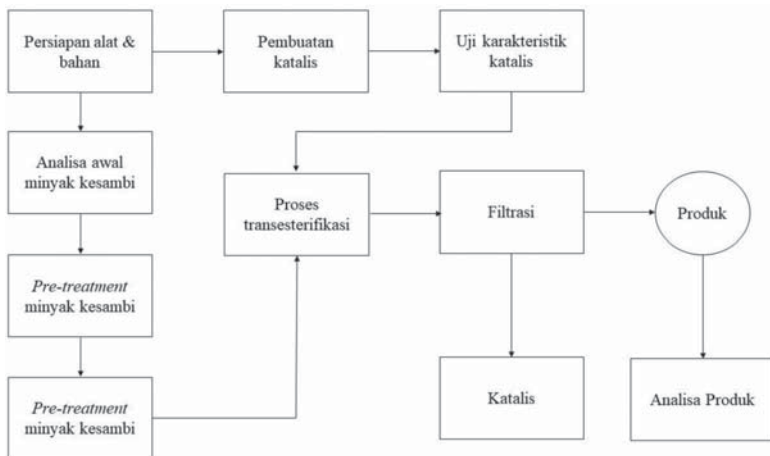
dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa dalam suatu campuran (McNair & Miller, 2009). Analisis kuantitatif dengan *gas chromatography* menggunakan metode standar internal. Metode ini digunakan karena terdapat ketidakpastian yang disebabkan injeksi sampel dan kecepatan aliran. Metode ini seringkali digunakan untuk sampel yang tidak sesuai atau tidak mungkin diinjeksi langsung pada *gas chromatography* (Hidayat dkk., 2015).

Menurut (Eiceman, 2000) Kromatografi gas merupakan salah satu Teknik pemisahan senyawa berdasarkan perbedaan distribusi pergerakan yang terjadi di antara fase gerak dan fase diam untuk pemisahan senyawa yang berada pada larutan. Senyawa gas yang terlarut dalam fase gerak, akan melewati kolom partisi yang merupakan fase diam. Senyawa yang memiliki kesesuaian kepolaran dengan bahan yang berada di dalam fase diam yang diletakkan di dalam kolom partisi akan cenderung bergerak lebih lambat daripada senyawa yang memiliki perbedaan kepolaran dengan bahan yang ada di kolom partisi.

METODE PEMECAHAN MASALAH

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian ekperimental skala laboratorium dengan estimasi waktu 6 bulan. Pelaksanaan penelitian meliputi preparasi katalis, karakterisasi katalis dan transesterifikasi.

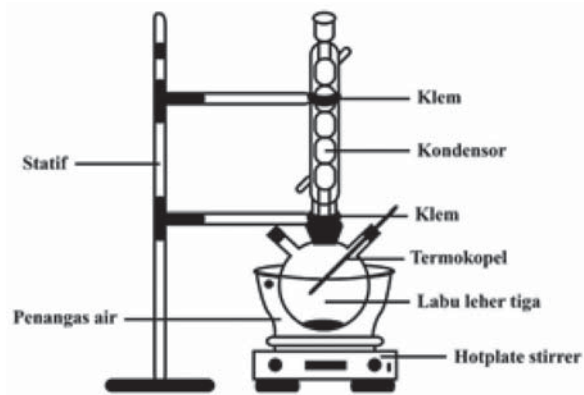


Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yakni buret, gelas beaker, cawan porselen, oven, furnace, labu ukur, gelas ukur, corong pemisah, erlenmeyer, timer, hotplate stirrer, labu leher tiga, sumbat labu leher tiga, penangas air, termometer, kondensor, kertas saring whatman no. 40, pipet volume, piknometer, botol timbang & viskometer ostwald

Bahan yang digunakan yakni asam oksalat dihidrat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) Pro Analisis dari merck, seng asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) Pro Analisis dari merck, aseton, *Multi-Walled Carbon Nanotubes* (MWCNTs), ammonium sulfat dihidrat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) Pro Analisis dari SAP Chemical, minyak kesambi suling, aquadest, sabut kelapa kering, asam fospat (H_3PO_4) Pro Analisis dari SAP Chemical, methanol 99,9%, natrium hidroksida (NaOH) Pro Analisis ðxin ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) dari merck, cyclo-hexane (C_6H_{12}) Pro Analisis dari merck, WIJS Pro Analisis dari merck, natrium thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) Pro Analisis dari merck, kalium iodida (KI) Pro Analisis dari merck, Indikator Amylum, kalium hidroksida (KOH) Pro Analisis dari merck & asam klorida (HCl) Pro Analisis dari merck.



Gambar 3.2 Rangkaian alat transesterifikasi.

3.3 Variabel dan Kondisi Proses

a. Variabel tetap proses

Waktu impregnasi: 12 jam, suhu impregnasi: suhu ruang, massa MWCNTs: 5 gr, suhu kalsinasi: 500°C , waktu kalsinasi: 4 jam, suhu sulfonasi: suhu ruang, waktu sulfonasi: 4 jam, suhu *oil bath*: 110°C , waktu *oil bath*: 4 jam, kondisi *oil bath*: refluks, *loading* (%) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$: 35%, suhu reaksi transesterifikasi: 65°C , waktu reaksi transesterifikasi: 5 jam.

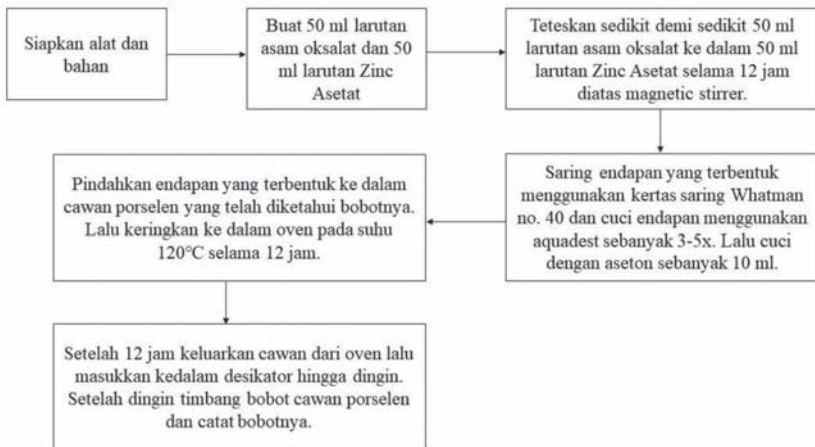
b. Variabel berubah proses

1. *Loading* ZnO (%) terhadap MWCNTs: 20; 30; 40; 50 dan 60.
2. Rasio molar minyak-metanol: 1;9; 1;12; 1;15; 1;18 dan 1;21.

3.4 Prosedur Percobaan

3.4.1 Pembuatan Katalis ZnO/MWCNTs

a. Sintesa ZnO



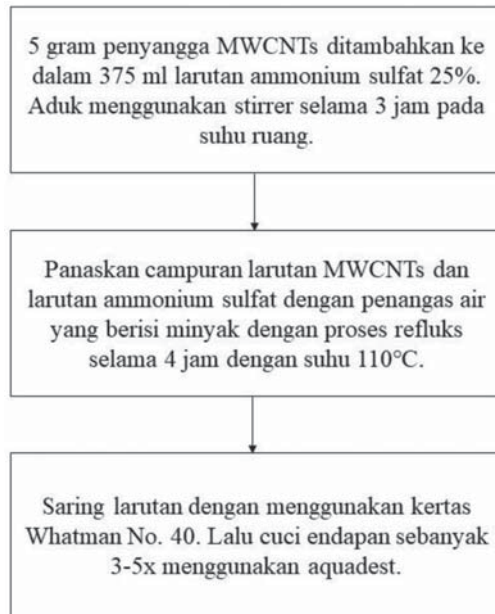
Gambar 3.3 Diagram alir sintesa ZnO

Prosedur percobaan:

1. Membuat larutan asam oksalat ($H_2C_2O_4(aq)$) (persentase kadar sesuai variabel) sebanyak 50 mL dengan cara menimbang $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ sesuai ukuran dan dilarutkan dalam *Aquadest* sebanyak 50 mL.
2. Membuat larutan seng asetat ($Zn(CH_3CO_2)_2$) (persentase kadar sesuai variabel) sebanyak 50 mL dengan cara menimbang $Zn(CH_3CO_2)_2 \cdot 2H_2O$ sesuai ukuran dan dilarutkan dalam *Aquadest* sebanyak 50 mL.
3. Gunakan stirrer dan titrasikan larutan $Zn(CH_3CO_2)_2$ dengan larutan $H_2C_2O_4$ sedikit demi sedikit selama 12 jam.

