

**PEMANFAATAN KATALIS Al^{3+} -BENTONIT DAN
KATALIS KOH/CaO CANGKANG TELUR AYAM
DALAM KONVERSI MINYAK JELANTAH
MENJADI BIODIESEL**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Strata 1 dalam Ilmu Kimia



Oleh:

M. Yus Yunus

NIM: 1808036003

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG
2023**

**PEMANFAATAN KATALIS Al^{3+} -BENTONIT DAN KATALIS
KOH/CaO CANGKANG TELUR AYAM DALAM KONVERSI
MINYAK JELANTAH MENJADI BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh

M. YUS YUNUS

1808036003

**Disusun untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna
Memperoleh Gelar Sarjana Strata 1 dalam Ilmu Kimia**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UIN ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG**

2023

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : M. Yus Yunus

NIM : 1808036003

Jurusan : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul:

**PEMANFAATAN KATALIS Al^{3+} -BENTONIT DAN KATALIS
KOH/CaO CANGKANG TELUR AYAM DALAM KONVERSI
MINYAK JELANTAH MENJADI BIODIESEL**

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian/karya saya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 19 Juni 2023



Pembuat Pernyataan

M. Yus Yunus

NIM: 1808036003

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : **Pemanfaatan Katalis Al³⁺-Bentonit dan Katalis KOH/CaO Cangkang Telur Ayam dalam Konversi Minyak Jelantah menjadi Biodiesel**

Penulis : M. Yus Yunus

NIM : 1808036003

Jurusan : Kimia

Telah diujikan dalam sidang *tugas akhir* oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia

Semarang, 12 Juli 2023

DEWAN PENGUJI

Penguji I


Zidni Azizati, M.Sc.

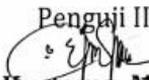
NIP. 199011172018012

Penguji II


Ika Nur Fitriani, M.Sc.

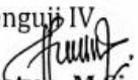
NIP. 19930331 201903 2 018

Penguji III


Kustomo, M.Sc.

NIP. 19880226 201903

Penguji IV


Mulyatun, M.Si.

NIP. 19830504 201101 2008

Pembimbing I


Mulyatun, M.Si.

NIP. 19830504 201101 2008

Pembimbing II


Drs. A. Hasmy Hashona, M.A.

NIP. 19640308 199303 1002

NOTA DINAS

Semarang, 19 Juni 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah dengan:

Judul : **Pemanfaatan Katalis Al^{3+} -Bentonit dan Katalis KOH/CaO Cangkang Telur Ayam dalam Konversi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel**

Nama : M. Yus Yunus

NIM : 1808036003

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Pembimbing I,



Mulyatun, M.Si.

NIP. 19830504 201101 2008

NOTA DINAS

Semarang, 19 Juni 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah dengan:

Judul : **Pemanfaatan Katalis Al^{3+} -Bentonit dan Katalis KOH/CaO Cangkang Telur Ayam dalam Konversi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel**

Nama : M. Yus Yunus

NIM : 1808036003

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Pembimbing II,



Drs. H. Achmad Hasmy Hashona, M.A.

NIP. 19640308 199303 1002

ABSTRAK

Judul : Pemanfaatan Katalis Al^{3+} -Bentonit dan Katalis KOH/CaO Cangkang Telur Ayam dalam Konversi Minyak Jelantah menjadi Biodiesel
Nama Penulis : M. Yus Yunus
NIM : 1808036003

Katalis Al^{3+} -Bentonit dan Katalis KOH/CaO cangkang telur ayam berhasil disintesis dan digunakan sebagai katalis pada konversi minyak jelantah menjadi biodiesel melalui dua tahap reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Hasil karakterisasi XRD katalis Al^{3+} -Bentonit menunjukkan puncak spesifik 2θ : $19,88^\circ$; $21,53^\circ$; $26,78^\circ$; $36,86^\circ$; dan $61,94^\circ$ yang menunjukkan adanya mineral monmorilonit, kuarsa dan ilit. Hasil difraktogram XRD KOH/CaO menunjukkan puncak-puncak khas milik CaO pada sudut 2θ : $17,96^\circ$; $54,30^\circ$; dan $62,51^\circ$. Adapun hasil karakterisasi FTIR Al^{3+} -Bentonit menghasilkan serapan pada panjang gelombang $506,99\text{ cm}^{-1}$; $794,62\text{ cm}^{-1}$; dan $1000,44\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya mineral montmorillonit dan kuarsa. Adapun hasil karakterisasi FTIR katalis CaO menunjukkan serapan pada panjang gelombang $523,05\text{ cm}^{-1}$; $875,84\text{ cm}^{-1}$; $1060,70\text{ cm}^{-1}$; $1444,55\text{ cm}^{-1}$; dan $3640,77\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ikatan CaO, CaCO_3 , dan Ca(OH)_2 . Hasil analisis menggunakan XRF didapatkan bahwa cangkang telur mengandung CaO sebesar 77,1% dan elemen terbesar berupa Ca. Pada tahap sintesis biodiesel digunakan dua tahap yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Tahap esterifikasi digunakan katalis Al^{3+} -Bentonit. Tahap transesterifikasi digunakan katalis KOH/CaO. Hasil Biodiesel paling optimal yaitu menggunakan katalis Al^{3+} -Bentonit 0,5 M dan 10% KOH/CaO. Dibuktikan dengan hasil Yield FAME% sebesar 78,25%. Biodiesel ini memiliki karakteristik %FFA sebesar 4,14%, mempunyai bilangan asam sebesar 9,08 mg-KOH/g, mempunyai jumlah kadar air 0,5%, densitas sebesar 0,882 g/mL, dan viskositas sebesar 29,51 cSt.

Kata kunci : Biodiesel, Minyak Jelantah, Al^{3+} -Bentonit, KOH/CaO Cangkang Telur

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Alhamdulillahirabbil 'alamiin puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, nikmat, serta dengan izin dan ridha-Nya penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW, Semoga kita termasuk umatnya yang mendapat syafaat kelak di hari akhir.
Aamin

Penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari adanya dorongan semangat, motivasi, serta doa dalam proses penyusunan skripsi ini. Pada kesempatan ini, penulis ucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Dr. Imam Taufiq, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Walisongo Semarang.
2. Dr. Ismail, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi.
3. Dr. Hj. Malikhatul Hidayah, M.Pd., M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia.
4. Mulyatun, M.Si. selaku Sekretaris Jurusan Kimia sekaligus dosen pembimbing 1 dan juga dosen wali yang telah memberikan bimbingan, kritik, saran, dukungan, serta motivasi kepada penulis.
5. Drs. Achmad Hasmy Hashona, M.A selaku pembimbing 2 yang telah memberikan arahan dan masukkan dalam penulisan skripsi ini
6. Segenap Dosen khususnya Program Studi Kimia, pegawai

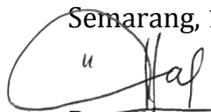
serta seluruh civitas akademik Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang yang telah banyak membantu dan memberikan ilmunya kepada penulis selama kuliah.

7. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai, Bapak Junaedi dan Ibu Tamiroh, serta keluarga yang senantiasa memberi dukungan, do'a dan semangat tiada henti kepada penulis.
8. Segenap Pengasuh dan keluarga besar Pondok Pesantren Bina Insani, yang telah merangkul penulis seperti keluarga sendiri dan memberikan motivasi kepada penulis.
9. Teman-teman mahasiswa Kimia khususnya angkatan 2018 yang telah memberikan warna, semangat, dan pengalaman selama berkuliah di UIN Walisongo.
10. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan dan masih harus disempurnakan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak, guna penyempurnaan. Dengan segala harapan dan doa, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Semarang, 19 Juni 2023


Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN KEASLIAN	ii
PENGESAHAN	iii
NOTA DINAS	iv
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	11
C. Tujuan Penelitian.....	11
D. Manfaat Penelitian	12
BAB II LANDASAN PUSTAKA	12
A. Kajian Teori.....	12
1. Minyak Jelantah	12
2. Biodiesel.....	15
3. Katalis.....	18
4. Bentonit.....	20
5. Pertukaran kation (<i>cation exchange</i>).....	23
6. CaO (Kalsium Oksida).....	25

7. Impregnasi	29
8. Esterifikasi	31
9. Transesterifikasi.....	33
10. <i>Gas Chromatography-Mass Spektrometry(GCMS)</i> ..	34
11. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	36
12. <i>Fourier Transform Infra Red (FT-IR)</i>	40
13. <i>X-Ray Fluorencence (XRF)</i>	45
B. Kajian Hasil Penelitian yang Relevan	47
C. Hipotesis.....	53
BAB III METODE PENELITIAN	54
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	54
B. Alat dan Bahan.....	54
1. Alat	54
2. Bahan.....	55
C. Metode	55
1. Pembuatan KOH 0,1 N.....	55
2. Pembuatan larutan baku oksalat 0,1 N	55
3. Pembuatan AlCl ₃ 1 M	56
4. Pembuatan Phenolphthalein 1%.....	56
5. Preparasi katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	57
6. Preparasi katalis CaO cangkang telur ayam.....	57
7. Preparasi katalis CaO impregnasi KOH.....	58
8. Pemurnian minyak jelantah.....	59
9. Karakterisasi Katalis.....	59
10. Sintesis biodiesel dari minyak jelantah	63

11. Karakterisasi biodiesel	66
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	72
A. Sintesis Katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	72
B. Sintesis Katalis CaO Cangkang Telur Ayam	74
C. Karakterisasi Katalis	78
1. Struktur Katalis.....	78
2. Gugus Fungsi Katalis.....	83
3. Keasaman dan Kebasaan Katalis.....	89
4. Kandungan Katalis CaO.....	93
D. Sintesis Biodiesel Minyak Jelantah.....	95
1. Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah menggunakan Katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	95
2. Reaksi Transesterifikasi menggunakan Katalis CaO Cangkang Telur Ayam.....	101
E. Karakterisasi Biodiesel.....	106
1. Analisis Kandungan Biodiesel dan Yield Biodiesel	106
2. Penentuan Kadar Air.....	111
3. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam	113
4. Penentuan Berat Jenis (Densitas).....	115
5. Penentuan Viskositas	116
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	116
A. Kesimpulan	116
B. Saran	118
DAFTAR PUSTAKA	119

LAMPIRAN.....	135
DAFTAR RIWAYAT HIDUP.....	187

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1. Kandungan Asam Lemak Minyak Jelantah	15
Tabel 2. 2. Mutu dan standar biodiesel di Indonesia.....	18
Tabel 2. 3. Hasil Uji XRF CaO cangkang telur	47
Tabel 3. 1. Mekanisme pencampuran minyak esterifikasi dan katalis basa.....	65
Tabel 4. 1. Perbandingan difraktogram XRD dari bentonit dan variasi katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	79
Tabel 4. 2. Hasil bilangan gelombang katalis bentonit dan Al ³⁺ -Bentonit	83
Tabel 4. 3. Hasil bilangan gelombang katalis KOH/CaO.....	86
Tabel 4. 4. Keasaman Katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	90
Tabel 4. 5. Hasil kebasaaan katalis CaO/KOH.....	92
Tabel 4.6. Hasil Uji XRF Berdasarkan Elemen.....	94
Tabel 4.7. Hasil Uji XRF Berdasarkan Logam Oksida	94
Tabel 4. 8. Hasil Analisis Kadar FFA dan Bilangan asam produk FAME hasil reaksi esterifikasi.....	100
Tabel 4. 9. Hasil Uji Kandungan Biodiesel dengan GCMS	107
Tabel 4. 10. Hasil % area biodiesel dengan katalis CaO	108
Tabel 4. 11. Hasil sisa % area kandungan biodiesel dengan katalis KOH/CaO.....	109
Tabel 4. 12. Hasil Yield Biodiesel dan Konversi FFA Biodiesel hasil sintesis	110
Tabel 4. 13. Hasil Uji Kadar Air Biodiesel.....	113

Tabel 4. 14. Hasil Uji Kadar FFA dan Bilangan Asam Biodiesel.....	114
Tabel 4. 15. Hasil Uji Densitas Biodiesel.....	115
Tabel 4. 16. Hasil Uji Viskositas Biodiesel.....	117

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1. Reaksi katalis CaO pada transesterifikasi	28
Gambar 2. 2. Reaksi esterifikasi	32
Gambar 2. 3. Reaksi Transesterifikasi	34
Gambar 2. 4. Difraktogram XRD Al ³⁺ -Bentonit	39
Gambar 2. 5. Difraktogram XRD KOH/CaO.....	40
Gambar 2. 6. Spektra FTIR Al ³⁺ -Bentonit	44
Gambar 2. 7. Spektra FTIR KOH/CaO	44
Gambar 4. 1. (a) tanpa modifikasi (b) modifikasi.....	74
Gambar 4. 2. (a) Tanpa Impregnasi (b) CaO Impregnasi.....	77
Gambar 4. 3. Spektra XRD katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	80
Gambar 4. 4. Spektra XRD katalis KOH/CaO	82
Gambar 4. 5. Spektra FTIR katalis Al ³⁺ -Bentonit.....	84
Gambar 4. 6. Spektra FTIR katalis KOH/CaO.....	87
Gambar 4. 7. Hasil Kebasaan katalis KOH/CaO	92
Gambar 4. 8. Difraktogram XRF Cangkang Telur	95
Gambar 4. 9. (a) 2 Lapisan, (b) minyak hasil pemisahan	99
Gambar 4. 10. Penyerangan metoksi pada trigliserida	103
Gambar 4. 11. Pembentukan biodiesel.....	104
Gambar 4. 12. Proses pencucian biodiesel	105
Gambar 4. 13. Biodiesel hasil transesterifikasi.....	106
Gambar 4. 14. Kromatogram GC-MS Biodiesel KOH/CaO	106

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Diagram Alir Prosedur Kerja.....	135
Lampiran 2: Dokumentasi Hasil Praktikum.....	151
Lampiran 3: Analisis Data	155
Lampiran 4: Kromatogram GC-MS Biodiesel.....	182

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi mengalami kemajuan besar secara berkesinambungan. Kondisi tersebut dibuktikan dari berbagai aspek kehidupan diantaranya moda transportasi, industri, dan lain sebagainya sudah mengalami pembaruan yang sangat pesat. Sejalan dengan semakin pesatnya teknologi tersebut, muncul permasalahan baru ketika ketersediaan bahan bakar fosil untuk menjalankan berbagai alat hasil kemajuan teknologi tersebut semakin menipis persediaannya. Terutama di Indonesia yang memiliki populasi lebih dari 200 juta penduduk, menjadikan bahan bakar fosil berupa minyak bumi sebagai sumber energi utama yang mendukung kegiatan sehari-hari (Padil *et al.*, 2012). Minyak bumi diketahui merupakan suatu energi tidak terbarukan yang dihasilkan dari fosil yang terkubur berjuta tahun lamanya. Pemakaian minyak bumi yang dilakukan secara terus menerus tanpa mempertimbangkan ketersediaanya di alam, maka akan menimbulkan permasalahan yang besar jika tidak segera dipikirkan solusinya. Berangkat dari permasalahan tersebut, penelitian terkait inovasi energi terba

rukan seperti nuklir, biomassa, energi angin, dan inovasi energi lainnya yang lebih ramah lingkungan semakin digencarkan. Hal tersebut tidak lain supaya permasalahan krisis energi dan dampak yang ditimbulkan pada lingkungan dapat teratasi (Arifin *et al.*, 2016).

Penegasan terkait bahan bakar tercantum pada Q.S. Yasin ayat 80 sebagai berikut.

الَّذِي جَعَلَ لَكُمْ مِنَ الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ نَارًا فَإِذَا أَنْتُمْ مِنْهُ تُوقِدُونَ (٨٠)

"Yaitu (Allah) yang menjadikan api untukmu dari kayu hijau, maka seketika itu kamu nyalakan (api) dari kayu itu" (Q.S Yasin : 80).

Pada potongan ayat di atas dijelaskan dalam tafsir *Al-Mishbah* karya Prof. Quraish Syihab bahwa kata kayu hijau dalam ayat tersebut merujuk pada tumbuhan yang mampu menarik kekuatan matahari untuk masuk pada diri tumbuhan itu sendiri. Pada tumbuhan terkandung zat hijau daun atau biasa disebut klorofil yang mampu menyerap karbon dioksida dari udara sehingga nantinya akan terjadi interaksi antara karbon dioksida dengan air yang diserap dari tanah kemudian akan digunakan dalam proses fotosintesis oleh tumbuhan untuk menghasilkan karbohidrat dibantu oleh sinar matahari. Interaksi tersebut yang akhirnya membuat kayu mengandung bermacam-macam unsur diantaranya karbon, hidrogen, dan oksigen. Komponen tersebut cocok dengan kandungan

yang ada pada minyak bumi yang dapat diolah oleh manusia menjadi bahan bakar.

Hasil produk pengolahan minyak bumi banyak macamnya. Salah satunya yang paling banyak digunakan yaitu bahan bakar Solar. Melansir data dari Kementerian dan Sumber Daya Mineral (ESDM) yang dipublikasikan oleh CNBC Indonesia menjelaskan bahwa konsumsi BBM di Indonesia pada tahun 2020 menunjukkan jumlah sebanyak 63,96 juta kiloliter (Arifin *et al.*, 2016). Jumlah tersebut diantaranya solar dan minyak tanah 14,39 juta kiloliter, Premium 8,44 juta kiloliter, BBM tanpa subsidi 41,13 juta kiloliter. Bahkan diprediksikan pada tahun 2021 konsumsi BBM akan meningkat menjadi 72,41 juta kiloliter. Kondisi tersebut menunjukkan jelas bahwa konsumsi BBM Negara Indonesia terus mengalami peningkatan seiring berjalannya waktu. Data tersebut juga menunjukkan bahwa solar merupakan salah satu diantara bahan bakar yang dominan digunakan oleh masyarakat Indonesia (Abryandoko, 2014).

Kekurangan bahan bakar solar diantaranya yaitu solar merupakan bahan bakar yang tidak dapat diperbarui. Disamping itu, solar juga menghasilkan banyak polusi yang didalamnya terdapat partikulat dibawah pengaruh dari faktor bahan bakar yang dinilai tidak bersih. Faktor tersebut diantaranya gas buang dari mesin berbahan

bakar solar masih banyak mengandung kotoran kasar yang dihasilkan karena pembakaran solar yang kurang optimal. Hal ini dapat menimbulkan gangguan kesehatan seperti iritasi pada kulit, mata perih, gangguan pernapasan dan merusak ginjal. Salah satu faktor lainnya adalah kombinasi udara yang dikompresi dengan bahan bakar yang disemprotkan. Hasil reaksi yang tidak seimbang akan menghasilkan gas yang mengandung partikulat berlebih dan akan menjadi polusi bagi lingkungan. Situasi tersebut menjadi alasan diperlukannya inovasi untuk menggantikan penggunaan bahan bakar solar dengan bahan bakar yang lebih bersahabat dengan lingkungan. (Abryandoko & Sutjahjo, 2014).

Inovasi untuk menanggulangi permasalahan bahan bakar terus digaungkan oleh pemerintah Indonesia. Hal tersebut sejalan dengan Peraturan Presiden Republik Indonesia No. 5 Tahun 2006 tentang Kebijakan energi nasional untuk mengembangkan sumber energi alternatif pengganti bahan bakar minyak (BBM). Selain itu, kebijakan tersebut juga dituangkan dalam Intruksi Presiden No. 1 Tahun 2006 tentang penyediaan dan pemanfaatan bahan bakar nabati (*biofuel*) sebagai bahan bakar lain. Kebijakan tersebut menjadi dasar terhadap banyak penelitian yang berusaha menemukan inovasi pada bahan bakar diantaranya penelitian terkait biodiesel

yang ternyata lebih bersahabat dengan lingkungan dibandingkan dengan solar (Anshary, Damayanti & Roesyadi, 2012). Pemroduksian biodiesel dapat dilakukan melalui reaksi transesterifikasi dengan penambahan katalis yang bersifat basa agar reaksi dapat berjalan lebih cepat. Salah satu keunggulan utama biodiesel adalah sifatnya yang ramah lingkungan. Biodiesel merupakan bahan bakar terbarukan yang diproduksi dari sumber daya alami seperti minyak nabati, lemak hewani, atau limbah organik. Penggunaan biodiesel mengurangi emisi gas rumah kaca, partikel, dan zat beracun lainnya ke atmosfer, sehingga dapat membantu mengurangi dampak negatif terhadap perubahan iklim dan kualitas udara (Sibarani, Zulfihardini, & Suarsa, 2020; Yulanda *et al.*, 2018).

Biodiesel biasanya diproduksi dari bahan minyak nabati. Salah satu alternatif yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jelantah. Pemilihan bahan pembuatan biodiesel menggunakan minyak jelantah dirasa sangat perlu mengingat penggunaan minyak goreng berbahan dasar kelapa sawit di Indonesia yang sangat tinggi. Menurut data dari *Global Agricultural Information Network USDA* tercatat penggunaan minyak goreng mencapai 13 Juta matrik ton pada tahun 2019. Jumlah konsumsi yang terpantau mengalami peningkatan dari

tahun ke tahun. Tahun 2017 dan 2018 tercatat berturut-turut yaitu 11 juta metrik ton dan 12 juta metrik ton. Kondisi tersebut memperkuat bahwa tingkat konsumsi yang tinggi juga berbanding lurus dengan hasil buangan dari proses tersebut. Oleh karena itu minyak jelantah yang dihasilkan dari jumlah konsumsi tersebut tentunya akan banyak. Minyak goreng yang sudah digunakan berulang kali akan mengalami degradasi karena proses hidrolisis, oksidasi, dan polimerisasi. Pada proses tersebut, terbentuk senyawa-senyawa lain seperti asam lemak bebas, alkohol, aldehid, keton, dan peroksida (Anwar *et al.*, 2016). Kondisi tersebut perlu ada perhatian khusus agar minyak jelantah tidak terbuang sia-sia. Salah satunya dengan mengubahnya menjadi biodiesel. Minyak bekas hasil proses penggorengan mampu dirubah menjadi biodiesel dengan melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Adapun proses esterifikasi memiliki tujuan untuk mengurangi kadar asam lemak bebas yang masih ada dalam minyak, sedangkan proses transesterifikasi bertujuan untuk mengubah trigliserida menjadi metil ester atau biodiesel (Arifin *et al.*, 2016).

Mekanisme reaksi dalam pembuatan biodiesel membutuhkan waktu yang relatif lama. Oleh karena itu, diperlukan adanya stimulus atau katalisator untuk mempercepat jalannya reaksi. Biasanya dalam pembuatan

biodiesel digunakan katalis sebagai bahan tambahan agar proses produksi dapat berjalan dengan cepat (Sibarani *et al.*, 2020). Katalis yang umum digunakan dalam proses produksi biodiesel dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Ditinjau dari segi keunggulan, katalis homogen lebih unggul dibandingkan katalis heterogen. Namun dalam pemisahan produk akhirnya harus melalui proses yang amat rumit sehingga katalis heterogen menjadi alternatif yang sangat baik meski tidak sebagus katalis homogen dalam mekanisme kerjanya. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi esterifikasi adalah asam kuat seperti HCl (asam klorida) dan H₂SO₄ (asam sulfat). Adapun katalis yang digunakan secara umum dalam reaksi transesterifikasi adalah CaO (kalsium oksida) dan MgO (magnesium oksida) (Arifin *et al.*, 2016).

Pada penelitian ini, digunakan katalis heterogen sebagai katalis untuk reaksi yang diteliti. Katalis tersebut yaitu Al³⁺-bentonit dan KOH/CaO dari cangkang telur. Katalis pertama yang dipakai adalah Al³⁺-Bentonit. Pemilihan katalis bentonit nantinya digunakan dalam reaksi esterifikasi. Bentonit pada umumnya dikenal sebagai bahan yang memiliki sifat basa. Proses modifikasi dengan kation Al³⁺ dilakukan untuk mengubah katalis bentonit menjadi bersifat asam. Bentonit yang terpillar

dengan Al^{3+} (aluminium) akan memiliki beberapa situs asam pada permukaan katalis yang dihasilkan oleh interaksi antara aluminium dan struktur tanah liat. Keasaman permukaan lempung terpillar merupakan jumlah situs asam Brønsted dan situs asam Lewis. Pada banyak kasus, kedua situs asam ini bermanfaat dalam reaksi katalitik dengan salah satu situs asam ini lebih dominan. Modifikasi yang dilakukan melibatkan pertukaran kation pada ruang antar lembaran aluminasilikat (*cation exchange*). Kation Al^{3+} dipilih karena memiliki densitas muatan *cation exchange* yang tertinggi di antara kation lainnya, yang pada gilirannya mempengaruhi jumlah situs asam dan daya polarisasi (Wijaya *et al.*, 2016).

Penelitian sebelumnya pernah dilakukan oleh Siti Maryam (2012) tentang pemanfaatan katalis Al^{3+} -bentonit dalam reaksi esterifikasi untuk mengubah asam palmitat menjadi metil palmitat. Metil palmitat itu sendiri merupakan salah satu dari metil ester (biodiesel). Hasil esterifikasi menunjukkan konversi sebesar 82,23% dengan menggunakan bentonit alam turen Malang. Penelitian selanjutnya pernah dilakukan oleh Ariesta Faulina F (2012) tentang penggunaan $\text{CaO}/\text{Al}^{3+}$ -bentonit dalam sintesis biodiesel dari minyak jarak pagar. Hasil uji katalis menghasilkan konversi sebesar 14,81% dengan waktu

reaksi 1 jam dan terus berkurang hasil konversi dengan bertambahnya waktu reaksi pada minyak jarak tanpa proses esterifikasi. Sedangkan pada minyak jarak yang sudah melalui proses esterifikasi menggunakan H_2SO_4 diperoleh hasil konversi sebesar 16,09% dalam waktu reaksi 1 jam dan terus bertambah hasil konversi seiring bertambahnya waktu pada reaksi. Penelitian yang telah dilakukan oleh Ariesta Faulina menggunakan CaO sintesis sebagai agen pengimpregnasi dari katalis dan setelah diteliti pada difraktogram masih muncul puncak dari $CaCO_3$ yang membuat katalis akan bekerja kurang efektif pada reaksi (Faulina F, 2012).

Katalis kedua yang digunakan yaitu katalis KOH/CaO cangkang telur. Senyawa CaO diperoleh melalui proses kalsinasi $CaCO_3$. Cangkang telur diketahui memiliki kandungan $CaCO_3$ yang cukup banyak. Prosentase kandungan senyawa pada cangkang telur yaitu $CaCO_3$ 94%, $MgCO_3$ 1%, $Ca_3(PO_4)_2$ 1% dan bahan-bahan organik sebanyak 4% (Sinta *et al.*, 2016). Kandungan $CaCO_3$ yang cukup banyak sehingga menjadi bahan ini cocok digunakan sebagai katalis. Selain karena persediaannya yang melimpah di alam, katalis yang dibuat dari cangkang telur ini efektif meningkatkan nilai guna dari cangkang telur itu sendiri yang dinilai sebagai limbah oleh masyarakat. Diketahui bahwa CaO memiliki sifat basa

sehingga efektif digunakan pada reaksi transesterifikasi (Ngadi *et al.*, 2017). Selain itu pada penelitian ini CaO diimpregnasikan dengan KOH dengan harapan budapat menambah nilai kebasaaan dari katalis.

Penelitian sebelumnya pernah dilakukan oleh Sinta *et al.* (2016) menjelaskan tentang penggunaan katalis CaO cangkang telur dalam konversi biodiesel minyak jerami padi. Menghasilkan konversi metil ester sebesar 90,8405% pada suhu 60°C. Penelitian yang lain pernah dilakukan oleh Oko & Feri (2019) tentang penggunaan katalis CaO cangkang telur yang di impregnasi KOH dalam konversi biodiesel dari minyak jarak pagar. Hasil konversi menghasilkan rendemen sebesar 96,0739% pada penambahan katalis 3%. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, data yang dinilai masih kurang optimal akan dikembangkan kembali dalam penelitian ini.

Oleh sebab itu, pada penelitian ini melakukan pengembangan dengan digunakannya dua katalis heterogen dan memisahkan antara katalis heterogen Al³⁺-bentonit dengan katalis heterogen CaO cangkang telur pada dua reaksi yang berbeda dan juga menggunakan minyak jelantah kelapa sawit sebagai bahan baku yang akan dikonversi menjadi biodiesel. Harapannya setelah dilakukan pengembangan tersebut, dapat menyempurnakan penelitian sebelumnya dengan hasil

meliputi karakteristik kedua katalis yang optimal jika digunakan dalam konversi biodiesel dari minyak jelantah kelapa sawit dan hasil konversi yang lebih banyak serta mudah dalam memisahkan hasil akhir konversi dari biodiesel tersebut.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur ayam?
2. Bagaimana pengaruh penambahan katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur ayam terhadap nilai FFA biodiesel dari minyak jelantah?
3. Bagaimana pengaruh penambahan katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur ayam terhadap yield dan kualitas biodiesel dari minyak jelantah?

C. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakteristik katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur.
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur ayam terhadap nilai FFA biodiesel dari minyak jelantah.
3. Untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur ayam terhadap yield dan kualitas biodiesel dari minyak jelantah.

D. Manfaat Penelitian

Untuk memberikan informasi terkait pemanfaatan katalis Al^{3+} -bentonit dan KOH/CaO cangkang telur dalam proses pembuatan biodiesel sebagai pengganti katalis homogen yang memiliki tingkat kesulitan dalam pemisahan. Penggunaan katalis Al^{3+} -bentonit dan KOH/CaO cangkang telur dapat lebih mudah dilakukan pemisahan karena merupakan katalis heterogen dan nantinya dapat digunakan kembali.

BAB II

LANDASAN PUSTAKA

A. Kajian Teori

1. Minyak Jelantah

Menurut Kamus Besar Bahasa Indonesia (KBBI) minyak jelantah adalah minyak goreng yang telah dipakai secara berulang kali. Ketika sudah dipakai berulang-ulang maka minyak tersebut akan mengalami perubahan dalam kandungan senyawa kimia karena didalamnya terjadi oksidasi asam lemak tidak jenuh yang dapat menghasilkan pembentukan gugus peroksida. dan monomersiklik contohnya terbentuknya asam lemak bebas (*Free Fatty Acid*). Pemilihan minyak jelantah sebagai bahan penelitian dikarenakan jumlah produksi minyak goreng yang mencapai 7,0 Juta ton pertahun menjadikannya objek yang sangat strategis untuk digunakan sebagai bahan pembuatan biodiesel (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2012; Suirta, 2009). Selain itu luas perkebunan kelapa sawit sebagai bahan utama pembuatan minyak goreng di Indonesia mencapai 3,5 juta hektar menjadikannya sumber energi yang akan terus menerus ada. Oleh karena itu, minyak jelantah sisa penggorengan yang sudah menjadi limbah dan sudah tidak terpakai seharusnya dimanfaatkan agar

tidak terbuang percuma dan juga tidak mencemari lingkungan. Salah satunya digunakan sebagai bahan pembuatan biodiesel. Ini menunjukkan bahwa tidak ada hal yang diciptakan sia-sia. Bahkan limbah minyak jelantah sekalipun masih bisa digunakan sebagai bahan yang masih bisa dimanfaatkan.

Hal tersebut di jelaskan apa yang sebutkan dalam Q.S. Ali Imran ayat 191 dibawah ini.

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ
وَالْاَرْضِ ۗ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بٰطِلًا ۗ سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

“(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka” (Q.S. Ali Imran : 191).

Ayat tersebut memberikan penjelasan bahwa semua penciptaan dari Allah Swt mempunyai manfaatnya masing-masing. Limbah sekalipun yang dianggap sudah tidak memiliki manfaat ternyata masih dapat digunakan. Hal ini menjadi tugas kita sebagai makhluk berakal untuk terus menggali kebermanfaatannya dari ciptaan Allah Swt dengan menemukan inovasi untuk digunakan sebagai media pendukung kesejahteraan bagi umat manusia.

Minyak jelantah mengandung asam lemak bebas yang terbentuk melalui reaksi oksidasi dan hidrolisis selama proses penggorengan. Asam lemak bebas, juga dikenal sebagai *free fatty acid* (FFA), merupakan bentuk asam lemak yang ada dalam minyak dalam bentuk tidak terikat sebagai bagian dari trigliserida. Reaksi tersebut dapat dipercepat oleh keberadaan air yang terkandung dalam bahan pangan yang sedang digoreng. Semakin tinggi frekuensi menggunakan minyak maka akan semakin tinggi juga kandungan asam lemak bebasnya. Kandungan asam lemak bebas dalam minyak dapat menyebabkan reaksi samping yang dikenal sebagai reaksi penyabunan. Jika proses pembuatan biodiesel dilakukan melalui proses transesterifikasi langsung, sabun yang terbentuk dapat mengganggu reaksi dan mempengaruhi proses pemurnian biodiesel (Irawan *et al.*, 2013).

Struktur rantai karbon pada minyak jelantah akan mengalami perubahan dibandingkan dengan minyak goreng yang belum digunakan akibat proses pemanasan dan kandungan bahan yang digoreng. Selama proses pemanasan, minyak mengalami tiga perubahan kimia yang signifikan. Pertama, terjadi pembentukan peroksida dalam asam lemak tidak jenuh. Kedua, peroksida tersebut mengalami dekomposisi dalam asam

lemak tidak jenuh. Ketiga, peroksida terdekomposisi menjadi senyawa karbonil, dan terjadi polimerisasi dalam minyak. Secara umum, minyak murni mengandung sekitar 98% trigliserida, sedangkan 2% sisanya terdiri dari komponen non-trigliserida seperti monogliserida dan digliserida, tokoferol, asam lemak bebas, komponen zat warna dan fosfolipid. Kandungan asam lemak pada minyak jelantah disajikan pada tabel 2.1. Sama halnya dengan minyak kelapa sawit, minyak jelantah juga mengandung asam lemak seperti asam palmitat, asam stearat, linoleat dan asam oleat (Wati Ibnu Hajar & Mufidah, 2016).

Tabel 2. 1. Kandungan Asam Lemak Minyak Jelantah (Suirta, 2009)

Asam Lemak	Kadar (%)	Rumus Molekul
Asam Miristat	1,1 - 2,5	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$
Asam Palmitat	40 - 46	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Asam Stearat	3,6 - 4,7	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Asam Oleat	39 - 45	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Asam Linoleat	7 - 11	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$

2. Biodiesel

Biodiesel merupakan salah satu alternatif bahan bakar yang digunakan untuk mesin diesel. Banyak riset yang menjelaskan bahwa banyak jenis minyak nabati atau hewani dapat digunakan untuk bahan baku pembuatan biodiesel. Hasil pembakaran dari biodiesel

tidak memiliki kontribusi terhadap tercemarnya atmosfer atas gas CO₂ yang dihasilkan. Biodiesel diproduksi dari bahan pertanian melalui proses fiksasi fotosintesis yang menghasilkan energi yang terikat dalam tumbuhan atau hewan sebagai sumber utama. Hal ini menjadikan biodiesel sebagai alternatif bahan bakar yang dapat diperbaharui dan berkelanjutan (Sibarani *et al.*, 2020; Yulanda *et al.*, 2018).

