

PEMBUATAN BIODIESEL BERBAHAN BAKU FRAKSI MINYAK CPO (CRUDE PALM OIL) PARIT TERKATALISIS ZEOLIT ALAM LAMPUNG

Idra Herlina^{1*}, Deska Lismawenning Puspitarum², Latif Al Qadri², Edwin Rizki Safitra³

¹Program Studi Kimia, Jurusan Sains, Institut Teknologi Sumatera
Jalan Terusan Ryacudu No. 1, Jati Agung, Lampung Selatan 35365

² Program Studi Fisika, Jurusan Sains, Institut Teknologi Sumatera
Jalan Terusan Ryacudu No. 1, Jati Agung, Lampung Selatan 35365

³ Program Studi Teknik Kimia, Jurusan Teknologi Produksi dan Industri
Institut Teknologi Sumatera

Jalan Terusan Ryacudu No. 1, Jati Agung, Lampung Selatan 35365

*E-mail : idra.herlina@ki.itera.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan sintesis biodiesel dari CPO parit yaitu fraksi minyak pada limbah cair pabrik CPO yang diharapkan dapat menjadi salah satu bahan baku untuk menggantikan bahan baku fosil. Sintesis dilakukan 2 tahap, yaitu esterifikasi untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester dan dilanjutkan dengan transesterifikasi untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester. Katalis yang digunakan berbasis Zeolit Alam Lampung (ZAL) yang dimodifikasi dengan H_2SO_4 0,5 M (H-ZAL) dan digunakan sebagai katalis dalam tahap esterifikasi. Katalis berikutnya yaitu ZAL yang dimodifikasi dengan KOH (OH-ZAL) dan diuji aktivitas katalitiknya dalam reaksi transesterifikasi. Konsentrasi KOH divariasikan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi basa terhadap aktivitas katalitik OH-ZAL pada tahap transesterifikasi. Untuk mengetahui karakteristik katalis hasil sintesis dilakukan karakterisasi dengan XRD dan FTIR. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan ZAL merupakan jenis mineral klinoptilolit yaitu pada 2θ di daerah 9,907; 22,389; 22,748; 28,041; dan 30,027°. Terjadi pergeseran puncak pada 2θ di daerah 28,041° untuk ZAL menjadi 27,802° pada OH-ZAL 0,5 M dan juga terjadi penurunan intensitas. Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara zeolit dengan KOH lalu terbentuk K_2O . Terbentuknya K_2O merupakan indikasi bahwa KOH yang terimpregnasi pada permukaan matriks zeolit telah termodifikasi melalui proses kalsinasi. Hasil FTIR menunjukkan semakin tinggi konsentrasi KOH maka vibrasi pada gugus fungsi O-H juga meningkat namun vibrasi pada gugus fungsi T-O menjadi menurun. Biodiesel dengan yield tertinggi diperoleh pada katalis OH-ZAL 2 M yaitu 20,25% dengan kandungan metil ester oktadekanoat 38,59%, pentadekanoat 25,26%, linoleat 9,22%, dan metil ester lainnya dengan persentase kecil. Viskositas biodiesel sebesar 0,95 mm²/s pada 40°C.

Kata kunci: Biodiesel, CPO Parit, Zeolit Alam Lampung, H-ZAL, OH-ZAL

Abstract

Synthesis of biodiesel from pond CPO has been done. Pond CPO is oil fraction in the liquid waste of the CPO factory, which is expected to be one of the raw materials to replace fossil raw materials. The synthesis was carried out in 2 stages: esterification to convert free fatty acids into methyl esters and then transesterification to convert triglycerides into methyl esters. The catalyst used was based on Lampung Natural Zeolite (LNZ), modified with 0.5 M H_2SO_4 (H-LNZ) and used as a catalyst in the esterification stage. The next catalyst was LNZ, modified with KOH (OH-LNZ) and tested its catalytic activity in the transesterification reaction. The concentration of KOH was varied to determine the effect of base concentration on the catalytic activity of OH-LNZ at the transesterification stage. To determine the characteristics of the synthesized catalyst, characterization was carried out using XRD and FTIR. XRD characterization results show that LNZ is a type of clinoptilolite mineral at 2θ in the 9.907 area; 22.389; 22.748; 28.041; and 30.027°. There was a peak shift at 2θ in the 28.041° area for LNZ to 27.802° at 0.5 M OH-LNZ and also a decrease in intensity. This shows an interaction between the zeolite and KOH, and then K_2O is formed. The formation of K_2O is indication that impregnated KOH on the surface of zeolite matrix has been modified through the calcination process. The FTIR results show that the higher the concentration of KOH, the vibration of the O-H functional group also increases, but the vibration of the T-O functional group decreases. Biodiesel with the highest yield was obtained on 2 M OH-LNZ catalyst, 20.25% with 38.59% octadecanoic methyl ester content, 25.26% pentadecanoic, 9.22%

linoleic, and other small percentages of other methyl esters. The viscosity of biodiesel is 0.95 mm²/s at 40°C.