4. Saring endapan yang terbentuk menggunakan kertas saring Whatman No. 40.
5. Cuci endapan dengan *aquadest* sebanyak 3-5x. Lalu teteskan endapan dengan 10 mL aseton.
6. Pindahkan endapan yang telah dicuci ke dalam cawan porselen yang telah diketahui bobot kosongnya.
7. Keringkan cawan porselen yang berisi endapan tersebut ke dalam oven dengan suhu 120°C selama 12 jam untuk menghilangkan air dalam endapan.
8. Kalsinasikan cawan porselen yang berisi endapan tersebut ke dalam furnace dengan suhu 500°C selama 4 jam.
9. Setelah selesai, pindahkan ke dalam desikator agar katalis tidak terlalu banyak menyerap udara.

b. Sulfonasi Penyangga MWCNTs

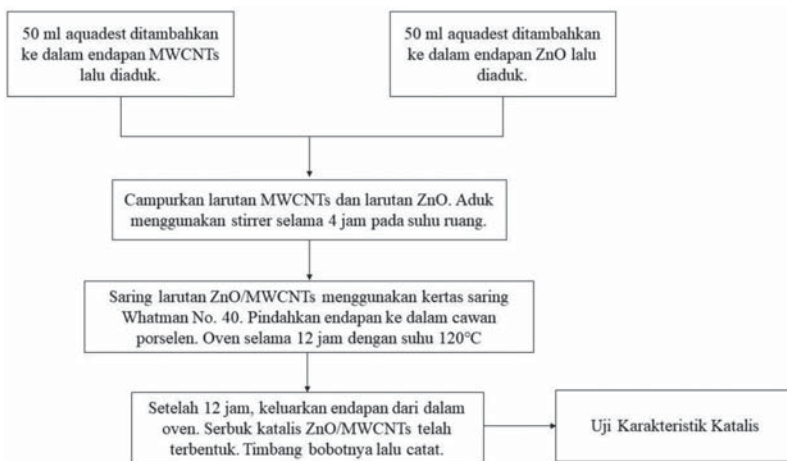


Gambar 3.4 Diagram alir sulfonasi penyangga MWCNTs

Prosedur percobaan:

1. Menimbang 5 gr MWCNTs ke dalam gelas beaker.
2. Membuat larutan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4(\text{aq})$ 35% dengan cara melarutkan 175gr $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan 500 mL Aquadest.
3. Memasukkan 5 gr MWCNTs ke dalam 375 mL larutan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.
4. Aduk campuran tersebut selama 3 jam pada suhu ruang.
5. Setelah 3 jam, panaskan campuran menggunakan penangas minyak (*Oil Bath*) dan menggunakan rangkaian refluks selama 4 jam pada suhu 110°C .
6. Saring larutan tersebut menggunakan kertas saring Whatman No. 40.

c. Pencampuran Katalis ZnO dengan Penyangga MWCNTs



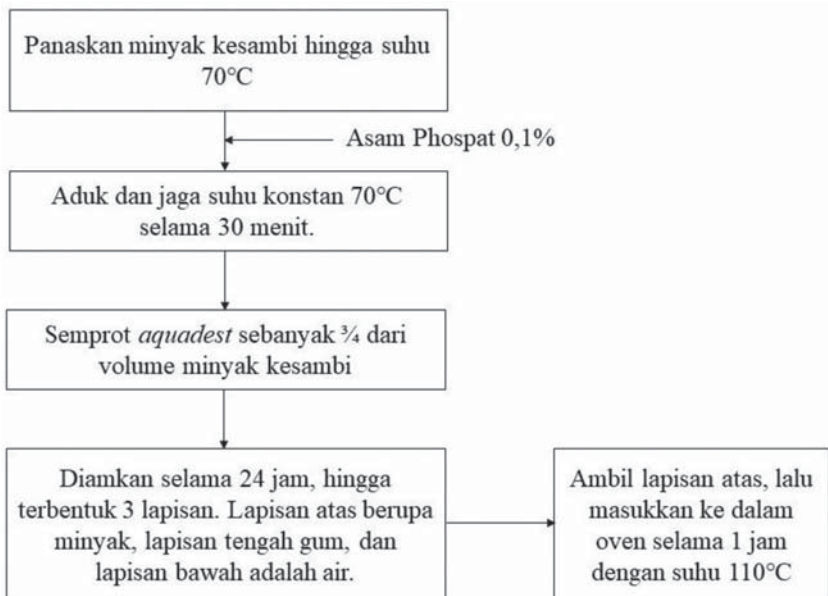
Gambar 3.5 Diagram alir pencampuran katalis ZnO dengan penyangga MWCNTs

Prosedur percobaan:

1. Menambahkan 50 mL *Aquadest* ke dalam katalis ZnO.
2. Menambahkan 50 mL *Aquadest* ke dalam MWCNTs yang telah di sulfonasi.

3. Mencampurkan larutan katalis ZnO ke dalam larutan MWCNTs dalam gelas beaker.
4. Stirrer selama 4 jam pada suhu ruang.
5. Setelah 4 jam, saring larutan tersebut menggunakan kertas saring Whatman No. 40.
6. Pindahkan endapan ZnO/MWCNTs ke dalam cawan porselen yang telah dihitung bobot kosongnya.
7. Memasukkan cawan porselen yang telah berisi endapan tersebut ke dalam oven selama 12 jam pada suhu 120°C.
8. Setelah 12 jam, hitung bobot endapan (katalis ZnO/MWCNTs). Lalu masukkan serbuk katalis tersebut ke dalam plastik dan diberi label.

3.4.2 Proses Degumming

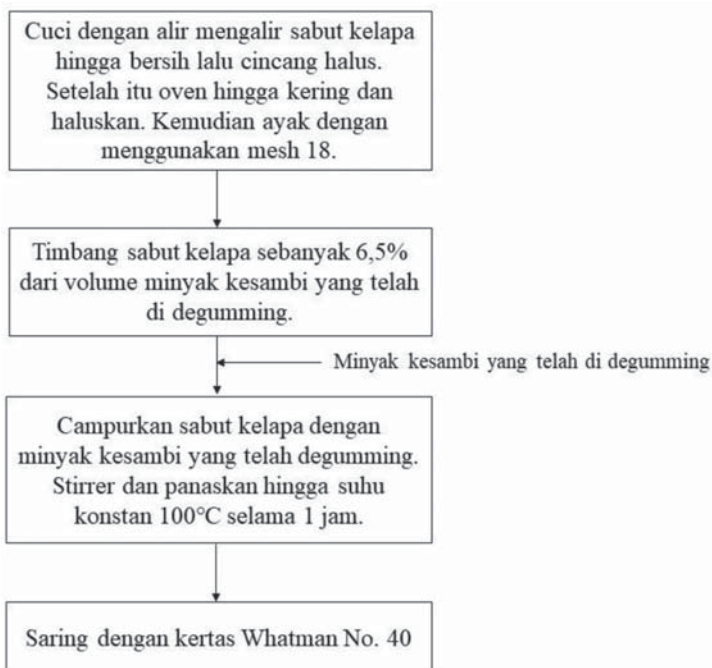


Gambar 3.6 Diagram alir proses *degumming*

Prosedur percobaan:

1. Panaskan minyak kesambi dalam beaker glass hingga suhu 70°C.
2. Tambahkan H₃PO₄ dengan jumlah 0,1% dari volume minyak.
3. Aduk dan jaga suhu konstan pada 70°C selama 30 menit.
4. Semprot dengan aquadest kurang lebih setengah jumlah volume minyak secara perlahan-lahan hingga kotoran mengendap.
5. Diamkan selama 48 jam hingga terbentuk 3 lapisan (atas minyak, tengah gum, bawah air).
6. Ambil lapisan atas lalu masukkan dalam oven untuk dihilangkan sisa air yang terikat. Oven 1 jam, suhu 105–110°C.