Biodiesel mempunyai karakteristik yang mirip dengan bahan bakar solar (diesel) sehingga dapat digunakan sebagai penggantinya dalam mesin diesel tanpa perlu melakukan perubahan yang signifikan pada mesin tersebut. Biodiesel memiliki sifat yang ramah lingkungan karena menghasilkan emisi gas buang yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan bahan bakar solar konvensional. Diantaranya bilangan asap yang rendah, bebas sulfur, dan angka cetana berkisar 57-62 sehingga biodiesel memiliki pembakaran yang lebih efisien, tidak menghasilkan emisi beracun, dan memiliki dampak lingkungan yang minimal. Hal ini menandakan bahwa biodiesel merupakan bahan bakar yang bersahabat dengan lingkungan dan dapat menjadi pengganti dari BBM konvensional yang berasal dari fosil (Abukhadra & Sayed, 2018).

Biodiesel secara ilmiah adalah hasil dari reaksi esterifikasi antara lipid terbarukan dan alkohol, yang menghasilkan campuran ester monoalkil dari asam lemak rantai panjang. Biodiesel mampu diproduksi dengan memakai sumber nabati maupun hewani. Sumber tersebut termasuk diantaranya yaitu kedelai, biji kapas, biji bunga matahari, kelapa, jagung, jarak dan sejenisnya. Biodiesel atau metil ester dapat dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam atau basa. Adapun katalis basa terpilih sebagai katalis terbaik dalam proses produksi biodiesel berdasarkan efisiensi maksimum metil ester (Mohadesi *et al.*, 2020).

Terkait dengan standar biodiesel yang diperbolehkan di Indonesia melalui Badan Standarisasi Nasional telah menetapkan Standar Nasional untuk produk biodiesel yang parameternya di sajikan dalam tabel 2.2. Standar ini dijadikan acuan apakah biodiesel tersebut layak digunakan sebagai bahan bakar pada mesin diesel. Adapun parameter yang ada sudah dilakukan uji oleh para pakar sehingga dapat dinyatakan aman sebagai bahan bakar pada mesin diesel. Terutama digunakan sebagai campuran pada solar (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2012).

Tabel 2. 2. Mutu dan standar biodiesel di Indonesia

No.	Parameter	Satuan	Nilai	Metode Uji
1.	Massa jenis pada 40 °C	Kg/m ³	850 - 890	ASTM D 1298
2.	Angka setana	-	Min. 51	ASTM D 613
3.	Viskositas kinematik pada 40 °C	Mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0	ASTM D 445
4.	Titik kabut	°C	Maks. 18	ASTM D 2500
5.	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C	Min. 100	ASTM D 93
7.	Angka asam	Mg-KOH/g	Maks. 0,8	ASTM Cd 3d-63 1298
6.	Air dan sedimen	%-vol	Maks. 0,05*	ASTM D-664 ASTM D 2709 ASTM D-1796

3. Katalis

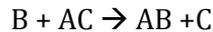
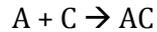
Katalis merupakan bahan yang dapat mempengaruhi kelajuan suatu proses reaksi. Suatu reaksi akan berjalan lebih cepat ketika ditambahkan katalis karena salah satu keunggulan katalis yaitu dapat menurunkan energi aktivasi dari suatu reaksi. Katalis dapat diartikan sebagai substansi yang meningkatkan kecepatan reaksi kimia pada suhu tertentu tanpa mengalami perubahan atau habis dalam proses reaksi tersebut. Katalis memiliki peran dalam suatu reaksi namun bukan menjadi reaktan maupun produk. Suatu katalis menyediakan suatu jalur dengan energi aktivasi yang lebih minimum sehingga mengurangi energi

aktivasi yang diperlukan dalam reaksi sehingga reaksi mampu berjalan lebih cepat. Katalis dapat dibagi menjadi dua kategori utama, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen berada dalam fase yang sama dengan senyawa yang sedang bereaksi. Sedangkan katalis heterogen yaitu katalis yang ada dalam fase tidak sama dengan pereaksi dalam reaksi yang sedang dikatalisis (Purnami *et al.*, 2015).

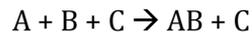
Salah satu contoh sederhana tentang peranan katalis heterogen adalah katalis ini menyediakan permukaan di mana reaktan dapat teradsorpsi sementara. Pada katalisis heterogen, padatan katalis menawarkan permukaan yang luas, memungkinkan interaksi antara reaktan dan katalis melalui proses adsorpsi. Melalui interaksi ini, katalis memfasilitasi reaksi kimia dengan meningkatkan peluang kontak antara reaktan, mengoptimalkan efisiensi reaksi katalitik. Ikatan dalam substrat menjadi lemah sehingga memungkinkan terbentuknya produk baru (Purnami *et al.*, 2015).

Selanjutnya, ikatan antara produk dan katalis menjadi lebih lemah sehingga produk akhir dapat terlepas. Di sisi lain, katalis homogen bereaksi dengan satu atau lebih reaktan untuk membentuk suatu intermediate kimia, yang kemudian bereaksi

membentuk produk akhir dalam suatu proses yang mengembalikan katalis ke keadaan semula. Berikut merupakan skema umum reaksi katalitik, dimana C melambangkan katalisnya:



Walaupun pada reaksi ke satu agen pengkatalisis ikut berikatan, namun dalam reaksi yang kedua diregenerasi sehingga proses kimia keseluruhannya menjadi sebagai berikut (Purnami *et al.*, 2015):



4. Bentonit

Bentonit dapat digunakan sebagai katalis heterogen yang sangat potensial dalam berbagai reaksi. Salah satunya dalam pembuatan bahan bakar biodiesel. Bentonit berperan dalam memfasilitasi pemisahan asam lemak dalam minyak nabati (Sibarani *et al.*, 2020). Selain itu penggunaan bentonit juga dapat dijadikan sebagai adsorben. Bentonit bekerja dengan mengikat zat-zat target pada permukaan mereka. Molekul atau partikel target menempel pada permukaan bentonit melalui gaya-gaya antarmolekul, seperti gaya van der Waals atau gaya elektrostatis. Sangat memadai untuk digunakan secara

berkesinambungan mengingat ongkos yang lebih murah serta kelimpahannya yang banyak di alam. Keuntungan lainnya bentonit merupakan suatu bahan yang mengandung *montmorillonit* sebanyak 85%. Adapun komponennya berupa alumina serta silika dengan komponen lainnya yaitu Mg, K, Fe, Ca, Na, dan Ti. Selain itu, bentonit mempunyai luas permukaan yang besar dan sifat penukar ion sehingga sangat mungkin penggunaannya dalam reaksi sebagai katalis maupun adsorben dapat memberikan hasil yang bagus (Anwar *et al.*, 2016).

Bentonit jika ditinjau dari zat penyusunnya merupakan mineral lempung alam yang memiliki struktur berlapis. Adapun lapisan tersebut termasuk ke dalam kelompok *smektit phyllosilikat* diantaranya *montmorillonite*, *saponite*, *beidellite*, *nontronite*, dan *hectorite*. Tanah liat berlapis ini memiliki dua lembaran silika tetrahedral serta satu lembar oktahedral yang merupakan pusat dari alumina. Selain itu mineral yang ada dibentonit memiliki kemampuan mengembang yang tinggi, terutama di pengaruhi oleh pertukaran kation yang terletak pada ruang basal lempung (Kıpçak & Kalpazan, 2020). Karakteristik lempung bentonit sebagai katalis adalah luas permukaan dan aktifitas yang tinggi. Penggunaan bentonit bukan berarti tidak

ada kelemahan. Adapun kelemahan dari penggunaan katalis bentonit yaitu stabilitas termal dan hidrotermal yang rendah.

Penggunaan katalis Al^{3+} -Bentonit dalam proses esterifikasi pembuatan biodiesel diharapkan dapat menambah jumlah konversi yang dihasilkan. Hal tersebut diperkuat dengan adanya penelitian tentang bentonit yang dikombinasikan dengan ion logam Al^{3+} terbukti dapat meningkatkan volume total pori dan luas permukaan spesifik dari bentonit itu sendiri. Penelitian yang dilakukan oleh Puji Wahyuningsih *et.al* (2014) menjelaskan bahwa bentonit berpilar Al_2O_3 dapat meningkatkan hasil dari proses esterifikasi pada etil asetat. Proses bertambah besarnya luas permukaan spesifik dan volume total pori dapat membuat reaktan yang teradsorpsi lebih banyak dan kemungkinan terjadi reaksi antar molekul reaktan menjadi lebih besar (Wahyuningsih *et al.*, 2014).

Reaksi esterifikasi yang terjadi pada pembuatan biodiesel menggunakan katalis bentonit berpilar Al^{3+} kurang lebih sama dengan esterifikasi pada penelitian sebelumnya. Minyak jelantah yang dicampurkan dengan katalis bentonit nanti akan teradsorpsi dalam jumlah banyak dan dapat menghasilkan biodiesel yang banyak pula. Penelitian yang dilakukan oleh Puji

Wahyuningsih et.al (2014) menunjukkan juga bahwa besar aktivitas katalitik dari bentonit yang berpilar Al^{3+} tidak terpengaruhi oleh keasaman permukaan melainkan pemisahan asam lemak dalam minyak nabati dipengaruhi oleh karakteristik permukaan material bentonit, seperti luas permukaan dan volume total pori. Kondisi-kondisi tersebut secara tidak langsung memengaruhi laju reaksi melalui pengendalian difusi reaktan ke dalam katalis yang pada akhirnya berdampak pada jumlah produk yang dihasilkan, termasuk biodiesel itu sendiri.

5. Pertukaran kation (*cation exchange*)

Bentonit sebagai katalis yang banyak digunakan dalam penelitian ternyata memiliki struktur yang berlapis-lapis. Bentonit juga memiliki kemampuan yaitu kation antar lapisan didalamnya dapat dipertukarkan. Kondisi tersebut dapat digunakan sebagai sebuah perubahan terhadap sifat asam yang dapat dilakukan dengan pertukaran ion sederhana (Bhatti *et al.*, 2020). Montmorillonit dari lempung smektit terdiri dari lapisan bermuatan dan interlayer yang memiliki kandungan kationik. Spesies kationik yang ada didalamnya dapat dengan mudah digantikan oleh polikation logam lainnya. Montmorillonit dalam hal

ini termasuk bentonit didalamnya memiliki potensi besar sebagai katalis asam padat (Mitsudome *et al.*, 2012). Sehingga dapat dikatakan bahwa menjadi suatu hal yang mungkin jika bentonit dapat dipertukarkan kationnya dengan Al^{3+} .

Tanah liat montmorillonite sebagai asam padat telah ditukar dengan seri atom logam diantaranya Al^{3+} , Fe^{3+} , dan Zn^{2+} yang digunakan pada hidroksialkylasi p-kresol dengan formaldehida. Montmorillonite termasuk kedalam anggota lempung smektit. Memiliki struktur dengan perbandingan 2:1 yaitu antara lapisan oktahedral Al diapit diantara dua tetrahedral lapisan silikon terkoordinasi dengan oksigen. Kondisi tersebut menunjukkan keasaman lemah secara keseluruhan. Lembaran kristal negatif aluminosilikat bermuatan diseimbangkan oleh kation terhidrasi diantaranya Na^+ , K^+ , dan Ca^{2+} di dalam layer montmorillonit. Hal yang paling menarik pada lempung smektit adalah interkalasi pengembangan dan kapasitas tukar kation yang meningkatkan sifat katalitik dari lempung smektit. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan cara tanah liat smektit dicelupkan kedalam larutan kation logam, baik interkalasi molekul air dan terjadi pembengkakan. Tanah liat yang ditanggihkan dapat dengan bebas bertukar kation interlayer untuk kation logam lain

dalam larutan. Hal ini secara langsung dapat meningkatkan keasaman dari tanah liat itu sendiri (Jha *et al.*, 2013).

Pada umumnya, ion aluminium (Al^{3+}) memiliki afinitas terhadap air yang tinggi dan dapat berinteraksi dengan air di dalam pori-pori bentonit. Interaksi ini dapat menghasilkan pembentukan situs asam Brønsted dan Lewis pada permukaan bentonit. Situs asam Brønsted terbentuk ketika proton (H^+) dari air yang terikat pada aluminium digantikan oleh ion logam lainnya, seperti magnesium (Mg^{2+}) atau natrium (Na^+), yang ada pada lapisan tanah liat bentonit. Situs asam Lewis, di sisi lain terbentuk ketika ion aluminium berinteraksi dengan molekul-molekul reaktan yang masuk ke dalam struktur katalis (Wijaya *et al.*, 2016).

6. CaO (Kalsium Oksida)

CaO (kalsium oksida) bukanlah logam alkali oksida, tetapi termasuk dalam kelompok oksida logam alkali tanah. CaO adalah senyawa yang sering ditemukan di alam, terutama dalam bentuk batu kapur dan gamping. Selain itu, kalsium oksida (CaO) juga sering digunakan dalam proses transesterifikasi karena memiliki beberapa keunggulan. CaO memiliki kelarutan yang rendah dalam metanol, toksisitas yang ringan,

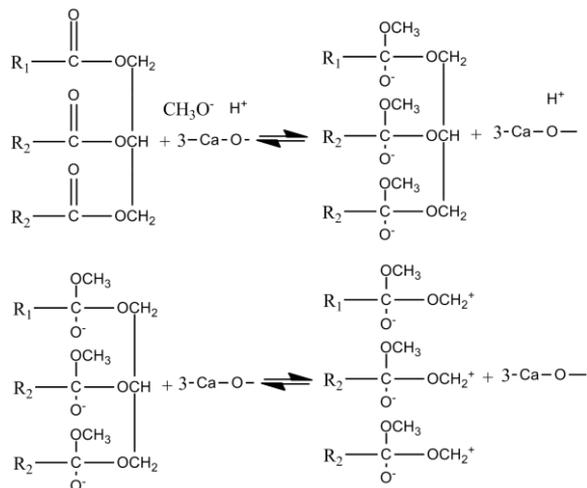
ketersediaan yang melimpah di alam sehingga harganya relatif murah, dan tingkat kebasaaan yang tinggi. Sifat-sifat ini memungkinkan CaO untuk memberikan hasil yield ester yang tinggi dalam reaksi transesterifikasi. (Ruhaiya *et al.*, 2020).

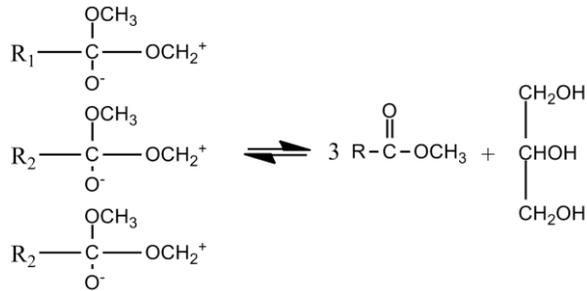
Salah satu keunggulan katalis CaO adalah sifat padatnya, memudahkan dalam pemisahan dalam pembuatan biodiesel. Dengan demikian, katalis tersebut dapat dipisahkan dengan mudah dari produk reaksi dan digunakan kembali. Ini membantu meningkatkan efisiensi dan mengurangi biaya dalam proses produksi biodiesel. Terdapat kekurangan pada katalis CaO, yaitu reaktivitasnya terhadap udara yang mengandung air dapat menyebabkan pembentukan Ca(OH)_2 . Hal ini dapat mengurangi aktivitas katalitiknya. Upaya mengatasi kekurangan tersebut, metode impregnasi basah sering digunakan untuk mengintroduksi logam tambahan ke dalam katalis CaO. (Oko & Feri, 2019).

Senyawa CaO dapat diproduksi melalui beberapa metode, salah satunya adalah dengan mendekomposisi kalsium karbonat (CaCO_3) atau kalsium hidroksida (Ca(OH)_2). Selain itu, limbah kulit telur juga dapat digunakan sebagai bahan baku untuk menghasilkan CaO. Selain menggunakan bahan baku seperti CaCO_3

atau $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaO juga dapat dihasilkan dari cangkang kerang darah yang merupakan sumber kalsium. Kandungan CaCO_3 dalam cangkang kerang darah dapat mengalami dekomposisi menjadi CaO , yang kemudian dapat digunakan sebagai katalis heterogen dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit. Berbagai sumber seperti cangkang bekicot, kombinasi CaOZnO , batu kapur, dan CaO/h-ZSM-5 dapat menghasilkan CaO yang digunakan sebagai katalis heterogen dalam pembuatan biodiesel. (Ruhaiya *et al.*, 2020).

Jika menggunakan CaO sebagai katalis pembuatan biodiesel akan terjadi reaksi seperti berikut:





Gambar 2. 1. Reaksi katalis CaO pada transesterifikasi (Indah *et al.*, 2011)

Penelitian yang pernah dilakukan oleh Syarifudin Oko & Mohammad Feri (2019) dalam pembuatan biodiesel berbahan minyak jarak memakai katalis CaO cangkang telur yang telah diimpregnasi dengan KOH menghasilkan hasil biodiesel terbaik pada variasi katalis CaO cangkang telur 3% (b/b) pada proses transesterifikasi dengan jumlah rendemen yang dihasilkan sebesar 96,0739 % dengan viskositas, densitas, dan kadar air yang sudah sesuai dengan standar SNI 1782:2015.

Mekanisme yang terjadi pada reaksi metanolisis menggunakan katalis CaO cangkang telur terjadi beberapa tahap. Seperti pada gambar 1, reaksi dimulai dengan terjerapnya alkohol (R-OH) dalam *molecular adsorption*. Adapun reaksi berikutnya terjadi interaksi (surface diffusion) yang menyebabkan ikatan dari alkohol yang masih terjerap menjadi lemah. Pada reaksi

tersebut, spesies aktif RO- teradsorpsi pada permukaan Ca dan kemudian menyerang atom karbon (C) pada gugus karbonil trigliserida. Akibatnya, RO- berikatan dengan atom C tersebut. Setelah terbentuknya ikatan, terjadi pemutusan ikatan yang menghasilkan satu alkil ester asam lemak dan digliserida anion. Pada tahap selanjutnya, proton (H⁺) berpindah ke digliserida anion dan berikatan dengan oksigen. Mekanisme ini terjadi dua kali secara berurutan, menghasilkan tiga alkil monoester (biodiesel) dan gliserol (Padil *et al.*, 2012)

7. Impregnasi

Impregnasi menjadi salah satu metode modifikasi dalam meningkatkan aktivitas katalitik dari katalis CaO cangkang telur. Impregnasi adalah metode persiapan katalis di mana komponen aktif ditempelkan ke dalam komponen pendukung atau support, seperti dalam kasus katalis CaO dari cangkang telur. Adapun ketika aktivitas katalitik katalis meningkat, nantinya juga akan meningkatkan konversi dari minyak jelantah menjadi biodiesel (Ardiansah *et al.*, 2020). Impregnasi dapat dikatakan sebagai metode deposisi yang sederhana dan cepat dalam menempelkan komponen aktif ke dalam support katalis. Tujuan dari impregnasi adalah untuk mengisi pori-pori dengan larutan garam logam dengan

konsentrasi yang sesuai dan memberikan muatan yang tepat pada support katalis.

Terdapat dua jenis metode impregnasi diantaranya impregnasi basah dan kering. Pada metode impregnasi basah, penyangga katalis direndam atau dicelupkan dalam larutan impregnan yang memiliki kelebihan volume. Metode impregnasi basah memiliki kelemahan di mana konsentrasi logam yang terdispersi pada penyangga jauh lebih kecil dibandingkan konsentrasi larutan impregnan. Selain itu, terbentuknya lumpur atau endapan (mud) dalam proses ini membuat sulit untuk menggunakan kembali larutan impregnan. Pada metode impregnasi kering, penyangga dikontakkan dengan larutan impregnan dalam volume yang sama dengan volume pori penyangga. Keuntungan dari metode impregnasi kering adalah akurasi dalam pengontrolan komponen aktif yang akan digabungkan dalam katalis. Namun, kelemahannya adalah sulit untuk mencapai persentase berat komponen aktif yang tinggi dalam pembuatan katalis (Ardiansah *et al.*, 2020).

Impregnasi basah diterapkan pada penelitian ini. Impregnasi basah adalah metode yang paling mudah dan sederhana dalam sintesis katalis yang didukung. Metode impregnasi basah memberikan distribusi yang

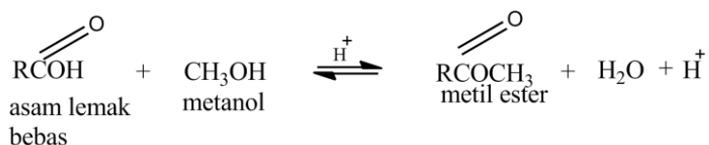
merata dari komponen katalis pada permukaan, sehingga sangat efektif dalam reaksi transesterifikasi. Kombinasi oksida CaO dengan oksida logam lain dapat mempengaruhi karakteristik luas permukaan CaO dan sifat kebasaaan katalis. Luas permukaan katalis memainkan peran penting dalam aktivitas katalitiknya. Luas permukaan yang besar memungkinkan adanya lebih banyak situs aktif yang terdistribusi di permukaan katalis, meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi antara reaktan dengan situs aktif tersebut (Oko & Feri, 2019).

8. Esterifikasi

Esterifikasi adalah proses kimia dimana asam lemak bebas bereaksi dengan alkohol untuk menghasilkan air dan ester. Dalam reaksi ini, gugus asam pada asam lemak berikatan dengan gugus alkohol pada molekul alkohol, membentuk ikatan ester. Selama reaksi, air juga terbentuk sebagai produk sampingan. Ester yang dihasilkan memiliki struktur kimia yang berbeda dari asam lemak dan alkohol awal, dan sering digunakan dalam industri untuk berbagai aplikasi, termasuk produksi biodiesel. Pada percobaan ini, metanol digunakan sebagai alkohol reaktan dalam reaksi esterifikasi. Metanol dipilih karena memiliki

berat molekul yang ringan, sehingga dapat lebih mudah berinteraksi dengan asam lemak bebas. Keuntungan lain dari menggunakan metanol adalah waktu reaksi yang lebih cepat dibandingkan dengan alkohol lainnya, seperti etanol (Ahmad *et al.*, 2016).

Dalam reaksi esterifikasi, katalis asam seperti H_2SO_4 (asam sulfat) atau HCl (asam klorida) sering digunakan. Katalis asam berperan dalam mempercepat reaksi dan meningkatkan yield ester yang dihasilkan. Katalis asam ini bekerja dengan membentuk ikatan dengan gugus asam pada asam lemak, sehingga memfasilitasi terjadinya reaksi antara asam lemak dan metanol. Penggunaan katalis asam dalam esterifikasi memberikan keuntungan karena katalis tersebut mudah tersedia dan relatif murah. Namun, perlu diingat bahwa katalis asam bersifat korosif dan harus digunakan dengan hati-hati dalam proses reaksi. Berikut adalah reaksi esterifikasi:



Gambar 2. 2. Reaksi esterifikasi (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2012)

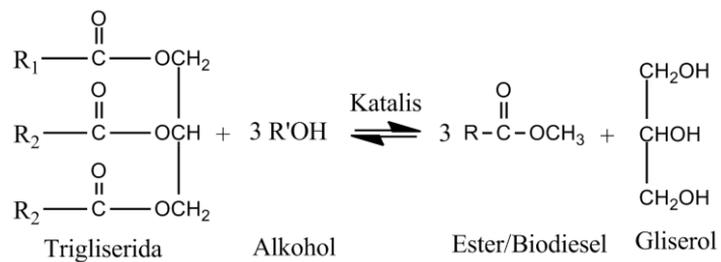
Pada penelitian ini digunakan katalis Al^{3+} -Bentonit pada reaksi esterifikasi. Ketika Al^{3+} -Bentonit yang memiliki sifat asam ini direaksikan akan memberikan hasil reaksi yang sama dengan hasil reaksi dengan katalis asam lainnya. Harapannya dengan katalis yang heterogen ini dapat meningkatkan jumlah rendemen dan juga mudah dalam proses pemisahan dengan hasil produksi nantinya.

9. Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi adalah reaksi kimia yang mengubah trigliserida (misalnya minyak nabati) menjadi ester dengan mempergunakan senyawa ester sebagai salah satu pereaksinya. Dalam reaksi ini, terjadi pemecahan ikatan ester pada trigliserida dan migrasi gugus alkil dari senyawa ester lain ke dalam trigliserida, menghasilkan ester baru yang disebut biodiesel (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2012). Proses transesterifikasi biasanya melibatkan penggunaan katalis, seperti katalis alkali (misalnya KOH atau NaOH) atau katalis asam (misalnya H_2SO_4 atau HCl). Katalis ini mempercepat reaksi dan meningkatkan efisiensi konversi trigliserida menjadi ester biodiesel.

Prinsip yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi ini adalah proses mengeluarkan

gliserol dari minyak yang akan membuat asam lemak bebas bereaksi dengan alkohol menjadi biodiesel memakai katalis basa. Pada reaksi transesterifikasi, katalis berperan dalam pemecahan rantai kimia minyak nabati, sehingga rantai ester minyak nabati terlepas. Kemudian, alkohol bereaksi dengan rantai ester yang terlepas, membentuk senyawa metil ester (biodiesel) dan gliserol sebagai produk sampingan (Ahmad *et al.*, 2016). Berikut adalah reaksi Transesterifikasi:



Gambar 2. 3. Reaksi Transesterifikasi (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2012)

10. Gas Chromatography-Mass Spektrometry(GCMS)

Teknik GC, yang merupakan singkatan dari Gas Chromatography, diperkenalkan pertama kali oleh James dan Martin di tahun 1952. Teknik GC merupakan salah satu metode kromatografi yang digunakan khusus untuk mendeteksi senyawa-senyawa yang mudah menguap. Teknik GC dapat digunakan untuk

mendeteksi senyawa-senyawa yang mudah menguap pada kondisi vakum tinggi dan tekanan rendah, serta dapat dipanaskan. Pada kromatografi gas, prinsip dasarnya adalah cuplikan akan tersebar (mengalami pemisahan) pada fase diam, sementara gas sebagai fase gerak akan mengelusi (mengalir) melalui fase diam. Instrumen ini bekerja dengan mengalirkan fase gas di bawah tekanan melalui pipa yang dipanaskan dan dilapisi dengan fase diam dalam bentuk cair atau dikemas dalam bentuk fase diam yang terikat pada suatu penyangga padat. Analit hasil reaksi dimuat ke atas kolom melalui portal injeksi yang dipanaskan. Suhu pemanas dijaga agar meningkat secara bertahap. Proses pemisahan komponen terjadi saat komponen-komponen berinteraksi dengan fase diam dalam kolom. Pemisahan tergantung pada waktu yang diperlukan oleh komponen-komponen dalam fase diam. Saat ini, GC sering digunakan bersama dengan instrumen lain seperti Mass-Spectrometer (MS) (Darmapatni *et al.*, 2016).

Spektrometer massa digunakan untuk mengidentifikasi senyawa dengan menentukan berat molekul dan rumus molekul dari senyawa yang sedang dianalisis. Prinsip dasar dari spektrometer massa (MS) adalah mengionisasi senyawa kimia yang sedang

dianalisis untuk menghasilkan ion bermuatan positif. Ion-ion ini kemudian dipisahkan berdasarkan rasio massa/muatan (m/z) mereka dalam spektrometer massa, yang kemudian diukur dan digunakan untuk identifikasi senyawa tersebut. Setelah terionisasi, ion-ion tersebut diarahkan ke medan magnet yang mengubah jalur gerakan mereka berdasarkan rasio massa/muatan. Medan magnet akan membengkokkan jalur gerakan ion, yang memungkinkan untuk menentukan bobot molekul serta bobot molekul fragmen yang dihasilkan. Detektor dalam spektrometer massa mengukur arus yang dihasilkan saat ion melewatinya atau bertumbukan dengan permukaan detektor. Hal ini memungkinkan pemindaian massa dan perhitungan rasio massa/ke muatan (m/z) dari ion-ion tersebut. Terdapat empat tahap dalam spektrometri massa, yaitu ionisasi, percepatan, pembelokan, dan deteksi (Darmapatni *et al.*, 2016).

11. X-Ray Diffraction (XRD)

Spektroskopi difraksi sinar-X (X-ray diffraction/XRD) adalah metode karakterisasi material yang populer dan banyak digunakan hingga saat ini. Instrumen XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dalam suatu material dengan menganalisis pola

difraksi sinar-X yang dihasilkan oleh interaksi sinar-X dengan struktur kisi kristal. Metode ini juga digunakan untuk menentukan parameter struktur kisi, seperti jarak antaratom dan sudut antarbidang, serta untuk memperoleh informasi tentang ukuran partikel kristal, termasuk ukuran partikel nano. Difraksi sinar-X terjadi ketika sinar-X dipantulkan atau dibelokkan oleh atom-atom dalam struktur kristal. Persamaan Bragg disajikan pada persamaan 2.1. digunakan untuk menggambarkan kondisi interferensi konstruktif dalam difraksi sinar-X pada kisi kristal (Putama Mursal, 2018):

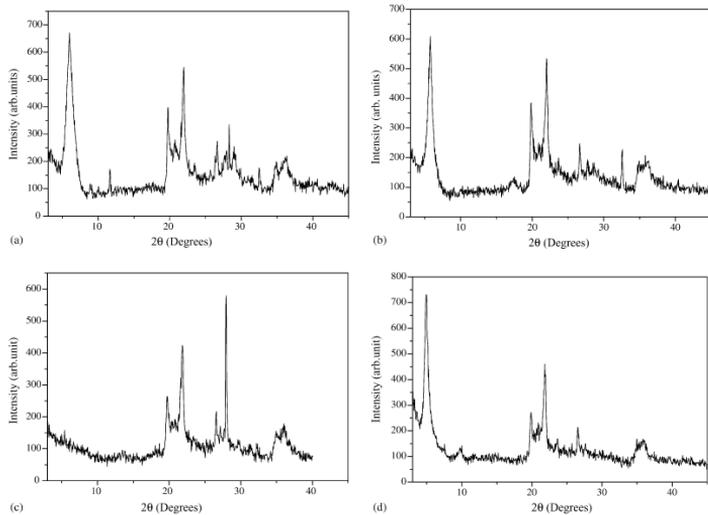
$$n\lambda = 2d \sin \theta ; n = 1, 2, \dots \dots \dots (2.1.)$$

Dalam persamaan Bragg, panjang gelombang sinar-X ditandai dengan simbol λ , d melambangkan jarak antara dua bidang kisi dalam kristal, θ melambangkan sudut antara sinar datang dengan bidang normal kristal. Hukum Bragg adalah rumusan matematika yang menjelaskan persyaratan untuk terjadinya difraksi sinar-X. Berkas sinar-X monokromatik yang datang pada permukaan kristal akan mengalami pemantulan, dan pemantulan ini hanya akan terjadi jika sudut datang memenuhi kondisi tertentu yang disebut sudut pantul. Sudut pantul adalah

sudut di antara arah datang sinar-X dan arah sinar-X yang dipantulkan dari permukaan kristal. Kondisi sudut pantul ditentukan oleh hukum pemantulan, di mana sudut pantul sama dengan sudut datang, yaitu sudut datang = sudut pantul. Jika sudut datang tidak memenuhi kondisi ini, maka pemantulan tidak akan terjadi (Putama Mursal, 2018).

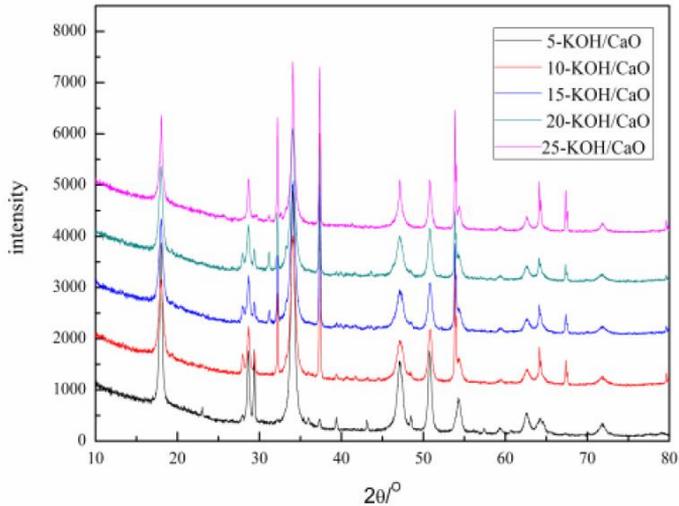
Pencocokan puncak-puncak yang muncul dengan standar difraksi sinar-X dilakukan pada hampir semua jenis material. Sinar X yang mempunyai energi sangat tinggi dikarenakan panjang gelombangnya yang sangat pendek memiliki keuntungan utamanya yaitu kemampuan penetrasinya. Berkisar pada panjang gelombang 0,5-2,0 mikron, sinar x merupakan hasil dari tertembaknya logam oleh elektron berenergi tinggi. Saat mulai masuk kedalam logam, elektron ini melambat yang akhirnya membuat elektron yang ada pada kulit atom logam terpental dan terjadinkekosongan. Hal ini membuat kekosongan tersebut diisi oleh elektron dengan energi lebih tinggi kemudian foton sinar-X terbentuk sebagai hasil dari terpancarnya kelebihan energi dari elektrin tersebut. (Putama Mursal, 2018).

Adapun contoh difraktogram XRD dari katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO disajikan dalam gambar 2.4 dan gambar 2.5. sebagai berikut.



Gambar 2. 4. Difraktogram XRD Al^{3+} -Bentonit

Pada gambar 2.4. ini, hasil difraktogram menunjukkan puncak khas dari mineral monmorillonit dari bentonit pada 2θ : $5,87^\circ$; $19,79^\circ$; dan $36,27^\circ$. Adapun puncak pada 2θ : $21,68^\circ$ dan $26,76^\circ$ merupakan puncak dari mineral kuarsa dan mineral ilit yang merupakan mineral penyusun dari bentonit (Reddy *et al.*, 2004).



Gambar 2. 5. Difraktogram XRD KOH/CaO (Yang *et al.*, 2012)

Gambar 2.4. diatas menunjukkan hasil puncak khas dari katalis KOH/CaO muncul pada 2θ : $32,4^\circ$; $37,4^\circ$; $53,8^\circ$; $64,1^\circ$ dan $67,4^\circ$ yang menandakan keberadaan CaO. Adapun puncak pada 2θ : $18,0^\circ$; $28,7^\circ$; $34,1^\circ$; dan $47,1^\circ$ merupakan puncak dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Selanjutnya puncak yang muncul pada 2θ : $29,5^\circ$ dan $31,4^\circ$ merupakan puncak dari kristal K_2O yang terbentuk saat CaO dikalsinasi.

12. Fourier Transform Infra Red (FT-IR)

Spektroskopi adalah bidang studi yang mempelajari interaksi antara energi cahaya dan materi. Warna-warna yang terlihat adalah hasil dari

penyerapan energi oleh senyawa kimia. Proses penangkapan energi matahari oleh tumbuhan dalam fotosintesis melibatkan interaksi antara senyawa organik dan energi cahaya. Spektroskopi memanfaatkan bukti bahwa panjang gelombang dari suatu senyawa kimia yang menyerap energi cahaya tergantung pada struktur senyawa tersebut. Hal ini memungkinkan penggunaan spektroskopi untuk menentukan struktur senyawa dan mempelajari karakteristik ikatan yang ada dalam molekul tersebut (Sari, 2010)

Teknik Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan hasil kemajuan instrumentasi dalam spektroskopi inframerah (IR). FTIR memungkinkan pemrosesan data yang lebih efisien dan memberikan informasi penting tentang kimia, termasuk struktur dan konformasi pada polimer, perubahan tekanan induksi, dan reaksi kimia. Teknik ini sangat berguna dalam analisis bahan dan studi interaksi molekul dalam berbagai bidang ilmu, seperti kimia, biologi, dan material. Pada teknik FTIR, sampel padat diuji dengan memantulkan sinar inframerah melalui kristal sehingga terjadi kontak dengan permukaan sampel. Metode ini memungkinkan deteksi yang cepat terhadap degradasi atau induksi oleh oksidasi, panas, atau cahaya melalui

analisis inframerah. Keunggulan utama FTIR adalah tingkat sensitivitasnya yang lebih tinggi dibandingkan dengan instrumentasi dispersi standar. Dengan resolusi yang lebih tinggi, FTIR memiliki sensitivitas 80-200 kali lebih tinggi, sehingga dapat mendeteksi perubahan dan interaksi kimia dengan lebih akurat (Gunawan & Azhari, 1979).