Keyword: Biodiesel, Pond CPO, Lampung Natural Zeolite (LNZ), H-LNZ, OH-LNZ

1. PENDAHULUAN

Menurut data BPPT (2016) cadangan minyak bumi pada tahun 2014 yaitu sebesar 3,6 miliar barel dan dengan rasio R/P (*Reserve/Production*), maka minyak bumi akan habis dalam waktu 12 tahun karena kecenderungan produksi energi fosil (BPPT, 2016). Dari permasalahan ini Indonesia memerlukan pengembangan sumber energi terbarukan sebagai energi alternatif, salah satunya biodiesel. Biodiesel adalah produk FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) atau mono alkil ester yang dihasilkan dari bahan baku hayati dan biomassa lainnya. Biodiesel sangat baik digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel karena menunjukkan penurunan emisi CO, SO_x, hidrokarbon yang tidak terbakar dan partikulat selama proses pembakaran (Fangrui *et al.*, 1999). Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati, minyak hewani atau dari minyak goreng bekas. Minyak nabati merupakan sumber bahan baku yang menjanjikan bagi proses produksi biodiesel karena bersifat terbarukan, dapat diproduksi dalam skala besar dan ramah lingkungan (Wenten, 2010) tetapi penggunaannya terbatas karena adanya persaingan pangan. Sehingga, pemanfaatan minyak nabati non pangan maupun yang berasal dari limbah dapat menguntungkan.

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah fraksi minyak CPO (*Crude Palm Oil*) parit yaitu CPO yang terikat pada air limbah pabrik minyak sawit. CPO parit mempunyai kadar FFA (*Free Fatty Acid*) antara 40 sampai 70%. Komponen utama pada CPO parit ini terdiri dari 95-96% air, 0,6-0,7% minyak dan 4-5% berbagai macam padatan (Nugroho, 1997). Banyak keuntungan dari penggunaan fraksi minyak CPO parit sebagai bahan baku pembuatan biodiesel diantaranya adalah pengurangan pencemaran air tanah dan sungai dari limbah pabrik, harga pokok produksi CPO (*transfer pricing*) lebih kecil, dan mendapatkan pengurangan emisi yang disebabkan oleh produksi CPO. Tetapi, CPO parit memiliki kelemahan utama, yaitu tingginya kadar asam lemak bebas yang terkandung didalamnya. Kadar asam lemak bebas dapat mengganggu pada proses pembuatan biodiesel karena terbentuknya sabun

dalam jumlah besar (Loter, 2005). Pembentukan sabun dapat menyebabkan penurunan produk metil ester karena sulit untuk melakukan pemisahan antara metil ester dengan gliserol. Untuk mengatasi masalah tersebut, dalam penelitian ini pembuatan biodiesel akan dilakukan secara dua tahap menggunakan katalis berbasis Zeolit Alam Lampung (ZAL), yaitu tahap esterifikasi menggunakan katalis asam (H-ZAL) dan dilanjutkan dengan tahap transesterifikasi menggunakan katalis basa (OH-ZAL) untuk mengubah trigliserida fraksi minyak CPO parit menjadi metil ester untuk hasil yang lebih optimal.

Salah satu katalis yang potensial untuk produksi biodiesel yaitu zeolit alam (Syahputra dkk, 2017). Zeolit adalah salah satu mineral yang banyak ditemukan di Indonesia dengan bentuk yang hampir murni dan memiliki harga yang relatif murah, akan tetapi pemanfaatannya belum maksimal. Zeolit merupakan kristal aluminasilikat dengan struktur berbentuk kerangka dan mempunyai pori berukuran molekul. Struktur zeolit terdiri dari kerangka tiga dimensi SiO₂ dan Al₂O₄ tetrahedral. Bentuk kristal zeolit relatif teratur dengan rongga yang saling berhubungan kesegala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi sangat luas. Ada Beberapa aplikasi zeolit dalam kehidupan antara lain sebagai zat penyerap (adsorpsi) zat organik maupun anorganik, sebagai penukar kation (*ion exchanger*), katalisator (*catalyst*), dan penyaring molekul berukuran halus (*molecular sieving*) (Cejka *et al.*, 2007). Secara umum zeolit terbagi menjadi dua jenis yaitu zeolit sintetik dan zeolit alam. Zeolit sintetik adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang mirip zeolit alam. Zeolit sintetik dalam penggunaannya memiliki kelemahan diantaranya dalam proses sintesisnya memerlukan waktu yang lama, dan biaya yang digunakan lebih mahal (Georgiev *et al.*, 2009) sehingga pada penelitian ini digunakan zeolit alam.