3.4.3 Penurunan Kadar *Free Fatty Acid* (FFA)

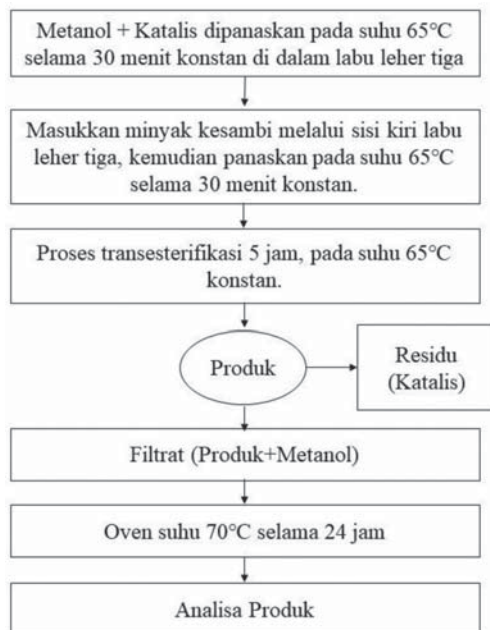


Gambar 3.7 Diagram alir penurunan kadar *free fatty acid* (FFA)

Prosedur percobaan:

1. Cuci dengan air mengalir lalu cincang halus sabut kelapa.
2. Oven hingga kering.
3. Haluskan kemudian ayak dengan menggunakan mesh 18.
4. Ambil minyak kesambi yang sudah degumming.
5. Timbang sabut kelapa yang dibutuhkan dengan penyesuaian volume minyak dengan catatan 6,5% merupakan bobot serabut kelapa yang dibutuhkan dari bobot minyak.
6. Campur sabut kelapa dan minyak, lalu *stirrer* dan panaskan hingga suhu konstan 100°C selama 1 jam.
7. Saring lalu minyak siap digunakan untuk transesterifikasi.

3.4.4 Transesterifikasi Biodiesel



Gambar 3.8 Diagram alir prosedur transesterifikasi

Prosedur percobaan:

1. Menyiapkan rangkaian refluks dengan air dingin pada bak pompa.
2. Mengukur volume minyak & metanol yang akan digunakan.
3. Menimbang katalis sebanyak 3% dari bobot minyak.
4. Memasukkan katalis ke dalam labu leher tiga. Lalu, memasukkan metanol ke dalam labu leher tiga. (Variabel rasio metanol).
5. Memasang labu leher tiga pada rangkaian refluks, lalu pasang sumbat pada *thermocouple hotplate* dan pasang pada sisi kanan lubang labu leher tiga.
6. Tutup dengan sumbat lubang sisi kiri labu leher tiga, stirrer selama 30 menit pada suhu 70°C.
7. Setelah 30 menit, memasukkan minyak kesambi sesuai perhitungan melalui sisi kiri labu leher tiga.
8. Tutup kembali lubang kiri labu leher tiga dengan sumbat.
9. Stirrer sembari setting suhu 65°C selama 5 jam.
10. Setelah reaksi selesai, memisahkan katalis dari produk reaksi dengan cara filtrasi menggunakan kertas Whatman No. 40 dan ditampung dalam gelas ukur dengan cara di vakum.
11. Setelah semua minyak tertampung dalam gelas ukur, catat volume filtrat keseluruhan. Katalis yang tertampung pada kertas saring disimpan.
12. Minyak yang tertampung di oven pada suhu 70°C selama 12 jam.
13. Mengeluarkan minyak dari oven dan mencatat volumenya.
14. Menghitung *yield* produk (%) sesuai persamaan (1):

$$Yield\ Produk\ (\%) = \frac{Berat\ Produk}{Berat\ Minyak} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

3.5 Prosedur Analisis

3.5.1 Kadar air

1. Timbang bobot kosong botol timbang yang telah dikeringkan dalam oven dan dingin dalam desikator.

2. Timbang sampel.
3. Panaskan dalam oven botol timbang yang telah berisi sampel pada suhu 130°C selama 30 menit.
4. Dinginkan dalam desikator.
5. Timbang.
6. Ulangi memanaskan, mendinginkan dalam desikator dan penimbangan botol timbang berisi sampel hingga diperoleh bobot konstan.
7. Hitung kadar air dengan menggunakan rumus kadar air.

$$\% \text{ Kadar Air} = \frac{\text{Bobot sampel yang berkurang (gr)}}{\text{Bobot sampel (gr)}} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

3.5.2 Free fatty acid (FFA)

1. Timbang sampel minyak kesambi sebanyak ± 7 gr dan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml.
2. Tambahkan ethanol 96% netral sebanyak 75 ml dalam keadaan mendidih.
3. Tambahkan 3-5 tetes indikator phenolphthalein.
4. Titrasi dengan larutan NaOH 0.1 N yang sudah distandarisasi.
5. Catat volume NaOH.
6. Hitung kadar asam lemak bebas.

$$\% \text{ FFA} = \frac{\text{ml Titrasi} \times N \text{ NaOH} \times 28.0}{\text{gr sampel}} \dots\dots\dots(3)$$

3.5.3 Densitas

1. Timbang piknometer kosong beserta tutupnya yang telah dioven.
2. Masukkan sample kedalam piknometer hingga penuh, kemudian tutup dan lalu timbang kembali.
3. Hitung densitas dengan cara

$$\text{Densitas} = \frac{\text{Berat pikno berisi sampel} - \text{berat pikno kosong}}{\text{Volume piknometer}} \dots\dots\dots(4)$$

3.5.4 Viskositas

1. Pastikan bahwa viskometer Ostwald adalah sudah bersih sebelum digunakan.
2. Masukkan cairan ke dalam pipet dan masukkan cairan tersebut melalui pipet ke viskometer Ostwald.

Kemudian, hisap cairan dalam viskometer

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(\text{ml Titrasi Blangko} - \text{ml Titrasi Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 0,098 \times 12,69}{\text{bobot sampel}} \quad (5)$$

3.5.5 Angka Penyabunan

1. Ditimbang 2,5gr sampel produk dalam erlenmeyer.
2. Ditambahkan KOH alkoholis sebanyak 50 ml.
3. Ditambahkan indikator phenolphthalein secukupnya.
4. Dititrasi dengan HCl 0,5 N.
5. Dilihat perubahan warna dari merah muda
6. Hitung angka penyabunan dengan rumus *saponification value*.

$$\frac{(\text{mg})}{(\text{gr})} \text{SV} = \frac{(\text{ml Titrasi Blangko} - \text{ml Titrasi sampel}) \times N \text{ HCl} \times 56,1}{\text{gram sampel}} \dots\dots\dots (6)$$

3.6 Metode Pengolahan Data

Dalam pengolahan data ini menggunakan metode grafik yaitu membandingkan antara jumlah *loading* (%) katalis ZnO/MWCNTs terhadap (%) *yield* produk dan rasio molar minyak-metanol terhadap (%) *yield* produk.

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakteristik Minyak Kesambi

Minyak kesambi dihasilkan secara langsung dari penyulingan minyak biji kesambi di daerah Probolinggo. Minyak kesambi dilakukan uji karakteristik tahap awal yang meliputi analisis minyak kesambi sebelum *pre-treatment*, *degumming*, analisis minyak kesambi setelah *degumming*, penurunan FFA dan analisis minyak kesambi setelah penurunan FFA. Setelah melalui tahap tersebut, tahap selanjutnya yakni proses transesterifikasi minyak kesambi.

4.1.1 Bahan Baku Sebelum Tahap Perlakuan

Pada tahap awal, minyak kesambi dilakukan analisa untuk mengetahui kadar FFA sebagai asam linoleat (*FFA as Linoleic acid*), bilangan iod (*iodine value*), kadar air (*moisture content*), bilangan penyabunan (*saponification value*).

Tabel 4.1 Hasil karakterisasi bahan baku sebelum tahap perlakuan.