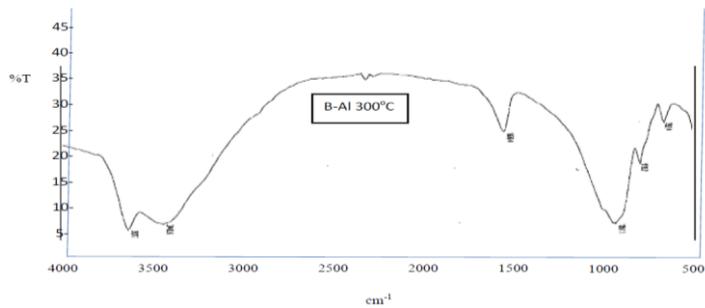
FTIR menggunakan interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator untuk memisahkan panjang gelombang inframerah dalam satu pengukuran, dengan resolusi tinggi dan sensitivitas yang baik. Interferometer Michelson pada FTIR menghasilkan interferogram yang merekam intensitas frekuensi vibrasi molekul. Interferogram ini memberikan informasi tentang intensitas spektrum pada setiap frekuensi. Sinyal yang dihasilkan oleh detektor diubah menjadi bentuk digital dan dianalisis oleh komputer. Dengan menggunakan transformasi Fourier, interferogram lengkap dipecah menjadi satuan frekuensi yang mewakili spektrum inframerah. Spektrum IR sederhana kemudian dibentuk dari sinyal ini (Gunawan & Azhari, 1979).

FTIR dipilih sebagai metode analisis karena memiliki beberapa keunggulan, antara lain kecepatan analisis yang relatif cepat, kemudahan penggunaan,

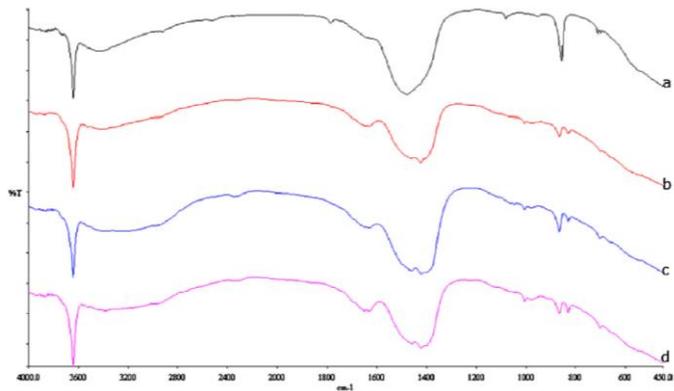
biaya dan ketersediaan alat yang lebih terjangkau, serta waktu yang singkat dalam memperoleh hasil analisis. Hal ini membuat FTIR menjadi metode yang efisien dan efektif dalam berbagai aplikasi analisis kimia. Salah satu kelebihan utama FTIR adalah kemampuannya untuk menganalisis semua frekuensi cahaya secara simultan. Hal ini memungkinkan analisis dilakukan secara cepat dan efisien, tanpa perlu proses scanning atau pengukuran sekuensial seperti pada metode lainnya. Spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) merupakan teknik paling banyak digunakan dalam memantau biodiesel degradasi oksidatif, yang memiliki karakteristik penyerapan pada sekitar 1745 cm^{-1} karena gugus karbonil ester (Wiwin *et al.*, 2016; Zhou *et al.*, 2017).

Adapun contoh hasil spektra FTIR dari katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO disajikan dalam gambar 2.6 dan gambar 2.7. Pada gambar 2.6. hasil uji FTIR katalis Al^{3+} -Bentonit menunjukkan puncak pada bilangan gelombang $792,4\text{ cm}^{-1}$ merupakan deformasi SiO_2 . Adapun bilangan gelombang pada $919,2\text{ cm}^{-1}$ merupakan deformasi OH-kation. Pada bilangan gelombang $1051,1\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi O-Al-OH dan Si-O-Si dari mineral monmorilonit. Bilangan

gelombang $1636,4 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya deformasi H-O-H. Bilangan gelombang pada $3627,2 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ulur OH oktahedron silikat. Bilangan tersebut sesuai dengan kandungan yang ada pada bentonit.



Gambar 2. 6. Spektra FTIR Al³⁺-Bentonit (Koestiari, 2014)



Gambar 2. 7. Spektra FTIR KOH/CaO (Liao & Chung, 2013)

Pada gambar 2.7. hasil uji FTIR variasi katalis KOH/CaO menunjukkan semua sampel memunculkan puncak pada bilangan gelombang 3637 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur OH- dari gugus hidroksil yang terikat pada CaO. Adapun bilangan gelombang yang terletak pada kisaran $1650\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi peregangan dari kelompok CO_3^{2-} dari situs struktural yang berbeda. Pada bilangan gelombang 866 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi karbonat mono dan bidentat yang terkandung pada katalis CaO.

13. X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis menggunakan *X-Ray Fluorescence* sudah sering dilakukan untuk mengetahui secara kualitatif maupun kuantitatif kandungan suatu bahan uji. Analisis menggunakan instrumen detektor sinar-X atau spektrometer sinar-X dilakukan berdasarkan identifikasi dan penghitungan karakteristik sinar-X yang timbul akibat efek fotolistrik. Adapun efek fotolistrik terjadi ketika elektron-elektron dalam atom target (sampel) terpapar oleh sinar-X atau radiasi gamma yang memiliki energi yang cukup tinggi. Apabila energi sinar yang diberikan melebihi energi ikatan elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron tersebut akan terlepas dari orbitnya,

menyebabkan terjadinya kekosongan dalam atom target (Zainuri *et al.*, 2012).

Kekosongan elektron dalam atom akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar, yang mengakibatkan pelepasan energi dalam bentuk sinar-X. Proses uji menggunakan X-Ray Fluorescence menghasilkan sinar-X yang merupakan gabungan dari spektrum sinambung (continuous spectrum) dan spektrum diskret (discrete spectrum) yang berasal dari sasaran yang tertumbuk oleh elektron. Spektrum sinar-X karakteristik terjadi ketika sinar-X menyebabkan perpindahan elektron dalam atom bahan, menghasilkan sinar-X diskret dengan energi khas yang digunakan untuk identifikasi unsur dalam sampel. Instrumen XRF menggunakan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan dan dideteksi oleh detektor untuk menganalisis kandungan unsur dalam bahan. Adapun dalam uji menggunakan XRF, bahan yang diuji bisa berupa padat massif, pelet, atau serbuk. Analisis kualitatif digunakan untuk menentukan kandungan unsur dalam bahan, sedangkan analisis kuantitatif digunakan untuk mengukur konsentrasi unsur dalam bahan tersebut (Zainuri *et al.*, 2012).

Adapun contoh hasil uji XRF dari katalis CaO cangkang telur yang dilakukan pada penelitian

Abdelghani Brahim *et al.* (2020) ditampilkan dalam tabel 2.3.

Tabel 2. 3. Hasil Uji XRF CaO cangkang telur

Oxide (w%)	ES-RAW
SiO ₂	0.240
Al ₂ O ₃	---
Fe ₂ O ₃	0.040
CaO	61.130
MgO	0.500
SO ₃	0.100
K ₂ O	0.042
Na ₂ O	0.085
P ₂ O ₅	0.020
TiO ₂	0.017
Cr ₂ O ₃	0.006
Mn ₂ O ₃	0.006
ZnO	0.005
SrO	0.025
CO ₂	---
LOI	38.600

Gambar 2.4. diatas menunjukkan kandungan hasil uji XRF pada katalis CaO cangkang telur menunjukkan kandungan seanyawa CaO paling dominan sebanyak 61,130% dibandingkan kandungan lainnya.

B. Kajian Hasil Penelitian yang Relevan

Bagian ini berisi penelitian-penelitian terkait yang menjadi acuan dalam penelitian yang akan dilakukan

1. Penelitian sebelumnya pernah dilakukan oleh Halid S. Ahmad, Nurhayati Bialangi, & Yusdza K. Salimi (2016) tentang Pengolahan Minyak Jelantah Menjadi

Biodiesel. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengkarakterisasi biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah. Penelitian menggunakan dua jenis minyak jelantah sebagai sampel. Pertama minyak jelantah hasil produksi Pabrik dan Kedua minyak jelantah hasil produksi kampung. Minyak jelantah mula-mula dilakukan pemurnian dengan beberapa tahap yaitu proses *despicing*, *netralisasi* dan *bleaching*. Reaksi esterifikasi dilanjutkan menggunakan katalis asam dan transesterifikasi dengan katalis basa. Katalis asam yaitu Asam Sulfat (H_2SO_4) dan katalis basa menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). Hasil pengujian GC menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah produksi pabrik memiliki persentase area metil ester sebesar 99,59% dengan kadar asam 0,41%. Sedangkan biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah kampung memiliki persentase area metil ester sebesar 96,70% dengan kadar asam 3,30%. Adapun karakteristik biodiesel yang diperoleh antara lain: densitas dari biodiesel minyak jelantah pabrik sudah sesuai SNI 04-7182-2006. Namun biodiesel minyak jelantah kampung belum sesuai dengan SNI 04-7182-2006. Pengujian viskositas baik minyak jelantah pabrik maupun kampung keduanya sudah memenuhi SNI 04-7182-

2006. Adapun pengujian bilangan asam biodiesel dari minyak jelantah produksi pabrik dan minyak jelantah produkdi kampung keduanya belum sesuai SNI 04-7182-2006. Pengujian kadar air biodiesel dari minyak jelantah produksi pabrik dan kampung belum sesuai SNI 04-7182-2006.

2. Penelitian selanjutnya pernah dilakukan oleh James Sibarani, Martha Zulfiardini, I Wayan Suarsa (2020) tentang Sintesis dan Karakterisasi Katalis CaO-Bentonit untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah menjadi Biodiesel. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi optimal $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dan suhu dalam sintesis katalis basa CaO-Bentonit sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak jelantah menjadi biodiesel. Pada penelitian ini bentonit mula-mula di aktivasi menggunakan larutan NaOH 5% (b/v) lalu dipanaskan dengan suhu 500°C . Katalis CaO-Bentonit dibuat dengan tahapan impregnasi larutan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ menggunakan konsentrasi 0,10M; 0,25M; dan 0,50M terhadap bentonit dan dikalsinasi pada rentang suhu 500°C - 700°C dalam waktu 5 jam. CaO-Bentonit dikarakterisasi dengan FTIR, BET, dan XRD. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa konsentrasi optimal $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dalam sintesis katalis basa CaO-

Bentonit adalah 0,10 M, sedangkan suhu kalsinasi optimal adalah 700°C. Penerapan katalis CaO-Bentonit pada proses transesterifikasi minyak jelantah menghasilkan biodiesel dengan rendemen sebesar 66,74%. Biodiesel yang dihasilkan juga telah memenuhi standar baku mutu nasional Indonesia (SNI).

3. Penelitian selanjutnya pernah dilakukan oleh Ariesta Faulina (2012) tentang Preparasi dan Karakterisasi CaO/Al³⁺-Bentonit sebagai Katalis pada Sintesis Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan karakteristik dan mengetahui jumlah konversi biodiesel menggunakan katalis CaO/Al³⁺-Bentonit pada minyak jarak pagar. Awalnya minyak jarak memiliki asam lemak bebas sebanyak 22,40 mgKOH/g serta kadar air yaitu 0,7%. CaO/Al³⁺-Bentonit dipreparasi melalui metode pertukaran kation Al³⁺ pada bentonit dan impregnasi CaO. Terbentuknya CaO/Al³⁺-Bentonit ditunjukkan oleh pergeseran 2 θ dan perubahan $d_{spacing}$ dalam struktur material. Luas permukaan bentonit sintesis berkurang menjadi 22,158 m²/g setelah dilakukan pertukaran kation Al³⁺. Setelah diimpregnasi dengan CaO, luas permukaan menjadi 7,494 m²/g. Jumlah keasaman total setelah

dilakukan *cation exchanged* dan impregnasi meningkat dari 0,3192 mmol/g. Rentang kekuatan kebasaaan adalah $15,00 < H < 18,4$ dan jumlah total situs basa sebesar 98,64 mmol/g. Katalis $\text{CaO}/\text{Al}^{3+}$ -Bentonit menghasilkan konversi biodiesel sebesar 14,81% dan mengalami penurunan bilangan dari 22,40 mgKOH/g menjadi 17,99 mgKOH/g setelah proses reaksi selama 5 jam.

4. Penelitian selanjutnya pernah dilakukan oleh Isalmi Aziz, Siti Nurbayti, & Badrul Ulum (2012) tentang Pembuatan Produk Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi hasil konversi biodiesel yang diperoleh melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Reaksi esterifikasi menggunakan katalis H_2SO_4 (0,25% berat minyak). Adapun katalis KOH (1% berat minyak) pada reaksi transesterifikasi. Dua tahap reaksi tersebut dilakukan agar kadar asam lemak bebas dapat diturunkan pada reaksi esterifikasi. Setelah proses esterifikasi, nilai kadar asam lemak bebas dalam biodiesel berhasil diturunkan dari 2,5% menjadi 1,1%. Dalam tahap transesterifikasi, diperoleh yield biodiesel sebesar 88%. Karakteristik biodiesel yang diperoleh adalah sebagai berikut: viskositas pada suhu 40°C sebesar 3,2

cSt, densitas pada suhu 40°C sebesar 0,85 g/mL, kadar air sebesar 0,002%, indeks setana sebesar 51, titik nyala sebesar 176°C, dan titik tuang sebesar 9°C.

5. Penelitian selanjutnya pernah dilakukan oleh Syarifuddin Oko & Mohammad Feri (2019) tentang Pengembangan Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam dengan Impregnasi KOH dan Aplikasinya terhadap Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh konsentrasi KOH pada impregnasi katalis CaO dan pengaruh penambahan katalis terhadap produksi biodiesel dari minyak jarak. Kandungan tinggi CaCO_3 dalam cangkang telur ayam memungkinkan penggunaannya sebagai bahan baku untuk menghasilkan katalis heterogen CaO melalui proses kalsinasi. Katalis dilakukan dengan mengimpregnasi CaO dengan beberapa variasi konsentrasi KOH yaitu 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, dan 13%. Katalis terbaik diaplikasikan pada pembuatan biodiesel dari minyak jarak menggunakan variasi katalis CaO/ K_2O 1%, 2%, 3%, 4% dan 5% dari berat minyak, rasio mol minyak dengan metanol yaitu (1:12) dan suhu transesterifikasi dengan 65 °C. Dalam penelitian ini, hasil menunjukkan bahwa konsentrasi KOH terbaik adalah 11% dengan nilai kebasaaan sebesar 6,19 mmol asam benzoat per

gram katalis. Selain itu, kandungan $\text{CaO}/\text{K}_2\text{O}$ dalam katalis adalah 31,15% dan 41,72% (berdasarkan berat). Hasil sintesis biodiesel terbaik dicapai dengan penambahan katalis sebesar 3% dari berat minyak, dengan rendemen sebesar 96,073%. Karakteristik biodiesel tersebut meliputi viskositas kinematik sebesar 5,4575 cSt, kadar air sebesar 0,0397, dan densitas sebesar 0,8730 gram/mL. Biodiesel yang dihasilkan dalam penelitian ini memenuhi standar SNI 7182:2015.

Dilihat dari penelitian-penelitian yang telah dicantumkan diatas, sejauh ini belum ada penelitian yang menggunakan katalis heterogen Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak jelantah dalam reaksi terpisah antara reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi.

C. Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini yaitu “Jika katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO cangkang telur telah mampu digunakan pada konversi biodiesel dari minyak jarak, maka katalis ini juga mampu digunakan dalam pembuatan biodiesel dengan minyak jelantah sebagai bahan bakunya. Modifikasi katalis Al^{3+} -Bentonit menyebabkan katalis memiliki keasaman yang cukup untuk menurunkan

kadar FFA pada minyak jelantah dengan maksimal. Modifikasi katalis CaO dengan impregnasi KOH meningkatkan kebasaan katalis yang pada akhirnya meningkatkan yield biodiesel”.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan mulai bulan April hingga bulan Desember 2022. Tempat penelitian yaitu Laboratorium Kimia Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Walisongo Semarang sebagai tempat prepasari antara lain preparasi katalis Al^{3+} -Bentonit, preparasi katalis CaO cangkang telur, reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi minyak jelantah menjadi biodiesel. Adapun karakterisasi pada sampel katalis maupun hasil biodiesel akan diujikan di laboratorium Universitas Diponegoro Semarang, Universitas Islam Indonesia, dan Universitas Sebelas Maret.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang diperlukan dalam penelitian ini antara lain *furnace* (Thermolyne F6010), timbangan digital (Fujitsu), magnetik stirer (DLAB Magnetic Hotplate Stirrer MS7-H550-S), seperangkat alat penyaring vakum (FJC 6909 3 CFM), seperangkat alat refluks (Pyrex) (Gambar 3.1.), oven (UN55 Memmert), kurs porselen (Herma), termometer, ayakan (200 mesh), desikator (Pyrex), corong pisah (Pyrex),

viskometer otswald (Pyrex) dan alat gelas yang umum digunakan di laboratorium (Pyrex), XRD (SHIMADZU XRD-7000), FT-IR (Perkin-Elmer UATR Spectrum Two), XRF (Rigaku Supermini200), dan GC-MS (Shimadzu GCMS-QP2010 SE).

2. Bahan

Bahan yang dipakai antara lain minyak jelantah (Diperoleh dari pengepul minyak jelantah daerah Banyumanik, Kota Semarang), Na-bentonit (Teknis), cangkang telur, AlCl_3 Heksahidrat (Merck), AgNO_3 (Merck), CH_3OH 98% (Merck), $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ 0,1 N (Merck), KOH 0,12 N (Merck), HCl 2 M (Merck), NaOH , Ethanol (Merck), NH_3Cl (Merck), indikator *phenolphthalein*, asam benzoat (Merck), n-heksan (Merck), akuades.

C. Metode

1. Pembuatan KOH 0,1 N

Sebanyak 2,8 gram KOH dilarutkan dalam 500 mL akuades dengan pengadukan hingga larutan homogen terbentuk.

2. Pembuatan larutan baku oksalat 0,1 N

Sebanyak 0,63035 gram asam oksalat dihidrat ditimbang dan ditempatkan dalam gelas beaker berukuran 100 mL. Kemudian, asam oksalat tersebut

dilarutkan perlahan menggunakan sedikit akuades ke dalam gelas beaker. Selanjutnya, campuran tersebut dialihkan secara keseluruhan ke labu ukur berukuran 100 mL dan ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas. Campuran kemudian dikocok hingga homogen.

3. Pembuatan AlCl_3 1 M

Sebanyak 48,3 gram serbuk AlCl_3 Heksahidrat dilarutkan secara kuantitatif dalam 200 mL akuades. Pada awalnya, sebagian serbuk AlCl_3 Heksahidrat dicampur dengan 100 mL akuades dalam gelas beaker berukuran 200 mL. Setelah serbuk tersebut larut, sisa serbuk AlCl_3 Heksahidrat ditambahkan dan diaduk hingga larut sempurna. Langkah terakhir ditambahkan juga akuades sampai 200 mL. Hal tersebut dilakukan agar AlCl_3 dapat larut sempurna

4. Pembuatan Phenolphthalein 1%

Phenolphthalein sebanyak 0,1 g ditimbang dengan cermat dan ditambahkan ke dalam gelas piala berukuran 25 mL. Kemudian, 6 mL alkohol 96% ditambahkan untuk melarutkannya. Selanjutnya, campuran tersebut diencerkan dengan akuades hingga mencapai batas volumenya.

5. Preparasi katalis Al³⁺-Bentonit

Sebanyak 12 g bentonit alam dicampurkan ke dalam 100 mL larutan AlCl₃ menggunakan variasi konsentrasi 0,25 M; 0,5 M; dan 0,75 M. Kemudian distirer dan dipanaskan dengan suhu 80°C masing-masing dengan durasi 4 jam dan disaring (Yulanda *et al.*, 2018). Endapan bentonit yang terbentuk dicuci menggunakan akuades sampai terbebas dari anion Cl⁻ (uji kualitatif menggunakan AgNO₃ sampai tidak terbentuk endapan putih). Bentonit yang telah terbebas dari ion Cl⁻ dioven dengan suhu 120°C dengan durasi 24 jam kemudian bentonit dihaluskan dengan menggunakan mortar hingga menjadi serbuk dan diayak memakai ayakan 200 mesh. Padatan bentonit lalu dikalsinasi dengan suhu 150°C dengan durasi 4 jam (Koestiari, 2014). Bubuk bentonit yang belum maupun yang telah diaktivasi diletakkan didalam desikator dan diuji dengan instrumen XRD dan FT-IR. Hal ini dilakukan untuk mengetahui perubahan baik sebelum maupun sesudah modifikasi.

6. Preparasi katalis CaO cangkang telur ayam

Cangkang telur dicuci secara menyeluruh dengan air hingga bersih dan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam. Setelah itu,

kulit telur dihancurkan hingga berbentuk bubuk dan diayak menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Bubuk yang berhasil lolos ayakan ditimbang dengan teliti. Setelah itu, bubuk cangkang telur yang telah disaring dikalsinasi pada suhu 900°C selama 3 jam. Setelah proses kalsinasi selesai, bubuk tersebut ditimbang dengan teliti. Hasil kalsinasi kemudian disimpan di dalam desikator untuk menjaga kelembapan dan memastikan katalis tetap dalam kondisi kering. Kemudian diuji menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan katalis (Oko & Feri, 2019; Suryandari *et al.*, 2021)

7. Preparasi katalis CaO impregnasi KOH

Hasil kalsinasi CaO cangkang telur diimpregnasi dengan larutan KOH. Kemudian dilakukan variasi yaitu 11 gram CaO dicampurkan dengan 100 mL KOH 9%, 10%, dan 11% dalam pelarut akuades sambil diaduk masing-masing dengan durasi 3 jam. Campuran kemudian disaring menggunakan kertas saring dan pompa vakum sambil dicuci dengan menggunakan akuades hingga filtratnya bening. Setelah proses penyaringan selesai, katalis dikeringkan pada suhu 120°C selama 24 jam untuk menghilangkan kelembapan dan memastikan katalis benar-benar

kering. Setelah itu, katalis dikalsinasi kembali pada suhu 500°C selama 5 jam untuk mengaktifkan kembali katalis. Setelah proses kalsinasi selesai, katalis disimpan dalam desikator untuk menjaga kelembapan rendah dan memastikan katalis tetap dalam kondisi kering sebelum digunakan dan diuji menggunakan FTIR dan XRD (Ardiansah *et al.*, 2020; Oke & Feri, 2019).

8. Pemurnian minyak jelantah

Minyak jelantah didapatkan dari pengepul minyak jelantah daerah Banyumanik Semarang. Minyak jelantah sebagai bahan baku akan disaring sebelum digunakan untuk memisahkan kotoran dan partikel yang masih ada. Kemudian minyak dipanaskan dengan suhu 110°C untuk mengurangi kandungan air yang terdapat dalam minyak jelantah. Air yang ada didalam minyak tersebut merupakan air yang berasal dari makanan yang digoreng menggunakan minyak tersebut.

9. Karakterisasi Katalis

a. Penentuan struktur katalis

Penentuan struktur katalis pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode XRD. Metode XRD ini sering digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi material katalis karena

kebanyakan material katalis yang memiliki struktur kristal. Teknologi XRD memiliki kemampuan untuk mengidentifikasi dan menentukan proporsi fase dalam padatan, film tipis, dan sampel yang terdiri dari beberapa fase. XRD menggunakan radiasi sinar Cu-K α ($\lambda=1.54056$). Pengoperasian tabung X-ray dilakukan pada 30 mA dan 40 kv.

b. Penentuan gugus fungsi katalis

Penentuan gugus fungsi pada penelitian ini menggunakan FTIR. Metode FTIR banyak dipakai untuk identifikasi dan karakterisasi gugus fungsi dalam sebuah sampel. Data yang ditampilkan berupa puncak yang terletak pada bilangan gelombang tertentu.

c. Penentuan keasaman dan kebasaan katalis

1. Penentuan keasaman katalis Al³⁺-Bentonit

Mula-mula, kurs porselen kosong disiapkan dan kemudian dioven pada suhu 100°C selama 1 jam. Setelah itu, kurs porselen ditimbang sebagai W₁. Selanjutnya, sebanyak 0,2 gram sampel katalis dimasukkan ke dalam kurs porselen. Kemudian, kurs porselen beserta sampel katalisnya di-oven pada suhu

100°C selama 1 jam. Setelah itu, kurs porselen beserta sampel katalis ditimbang sebagai W_2 . Kemudian, kurs porselen ditempatkan ke dalam desikator dan desikator diisi dengan uap amonia agar terjadi jenuh dengan cara memasukkan 3 mL larutan amonia murni kedalam desikator. Desikator secara rapat ditutup dan sampel dibiarkan terkena uap amonia selama 24 jam. Setelah itu, desikator dibuka dan dibiarkan terbuka selama 30 menit untuk menguapkan amonia yang tidak terserap oleh sampel. Kurs porselen kemudian ditimbang sebagai W_3 . Sifat asam sampel (mmol amonia/gram) dihitung dengan persamaan 3.1.

$$K = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1)M} \times 1000 \text{ mmol/gram} \dots\dots\dots(3.1)$$

M = berat molekul amonia (17,007 g/mol)
(Ruslan *et al.*, 2017).

2. Penentuan kebasaaan katalis CaO cangkang telur

Uji sifat kebasaaan secara kualitatif menggunakan metode *Hammett indicator*. Metode ini menggunakan indikator phenolphthalein ($H=8.2$) dari bening (tidak

berwarna) menjadi merah muda. Sekitar 0,01 g sampel CaO dicampur dengan 1 mL larutan Hammett fenolftalein yang diencerkan dengan 10 mL metanol dan dibiarkan sampai setimbang dengan durasi waktu 2 jam. Jika indikator mengalami perubahan warna, itu menunjukkan bahwa kekuatan basa katalis lebih tinggi daripada kekuatan basa indikator. Sebaliknya, jika tidak ada perubahan warna pada indikator, itu menunjukkan bahwa kekuatan basa katalis lebih rendah daripada kekuatan basa indikator (Hafiz *et al.*, 2017).

Adapun secara kuantitatif menggunakan uji *Benzoic acid titration*. Nilai kebasaaan katalis ditentukan dengan titrasi asam benzoat. Sebanyak 0,2 gram katalis CaO dicampur dengan 10 mL akuades dan diaduk selama 1 jam. Campuran kemudian disaring. Filtrat yang telah disaring ditambahkan 3 tetes indikator pp hingga warnanya berubah menjadi merah muda. Selanjutnya, dilakukan titrasi dengan menggunakan larutan asam benzoat 0,1 M yang larut dalam pelarut metanol. Proses titrasi dihentikan saat warna larutan yang semula merah muda berubah

menjadi tidak berwarna. Hasil volume asam benzoat kemudian dimasukkan kedalam persamaan 3.2. (Rakhmad *et al.*, 2017):

$$K = \frac{(V \times C) \text{ asam benzoat}}{W \text{ katalis}} \dots\dots\dots(3.2.)$$

Keterangan :

K = Kebasaan (mmol.gram⁻¹)

V = Volume asam benzoat (mL)

C = Konsentrasi asam benzoat (mmol/mL)

W = Massa katalis (gram)

d. Analisis kandungan katalis CaO cangkang telur ayam

Pengujian kandungan pada katalis CaO cangkang telur ayam dilakukan menggunakan instrumen *X-Ray Fluoresence* (XRF). Uji ini dilakukan untuk mengetahui apakah dalam katalis cangkang telur ayam tersebut terkandung senyawa CaO.

10. Sintesis biodiesel dari minyak jelantah

a. Reaksi esterifikasi

Sebanyak 17,94 gram metanol dan 0,2 gram dari semua variasi katalis Al³⁺-Bentonit masing-

masing direfluks di dalam labu leher dua yang dilengkapi termometer pada suhu kisaran 60-65°C dengan selang waktu 30 menit dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Setelah itu ditambahkan minyak jelantah yang telah dipanaskan pada suhu 110°C sebanyak 40 gram menggunakan rasio minyak dengan metanol (1:12) sambil terus dipanaskan pada kisaran suhu 60-65°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Reaksi dilakukan dengan waktu reaksi 2 jam.

Selanjutnya, hasil reaksi disaring dengan menggunakan kertas saring dan dialirkan ke dalam corong pisah kemudian dibiarkan selama \pm 1 Jam sampai terbentuk 2 lapisan. Adapun lapisan atas merupakan campuran metil ester dan metanol sisa dari reaksi. Adapun lapisan bawah merupakan trigliserida yang tidak bereaksi saat esterifikasi. Lapisan bawah inilah yang diambil untuk diuji kandungan asam lemak bebas (FFA) dan direaksikan pada reaksi transesterifikasi. Reaksi dilakukan dengan variasi katalis yang telah dibuat sebelumnya (Cruz-Merida *et al.*, 2022; Sutapa & Rosmawaty, 2014)

b. Reaksi transesterifikasi

Sebanyak 8,97 gram metanol dan 0,2897 gram CaO, KOH/CaO 9%, 10%, dan 11% masing-masing dimasukkan kedalam labu leher 2 yang dilengkapi termometer, kondensor, dan pengaduk magnetik. Selanjutnya direfluks selama 30 menit dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik pada suhu 60-65°C. Kemudian ditambahkan minyak jelantah hasil esterifikasi dari semua variasi katalis Al³⁺-Bentonit dengan alur pencampuran sesuai tabel 3.1.

Tabel 3. 1. Mekanisme pencampuran minyak esterifikasi dan katalis basa

No.	Campuran	
	Minyak Esterifikasi	Katalis Basa
1.	Bentonit	CaO
2.	0,25 Al ³⁺ -Bentonit	9% KOH/CaO
3.	0,5 Al ³⁺ -Bentonit	10% KOH/CaO
4.	0,75 Al ³⁺ -Bentonit	11% KOH/CaO

Sebanyak 20 gram minyak esterifikasi tersebut dicampurkan sambil terus diaduk dan suhu dipertahankan pada 60-65°C dengan waktu reaksi 3 jam. Setelah proses metanolisis selesai, campuran reaksi disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan katalis dari produk biodiesel. Filtrat hasil reaksi ditambahkan 10 mL

HCl 2 M dan 10 mL n-heksan yang masing-masing diaduk dan dipanaskan masing-masing 15 menit pada suhu 80°C. Pada tahap selanjutnya campuran dimasukkan kedalam corong pisah dibiarkan selama 24 jam sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah merupakan campuran gliserol dan lapisan atas adalah biodiesel. Hal ini dilakukan agar biodiesel terbebas dari partikel-partikel yang tidak diinginkan seperti metanol dan sabun yang terdapat pada crude biodiesel (Suprpto *et al.*, 2016). Gliserol dipisahkan dengan biodiesel dengan membuka keran pada corong pisah, kemudian ditimbang. Reaksi dilakukan dengan variasi minyak hasil reaksi transesterifikasi yang telah dibuat (Oko & Feri, 2019; Padil *et al.*, 2012). Pemurnian biodiesel dilakukan dengan cara hasil biodiesel dipanaskan pada suhu 105°C selama 20 menit (Efendi *et al.*, 2018)

11. Karakterisasi biodiesel

a. Standarisasi Larutan KOH 0,1 N

Labu erlenmeyer diisi dengan 10 mL larutan asam oksalat 0,1 N dan ditambahkan 3 tetes indikator PP. Kemudian, larutan tersebut dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N hingga mencapai titik

akhir titrasi sampai larutan yang semula bening menjadi berwarna merah muda. Konsentrasi KOH dihitung menggunakan persamaan 3.3. :

$$V_{KOH} \cdot N_{KOH} = V_{As.Oksalat} \cdot N_{As.Oksalat} \dots\dots (3.3.)$$

Keterangan:

N = Normalitas

V = Volume (mL)

b. Analisis Kandungan Biodiesel dan Yield Biodiesel

Pengujian kadar metil ester yang berhasil terkonversi dalam penelitian ini menggunakan instrumen GC-MS dengan detektor FID (*Flame Ionization Detector*). Pengujian dilakukan dengan menginjeksikan 0,5 mL biodiesel kedalam instrumen GCMS kemudian dilakukan analisa kandungan dari biodiesel.

Perhitungan % yield FAME dapat dihitung menggunakan persamaan 3.4. (Buchori *et al.*, 2018):

$$\%yield FAME = \frac{\% Area FAME \times Massa Biodiesel}{Massa Minyak Jelantah} \times 100\% \dots\dots (3.4.)$$

c. Penentuan kadar air

Kurs porselen yang telah diketahui beratnya digunakan untuk menimbang 5 gram biodiesel. Kemudian dioven 110°C dengan durasi 1 jam.