Zeolit alam memiliki kelebihan yaitu mudah didapat karna keberadaannya di alam dan biaya yang digunakan untuk mendapatkan zeolit alam tidak terlalu mahal, tetapi memiliki kelemahan yaitu adanya pengotor. Pengotor

yang ada di dalam zeolit alam dapat mengurangi fungsi dari zeolit alam itu sendiri (Wustoni dkk., 2011) sehingga perlu dilakukan aktivasi dan purifikasi sebelum diaplikasikan. Menurut Rosika dan Nugroho (2005) proses aktivasi ini diperlukan untuk meningkatkan sifat khusus zeolit dan dimodifikasi untuk menghilangkan unsur pengotor, karena zeolit alam mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe. Zeolit alam perlu diaktivasi dan dimodifikasi guna meningkatkan karakternya terutama aktivitas katalitiknya. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Proses aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat-sifat dari zeolit, seperti luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan keasaman yang meningkat akan menyebabkan aktivitas katalitik dari zeolit meningkat (Yuanita, 2009).

Pada tahun 2012, data Direktorat Pengembangan Potensi Daerah (BKPM) menyatakan bahwa Lampung memiliki sumber zeolit alam sebesar 31.173.505 ton. Zeolit Alam Lampung (ZAL) diketahui memiliki kandungan silika (SiO_2) yang cukup tinggi, yaitu sebesar 77,063% dan mineralnya terdiri dari klinoptilolit dan mordenit dengan asosiasi mineral plagioklas, montmorilonit, kristobalit dan kuarsa (Kusdarto, 2008). Dari data tersebut diketahui ZAL memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai katalis. ZAL dimodifikasi menggunakan H_2SO_4 dan KOH untuk menghasilkan H-ZAL dan OH-ZAL. H-ZAL disintesis menggunakan H_2SO_4 1,5 M dan OH-ZAL disintesis menggunakan KOH dengan variasi konsentrasi 0,5; 1; 1,5; dan 2 M untuk mengetahui pengaruh konsentrasi basa terhadap efektivitas katalis dalam konversi CPO parit menjadi biodiesel. Karakteristik zeolit yang dihasilkan ditentukan dengan FTIR dan XRD. Untuk mengetahui kandungan metil ester dari biodiesel dilakukan karakterisasi dengan GCMS dan karakteristik fisik dengan viskositas kinematis.

2. METODOLOGI

Bahan yang digunakan terdiri dari zeolit alam lampung, kertas whatman 42, CPO parit yang diambil dari salah satu pabrik CPO di Lampung Selatan, asam sulfat *pro analysis*, akuades, metanol *pro analysis*, kalium hidroksida *pro analysis*, natrium sulfat anhidrat *pro analysis*, dan amonia *pro analysis*. Alat yang digunakan terdiri dari oven, mortar, tanur (*furnace*), ayakan 20 *mesh*, gelas kimia, gelas

ukur, spatula, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, corong gelas, corong pisah, pipet tetes, labu erlenmeyer, viscometer, refluks, termometer, labu bulat, spinbar, kondensor refluks, labu leher tiga, neraca analitik (Mettler-AT 200), desikator, spektrofotometer IR, X-Ray Diffraction, dan GCMS.

Zeolit Alam Lampung (ZAL) diaktivasi dengan cara dihaluskan dan disaring hingga berukuran 200 *mesh* kemudian direndam dengan Aquades selama 24 jam. ZAL yang telah direndam dengan Aquades dikeringkan dengan suhu 105-110 °C di dalam oven sampai Zeolit Alam Lampung kering dan disimpan dalam wadah tertutup. Selanjutnya Zeolit alam lampung yang sudah dikeringkan dipanaskan didalam *furnace* dengan kenaikan 20 °C tiap 5 menit sampai 400 °C.

ZAL teraktivasi diberikan 2 macam perlakuan, yaitu perlakuan dengan asam dan dengan basa. Untuk perlakuan dengan asam, sebanyak 100 gram ZAL dicampurkan dengan 500 ml asam sulfat 1,5 M. Campuran Zeolit Alam Lampung dengan asam sulfat diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam pada suhu 90 °C dan kecepatan yang digunakan 100 rpm. Selanjutnya, campuran ini dicuci dan disaring dengan aquades sampai pH 5 dan dikeringkan di dalam *microwave* dengan suhu 140 °C. Pada proses ini dihasilkan H-ZAL.