Parameter Analisa	Hasil Analisa
FFA as Linoleaidic (%w/w)	9,26
Density (gr/ml)	0,907338
<i>Iodine Value</i> (gr I ² / 100 gr)	77,50
<i>Moisture Content</i> (% w/w)	0,001
<i>Saponification Value</i> (mg/gr)	525,61
<i>Viskositas</i> (cSt)	2,14

Tabel 4.2 Komposisi asam lemak minyak kesambi

Fatty Acid	Value (%)
<i>Myristic acid</i>	0.01
<i>Palmitic acid</i>	7.42
<i>Palmitoleic acid</i>	1,90
<i>Oleic acid</i>	2.59
<i>Linolelaidic acid</i>	50.05
<i>Linoleic acid</i>	5.35
<i>alpha-Linolenic acid</i>	0.56
<i>Eicosadienoic Acid</i>	0.29
<i>Heneicosanoic Acid</i>	0.06
<i>Behenic Acid</i>	1.21
<i>Erucic acid</i>	1.33
<i>Lignoceric Acid</i>	0.02
<i>Docosahexaenoic Acid</i>	0.04

Tabel 4.2. menunjukkan komposisi asam lemak bebas pada minyak biji kesambi yang memiliki kadar asam lemak tak jenuh sekitar 99,8%. Asam lemak tersebut sebagian besar terdiri dari *linolelaidic acid* sebesar 50,05%, *eicosenoic acid* sebesar 28,97%, dan *palmitic acid* 7,42%.

Setelah mendapat data analisa awal bahan baku, maka minyak biji kesambi dilanjutkan pada tahap perlakuan *degumming* dan penurunan kadar FFA.

4.1.2 Bahan Baku Setelah Tahap Perlakuan

Perlakuan *degumming* ini bertujuan untuk menghilangkan getah yang ikut terlarut dalam minyak kesambi. Getah ini akan mengganggu proses transesterifikasi sehingga menyebabkan kadar biodiesel rendah.

Tabel 4.3 Hasil karakterisasi bahan baku setelah tahap perlakuan *degumming*

Parameter Analisa	Hasil Analisa
FFA as <i>Linolelaidic</i> (%w/w)	0,09
Density (gr/ml)	0,9146
<i>Iodine Value</i> (gr I ² / 100 gr)	70,87
<i>Moisture Content</i> (% w/w)	0,12
<i>Saponification Value</i> (mg/gr)	541,42
<i>Viscosity</i> (cSt)	2,21

Perlakuan penurunan kadar FFA dengan menggunakan serabut kelapa bertujuan untuk menghasilkan kualitas biodiesel yang tinggi.

Tabel 4.4 Hasil karakterisasi bahan baku setelah tahap perlakuan penurunan FFA

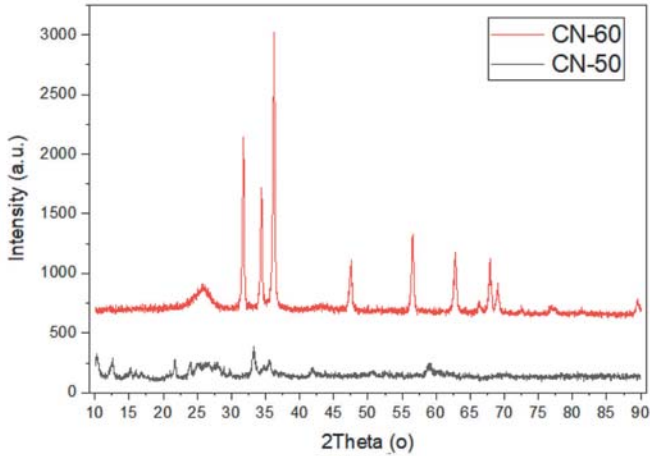
Parameter Analisa	Hasil Analisa
FFA as <i>Linolelaidic</i> (%w/w)	0,07
Density (gr/ml)	0,88012
<i>Iodine Value</i> (gr I ² / 100 gr)	79,01
<i>Moisture Content</i> (% w/w)	0,01
<i>Saponification Value</i> (mg/gr)	531,02
<i>Viscosity</i> (cSt)	2,25

4.2 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi produk hasil kalsinasi dianalisa dengan pengujian XRD, BET dan SEM-EDX yang diuji di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP), Semarang.

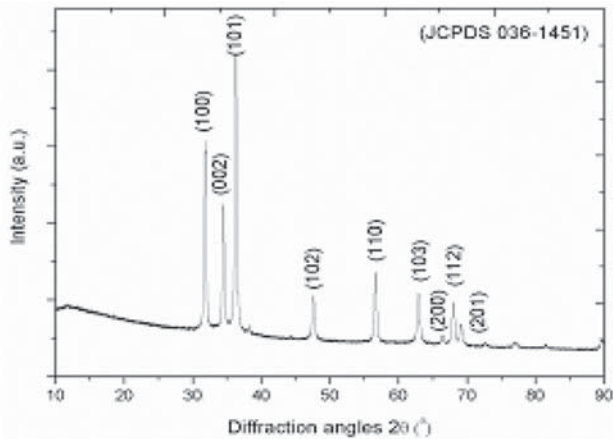
4.2.1 Uji X-ray Diffraction (XRD)

Data XRD pada uji katalis variabel *loading* ZnO 50% dan 60% disajikan pada gambar 4.1.

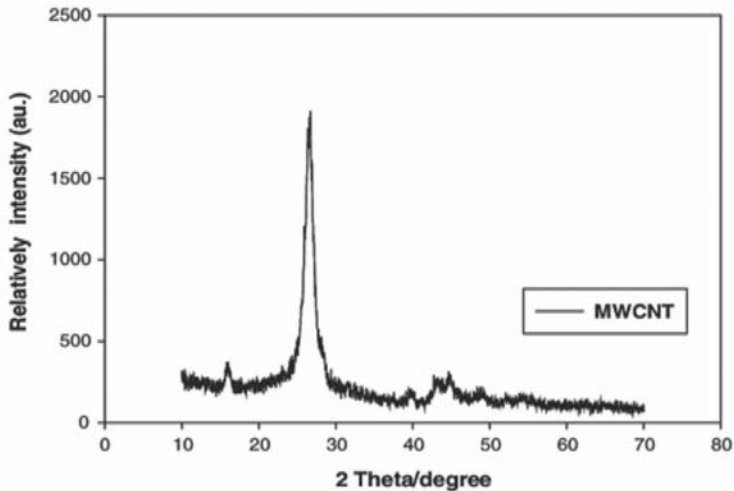


Gambar 4.1 Grafik XRD variabel *loading* ZnO, katalis CN-60 & CN-50

Gambar 4.1. merupakan pola difraksi dari katalis variabel *loading* ZnO yang memperlihatkan pola yang senada dengan standar ZnO dan MWCNTs. Dapat disimpulkan bahwa keberadaan MWCNTs tidak secara signifikan mempengaruhi struktur kristal ZnO.



Gambar 4.2 JCPDS 00-036-1451 ZnO



Gambar 4.3 JCPDS 01-0646 MWCNTs

Ukuran kristal merupakan salah satu faktor penting bagi katalis logam berpromotor, karena berhubungan dengan jumlah situs aktif katalis dan luas permukaan katalis (Istadi dkk, 2015). Berikut adalah hubungan antara *Full Width Half Maximum* (FWHM) dan ukuran kristal katalis yang dapat dihitung menggunakan persamaan *Scherrer*.

Tabel 4.5 Data perhitungan ukuran kristal produk katalis variabel *loading* ZnO

Kode	Loading ZnO (%)	2Theta (deg)	FWHM (deg)	Ukuran kristal (nm)
CN-50	50	25.0658	0.44000	18.50
		89.8847	0.36970	30.26
CN-60	60	10.4145	0.42400	18.81
		88.7383	0.20670	53.76

Dari Tabel 4.5 dapat disimpulkan bahwa semakin besar FWHM, maka kristal yang dihasilkan lebih kecil dari puncak yang memiliki FWHM yang kecil. Dalam tabel 4.5 dapat disimpulkan ukuran kristal CN-50 berada pada range terendah 18.50 nm dan range tertinggi 30.26 nm, sedangkan untuk CN-60 memiliki ukuran kristal pada range 18.81–53.76 nm. Ukuran kristal CN-60 yang cukup tinggi ini bisa dikarenakan saat proses impregnasi, ZnO tidak terdispersi secara sempurna dengan penyangga.

4.2.2 Uji Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Karakteristik melalui uji BET adalah untuk mengetahui luas permukaan katalis. Sampel yang diujikan adalah MWCNTs zat murni, katalis ZnO/MWCNTs dengan variabel loading ZnO dengan konsentrasi terbaik yakni *loading* ZnO 50% dan 60%. MWCNTs zat murni memiliki luas permukaan 673,242 m²/g. Sedangkan untuk katalis ZnO/MWCNTs variabel loading ZnO dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil uji BET pada katalis berdasarkan variabel *loading* ZnO.