Setelah 1 jam minyak diletakkan didalam desikator, setelah dingin minyak ditimbang sampai hasilnya konstan. Kemudian kadar air dihitung menggunakan rumus 3.5. (Ahmad *et al.*, 2016):

$$Kadar\ air = \frac{Berat\ awal - Berat\ akhir}{Berat\ awal} \times 100\% \dots\dots (3.5.)$$

d. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam

Adapun penentuan kadar asam lemak bebas, 1 gram sampel biodiesel dilarutkan dalam alkohol dan kemudian dipanaskan sambil diaduk. Kemudian dilakukan titrasi dengan KOH yang ditandai dengan perubahan warna merah jambu saat ditambahkan indikator PP. Kemudian, kadar asam lemak bebas (FFA) dihitung dengan persamaan 3.6. (Wati Ibnu Hajar & Mufidah, 2016):

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH . N - KOH . BMALB}{Berat\ Sampel . 1000} \times 100\% \dots\dots (3.6.)$$

Keterangan:

V	: Volume KOH saat titrasi
N	: Normalitas KOH
W	: Berat sampel
BM ALB	: 256 (Minyak goreng sawit)

Kemudian bilangan asam dapat ditentukan dengan memasukkan data volume KOH kedalam rumus 3.7. (Arifin *et al.*, 2016):

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times \text{Mr}_{\text{KOH}}}{\text{Berat sampel}} \dots\dots\dots (3.7.)$$

Keterangan:

V_{KOH} : Volume KOH

N_{KOH} : Konsentrasi KOH

Mr_{KOH} : Berat Molekul KOH

Adapun perhitungan nilai konversi FFA yang terjadi pada reaksi transesterifikasi biodiesel digunakan persamaan 3.8. Konversi FFA sendiri merupakan persen hasil bagi dari jumlah penurunan dengan FFA dengan jumlah FFA sebelum terjadi penurunan (Khabuanchalad *et al.*, 2017):

$$\text{Konversi FFA} = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \dots\dots\dots (3.8.)$$

Keterangan:

a_1 = kadar FFA reaktan awal

a_2 = kadar asam produk

e. Penentuan densitas

Piknometer pertama kali dicuci dengan HCl dan akuades sebanyak 3 kali, kemudian sekali dengan alkohol, dan dikeringkan di dalam oven

selama 5 menit. Kemudian piknometer ditempatkan dalam desikator selama 10 menit untuk menjaga kondisi kering, setelah itu piknometer ditimbang hingga diperoleh massa yang tetap (W_1). Selanjutnya, piknometer diisi dengan biodiesel, bagian luar piknometer dilap hingga kering, dan piknometer ditimbang kembali hingga diperoleh massa yang tetap (W_2). Perhitungan nilai densitas menggunakan persamaan 3.9. (Aziz, Nurbayti, & Rahman, 2012):

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)}{V} \dots\dots (3.9.)$$

Keterangan:

ρ = densitas (g/mL)

W_2 = massa piknometer + sampel (g)

W_1 = massa piknometer (g)

V = Volume piknometer (mL)

f. Penentuan viskositas

Viskometer oswald dibersihkan menggunakan metanol, lalu 10 mL biodiesel dimasukkan ke dalam viskometer kemudian dihisap menggunakan filler sampai tanda batas a dan dibiarkan turun, waktu yang dibutuhkan untuk melewati tanda batas b pada viskometer

dicatat (Sibarani *et al.*, 2020). Dengan demikian viskositas dapat dihitung menggunakan persamaan 3.10.

$$\eta = \frac{\eta_o \cdot d \cdot t}{d_o t_o} \dots\dots\dots(3.10.)$$

dengan η adalah viskositas cairan sampel (*poise*).
 η_o = viskositas cairan pembanding (*poise*). t_o adalah waktu alir cairan pembanding (s). t adalah waktu alir sampel (s). d_o adalah massa jenis aquades (gram/mL). d adalah massa jenis sampel(gram/mL) (Irawati, 2018).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Katalis Al³⁺-Bentonit

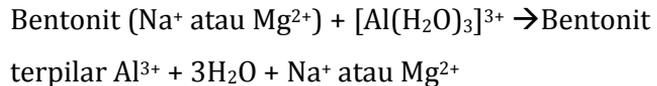
Pada penelitian ini, digunakan jenis bentonit teknis yang dikenal sebagai Na-Bentonit. Bentonit dimodifikasi dengan menambahkan ion Al³⁺ pada *interlayer* dari bentonit itu sendiri. Proses modifikasi dilakukan dengan cara merendam bentonit dalam larutan AlCl₃ dengan variasi konsentrasi AlCl₃ yaitu 0,25 M; 0,5 M; dan 0,75 M selama 4 jam sambil dipanaskan pada suhu 80°C lalu diaduk. Pengadukan dilakukan dalam penelitian ini untuk mempercepat penetrasi ion Al³⁺ ke dalam *interlayer* bentonit. Selain itu, proses penghilangan ion Cl⁻ dari katalis Al³⁺-Bentonit juga dilakukan dengan mencuci katalis menggunakan akuades. Tujuan dari penghilangan ion Cl⁻ tersebut adalah untuk meningkatkan kualitas katalis dan mendukung kontribusi kation homogen antara lapisan, sehingga jarak antar partikel bentonit dapat meningkat (Maryam, 2012). Untuk mengetahui sudah hilangnya ion Cl⁻ yaitu menggunakan uji kualitatif menggunakan AgNO₃. Ketika filtrat katalis Al³⁺-Bentonit ditambahkan AgNO₃ kemudian tidak membentuk endapan AgCl (Endapan berwarna putih) maka ion Cl⁻ dinyatakan

sudah hilang. Adapun mekanisme reaksi bentonit dengan AlCl_3 adalah sebagai berikut (Wijaya *et al.*, 2016):

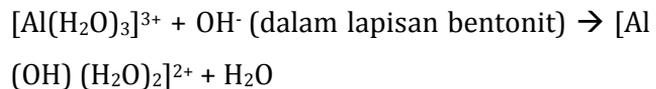
1. Larutan AlCl_3



2. Pertukaran ion pada bentonit



3. Pembentukan ikatan dengan gugus hidroksil



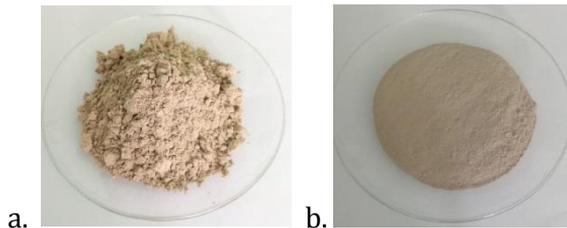
4. Pembentukan lapisan aluminium oksida hidroksida



Proses di atas diawali terbentuknya ion Al^{3+} dari larutan AlCl_3 . Setelah itu terjadi pertukaran ion antara ion yang terdapat pada bentonit seperti Na^+ atau Mg^{2+} dengan ion Al^{3+} . Pada lapisan bentonit, ion Al^{3+} berikatan dengan gugus hidroksil yang ada pada lapisan bentonit. Setelah itu, katalis Al^{3+} -Bentonit dipanaskan dalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam. Proses pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan air yang terdapat dalam interlayer katalis. Selanjutnya, katalis Al^{3+} -Bentonit dihaluskan dan disaring menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Serbuk hasil saringan kemudian dikalsinasi pada suhu 150°C selama 4 jam. Proses kalsinasi bentonit

terpilar menyebabkan terjadinya reaksi dehidrasi (pelepasan molekul air) sehingga terbentuk pilar-pilar oksida alumina yang menyangga lapisan-lapisan silika – alumina pada bentonit (Wijaya *et al.*, 2016).

Adapun proton-proton yang dibebaskan akan memasuki ruang kosong pada lapisan oktahedral. Sebagian proton yang dilepaskan juga menempati ruang antarlapis dan dapat digunakan untuk pertukaran ion selanjutnya. Serangan proton menyebabkan terbentuknya gugus silanol (Si-OH) dan jembatan Si-(OH)-Al terprotonasi. Setelah proses kalsinasi, ikatan antar lapisan tetrahedral dengan pilar adalah $Si_{lempung}-O-Al_{pilar}$ atau $Al_{lempung}-O-Al_{pilar}$ (Wijaya *et al.*, 2016). Hasil preparasi katalis dapat dilihat pada gambar 4.1.



Gambar 4. 1. (a) tanpa modifikasi (b) modifikasi

B. Sintesis Katalis CaO Cangkang Telur Ayam

Proses pembuatan katalis CaO dari cangkang telur ayam dimulai dengan tahap pencucian bahan untuk menghilangkan selaput putih yang terdapat pada bagian

dalam cangkang telur ayam. Setelah selaput tersebut dibersihkan, tahap selanjutnya yaitu dilakukan pengeringan cangkang telur ayam didalam oven kemudian ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Proses pengubahan dari serbuk CaCO_3 cangkang telur ayam menjadi katalis CaO yaitu dengan cara dikalsinasi selama 3 jam dengan suhu berkisar 900°C sehingga menghasilkan serbuk CaO berwarna putih bersih. Adapun reaksi yang berlangsung ketika serbuk CaCO_3 dikalsinasi adalah sebagai berikut



Reaksi tersebut menunjukkan bahwa ketika dilakukan kalsinasi serbuk CaCO_3 akan melepas CO_2 sehingga terbentuklah katalis CaO . Menurut Suryandari *et al.*, (2021) menyebutkan bahwa katalis CaO akan mengalami penurunan berat dikarenakan pelepasan CO_2 dari senyawa CaCO_3 .

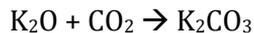
Upaya peningkatan aktivitas katalitik dari katalis CaO dapat dilakukan salah satunya dengan metode impregnasi. Menurut Ardiansah *et al.*, (2020) menjelaskan bahwa Impregnasi adalah suatu metode di mana prekursor zat aktif dimasukkan ke dalam pori-pori katalis (support) dengan bantuan pengadukan dan pemanasan. Proses ini dapat mempengaruhi karakteristik katalis, seperti kebiasaan, luas permukaan, dan komposisi.

Impregnasi juga dikenal sebagai metode penempelan komponen aktif logam dari garam prekursor ke dalam material pendukung (support).

Adapun dalam penelitian ini impregnasi pada katalis CaO dilakukan dengan larutan KOH dengan konsentrasi 9%, 10%, dan 11%. Dapat dikatakan bahwa logam yang digunakan untuk ditempelkan material support yaitu logam Kalium (K) yang berasal dari KOH. Impregnasi dilakukan dengan mencampurkan 11 gram katalis CaO satu persatu kedalam larutan KOH 9%, 10%, dan 11%. Kemudian campuran tersebut diaduk selama 3 jam. Pengadukan dalam proses impregnasi memiliki tujuan untuk memperkuat interaksi antara larutan KOH dan katalis CaO yang berasal dari kalsinasi cangkang telur ayam.

Pengadukan dilakukan secara merata, proses kontak antara larutan dan katalis dapat terjadi secara efisien, sehingga penempelan komponen aktif logam dapat dilakukan secara maksimal. Impregnasi tanpa pengadukan akan menyebabkan proses difusi larutan KOH menjadi lambat dan proses adsorpsi juga terhambat. Pengadukan penting untuk mempercepat proses difusi dan adsorpsi, serta memastikan distribusi larutan yang merata dalam material support. Setelah proses pengadukan, larutan katalis disaring lalu dikeringkan didalam oven dengan

suhu 110 °C selama 24 jam. Hasil dari oven kemudian dihaluskan menggunakan mortar alu dan bubuk KOH/CaO langsung dikalsinasi pada suhu 500 °C. Menurut Oko & Feri (2019) pada suhu 300°C, KOH akan terkonversi menjadi K₂O, H₂O, K₂CO₃ melalui persamaan reaksi berikut:



Pada suhu di atas 427°C, KOH akan meleleh dan bereaksi dengan senyawa karbon, membentuk K₂O dan K₂CO₃, sesuai dengan reaksi berikut ini::



Pada proses impregnasi menggunakan KOH tersebut, kristal K₂O terbentuk dan akan memberikan aktivitas katalitik yang lebih baik pada katalis. Partikel dari kristal K₂O akan mengisi permukaan katalis dan meningkatkan kebasaaan dari katalis itu sendiri (Yang *et al.*, 2012). Setelah proses kalsinasi bubuk katalis KOH/CaO berwarna putih siap digunakan pada proses Transesterifikasi.



Gambar 4. 2. (a) Tanpa Impregnasi (b) CaO Impregnasi

C. Karakterisasi Katalis

1. Struktur Katalis

Metode XRD digunakan untuk menentukan struktur katalis melalui analisis pola difraksi sinar X yang melewati katalis. Pengujian ini memiliki tujuan yaitu untuk mengetahui perubahan struktur dari katalis Al^{3+} -Bentonit dan katalis CaO Cangkang telur setelah dilakukan impregnasi dengan KOH. Pada Gambar 4.3 ditampilkan hasil difraktogram dari variasi katalis Al^{3+} -Bentonit. Hasil Difraktogram Bentonit murni menunjukkan puncak muncul pada 2θ : $19,88^\circ$; $36,86^\circ$; dan $61,94^\circ$ mengindikasikan adanya mineral montmorilonit dalam bentonit yang sesuai dengan data JCPDS 29-1498 (da Costa & de Andrade Lima, 2021).

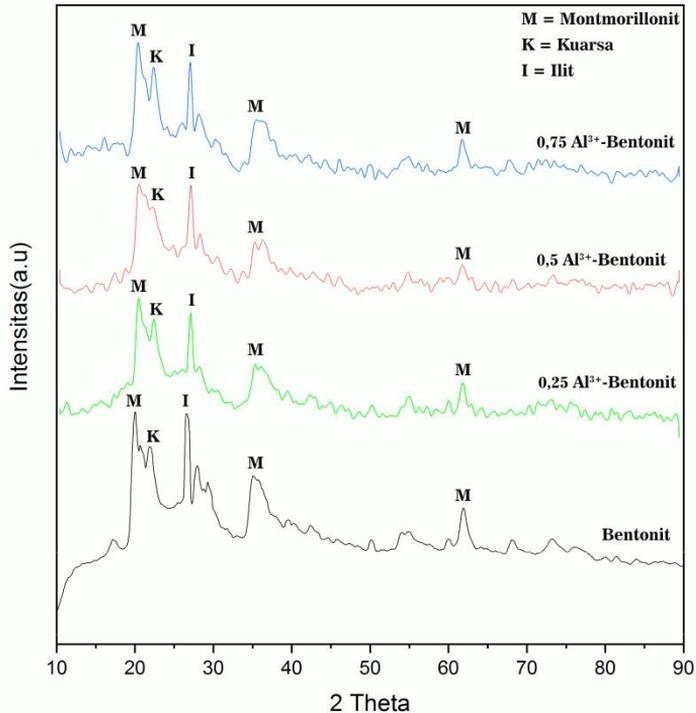
Adapun Puncak yang muncul pada 2θ : $21,53^\circ$ dan $26,78^\circ$ sesuai dengan nilai pada data JCPDS 5-0490, puncak tersebut teridentifikasi sebagai mineral kuarsa dan mineral illit (Jha *et al.*, 2013; Sitanggang *et al.*, 2017). Munculnya puncak dengan intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kandungan mineral kuarsa dan illit dalam bentonit cukup tinggi (Sibarani *et al.*, 2020; Soetaredjo *et al.*, 2011). Perbandingan difraktogram XRD dari bentonit dan variasi katalis Al^{3+} -Bentonit ditunjukkan pada tabel 4.1.

Tabel 4. 1. Perbandingan difraktogram XRD dari bentonit dan variasi katalis Al³⁺-Bentonit

No.	Bentonit		0,25 Al ³⁺ - Bentonit		0,50 Al ³⁺ - Bentonit		0,75 Al ³⁺ - Bentonit	
	2θ	d ₀₀₁	2θ	d ₀₀₁	2θ	d ₀₀₁	2θ	d ₀₀₁
1.	19,88	4,46	20,21	4,38	20,26	4,37	20,16	4,40
2.	21,53	4,12	21,43	4,14	21,48	4,13	21,96	4,04
3.	26,78	3,32	27,07	3,29	27,13	3,28	27,06	3,29
4.	36,86	3,03	36,32	2,47	36,36	2,46	36,21	2,47
5.	61,94	2,43	62,05	1,49	62,07	1,49	62,15	1,49

Data pada tabel 4.1. didukung dengan hasil spektra XRD dari katalis bentonit dan Al³⁺-Bentonit yang ditunjukkan pada gambar 4.3. Pada difraktogram XRD dari katalis bentonit dan Al³⁺-Bentonit menunjukkan puncak khas dari mineral bentonit masih cenderung sama. Adapun intensitas yang mengalami penurunan, hal tersebut dapat terjadi dikarenakan karena proses *swelling* pada pertukaran kation yang kurang maksimal. Lapisan-lapisan silikat pada montmorilonit yang seharusnya terbuka semakin lebar malah menyempit akibat proses pemiliran yang kurang maksimal (Mahmudha & Nugraha, 2016). Hal tersebut dapat terjadi pada saat lapisan-lapisan silikat tersebut terbuka, ukurannya belum dapat dimasukkan kation yang akan ditukarkan. Hasilnya kation akan menutupi lapisan tersebut dan mengakibatkan reaksi akan

menjadi kurang maksimal (Beck *et al.*, 1998; Mitsudome *et al.*, 2012).



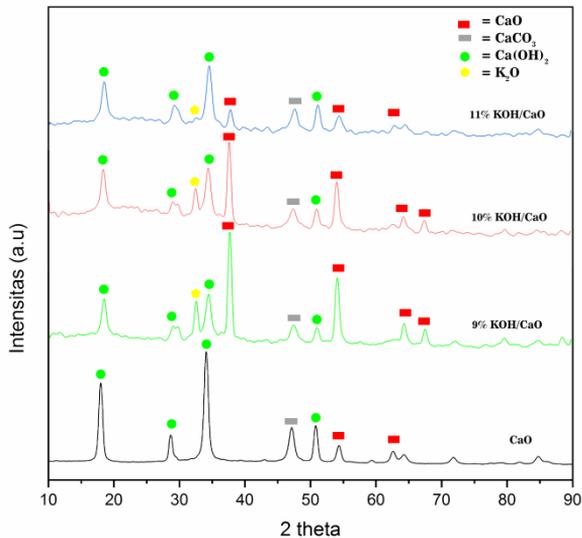
Gambar 4. 3. Spektra XRD katalis Al³⁺-Bentonit

Berdasarkan hasil diatas menunjukkan bahwa bentonit berhasil dimodifikasi menggunakan AlCl₃. Hal tersebut sesuai dengan kemampuan bentonit yang dapat dipertukarkan kationnya (Mitsudome *et al.*, 2012). Adapun tidak berbedanya puncak yang muncul mengindikasikan bahwa sampel tersebut pada fase yang sama dan penambahan AlCl₃ pada bentonit tidak

menyebabkan kerusakan pada struktur dari bentonit itu sendiri (Sibarani *et al.*, 2020).

Adapun hasil uji XRD pada katalis CaO cangkang telur ayam yang sudah dimodifikasi ditunjukkan pada Gambar 4.4. Hasil difaktogram XRD katalis CaO murni menunjukkan puncak pada 2θ : $17,96^\circ$; $28,73^\circ$; $34,10^\circ$; $47,04^\circ$; $50,82^\circ$; $54,30^\circ$; dan $62,51^\circ$. Puncak yang muncul pada 2θ : $54,30^\circ$; dan $62,51^\circ$ tersebut sesuai dengan data JCPDS 82-1691 yang menunjukkan puncak difraksi dari CaO (Annisa *et al.*, 2017; Widayat *et al.*, 2017). Puncak pada 2θ : $47,04^\circ$ merupakan puncak karakteristik dari CaCO_3 . Hal tersebut dapat terjadi akibat CaO yang menyerap karbon dioksida (CO_2) dari udara (Karunadasa *et al.*, 2019).

Adapun puncak lain yang muncul seperti pada 2θ : $17,96^\circ$; $28,73^\circ$; $34,10^\circ$; dan $50,82^\circ$ adalah puncak dari senyawa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang sudah memenuhi kriteria jika dicocokkan dengan data JCPDS 01-073-549 (Ardiansah *et al.*, 2020). Adanya pola yang muncul tersebut menunjukkan bahwa proses konversi pada komponen senyawa CaO belum berjalan sempurna. Hal tersebut didukung dengan data XRF yang menunjukkan hasil dari CaO masih pada prosentase 77% saja (Fatmawati *et al.*, 2018; Yang *et al.*, 2012).



Gambar 4. 4. Spektra XRD katalis KOH/CaO

Pola difraktogram XRD CaO yang dihasilkan setelah dilakukan penambahan 9%, 10% dan 11% KOH ditemukan puncak baru CaO yang muncul pada 2θ : $37,4^\circ$ dan puncak K_2O pada 2θ : $32,2^\circ$ (Oko & Feri, 2019). Pada penambahan 11% KOH puncak K_2O pada 2θ : $32,2^\circ$ dan puncak CaO pada 2θ : $37,4^\circ$ mengalami penurunan intensitas. Menurut Lingmei Yang *et al.* (2012), menurunnya intensitas puncak tersebut berhubungan dengan proses aglomerasi dari KOH yang menyebabkan tertutupnya situs basa oleh kelebihan KOH dan mengakibatkan kristal K_2O tidak terbentuk sempurna. Dilaporkan juga bahwa adanya fase K_2O

memungkinkan aktivitas katalitik katalis menjadi meningkat.

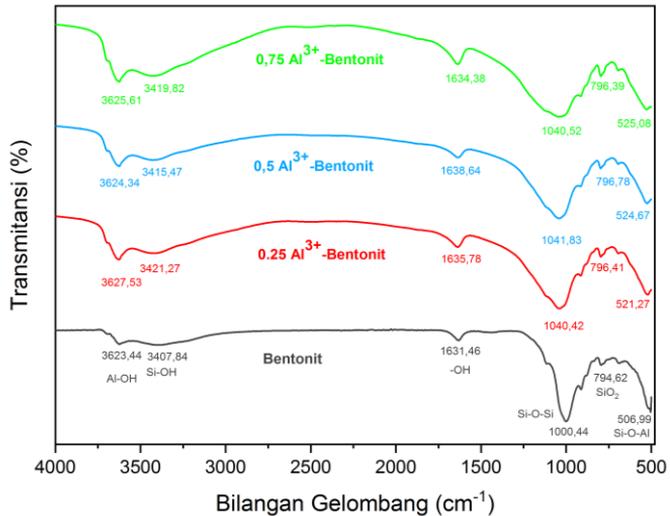
2. Gugus Fungsi Katalis

Hasil spektra inframerah sampel katalis Bentonit; 0,25 Al³⁺-Bentonit; 0,50 Al³⁺-Bentonit; dan 0,75 Al³⁺-Bentonit yang diukur pada kisaran bilangan gelombang antara 500-4000 cm⁻¹ memiliki hasil pola yang tidak berbeda jika diamati satu sama lainnya. Pada tabel 4.2. menunjukkan perbandingan spektra infra merah dari sampel katalis bentonit dan katalis Al³⁺-Bentonit berbagai variasi.

Tabel 4. 2. Hasil bilangan gelombang katalis bentonit dan Al³⁺-Bentonit

Gugus fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	Bentonit	0,25 Al ³⁺ - Bentonit	0,50 Al ³⁺ - Bentonit	0,75 Al ³⁺ - Bentonit
Si-O-Al	506,99	521,27	524,67	525,08
O-Si-O	794,62	796,41	796,78	796,39
Si-O-Si	1000,44	1040,42	1041,83	1040,52
-OH	1631,46	1635,78	1638,64	1634,38
Si-OH	3407,84	3421,27	3415,47	3419,82
Al-OH	3623,44	3627,53	3624,34	3625,61

Tampak gugus fungsi yang mencul dari bentonit modifikasi tidak menunjukkan pergeseran yang signifikan. Data pada tabel 4.2. juga didukung dengan hasil spektra FTIR katalis bentonit dan Al³⁺-Bentonit yang ditunjukkan pada gambar 4.5. berikut.



Gambar 4. 5. Spektra FTIR katalis Al³⁺-Bentonit

Pada gambar 4.5. spektra terlihat puncak-puncak serapan penting untuk mengidentifikasi gugus fungsional pada katalis bentonit, yaitu puncak yang muncul pada bilangan gelombang 506,99 cm⁻¹; 794,62 cm⁻¹; 1000,44 cm⁻¹, 1631,46 cm⁻¹; 3407,84 cm⁻¹; dan 3623,44 cm⁻¹. Menurut Xue et.al (2007) puncak-puncak yang muncul tersebut dapat dikelompokkan kedalam beberapa kelompok diantaranya pada daerah bilangan gelombang 1000,44 cm⁻¹ adalah puncak serapan sistem TO₄ (Si-O-Si) dari mineral montmorillonit, puncak serapan dari gugus fungsi Si-O-Al muncul pada daerah 506,99 cm⁻¹ dengan Al adalah kation pusat dari sistem TO₆ (oktahedral), sedangkan puncak gugus OH muncul

pada daerah gelombang $1631,46 \text{ cm}^{-1}$ dan $3623,44 \text{ cm}^{-1}$ (Siregar & Irma, 2016).

Adapun puncak serapan kecil pada $794,62 \text{ cm}^{-1}$ diperkirakan merupakan ciri khas serapan dari mineral kuarsa (SiO_2) (da Costa & de Andrade Lima, 2021). Hal tersebut mengindikasikan bahwa bentonit yang dianalisis mengandung mineral kuarsa. Puncak serapan pada bilangan gelombang $1631,46 \text{ cm}^{-1}$ merupakan indikasi adanya vibrasi tekuk O-H dari molekul air. Puncak tersebut menunjukkan bahwa adanya molekul air yang terdapat pada mineral bentonit yang dianalisis (Saeed *et al.*, 2021). Adanya puncak $3407,84 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya vibrasi ulur OH dari silanol (Si-OH) dan puncak serapan pada bilangan gelombang $3623,48 \text{ cm}^{-1}$ merupakan indikasi dari adanya vibrasi ulur OH dari aluminol (Al-OH) pada lapisan oktahedral (Ulakpa *et al.*, 2022).

Hasil ini menunjukkan bahwa proses pertukaran ion tidak mengakibatkan terjadinya perubahan struktur dari bentonit secara signifikan (Ningsih & Yulizar, 2014). Perbedaan sedikit terlihat pada penurunan intensitas puncak pada gelombang seiring penambahan konsentrasi dari AlCl_3 . Pada Gambar 4.5 ditunjukkan bahwa terjadi dealuminasi pada katalis ditunjukkan pada bilangan gelombang

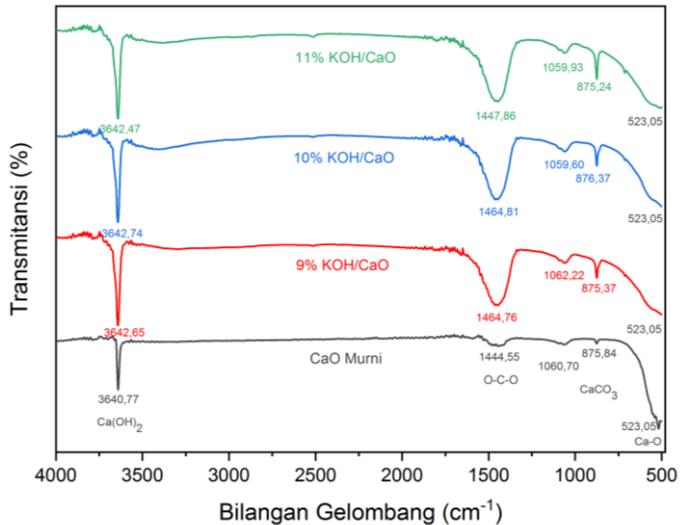
1040,52 cm^{-1} mengindikasikan bahwa lembar silikat kemungkinan mengalami kerusakan selama proses modifikasi yang menunjukkan adanya interaksi pada katalis ketika dilakukan pertukaran kation (da Costa & de Andrade Lima, 2021).

Adapun spektra FTIR yang dihasilkan dari katalis CaO, 9% KOH/CaO, 10% KOH/CaO, dan 11% KOH/CaO juga memberikan hasil serapan bilangan gelombang yang cenderung sama. Spektra FTIR dari katalis CaO/KOH dapat diamati pada tabel 4.2. berikut.

Tabel 4. 3. Hasil bilangan gelombang katalis KOH/CaO

Gugus fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
	CaO	9% KOH/CaO	10% KOH/CaO	11% KOH/CaO
Ca-O	523,05	523,05	523,05	523,05
CaCO ₃	875,84	875,37	875,37	875,24
	1060,70	1062,22	1059,60	1059,93
O-C-O	1444,55	1464,76	1464,81	1447,86
Ca(OH ₂)	3640,77	3642,65	3642,74	3642,47

Gugus fungsi yang muncul pada katalis KOH/CaO dengan CaO tidak menunjukkan pergeseran gugus fungsi yang signifikan. Gugus fungsi yang muncul diantaranya ikatan CaO, CaCO₃, O-C-O, dan Ca(OH)₂. Data pada tabel 4.3. juga didukung dengan hasil spektra FTIR katalis CaO dan KOH/CaO yang ditunjukkan pada gambar 4.6. berikut.



Gambar 4. 6. Spektra FTIR katalis KOH/CaO

Ditampilkan bahwa hasil spektra katalis CaO menunjukkan hasil puncak pada bilangan gelombang 523,05 cm^{-1} ; 875,84 cm^{-1} ; 1060,70 cm^{-1} ; 1444,55 cm^{-1} ; dan 3640,77 cm^{-1} . Menurut Sibarani *et al.* (2020) puncak yang muncul pada bilangan gelombang 3640,77 cm^{-1} merupakan indikasi adanya gugus O-H. Kemunculan gugus O-H dengan puncak yang tajam adalah karakteristik dari CaO standar dan gugus yang keluar pada bilangan gelombang 3640,77 cm^{-1} tersebut diindikasikan berasal dari Ca(OH)₂ karena CaO memiliki sifat higroskopis yang menyebabkannya mudah menyerap uap air dari udara sekitarnya (Fatmawati *et al.*, 2018; Liao & Chung, 2013).

Kemunculan puncak pada bilangan gelombang 1444,55 cm^{-1} sesuai dengan ikatan O-C-O dari karbonat, kondisi ini sesuai dengan penelitian Fatmawati *et al.*, (2018) bahwa munculnya bilangan gelombang 1444,55 cm^{-1} merupakan ciri adanya ikatan O-C-O monodentat yang terdapat pada permukaan CaO. Adapun munculnya puncak pada bilangan gelombang 875,84 cm^{-1} dan 1060,70 cm^{-1} merupakan indikasi adanya tekukan vibrasi dari karbonat yang menandakan adanya kandungan CaCO_3 (Kusmiyati *et al.*, 2019). Adapun munculnya puncak kecil pada bilangan gelombang 523,05 menunjukkan adanya ikatan Ca-O (Granados *et al.*, 2007).

Berdasarkan variasi konsentrasi KOH yang diberikan pada CaO, hasil puncak gelombang tidak menunjukkan pergeseran bilangan gelombang secara signifikan. Hanya terjadi penambahan intensitas dari hasil gelombang antara CaO cangkang telur tanpa modifikasi dengan KOH/CaO cangkang telur. Pergeseran gugus fungsi yang tidak terlalu besar, sehingga dapat dikatakan bahwa dengan penambahan konsentrasi KOH tidak merubah susunan dari gugus fungsi katalis CaO cangkang telur ayam. (Fatmawati *et al.*, 2018; Kusmiyati *et al.*, 2019; Liao & Chung, 2013).

3. Keasaman dan Kebasaan Katalis

Dalam penelitian ini, keasaman katalis diukur dengan menggunakan menghitung keasaman total yang menggambarkan densitas keasaman per gram katalis. Pengujian keasaman dilakukan pada katalis Bentonit murni dan Bentonit dengan variasi penambahan AlCl_3 0,25 M; 0,5 M dan 0,75 M. Sifat keasaman katalis merupakan karakter penting yang memiliki peran besar dalam menentukan aktivitas katalis. Oleh karena itu, sangat penting untuk dilakukan perhitungan keasaman total dari katalis. Keasaman katalis dapat dihitung menggunakan metode gravimetri. Analisis gravimetri dilakukan dengan melakukan pengukuran selisih berat antara katalis bentonit yang telah mengadsorb amoniak dengan katalis bentonit tanpa mengadsorb amoniak. Jumlah NH_3 yang teradsorb ekuivalen dengan nilai asam pada permukaan katalis (Ruslan *et al.*, 2017).

Penentuan jumlah situs asam menggunakan gas amonia memberikan informasi mengenai jumlah situs asam total katalis. Hal ini diasumsikan karena ukuran molekul NH_3 yang kecil memungkinkan masuk sampai ke dalam pori-pori katalis. Dalam esterifikasi biodiesel, keasaman katalis memainkan peran penting dalam mempercepat reaksi antara asam lemak dan alkohol,

yang mengarah pada pembentukan ester biodiesel. Katalis asam digunakan untuk mengaktifkan asam lemak dan memfasilitasi proses esterifikasi (Musta, 2010). Jumlah keasaman total dari katalis ditunjukkan pada Tabel 4.4. sebagai berikut.

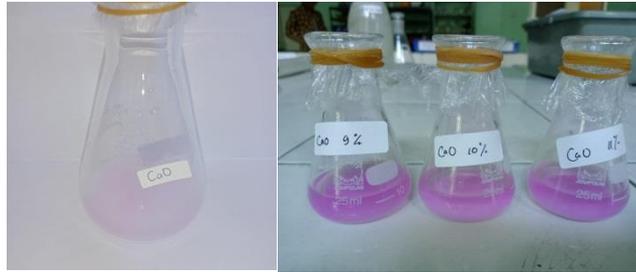
Tabel 4. 4. Keasaman Katalis Al³⁺-Bentonit

Katalis	Keasaman Total (mmol/gram)
Bentonit	8,2159
0,25 Al ³⁺ -Bentonit	8,5437
0,5 Al ³⁺ -Bentonit	8,1712
0,75 Al ³⁺ -Bentonit	7,9131

Berdasarkan tabel tersebut bentonit tanpa modifikasi memiliki keasaman sebesar 8,2159 mmol/g. Adapun setelah dilakukan modifikasi, keasaman masing-masing variasi katalis berturut-turut adalah 8,5437 mmol/g; 8,1712 mmol/g; dan 7,9131 mmol/g. Data menunjukkan terjadi kenaikan tingkat keasaman dari katalis pada penambahan 0,25 M AlCl₃. Tingkat keasaman kemudian menurun setelah penambahan 0,5 M dan 0,75 M AlCl₃. Hal tersebut diindikasikan terjadi dikarenakan pengaruh adanya penurunan dari nilai $d_{spasing}$ dari katalis sebelum dan sesudah modifikasi yang diakibatkan oleh pertukaran ion logam Al³⁺ yang kurang maksimal. Ukuran pori-pori pada permukaan bentonit yang seharusnya terbuka semakin lebar

akhirnya menyempit dikarenakan proses interkalasi kation yang kurang maksimal mengakibatkan pori-pori masih terlalu kecil dan akhirnya pori-pori tertutup oleh ion logam Al^{3+} yang berlebih (Musta, 2010; Ruslan *et al.*, 2017). Kasus penurunan keasaman ini dapat dikatakan bahwa semakin banyak konsentrasi $AlCl_3$ yang ditambahkan malah justru akan menyebabkan lebih banyak pori-pori bentonit yang tertutup logam. Selain itu, penurunan nilai keasaman juga dapat terjadi karena terbentuknya kokas ketika proses pemanasan pada katalis sehingga mengakibatkan pori-pori dari katalis menjadi tertutup dan tidak dapat menyerap gas amonia (Tadeus *et al.*, 2013).

Hasil Uji kebasaaan katalis CaO secara kualitatif dan kuantitatif disajikan dalam Tabel 4.2. Hasil uji kebasaaan secara kualitatif menggunakan *hammet phenolphthalein* menunjukkan berubahnya warna secara spontan dari tidak berwarna menjadi merah muda. Dapat diindikasikan bahwa katalis memiliki kebasaaan $H_+ > 8,6$ dan pengujian kebasaaan katalis dapat membuktikan bahwa katalis bersifat basa dan cocok digunakan dalam reaksi transesterifikasi biodiesel dari minyak jelantah. Berubahnya warna dapat diamati pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 7. Hasil Kebasaan katalis KOH/CaO

Nilai kebasaaan katalis CaO cangkang telur ayam yang telah dimodifikasi KOH secara kuantitatif dapat ditentukan menggunakan *metode benzoic acid titration*. Pada Tabel 4.5. menunjukkan nilai kebasaaan dari katalis KOH/CaO.

