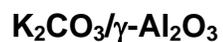


**REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA MINYAK JARAK PAGAR
DENGAN METANOL MENGGUNAKAN KATALIS PADATAN BASA**



RAODATUL JANNAH

0304030421



UNIVERSITAS INDONESIA

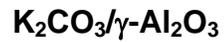
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN KIMIA

DEPOK

2008

**REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA MINYAK JARAK PAGAR
DENGAN METANOL MENGGUNAKAN KATALIS PADATAN BASA**



**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh:

RAODATUL JANNAH

0304030421



DEPOK

2008

SKRIPSI : REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA MINYAK
JARAK PAGAR DENGAN METANOL MENGGUNAKAN
KATALIS PADATAN BASA $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

NAMA : RAODATUL JANNAH

NPM : 0304030421

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JULI 2008



Dr. WIDAYANTI WIBOWO
PEMBIMBING

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana :

Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

Skripsi ini kupersembahkan untuk keluargaku tercinta terutama kepada (alm) Bapak yang telah tenang disisi-Nya, dan semoga dimasukkan kedalam golongan yang diberi kitab dari disebelah kanan, kepada mama, semoga diberi rahmat dan hidayah-Nya di dunia dan diakhirat, serta kakak-kakakku yang tercinta, yang rela membantuku tanpa pamrih. Terima kasih ya Allah atas pemberianMu yang tak ternilai ini.



“Adakah orang yang sampai pada kedudukan terpuji, kecuali setelah ia melewati jembatan ujian. Demikianlah kedudukanmu jika engkau ingin mencapainya, naiklah kesana dengan melewati jembatan kelelahan” (ibnu Qoyyim)

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, Tuhan seru sekalian alam, yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga dapat bertahan atas segala cobaan yang datang dan dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Dan juga solawat serta salam kepada Rasullulah Muhammad SAW, yang telah memberikan kabar gembira atas orang yang sabar dan tawakal.

Skripsi yang berjudul Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Pagar dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ ini, disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program sarjana strata-1 di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Ucapan terima kasih yang tak terhingga ditujukan kepada mama dan alm. Bapak yang telah memberikan doanya dengan setulus hati dan tanpa pamrih demi kelancaran penyusunan skripsi ini. Untuk Ka Siwe, Ka Susei, Ka Sorfah, Ibnu, Surya, Ka Didin, Ka Siti, dan Syahid terima kasih banyak untuk semangat yang diberikan. Semoga kalian semua dipermudah dalam segala urusan.

Selama penyusunan skripsi ini, penulis banyak dibantu oleh orang-orang yang berhati baik, yang mau meluangkan waktunya untuk penulis. Oleh karena itu penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih atas segala

bantuan yang telah diberikan terutama ditujukan kepada pembimbing penelitian penulis, yaitu Dr. Widayanti Wibowo atas segala saran, masukan, kebaikan dan kesabarannya dalam membimbing penulis, meskipun penulis banyak melakukan kesalahan.

Selain itu, penulis juga ingin mengucapkan terima kasih yang tak ternilai kepada Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia UI, Drs. Sunardi M.Si selaku penasehat akademik, Dra. Tresye Utari selaku koordinator penelitian, dan seluruh dosen Kimia yang telah memberikan Ilmu dan wawasan yang tidak ternilai selama ini. Terima kasih juga kepada Pak Wisnu di BATAN serpong untuk pengukuran XRD dan data-datanya, Pak Jaswanto di Puslabfor Mabes POLRI untuk pengukuran GC-MS dan ilmunya serta terima kasih untuk Pak Hedi, Mba Ina dan Mba Cucu atas bantuan bahan – bahan kimianya.

Kepada teman-teman yang tercinta penulis ucapkan banyak terima kasih, yaitu Ratna, Nur, Opik, Hanum, dan yang selalu setia menemaniku dari awal hingga akhir, untuk Fitri, Ari, Atri, Ami, Imah, Kiki, Niezha, Basit dan teman-teman sepejuanganku lainnya terima kasih atas semangat, bantuan, dan terutama atas doanya, semoga Allah SWT membalasnya dengan rahmat dan ridho-Nya. Tak lupa pula penulis ucapkan terima kasih banyak kepada teman-teman angkatan 2004, 2003 dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu atas bantuan semangatnya. Terima kasih juga kepada teman-teman dunia dan akhiratku Bu Eni, Mba Ririn, Mba Nuni, Mba

Wati, Mba Widya yang selalu mengingatkan akan kewajibanku terhadap tuhanku, Allah SWT.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, dan masih banyak kesalahannya oleh karena itu penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya, dan penulis berharap agar skripsi yang disusun ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan pembaca pada umumnya.

Depok, Juli 2008

Penulis

ABSTRAK

Bahan bakar biodiesel merupakan senyawa metil ester dari asam lemak rantai panjang yang dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi minyak nabati. Pada penelitian ini dilakukan reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol menggunakan katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebagai katalis padatan basa untuk mempercepat reaksi transesterifikasi. Banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan divariasikan sebesar 10%, 15% dan 20% berat alumina. Waktu reaksi divariasikan 1 – 5 jam. Katalis hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan XRF, sedangkan hasil reaksi transesterifikasi dianalisa secara kualitatif menggunakan GC-MS, dan secara kuantitatif menggunakan angka asam. Hasil konversi maksimum dengan bantuan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ adalah sebesar 25,82% pada 2 jam reaksi ditambah 1 jam reaksi, dengan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebesar 36,29% pada 2 jam reaksi ditambah 1 jam reaksi, dan dengan katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebesar 26,17%, pada 5 jam reaksi ditambah 1 jam reaksi.

Kata kunci : Katalis padatan, $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, transesterifikasi, minyak jarak
xii + 96 hlm.; gbr; lamp.; tab.

Daftar pustaka : 25 (1988-2007)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Masalah	1
1.2. Penelitian Sebelumnya	3
1.3. Perumusan Masalah	5
1.4. Tujuan Penelitian	6
1.5. Hipotesis	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Katalis.....	7
2.1.1. Jenis Katalis.....	8
2.1.2. Katalis Heterogen.....	9
2.2. Alumina (Al_2O_3).....	10
2.2.1. Keasaman Alumina.....	12
2.2.2. Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$).....	12

2.2.3. Pembuatan Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$).....	13
2.3. Kalium Karbonat (K_2CO_3).....	14
2.4. Karakterisasi Katalis.....	15
2.4.1. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	15
2.4.2. Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF).....	17
2.5. Minyak.....	19
2.5.1. Asam Lemak.....	19
2.5.2. Trigliserida.....	20
2.6. Jarak Pagar.....	21
2.6.1. Taksonomi Tanaman Jarak Pagar.....	21
2.6.2. Minyak Jarak Pagar.....	22
2.7. Karakterisasi Minyak Jarak.....	24
2.7.1. Angka Asam.....	24
2.7.2. Angka Penyabunan.....	24
2.8. Reaksi transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol.....	25
2.9. Analisa Hasil Reaksi Transesterifikasi.....	26
2.9.1. Gas Chromatography - Mass Spectroscopy (GC-MS). ..	26
BAB III. METODE PENELITIAN	29
3.1. Alat dan Bahan	29
3.1.1. Alat	29
3.1.2. Bahan.....	29
3.2. Prosedur kerja	30

3.2.1. Preparasi Larutan untuk Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	30
3.2.2. Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	30
3.2.3. Pencampuran $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan K_2CO_3	31
3.2.4. Karakterisasi Minyak Jarak.....	31
3.2.4.1. Penentuan Angka Asam.....	31
3.2.4.2. Penentuan Angka Penyabunan.....	32
3.2.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi.....	32
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1. Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	34
4.2. Pencampuran $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan K_2CO_3	37
4.3. Karakterisasi Katalis $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	40
4.3.1. Analisa Difraksi Sinar-X (XRD).....	40
4.3.2. Analisa Perpendaran Sinar-X (XRF).....	44
4.4. Karakterisasi Minyak Jarak.....	46
4.4.1. Penentuan Angka Asam.....	46
4.4.2. Penentuan Angka Penyabunan.....	48
4.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi.....	50
4.5.1. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol Menggunakan Katalis 10% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	58

4.5.2. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol Menggunakan Katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	62
4.5.3. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol Menggunakan Katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	64
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	70
5.1. Kesimpulan	70
5.2. Saran	71
DAFTAR PUSTAKA	72
LAMPIRAN	76