Perlakuan dengan basa dilakukan dengan mencampurkan 20 gram ZAL teraktivasi dan 100 ml larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda, yaitu 0,5; 1; 1,5; 2 M. Campuran ZAL dengan KOH diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam pada suhu 90 °C dan kecepatan 100 rpm. Kemudian dilakukan pemisahan antara endapan zeolit dengan larutan KOH. Katalis OH-ZAL yang didapatkan dicuci dengan aquades sehingga menghasilkan pH 7 dan disaring. Endapan zeolit yang didapatkan dikeringkan pada suhu kamar. Proses kalsinasi H-ZAL dan OH-ZAL dilakukan pada suhu 450 °C selama 4 jam dengan menggunakan *furnace*. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan FTIR dan XRD.

Uji aktivitas katalitik H-ZAL dilakukan pada esterifikasi asam lemak bebas CPO Parit dan OH-ZAL pada reaksi transesterifikasi untuk menghasilkan biodiesel. Sebanyak 3 L CPO parit dipanaskan pada suhu 130 °C untuk menguapkan air yang ada di dalam CPO parit kemudian CPO parit panas disaring dengan kertas saring untuk memisahkan pengotor padat yang berukuran besar. Selanjutnya, 200 gram

CPO parit diesterifikasi dengan metanol, perbandingan mol CPO parit dan metanol adalah 1:12, dengan asumsi berat molekul CPO parit adalah 860. Katalis H-ZAL yang digunakan sebanyak 3% dari berat total CPO parit dan metanol. Katalis H-Zeolit dan metanol direfluks terlebih dahulu menggunakan labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk magnet selama 30 menit, kemudian CPO parit yang sebelumnya telah dipanaskan sampai suhu 45 °C dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran tersebut. Suhu dinaikkan sampai 60 °C dengan kecepatan putar pengaduk magnet 600 rpm dan dipertahankan selama 2 jam. Minyak hasil refluks dipisahkan dari komponen lain dengan *centrifuge* dengan kecepatan putar 1500 rpm selama 20 menit.

Sebanyak 100 gram minyak hasil esterifikasi dicampur dengan metanol dimana perbandingan minyak dengan metanol adalah 1:12. Katalis yang digunakan adalah OH-ZAL sebanyak 3% dari berat total minyak dan metanol. Katalis dan metanol direfluks terlebih dahulu menggunakan labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk magnet selama 30 menit. Kemudian, minyak yang sebelumnya telah dipanaskan sampai suhu 45 °C dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran tersebut. Campuran direfluks pada suhu 60 °C dengan kecepatan putar pengaduk magnet 600 rpm selama 2 jam. Campuran yang telah direfluks dimasukkan ke dalam corong pisah dan dipisahkan antara biodiesel dengan gliserol. Biodiesel yang dihasilkan dievaporasi untuk menghilangkan sisa metanol dan dicuci dengan akuades panas dalam corong pisah untuk melarutkan sisa gliserol. Selanjutnya, untuk mengikat sisa-sisa air ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat. Sebagai kontrol, pembuatan biodiesel juga dilakukan menggunakan ZAL tanpa perlakuan dengan KOH. Biodiesel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan GCMS untuk mengetahui jenis metil ester yang terkandung dalam biodiesel. Kemudian uji kelayakan biodiesel dianalisis berdasarkan metode ASTM (*American Standard for Testing Materials*) yang telah dibakukan oleh Badan Standarisasi Nasional dengan persyaratan mutu sesuai SNI-04-7182-2006. Adapun parameter mutu biodiesel yang diuji yaitu viskositas.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil aktivasi diperoleh ZAL yang lebih putih dan butirannya lebih halus seperti Gambar 1.