Tabel 4. 5. Hasil kebasaaan katalis CaO/KOH

Katalis	Uji kualitatif kebasaaan katalis (Hammet indikator PP)	Uji kuantitatif kebasaaan katalis (Titrasii asam benzoat)
CaO	Merah Muda	2,88 mmol/gram
9% CaO + KOH	Merah Muda	2,135 mmol/gram
10%CaO + KOH	Merah Muda	2,2 mmol/gram
11% CaO + KOH	Merah Muda	2,185 mmol/gram

Nilai kebasaaan yang didapatkan disebabkan oleh sifat afinitas kalsium untuk membentuk senyawa basa ketika berinteraksi dengan unsur lain di sekitarnya. Nilai kebasaaan juga disebabkan oleh proses kalsinasi pada suhu 900°C dan proses impregnasi

menggunakan KOH (Yang *et al.*, 2012). Data tabel menunjukkan hasil kebasaaan CaO yaitu 2,88 mmol/gram. Setelah dilakukan impregnasi dengan 9% KOH, jumlah kebasaaan katalis berkurang menjadi 2,135 mmol/gram. Setelah ditambahkan 10% KOH, nilai kebasaaan naik kembali menjadi dengan 2,2 mmol/gram. Adapun pada penambahan 11% KOH, nilai kebasaaan turun kembali menjadi 2,185 mmol/gram. Hal ini menunjukkan bahwa proses impregnasi masih belum dapat menambah jumlah kebasaaan dari katalis CaO cangkang telur. Penurunan nilai kebasaaan ini dapat disebabkan adanya keadaan lewat jenuh sehingga pori-pori CaO (support) tidak dapat menerima KOH (Oko & Feri, 2019). Dapat dijelaskan juga bahwa penurunan kebasaaan ini terjadi disebabkan oleh aglomerasi dari fase KOH yang mengakibatkan tertutupnya sisi basa oleh KOH berlebih (Yang *et al.*, 2012).

4. Kandungan Katalis CaO

Pengujian katalis CaO menggunakan instrumen XRF dilakukan untuk mengetahui kandungan utama unsur yang terdapat pada katalis CaO cangkang telur ayam. Hasil uji XRF dari sampel katalis CaO cangkang telur tanpa modifikasi penambahan KOH disajikan pada tabel 4.6. dan tabel 4.7. dibawah ini.

Tabel 4.6. Hasil Uji XRF Berdasarkan Elemen

Unsur	Hasil (%)
Ca	54,4
Mg	0,256
Si	0,200
P	0,160
S	0,0524
Cl	0,0105
K	0,0449
Sr	0,0220
balance	44,8
Total	100

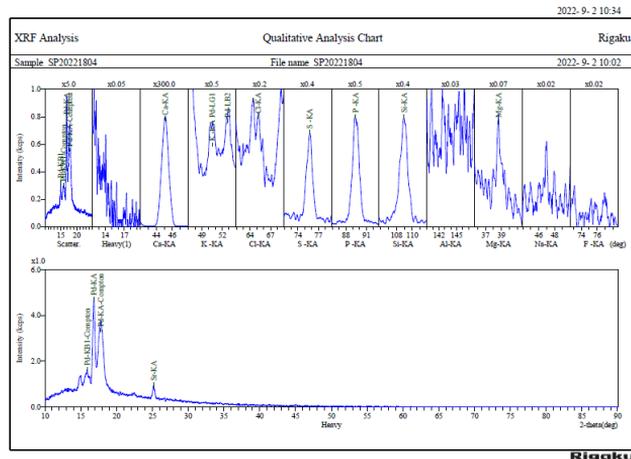
Tabel 4.7. Hasil Uji XRF Berdasarkan Logam Oksida

Oksida	Hasil (%)
CaO	77,1
MgO	0,431
SiO ₂	0,432
P ₂ O ₅	0,372
SO ₃	0,132
Cl	0,0106
K ₂ O	0,0548
SrO	0,0264
Balance	21,5
Total	100

Tampak dari tabel tersebut bahwa kandungan unsur tertinggi adalah Ca dengan 54,4% kemudian diikuti oleh Mg sebanyak 0,256% dan Si sebanyak 0,2%. Adapun kandungan unsur lain yang terdapat didalam katalis CaO antara lain P, S, Cl, K, dan Sr. Setelah dilakukan perhitungan menggunakan software yang terdapat pada XRF diperoleh bahwa kandungan

CaO adalah yang terbanyak yaitu 77,1%. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis katalis CaO dari cangkang telur ayam berhasil dilakukan dibuktikan dengan hasil uji XRF yang menunjukkan kandungan CaO yang mendominasi dibandingkan kandungan oksida lainnya.

Adapun kandungan oksida lain yang terkandung antara lain MgO, SiO₂, P₂O₅, SO₃, Cl, K₂O, dan SrO. Gambar 4. 8 menunjukkan hasil difraktogram XRF katalis cangkang telur.



Gambar 4. 8. Difraktogram XRF Cangkang Telur

D. Sintesis Biodiesel Minyak Jelantah

1. Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah menggunakan Katalis Al³⁺-Bentonit

Pada penelitian ini reaksi esterifikasi dilakukan karena kandungan asam lemak bebas pada minyak

jelantah yang masih terlalu tinggi yaitu 4,85%. Menurut Ahmad *et al.* (2016) esterifikasi adalah reaksi kimia antara asam lemak bebas dan alkohol, dalam kasus ini metanol, yang menghasilkan ester dan air sebagai produk samping. Metanol dipilih karena memiliki berat molekul yang lebih ringan dibandingkan jenis alkohol lainnya dan juga harganya yang lebih murah. Katalis yang diterapkan pada reaksi ini yaitu katalis Al^{3+} -bentonit.

Katalis ini dibuat dengan metode pertukaran kation Al^{3+} pada bentonit dengan harapan dapat meningkatkan aktivitas katalitik dari katalis itu sendiri. Katalis Al^{3+} -bentonit pernah digunakan oleh Siti Maryam (2012) dalam penelitiannya mengenai reaksi esterifikasi asam palmitat menjadi metil palmitat. Pemilihan kation Al^{3+} didasarkan pada kemampuan kation yang memiliki ikatan kuat sehingga memenuhi syarat sebagai kation penukar. Pertukaran ini bertujuan untuk menyeimbangkan kelebihan muatan negatif akibat substitusi isomorf pada permukaan bentonit seperti Si^{4+} dengan Al^{3+} pada lapisan tetrahedral, Al^{3+} oleh Mg^{3+} pada lapisan oktahedral.

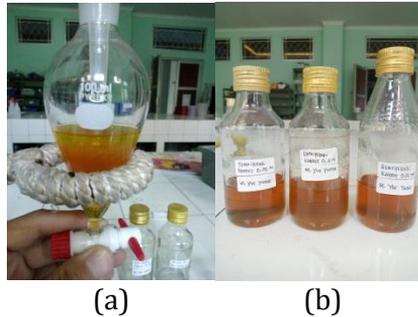
Penyeimbangan tersebut dilakukan dengan cara mengadsorpsi kation ke dalam lapisan antar dari bentonit atau melakukan substitusi kation dengan

menggunakan kation yang memiliki muatan lebih tinggi, seperti Al^{3+} . Selain itu, penggunaan ion Al^{3+} sebagai interkalat berhubungan erat dengan ukuran ion Al^{3+} yang besar dan dapat memperbesar luas permukaan, jari-jari pori dan aktivitas katalitik dari katalis bentonit (Wijaya, K. et.al 2016). Sehingga dengan meningkatnya faktor diatas proses esterifikasi dapat berjalan dengan lebih maksimal. Namun pada penelitian ini jika ditinjau dari hasil analisis menggunakan XRD, terjadi penurunan nilai d_{spacing} dari katalis yang mengindikasikan bahwa terjadi penurunan luas permukaan dan jari-jari pori dari katalis bentonit hasil modifikasi.

Adapun tujuan dilakukan reaksi esterifikasi adalah untuk meminimalkan kandungan asam lemak bebas yang masih terkandung dalam minyak jelantah (Ahmad *et al.*, 2016). Hal tersebut dilakukan untuk mencegah terjadinya reaksi penyabunan dalam reaksi transesterifikasi yang nantinya akan mengganggu proses pemisahan produk biodiesel. Mengacu pada penelitian Oko & Feri (2019), pada reaksi esterifikasi ini digunakan rasio mol minyak dan metanol yaitu 1:12. Mula-mula 40 gram minyak jelantah dimasukkan bersama campuran 0,2 gram katalis Al^{3+} -bentonit dan

17,94 gram metanol kedalam serangkaian alat refluks lalu dipanaskan pada suhu 60-65°C..

Adapun fungsi metanol yaitu sebagai pereaksi. Metanol sendiri digunakan sebagai penyedia gugus -OR' untuk menggantikan gugus -OH asam karboksilat untuk membentuk ester (Sutapa & Rosmawaty, 2014). Pencampuran dilakukan secara bertahap diawali dengan pemanasan katalis dengan metanol selama 30 menit terlebih dahulu. Hal tersebut dilakukan agar katalis dan metanol dapat bereaksi dengan sempurna Setelah 30 menit sebanyak 40 gram minyak jelantah hasil pemanasan pada suhu 110°C dimasukkan kedalam campuran katalis dan metanol. Campuran minyak jelantah, metanol, dan katalis direfluks pada suhu 60-65°C selama 2 jam agar reaksi berlangsung sempurna. Setelah 2 jam hasil refluks disaring dan dipisahkan menggunakan corong pisah kemudian didiamkan kurang lebih 1 jam sampai terbentuk dua lapisan sempurna. Setelah terbentuk 2 lapisan (Gambar 4.9), lapisan bawah merupakan minyak hasil esterifikasi dan lapisan atas merupakan campuran metil ester dan metanol sisa reaksi yang masing-masing dipisahkan pada wadah berbeda. Selanjutnya minyak hasil esterifikasi dilakukan uji kadar asam lemak bebas (FFA).



Gambar 4. 9. (a) 2 Lapisan, (b) minyak hasil pemisahan

Tahapan reaksi esterifikasi diawali dengan gugus karbonil dari asam akan terprotonasi secara *reversibel*, sehingga muatan positif pada karbon karboksil meningkat dan reaktivitas terhadap nukleofil bertambah, kemudian metanol yang berperan sebagai nukleofil menyerang karbonil dari asam yang terprotonasi sehingga membentuk ester. Selanjutnya oksigen lepas atau mendapat proton sebagai langkah kesetimbangan yang kemudian terjadi pembebasan air. Air sendiri merupakan produk samping yang oleh metanol berlebih dilarutkan agar tidak menghambat proses reaksi. Selanjutnya terjadi deprotonasi untuk menghasilkan ester dan meregenerasi katalis (Sutapa & Rosmawaty, 2014). Tabel 4.8. menunjukkan bahwa penambahan katalis Al^{3+} -bentonit berpengaruh terhadap besaran FFA dan bilangan yang diperoleh.

Tabel 4. 8. Hasil Analisis Kadar FFA dan Bilangan asam produk FAME hasil reaksi esterifikasi

Jenis Katalis	Asam lemak bebas (FFA) (%)	Bilangan asam (mgKOH/g)	Konversi FFA (%)
Bentonit	4,45	9,7631	8,25
0,25 Al ³⁺ -bentonit	4,15	9,0888	14,43
0,5 Al ³⁺ -bentonit	4,28	9,3752	11,75
0,75 Al ³⁺ -bentonit	4,497	9,8557	7,28

Hasil analisis FFA minyak jelantah hasil reaksi esterifikasi menggunakan Bentonit murni menghasilkan FFA sebesar 4,45%. Adapun ketika menggunakan variasi katalis Al³⁺-bentonit, minyak hasil esterifikasi berturut-turut memiliki kandungan FFA sebesar 4,15%; 4,28%; dan 4,49%. Hasil nilai FFA ini menunjukkan bahwa katalis terbaik dalam menurunkan kadar FFA adalah katalis 0,25 Al³⁺-bentonit.

Penurunan kadar FFA jika ditinjau dari nilai keasaman yang diperoleh menunjukkan bahwa katalis dengan nilai keasaman tertinggi mampu menurunkan kadar FFA lebih baik. Katalis dengan keasaman tertinggi yaitu katalis 0,25 Al³⁺-bentonit. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Jeenpadiphat & Tungasmita (2014) dengan hasil

konversi FFA mencapai 99,14% menggunakan katalis bentonit dengan keasaman tertinggi sebesar 2,5 mmol/g.

Pada penelitian ini membuktikan bahwa katalis terbaik pada reaksi esterifikasi yaitu katalis 0,25 Al³⁺-bentonit yang berhasil menurunkan kadar FFA minyak jelantah dari 4,85% menjadi 4,15%. Hasil penurunan FFA pada penelitian jauh lebih baik dibandingkan hasil penelitian yang pernah dilakukan oleh La Ifa *et al.* (2021) menggunakan katalis bentonit 3% dengan penurunan kadar FFA dari 4,57% menjadi 4,48% saja. Menurut Helwani *et al.*, (2009) dalam Efendi *et al.*, (2018) menyatakan bahwa keberadaan asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak yang tidak lebih besar dari 5% tidak akan mengganggu proses transesterifikasi jika menggunakan katalis heterogen. Berdasarkan analisis kadar FFA yang dilakukan, minyak jelantah hasil esterifikasi dapat dilanjutkan ke proses transesterifikasi.

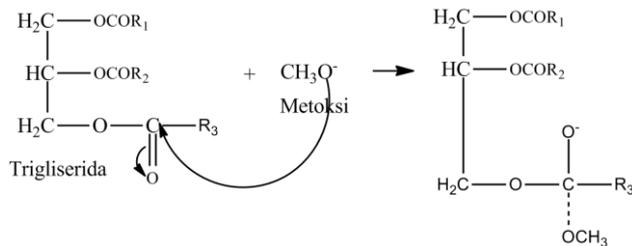
2. Reaksi Transesterifikasi menggunakan Katalis CaO Cangkang Telur Ayam

Proses transesterifikasi adalah proses di mana gliserin dipisahkan dari minyak dan asam lemak bebas bereaksi dengan alkohol (metanol) untuk membentuk

metil ester menggunakan katalis basa (Ahmad *et al.*, 2016). Katalis pada penelitian ini menggunakan katalis CaO cangkang telur yang diimpregnasikan dengan larutan KOH. Proses impregnasi dilakukan bertujuan untuk meningkatkan kebasaaan serta luas pori dari suatu katalis. Peningkatan kebasaaan katalis terjadi karena adanya infiltrasi KOH ke dalam pori-pori katalis, yang memperbesar sifat basa katalis tersebut (Oko & Feri, 2019). Pemilihan katalis ini juga dilakukan karena kelimpahannya yang banyak di alam dan agar tidak terbuang percuma menjadi limbah.

Pada reaksi transesterifikasi, katalis basa akan memutuskan ikatan kimia dalam minyak jelantah, menghasilkan ester dan gliserol. Ester kemudian bereaksi dengan metanol, membentuk senyawa metil ester (biodiesel), sementara gliserol dihasilkan sebagai produk samping. Pada proses ini sebanyak 20 gram semua minyak hasil esterifikasi direfluks pada suhu 60-65°C kemudian direaksikan dengan campuran metanol dan katalis KOH/CaO cangkang telur dengan rasio katalis dengan minyak yaitu 1:12 dengan mekanisme pencampuran minyak dan katalis seperti pada tabel 3.1. pada bab 3. Reaksi dilakukan selama 3 jam agar reaksi berlangsung sempurna. Pada tahap pertama reaksi transesterifikasi, terjadi serangan nukleofilik

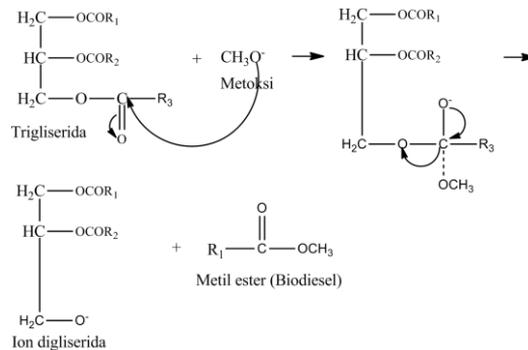
metoksida (CH_3O^-) pada karbon dari gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) dalam minyak jelantah. Ini menghasilkan pembentukan ikatan antara metoksida dan karbon, sementara gugus alkoksida ($-\text{OCH}_3$) terbentuk. Tahap ini difasilitasi oleh katalis KOH/CaO yang berperan sebagai basa yang kuat. Adapun mekanisme reaksinya disajikan pada gambar 4.10:



Gambar 4. 10. Penyerangan metoksi pada trigliserida (Oko & Feri, 2019)

Pada tahap kedua reaksi transesterifikasi, terjadi pemutusan ikatan $\text{C}-\text{O}$ pada gugus alkoksida yang terbentuk sebelumnya. Ikatan ini diputus, menghasilkan pembentukan metil ester (biodiesel) dan gliserol sebagai produk samping. Proses ini juga dipengaruhi oleh katalis KOH/CaO yang membantu dalam pemutusan ikatan dan memfasilitasi pembentukan metil ester yang diinginkan. Mekanisme reaksinya disajikan dalam gambar 4.11. Setelah 3 jam, minyak hasil reaksi dimasukkan ke dalam erlenmeyer untuk dilakukan pencucian dan pemurnian. Pencucian

biodiesel dilakukan bertujuan agar biodiesel hasil transesterifikasi menjadi terbebas dari produk samping maupun zat-zat yang tidak diinginkan.



Gambar 4. 11. Pembentukan biodiesel (Oko & Feri, 2019)

Pada proses ini, biodiesel dicuci menggunakan HCl 2 M agar biodiesel yang dihasilkan terbebas dari CaO yang masih terdapat pada biodiesel sekaligus menghentikan reaksi karena CaO bersifat basa sehingga diperlukan larutan asam seperti HCl untuk menghentikan reaksi dengan adanya proses penetralan. Proses selanjutnya biodiesel ditambahkan n-heksana. Penambahan n-heksana bertujuan untuk melarutkan senyawa organik yang masih ada pada biodiesel sehingga dapat terpisah. (Suprpto *et al.*, 2016). Proses Pencucian biodiesel disajikan dalam gambar 4.12.



Gambar 4. 12. Proses pencucian biodiesel

Setelah dilakukan pencucian, biodiesel disaring dan dipisahkan menggunakan corong pisah, didiamkan terlebih dahulu selama 24 jam hingga terbentuk 2 lapisan. Setelah terbentuk 2 lapisan, lapisan atas merupakan metil ester (biodiesel) dan lapisan bawah merupakan gliserol kemudian dipisahkan ke dalam wadah yang berbeda. Setelah dilakukan pemisahan, biodiesel dimurnikan kembali dengan cara memanaskannya pada suhu 105°C selama 20 menit. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan air yang masih terkandung dalam biodiesel hasil proses pencucian (Efendi *et al.*, 2018).

Hasil metil ester kemudian diuji kandungan FFA nya dan dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen GCMS untuk mengetahui jumlah metil ester yang berhasil terkonversi pada proses transesterifikasi. Adapun biodiesel hasil transesterifikasi disajikan pada gambar 4.13.

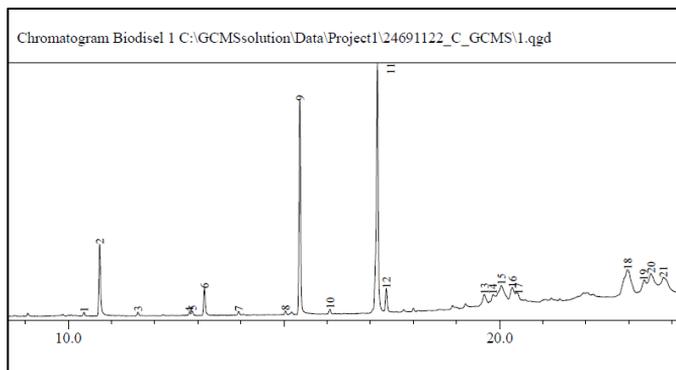


Gambar 4. 13. Biodiesel hasil transesterifikasi

E. Karakterisasi Biodiesel

1. Analisis Kandungan Biodiesel dan Yield Biodiesel

Hasil data metil ester analisa produk biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis asam Al^{3+} -bentonit pada reaksi esterifikasi dan katalis basa KOH/CaO cangkang telur pada reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada kromatogram pada gambar 4.14.



Gambar 4. 14. Kromatogram GC-MS Biodiesel KOH/CaO

Adapun hasil analisis kandungan metil ester disajikan pada tabel 4.9. yang menunjukkan sintesis berhasil dilakukan dibuktikan dengan dihasilkannya metil ester berupa metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil oleat, metil stearat, dan metil arakhidat (Ahmad *et al.*, 2016).

Tabel 4. 9. Hasil Uji Kandungan Biodiesel dengan GCMS

FAME	B1 CaO Area (%)	B2 KOH/CaO Area (%)	B3 KOH/CaO Area (%)	B3 KOH/CaO Area(%)
Metil Palmitat	-	22,39	30,65	25,05
Metil Oleat	-	30,68	40,32	32,74
Metil Laurat	-	7,77	8,25	6,88
Metil Miristat	-	2,89	3,52	2,85
Metil Stearat	-	2,40	3,56	2,96
Metil Arakhidat	-	-	0,62	0,58
Jumlah (%)	0	66,13	86,92	71,06

Hasil uji GC-MS menunjukkan bahwa sintesis biodiesel menggunakan katalis tanpa modifikasi tidak menghasilkan metil ester sama sekali. Hal tersebut menunjukkan minyak jelantah tidak terkonversi menjadi biodiesel. Adapun puncak yang muncul pada data hasil uji GCMS bukan milik dari metil ester. Berdasarkan data GCMS dari minyak hasil transesterifikasi menggunakan katalis CaO terdapat

kandungan senyawa lain seperti pada tabel 4.10. sebagai berikut.

Tabel 4. 10. Hasil % area biodiesel dengan katalis CaO

Kandungan	B1 CaO Area (%)
Kariofilen	31,19
Naftalen	22,09
Karbohidrazida	10,17
cyclic ethylene mercaptole (CAS)	33,11
Asam dekanooat	-11,48
Octadecamethylcyclononasilo xane	14,92
Jumlah (%)	100

Tabel diatas menunjukkan konversi metil ester tidak terjadi dibuktikan dengan tidak ada metil ester pada persen area yang muncul pada instrumen. Adapun sintesis biodisel menggunakan katalis modifikasi KOH/CaO menunjukkan hasil biodiesel dengan komposisi metil ester dominan yaitu metil palmitat dan metil oleat. Data tersebut menunjukkan bahwa biodiesel berasal dari minyak jelantah kelapa sawit (Suryandari *et al.*, 2021). Adapun terkait persen area keseluruhan yang dihasilkan oleh biodiesel 2 sebesar 66,13%; biodiesel 3 sebesar 86,92%; dan biodiesel 4 sebesar 71,06%. Adapun persen area sisa kandungan

biodiesel dari tiga variasi katalis tersebut disajikan dalam tabel 4.11. sebagai berikut.

Tabel 4. 11. Hasil sisa % area kandungan biodiesel dengan katalis KOH/CaO

FAME	B2 KOH/CaO Area (%)	B3 KOH/CaO Area (%)	B4 KOH/CaO Area (%)
Asam Dekanoat	2,34	2,65	0,38
Asam Laurat	29,25	9,37	25,8
2,6,8,10,14,18,22-Tetracosahexaene	2,28	1,06	2,38
n-triacontane	-	-	0,38
Jumlah (%)	33,87	13,08	28,94

Berdasarkan data kandungan biodiesel yang disajikan, dapat dikatakan bahwa biodiesel dengan kandungan metil ester terbesar adalah biodiesel 3 dengan penggunaan katalis 0,5 Al³⁺-bentonit pada reaksi esterifikasi dan katalis basa 10% KOH/CaO pada reaksi transesterifikasi.

Hal tersebut dapat terjadi diperkirakan berhubungan dengan tingkat kebasaaan dari katalis 10% KOH/CaO yang cukup tinggi yang mengindikasikan pori terbuka cukup lebar sehingga dapat membuat proses konversi asam lemak menjadi metil ester menjadi lebih banyak dibandingkan katalis

variasi lainnya yang memiliki nilai kebasaaan lebih rendah. Kebasaan yang tinggi pada katalis dikenal dapat meningkatkan aktivitas katalitik pada reaksi Transesterifikasi (Oko & Feri, 2019). Jika dibandingkan antara hasil konversi menggunakan katalis modifikasi dengan katalis tanpa modifikasi, dapat terlihat jelas bahwa hasil menunjukkan belum adanya biodiesel yang terkonversi jika menggunakan katalis tanpa modifikasi. Hal tersebut diduga bahwa konversi masih belum terjadi karena masih membutuhkan waktu yang lebih lama.

Adapun untuk nilai %yield FAME dan %Konversi Biodiesel yang dihasilkan disajikan dalam Tabel 4.12.

Tabel 4. 12. Hasil Yield Biodiesel dan Konversi FFA Biodiesel hasil sintesis

Biodiesel	Yield FAME (%)	Konversi FFA(%)
Biodiesel 1 (CaO)	0	2,92
Biodiesel 2 (9% KOH/CaO)	58,32	4,09
Biodiesel 3 (10% KOH/CaO)	78,25	3,27
Biodiesel 4 (11% KOH/CaO)	66,63	3,27

Data diatas menunjukkan bahwa yield FAME biodiesel yang paling banyak dihasilkan pada biodiesel 3 sebesar 78,25%. Hasil ini lebih besar dari penelitian yang pernah dilakukan oleh Sibarani *et al.*, (2020) yang hanya memperoleh yield sebesar 66,74%. Perolehan yield FAME tersebut menunjukkan bahwa katalis terbaik pada reaksi transesterifikasi yaitu katalis 10% KOH/CaO. Hasil karakterisasi XRD katalis 10% KOH/CaO menunjukkan bahwa terdapat puncak K_2O yang berkemungkinan besar mempengaruhi nilai kebasaaan dan konversi dari katalis (Oko & Feri, 2019). Hal tersebut diperkuat dengan uji kebasaaan yang menunjukkan bahwa katalis 10% KOH/CaO memiliki kebasaaan cukup tinggi dengan nilai yaitu 2,2 mmol/g. Nilai kebasaaan yang cukup tinggi akan membuat aktivitas katalitik katalis pada reaksi menjadi meningkat (Yang *et al.*, 2012).

2. Penentuan Kadar Air

Kadar air dalam biodiesel merupakan perbedaan berat antara sampel biodiesel sebelum dan sesudah dilakukan pemanasan untuk menguapkan air yang ada di dalamnya. Kadar air adalah salah satu parameter penting dalam menentukan standar mutu biodiesel. Kadar air yang tinggi dapat mengindikasikan adanya kontaminasi atau pengaruh negatif terhadap

stabilitas dan kualitas biodiesel. Menurut Ahmad *et al.*, (2016) Kadar air yang tinggi dalam biodiesel dapat menyebabkan pertumbuhan mikroba, korosi pada mesin, dan peningkatan kadar asam lemak bebas (FFA). Oleh karena itu, penting untuk menjaga kadar air biodiesel agar tetap rendah guna memastikan kualitas dan keandalan biodiesel sebagai bahan bakar. Tabel 4.13. menunjukkan hasil perhitungan kadar air.

Pada pengujian ini, biodiesel pada cawan dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 110°C. Pada suhu ini, kandungan air pada biodiesel akan menguap. Adapun desikator digunakan sebagai wadah untuk mendinginkan biodiesel agar minyak tidak lagi menyerap air dari udara. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kandungan air seiring bertambahnya konsentrasi KOH yang ditambahkan pada katalis CaO menunjukkan penurunan yang signifikan. Kadar air paling terbaik terdapat pada biodiesel 4 dengan nilai 0,3%. Namun kadar air yang pada biodiesel ini belum memenuhi persyaratan batas minimal kadar air yang sesuai dengan SNI. Terlihat pada tabel, biodiesel 2 memiliki kadar air yang sangat tinggi dibanding biodiesel lainnya. Hal tersebut dapat terjadi dikarenakan proses pemurnian biodiesel yang kurang maksimal sehingga masih terdapat kandungan

air yang cukup banyak pada produk biodiesel (Suprpto *et al.*, 2016).

Tabel 4. 13. Hasil Uji Kadar Air Biodiesel

Biodiesel	Kadar Air (%)
SNI 7182:2015	0,05
Biodiesel 1 (CaO)	2,69
Biodiesel 2 (9% KOH/CaO)	7,7
Biodiesel 3 (10%KOH/CaO)	0,5
Biodiesel 4 (11% KOH/CaO)	0,3

3. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam

Asam lemak bebas (FFA) adalah bentuk asam lemak yang tidak terikat pada trigliserida. Kadar FFA yang tinggi dalam minyak atau lemak dapat mempengaruhi kualitas produk turunannya seperti biodiesel. Pengurangan kadar FFA menjadi penting dalam produksi biodiesel untuk mendapatkan produk berkualitas tinggi. FFA dihasilkan oleh proses hidrolisis dan oksidasi. Adapun bilangan asam itu merupakan jumlah miligram KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan grup karboksil bebas dari satu gram sampel. Selama terjadinya proses hidrolisis terjadi pemecahan ikatan ester yang menghasilkan asam

lemak bebas, monogliserida, dan digliserida. Perhitungan kadar FFA dilakukan dengan metode titrasi asam basa menggunakan indikator PP dan dititrasi menggunakan KOH. Adapun hasil kadar FFA dan bilangan asam disajikan dalam tabel 4.14.

Berdasarkan tabel 4.14. dapat dijelaskan bahwa terjadi penurunan kadar FFA dan bilangan asam dari biodiesel. Kadar asam lemak bebas terendah yaitu 3,95% dan bilangan asam terendah yaitu 8,67 yang terdapat pada biodiesel 2. Hal ini berhubungan dengan hasil penurunan FFA pada saat reaksi esterifikasi yang mana biodiesel 2 memiliki kadar FFA dan bilangan asam terendah sehingga berpengaruh terhadap penurunan nilai FFA pada reaksi transesterifikasi.

Tabel 4. 14. Hasil Uji Kadar FFA dan Bilangan Asam Biodiesel

Biodiesel	Asam lemak bebas (FFA) (%)	Bilangan asam (mg KOH/g)
SNI 7182:2015	-	0,8
Biodiesel 1	4,32	9,47
Biodiesel 2 (9% KOH/CaO)	3,95	8,67
Biodiesel 3 (10% KOH/CaO)	4,14	9,08
Biodiesel 4 (11% KOH/CaO)	4,35	9,53

4. Penentuan Berat Jenis (Densitas)

Berat jenis (densitas) adalah perbandingan antara berat suatu volume sampel minyak atau lemak dengan berat air pada volume yang sama pada suhu tertentu. Densitas minyak atau lemak dipengaruhi oleh derajat ketidakjenuhan dan berat molekul rata-rata asam lemak yang ada dalam komposisi minyak atau lemak tersebut. Sebagai komponen utama, asam lemak memiliki kontribusi signifikan terhadap berat jenis minyak atau lemak (Efendi *et al.*, 2018). Hasil densitas biodiesel disajikan pada tabel 4.15.

Tabel 4. 15. Hasil Uji Densitas Biodiesel

Biodiesel	Densitas (g/ml)
SNI-7182:2015	0,850 – 0,890
Biodiesel 1 (CaO)	0,874
Biodiesel 2 (9% KOH/CaO)	0,842
Biodiesel 3 (10% KOH/CaO)	0,882
Biodiesel 4 (11% KOH/CaO)	0,895

Biodiesel yang diuji harus memiliki stabilitas pada suhu rendah, di mana semakin rendah suhu, maka semakin tinggi pula berat jenisnya. Kehadiran gliserol dalam biodiesel akan mempengaruhi densitas biodiesel karena gliserol memiliki densitas yang cukup tinggi, yaitu $1,26 \text{ g/cm}^3$. Jika gliserol tidak dipisahkan dengan

baik, dapat menyebabkan peningkatan densitas pada biodiesel. Hasil perhitungan densitas biodiesel menggunakan katalis tanpa modifikasi adalah 0,874 g/mL. Sedangkan densitas biodiesel menggunakan katalis modifikasi adalah 0,842 g/mL, 0,882 g/mL, dan 0,895 g/mL secara berurutan.

Hasil densitas yang diperoleh menunjukkan bahwa pada biodiesel 2 terjadi penurunan densitas. Adapun pada biodiesel 3 dan 4, semakin bertambahnya konsentrasi KOH yang ditambahkan pada katalis CaO semakin besar pula nilai densitas dari biodiesel yang dihasilkan. Namun jika ditinjau pada SNI-7182:2015, densitas yang diperoleh sudah memenuhi untuk dikatakan sebagai biodiesel yang aman untuk digunakan. Densitas yang diperoleh sesuai dengan besaran nilai kadar FFA yang terdapat pada minyak yang mengakibatkan proses konversi terganggu dan akhirnya mempengaruhi nilai densitas yang diperoleh dari proses transesterifikasi.

5. Penentuan Viskositas

Viskositas adalah ukuran dari besarnya hambatan atau tahanan geser yang dialami oleh suatu bahan cair dalam mengalir. Viskositas menunjukkan seberapa kental atau cair suatu cairan. Semakin tinggi

viskositas, semakin kental bahan cair tersebut dan semakin sulit bagi cairan tersebut untuk mengalir. Menurut Ahmad *et al.* (2016) semakin tinggi viskositasnya maka makin kental dan makin sukar mengalir. Berdasarkan perhitungan diperoleh bahwa viskositas dari biodiesel yang dihasilkan disajikan dalam tabel 4.10.

Tabel 4. 16. Hasil Uji Viskositas Biodiesel

Biodiesel	Viskositas (cSt)
SNI-7182:2015	2,3 – 6,0
Biodiesel 1 (CaO)	33,93
Biodiesel 2 (9% KOH/CaO)	29,38
Biodiesel 3 (10% KOH/CaO)	29,51
Biodiesel 4 (11% KOH/CaO)	27,58

Viskositas dari biodiesel hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis tanpa modifikasi yaitu sebesar 33,93 cSt. Adapun hasil viskositas menggunakan katalis modifikasi menunjukkan nilai yaitu 29,38 cSt; 29,51 cSt; dan 27,58 cSt. Data menunjukkan terjadi penurunan nilai viskositas namun masih belum memenuhi SNI sehingga belum dapat digunakan sebagai biodiesel. Menurut Oko & Feri (2019) hal tersebut dapat terjadi karena trigliserida belum terkonversi sempurna menjadi metil ester.

Ketika tingkat konversi transesterifikasi rendah, biodiesel masih mengandung molekul gliserida seperti tri-, di-, dan monogliserida. Gugus hidroksida yang ada pada molekul digliserida dan monodigliserida dapat membentuk ikatan hidrogen yang kuat, meningkatkan kerapatan molekul gliserida tersebut. Akibatnya, viskositas biodiesel tetap tinggi karena adanya ikatan hidrogen yang kuat antar molekul gliserida.