Kode	Loading ZnO (%)	Luas Permukaan (m ² /g)
CN-50	50	144.616
CN-60	60	146.590

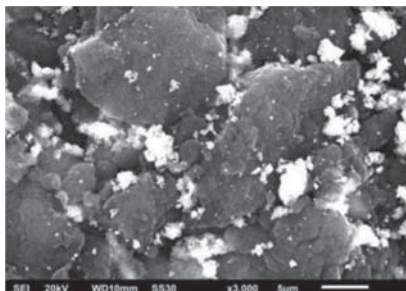
Dari tabel 4.6 bisa dilihat hasil analisis BET menunjukkan bahwa katalis CN-60 memiliki luas permukaan tidak jauh beda dengan katalis

CN-50. Namun apabila dibandingkan dengan luas permukaan MWCNTs, jauh lebih kecil karena partikel ZnO berhasil diisi ke dalam pori-pori MWCNTs sehingga luas permukaan MWCNTs berkurang.

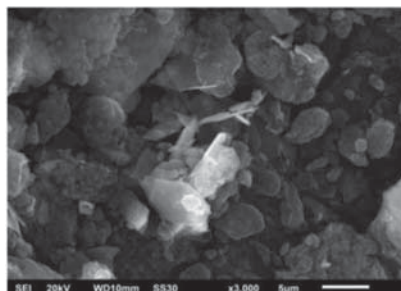
4.2.3 Uji Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive X-ray (EDX)

Uji SEM digunakan untuk mengetahui bentuk permukaan dari katalis ZnO/MWCNTs dan MWCNTs murni dan uji EDX digunakan untuk mengetahui

komposisi ZnO dan elemen-elemen lain yang terdistribusi di permukaan MWCNTs. Uji SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi, komposisi dari katalis ZnO/MWCNTs. Gambar 4.4. dan Gambar 4.5. menunjukkan morfologi katalis CN-50 & CN-60 dengan perbesaran 3.000 kali.



Gambar 4.4 Uji SEM katalis CN-50



Gambar 4.5 Uji SEM katalis CN-60

Analisa SEM berhubungan dengan analisa BET yang menunjukkan ukuran luas permukaan katalis. Jika dilihat dari ukuran luas permukaan, katalis pada *loading* ZnO 60% (CN-60) merupakan katalis yang memiliki luas permukaan terbesar sehingga dianggap sebagai katalis terbaik untuk variasi *loading* ZnO.

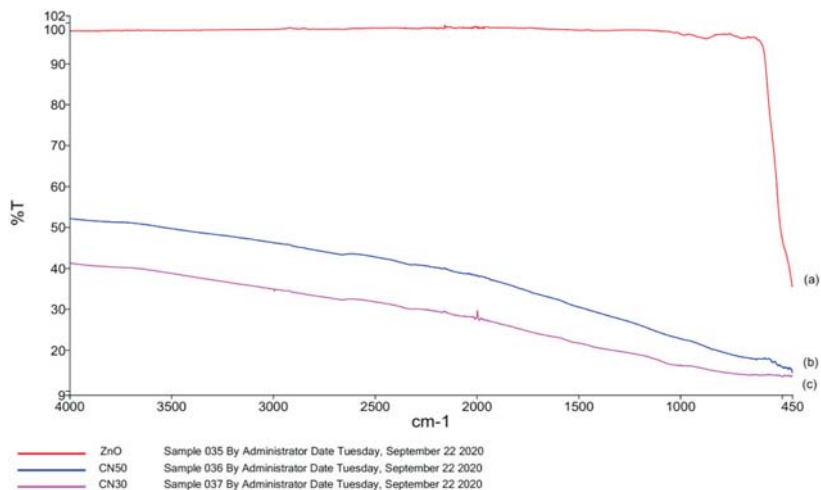
Tabel 4.7 Komposisi bahan penyusun katalis dalam persen massa

Kode	<i>Loading</i> ZnO (%)	Karbon, C (%)	Alumina, Al ₂ O ₃ (%)	Tembaga (II) Oksida, CuO (%)	Zink Oksida, ZnO (%)
CN-50	50	83,56	0,36	0,71	15,37
CN-60	60	86,79	0,26	0,86	10,30

Dari Tabel 4.7 dapat dilihat bahwa pada variabel *loading* ZnO, semua katalis didominasi oleh karbon. Jika melihat tabel tersebut, terlihat komposisi promotor ZnO mengalami penurunan. Hal ini diduga karena tingginya jumlah karbon yang ada di dalam katalis.

4.2.4 Uji Spektroskopi Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Uji Spektroskopi infra-merah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi, komposisi kimia dan tipe ikatan berdasarkan vibrasi atom dalam molekul katalis ZnO/MWCNTs.



Gambar 4.6 Grafik Spektrum FT-IR Katalis ZnO/MWCNTs

(a) ZnO, (b) CN-50, (c) CN-20

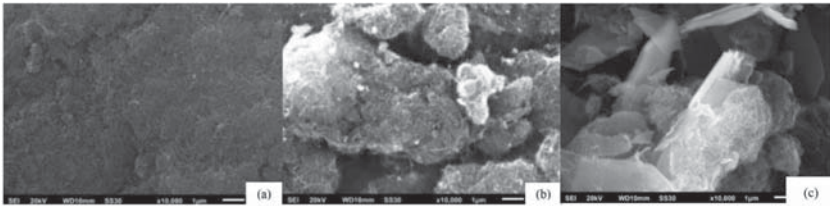
Gambar 4.6 (a) menunjukkan grafik spektrum FT-IR ZnO murni. Spektrum ini memperlihatkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 450 cm⁻¹ yang menandakan adanya vibrasi ulur dari ZnO.

Gambar 4.6 (b) dan (c) memperlihatkan pola yang sama atau senada, dimana dengan penambahan jumlah kadar ZnO ke dalam katalis ternyata tidak memberikan perubahan yang signifikan pada spektrum ZnO, yakni serapan pada area 450 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur Zn-O. Namun puncak serapan ini masih cukup lemah. Hal ini diduga kemungkinan karena ZnO tidak terdispersi secara sempurna ke dalam pori MWCNTs.

Pengaruh penambahan gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ ke dalam MWCNTs terhadap luas permukaan & morfologi katalis

Untuk menganalisis pengaruh penambahan gugus sulfonat ke dalam penyangga MWCNTs maka dilakukan perbandingan antara hasil yang diperoleh dengan hasil penelitian terdahulu.

Asri, dkk. (2020) telah melakukan penelitian mengenai morfologi katalis berpenyangga MWCNTs. Dibawah ini adalah gambar morfologi MWCNTs (a), morfologi ZnO/MWCNTs tanpa sulfonasi (b), morfologi ZnO/MWCNTs tersulfonasi.



Gambar 4.7 Hasil SEM morfologi MWCNTs (a), morfologi ZnO/MWCNTs tanpa sulfonasi (b), morfologi ZnO/MWCNTs tersulfonasi

Gambar (a) merupakan hasil pengujian SEM-EDX dari MWCNTs murni yang memperlihatkan morfologi dari MWCNTs murni berbentuk tabung-tabung karbon. Hasil uji SEM pada katalis ZnO/MWCNTs pada Gambar (b) dan (c) menunjukkan morfologi MWCNTs masih terlihat berbentuk tabung-tabung karbon yang menandakan tidak ada perubahan bentuk dari MWCNTs sedangkan ZnO dapat dilihat menempel di permukaan MWCNTs. Morfologi ZnO mengarah ke bentuk *flower-like*. Dari Gambar (b) dan (c) belum terlihat secara signifikan pengaruh *loading* ZnO dan sulfonasi MWCNTs terhadap morfologi katalis.