DAFTAR TABEL

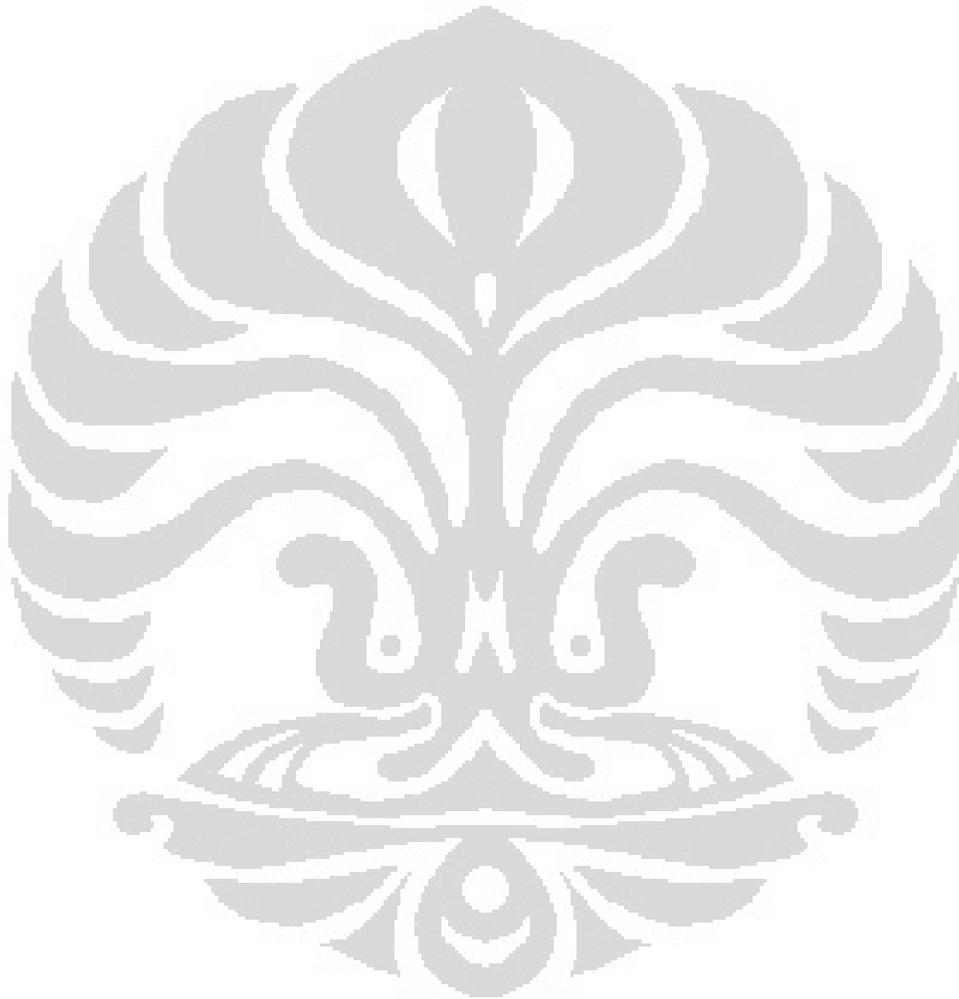
Tabel 2.1. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Jarak.....	23
Tabel 4.1. Data difraksi sinar-X standar γ -Al ₂ O ₃ dan K ₂ CO ₃	42
Tabel 4.2. Data difraksi sinar-X katalis K ₂ CO ₃ / γ -Al ₂ O ₃ sintesis.....	42
Tabel 4.3. Data XRF katalis hasil sintesis.....	44
Tabel 4.4. Data XRF katalis 20% K ₂ CO ₃ / γ -Al ₂ O ₃ sebelum dan setelah Reaksi.....	45
Tabel 4.5. Persen konversi dengan katalis 10% K ₂ CO ₃ / γ -Al ₂ O ₃	59
Tabel 4.6. Persen konversi dengan katalis 15% K ₂ CO ₃ / γ -Al ₂ O ₃	62
Tabel 4.7. Persen konversi dengan katalis 20% K ₂ CO ₃ / γ -Al ₂ O ₃	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Hubungan katalis dengan energi aktivasi.....	7
Gambar 2.2. Skema reaksi katalitik di dalam rongga katalis.....	10
Gambar 2.3. Skema produk-produk proses Bayer.....	14
Gambar 2.4. Difraksi sinar-X pada suatu kristal.....	16
Gambar 2.5. Proses terbentuknya sinar-X karakteristik.....	18
Gambar 2.6. Tanaman jarak pagar (<i>Jatropha curcas</i> L.).....	22
Gambar 2.7. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester dan gliserol.....	25
Gambar 2.8. Skema peralatan GC-MS.....	28
Gambar 4.1. Urutan transformasi termal dari aluminium hidroksida.....	37
Gambar 4.2. Sisi basa dan sisi asam alumina.....	39
Gambar 4.3. Difraktogram XRD dari (a) 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, (b) 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, (c) 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	41
Gambar 4.4. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa.....	54
Gambar 4.5. Hasil reaksi transesterifikasi.....	57
Gambar 4.6. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi menggunakan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	59
Gambar 4.7. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi menggunakan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	63

Gambar 4.8. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi

menggunakan katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ 65



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Kerja	77
Lampiran 2. Peralatan Reaksi	79
Lampiran 3. Instrumen untuk pengukuran.....	80
Lampiran 4. Data Difraksi Sinar-X Katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	81
Lampiran 5. Data Difraksi Sinar-X Katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	82
Lampiran 6. Data Difraksi Sinar-X Katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	83
Lampiran 7. Data XRF Katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	84
Lampiran 8. Data XRF Katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$	86
Lampiran 9. Data XRF Katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebelum reaksi.....	88
Lampiran 10. Data XRF Katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ setelah reaksi.....	90
Lampiran 11. Kromatogram Metil Ester dari Minyak Jarak.....	92
Lampiran 12. Spektrum Massa Metil Ester yang Terbentuk.....	93
Lampiran 13. Struktur Beberapa Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak...	96

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Lebih dari dua abad lamanya suplai energi dunia menggunakan bahan bakar fosil yang tidak dapat diperbaharui. Diketahui pula bahwa emisi dari pembakaran bahan bakar fosil antara lain karbon dioksida (CO_2), karbon monoksida (CO), nitrogen oksida (NO_x) dan residu yang mengandung sulfur. Emisi ini merupakan penyebab yang mendasar terjadinya pemanasan global dan banyak negara yang telah merasakan dampak dari pemanasan global ini¹.

Di Indonesia salah satu masalah yang dihadapi saat ini adalah energi. Pasokan energi dalam negeri mengalami kendala akibat produksi yang lebih rendah dibanding tingkat konsumsinya. Kebutuhan energi masyarakat dan industri setiap tahun meningkat. Kondisi ini harus diakomodasi melalui penyediaan energi dalam jumlah yang mencukupi dan harga yang terjangkau². Oleh sebab itu, perlu dilakukan usaha-usaha untuk mencari bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui dan ramah lingkungan untuk memenuhi kebutuhan akan energi dan juga mengurangi dampak pemanasan global. Salah satu bahan bakar alternatif yang sedang dikembangkan adalah biodiesel yang berasal dari minyak nabati. Hal ini mengingat ketersediaan ragam tanaman penghasil minyak nabati yang cukup

melimpah di Indonesia yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel. Salah satu tanaman yang prospektif untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel adalah tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas* L.).

Pembuatan biodiesel dari minyak nabati dilakukan dengan mengkonversi trigliserida (komponen utama minyak nabati) menjadi alkil ester asam lemak, dengan memanfaatkan katalis pada proses transesterifikasi. Beberapa katalis telah digunakan secara komersial dalam memproduksi biodiesel. Umumnya katalis yang banyak digunakan adalah katalis homogen yang mempunyai fasa yang sama dengan reaktan. Dengan katalis homogen dapat diperoleh konversi minyak menjadi biodiesel rata-rata mendekati 100%. Namun memerlukan proses yang lebih lanjut dan cukup sulit untuk memisahkan antara alkil ester dan gliserol yang terbentuk disebabkan karena terdapatnya kandungan air dalam ester hasil produksi, karena katalis dan hasil reaksi sama-sama berada dalam fasa cair. Oleh sebab itu, untuk mencegah masalah pemisahan tersebut, digunakanlah katalis padatan heterogen dimana pemisahan katalis dengan produk akan lebih mudah karena katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda. Selain itu, penggunaan katalis heterogen juga tidak menimbulkan korosi pada reaktor³.

Penggunaan katalis asam untuk reaksi transesterifikasi sudah banyak dilakukan, namun dengan katalis ini memerlukan waktu dan suhu reaksi yang lebih lama untuk menghasilkan alkil ester jika dibandingkan dengan menggunakan katalis basa. Hal ini disebabkan karena katalis basa memiliki laju reaksi 4000 kali lebih cepat dibandingkan katalis asam karena

reaksinya berjalan irreversibel^{4,5}. Oleh karena itu saat ini banyak dilakukan penggunaan katalis padatan basa untuk mempercepat reaksi transesterifikasi.

Gamma alumina dipercaya menjadi salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi karena strukturnya yang kuat dan tahan terhadap temperatur tinggi. Katalis ini dapat ditingkatkan aktifitasnya dengan cara menambahkan suatu materi seperti K_2CO_3 sehingga kebasaan katalis bertambah. Berdasarkan hal tersebut diatas maka pada penelitian ini akan digunakan katalis padatan basa $\gamma-Al_2O_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol.

1.2. Penelitian Sebelumnya

Reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol menggunakan katalis padatan ini telah dilakukan sebelumnya oleh Kurnia Apriliani (2007)³, yaitu dengan menggunakan katalis Mg-Al hidrotalsit. Pada penelitian ini, parameter yang divariasikan adalah perbandingan mol Mg/Al dari 2 sampai 5 dan waktu reaksi dari 1 sampai 6 jam. Perbandingan antara mol minyak dengan mol metanol adalah 1 : 4,5. Suhu reaksi dijaga antara $60^{\circ}C - 65^{\circ}C$. Hasil persen konversi optimum yaitu 94.17%, diperoleh dengan bantuan katalis Mg-Al hidrotalsit dengan perbandingan mol Mg/Al = 4 dan waktu reaksi selama 5 jam ditambah 1 jam reaksi.

Katalis padatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan K_2CO_3 juga digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol. Penelitian ini dilakukan oleh Calvin Hura (2007)⁵, yaitu dengan melakukan variasi persen impregnasi KOH pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, sebesar 10%, 7%, 4% dari berat $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan impregnasi dengan K_2CO_3 yang dilakukan pada kondisi optimum KOH yaitu 10% dan 7%. Reaksi katalisis heterogen ini dilakukan secara batch pada temperatur 65°C dengan persen katalis terhadap minyak jarak yaitu 2%. Hasil persen konversi maksimum minyak jarak sebesar 46,51% dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan 7% KOH dan sebesar 25,01% dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan K_2CO_3 .