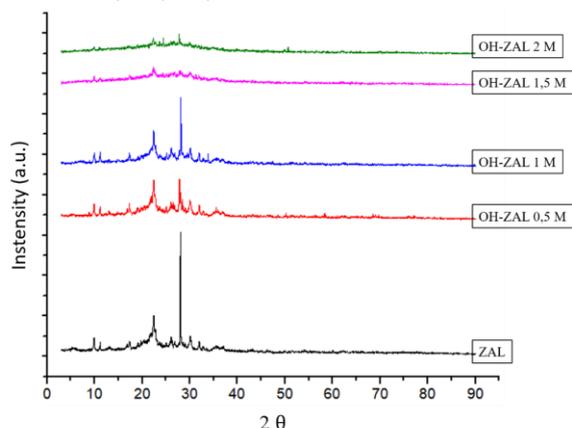


Gambar 1. (a) ZAL, (b) Proses penyaringan ZAL, (c) ZAL hasil aktivasi

Pada Gambar 2 terlihat ZAL memiliki 5 puncak tajam yang memiliki intensitas tinggi, yaitu pada 2θ di daerah 9,907; 22,389; 22,748; 28,041; dan 30,027°. Puncak khas tersebut sesuai dengan JCPDS No. 71-1425 yang menunjukkan bahwa struktur ZAL dengan sistem kristal monoclinic termasuk jenis klinoptilolit ($\text{Na}_6[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}]\cdot 24\text{H}_2\text{O}$). Hasil ini diperkuat oleh penelitian sebelumnya (Suminta, 2003) yang menunjukkan bahwa puncak XRD ZAL berjenis mineral klinoptilolit berada pada daerah 2θ di 9,87 dan 11,18°. Razzak dkk (2013) juga melaporkan bahwa puncak XRD pada daerah 2θ di 22,39° dapat diperkirakan sebagai puncak karakter untuk ZAL. Berdasarkan data dan penelitian diatas dapat disimpulkan bahwa material yang digunakan terkonfirmasi ZAL dengan jenis mineral klinoptilolit.

ZAL yang diaktivasi mengalami perubahan kristalinitas yang cukup signifikan dengan adanya perlakuan dengan KOH pada berbagai konsentrasi. Pola XRD OH-ZAL menunjukkan semakin meningkatnya konsentrasi KOH pada aktivasi ZAL maka kristalinitasnya menurun. Hal ini dapat diamati pada puncak yang menurun intensitasnya setelah perlakuan dengan basa, dan semakin menurun dengan adanya peningkatan konsentrasi basa. Puncak yang paling terlihat penurunannya pada 2θ di sekitar 28°. Terjadi pergeseran puncak dimana pola XRD pada 2θ di daerah 28,041° untuk ZAL menjadi 27,802° pada OH-ZAL 0,5 M dan terjadi penurunan intensitasnya juga. Ini menunjukkan adanya interaksi antara zeolit dengan KOH lalu terbentuk K_2O . Terbentuknya K_2O merupakan indikasi bahwa KOH yang terimpregnasi pada permukaan matriks zeolit telah termodifikasi melalui proses kalsinasi. K_2O memiliki aktivitas katalitik yang tinggi sehingga dapat menambah luas permukaan spesifik sistem katalis tersebut. Pada penelitian sebelumnya (Ulfayana, 2013) juga memodifikasi zeolit alam dengan KOH dan terbentuk fasa K_2O pada 2θ di daerah 20,9; 27,7; 28,9; 34,5 dan 44,6°. Berdasarkan standar ICSD (Inorganic Crystal Structure Database)

No. 44674 sistem kristal K_2O berbentuk kubik dengan puncak standar K_2O terletak pada 2θ di daerah 27; 39; 48; 57 dan 71° .



Gambar 2. Pola difraksi sinar X dari ZAL dan OH-ZAL

Hasil analisis dengan spektrofotometer inframerah (FT-IR) pada ZAL dan OH-ZAL dapat dilihat pada Gambar 3 yang menunjukkan bahwa ZAL mempunyai puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3444,54; 1642,24; 1054,59; 789,97; dan 468,17 cm^{-1} . Puncak pada bilangan gelombang 3444,54 cm^{-1} menunjukkan serapan dari gugus O-H pada zeolit terhidrasi. Hasil yang sama dengan karakter zeolit alam Wonosari dan zeolit alam Ponorogo pada kisaran 3442,7 dan 3448,5 cm^{-1} . Pita serapan pada daerah 3444,54 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur O-H dari molekul air yang teradsorpsi. Dan serapan pada 1642,24 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk gugus O-H dari molekul H_2O yang teradsorpsi. Hasil ini mendekati karakter zeolit alam Malang pada kisaran 1637,5 cm^{-1} (Herald, 2003). H_2O yang terjerap memberikan pita serapan pada daerah 3435 dan 1628 cm^{-1} (Carrado, 2001). Dalam penelitian lain melaporkan H_2O yang terjerap memberikan pita serapan pada daerah serapan 3424 dan 1628 cm^{-1} (Madejova, 2003).