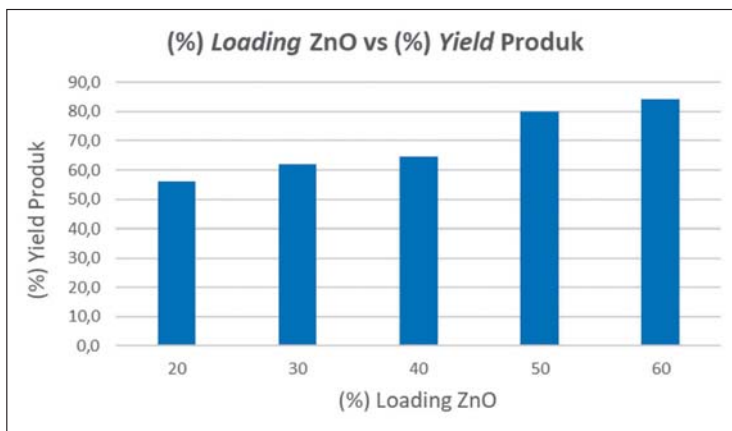
4.3 Uji Aktivitas Katalis

Katalis yang telah dikarakterisasi akan diuji keaktifannya melalui proses transesterifikasi menggunakan minyak kesambi. Proses transesterifikasi menggunakan sistem *batch reactor* yang terdiri dari labu leher tiga, pendingin

balik, *hotplate* dan *magnetic stirrer*. Perbandingan antara minyak kesambi dan metanol adalah 1:15 (perbandingan mol) dengan penambahan katalis sebesar 3% dari total bobot minyak untuk variabel katalis dan untuk variabel transesterifikasi perbandingan antara minyak kesambi dan methanol perbandingan mol yang dilakukan yakni 1:9, 1:12, 1:15; 1:18; 1:21 dengan tidak adanya perubahan penambahan jumlah katalis yakni tetap 3% dari total bobot minyak. Proses transesterifikasi berlangsung pada suhu 65°C selama 5 jam dengan pengadukan. Setelah proses transesterifikasi maka dilakukan proses filtrasi menggunakan kertas saring whatman 40 untuk memisahkan antara katalis dan produk dengan penambahan alat vakum agar proses filtrasi lebih cepat dan mendapatkan volume produk yang maksimal. Dilakukan pengukuran volume minyak sebelum dan sesudah masuk oven agar mengetahui perbedaannya. Setelah diketahui volume akhir minyak setelah oven, selanjutnya adalah menghitung *yield* produk.

4.3.1 Pengaruh *Loading ZnO* Terhadap *Yield* Produk

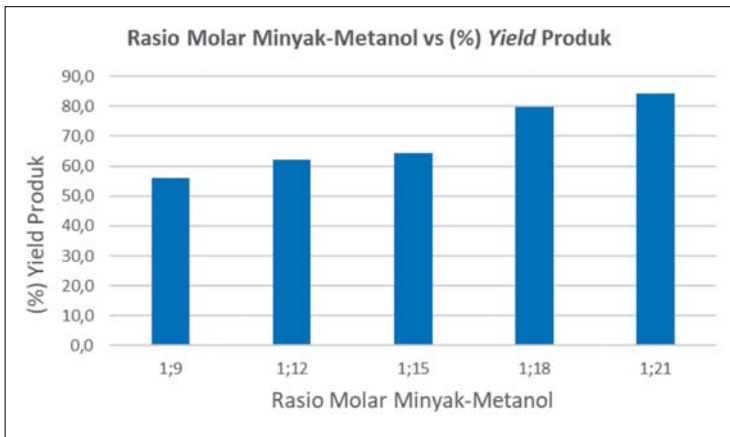
Berdasarkan tabel V.1.1. pada lampiran V, persentase *yield* produk untuk variabel *loading ZnO* terbesar ada pada *loading ZnO* 60% dengan persentase 84,33% dan terkecil ada pada *loading ZnO* 20% dengan persentase 55,90%. Gambar V.1.1. akan menunjukkan grafik *loading ZnO* terhadap *yield* produk.



Gambar 4.8 Grafik (%) *Loading ZnO* terhadap (%) *Yield* produk

4.3.2 Pengaruh Rasio Molar Minyak-Metanol terhadap Yield Produk

Persentase *yield* produk terbesar untuk variabel rasio molar ada pada rasio 1:21 dengan persentase 88,90% dan *yield* produk terendah ada pada rasio molar 1:9. Gambar V.1.2. akan menunjukkan grafik rasio molar minyak-metanol terhadap *yield* produk.



Gambar 4.9 Grafik Rasio Molar Minyak-Metanol terhadap (%) Yield produk

4.4 Uji Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel dari proses transesterifikasi diuji karakterisasinya meliputi densitas (*density*), kadar air (*moisture content*), asam lemak bebas (*FFA as oleic*), bilangan penyabunan (*saponification value*), viskositas (*viscosity*) dan bilangan iodin (*iodine value*). Pada tabel V.1.1. dan tabel V.1.2. pada lampiran V akan menunjukkan nilai densitas masing-masing variabel katalis dari produk hasil proses transesterifikasi.

Densitas produk seharusnya mengalami penurunan nilai mendekati standar densitas biodiesel yaitu 0,8500-0,8900 gr/ml (SNI 7182:2015 tentang Biodiesel). Katalis variabel *loading* ZnO yang densitas paling mendekati standar adalah *loading* ZnO 60% dengan 0,85017 gr/ml sedangkan katalis

variabel rasio molar-metanol yang densitasnya mendekati standar adalah rasio molar 1:15.

Dari hasil perhitungan *yield* produk diperoleh katalis yang terbaik yaitu katalis pada waktu impregnasi 12 jam, suhu kalsinasi 500°C, waktu kalsinasi 4 jam, sulfonasi 4 jam, *loading* ammonium sulfat 35%, rasio molar 1:21 dan *loading* ZnO 60%. Biodiesel yang dihasilkan dari proses transesterifikasi diuji karakterisasinya meliputi densitas (*density*), kadar air (*moisture content*), asam lemak bebas (*FFA as linolelaidic*), bilangan penyabunan (*saponification value*), viskositas (*viscosity*) dan bilangan iod (*iodine value*). Berikut adalah hasil karakterisasi biodiesel untuk *loading* ZnO 60%.

Tabel 4.8 Hasil analisa karakterisasi biodiesel variabel *Loading ZnO* terbaik

Parameter	Nilai (value)	SNI 7182-2015*
Density (gr/ml)	0,85017	0,8500 - 0,8900
FFA as Linolelaidic (%w/w)	0,21	maks. 0,6
Iodine Value (gr I ² /100 g)	74,53	maks. 115
Moisture Content (%w/w)	0,03	maks. 0,05
Saponification Value (mg/gr)	215,18	189-197
Viscosity (cSt)	1,5	2,3 – 6,0

Sumber*: Standar Nasional Indonesia. SNI 7182 2015.

Dari Tabel 4.8. densitas biodiesel memiliki nilai yang mendekati SNI 7182-2015 yaitu 0,8500–0,8900 gr/ml. Sesuai pada standar FFA Biodiesel menurut SNI Biodiesel 7182-2015 adalah maksimal 0,6 mg-KOH/g. Pada Tabel 4.8 nilai FFA *loading* ZnO 60% memiliki nilai masih masuk dalam standar dari FFA biodiesel.

Moisture content biodiesel pada Tabel 4.8 memiliki nilai 0,03%-volume. Nilai ini masih masuk standar biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015.

Nilai standar *iodine value* biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015 adalah maksimal 115% massa. *Loading* ZnO 60% pada Tabel 4.12 menunjukkan *iodine value* masuk standar biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015.

Saponification value loading ZnO 60% pada Tabel 4.8 yaitu 215,18 mg/gr. Nilai ini masih berada diatas batas maksimal *Saponification value* berdasarkan SNI 7182-2015 yaitu dalam kisaran 189-197.

Standar SNI 7182-2015 untuk viskositas biodiesel berkisar antara 2,3–6,0 mm²/s (cSt). Nilai viskositas yang terlalu tinggi dapat membuat atomisasi bahan bakar dan udara menjadi kurang baik yaitu berupa evaporasi yang lebih sedikit sehingga pembakaran menjadi tidak sempurna (Shimmamah, 2017. & Knothe, Gerhard, 2004). Produk biodiesel pada *loading ZnO* 60% memiliki viskositas dibawah batas maksimal SNI 7182-2015 yakni sebesar 1,5 cSt.