Penggunaan dua katalis padatan yang berbeda untuk reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol juga telah dilakukan oleh Emai Huriyah (2006)⁶. Katalis yang digunakan adalah katalis Mg-Al hidrotalsit dan katalis superbasa. Reaksi katalisis dilakukan dengan variasi berat katalis 1% - 4% dari berat minyaknya pada katalis Mg-Al hidrotalsit dan 2% dari berat minyaknya untuk katalis superbasa. Pada katalis Mg-Al hidrotalsit diperoleh metil ester maksimum pada variasi berat katalis 2% dengan persen konversi sebesar 83,32% dan 33,36% pada katalis superbasa.

Ying Wang, Jian Hua Zhu dan Wen Yu Huang (2001)⁷ menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 dan KHCO_3 dalam reaksi isomerisasi cis-but-2-ena. Pada penelitian ini dilakukan variasi berat K_2CO_3 dan KHCO_3 yang ditambahkan. Hasil optimum yang didapatkan

terjadi pada penambahan K_2CO_3 sebesar 20% (b/b) dan $KHCO_3$ sebesar 26% (b/b).

1.3. Perumusan Masalah

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Calvin Hura didapatkan persen konversi trigliserida menjadi metil ester yang masih cukup rendah, yaitu sebesar 25,01% dengan menggunakan katalis $\gamma-Al_2O_3$ yang diimpregnasi dengan K_2CO_3 , dengan kalsinasi katalis pada temperatur $550^\circ C$ tanpa vakum. Pada penelitian ini akan dilakukan reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol menggunakan katalis yang sama, yaitu katalis $\gamma-Al_2O_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 , namun dengan metode pembuatan katalis yang berbeda. Metode tersebut adalah dengan mencampurkan padatan $\gamma-Al_2O_3$ dengan padatan K_2CO_3 dengan tujuan agar semua K_2CO_3 dapat memasuki pori-pori alumina, dan juga dilakukan kalsinasi pada temperatur $550^\circ C$ dalam kondisi vakum, sehingga diharapkan sisi aktif basa tidak larut dalam reaksi transesterifikasi dan dihasilkan persen konversi yang baik dengan waktu yang singkat.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

1. Mensintesis katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 dan mengarakterisasi katalis tersebut.
2. Menggunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 untuk menghasilkan metil ester (biodiesel) dari hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol.
3. Menentukan kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol, dimana persen konversi besar dengan waktu reaksi yang singkat.

1.5. Hipotesis

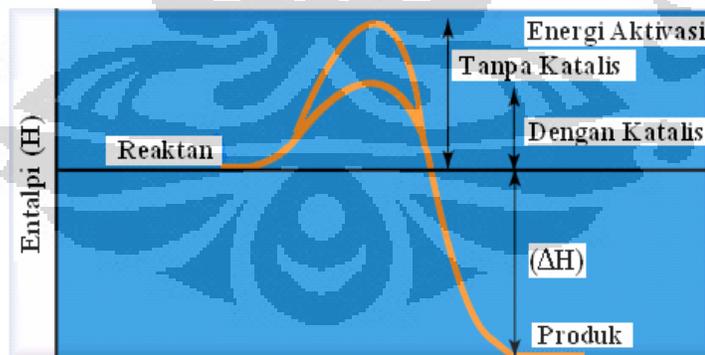
1. Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 , dapat digunakan dalam proses pembentukan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol.
2. Reaksi katalisis transesterifikasi minyak jarak dengan metanol dapat menghasilkan persen konversi minyak menjadi metil ester yang baik dengan waktu reaksi yang singkat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Katalis

Katalis adalah zat lain selain reaktan dan produk, yang ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk meningkatkan laju reaksi kimia mencapai keadaan kesetimbangan kimianya. Katalis bekerja dengan menurunkan tingkat energi aktivasi yang dibutuhkan dalam reaksi. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk. Dengan menurunnya energi aktivasi untuk pembentukan produk, maka tiap satuan waktu semakin banyak molekul-molekul yang mencapai energi minimum tersebut, sehingga waktu yang dibutuhkan dalam pembentukan produk pun dapat diperkecil, atau dengan kata lain reaksinya semakin cepat.



Gambar 2.1. Hubungan katalis dengan energi aktivasi

Sifat katalis ideal yang diharapkan dalam suatu reaksi adalah aktif, selektif, stabil dan ekonomis. Aktif berarti dapat mempercepat pembentukan

intermediet yang terbentuk akibat interaksi antar reaktan. Selektif dapat diartikan memperbanyak hasil atau produk utama yang diinginkan dan memperkecil hasil samping dari suatu reaksi katalisis. Stabil berarti katalis tidak berubah sifat fisika dan kimianya setelah reaksi katalisis berakhir. Ekonomis berarti bahwa dengan menggunakan jumlah katalis yang sedikit, produk yang dihasilkan lebih baik daripada tidak menggunakan katalis sehingga menghemat biaya⁸.

2.1.1. Jenis Katalis

Secara umum katalis dapat dibagi kedalam 3 kelompok yaitu:

1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama. Katalis homogen berfasa cair atau gas, begitu pula dengan reaktan untuk reaksi homogen katalisis juga berfasa cair atau gas.

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Katalis heterogen memiliki fasa padat, sedangkan reaktan memiliki fasa cair atau gas.

3. Katalis Enzim

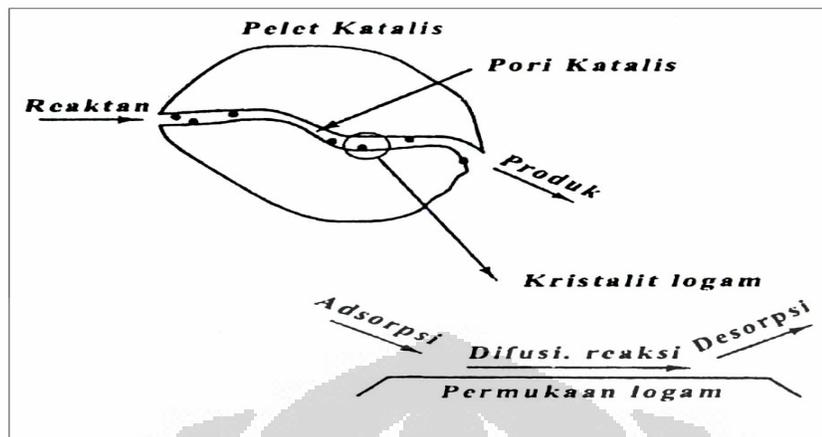
Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid, yang memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.

2.1.2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Kelebihan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen adalah proses pemisahannya dengan produk yang dihasilkan lebih mudah, diperlukan dalam jumlah yang lebih sedikit, korosi pada reaktor minimal, dan pada umumnya dapat diregenerasi untuk mendapatkan katalis yang hampir sama dengan katalis yang belum dipakai dalam reaksi katalisis³.

Pada proses katalis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) sebagai berikut⁸:

- a. Transport reaktan ke permukaan katalis.
- b. Interaksi antara reaktan dengan katalis (proses adsorpsi pada permukaan katalis).
- c. Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi menghasilkan produk.
- d. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
- e. Transport produk menjauhi katalis.



Gambar 2.2. Skema reaksi katalitik di dalam rongga katalis ⁷

Umumnya katalis heterogen tersusun atas komponen-komponen yang mendukung fungsi kerjanya yaitu pusat aktif yang merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat reaksi; penyangga yang merupakan tempat terdistribusinya inti aktif dan berfungsi untuk menaikkan luas permukaan pusat aktif dan menghasilkan kekuatan mekanik bahan katalis; dan bagian promotor yang berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas dan selektivitas katalis.

2.2. Alumina (Al_2O_3)

Alumina merupakan oksida aluminium dan mempunyai sifat sebagai insulator panas dan insulator listrik yang baik dan tahan terhadap temperatur tinggi sehingga sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis. Alumina mempunyai sifat yang keras, relatif stabil pada temperatur tinggi, struktur pori-pori yang besar, mudah dibentuk dan memiliki

titik leleh yang tinggi. Karakteristik ini menyebabkan alumina banyak digunakan sebagai adsorben, katalis, amplas, dan dalam bidang industri kimia lain.

Selain dipakai sebagai katalis, alumina juga dipakai sebagai zat padat pendukung. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fasa aktif katalis, dengan terjadinya dispersi pada permukaan pendukungnya. Luas permukaan padatan katalis yang sangat besar sangat diperlukan dalam reaksi katalitik. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis.

Alumina terdapat dalam dua bentuk, yaitu anhidrat dan terhidrat. Dalam bentuk hidrat (aluminium hidroksida), terdiri dari kandungan gugus hidroksida dan oksida hidroksida. Senyawa yang termasuk golongan alumina hidrat antara lain Gibbsite (α -aluminium trihidrat / α -Al(OH)₃), Bayerite (β -aluminium trihidrat / β -Al(OH)₃), dan Boehmite (α -aluminium oksida hidroksida / α -AlO(OH)), dan gel alumina. Sedangkan dalam bentuk anhidratnya, alumina terbagi menjadi dua, yaitu alumina stabil atau α -Al₂O₃ yang mempunyai struktur heksagonal dan alumina transisi disebut juga alumina metastabil, karena fasa alumina ini dapat diubah menjadi fasa α -Al₂O₃ dengan pemanasan lebih lanjut. Berdasarkan kisaran suhu pemanasannya, alumina transisi dibedakan menjadi 2, yaitu kelompok γ -Al₂O₃ (χ -, η -, dan γ -Al₂O₃) dan kelompok δ -Al₂O₃ (κ -, θ -, dan δ -Al₂O₃)

2.2.1. Keasaman Alumina

Pada dasarnya alumina bersifat amfoter, karena mengandung sisi asam dan basa dengan kekuatan yang berbeda, tergantung dari cara pembuatannya, sehingga sifat adsorpsinya pun berbeda-beda. Sisi-sisi permukaan ini dihasilkan dari dehidroksilasinya permukaan alumina oleh suhu tinggi⁹.