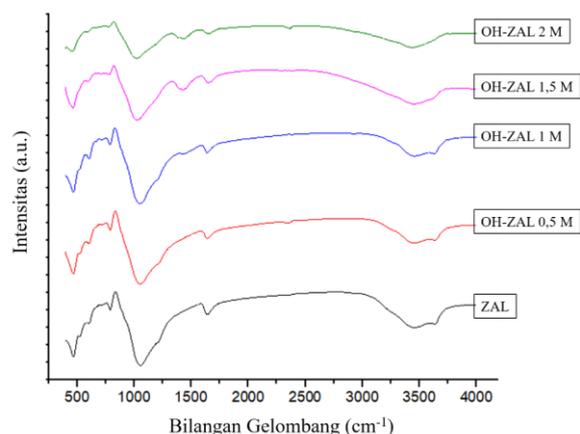
Puncak 1054,59 cm^{-1} adalah serapan yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris Si-O atau Al-O pada TO_4 . Intensitas serapan pada sekitar 1050 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur dari Si-O-Si untuk zeolit (Han et al., 1997). Puncak ini dapat dihubungkan dengan adanya gugus silanol (Si-O-H) dalam kerangka zeolit. Puncak 789,97 cm^{-1} merupakan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk simetris, vibrasi tekuk Si-O pada jalinan eksternal (kerangka zeolit).

Salah satu karakter zeolit adalah memiliki double ring yang ditunjukkan dengan

munculnya serapan pada daerah 600 – 550 cm^{-1} . Pada struktur zeolit terdapat jalinan internal dan jalinan eksternal. Double ring ini merupakan jalinan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan lainnya. Vibrasi tekuk dari Si-O dan Al-O pada kerangka aluminosilikat pada zeolit muncul pada daerah serapan sekitar 400 cm^{-1} . Adanya vibrasi ulur dan vibrasi tekuk dari Si-O dan Al-O menunjukkan telah terbentuknya kerangka aluminosilikat pada sampel tersebut (Saraswati, 2016).

ZAL yang telah dimodifikasi memiliki peningkatan serapan vibrasi O-H dari 3444,54 cm^{-1} menjadi 3456,37 cm^{-1} pada vibrasi ulur O-H dari air yang terserap, ini menandakan perlakuan basa dapat memperkuat struktur gugus O-H, prediksi ini diperkuat dengan meningkatnya vibrasi tekuk O-H dari H_2O yang teradsorpsi pada puncak 1642,24 cm^{-1} menjadi 1652,62 cm^{-1} pada OH-ZAL. Puncak baru juga muncul pada OH-ZAL 2 M pada bilangan gelombang 2363,72 cm^{-1} yang merupakan munculnya gugus baru yaitu gugus Si-OH, sesuai dengan puncak gelombang zeolit alam bayat (Supriatna, 1996), dan pada bilangan gelombang 1434,61 cm^{-1} muncul vibrasi tekuk O-H baru, sama halnya dengan OH-ZAL 1,5 M juga mempunyai puncak gelombang baru pada bilangan gelombang 1431,20 cm^{-1} walaupun serapan gugus fungsi O-H tidak sebesar OH-ZAL 2 M. Dari data ini mengkonfirmasi keberhasilan impregnasi KOH pada ZAL.

Serapan dari vibrasi ulur T-O pada puncak 1054,59 cm^{-1} mengalami penurunan menjadi 1028,41 cm^{-1} akibat perlakuan basa pada ZAL sehingga terjadi penurunan pada gugus Si-O dibuktikan dengan penurunan vibrasi tekuk T-O dari 789,97 cm^{-1} sampai tidak muncul puncak lagi pada OH-ZAL 1,5 M dan OH-ZAL 2 M, vibrasi tekuk Si-O pada jalinan eksternal (kerangka zeolit) ini merupakan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk simetris. Pada kisaran bilangan gelombang 420-500 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari ikatan T-O. Puncak ini merupakan interpretasi dari jalinan internal pada kerangka zeolit. Terdapat penurunan vibrasi tekuk ikatan T-O dari 468,17 cm^{-1} menjadi 456,74 cm^{-1} yang merupakan interpretasi dari vibrasi yang menunjukkan adanya struktur pori terbuka pada zeolit.



Gambar 3. Spektrum IR ZAL dan OH-ZAL

Tabel 1. Perbandingan spektrum IR ZAL dan berbagai variasi OH-ZAL

Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				
	ZAL	0,5M	1M	1,5M	2M
Vib ulur O-H	3444,54	3450,00	3452,80	3456,37	3432,01
Vib tekuk O-H	1642,24	1637,47	1639,57	1650,29	1652,62
Vib ulur TO4	1054,59	1053,47	1050,53	1028,41	1025,73
Vib tekuk T-O	789,97	789,90	788,73	-	-
Vib tekuk T-O	468,17	467,22	467,98	464,16	456,74

Proses sintesis biodiesel dapat dilihat pada Gambar 4 dan *yield* biodiesel yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 2. Dari Tabel 2 diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi KOH, maka aktivitas katalis OH-ZAL semakin meningkat. Hal ini dikarenakan semakin banyak situs aktif yang terdapat dalam katalis terlibat dalam reaksi. Untuk mengetahui mutu biodiesel hasil sintesis dilakukan karakterisasi meliputi penentuan kandungan metil ester dengan GCMS dan sifat fisik yang meliputi viskositas dan titik nyala (*flash point*).