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang sudah dijabarkan diatas, dapat disimpulkan bahwa:

1. Pada katalis Al^{3+} -Bentonit, hasil difraktogram XRD menunjukkan puncak-puncak khas yang dimiliki oleh katalis yaitu pada sudut 2θ : $19,88^\circ$; $21,53^\circ$; $26,78^\circ$; $36,86^\circ$; dan $61,94^\circ$ yang menunjukkan adanya mineral montmorilonit, kuarsa dan ilit. Hasil uji XRD menunjukkan puncak khas yang dimiliki CaO yaitu pada 2θ : $17,96^\circ$; $28,73^\circ$; $34,10^\circ$; $47,04^\circ$; $50,82^\circ$; $54,30^\circ$; dan $62,51^\circ$ yang menunjukkan puncak difraksi CaO, $CaCO_3$, dan $Ca(OH)_2$. Hasil Spektra FTIR pada katalis Al^{3+} -Bentonit menunjukkan puncak khas pada bilangan gelombang $506,99\text{ cm}^{-1}$; $794,62\text{ cm}^{-1}$; dan $1000,44\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan puncak gugus mineral kuarsa dan montmorillonit. Hasil Spektra FTIR pada katalis CaO yaitu muncul pada bilangan gelombang $523,05\text{ cm}^{-1}$; $875,84\text{ cm}^{-1}$; $1060,70\text{ cm}^{-1}$; $1444,55\text{ cm}^{-1}$; dan $3640,77\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ikatan CaO, $CaCO_3$, dan $Ca(OH)_2$. Adapun hasil uji XRF menunjukkan bahwa cangkang telur ayam mengandung CaO sebesar 77,1 % dengan elemen terbanyak berupa Ca. Analisis

keasaman pada variasi katalis Al^{3+} -Bentonit didapatkan hasil berturut-turut 8,5437 mmol/gram; 8,1712 mmol/gram; dan 7,9131 mmol/gram. Analisis kebasaan pada variasi katalis KOH/CaO menghasilkan kebasaan berturut-turut 2,135 mmol/gram; 2,2 mmol/gram; dan 2,185 mmol/gram.

2. Penambahan katalis Al^{3+} -Bentonit pada reaksi esterifikasi jelantah mampu menurunkan kadar FFA meskipun belum optimal. Penurunan paling optimal menggunakan katalis Al^{3+} -Bentonit 0,25 M dengan konversi FFA sebesar 14,43%. Adapun pada reaksi transesterifikasi terdapat penurunan terbesar kadar FFA saat menggunakan katalis 9% KOH/CaO dengan konversi FFA sebesar 4,09%.
3. Penambahan katalis pada penelitian ini memiliki pengaruh terhadap nilai yield biodiesel dibandingkan dengan katalis tanpa modifikasi. Salah satu biodiesel hasil sintesis paling optimal yaitu menggunakan katalis 0,5 Al^{3+} -Bentonit dan 10% KOH/CaO. Dibuktikan dengan hasil analisis GC-MS yang menunjukkan biodiesel hasil sintesis tersebut menghasilkan %yield FAME sebesar 78,25% dengan metil ester dominan yaitu metil oleat dan metil palmitat. Biodiesel ini memiliki karakteristik %FFA sebesar 4,14%, mempunyai bilangan asam sebesar 9,08 mg-KOH/g,

mempunyai jumlah kadar air 0,5%, yield biodiesel sebesar 90,02%, densitas sebesar 0,882 g/mL, dan viskositas sebesar 29,51 cSt.

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, biodiesel dari minyak jelantah berhasil disintesis menggunakan katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO. Namun masih ada beberapa hal yang perlu dilakukan pada penelitian selanjutnya agar diperoleh hasil yang maksimal seperti:

1. Perlu dilakukan kajian mendalam terkait penambahan konsentrasi $AlCl_3$ pada Bentonit agar didapatkan hasil yang maksimal dalam menurunkan kadar FFA pada reaksi esterifikasi.
2. Perlu ditambahkan variasi rasio antara katalis Al^{3+} -Bentonit dan KOH/CaO dalam sintesis biodiesel untuk mengetahui pengaruhnya terhadap hasil sintesis.
3. Menambah analisa BET/SAA untuk mengetahui luas permukaan katalis baik sebelum maupun sesudah divariasikan

DAFTAR PUSTAKA

- Abryandoko, E. W. 2014. Studi Komparasi Emisi Gas Buang Bahan Bakar Solar Dan Biodiesel Dari Crude Oil Nyamplung Dengan Proses Degumming Pada Mesin Diesel Nissan D22. *Universitas Negeri Surabaya*, 03, 96–105.
- Abukhadra, M. R., & Sayed, M. A. 2018. K⁺ trapped kaolinite (Kaol/K⁺) as low cost and eco-friendly basic heterogeneous catalyst in the transesterification of commercial waste cooking oil into biodiesel. *Energy Conversion and Management*, 177(September), 468–476. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.09.083>
- Ahmad, H. S., Bialangi, N., Salimi, Y. K., & Kimia, J. 2016. Pengolahan Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Entropi*, 11, 204–214.
- Annisa, S., Rachim, G., Raya, I., & Zakir, M. 2017. Modifikasi Katalis CaO Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Bekas. *Indonesian Journal of Chemical Res.*, 5(1), 459–464.
- Anshary, M Isa; Damayanti, Oktavia; Roesyadi, A. 2012. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis Padat Berpromotor Ganda dalam Reaktor Fixed Bed. *Jurnal Teknik Pomits*, 1(1), 1–4.
- Anwar, R. N., Sunarto, W., & Kusumastuti, E. 2016. Pemanfaatan

Bentonit Teraktivasi Asam Klorida Untuk Pengolahan Minyak Goreng Bekas. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 5(3), 189–194.

Ardiansah, A., Sabara, Z., Nurjannah, N., Syarifuddin, A., & Suryanto, A. 2020. Preparasi Katalis Dari Cangkang Telur Dengan Metode Impregnasi Untuk Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Kelapa. *Journal of Chemical Process Engineering*, 5(1), 40–44.

Arifin, Z., Rudyanto, B., & Susmiati, Y. 2016. Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Heterogen Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) dengan Metode Pencucian Dry Washing. *Jurnal Rotor*, 9(2), 100–104.

Aziz, I., Nurbayti, S., & Rahman, A. 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(4), 511–515. <https://doi.org/10.15408/jkv.v2i4.268>

Aziz, I., Nurbayti, S., & Ulum, B. 2012. Pembuatan produk biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(3), 443–448. <https://doi.org/10.15408/jkv.v2i3.115>

Beck, J. ., Bellusi, G., Coker, E. ., Cool, P., Ernst, S., & Gies, H. 1998. *Molecular Sieves Science and Technology, Synthesis* (H. G.

Karge & J. Weitkamp (eds.); 1st ed.).

- Bhatti, U. H., Sultan, H., Min, G. H., Nam, S. C., & Baek, I. H. 2020. Ion-exchanged montmorillonite as simple and effective catalysts for efficient CO₂ capture. *Chemical Engineering Journal*, 127476. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.127476>
- Brahimi, A., Meghachou, M., Abbad, H., Rahmouni, A., Belbachir, M., Zeggai, F. Z., & Khaldoun, B. 2020. Analysis of experimental data of environmental cement prepared by fly ash of eggs shell and sand dune for reduction of carbon dioxide. *Data in Brief*, 30, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2020.105407>
- Buchori, L., Istadi, I., Purwanto, P., Marpaung, L. C., & Safitri, R. L. 2018. Roles of K₂O on the CaO-ZnO Catalyst and Its Influence on Catalyst Basicity for Biodiesel Production. *E3S Web of Conferences*, 31(3), 0–3. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/20183102009>
- Cruz-Merida, J., Corro, G., Bañuelos, F., Montalvo, D., & Pal, U. 2022. Production of High-Quality Biodiesel from Waste Frying Oil Using Waste Onyx as Unique Esterification and Transesterification Catalytic Source. *SSRN Electronic Journal*, 172(106534), 1–13.

<https://doi.org/10.2139/ssrn.4167589>

- da Costa, J. M., & de Andrade Lima, L. R. P. 2021. Transesterification of cotton oil with ethanol for biodiesel using a KF/bentonite solid catalyst. *Fuel*, 293(February). <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.120446>
- Darmapatni, K. A. G., Basori, A., & Suaniti, N. made. 2016. Pengembangan Metode Gc-MS Untuk Penetapan Kadar Acetaminophen pada Spesimen Rambut Manusia. *Jurnal Biosains Pascasarjana*, 18(3), 255–270.
- Efendi, S., Hamzah, F. H., & Ali, A. 2018. Konsentrasi Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam pada Proses Transesterifikasi Biodiesel Minyak BijiPangi. *Jom FAPERTA*, 5(1), 1–12.
- Fatmawati, H., Puspitasari, W., Pujiarti, R., Ardianti, S., & Fatimah, I. 2018. Pengaruh Berat Cao dari Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul. *Eksakta: Jurnal Ilmu-Ilmu MIPA*, 18(9), 64–73.
- Faulina F, A. 2012. Preparasi dan Karakterisasi CaO/Al³⁺-Bentonit Sebagai Katalis Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas* L). In *Skripsi*. Universitas Airlangga.

- Granados, M. L., Poves, M. D. Z., Alonso, D. M., Mariscal, R., Galisteo, F. C., Moreno-Tost, R., Santamaría, J., & Fierro, J. L. G. 2007. Biodiesel from sunflower oil by using activated calcium oxide. *Applied Catalysis B: Environmental*, 73(3), 317–326. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2006.12.017>
- Gunawan, B., & Azhari, C. D. 1979. Karakteristik Spektrometri IR dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas dari Bahan Polimer Poly Ethelyn Glycol (PEG). *Fakultas Teknik Universitas Muria Kudus*, 1–17.
- Hafiz, F., Helwani, Z., Saputra, E., & Kimia, J. T. 2017. Sintesis Katalis Basa Padat Nanomagnetik CaO/Serbuk Besi untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Off Grade menjadi Biodiesel. *Jom FTEKNIK*, 4(1), 1–10.
- Helwani, Z., Othman, M. R., Aziz, N., Kim, J., & Fernando, W. J. N. 2009. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review. *Applied Catalysis A: General*, 363(1–2), 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2009.05.021>
- Ifa, L., Wiyani, L., Nurdjannah, N., Ghalib, A. M. T., Ramadhaniar, S., & Kusuma, H. S. 2021. Analysis of bentonite performance on the quality of refined crude palm oil's color, free fatty acid and carotene: the effect of bentonite

concentration and contact time. *Heliyon*, 7(6), e07230.
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e07230>

Indah, T., Said, M., Summa, A., & Sari, A. K. 2011. Katalis basa heterogen Campuran CaO dan SrO Pada Reaksi Tranesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional AVoER Ke- 3*, 26–27.

Irawan, C., Nur Awalia, T., & Uthami W.P.H., S. 2013. Pengurangan Kadar Asam Lemak Bebas (Free Fatty Acid) Dan Warna Dari Minyak Goreng Bekas Dengan Proses Adsorpsi Menggunakan Campuran Serabut Kelapa dan Sekam Padi. *Konversi*, 2(2), 29–33.

Irawati. 2018. Pembuatan Dan Pengujian Viskositas Dan Densitas Biodiesel Dari Beberapa Jenis Minyak Jelantah. *Jurnal Fisika Dan Terapannya*, 5(1), 82–89.
<https://journal.uin-alauddin.ac.id/index.php/jft/article/view/15972>

Jeenpadiphat, S., & Tungasmita, D. N. 2014. Esterification of oleic acid and high acid content palm oil over an acid-activated bentonite catalyst. *Applied Clay Science*, 87, 272–277. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.11.025>

Jha, A., Garade, A. C., Shirai, M., & Rode, C. V. 2013. Metal cation-exchanged montmorillonite clay as catalysts for

hydroxyalkylation reaction. *Applied Clay Science*, 74, 141–146. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.10.005>

Karunadasa, K. S. P., Manoratne, C. H., Pitawala, H. M. T. G. A., & Rajapakse, R. M. G. 2019. Thermal decomposition of calcium carbonate (calcite polymorph) as examined by in-situ high-temperature X-ray powder diffraction. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 134(January), 21–28. <https://doi.org/10.1016/j.jpccs.2019.05.023>

Khabuanchalad, S., Supamathanon, N., & Sombatsri, S. 2017. Removal of Free Fatty Acid in Soybean Oil by using KHSO₄ Supported on Mordenite Zeolite. *International Journal of Renewable Energy*, 12(December), 107–117.

Kıpçak, İ., & Kalpazan, E. 2020. Preparation of CoB catalysts supported on raw and Na-exchanged bentonite clays and their application in hydrogen generation from the hydrolysis of NaBH₄. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(50), 26434–26444. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.03.230>

Koestiari, T. 2014. Karakter Bentonit Terpilar Logam Aluminium Pada Variasi Suhu Kalsinasi. *Molekul*, 9(2), 144–154.

Kusmiyati, K., Prasetyoko, D., Murwani, S., Fadhilah, M. N.,

- Oetami, T. P., Hadiyanto, H., Widayat, W., Budiman, A., & Roesyadi, A. 2019. Biodiesel production from reutealis trisperma oil using KOH impregnated eggshell as a heterogeneous catalyst. *Energies*, 12(19). <https://doi.org/10.3390/en12193714>
- Liao, C. C., & Chung, T. W. 2013. Optimization of process conditions using response surface methodology for the microwave-assisted transesterification of Jatropha oil with KOH impregnated CaO as catalyst. *Chemical Engineering Research and Design*, 91(12), 2457–2464. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.04.009>
- Mahmudha, S., & Nugraha, I. 2016. Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Terhadap Peningkatan Kandungan Senyawa Isopulegol Pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues – Aceh. *Chimica et Natura Acta*, 4(3), 123. <https://doi.org/10.24198/cna.v4.n3.10921>
- Maryam, S. 2012. Pemanfaatan Katalis Al³⁺-Bentonit untuk Reaksi Esterifikasi Asam Palmitat menjadi Metil Palmitat. In *Skripsi*. Universitas Airlangga.
- Mitsudome, T., Matsuno, T., Sueoka, S., Mizugaki, T., Jitsukawa, K., & Kaneda, K. 2012. Titanium cation-exchanged

montmorillonite as an active heterogeneous catalyst for the Beckmann rearrangement under mild reaction conditions. *Tetrahedron Letters*, 53(39), 5211–5214. <https://doi.org/10.1016/j.tetlet.2012.07.032>

Mohadesi, M., Aghel, B., Maleki, M., & Ansari, A. 2020. The use of KOH/Clinoptilolite catalyst in pilot of microreactor for biodiesel production from waste cooking oil. *Fuel*, 263(September), 116659. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.116659>

Musta, R. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis CoMo / H-Zeolit Y. *Jurnal Fisika Flux*, 2, 149–159.

Ngadi, N., Sulaiman, S., Rahman, R. A., & Lani, N. S. 2017. Production of biodiesel from palm oil using cockle shell waste as heterogeneous catalyst. *Jurnal Teknologi*, 79(5), 183–188. <https://doi.org/10.11113/jt.v79.4503>

Ningsih, N. Y., & Yulizar, Y. 2014. Modifikasi Bentonit Terpillar Al Dengan Polianilin Sebagai Reduktor Ion Cr (Vi). *Journal of the Indonesian Society of Integrated Chemistry*, 6(2), 7–19.

Oko, S., & Feri, M. 2019. Pengembangan Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam dengan Impregnasi KOH dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel dari Minyak

Jarak. *Jurnal Teknologi Universitas Muhammadiyah Jakarta*, 11(2), 103–110.

Padil, P., Wahyuningsih, S., & Awaluddin, A. 2012. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis CaCO_3 yang dipijarkan. *Jurnal Natur Indonesia*, 13(1), 27.
<https://doi.org/10.31258/jnat.13.1.27-32>

Purnami, P., Wardana, I., & K, V. 2015. Pengaruh Penggunaan Katalis Terhadap Laju Dan Efisiensi Pembentukan Hidrogen. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 6(1), 51–59.
<https://doi.org/10.21776/ub.jrm.2015.006.01.8>

Putama Mursal, I. L. 2018. Karakterisasi Xrd Dan Sem Pada Material Nanopartikel Serta Peran Material Nanopartikel Dalam Drug Delivery System. *Pharma Xplore: Jurnal Ilmiah Farmasi*, 3(2), 214–221.
<https://doi.org/10.36805/farmasi.v3i2.491>

Rakhmad, Hindryawati, N., & Daniel. 2017. Pembuatan Katalis Basa Heterogen Dari Batu Gamping (Limestone) Gunung Puger. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 101–105.

Reddy, C. R., Vijayakumar, B., Iyengar, P., Nagendrappa, G., & Jai Prakash, B. S. 2004. Synthesis of phenylacetates using aluminium-exchanged montmorillonite clay catalyst.

Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 223(1–2), 117–122. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2003.11.039>

Ruhaiya, F., Choirun Nisa, H., Hafidh, M., Kurniasih, E., Rekeyasa Kimia Industri, T., & Negeri Lhokseumawe, P. 2020. Jurnal Review : Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Produksi Biodiesel dengan Katalis Heterogen CaO. *Jurnal Teknik Dan Teknologi*, 15(30), 23–29.

Ruslan, Hardi, J., & Mirzan, M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Lempung Terpillar Zirkonia Tersulfatasi sebagai Katalis Perengkah. *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY 2017*, 21(4), 183–188.

Saeed, A., Hanif, M. A., Nawaz, H., & Qadri, R. W. K. 2021. The production of biodiesel from plum waste oil using nano-structured catalyst loaded into supports. *Scientific Reports*, 11(1), 1–18. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-03633-w>

Sari, N. K. 2010. Analisa Instrumentasi. In *Yayasan Humaniora*.

Sibarani, J., Zulfihardini, M., & Suarsa, I. W. 2020. Sintesis Dan Karakteristik Katalis CaO-Bentonit untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Indonesian E-Journal of Applied Chemistry*, 8, 59–65.

- Sinta, T., Daniel, & Saleh, C. 2016. Optimasi Suhu Reaksi Transesterifikasi Pada Minyak Jerami Padi (*Oryza sativa* L.) Menjadi Biodiesel Dengan Menggunakan Katalis CaO Dari Kulit Telur Ayam. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 14(1), 19–23.
- Siregar, S. H., & Irma, W. 2016. Sintesis Dan Perbandingan Struktur, Tekstur Bentonit Alam Dan Bentonit Teraktivasi Asam. *Photon: Jurnal Sain Dan Kesehatan*, 7(01), 137–140.
<https://doi.org/10.37859/jp.v7i01.572>
- Sitanggang, K. W., Suarya, P., Simpen, I. N., & ... 2017. Pengaruh pH dan Konsentrasi Terhadap Enkapsulasi Metformin HCl pada Monmorillonit Teraktivasi Asam Sitrat. *Jurnal Media Sains*, 1(September), 37–44.
<https://jurnal.undhirabali.ac.id/index.php/jms/article/download/259/237>
- Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., & Maukar, A. L. 2011. KOH/bentonite catalysts for transesterification of palm oil to biodiesel. *Applied Clay Science*, 53(2), 341–346.
<https://doi.org/10.1016/j.clay.2010.12.018>
- Suirta, I. W. 2009. Preparasi Biodiesel dari Minyak Jelantah Kelapa Sawit. *Kimia*, 3(2), 1–6.
<https://doi.org/10.31315/e.v10i2.341>

- Suprpto, Fauziah, T. R., Sangi, M. S., Oetami, T. P., Qoniah, I., & Prasetyoko, D. 2016. Calcium oxide from limestone as solid base catalyst in transesterification of Reutealis trisperma oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(2), 208–213. <https://doi.org/10.14499/ijc-v16i2p208-213>
- Suryandari, A. S., Ardiansyah, Z. R., Andhani, V. N., Arfiansyah, I., Mustain, A., & Dewajani, H. 2021. Sintesis Biodiesel melalui Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas Berbasis Katalis Heterogen CaO dari Limbah Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Rekayasa Bahan Alam Dan Energi Berkelanjutan*, 5(1), 22–27.
- Sutapa, I. W., & Rosmawaty. 2014. Pengaruh Berat Katalis, Suhu dan Waktu Reaksi Terhadap Produk Biodiesel dari Lemak Sapi. *Prosiding Seminar Nasional Basic Science VI*, 6, 239–251.
- Tadeus, A., Silalahi, I. H., Endah, S., & Aladin, S. 2013. Karakterisasi Katalis Zeolit-Ni Regenerasi Dan Tanpa Regenerasi Dalam Reaksi Perengkahan Katalitik. *Jurnal Kimia Dan Kemasan*, 2(1), 24–29.
- Ulakpa, W. C., Ulakpa, R. O. E., Eyankware, E. O., & Egwunyenga, M. C. 2022. Statistical optimization of biodiesel synthesis from waste cooking oil using NaOH/ bentonite

impregnated catalyst. *Cleaner Waste Systems*, 3(July), 100049. <https://doi.org/10.1016/j.clwas.2022.100049>

Wahyuningsih, P., Wijaya, K., & Trisunaryanti, W. 2014. Pengaruh Perlakuan Temperatur pada Sintesis Bentonit Terpilar Al₂O₃ terhadap Karakternya dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Reaksi Esterifikasi. *Jurnal Ilmiah Jurutera*, 1(2), 24–28.

Wati Ibnu Hajar, E., & Mufidah, S. 2016. Penurunan Asam Lemak Bebas Pada Minyak Goreng Bekas Menggunakan Ampas Tebu Untuk Pembuatan Sabun. *Jurnal Integrasi Proses*, 6(1), 22–27. <http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/jip>

Widayat, W., Darmawan, T., Rosyid, R. A., & Hadiyanto, H. 2017. Biodiesel Production by Using CaO Catalyst and Ultrasonic Assisted. *Journal of Physics: Conference Series*, 877(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/877/1/012037>

Wijaya, K., Hadi, K., Herlina, I., & Taufiq Kurnia, A. 2016. *Nanomaterial: Aplikasinya dalam Pembuatan Biodiesel* (1st ed.). Gadjah Mada University Press.

Wiwin, W., Mursyida, U., & O, S. 2016. Penggunaan FTIR-ATR ZnSe (Fourier Transform Infra Red) Untuk Penetapan Kadar Kuersetin Dalam Teh Hitam (*Camellia sinensis* L.).

Journal of Pharmaceutical Science and Technology Indonesian, 5(1), 47–53.

- Xue, W., He, H., Zhu, J., & Yuan, P. 2007. FTIR investigation of CTAB-Al-montmorillonite complexes. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 67(3–4), 1030–1036.
<https://doi.org/10.1016/j.saa.2006.09.024>
- Yang, L., Lv, P., Yuan, Z., Luo, W., Li, H., Wang, Z., & Miao, C. 2012. Synthesis of biodiesel by different carriers supported KOH catalyst. *Advanced Materials Research*, 581–582(1), 197–201.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.581-582.197>
- Yulanda, A., Wahyuni, L., Safitri, R., Bakar, A., & Supardan, M. D. 2018. Pemanfaatan Bentonit sebagai Penyerap Air pada Proses Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Dan Industri Pertanian Indonesia*, 10(2), 14–19.
<https://doi.org/10.17969/jtipi.v10i2.10577>
- Zainuri, M., Fisika, J., & Negeri, U. 2012. Uji XRD dan XRF Pada Bahan Mineral (Batuan dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO₃ DAN SiO₂). *Jurnal Penelitian*

Fisika Dan Aplikasinya (JPFA), 2(1), 20–29.

Zhou, J., Xiong, Y., Gong, Y., & Liu, X. 2017. Analysis of the oxidative degradation of biodiesel blends using FTIR, UV-Vis, TGA and TD-DES methods. *Fuel*, 202, 23–28. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.04.032>

Abryandoko, E. W. 2014. Studi Komparasi Emisi Gas Buang Bahan Bakar Solar Dan Biodiesel Dari Crude Oil Nyamplung Dengan Proses Degumming Pada Mesin Diesel Nissan D22. *Universitas Negeri Surabaya*, 03, 96–105.

Abukhadra, M. R., & Sayed, M. A. 2018. K⁺ trapped kaolinite (Kaol/K⁺) as low cost and eco-friendly basic heterogeneous catalyst in the transesterification of commercial waste cooking oil into biodiesel. *Energy Conversion and Management*, 177(September), 468–476. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.09.083>

Ahmad, H. S., Bialangi, N., Salimi, Y. K., & Kimia, J. 2016. Pengolahan Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Entropi*, 11, 204–214.

Annisa, S., Rachim, G., Raya, I., & Zakir, M. 2017. Modifikasi Katalis CaO Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Bekas. *Indonesian Journal of Chemical Res.*, 5(1), 459–464.

- Anshary, M Isa; Damayanti, Oktavia; Roesyadi, A. 2012. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis Padat Berpromotor Ganda dalam Reaktor Fixed Bed. *Jurnal Teknik Pomits*, 1(1), 1–4.
- Anwar, R. N., Sunarto, W., & Kusumastuti, E. 2016. Pemanfaatan Bentonit Teraktivasi Asam Klorida Untuk Pengolahan Minyak Goreng Bekas. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 5(3), 189–194.
- Ardiansah, A., Sabara, Z., Nurjannah, N., Syarifuddin, A., & Suryanto, A. 2020. Preparasi Katalis Dari Cangkang Telur Dengan Metode Impregnasi Untuk Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Kelapa. *Journal of Chemical Process Engineering*, 5(1), 40–44.
- Arifin, Z., Rudiyanto, B., & Susmiati, Y. 2016. Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Heterogen Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) dengan Metode Pencucian Dry Washing. *Jurnal Rotor*, 9(2), 100–104.
- Aziz, I., Nurbayti, S., & Rahman, A. 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodiesel. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(4), 511–515.
<https://doi.org/10.15408/jkv.v2i4.268>
- Aziz, I., Nurbayti, S., & Ulum, B. 2012. Pembuatan produk

- biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(3), 443–448. <https://doi.org/10.15408/jkv.v2i3.115>
- Beck, J. ., Bellusi, G., Coker, E. ., Cool, P., Ernst, S., & Gies, H. 1998. *Molecular Sieves Science and Technology, Synthesis* (H. G. Karge & J. Weitkamp (eds.); 1st ed.).
- Bhatti, U. H., Sultan, H., Min, G. H., Nam, S. C., & Baek, I. H. 2020. Ion-exchanged montmorillonite as simple and effective catalysts for efficient CO₂ capture. *Chemical Engineering Journal*, 127476. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.127476>
- Brahimi, A., Meghachou, M., Abbad, H., Rahmouni, A., Belbachir, M., Zeggai, F. Z., & Khaldoun, B. 2020. Analysis of experimental data of environmental cement prepared by fly ash of eggs shell and sand dune for reduction of carbon dioxide. *Data in Brief*, 30, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2020.105407>
- Buchori, L., Istadi, I., Purwanto, P., Marpaung, L. C., & Safitri, R. L. 2018. Roles of K₂O on the CaO-ZnO Catalyst and Its Influence on Catalyst Basicity for Biodiesel Production. *E3S Web of Conferences*, 31(3), 0–3. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/20183102009>

- Cruz-Merida, J., Corro, G., Bañuelos, F., Montalvo, D., & Pal, U. 2022. Production of High-Quality Biodiesel from Waste Frying Oil Using Waste Onyx as Unique Esterification and Transesterification Catalytic Source. *SSRN Electronic Journal*, 172(106534), 1-13. <https://doi.org/10.2139/ssrn.4167589>
- da Costa, J. M., & de Andrade Lima, L. R. P. 2021. Transesterification of cotton oil with ethanol for biodiesel using a KF/bentonite solid catalyst. *Fuel*, 293(February). <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.120446>
- Darmapatni, K. A. G., Basori, A., & Suaniti, N. made. 2016. Pengembangan Metode Gc-MS Untuk Penetapan Kadar Acetaminophen pada Spesimen Rambut Manusia. *Jurnal Biosains Pascasarjana*, 18(3), 255-270.
- Efendi, S., Hamzah, F. H., & Ali, A. 2018. Konsentrasi Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam pada Proses Transesterifikasi Biodiesel Minyak BijiPangi. *Jom FAPERTA*, 5(1), 1-12.
- Fatmawati, H., Puspitasari, W., Pujiarti, R., Ardianti, S., & Fatimah, I. 2018. Pengaruh Berat Cao dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul. *Eksakta: Jurnal Ilmu-Ilmu MIPA*, 18(9),

64–73.

Faulina F, A. 2012. Preparasi dan Karakterisasi CaO/Al³⁺-Bentonit Sebagai Katalis Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas* L). In *Skripsi*. Universitas Airlangga.

Granados, M. L., Poves, M. D. Z., Alonso, D. M., Mariscal, R., Galisteo, F. C., Moreno-Tost, R., Santamaría, J., & Fierro, J. L. G. 2007. Biodiesel from sunflower oil by using activated calcium oxide. *Applied Catalysis B: Environmental*, 73(3), 317–326. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2006.12.017>

Gunawan, B., & Azhari, C. D. 1979. Karakteristik Spektrometri IR dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas dari Bahan Polimer Poly Ethelyn Glycol (PEG). *Fakultas Teknik Universitas Muria Kudus*, 1–17.

Hafiz, F., Helwani, Z., Saputra, E., & Kimia, J. T. 2017. Sintesis Katalis Basa Padat Nanomagnetik CaO/Serbuk Besi untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Off Grade menjadi Biodiesel. *Jom FTEKNIK*, 4(1), 1–10.

Helwani, Z., Othman, M. R., Aziz, N., Kim, J., & Fernando, W. J. N. 2009. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review. *Applied Catalysis A: General*, 363(1–2), 1–10.

<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2009.05.021>

Ifa, L., Wiyani, L., Nurdjannah, N., Ghalib, A. M. T., Ramadhaniar, S., & Kusuma, H. S. 2021. Analysis of bentonite performance on the quality of refined crude palm oil's color, free fatty acid and carotene: the effect of bentonite concentration and contact time. *Heliyon*, 7(6), e07230. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e07230>

Indah, T., Said, M., Summa, A., & Sari, A. K. 2011. Katalis basa heterogen Campuran CaO dan SrO Pada Reaksi Tranesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar Nasional AVoER Ke- 3*, 26–27.

Irawan, C., Nur Awalia, T., & Uthami W.P.H., S. 2013. Pengurangan Kadar Asam Lemak Bebas (Free Fatty Acid) Dan Warna Dari Minyak Goreng Bekas Dengan Proses Adsorpsi Menggunakan Campuran Serabut Kelapa dan Sekam Padi. *Konversi*, 2(2), 29–33.

Irawati. 2018. Pembuatan Dan Pengujian Viskositas Dan Densitas Biodiesel Dari Beberapa Jenis Minyak Jelantah. *Jurnal Fisika Dan Terapannya*, 5(1), 82–89. <https://journal.uin-alauddin.ac.id/index.php/jft/article/view/15972>

Jeenpadiphat, S., & Tungasmita, D. N. 2014. Esterification of

- oleic acid and high acid content palm oil over an acid-activated bentonite catalyst. *Applied Clay Science*, 87, 272–277. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.11.025>
- Jha, A., Garade, A. C., Shirai, M., & Rode, C. V. 2013. Metal cation-exchanged montmorillonite clay as catalysts for hydroxyalkylation reaction. *Applied Clay Science*, 74, 141–146. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.10.005>
- Karunadasa, K. S. P., Manoratne, C. H., Pitawala, H. M. T. G. A., & Rajapakse, R. M. G. 2019. Thermal decomposition of calcium carbonate (calcite polymorph) as examined by in-situ high-temperature X-ray powder diffraction. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 134(January), 21–28. <https://doi.org/10.1016/j.jpics.2019.05.023>
- Khabuanchalad, S., Supamathanon, N., & Sombatsri, S. 2017. Removal of Free Fatty Acid in Soybean Oil by using KHSO₄ Supported on Mordenite Zeolite. *International Journal of Renewable Energy*, 12(December), 107–117.
- Kıpçak, İ., & Kalpazan, E. 2020. Preparation of CoB catalysts supported on raw and Na-exchanged bentonite clays and their application in hydrogen generation from the hydrolysis of NaBH₄. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(50), 26434–26444.

<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.03.230>

- Koestiari, T. 2014. Karakter Bentonit Terpillar Logam Aluminium Pada Variasi Suhu Kalsinasi. *Molekul*, 9(2), 144–154.
- Kusmiyati, K., Prasetyoko, D., Murwani, S., Fadhilah, M. N., Oetami, T. P., Hadiyanto, H., Widayat, W., Budiman, A., & Roesyadi, A. 2019. Biodiesel production from reutealis trisperma oil using KOH impregnated eggshell as a heterogeneous catalyst. *Energies*, 12(19). <https://doi.org/10.3390/en12193714>
- Liao, C. C., & Chung, T. W. 2013. Optimization of process conditions using response surface methodology for the microwave-assisted transesterification of Jatropha oil with KOH impregnated CaO as catalyst. *Chemical Engineering Research and Design*, 91(12), 2457–2464. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.04.009>
- Mahmudha, S., & Nugraha, I. 2016. Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Terhadap Peningkatan Kandungan Senyawa Isopulegol Pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues – Aceh. *Chimica et Natura Acta*, 4(3), 123. <https://doi.org/10.24198/cna.v4.n3.10921>

- Maryam, S. 2012. Pemanfaatan Katalis Al³⁺-Bentonit untuk Reaksi Esterifikasi Asam Palmitat menjadi Metil Palmitat. In *Skripsi*. Universitas Airlangga.
- Mitsudome, T., Matsuno, T., Sueoka, S., Mizugaki, T., Jitsukawa, K., & Kaneda, K. 2012. Titanium cation-exchanged montmorillonite as an active heterogeneous catalyst for the Beckmann rearrangement under mild reaction conditions. *Tetrahedron Letters*, 53(39), 5211–5214. <https://doi.org/10.1016/j.tetlet.2012.07.032>
- Mohadesi, M., Aghel, B., Maleki, M., & Ansari, A. 2020. The use of KOH/Clinoptilolite catalyst in pilot of microreactor for biodiesel production from waste cooking oil. *Fuel*, 263(September), 116659. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.116659>
- Musta, R. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis CoMo / H-Zeolit Y. *Jurnal Fisika Flux*, 2, 149–159.
- Ngadi, N., Sulaiman, S., Rahman, R. A., & Lani, N. S. 2017. Production of biodiesel from palm oil using cockle shell waste as heterogeneous catalyst. *Jurnal Teknologi*, 79(5), 183–188. <https://doi.org/10.11113/jt.v79.4503>
- Ningsih, N. Y., & Yulizar, Y. 2014. Modifikasi Bentonit Terpillar Al Dengan Polianilin Sebagai Reduktor Ion Cr (Vi). *Journal*

of the Indonesian Society of Integrated Chemistry, 6(2), 7–19.

Oko, S., & Feri, M. 2019. Pengembangan Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam dengan Impregnasi KOH dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak. *Jurnal Teknologi Universitas Muhammadiyah Jakarta*, 11(2), 103–110.

Padil, P., Wahyuningsih, S., & Awaluddin, A. 2012. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis CaCO₃ yang dipijarkan. *Jurnal Natur Indonesia*, 13(1), 27.
<https://doi.org/10.31258/jnat.13.1.27-32>

Purnami, P., Wardana, I., & K, V. 2015. Pengaruh Penggunaan Katalis Terhadap Laju Dan Efisiensi Pembentukan Hidrogen. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 6(1), 51–59.
<https://doi.org/10.21776/ub.jrm.2015.006.01.8>

Putama Mursal, I. L. 2018. Karakterisasi Xrd Dan Sem Pada Material Nanopartikel Serta Peran Material Nanopartikel Dalam Drug Delivery System. *Pharma Xplore: Jurnal Ilmiah Farmasi*, 3(2), 214–221.
<https://doi.org/10.36805/farmasi.v3i2.491>

Rakhmad, Hindryawati, N., & Daniel. 2017. Pembuatan Katalis

Basa Heterogen Dari Batu Gamping (Limestone) Gunung Puger. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 101–105.

Reddy, C. R., Vijayakumar, B., Iyengar, P., Nagendrappa, G., & Jai Prakash, B. S. 2004. Synthesis of phenylacetates using aluminium-exchanged montmorillonite clay catalyst. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 223(1–2), 117–122. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2003.11.039>

Ruhaiya, F., Choirun Nisa, H., Hafidh, M., Kurniasih, E., Rekayasa Kimia Industri, T., & Negeri Lhokseumawe, P. 2020. Jurnal Review : Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Produksi Biodiesel dengan Katalis Heterogen CaO. *Jurnal Teknik Dan Teknologi*, 15(30), 23–29.