Sisi asam Lewis (sisi yang mampu menerima elektron) digambarkan sebagai koordinasi atom aluminium yang tidak lengkap dan terbentuk akibat dehidrasi pada suhu yang tinggi dan mengakibatkan terbentuknya anion oksigen pada permukaan aluminium sebagai sisi basa Lewisnya. Sisi asam Brønsted (sisi yang mendonorkan proton) pada alumina digambarkan sebagai ion Al^{3+} yang mengadsorpsi molekul H_2O sehingga keelektronegatifan sisi asam Lewis akan menurun karena pasangan elektron bebas oksigen dari molekul air akan disumbangkan ke sisi asam Lewisnya dan muatan negatif oksigen yang berada pada sisi basa menjadi lebih elektronegatif.

2.2.2. Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

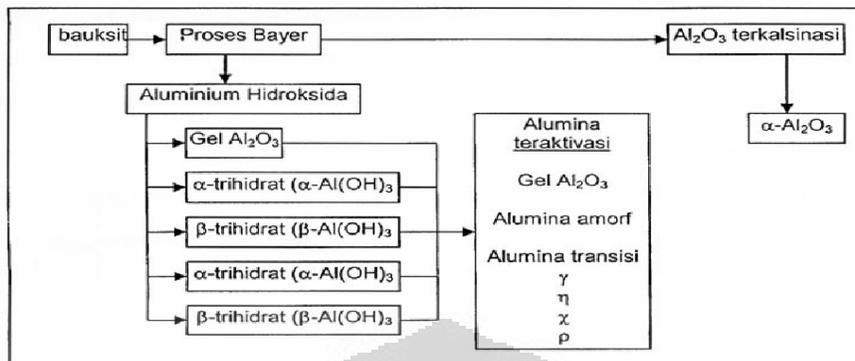
Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Gamma alumina banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben karena mempunyai luas permukaan yang besar

(150-300 m²/g), volume pori yang besar (0,51 cm³/g) dan diameter pori yang besar pula (3-12 nm). Selain itu γ -Al₂O₃ stabil dalam proses katalisis dan pada suhu tinggi, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya dan tidak mahal. Gamma alumina (γ -Al₂O₃) terbentuk melalui pemanasan Al(OH)₃ pada suhu 500-800°C. Pemanasan Al(OH)₃ menyebabkan Al(OH)₃ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.

2.2.3. Pembuatan Gamma Alumina (γ -Al₂O₃)

Pembuatan alumina biasanya melalui proses Bayer. Alumina di alam ditemukan dalam bentuk hidroksida tidak murni dan merupakan penyusun utama bauksit. Biasanya pemurnian yang dilakukan dengan menggunakan proses Bayer memiliki tingkat kemurnian alumina mencapai 99.5 %. Aluminium hidroksida merupakan titik awal dari berbagai bentuk alumina.

Pembuatan γ -Al₂O₃ dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung Al³⁺ seperti aluminium sulfat. Penambahan basa akan meningkatkan pH larutan dan menyebabkan terbentuk endapan Al(OH)₃. Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pH karena penambahan basa.



Gambar 2.3. Skema produk-produk proses Bayer

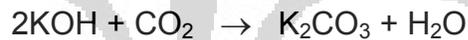
Pada rentang pH antara 3 - 7 endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite ($\text{AlO}(\text{OH})$) dan dengan pemanasan lebih lanjut akan membentuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ amorf. Jika endapan terbentuk pada pH 8 – 9 maka akan membentuk endapan gel dan kristal boehmite. Bila dilakukan *aging* pada temperatur 40°C maka akan terbentuk bayerite $\text{Al}(\text{OH})_3$. Gel bayerite bila disaring, dicuci, dan dikalsinasi akan menghasilkan $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$. Bayerite yang mengalami proses *aging* lebih lanjut pada temperatur yang lebih tinggi yaitu 80°C akan menghasilkan boehmite yang lebih kristalin. Setelah disaring, dicuci, dan dikalsinasi pada temperatur 500°C , boehmite ini akan membentuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

2.3. Kalium Karbonat (K_2CO_3)

Kalium karbonat dengan rumus molekul K_2CO_3 memiliki berat molekul sebesar 138,21 g/mol, titik leleh pada 891°C , densitas sebesar 2,29 g/cm³, dan kelarutan dalam air sebesar 112 g/100 mL pada suhu 20°C ¹⁰.

Kalium karbonat merupakan serbuk halus berwarna putih dan tidak berbau, larut dalam air (tidak larut dalam alkohol), yang membentuk larutan *alkaline* yang sangat kuat. Stabil pada temperatur dan tekanan normal. Kalium karbonat digunakan dalam pembuatan sabun dan kaca.

Saat ini kalium karbonat dibuat secara komersial melalui proses elektrolisis dari kalium klorida. Hasilnya berupa kalium hidroksida yang kemudian dikarbonasi menggunakan karbon dioksida untuk membentuk kalium karbonat, yang sering digunakan untuk membentuk senyawa kalium lainnya.



Senyawa ini tidak bersifat karsinogen, namun dapat menyebabkan iritasi jalur pernafasan, kulit, mata dan jalur gastrointestinal ¹¹.

2.4. Karakterisasi Katalis

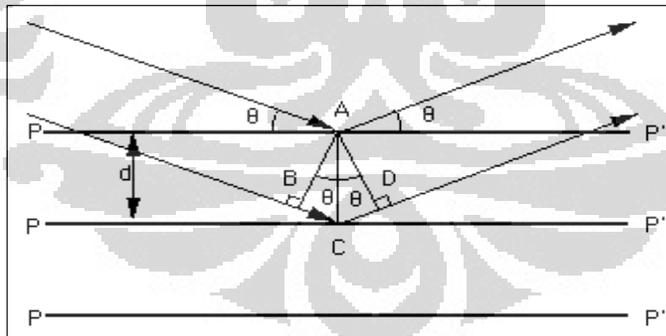
Karakterisasi katalis diperlukan untuk membandingkan struktur katalis yang dihasilkan melalui sintesis dengan struktur katalis standar.

2.4.1. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dari suatu padatan dengan cara hamburan

sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm, yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis⁵.

Bila seberkas sinar-X menumbuk permukaan bidang kristal Miller, maka sebagian sinar akan dihamburkan atau diteruskan ke lapisan bidang atom atau molekul lainnya. Sinar-X yang dihamburkan bersifat koheren dapat berinterferensi secara konstruktif atau destruktif. Interferensi konstruktif terjadi bila berkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa.



Gambar 2.4. Difraksi sinar-X pada suatu kristal

Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak $BC+CD$ sama dengan harga bilangan bulat (n) dari panjang gelombang radiasi.

Dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\boxed{BC+CD=n\lambda}, \text{ dimana } n=\text{orde difraksi}$$

Oleh karena $BC+CD=2d\sin\theta$, maka interferensi konstruktif pada sudut θ :

$$\boxed{n\lambda=2d\sin\theta} \quad (\text{persamaan Bragg})$$

keterangan: d =jarak antara kristal

θ =sudut difraksi

λ =panjang gelombang sinar-X.

Sinar-X akan dipantulkan jika sudut pandang sinar-X sama dengan

$$\boxed{2\theta = \frac{n\lambda}{2d}}$$

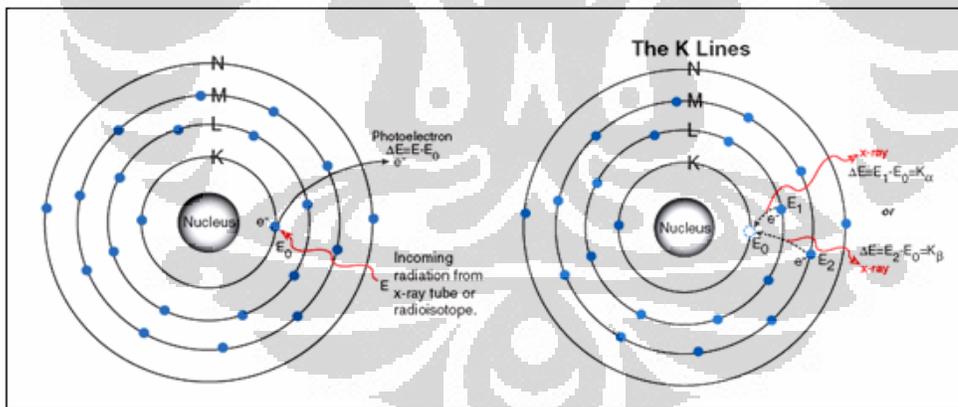
Jika sudut(θ) sinar datang tidak memenuhi persamaan di atas maka akan mengalami interferensi destruktif. Dengan mengetahui data nilai d , sudut(2θ) dan intensitasnya maka dapat diketahui senyawa dan struktur kristal dari sampel dengan membandingkan data tersebut dengan data standar.