Tabel 4.9 Hasil analisa karakterisasi biodiesel variabel Rasio Molar terbaik

Parameter	Nilai (value)	SNI 7182-2015*
Density (gr/ml)	0,8800	0,8500 - 0,8900
FFA as Linolelaidic (%w/w)	7,10	maks. 0,6
Iodine Value (gr I ² /100 g)	72,98	maks. 115
Moisture Content (%w/w)	0,01	maks. 0,05
Saponification Value (mg/gr)	195,47	189-197
Viscosity (cSt)	1,75	2,3 – 6,0

Sumber*: Standar Nasional Indonesia. SNI 7182 2015.

Dari Tabel 4.9 densitas biodisel memiliki nilai dalam range SNI 7182-2015 yaitu 0,8500–0,8900 gr/ml. Sesuai pada standar FFA Biodiesel menurut SNI Biodiesel 7182-2015 adalah maksimal 0,6 mg-KOH/g. Pada Tabel 4.9 nilai FFA rasio molar minyak-metanol 1:21 memiliki nilai melebihi standar dari FFA biodiesel.

Moisture content biodiesel pada Tabel 4.9 memiliki nilai 0,03%-volume. Nilai ini masih masuk standar biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015.

Nilai standar *iodine value* biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015 adalah maksimal 115% massa. Rasio molar minyak-metanol 1:21 pada Tabel 4.13 menunjukkan *iodine value* masuk standar biodiesel berdasarkan SNI 7182-2015.

Saponification value variabel rasio molar minyak-metanol 1:21 pada Tabel 4.9 yaitu 195,47 mg/gr. Nilai ini masih masuk dalam batas maksimal *Saponification value* berdasarkan SNI 7182-2015 yaitu dalam kisaran 189–197.

Standar SNI 7182-2015 untuk viskositas biodiesel berkisar antara 2,3–6,0 mm²/s (cSt). Nilai viskositas yang terlalu tinggi dapat membuat atomisasi bahan bakar dan udara menjadi kurang baik yaitu berupa evaporasi yang lebih sedikit sehingga pembakaran menjadi tidak sempurna (Shimmamah, 2017. & Knothe, Gerhard, 2004). Produk biodiesel pada variabel rasio molar minyak-metanol 1:21 memiliki viskositas dibawah batas maksimal SNI 7182-2015 yakni sebesar 1,75 cSt.

KESIMPULAN DAN SARAN

5.2 Kesimpulan

1. Belum terlihat secara signifikan pengaruh fungsionalisasi MWCNTs menggunakan gugus $-SO_3H$ terhadap karakterisasi katalis.
2. Katalis pada loading ZnO 60% merupakan katalis yang memiliki luas permukaan terbesar yaitu 146.590 (m²/g) dan ukuran kristal dalam range 18.81 – 53.76 nm.
3. Loading ZnO (%) pada katalis ZnO/MWCNTs berpengaruh terhadap yield (%) produk, semakin tinggi loading ZnO maka semakin tinggi yield produk biodiesel.
4. Rasio molar minyak-metanol berpengaruh terhadap yield (%) produk. Kondisi terbaik untuk proses transesterifikasi minyak kesambi didapatkan pada kadar ZnO sebesar 60% dan rasio molar minyak-metanol 1:21 dengan yield (%) sebesar 88,90%.
5. Produk biodiesel yang dihasilkan dari proses transesterifikasi minyak kesambi beberapa telah memenuhi persyaratan standar SNI.

5.3 Saran

1. Perlu dilakukan pemurnian hasil transesterifikasi agar memperoleh hasil minyak yang maksimal tanpa adanya pengotor.
2. Pengadukan dan suhu yang konstan pada saat transesterifikasi perlu diperhatikan karena sangat mempengaruhi hasil biodiesel.

3. Perlu dilakukan Analisa Kandungan Ester (FAME) menggunakan GC-MS untuk mengetahui kadar FAME sehingga yield biodiesel dapat diketahui.
4. Perlu juga dilakukan Analisa Methanol, Analisa Free Total Glycerin karena spesifikasi dari biodiesel juga ditentukan dalam 2 standard yaitu ASTM 6751 (Standard Specification for Biodiesel Fuel Blend Stock (B100) for Middle *Distillate Fuels*) dan juga EN 14214 (*Automotive fuels -Fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines-Requirements and test methods*)

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrijal, Maruly, A. R., Lihierlinah, Sanny, M., (2008). Sintesis dan Pengujian Katalis Nanokristalin Cu/ZnO/AL₂O₃ dengan Metode Pemanasan dalam Larutan Polimer untuk Aplikasi Konversi Metanol Menjadi Hidrogen. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* Vol. 1 No. 1 Februari, 2-10.
- Adi, Muhamad, Firdausi, Sofjan K., Budi & Wahyu. (2007). Efek Magneto Optis pada Lapisan Tipis (ZnO). 10.
- Alptekin, Ertan, Canakci, Mustafa, Sanli & Huseyin. (2011). Methyl Ester Production from Chicken Fat With High FFA. 319-326. 10.3384/ecp11057319.
- 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.
- Asri, N. P., Yuniati Y., Hindarso H. & Suprpto, Yogaswara R. (2020). Biodiesel production from Kesambi (*Schleichera oleosa*) oil using multi-walled carbon nanotubes supported zinc oxide as a solid acid catalyst. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 456. 012003. 10.1088/1755-1315/456/1/012003.
- Asri, N. P., Soe'eib S., Poedjojono B., & Suprpto. (2018). Alumina supported zinc oxide catalyst for production of biodiesel from kesambi oil and optimization to achieve highest yields of biodiesel. *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration*. 3. 10.1007/s41207-017-0043-8.
- Asri, N. P., Poedjojono B., Fujiani, R. & Nuraini. (2017). Utilization of eggshell waste as low-cost solid base catalyst for biodiesel production from used cooking oil. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 67. 012021. 10.1088/1755-1315/67/1/012021.

- Asri, N. P., Sari, Diah. (2015). Pre-Treatment of Waste Frying Oils for Biodiesel Production. *Modern Applied Science*. 9. 10.5539/mas.v9n7p99.
- Asri, N. P., Anisa A., Rizqi F., Roesyadi A., Budikaryono K., Suprpto & Gunardi I. (2010). Biodiesel production from palm oil using CaO/Al₂O₃ as a solid base catalyst. In: *Proceeding of the 1st International Seminar on Fundamental & application of Chemical Engineering (ISFACHE)*. Indonesia, Kuta Bali.
- Augustine. R.L., (1996) *Heterogenous Catalysis for Chemist*, Marcel Dekker, New.
- Bachli, Y. (2007). Tanaman Kesambi dan Beternak Kutu Untuk Kesejahteraan. *Buletin BPTP*, Volume 1(3). Sulawesi Selatan.
- Badan Standarisasi Nasional., (2006). SNI-04-7182-2006. Baku Mutu Biodiesel. Badan Standarisasi Nasional : Jakarta.
- Badan Standarisasi Nasional., (2015). SNI 7182:2015. Tentang Biodiesel. Badan Standarisasi Nasional : Jakarta.
- Council of Scientific & Industrial Research. (1972). "The wealth of India: A dictionary of India raw materials and industrial products." New Delhi: Publications & Information Directorate, CSIR.
- Deris, Nur, Rashid, Umer, Soltani, Soroush, Choong, Thomas, Imededdine & Nehdi. (2020). Study the Effect of Various Sulfonation Methods on Catalytic Activity of Carbohydrate-Derived Catalysts for Ester Production. *Catalysts*. 10. 638. 10.3390/catal10060638.
- Dresselhaus, MS, Dresselhaus, G., Avouris, P. (Eds.) (2001). *Nanotube Karbon: Sintesis, Struktur, Properti, dan Aplikasi*. Springer: New York, ISBN 3540410864.
- Eiceman, G. A. (2000). Instrumentation of Gas Chromatography, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, pp. 10671–10679.
- Fatimah, Nur & Utami, Budi. (2017). Sintesis dan Analisis Spektra IR, Difraktogram XRD, SEM pada Material Katalis Berbahan Ni/zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Impregnasi. *JC-T (Journal Cis-Trans): Jurnal Kimia dan Terapannya*. 1. 35-39. 10.17977/um026v1i12017p035.
- Freedman, B., and E. H. Pryde. (1982). Fatty esters from vegetable oils for use as a diesel fuel. In *Vegetable Oils Fuels: Proc. of the Intl. Conf. on Plant and Vegetable Oils as Fuels*, 117–122. St. Joseph, Mich.: ASAE.