Ruslan, Hardi, J., & Mirzan, M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Lempung Terpillar Zirkonia Tersulfatasi sebagai Katalis Perengkah. *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY 2017*, 21(4), 183–188.

Saeed, A., Hanif, M. A., Nawaz, H., & Qadri, R. W. K. 2021. The production of biodiesel from plum waste oil using nano-structured catalyst loaded into supports. *Scientific Reports*, 11(1), 1–18. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-03633-w>

Sari, N. K. 2010. Analisa Instrumentasi. In *Yayasan Humaniora*.

- Sibarani, J., Zulfihardini, M., & Suarsa, I. W. 2020. Sintesis Dan Karakteristik Katalis CaO-Bentonit untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Indonesian E-Journal of Applied Chemistry*, 8, 59–65.
- Sinta, T., Daniel, & Saleh, C. 2016. Optimasi Suhu Reaksi Transesterifikasi Pada Minyak Jerami Padi (*Oryza sativa* L.) Menjadi Biodiesel Dengan Menggunakan Katalis CaO Dari Kulit Telur Ayam. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 14(1), 19–23.
- Siregar, S. H., & Irma, W. 2016. Sintesis Dan Perbandingan Struktur, Tekstur Bentonit Alam Dan Bentonit Teraktivasi Asam. *Photon: Jurnal Sain Dan Kesehatan*, 7(01), 137–140. <https://doi.org/10.37859/jp.v7i01.572>
- Sitanggang, K. W., Suarya, P., Simpen, I. N., & ... 2017. Pengaruh pH dan Konsentrasi Terhadap Enkapsulasi Metformin HCl pada Monmorillonit Teraktivasi Asam Sitrat. *Jurnal Media Sains*, 1(September), 37–44. <https://jurnal.undhirabali.ac.id/index.php/jms/article/download/259/237>
- Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., & Maukar, A. L. 2011. KOH/bentonite catalysts for transesterification of palm oil to biodiesel. *Applied Clay Science*, 53(2), 341–346.

<https://doi.org/10.1016/j.clay.2010.12.018>

Suirta, I. W. 2009. Preparasi Biodiesel dari Minyak Jelantah Kelapa Sawit. *Kimia*, 3(2), 1–6.
<https://doi.org/10.31315/e.v10i2.341>

Suprpto, Fauziah, T. R., Sangi, M. S., Oetami, T. P., Qoniah, I., & Prasetyoko, D. 2016. Calcium oxide from limestone as solid base catalyst in transesterification of Reutealis trisperma oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(2), 208–213. <https://doi.org/10.14499/ijc-v16i2p208-213>

Suryandari, A. S., Ardiansyah, Z. R., Andhani, V. N., Arfiansyah, I., Mustain, A., & Dewajani, H. 2021. Sintesis Biodiesel melalui Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas Berbasis Katalis Heterogen CaO dari Limbah Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Rekayasa Bahan Alam Dan Energi Berkelanjutan*, 5(1), 22–27.

Sutapa, I. W., & Rosmawaty. 2014. Pengaruh Berat Katalis, Suhu dan Waktu Reaksi Terhadap Produk Biodiesel dari Lemak Sapi. *Prosiding Seminar Nasional Basic Science VI*, 6, 239–251.

Tadeus, A., Silalahi, I. H., Endah, S., & Aladin, S. 2013. Karakterisasi Katalis Zeolit-Ni Regenerasi Dan Tanpa Regenerasi Dalam Reaksi Perengkahan Katalitik. *Jurnal*

Kimia Dan Kemasan, 2(1), 24–29.

Ulakpa, W. C., Ulakpa, R. O. E., Eyankware, E. O., & Egwunyenga, M. C. 2022. Statistical optimization of biodiesel synthesis from waste cooking oil using NaOH/ bentonite impregnated catalyst. *Cleaner Waste Systems*, 3(July), 100049. <https://doi.org/10.1016/j.clwas.2022.100049>

Wahyuningsih, P., Wijaya, K., & Trisunaryanti, W. 2014. Pengaruh Perlakuan Temperatur pada Sintesis Bentonit Terpilal Al₂O₃ terhadap Karakternya dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Reaksi Esterifikasi. *Jurnal Ilmiah Jurutera*, 1(2), 24–28.

Wati Ibnu Hajar, E., & Mufidah, S. 2016. Penurunan Asam Lemak Bebas Pada Minyak Goreng Bekas Menggunakan Ampas Tebu Untuk Pembuatan Sabun. *Jurnal Integrasi Proses*, 6(1), 22–27. <http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/jip>

Widayat, W., Darmawan, T., Rosyid, R. A., & Hadiyanto, H. 2017. Biodiesel Production by Using CaO Catalyst and Ultrasonic Assisted. *Journal of Physics: Conference Series*, 877(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/877/1/012037>

Wijaya, K., Hadi, K., Herlina, I., & Taufiq Kurnia, A. 2016. *Nanomaterial: Aplikasinya dalam Pembuatan Biodiesel*

(1st ed.). Gadjah Mada University Press.

- Wiwin, W., Mursyida, U., & O, S. 2016. Penggunaan FTIR-ATR ZnSe (Fourier Transform Infra Red) Untuk Penetapan Kadar Kuersetin Dalam Teh Hitam (*Camellia sinensis* L.). *Journal of Phamaceutical Science and Technology Indonesian*, 5(1), 47–53.
- Xue, W., He, H., Zhu, J., & Yuan, P. 2007. FTIR investigation of CTAB-Al-montmorillonite complexes. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 67(3–4), 1030–1036.
<https://doi.org/10.1016/j.saa.2006.09.024>
- Yang, L., Lv, P., Yuan, Z., Luo, W., Li, H., Wang, Z., & Miao, C. 2012. Synthesis of biodiesel by different carriers supported KOH catalyst. *Advanced Materials Research*, 581–582(1), 197–201.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.581-582.197>
- Yulanda, A., Wahyuni, L., Safitri, R., Bakar, A., & Supardan, M. D. 2018. Pemanfaatan Bentonit sebagai Penyerap Air pada Proses Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Dan Industri Pertanian Indonesia*, 10(2), 14–19.

<https://doi.org/10.17969/jtipi.v10i2.10577>

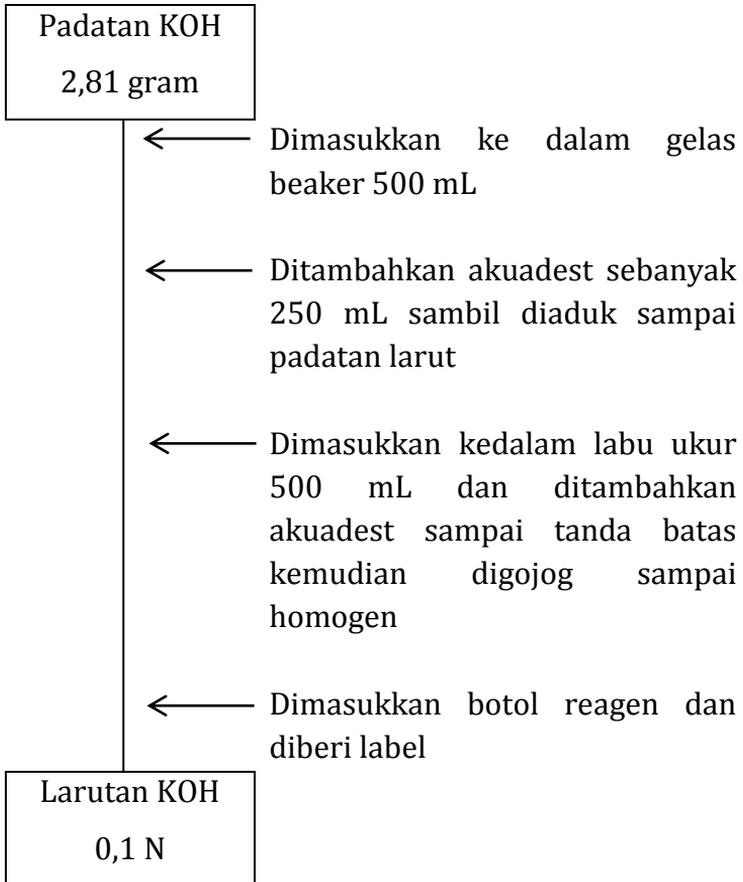
Zainuri, M., Fisika, J., & Negeri, U. 2012. Uji XRD dan XRF Pada Bahan Mineral (Batuan dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO₃ DAN SiO₂). *Jurnal Penelitian Fisika Dan Aplikasinya (JPFA)*, 2(1), 20–29.

Zhou, J., Xiong, Y., Gong, Y., & Liu, X. 2017. Analysis of the oxidative degradation of biodiesel blends using FTIR, UV-Vis, TGA and TD-DES methods. *Fuel*, 202, 23–28. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.04.032>

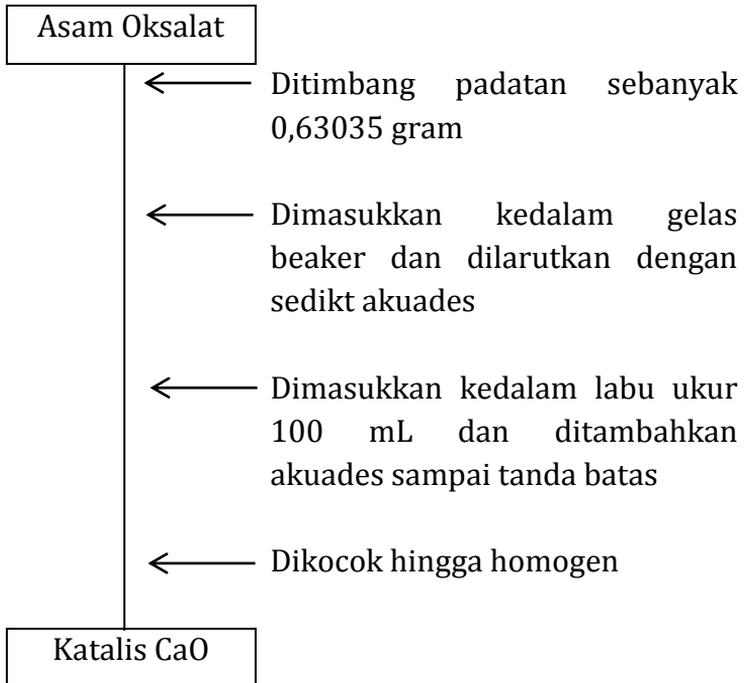
LAMPIRAN

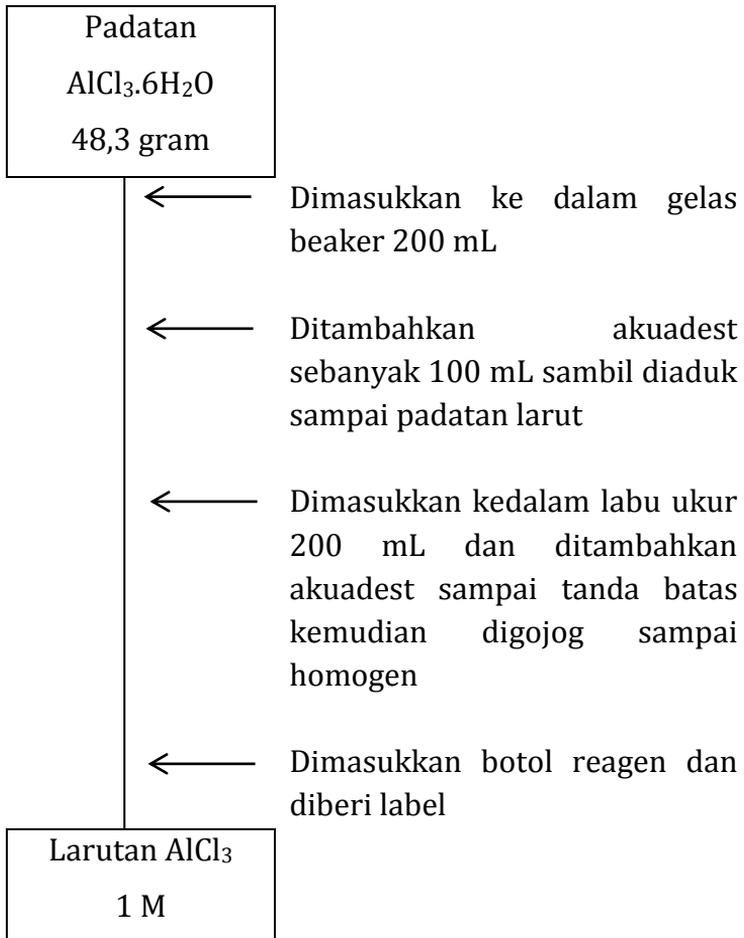
Lampiran 1: Diagram Alir Prosedur Kerja

A. Pembuatan KOH 0,1 N

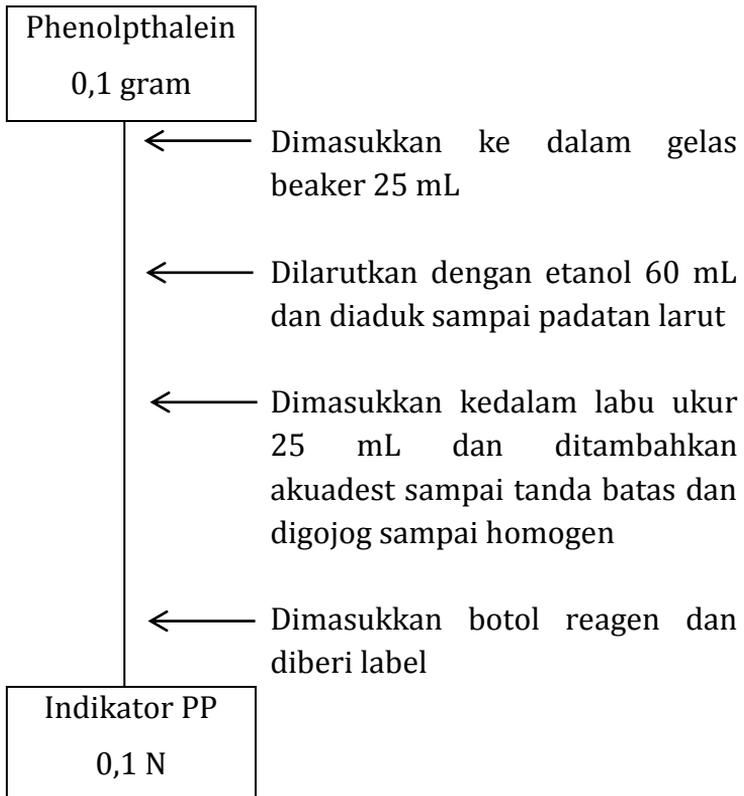


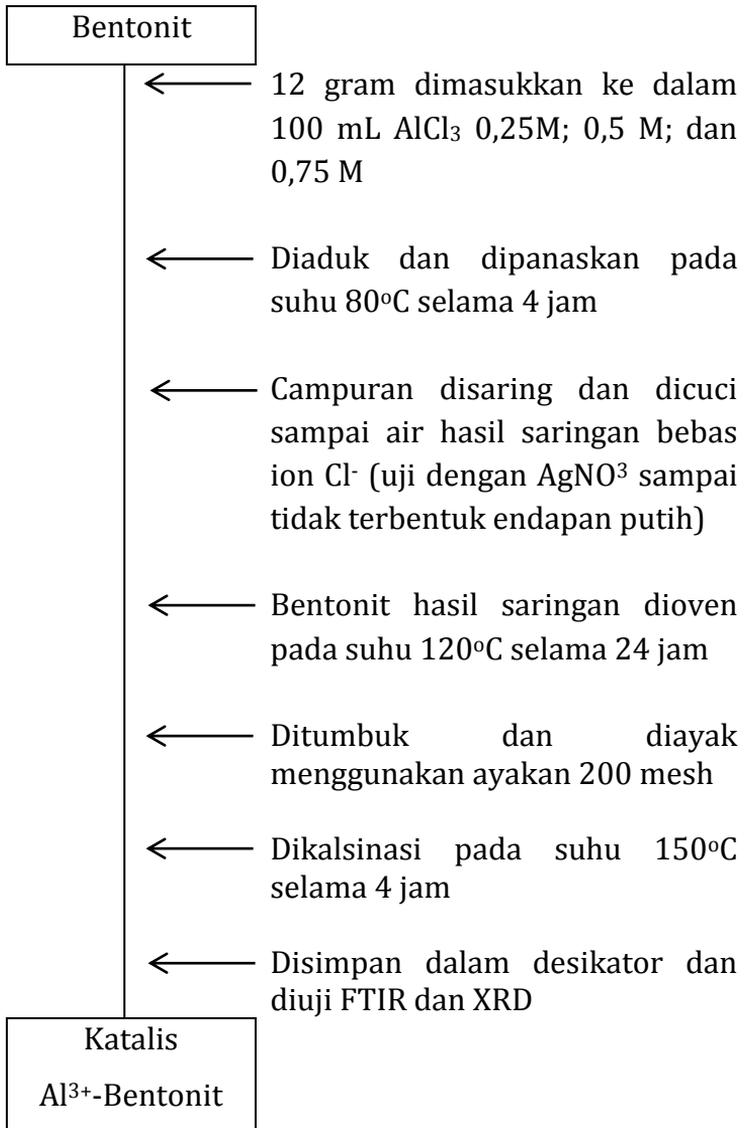
B. Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 N



C. Pembuatan Larutan AlCl_3 1 M

D. Pembuatan Indikator PP

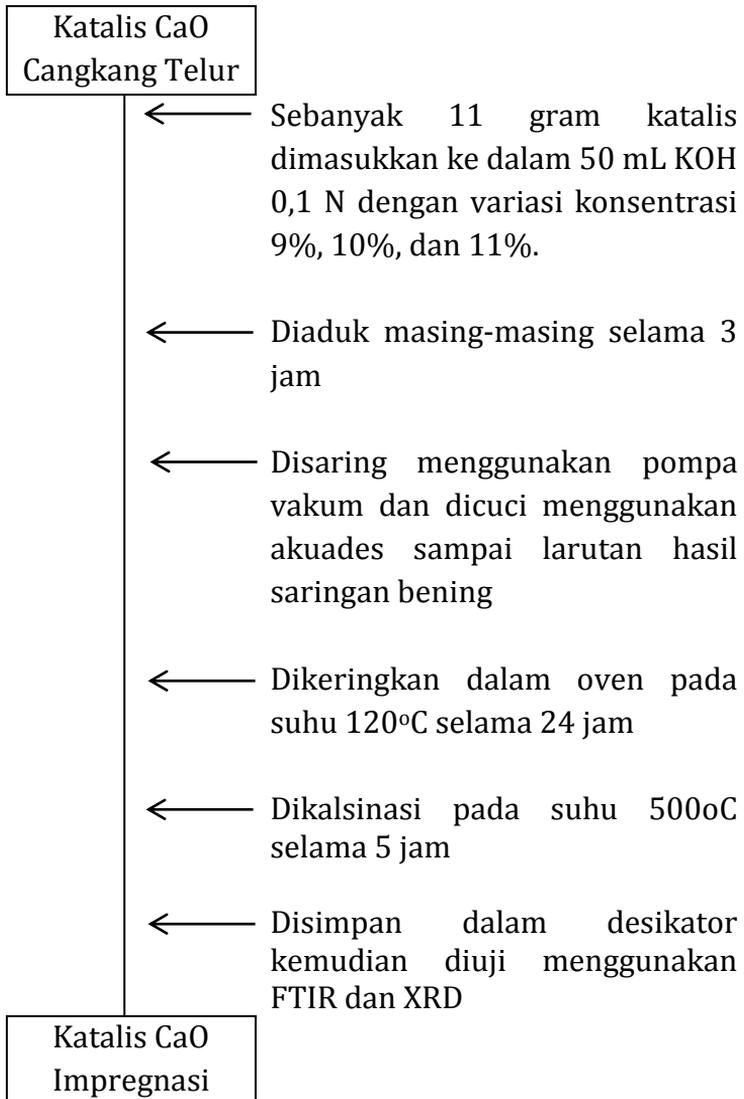


E. Preparasi katalis Al^{3+} -Bentonit

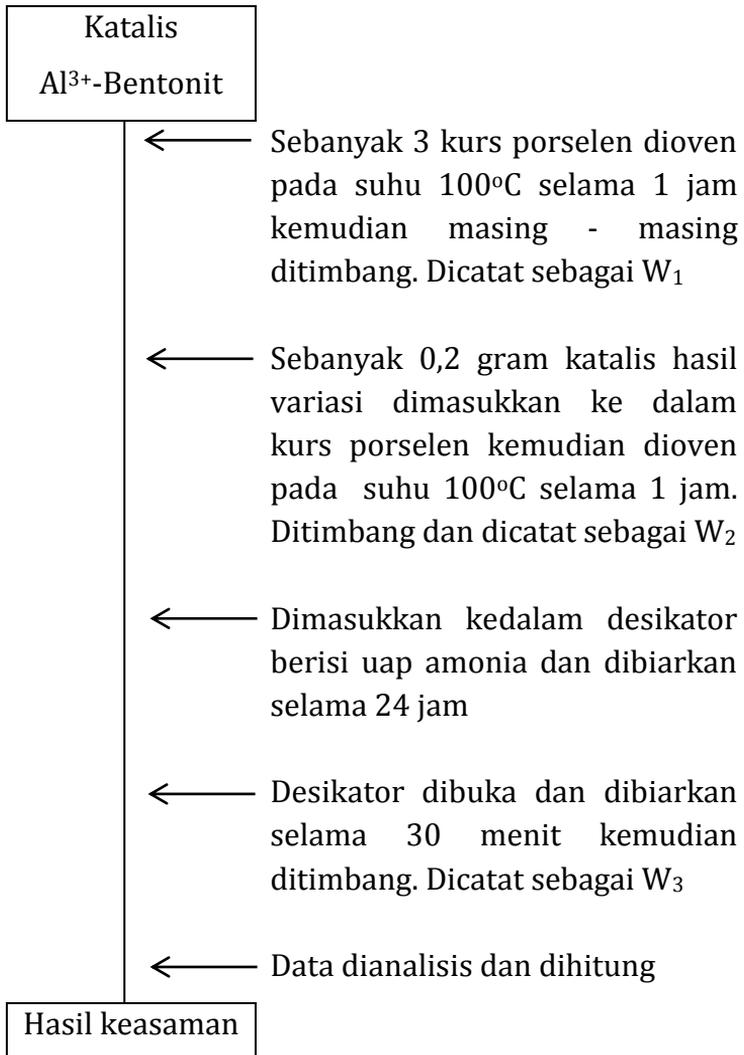
F. Preparasi Katalis CaO Cangkang Telur Ayam