2.4.2. Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF)

Analisis perpendaran sinar-X merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk menentukan jenis unsur (analisa kualitatif) dan kadar unsur (analisa kuantitatif) yang dikandung dalam suatu bahan. Analisis dengan metode ini dapat dilakukan dengan cepat dan sampelnya non-destruktif. Analisis menggunakan sinar-X dilakukan berdasarkan identifikasi

dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi sebagai akibat dari peristiwa efek fotolistrik.

Prinsip dasar metode ini adalah sifat unik dari spektrum energi radiasi yang dipancarkan oleh suatu bahan. Apabila bahan yang akan diteliti bukan merupakan pemancar radiasi (bukan bahan radioaktif) maka bahan tersebut harus dieksitasi dengan pemancaran radiasi, misalnya dengan radiasi gamma, sehingga bahan tersebut akan memancarkan sinar-X karakteristik. Radiasi yang ditembakkan ke bahan yang dianalisis akan mengeksitasi elektron didalam bahan tersebut ke orbit yang lebih tinggi. Ketika elektron tersebut kembali ke orbit semula akan dipancarkan radiasi sinar-X karakteristik, yang mempunyai tingkat energi tertentu tergantung pada jenis unsurnya dan jenis transisinya (orbit asal dan orbit tujuan).



Gambar 2.5. Proses terbentuknya sinar-X karakteristik

Nilai energi sinar-X karakteristik biasanya dinyatakan dengan simbol $K\alpha_1$, $K\alpha_2$, dan $K\beta$. $K\alpha_1$ merupakan hasil transisi dari orbit L sub kulit 2 ke orbit K, $K\alpha_2$ merupakan hasil transisi dari orbit L sub kulit 3 ke orbit K,

sedangkan $K\beta$ merupakan hasil transisi dari orbit M ke orbit K. Tingkat energi $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$ sangat dekat sehingga dalam pengukuran kedua jenis radiasi ini tidak dapat dibedakan ¹².

2.5. Minyak

Minyak adalah istilah umum untuk semua cairan organik yang tidak larut/bercampur dalam air. Minyak didefinisikan sebagai lipid yang pada temperatur ruang berwujud cair. Minyak dapat diperoleh dari hewan, yang disebut minyak hewani dan tumbuhan, yang disebut minyak nabati. Minyak adalah lipid yang relatif banyak mengandung asam lemak jenuh baik tunggal maupun poli tidak jenuh. Selain sebagai bahan pangan, minyak juga berfungsi sebagai bahan pembuat sabun, bahan pelumas, obat-obatan, dan bahan pengkilap cat ¹³.

2.5.1. Asam Lemak

Asam lemak tidak lain adalah asam alkenoat atau asam karboksilat berderajat tinggi (rantai C lebih dari 6). Karena berguna dalam mengenal ciri-cirinya, asam lemak dibedakan menjadi asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Asam lemak jenuh hanya memiliki ikatan tunggal di antara atom-atom karbon penyusunnya, sementara asam lemak tak jenuh memiliki paling sedikit satu ikatan ganda di antara atom-atom karbon penyusunnya ¹¹.

Asam lemak merupakan asam lemah, dan dalam air terdisosiasi sebagian. Umumnya berfasa cair atau padat pada suhu ruang (27° C). Semakin panjang rantai C penyusunnya, semakin mudah membeku dan juga semakin sukar larut. Asam lemak jenuh bersifat lebih stabil (tidak mudah bereaksi) daripada asam lemak tak jenuh. Ikatan ganda pada asam lemak tak jenuh mudah bereaksi dengan oksigen (mudah teroksidasi). Karena itu, dikenal istilah bilangan oksidasi bagi asam lemak.

Keberadaan ikatan ganda pada asam lemak tak jenuh menjadikannya memiliki dua bentuk: *cis* dan *trans*. Semua asam lemak nabati alami hanya memiliki bentuk *cis*. Asam lemak bentuk *trans* hanya diproduksi oleh sisa metabolisme hewan atau dibuat secara sintetis. Akibat polarisasi atom H, asam lemak *cis* memiliki rantai yang melengkung. Asam lemak *trans* karena atom H-nya berseberangan tidak mengalami efek polarisasi yang kuat dan rantainya tetap relatif lurus.

2.5.2. Trigliserida

Trigliserida atau triasilgliserol secara alami terdapat pada hewan dan tumbuhan, dan merupakan komponen utama dari minyak dan lemak alami. Rumus kimia trigliserida adalah $\text{CH}_2\text{COOR}-\text{CHCOOR}'-\text{CH}_2-\text{COOR}''$, dimana R, R' dan R'' masing-masing adalah sebuah rantai alkil yang panjang. Ketiga asam lemak RCOOH, R'COOH dan R''COOH bisa jadi semuanya sama, semuanya berbeda ataupun hanya dua diantaranya yang sama¹¹.

Panjang rantai asam lemak pada trigliserida yang terdapat secara alami dapat bervariasi, namun panjang yang paling umum adalah 16, 18, atau 20 atom karbon. Asam lemak alami yang ditemukan pada tumbuhan dan hewan biasanya terdiri dari jumlah atom karbon yang genap disebabkan cara asam lemak dibiosintesis dari asetil KoA. Sekalipun begitu, bakteri memiliki kemampuan untuk menyintesis asam lemak dengan atom karbon ganjil ataupun rantai bercabang. Oleh sebab itu, hewan memamah biak biasanya memiliki asam lemak berkarbon ganjil, misalnya 15, karena aksi bakteri didalam rumennya¹³.

2.6. Jarak Pagar

2.6.1. Taksonomi Tanaman Jarak Pagar

Sinonim : *Curcas purgans Medik.*

Klasifikasi

Divisi : Spermatophyta Suku : Euphorbiaceae

Sub divisi : Angiospermae Marga : Jatropha

Kelas : Dicotyledónea Jenis : *Jatropha curcas L.*

Bangsa : Euphorbiales

Nama Umum/dagang: Jarak kosta

Deskripsi:

Habitus : Semak, tahunan, tinggi 1,5-5 m.

Batang : Berkayu, bulat, bercabang, bergetah, putih kotor

- Daun : Daun tunggal, berwarna hijau kecoklatan.
- Akar : Tunggang, putih kotor.
- Bunga : Majemuk, kelopak terdiri dari lima daun kelopak, benang sari mengelompok, kepala putik melengkung keluar. Bunganya uniseksual.
- Buah : Kotak, panjang 2-3 cm, hijau.
- Biji : Bulat telur, coklat kehitaman.
- Kandungan kimia : Daun dan batang *Jatropha curcas* mengandung safonin, flavonoida dan polifenol, sedangkan daunnya juga mengandung tanin¹⁴.



Gambar 2.6. Tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas* L.)

2.6.2. Minyak Jarak Pagar

Minyak jarak adalah minyak nabati yang diperoleh dengan mengepres biji tanaman jarak. Kandungan tokoferol relatif kecil (0,05%) dan kandungan asam lemak esensial yang sangat rendah menyebabkan minyak

jarak berbeda dengan minyak nabati lainnya. Selain itu, minyak jarak juga mempunyai sifat sangat beracun, sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak makan dan bahan pangan.

Minyak jarak mengandung racun yang cukup kuat. Racun tersebut terdapat dalam bentuk risin, yaitu suatu protein yang bersifat racun dan risinin yang merupakan alkaloid yang bersifat racun. Di Indonesia, saat ini minyak jarak banyak ditanam di daerah Nusa Tenggara untuk bahan baku pembuatan metil ester (biodiesel) yang ramah lingkungan sebagai pengganti solar³.

Tabel 2.1. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Jarak

Asam Lemak	Jumlah
Asam ricinoleat ($C_{18}H_{34}O_3$)	85-95%
Asam oleat ($C_{18}H_{34}O_2$)	2-6%
Asam linoleat ($C_{18}H_{32}O_2$)	1-5%
Asam linolenat ($C_{18}H_{30}O_2$)	0,5-1%
Asam stearat ($C_{18}H_{36}O_2$)	0,5-1%
Asam palmitat ($C_{16}H_{32}O_2$)	0,5-1%
Dihidroksilasetat	0,3-0,5%
Lain-lain	0,2-0,5%

Minyak jarak dan turunannya digunakan dalam industri cat, pelumas, tinta cetak, *oil cloth*, dan sebagai bahan baku dalam industri – industri plastik dan nilon. Dalam jumlah kecil minyak jarak digunakan untuk pembuatan kosmetik, semir, dan lilin¹¹.

2.7. Karakterisasi Minyak Jarak

Karakterisasi minyak jarak dilakukan dengan menghitung angka asam dan angka penyabunan.

2.7.1. Angka Asam

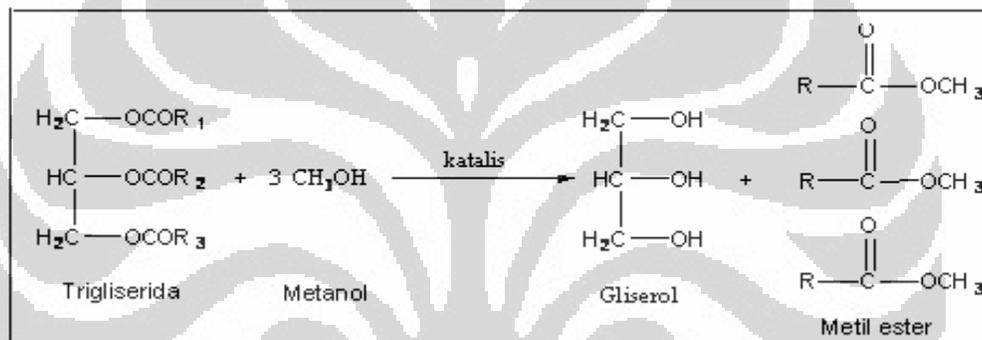
Angka asam adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 g trigliserida. Jika suatu sampel minyak ditambahkan KOH, maka KOH tersebut akan bereaksi dengan asam lemak bebas dalam minyak membentuk garam dari asam lemak bebasnya dan air.