Hasil analisa GC biodiesel dengan katalis OH-ZAL 2 M ditampilkan dalam Gambar 5. Gambar 5 menunjukkan terdapat 16 puncak kromatogram yang terdeteksi pada kromatografi. Selanjutnya dianalisis spektrometri massa dengan membandingkan pola fragmentasi yang diperoleh dengan standart WILEY229.LIB. Komponen utama senyawa biodiesel adalah metil ester pentadekanoat sebanyak 25,26%, metil ester linoleat sebanyak 9,22%, metil ester oktadekanoat sebanyak 38,59%, dan metil ester oleat 2,64%. Jumlah total metil ester yang terkandung dalam biodiesel tersebut 75,71% dan sisanya adalah pengotor. Nilai ini masih belum memenuhi Standar Biodiesel Indonesia

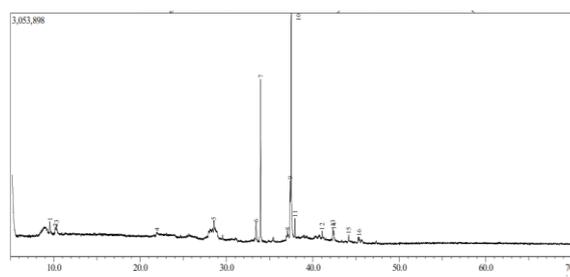
yaitu FBI-S01-03 yang minimum mengandung 96,5% metil ester.



Gambar 4. Proses sintesis biodiesel

Tabel 2. Yield biodiesel yang dihasilkan

Katalis	Yield (%)
ZAL	17,21
OH-ZAL 0.5M	18,97
OH-ZAL 1M	19,12
OH-ZAL 1.5 M	19,59
OH-ZAL 2M	20,25



Gambar 5. Kromatogram hasil analisis GCMS biodiesel yang dihasilkan

Viskositas kinematik merupakan daya tahan (resistensi) untuk mengalir dari fluida di bawah gravitasi. Standar Mutu Biodiesel Indonesia (SNI 7182:2015) mensyaratkan viskositas kinematik pada 40 °C dari biodiesel sebesar 2,3–6 mm²/s (cSt). Biodiesel yang dihasilkan dengan proses transesterifikasi menggunakan katalis OH-ZAL 2 M dan diuji menggunakan *Kinematic Viscometer-Normalab Analysis NVS210* dengan metode uji ASTM D-445 menghasilkan viskositas sebesar 0,95 mm²/s at 40 °C dan untuk CPO parit sebesar 38,94 mm²/s at 40° C. Terlihat viskositas sebelum dan sesudah diproses menurun, tetapi masih belum sesuai dengan syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015 yang berkisar pada 2,3-6 mm²/s. Nilai viskositas biodiesel yang dihasilkan masih lebih kecil dari syarat mutu biodiesel. Fenomena yang menyebabkan nilai viskositas yang kecil ini adalah karena adanya kandungan air dan sisa metanol yang terkandung didalam biodiesel.

4. KESIMPULAN

Aktivasi ZAL secara fisis menghasilkan ZAL yang lebih halus dan warna yang lebih putih dari pada sebelum aktivasi. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan ZAL merupakan jenis mineral klinoptilolit yaitu pada 2θ di daerah 9,907; 22,389; 22,748; 28,041; dan 30,027°. Terjadi pergeseran puncak pada 2θ di daerah 28,041° untuk ZAL menjadi 27,802° pada OH-ZAL 0,5 M dan terjadi penurunan intensitas yang menunjukkan adanya interaksi antara zeolit dengan KOH lalu terbentuk K₂O. Terbentuknya K₂O merupakan indikasi bahwa KOH yang terimpregnasi pada permukaan matriks zeolit telah termodifikasi melalui proses kalsinasi. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan semakin tinggi konsentrasi KOH maka vibrasi pada gugus fungsi O-H juga meningkat namun vibrasi pada gugus fungsi T-O menjadi menurun. Semakin tinggi konsentrasi KOH yang digunakan pada sintesis OH-ZAL menghasilkan OH-ZAL dengan aktivitas katalitik terbaik, sehingga *yield* biodiesel tertinggi diberikan oleh OH-ZAL 2 M sebesar 20,25%. Hasil karakterisasi biodiesel dengan GCMS menunjukkan kandungan metil ester 75,71% yang terdiri dari metil ester oktadekanoat 38,59%, pentadekanoat 25,26%, linoleat 9,22%, dan metil ester lainnya dengan persentase kecil. Pengukuran viskositas biodiesel sebesar 0,95 mm²/s pada 40°C dan untuk titik nyalanya sebesar 27,2°C, tetapi belum memenuhi syarat mutu biodiesel SNI 7182:2015