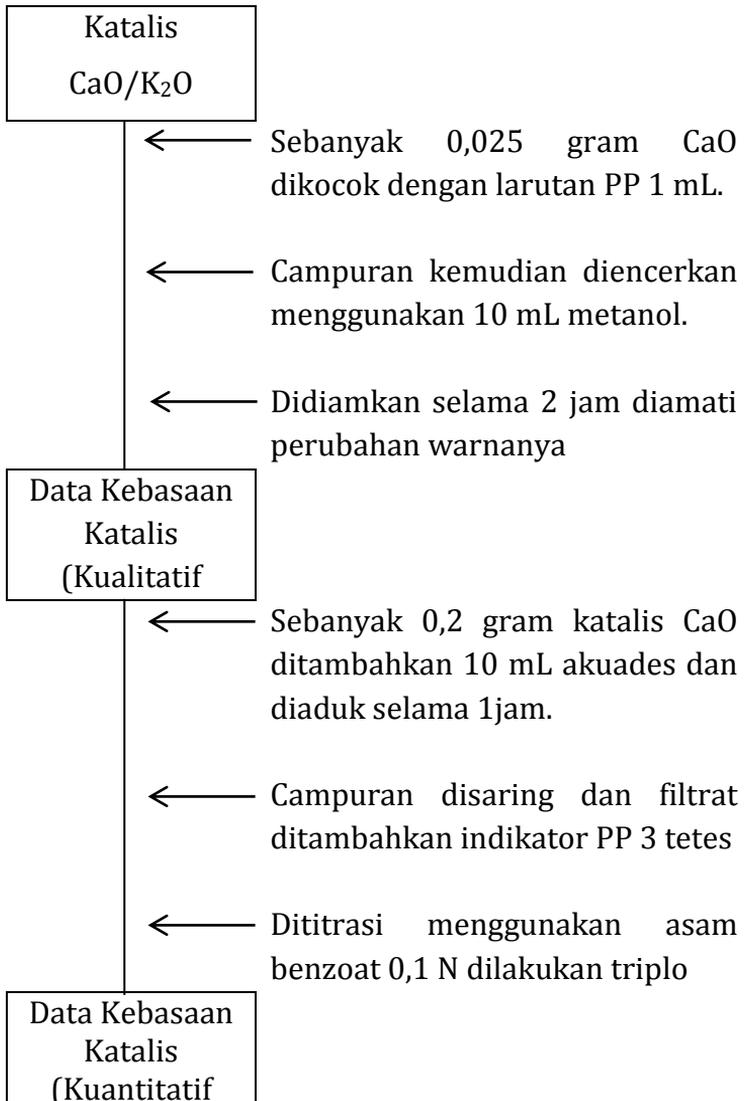
G. Preparasi Katalis CaO Impregnasi KOH



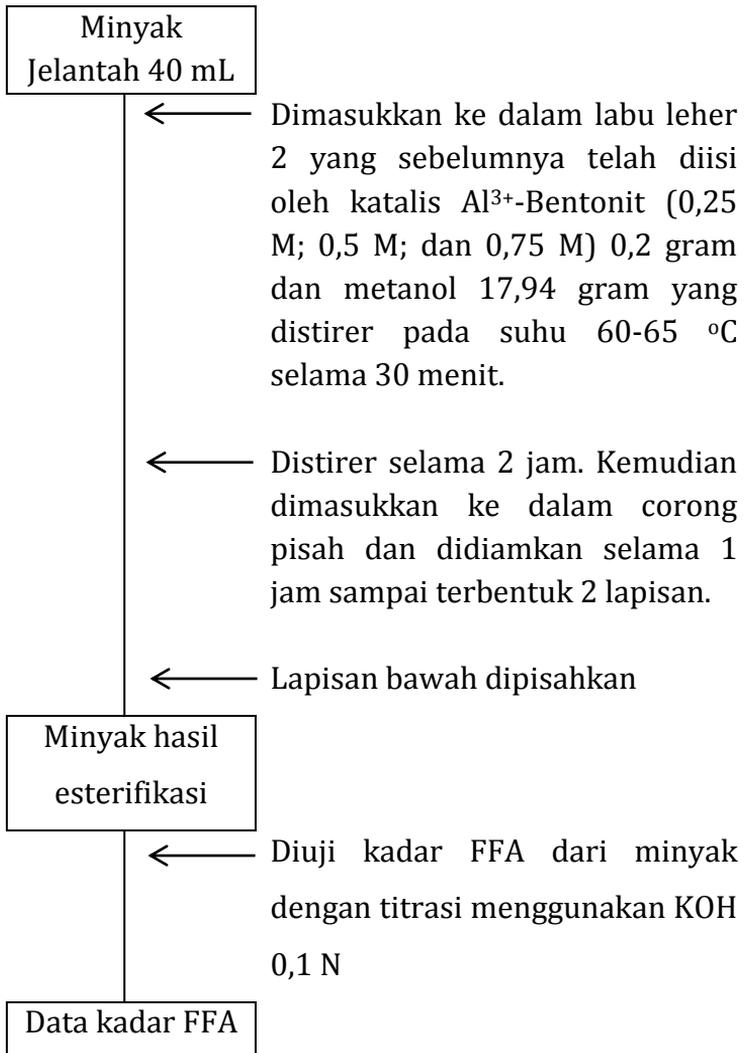
H. Penentuan Keasaman Katalis



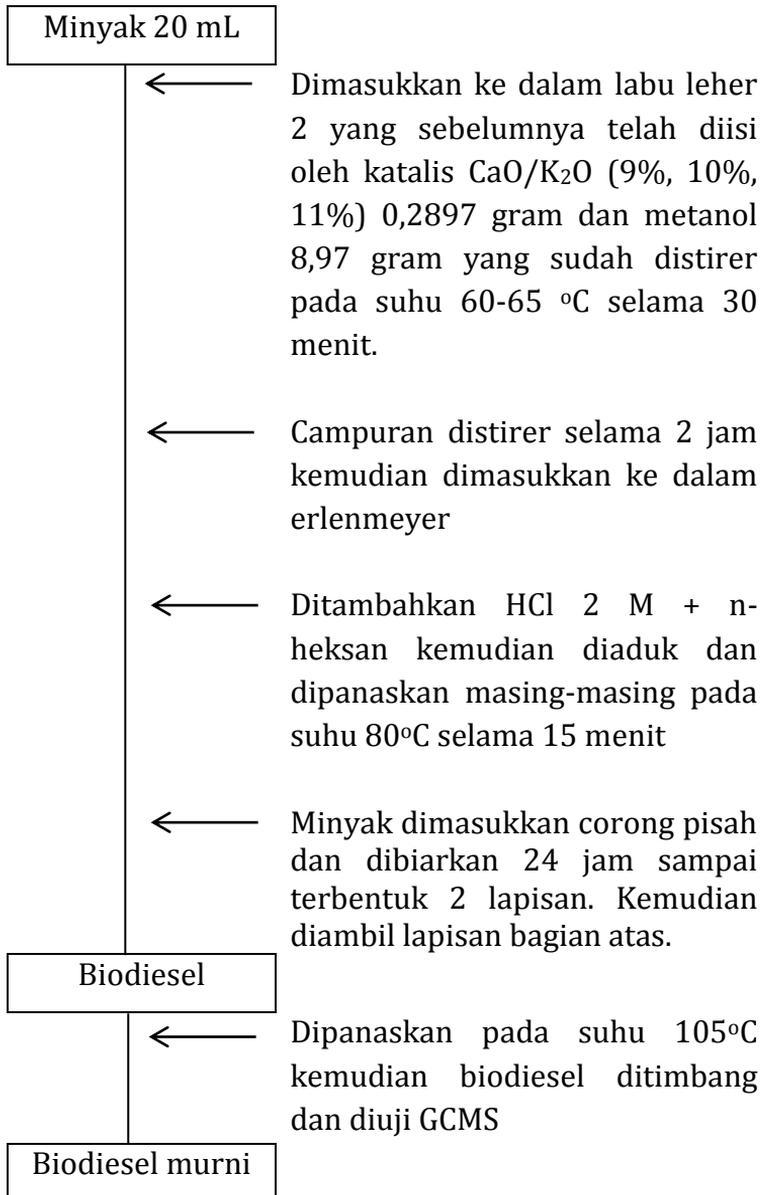
I. Penentuan Kebasaan Katalis



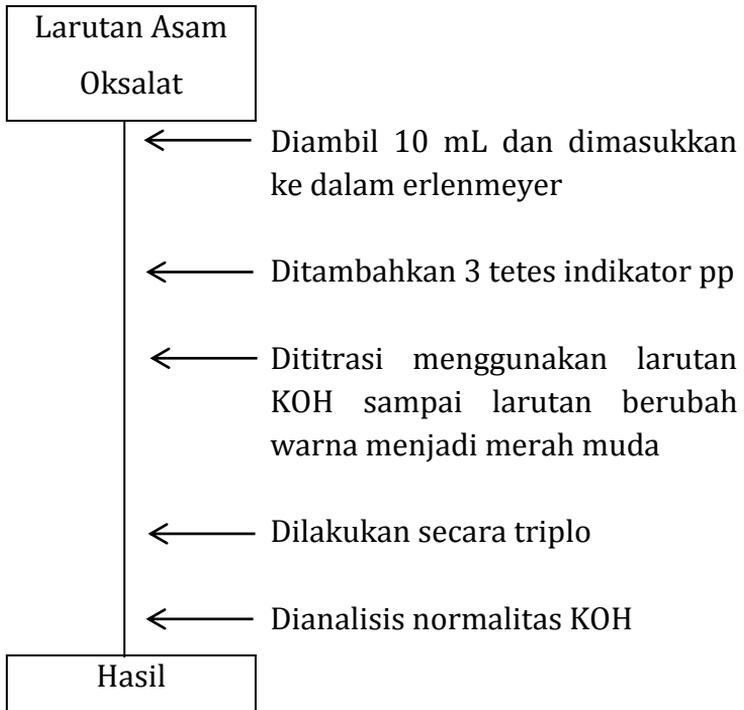
J. Reaksi Esterifikasi



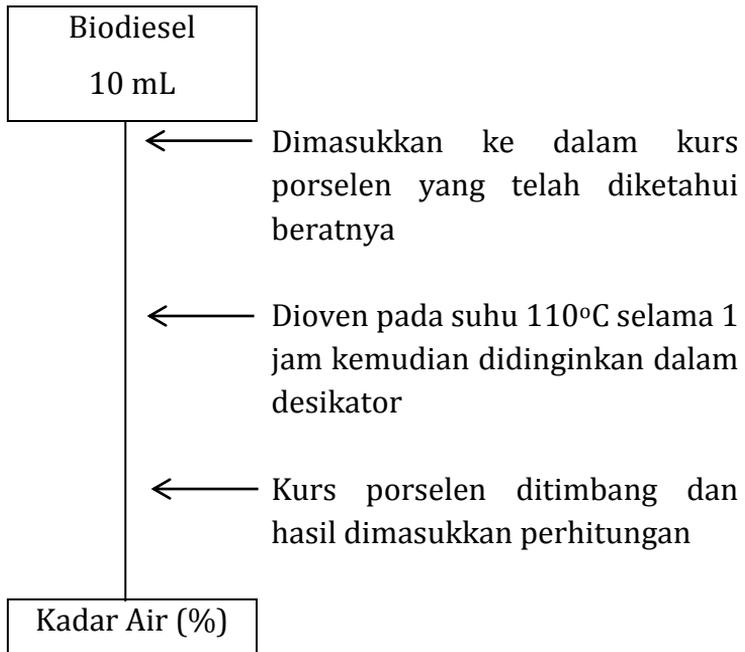
K. Reaksi Transesterifikasi



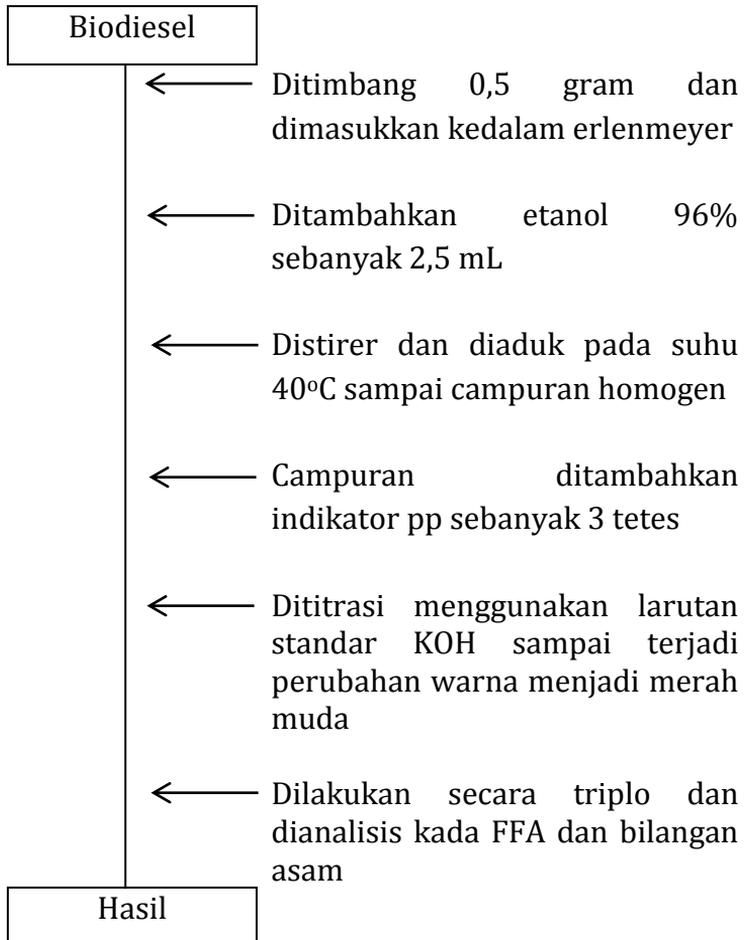
L. Standarisasi KOH 0,1 N



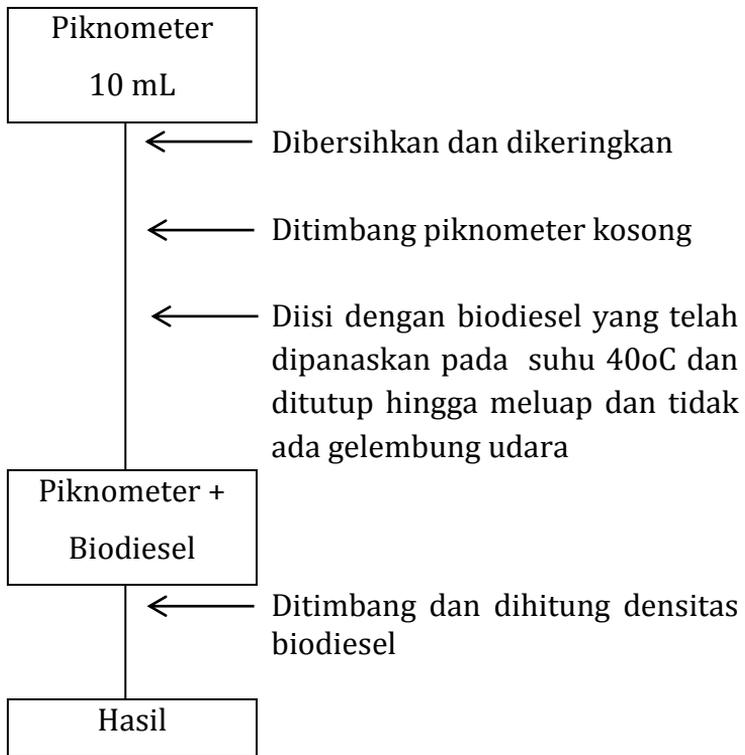
N. Penentuan Kadar Air



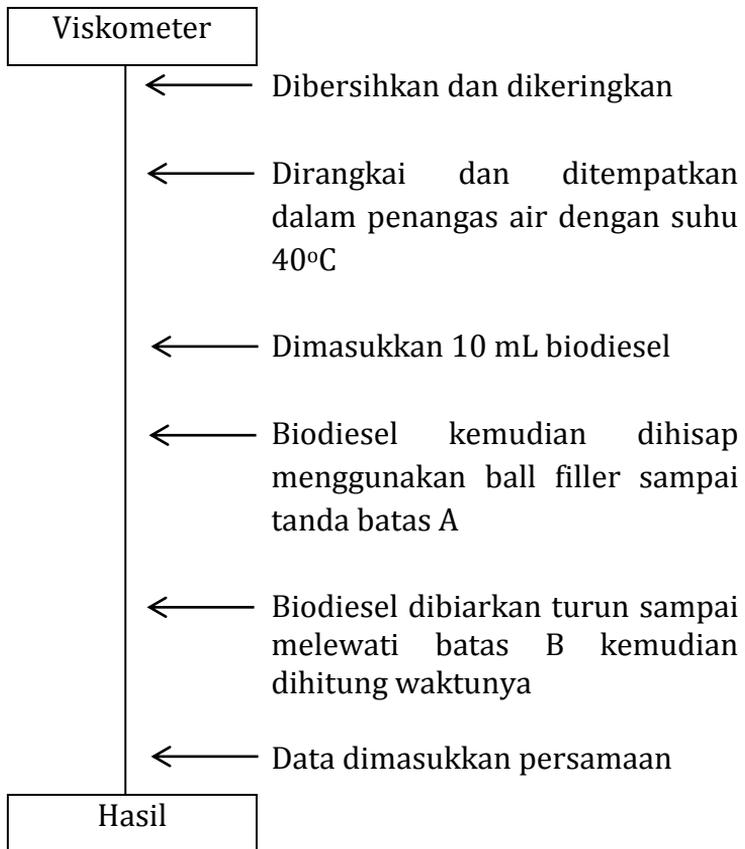
O. Penentuan FFA dan Bilangan Asam



P. Penentuan densitas



Q. Penentuan viskositas



Lampiran 2: Dokumentasi Hasil Praktikum

1. Pembuatan Al^{3+} -Bentonit



Proses Pemiliran dan Penyaringan



Pemanggangan dan Katalis Hasil Kalsinasi

2. Pembuatan CaO Cangkang Telur + KOH



Proses Pemanggangan dan Penggerusan Katalis



Proses Impregnasi dan Pemanggangan



Katalis Hasil Impregnasi dengan KOH + Kalsinasi

3. Pembuatan Biodiesel



Reaksi esterifikasi minyak jelantah

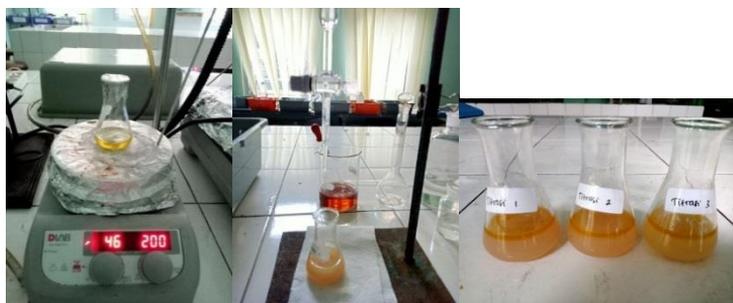


Reaksi transesterifikasi & Produk Biodiesel

4. Analisis Biodiesel



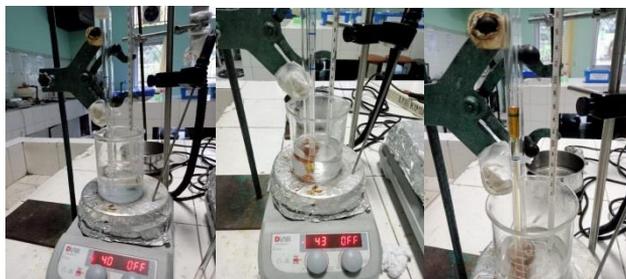
Uji Kadar Air



Uji kadar FFA dan Bilangan Asam Biodiesel



Uji Densitas Biodiesel



Uji Viskositas Biodiesel

Lampiran 3: Analisis Data

1. Penentuan Jumlah Keasaman Katalis

a. Katalis Bentonit

$$W_1 = 33,0898 \text{ gram}$$

$$W_2 = 33,2825 \text{ gram}$$

$$W_3 = 33,3105 \text{ gram}$$

$$\text{BM NH}_3 = 17,007 \text{ gr/mol}$$

$$K = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1)M} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$K = \frac{33,3105 - 33,2825}{(33,2825 - 33,0898)17,007} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{0,028}{3,2772489} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = 8,5437 \text{ mmol/gr}$$

b. Katalis Al³⁺-Bentonit 0,25 M

$$W_1 = 33,0898 \text{ gram}$$

$$W_2 = 33,2825 \text{ gram}$$

$$W_3 = 33,3105 \text{ gram}$$

$$\text{BM NH}_3 = 17,007 \text{ gr/mol}$$

$$K = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1)M} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$K = \frac{33,3105 - 33,2825}{(33,2825 - 33,0898)17,007} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{0,028}{3,2772489} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = 8,5437 \text{ mmol/gr}$$

c. Katalis Al^{3+} -Bentonit 0,50 M

$$W_1 = 33,6206 \text{ gram}$$

$$W_2 = 33,7969 \text{ gram}$$

$$W_3 = 33,8214 \text{ gram}$$

$$\text{BM NH}_3 = 17,007 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1)M} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$K = \frac{33,8214 - 33,7969}{(33,7969 - 33,6206)17,007} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{0,0245}{2,9983341} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = 8,1712 \text{ mmol/gr}$$

d. Katalis Al^{3+} -Bentonit 0,75 M

$$W_1 = 33,3146 \text{ gram}$$

$$W_2 = 33,5234 \text{ gram}$$

$$W_3 = 33,5515 \text{ gram}$$

$$\text{BM NH}_3 = 17,007 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1)M} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$K = \frac{33,3146 - 33,5234}{(33,5234 - 33,5515)17,007} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = \frac{0,0281}{3,5510616} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

$$\text{Keasaman} = 7,9131 \text{ mmol/gr}$$

2. Penentuan Jumlah Kebasaan Katalis

Katalis	Massa Katalis (gram)	$V_{as.benzoat}$	$N_{as.benzoat}$
CaO	0,2	5,76	0,1 N
CaO + KOH 9%	0,2	4,27	0,1 N
CaO + KOH 10%	0,2	4,4	0,1 N
CaO + KOH 11%	0,2	4,37	0,1 N

a. Katalis CaO

$$Kebasaan = \frac{V_{as.benzoat} \times N_{as.benzoat}}{massa katalis}$$

$$Kebasaan = \frac{5,76 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N}}{0,2 \text{ gram}}$$

$$Kebasaan = \frac{0,576}{0,2 \text{ gram}} = 2,88 \text{ mmol/gram}$$

b. Katalis 9% KOH/CaO

$$Kebasaan = \frac{V_{as.benzoat} \times N_{as.benzoat}}{massa katalis}$$

$$Kebasaan = \frac{4,27 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N}}{0,2 \text{ gram}}$$

$$Kebasaan = \frac{0,427}{0,2 \text{ gram}} = 2,135 \text{ mmol/gram}$$

c. Katalis 10% KOH/CaO

$$Kebasaan = \frac{V_{as.benzoat} - N_{as.benzoat}}{massa katalis}$$

$$Kebasaan = \frac{4,4 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N}}{0,2 \text{ gram}}$$

$$Kebasaan = 2,2 \text{ mmol/gram}$$

d. Katalis 11% KOH/CaO

$$\text{Kebasaan} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{gr}} \right) = \frac{V_{\text{as.benzoat}} - N_{\text{as.benzoat}}}{\text{massa katalis}}$$

$$\text{Kebasaan} = \frac{4,37 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N}}{0,2 \text{ gram}}$$

$$\text{Kebasaan} = 2,185 \text{ mmol/gram}$$

3. Perhitungan Rasio Mol Minyak Metanol

a. Perhitungan rasio mol minyak jelantah dan mol metanol (Esterifikasi)

Diket :

- Rasio mol minyak dan metanol (1:12)
- Massa Minyak Jelantah : 40 gram
- BM minyak jelantah : 856 g/mol (Indikasi mengandung Palmitat-Oleat-Oleat)
- BM metanol : 32,04 g/mol

➤ Mol Minyak Jelantah

$$\text{Mol minyak} = \frac{\text{Massa Minyak jelantah}}{\text{BM Minyak Jelantah}}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol minyak jelantah} &= \frac{40 \text{ gram}}{856 \text{ gram/mol}} \\ &= 0,0467 \text{ mol} \end{aligned}$$

➤ Mol Metanol

$$\text{Mol metanol} = 12 \times \text{mol minyak jelantah}$$

$$\text{Mol metanol} = 12 \times 0,0467 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 0,56 \text{ mol}$$

➤ Massa Metanol

Massa metanol

$$= \text{mol metanol} \times \text{BM metanol}$$

$$\text{Massa metanol} = 0,56 \times 32,04 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa metanol} = 17,94 \text{ gram}$$

➤ Volume Metanol

$$\text{Volume Metanol} = \frac{\text{Massa Metanol}}{\text{Massa Jenis Metanol}}$$

$$\text{Volume Metanol} = \frac{17,94 \text{ gram}}{0,7915 \text{ gram/ml}}$$

$$\text{Volume Metanol} = 22,67 \text{ mL}$$

- b. Perhitungan rasio mol minyak jelantah dan mol metanol (Transesterifikasi)

Diket :

- Rasio mol minyak dan metanol (1:12)
- Massa Minyak Jelantah : 20 gram
- BM minyak jelantah : 856 g/mol (Palmitat-Oleat-Oleat)
- BM metanol : 32,04 g/mol

Dit : Massa Metanol yang dibutuhkan?

➤ Mol Minyak Jelantah

Mol minyak jelantah

$$= \frac{\text{Massa Minyak jelantah}}{\text{BM Minyak Jelantah}}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol minyak jelantah} &= \frac{20 \text{ gram}}{856 \text{ gram/mol}} \\ &= 0,0234 \text{ mol} \end{aligned}$$

➤ Mol Metanol

$$\text{Mol metanol} = 12 \times \text{mol minyak jelantah}$$

$$\text{Mol metanol} = 12 \times 0,0234 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 0,28 \text{ mol}$$

➤ Massa Metanol

$$\text{Massa metanol}$$

$$= \text{mol metanol} \times \text{BM metanol}$$

$$\text{Massa metanol} = 0,28 \text{ mol} \times 32,04 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa metanol} = 8,97 \text{ gram}$$

➤ Volume Metanol

$$\text{Volume Metanol} = \frac{\text{Massa Metanol}}{\text{Massa Jenis Metanol}}$$

$$\text{Volume Metanol} = \frac{8,97 \text{ gram}}{0,7915 \text{ gram/ml}}$$

$$\text{Volume Metanol} = 11,334 \text{ mL}$$

4. Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam

➤ Pembuatan Larutan KOH 0,1 N

$$\text{BM} = 56,11 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 1$$

$$\text{Volume} = 500 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BM} \times \frac{1000}{V} \times \text{Valensi}$$

$$0,1 = \frac{\text{massa}}{56,11} \times \frac{1000}{500} \times 1$$

$$\text{massa} = \frac{5,611}{2}$$

$$\text{massa} = 2,81 \text{ gram}$$

- Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 N

$$\text{BM} = 126,07 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 2$$

$$\text{Volume} = 100 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BM} \times \frac{1000}{V} \times \text{Valensi}$$

$$0,1 = \frac{\text{massa}}{126,07} \times \frac{1000}{100} \times 2$$

$$\text{massa} = \frac{12,607}{20}$$

$$\text{massa} = 0,63035 \text{ gram}$$

- Standarisasi KOH 0,1 N dengan Asam Oksalat

0,1 N

$$V \text{ as. Oksalat} = 10 \text{ mL}$$

$$N \text{ as. Oksalat} = 0,1 \text{ N}$$

Titration	V KOH (mL)
1	12,5
2	12,5
3	12,5
Rata-rata	12,5

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$10 \times 0,1 = 12,5 \times N_2$$

$$N_2 = 0,08 \text{ N}$$

- Pengenceran KOH 0,08 N menjadi 100 mL 0,05 N

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 0,08 = 100 \times 0,05$$

$$V_1 = \frac{5}{0,08} = 62,5 \text{ mL}$$

- Analisis Kadar FFA

$$\text{N KOH} = 0,05 \text{ N}$$

- Minyak Jelantah

$$\text{BM Minyak Jelantah} = 256 \text{ g/mol}$$

Titrasi	Berat Minyak (gr)	V KOH (mL)
1	1,0109	3,8
2	1,0119	3,9
3	1,0104	3,8
Rerata	1,0111	3,83

$$\% \text{FFA} = \frac{\text{mL KOH} \cdot \text{N-KOH} \cdot \text{BMLB}}{\text{Berat Sampel} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{FFA} = \frac{3,83 \text{ mL} \cdot 0,05 \text{ N} \cdot 256}{1,0111 \text{ gram} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{FFA} = \frac{49,024}{1011,1} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,85\%$$

- Minyak Jelantah hasil esterifikasi katalis Bentonit

$$BM \text{ Minyak Jelantah} = 256 \text{ g/mol}$$

Titrasi	Berat Minyak (gr)	V KOH (mL)
1	0,5	1
2	0,5	1
3	0,5	1
Rerata	0,5	1

$$\%FFA = \frac{mL \text{ KOH} \cdot N\text{-KOH} \cdot BMLB}{Berat \text{ Sampel} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1 \text{ mL} \cdot 0,087N \cdot 256}{0,5 \text{ gram} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{22,272}{500} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,45\%$$

- Minyak Jelantah hasil esterifikasi katalis 0,25 Al³⁺-Bentonit

$$BM \text{ Minyak Jelantah} = 256 \text{ g/mol}$$

Titrasi	Berat Minyak (gr)	V KOH (mL)
1	1,0065	1,8
2	1,0046	1,9
3	1,002	1,9
Rerata	1,00437	1,87

$$\%FFA = \frac{mL \text{ KOH} \cdot N\text{-KOH} \cdot BMLB}{Berat \text{ Sampel} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1,87 \text{ mL} \cdot 0,087N \cdot 256}{1,00437 \text{ gram} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{41,64864}{1004,37} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,15\%$$

- Minyak Jelantah hasil esterifikasi katalis
0,5 Al³⁺-Bentonit

BM Minyak Jelantah = 256 g/mol

Titrasi	Berat Minyak (gr)	V KOH (mL)
1	1,0098	1,9
2	1,0033	1,9
3	1,0017	2
Rerata	1,00493	1,93

$$\%FFA = \frac{mL \text{ KOH} \cdot N\text{-KOH} \cdot BMLB}{\text{Berat Sampel} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1,93 \text{ mL} \cdot 0,087N \cdot 256}{1,0111 \text{ gram} \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{42,98496}{1004,93} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,28\%$$

- Minyak Jelantah hasil esterifikasi katalis
0,75 Al³⁺-Bentonit

BM Minyak Jelantah = 256 g/mol

Titration	Weight of Oil (g)	V KOH (mL)
1	1,0045	2,1
2	1,0088	2
3	1,0031	2
Average	1,00547	2,03

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH \cdot N-KOH \cdot BMLB}{Berat\ Sampel \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{2,03\ mL \cdot 0,087N \cdot 256}{1,00547\ gram \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{45,21216}{100547} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,497\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO

BM Biodiesel = 256 g/mol

Titration	Weight of Oil (g)	V KOH (mL)
1	0,5	1
2	0,5	0,9
3	0,5	1
Average	0,51797	0,97

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH \cdot N-KOH \cdot BMLB}{Berat\ Sampel \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{0,97\ mL \cdot 0,08\ N \cdot 256}{0,5\ gram \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{21,60384}{500} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,32\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 9%
BM Biodiesel = 256 g/mol

Titration	Weight of Oil (g)	V KOH (mL)
1	0,5169	0,9
2	0,5158	1,1
3	0,5212	1
Average	0,51797	1

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH \cdot N-KOH \cdot BMLB}{Berat\ Sampel \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1\ mL \cdot 0,08\ N \cdot 256}{0,51797\ gram \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{20,48}{517,97} \times 100\%$$

$$\%FFA = 3,95\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 10%
BM Biodiesel = 256 g/mol

Titration	Weight of Oil (g)	V KOH (mL)
1	0,5103	1
2	0,5099	1
3	0,5073	1,1
Average	0,5092	1,03

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH \cdot N-KOH \cdot BMLB}{Berat\ Sampel \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1,03\ mL \cdot 0,08\ N \cdot 256}{0,5092\ gram \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{21,0944}{509,3} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,14\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis

CaO + KOH 11%

BM Biodiesel = 256 g/mol

Titration	Weight of Oil (g)	V KOH (mL)
1	0,5043	1,15
2	0,5195	1,05
3	0,5067	1,05
Average	0,51017	1,083

$$\%FFA = \frac{mL\ KOH \cdot N-KOH \cdot BMLB}{Berat\ Sampel \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{1,083\ mL \cdot 0,08\ N \cdot 256}{0,51017\ gram \cdot 1000} \times 100\%$$

$$\%FFA = \frac{22,17984}{510,17} \times 100\%$$

$$\%FFA = 4,35\%$$

➤ Konversi FFA

- Minyak hasil esterifikasi katalis Bentonit

$$Konversi\ FFA = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{4,85 - 4,45}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{0,4}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = 8,25\%$$

- Minyak hasil esterifikasi katalis Al^{3+} -
Bentonit 0,25 M

$$\text{Konversi FFA} = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{4,85 - 4,15}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{0,7}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = 14,43\%$$

- Minyak hasil esterifikasi katalis Al^{3+} -
Bentonit 0,50 M

$$\text{Konversi FFA} = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{4,85 - 4,28}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{0,57}{4,85} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = 11,75\%$$

- Minyak hasil esterifikasi katalis Al^{3+} -Bentonit 0,75 M

$$Konversi FFA = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{4,85 - 4,497}{4,85} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{0,353}{4,85} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = 7,28\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO

$$Konversi FFA = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{4,45 - 4,32}{4,45} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{0,13}{4,45} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = 2,92\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 9%

$$Konversi FFA = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{4,15 - 3,95}{4,15} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = \frac{0,2}{4,15} \times 100\%$$

$$Konversi FFA = 4,89\%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 10%

$$\text{Konversi FFA} = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{4,28 - 4,14}{4,28} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{0,14}{4,28} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = 3,27 \%$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 11%

$$\text{Konversi FFA} = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{4,497 - 4,35}{4,497} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = \frac{0,147}{4,497} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA} = 3,27\%$$

➤ Analisis Bilangan Asam

- Minyak hasil esterifikasi katalis Bentonit

Berat Minyak = 0,5 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1
2	1
3	1
Average	1

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1 \times 0,087 \times 56,11}{0,5} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{4,88157}{0,5} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,7631$$

- Biodiesel hasil esterifikasi katalis $0,25 \text{ Al}^{3+}$ -Bentonit

Berat Minyak = 1,00437 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1,8
2	1,9
3	1,9
Rata-Rata	1,87

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1,87 \times 0,087 \times 56,11}{1,00437} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{9,1285359}{1,00437} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,0888$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis $0,5 \text{ Al}^{3+}$ -Bentonit

Berat Biodiesel = 1,00493 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1,9
2	1,9
3	2
Average	1,93

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1,93 \times 0,087 \times 56,11}{1,00493} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{9,4214301}{1,00493} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,3752$$

- Biodiesel hasil esterifikasi katalis 0,75 Al³⁺-Bentonit

Berat Biodiesel = 1,00547 gram

Titration	V KOH (mL)
1	2,1
2	2
3	2
Average	2,03

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{2,03 \times 0,087 \times 56,11}{1,00547} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{9,9095871}{1,00547} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,8557$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO
Berat Biodiesel = 0,5 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1
2	0,9
3	1
Average	0,97

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{0,97 \times 0,087 \times 56,11}{0,5} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{4,7351229}{0,5} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,47$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 9%

Berat Biodiesel = 1 gram

Titration	V KOH (mL)
1	0,9
2	1,1
3	1
Average	1

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1 \times 0,08 \times 56,11}{0,51797} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{4,4888}{0,51797} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 8,67$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 10%

Berat Biodiesel = 1 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1
2	1
3	1,1
Average	1,03

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1,03 \times 0,08 \times 56,11}{0,5093} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{21,0944}{0,5093} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,0798$$

- Biodiesel hasil transesterifikasi katalis CaO + KOH 11%

Berat Biodiesel = 1 gram

Titration	V KOH (mL)
1	1,15
2	1,05
3	1,05
Average	1,083

$$\text{Bil. Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{1,083 \times 0,08 \times 56,11}{0,51017} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = \frac{4,8614}{0,51017} \times 100\%$$

$$\text{Bil. Asam} = 9,529$$

5. Uji Kadar Air Biodiesel

➤ Biodiesel 1

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat awal} - \text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{7,7248 - 7,5168}{7,7248} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{0,208}{7,7248} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = 2,69\%$$

➤ Biodiesel 2

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat awal} - \text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{5,0418 - 5,0097}{5,0418} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{0,3921}{5,0418} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = 7,7\%$$

➤ Biodiesel 3

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat awal} - \text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{5,0182 - 4,9911}{5,0182} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = \frac{0,0271}{5,0182} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} = 0,5\%$$

➤ Biodiesel 4

$$Kadar\ air = \frac{\text{Berat awal} - \text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

$$Kadar\ air = \frac{5,1208 - 5,1051}{5,1208} \times 100\%$$

$$Kadar\ air = \frac{0,0157}{5,1208} \times 100\%$$

$$Kadar\ air = 0,31\%$$

6. Uji Densitas Biodiesel

➤ Biodiesel 1

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)}{V}$$

$$\rho = \frac{(20,3960 - 11,6598)}{10}$$

$$\rho = \frac{8,7362}{10}$$

$$\rho = 0,87362\text{ gr/mL}$$

➤ Biodiesel 2

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)}{V}$$

$$\rho = \frac{(21,6817 - 13,2524)}{10}$$

$$\rho = \frac{8,4293}{10}$$

$$\rho = 0,84293\text{ gr/mL}$$

➤ Biodiesel 3

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)}{V}$$

$$\rho = \frac{(21,4233 - 12,5982)}{10}$$

$$\rho = \frac{8,8251}{10}$$

$$\rho = 0,88251 \text{ gr/mL}$$

➤ Biodiesel 4

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)}{V}$$

$$\rho = \frac{(21,1209 - 12,1694)}{10}$$

$$\rho = \frac{8,9515}{10}$$

$$\rho = 0,89515 \text{ gr/mL}$$

7. Analisis %yield FAME dan %Konversi Biodiesel

FAME	Biodiesel 1 Area (%)	Biodiesel 2 Area (%)	Biodiesel 3 Area (%)	Biodiesel 4 Area (%)
Metil Laurat	-	7,77	8,25	6,88
Metil Miristat	-	2,89	3,52	2,85
Metil Palmitat	-	22,39	30,65	25,05
Metil Oleat	-	30,68	40,32	32,74
Metil Stearat	-	2,40	3,56	2,96
Metil Arakat	-	-	0,62	0,58
Jumlah (%)	0	66,13	86,92	71,06

➤ Biodiesel 1

%yield FAME

$$= \frac{\% \text{ FAME} \times \text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat Minyak Jelantah}} \times 100\%$$

$$\% \text{ yield FAME} = \frac{0\% \times 17,5363}{20} \times 100\%$$

$$\% \text{ yield FAME} = 0\%$$

➤ Biodiesel 2

%yield FAME

$$= \frac{\% \text{ FAME} \times \text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat Minyak Jelantah}} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = \frac{66,13\% \times 17,6374}{20} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = 58,32\%$$

➤ Biodiesel 3

$$\%yield\ FAME$$

$$= \frac{\% FAME \times \text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat Minyak Jelantah}} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = \frac{86,92\% \times 18,0049}{20} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = 78,25\%$$

➤ Biodiesel 4

$$\%yield\ FAME$$

$$= \frac{\% FAME \times \text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat Minyak Jelantah}} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = \frac{71,06\% \times 18,7528}{20} \times 100\%$$

$$\%yield\ FAME = 66,63\%$$

8. Uji Viskositas Biodiesel

$$\eta_0 = 0,8$$

$$d_0 = 0,98\ \text{gr/mL}$$

$$t_0 = 0,803\ \text{detik}$$

➤ Biodiesel 1

$$d = 0,84\ \text{gr/mL}$$

$$t = 39,73 \text{ detik}$$

$$\eta = \frac{\eta_0 \cdot d \cdot t}{d_0 t_0}$$

$$\eta = \frac{0,8 \cdot 0,84 \cdot 39,73}{0,98 \cdot 0,803}$$

$$\eta = 33,9271 \text{ cSt}$$

➤ Biodiesel 2

$$d = 0,84 \text{ gr/mL}$$

$$t = 34,41 \text{ detik}$$

$$\eta = \frac{\eta_0 \cdot d \cdot t}{d_0 t_0}$$

$$\eta = \frac{0,8 \cdot 0,84 \cdot 34,41}{0,98 \cdot 0,803}$$

$$\eta = 29,38 \text{ cSt}$$

➤ Biodiesel 3

$$\eta = \frac{\eta_0 \cdot d \cdot t}{d_0 t_0}$$

$$\eta = \frac{0,8 \cdot 0,88 \cdot 32,99}{0,98 \cdot 0,803}$$

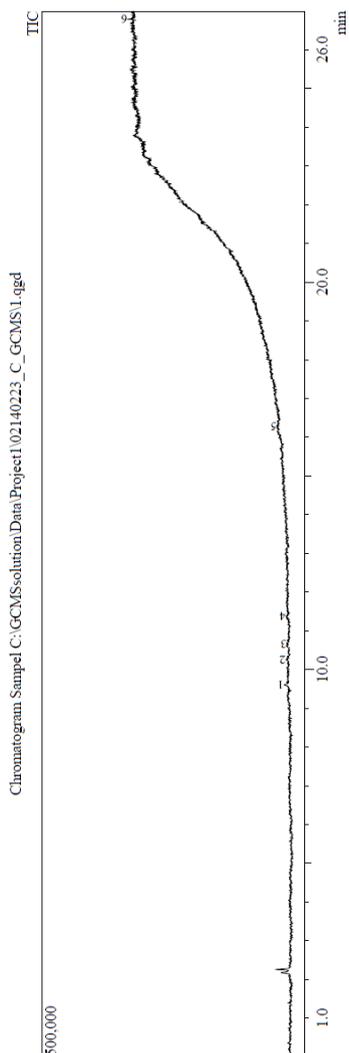
$$\eta = 29,51 \text{ cSt}$$

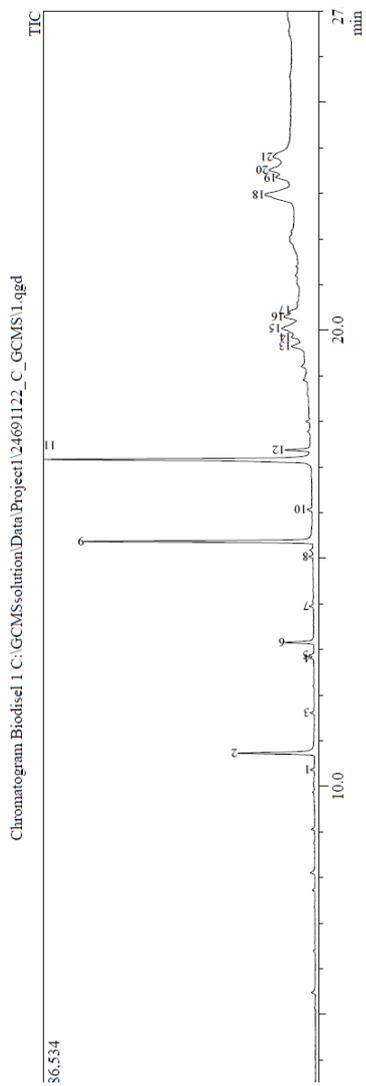
➤ Biodiesel 4

$$\eta = \frac{\eta_0 \cdot d \cdot t}{d_0 t_0}$$

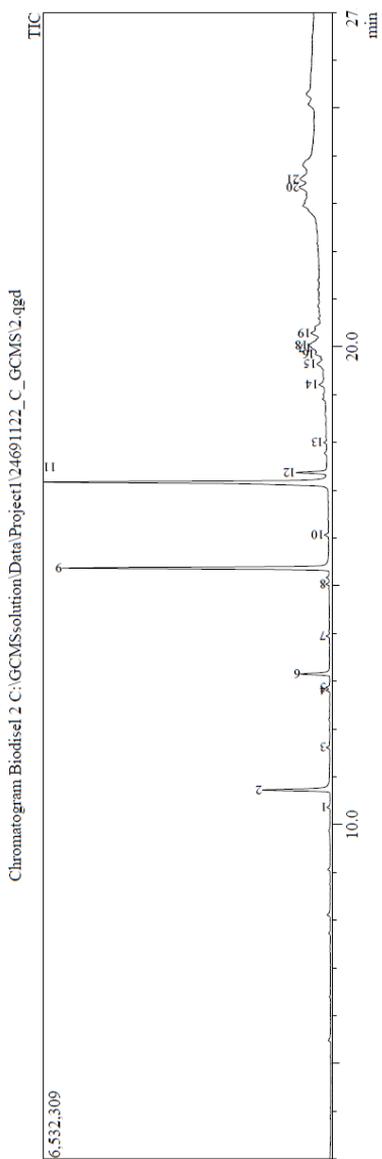
$$\eta = \frac{0,8 \cdot 0,90 \cdot 30,15}{0,98 \cdot 0,803}$$

$$\eta = 27,58 \text{ cSt}$$

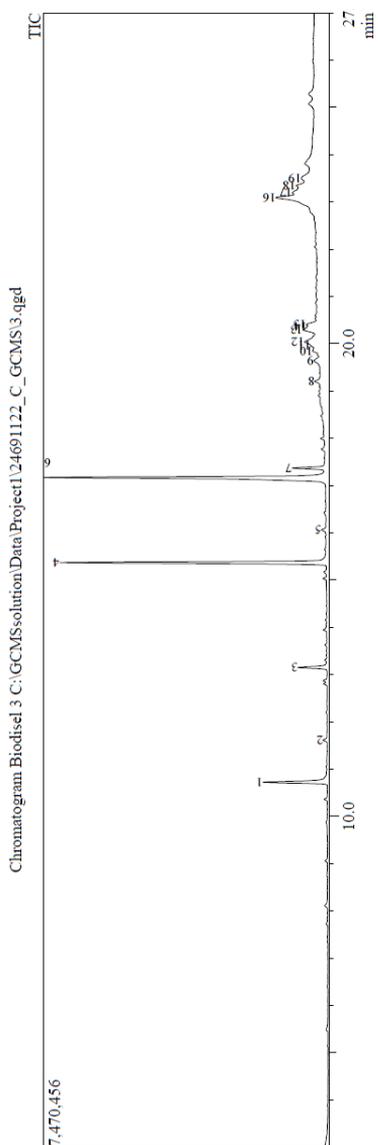
Lampiran 4: Kromatogram GC-MS Biodiesel**Gambar 1.** Kromatogram GC-MS Biodiesel CaO



Gambar 2. Kromatogram GC-MS Biodiesel 9% KOH/CaO



Gambar 3. Kromatogram GC-MS Biodiesel 10%
KOH/CaO



Gambar 4. Kromatogram GC-MS Biodiesel 11%
KOH/CaO

DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Nama Lengkap : M. Yus Yunus
Tempat, Tanggal Lahir : Brebes, 23 Desember 2000
NIM : 1808036003
Jenis Kelamin : Laki-Laki
Agama : Islam
Alamat : Kemambang RT 01/RW 06 Desa
Cibentang Kec. Bantarkawung
Kab. Brebes
E-mail : yunusmumtaz74@gmail.com
No. Telp/HP : 082137242885

Riwayat Pendidikan

Formal

1. SD Negeri Pangebatan 03 Buaran Bantarkawung
2. SMP Bustanul Ulum Buaran Bantarkawung
3. MA Assalam Buaran Bantarkawung
4. UIN Walisongo Semarang

Non Formal

1. PonPes Raudlatussuada Buaran Bantarkawung
2. PonPes Bina Insani Semarang