2.7.2. Angka Penyabunan

Angka penyabunan adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak dari hasil hidrolisis sempurna satu gram minyak atau lemak. Apabila sejumlah minyak atau lemak disabunkan dengan larutan KOH berlebih dalam alkohol, maka akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak. KOH yang tersisa dititrasi dengan menggunakan asam, sehingga KOH yang bereaksi akan dapat diketahui.

2.8. Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol

Reaksi transesterifikasi dikenal juga dengan sebutan reaksi alkoholisis. Hal ini disebabkan pada transesterifikasi direaksikan suatu ester, dalam hal ini trigliserida dalam minyak jarak, dengan alkohol membentuk alkil ester. Alkohol yang biasanya digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah metanol. Secara umum, reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol adalah sebagai berikut:



Gambar 2.7. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester dan gliserol

Tujuan dari reaksi transesterifikasi minyak dalam pembuatan biodiesel adalah menghilangkan secara seutuhnya kandungan trigliserida, menurunkan titik didih, titik nyala, titik beku, dan juga viskositas dari minyak yang direaksikan. Hal ini dilakukan agar metil ester yang dihasilkan dapat digunakan sebagai biodiesel pada mesin diesel tanpa merubah atau merusak mesin diesel.

Transesterifikasi berkatalis basa umum digunakan pada proses produksi biodiesel secara komersial. Metode ini dapat mencapai 98%

konversi dengan waktu reaksi yang minimum². Sedangkan metode transesterifikasi berkatalis asam memerlukan waktu reaksi yang lebih lama.

2.9. Analisa Hasil Reaksi Transesterifikasi

Analisa hasil reaksi transesterifikasi dilakukan dengan menentukan angka asam dan angka penyabunan dari metil ester yang terbentuk, serta dengan menggunakan GC-MS. Tujuannya adalah untuk mengetahui senyawa apa saja yang terbentuk serta dengan membandingkan nilai angka asam dan angka penyabunan dari minyak (reaktan) dan metil ester (produk) yang dihasilkan. Reaksi transesterifikasi dapat menurunkan nilai angka asam dan angka penyabunan dari minyak yang direaksikan.

2.9.1. Gas Chromatography – Mass Spectroscopy (GC-MS)

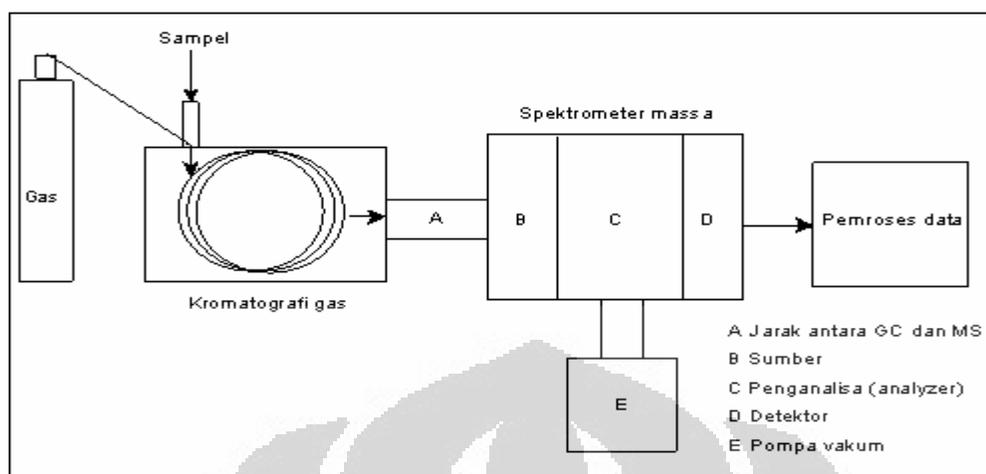
Gas Chromatography – Mass Spectroscopy (GC-MS) adalah dua metode analisis yang dihubungkan untuk dikombinasikan menjadi metode analisa campuran senyawa kimia. Dengan menggabungkan dua metode ini, maka dapat dihitung senyawa apa saja yang terkandung dalam suatu campuran, baik secara kualitatif maupun secara kuantitatif.

Kromatografi gas secara umum digunakan untuk memisahkan campuran kimia menjadi masing-masing komponennya. Dasar pemisahannya adalah pendistribusian sampel di antara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Kromatografi gas menggunakan fasa gerak berupa gas dan fasa

diamnya dapat berupa padatan atau cairan. Fase gerak inilah yang membawa campuran untuk dipisahkan masing-masing komponennya. Senyawa – senyawa yang ada dalam campuran dapat dipisahkan karena adanya interaksi selektif antara fasa diam dengan senyawa - senyawa tersebut.

Pada spektroskopi massa terjadi beberapa proses, yaitu ionisasi, asselerasi, defleksi, dan deteksi. Spektroskopi massa selalu bekerja menggunakan ion positif. Setelah atom diionisasi menghasilkan ion-ion positif, lalu ion tersebut dipercepat sehingga memiliki energi kinetik yang sama. Selanjutnya ion akan didefleksikan oleh medan magnet berdasarkan massanya. Semakin kecil muatan ion tersebut maka makin besar defleksinya. Setelah didefleksikan, maka ion beam akan melewati mesin dan dideteksi secara elektrik.

Apabila spektrometer massa ini dihubungkan dengan instrumen kromatografi gas, maka setelah masing-masing senyawa dalam campuran sampel telah terpisah dalam kolom GC, selanjutnya akan memasuki detektor ionisasi elektron. Disini, senyawa akan ditumbukkan dengan elektron yang menyebabkan senyawa – senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen – fragmennya. Massa dari fragmen - fragmen dibagi muatan disebut M/Z . Karena kebanyakan fragmen mempunyai muatan +1, maka nilai M/Z menggambarkan massa relatif dari fragmen molekul¹¹.



Gambar 2.8. skema peralatan GC-MS

Spektrometer massa merupakan detektor yang umum untuk kromatografi gas, dimana sampel yang dilewatkan melalui kromatografi gas diubah menjadi bentuk ionnya pada spektrometer massa. Kromatografi gas merupakan teknik pemisahan yang ideal sedangkan spektrometer massa merupakan teknik identifikasi sampel yang baik.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

- | | |
|-----------------------|------------------------|
| 1. Peralatan Gelas | 9. Kertas pH indikator |
| 2. Timbangan Analitis | 10. Labu bulat |
| 3. Pengering Buchner | 11. Kondensor |
| 4. Kertas Saring | 12. Termometer |
| 5. Oven | 13. Buret |
| 6. Botol vial | 14. Instrumen XRF |
| 7. Hot plate + stirer | 15. Instrumen XRD |
| 8. Botol propilen | 16. Instrumen GC-MS |

3.1.2. Bahan

- | | |
|--|---|
| 1. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ | 7. KOH |
| 2. Larutan NH_4OH | 8. Kalium karbonat (K_2CO_3) |
| 3. Larutan Etanol 96% | 9. Minyak jarak |
| 4. Indikator fenolftalein | 10. HCl |
| 5. Metanol pa | 11. Natrium karbonat (Na_2CO_3) |
| 6. Aquademin | 12. KHP |

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1. Preparasi Larutan untuk Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ disiapkan dengan melarutkan padatan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ dalam aquademin sampai larut sempurna untuk pembuatan katalis padatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Selanjutnya disiapkan larutan NH_4OH 6,4 M dengan cara mengencerkan 120 mL NH_4OH 25% dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2. Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Pembuatan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ didahului dengan proses pembuatan boehmite dari aluminium hidroksida. Langkah awal yang dilakukan adalah melarutkan padatan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ sampai larut sempurna. Selanjutnya larutan ini dititrasi dengan larutan NH_4OH 6,4 M sambil dilakukan pengadukan berkecepatan konstan menggunakan *magnetic stirrer* sampai pH campuran mencapai kisaran pH 8-9. Kontrol pH dilakukan dengan menggunakan pH meter.

Selanjutnya campuran *diaging* secara hidrotermal menggunakan botol polipropilen dalam penangas air selama 24 jam pada temperatur 40 °C dan dilanjutkan lagi selama 96 jam pada temperatur 80 °C. Kemudian Endapan yang terbentuk dicuci dan dinetralkan dengan aquademin, lalu dibentuk pellet dan dikeringkan pada temperatur 120 °C selama 24 jam, dan

dikalsinasi pada temperatur 550 °C selama 24 jam dengan kenaikan temperatur yang lambat.

3.2.3. Pencampuran γ -Al₂O₃ dengan K₂CO₃

Pencampuran kristal γ -Al₂O₃ dengan kalium karbonat (K₂CO₃) dilakukan dalam beberapa variasi berat, yaitu pencampuran 10%, 15% dan 20% berat kristal γ -Al₂O₃. Pencampuran dengan 10% berat γ -Al₂O₃ dilakukan dengan mengambil 4 g γ -Al₂O₃ yang telah digerus halus dan dicampurkan dengan kalium karbonat (K₂CO₃) yang telah digerus halus juga sebanyak 10% dari berat γ -Al₂O₃ yang dicampurkan. Setelah itu campuran γ -Al₂O₃ dan kalium karbonat dibuat pasta dengan menambahkan sedikit aquademin, lalu dibuat pellet dan dikalsinasi pada temperatur 550 °C selama 5 jam dalam kondisi vakum. Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk pencampuran K₂CO₃ sebanyak 15% dan 20% dari berat γ -Al₂O₃. Kemudian katalis tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan XRD.