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian, Pengabdian kepada Masyarakat, dan Penjaminan Mutu (LP3M) Institut Teknologi Sumatera atas pembiayaan penelitian melalui Hibah Penelitian ITERA dengan kontrak penelitian Nomor: B/298/IT9.C1/PT.01.03/2019

DAFTAR PUSTAKA

Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), (2016), Outlook Energi Indonesia 2016: Pengembangan Energi untuk Mendukung Industri Hijau. *Perpustakaan Nasional RI: Katalog Dalam Terbitan (KDT)*, ISBN 978-602-74702-0-0, Hal. 27.

Fangrui, M., Milford, A., and Hanna, (1999), Biodiesel Production: A review, *J. Bioesurce Technol*, 70: 1–15.

Georgiev D., Bogdanov B.D., Angelova K., and Markovska I., (2009), Synthetic zeolites - structure, clasification, current trends in zeolite synthesis review, *International Science conference*, Stara Zagora, Bulgaria, 1-5.

Han, S., Mastsumoto, Y., and Yamanaka, S., (1997), Preparation of New Silica Sol-based Pillared Clays with High Surface Area and High Thermal Stability, *Chem. Mater*, 9: 2013–2018.

Herald, E. dan Sulistiyono, (2003), Characterization and Activation of Natural Zeolite from Ponorogo, *Indo J. Chem*, 3(2).

Kusdarto, (2008), Zeolit Alam di Indonesia. Pusat Sumber Daya Geologi, Badan Geologi Departemen Energi Dan Sumber Daya Mineral. *J. Zeolit Indones*, 7(2); 411–6723.

Madejova, L., (2003), Review: FTIR Techniques in Clay Mineral Studies. *Vibrational Spectroscopy*. 31(1): 1–10.

Nugroho, K., Gianinazzi, G., dan Widjaya-Adhi, I. P., (1997), Soil hydraulic properties of Indonesian peat. *biodiversity and sustainability of tropical peat and peatland In: Rieley and Page (Eds)*. Samara Publishing Ltd, Cardigan, UK. 147–156.

Razzak, M.T. and Las, T., (2013), The Characterization of Indonesian's Natural Zeolite for Water Filtration System, *valensi*, 3(2): 129–137

Rosika K. dan Nugroho, A., (2005), Aplikasi XRF (X-Ray Fluorescence) Untuk Analisa Unsur Dalam Bahan. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Nasional & Expo IPTEK MIPA, FMIPA Universitas Indonesia*, Depok.

Saraswati, I., (2016), Zeolite-a Synthesis from Glass. *J. Sains Dan Mat.*, 23(4): 112–115.

Suminta, S., (2003), Simulasi Pola Difraksi Sinar-X Berbagai Jenis Mineral Zeolit Alam Dengan Program Rietan, *J. Zeolit Indones*. 2(1): 45–54.

Supriatna, A., (1996), Kinetika serapan zeolit terhadap ion sianida, *Prosiding Seminar Nasional Kimia II*, FMIPA Universitas Islam Indonesia, Jakarta.

Syahputra, R., Permata, R. U., Hilmianti, M., Arif, N., dan Fitriati, A. E., (2017), Efek Konsentrasi Katalis OH-zeolit pada Produksi Biodiesel dengan Metode Elektrolisis, *PROSIDING SNIPS 2017*, 7–13.

Ulfayana S., Bahri, S., dan Helwani Z., (2013), Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis pada Tahap Transesterifikasi Pembuatan

- Biodiesel dari Sawit Off Grade, *Jom FTEKNIK*, 1(2): 5–10.
- Wenten, I. dan Nasution, M. H., (2010), Review Proses Produksi Biodiesel dengan Menggunakan Membran Reaktor, *Semin. Rekayasa Kim. dan Proses*, 1411–4216.
- Wustoni S., Mukti R.R., Wahyudi A., dan Ismunandar, (2011), Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia, *J. Mat. Sains*. 16: 158–160.
- Yuanita D., (2009), Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat menjadi Stearil Alkohol Menggunakan Katalis Ni/Zeolit Alam, *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY*, Yogyakarta. 1-8.