- Gapki. (2018). Perkembangan Biodiesel di Indonesia dan Terbesar di Asia. <https://gapki.id/news/3250/perkembangan-biodiesel-di-indonesia-dan-terbesar-di-asia>. Diakses pada tanggal 8 Februari 2021.
- Handayani, D. S., (2002). *Alchemy*, 1, 1.
- Herlina, N., “Lemak dan Minyak”, <http://library.usu.ac.id/download/ft/tkiminetti.pdf/> diakses 10 Nopember 2011.
- Hidayat, R., Pasaribu S. P., & Saleh C., (2015). Penggunaan Internal Standar Nitrobenzena untuk Penentuan Kuantitatif Btex dalam Kondensat Gas Alam dengan Kromatografi Gas. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 12(2): 90-96.
- Internasional biodiesel. (2001). Badan Standarisasi Nasional. SNI-04-7182-2006. Baku Mutu Biodiesel. Jakarta : BSN.
- Istadi, I., Prasetyo, S.A., Nugroho & T.S. (2015). Characterization of $K_2O/CaO/ZnO$ Catalyst for Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel. *Procedia Environmental Sciences*, 23: 394-399.
- Kang, S., Ye, J., & Chang, J. (2013). Recent advances in carbon-based sulfonated catalyst: preparation and application. *Int Rev Chem Eng*, 5(2), 133-144
- Ketaren, S. (1986). *Minyak dan lemak Pangan*. Cetakan Pertama. Jakarta: UI Press. Hal. 18-32, 66-69, 263-267.
- Kurniasari, Tri. 2010. Karakteristik Mioma Uteri Di RSUD Dr. Moewardi Surakarta Periode Januari 2009 – Januari 2010 [Skripsi]
- Knothe, Gerhard. (2004). *The biodiesel handbook*. AOCS Press. Illinois.
- Lam, M. K., Lee, K. T., & Mohamed, A. R. (2010). Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel: a review. *Biotechnology advances*, 28(4), 500-518.
- Lestari, N. F. (2017). Analisis Fisik Biodiesel Berbahan Baku Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan. Skripsi. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Lihertinah. 2009. Sintesis nanokatalis $Cu/Zn/Al_2O_3$ dengan untuk mengubah metanol menjadi hidrogen. Tugas Akhir. Program Studi Fisika Institut Teknologi Bandung.
- Liu, K. 1994. Preparation of fatty acid methyl esters for gas–chromatographic analysis of lipids in biological materials. *JAOCS* 71(11): 1179–1187

- Maceiras, R. & Cancela, M. & Urrejola, S. & Sanchez Bermudez, Anxo. (2011). Macroalgae: Raw material for biodiesel production. *Applied Energy - APPL ENERG.* 88. 3318-3323. 10.1016/j.apenergy.2010.11.027.
- Mc. Murry, J., (1992). *Organic Chemistry*, Third edition, Brooks Publishing Company, California.
- Mc. Nair, H. M. & M. Miller. (2009). *Basic Gas Chromatography* (2nd ed). United States of America: A John Wiley & Sons, Inc.
- Mittelbach, M., B. Pokits, and A. Silberholz. (1992). Production and fuel properties of fatty acid methyl esters from used frying oil. In *Liquid Fuels from Renewable Resources: Proc. of an Alternative Energy Conference*, 74–78. St. Joseph, Mich.: ASAE.
- Nurhayati. (2008). *Reaksi Katalisis Oksidasi Stirena Menjadi Benzaldehida Menggunakan Katalis $TiO_2-Al_2O_3$ (1:1)-U dan $TiO_2-AL_2O_3$ (1:1)-PEG*. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.
- Prasetyo, J. (2018). Studi Pemanfaatan Minyak Jelantah Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia UNPAM*, Vol. 2 No. 2 ISSN 2549 – 0699.
- Prihandana, R., Nuramin, M., Dan Hendroko, R. (2006). *Menghasilkan Biodesel Murah Mengatasi Polusi Dan Kelangkaan BBM*. Agromedia Pustaka. Jakarta.
- Purwanto S. (2006). *Penggunaan Surfaktan Metil Ester Sulfonat dalam Formula Agen Pendesak Minyak Bumi*. Skripsi. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Rahmawati, D. A. and Intaningrum D., & Istadi. (2013). Pembuatan Dan Karakterisasi Katalis Heterogen $SO_4^{2-}-ZnO$ dan SO_4^{2-}/ZnO Dengan Metode Kopresipitasi Dan Impregnasi Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Kedelai. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2 (4). pp. 243-252.
- Rhofita, E. I. 2015. Penurunan Kadar Free Fatty Acid (FFA) pada Reaksi Esterifikasi dalam Proses Produksi Biodiesel : Kajian Waktu Reaksi dan Temperatur Reaksi. *Jurnal Ilmu-Ilmu Teknik – Sistem* Vol.11 No.1 39-44.
- Rozi A, Suseno SH & Jacob AM. (2016). Ekstrak dan karakterisasi minyak hati cucut pisang. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 19(2): 100-109

- Santoso, H., Ingrid M, Christiana E, Arvina S, Paru M P, Santosa T, Albert & Fitriah. (2016). Pembuatan Katalis Asam Heterogen Dengan Metode Karbonisasi Hidrotermal Satu Tahap. Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat. Universitas Katolik Parahyangan.
- Septiani, U., Gustina, M & Safni. (2015). Pembuatan dan karakterisasi katalis TiO_2 /karbon aktif dengan metode solid state. Padang: Jurnal Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
- Shahidi, F. (ed). (2005). Quality Assurance of Fats and Oils, John Wiley & Sons, Inc.
- Shimmamah, S. N. C. (2017). Karakterisasi Unjuk Kerja Mesin Diesel Generator Set Sistem Dual Fuel Biodiesel Minyak Sawit Dan Syngas Dengan Penambahan Preheating Sebagai Pemanas Bahan Bakar. Tugas Akhir. Jurusan Teknik Mesin. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Sudradjat, Raden, Pawoko, Endro, Hendra, Djani, Setiawan & Dadang. (2010). Pembuatan Biodiesel Dari Biji Kesambi (*Schleichera oleosa*). Jurnal Penelitian Hasil Hutan. 28. 358-379. 10.20886/jphh.2010.28.4.358-379.
- Syamsidar, HS. (2013). Pembuatan Dan Uji Kualitas Biodiesel Dari Minyak Jelantah. Jurnal Teknosains, Volume 7 Nomor 2, hlm: 209-218.
- Taufik, Muhammad & Ardilla, Desi & Tarigan, Dafni & Thamrin, Muhammad & Razali, Mariany & Afritario, Muhammad. (2018). Studi Awal: Analisis Sifat Fisika Lemak Babi Hasil Ekstraksi Pada Produk Pangan Olahan Preliminary Studies: Analysis Of Physical Properties Of Lard Extraction Products On The Meat Processed. 428. 10.30596/agrin.v1i2.2004.
- Tiwari, Kumar Alok., Kumar, Akhilesh., and Raheman, Hifjur., (2007), Diesel Production from Jatropha Oil (*Jatropha curcas*) with High Free Fatty Acids : An Optimized Proces. Biomass and Bioenergy, 31, pp. 569 – 575.
- Utomo, A. S. (2011). Preparasi NaOH/zeolit sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng secara Transesterifikasi. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.
- Utomo, M. P., Laksono, E. W. (2007). Tinjauan Umum Tentang Deaktivasi Katalis Pada Reaksi Katalis Heterogen. Pada Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA. Indonesia, Yogyakarta.

- Wang, Yong., Shiyi Ou., Liu, Pengzhan, Feng, Xue., and Tang Shuze., (2006). Comparison of Two Different Processes to Synthesize Biodiesel by Waste Cooking Oil, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 252, pp. 107 – 112.
- Winarno, F.G. (1999). *Minyak Goreng dalam Menu Masyarakat*. Balai Pustaka, Jakarta.
- Yildirim, G., (2009). Effect of Storage Time on Olive Oil Quality, Thesis, M.Sc, The Graduate School of Engineering and Sciences of Izmir Institut of Technology:61-66.
- Yingying L, Houfang L, Wei J, Dongsheng L, Shijie L & Bin L. (2012). Biodiesel production from crude *Jatropha curcas* L. oil with trace acid catalyst. *Chinese J Chem Eng* 20 (4): 740-74.