3.2.4. Karakterisasi Minyak Jarak

3.2.4.1. Penentuan Angka Asam

Penentuan angka asam dilakukan dengan melarutkan 0,1 g minyak dengan 25 mL etanol 96% didalam erlenmeyer, kemudian menambahkan indikator fenolftalein 1%, lalu menititrasi campuran tersebut dengan larutan

KOH 0,1 N sampai warna merah muda tidak hilang dalam beberapa detik, kemudian menghitung jumlah mg KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 g minyak. Selanjutnya melakukan titrasi terhadap blanko.

3.2.4.2. Penentuan Angka Penyabunan

Penentuan angka penyabunan dilakukan dengan memasukkan 0,1 g minyak kedalam labu bulat kemudian ditambahkan 12,5 mL KOH-alkoholis 0,5 N. Labu bulat yang digunakan dihubungkan dengan pendingin balik (kondensor) kemudian dipanaskan dengan hati-hati sampai tersabunkan dengan sempurna, yaitu jika butiran minyak tidak terlihat lagi selama 30 menit. Setelah dingin, larutan ditambahkan indikator fenolftalein 1% lalu dititrasi dengan HCl 0,5 N sampai warna merah muda menghilang. Pada penentuan angka penyabunan ini dilakukan juga titrasi blanko sebagai pembandingan.

3.2.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan mencampurkan 20 g minyak jarak dan metanol ke dalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer. Perbandingan mol trigliserida dan mol metanol adalah 1 : 4,5. Pencampuran metanol awal adalah 80% dari perbandingan tersebut. Campuran dipanaskan dalam penangas air pada

temperatur $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ lalu diaduk dengan kecepatan konstan, setelah cukup larut, katalis dimasukkan ke dalam campuran dengan massa katalis sebesar 2 % dari massa minyak. Reaksi dilangsungkan dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 5 jam. Setelah reaksi berlangsung selama waktu yang telah ditentukan, metil ester yang dihasilkan dipisahkan dari produk sampingnya, yaitu gliserol dengan menggunakan corong pisah.

Metil ester yang telah dipisahkan dari gliserol lalu ditambahkan 20% metanol sisa (dari perbandingan mol minyak : mol metanol 1:4,5), kemudian direaksikan kembali selama 1 jam dengan mengambil hasil reaksi sebanyak $\pm 3\text{ mL}$ setiap 15 menit. Metil ester yang dihasilkan dipisahkan kembali dari gliserol dan katalisnya. Kemudian, metil ester yang telah dipisahkan dikarakterisasi menggunakan Instrumen *Gas Chromatography - Mass Spectroscopy* (GC-MS), dan dianalisis secara kuantitatif dengan menghitung angka asamnya.

Persen konversi pada penelitian ini dihitung dari penurunan angka asam sampel sebelum dan sesudah reaksi transesterifikasi.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibuat dengan melarutkan padatan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ sampai larut sempurna. Jika padatan belum larut sempurna, maka dapat dilakukan pemanasan untuk menambah kelarutannya. Dalam proses pelarutan ini, reaksi yang terjadi adalah



Larutan aluminium sulfat yang terbentuk kemudian ditambahkan dengan larutan amonium hidroksida (NH_4OH) tetes demi tetes dan dilakukan sampai pH larutan berada pada kisaran pH 8-9. Tujuan penambahan amonium hidroksida ini adalah agar didapatkan sol aluminium hidroksida $\text{Al}(\text{OH})_3$ dari hasil reaksi kedua reaktan tersebut, karena aluminium hidroksida merupakan titik awal dari berbagai bentuk alumina.



Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pH karena penambahan basa. Oleh karena yang diinginkan adalah pembentukan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang berasal dari boehmite, maka kontrol pH dilakukan pada kisaran pH 8-9, karena pada kisaran pH ini akan terbentuk endapan gel berwarna putih dari kristal boehmite.

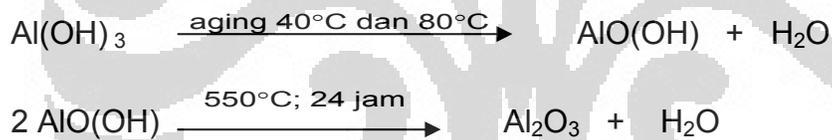
Selanjutnya gel aluminium hidroksida yang terbentuk dipanaskan secara hidrotermal (*diaging*) dalam botol polipropilen pada temperatur 40 °C selama 24 jam dan dilanjutkan lagi pada temperatur 80 °C selama 96 jam. Proses aging yang dilakukan pada temperatur 40 °C akan menghasilkan bentuk β -aluminium trihidroksida (β -Al(OH)₃) atau bayerit dan pada temperatur aging 80 °C bayerit akan berubah menjadi α -aluminium oksida hidroksida (α -AlO(OH)) atau boehmite⁵. Boehmite ini merupakan alumina hidrat dan masih berbentuk amorf. Boehmite dalam bentuk amorf masih mengandung hidrogen dalam jumlah relatif besar yang bisa dalam bentuk H₂O, hidroksida atau proton. Bentuk amorf ini kurang baik untuk menghasilkan alumina khususnya gamma alumina. Oleh karena itu selanjutnya dilakukan proses pengeringan dan kalsinasi.

Endapan boehmite yang didapatkan dari proses *aging* masih mengandung sisa-sisa reagen yaitu berupa ion-ion kationik (seperti NH₄⁺) maupun ion-ion anionik (seperti SO₄²⁻, OH⁻) sehingga diperlukan perlakuan pencucian dengan aquademin sampai dicapai pH netral. Selanjutnya endapan dibentuk pellet dengan tujuan agar pemisahan antara katalis dan reaktan nantinya dapat dilakukan lebih mudah, jika dibandingkan dengan bentuk serbuk.

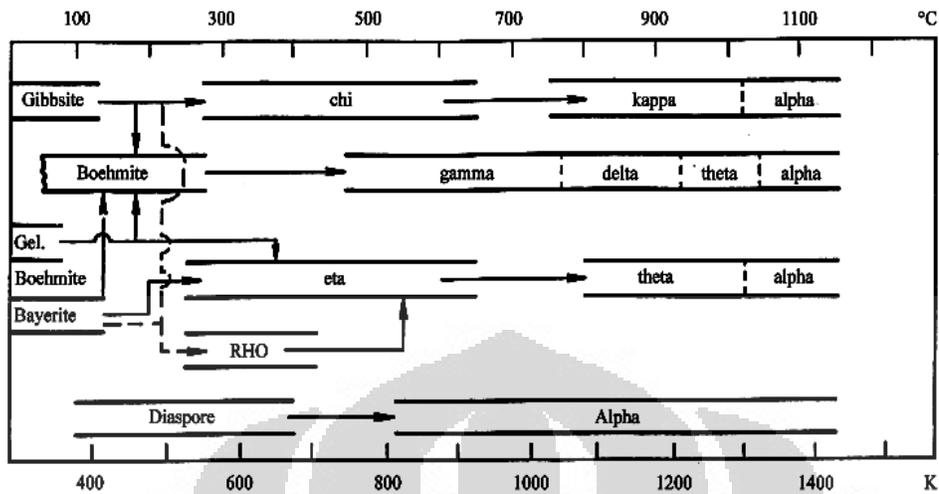
Seperti yang telah dijelaskan diatas, bahwa setelah proses *aging*, dilanjutkan lagi dengan proses pengeringan. Proses pengeringan dilakukan pada temperatur 120 °C dengan tujuan untuk menguapkan air yang masih

terdapat pada boehmite. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi pada temperatur $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ untuk memperoleh oksida logam ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan menghilangkan molekul air yang terdapat dalam struktur padatan dan untuk meningkatkan kekuatan fisik pellet katalis sehingga dihasilkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang lebih kristalin dan berwarna putih. Kalsinasi dapat diartikan sebagai proses pemberian panas (*thermal treatment*) terhadap suatu material padatan untuk terjadinya dekomposisi termal, transisi fasa atau penghilangan fraksi-fraksi yang volatil. Kalsinasi ini biasanya dilakukan dibawah titik leleh produk yang diinginkan.

Secara keseluruhan, proses pembuatan katalis ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dapat dituliskan, sebagai berikut:



Pada proses kalsinasi boehmite, besarnya temperatur yang diberikan sangat mempengaruhi jenis produk alumina yang akan dihasilkan. Dimana untuk menghasilkan produk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam penelitian kali ini diperlukan temperatur kalsinasi sekitar $550\text{ }^{\circ}\text{C}$, jika dilakukan peningkatan temperatur lebih lanjut maka akan dihasilkan delta ($\pm 850\text{ }^{\circ}\text{C}$), theta ($\pm 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$) dan kemudian alpha ($\pm 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$)-alumina.



Gambar 4.1 Urutan transformasi termal dari aluminium hidroksida ¹⁵.

4.2. Pencampuran $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan K_2CO_3

Pada penelitian sebelumnya, Calvin Hura mencampurkan antara $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan K_2CO_3 menggunakan metanol:air=1:3, dan melakukan kalsinasi pada suhu 550°C tanpa vakum, sehingga kemungkinan belum terjadi dekomposisi termal K_2CO_3 membentuk K_2O . Pada penelitian ini dilakukan reaksi antara padatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan padatan K_2CO_3 dengan kalsinasi dalam kondisi vakum untuk mendapatkan sisi aktif basa yang cukup baik, sehingga diharapkan didapatkan persen konversi yang lebih baik dari penelitian sebelumnya.

Tujuan pencampuran K_2CO_3 dengan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah untuk mengubah sifat $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari katalis asam menjadi katalis basa dengan sisi aktif basa pada permukaan katalisnya. Sisi Aluminium yang merupakan sisi

asam akan mengikat kalium yang berasal dari K_2CO_3 sehingga sisi asamnya berkurang dan katalisnya bersifat basa.

Pada pencampuran ini, setelah didapatkan $\gamma-Al_2O_3$, selanjutnya $\gamma-Al_2O_3$ tersebut digerus halus dan dicampurkan dengan kalium karbonat yang juga telah digerus halus. Tujuan penggerusan ini adalah agar proses pencampuran dapat terjadi secara homogen. Penambahan berat K_2CO_3 divariasikan sebesar 10%, 15%, dan 20% dari berat $\gamma-Al_2O_3$ yang dicampurkan. Setelah itu campuran dibuat pasta dengan menambahkan sedikit aquademin.

Setelah dibuat pasta, campuran kemudian dibuat pellet dan dilakukan kalsinasi ulang pada suhu $550^\circ C$ dalam kondisi vakum agar didapatkan kebasaaan katalis yang cukup baik, karena pada kondisi ini terjadi dekomposisi termal dari K_2CO_3 membentuk sisi basa yang aktif bagi katalis. Reaksi yang terjadi adalah:



Diketahui bahwa K_2CO_3 murni terdekomposisi pada suhu $890^\circ C$, akan tetapi, karena kalsinasi dilakukan dalam kondisi vakum, maka diperkirakan kalium karbonat telah mengalami dekomposisi termal, membentuk sisi aktif basa, yaitu K_2O , meskipun kalsinasi dilakukan pada suhu $550^\circ C$.

Menurut Pinna (1998)¹⁶ kalsinasi mempunyai tujuan dekomposisi prekursor logam dengan pembentukan oksida dan untuk menghilangkan

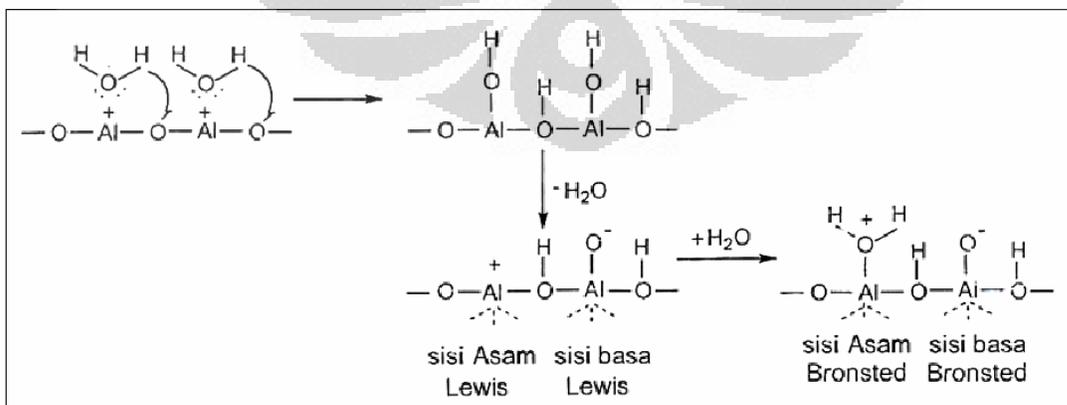
produk-produk gas (CO_2 , H_2O) dan kation maupun anion yang telah ditambahkan sebelumnya. Selain dekomposisi, selama kalsinasi terjadi pula:

- ❖ Sintering prekursor atau pembentukkan oksida
- ❖ Reaksi oksida dengan penyangga

Dalam pencampuran ini, yang terbentuk pada proses kalsinasi adalah pembentukan oksida kalium (K_2O).

Pada struktur gamma alumina terdapat sisi basa dan sisi asam.

Sisi asam Lewis (sisi yang mampu menerima elektron) digambarkan sebagai koordinasi atom aluminium yang tidak lengkap dan terbentuk akibat dehidrasi pada suhu yang tinggi dan mengakibatkan terbentuknya anion oksigen pada permukaan aluminium sebagai sisi basa Lewisnya. Sisi asam Brønsted (sisi yang mendonorkan proton) pada alumina digambarkan sebagai ion Al^{3+} yang mengadsorpsi molekul H_2O sehingga keelektronegatifan sisi asam Lewis akan menurun karena pasangan elektron bebas oksigen dari molekul air akan disumbangkan ke sisi asam Lewisnya dan muatan negatif oksigen yang berada pada sisi basa menjadi lebih elektronegatif.



Gambar 4.2. Sisi basa dan sisi asam alumina

Menurut *Stork* dan *Pott*⁷, pada permukaan alumina yang dipenuhi oleh gugus hidroksil, ion K^+ menggantikan proton pada gugus hidroksil membentuk gugus O-K. Kalium karbonat bereaksi kuat dengan gugus hidroksil permukaan dan membentuk Al-O-K pada alumina dengan cara menetralkan sisi asam alumina dan menggantikan gugus hidroksil. Gugus ini merupakan spesi sisi aktif pada katalis. Jadi dapat dikatakan bahwa kerapatan gugus hidroksil pada permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berbanding lurus dengan aktifitas yang maksimum, karena semakin banyaknya proton pada gugus hidroksil yang dapat digantikan oleh ion K^+ .

Jadi berdasarkan keterangan diatas dapat disimpulkan bahwa ada dua kemungkinan sisi basa aktif yang terbentuk selama proses preparasi katalis, yaitu pembentukan oksida K_2O dan pembentukan ikatan Al-O-K pada permukaan katalis karena adanya interaksi antara garam dengan pendukung katalis (*salt-support interaction*)¹⁷.

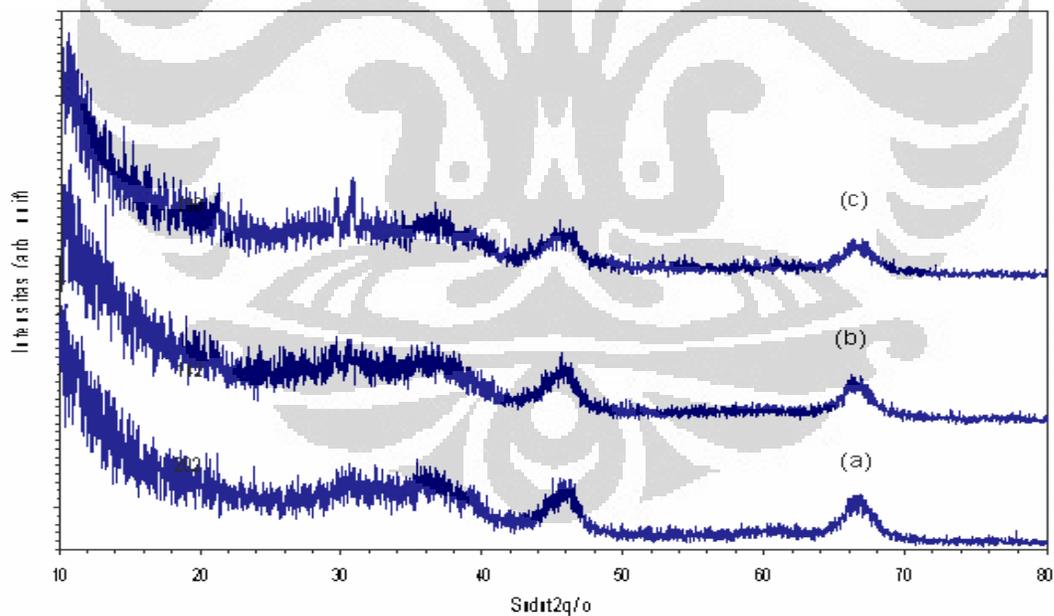
4.3. Karakterisasi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

4.3.1 Analisa Difraksi Sinar-X (XRD)

Katalis $K_2CO_3/\gamma\text{-Al}_2O_3$ yang telah dikalsinasi dalam kondisi vakum, dikarakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X, untuk melihat tingkat keberhasilan dalam mensintesis katalis $K_2CO_3/\gamma\text{-Al}_2O_3$. Prinsip kerja dari alat XRD ini adalah seberkas sinar-X dilewatkan ke permukaan sampel

yang berupa serbuk halus. Selanjutnya sinar ini sebagian akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.

Pada pengukuran kali ini digunakan instrumen XRD Philips PW 2213/20, dengan kisaran sudut difraksi (2θ) dari $10 - 80^\circ$. Data yang diperoleh dari pengukuran menggunakan difraktogram sinar-X ini adalah nilai sudut difraksi (2θ), jarak bidang kristal (d), dan intensitas. Selanjutnya data yang diperoleh ini, yang merupakan data katalis hasil sintesis dibandingkan dengan data standar dari literatur.



Gambar 4.3. Difraktogram XRD dari (a) 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, (b) 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, (c) 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Data standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan K_2CO_3 yang diperoleh dari literatur adalah sebagai berikut:

Tabel 4.1. Data difraksi sinar-X standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan K_2CO_3

Puncak	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$		K_2CO_3	
	2 θ (deg)	Intensitas relatif (%)	2 θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	37,4400	62,00	21,0360	18,00
2	46,1970	78,00	28,5640	25,00
3	67,3120	100,00	30,3310	45,00

Sedangkan data hasil sintesis katalis $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah sebagai berikut:

Tabel 4.2. Data difraksi sinar-X katalis $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sintesis

Puncak	10% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$		15% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$		20% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	
	2 θ (deg)	Intensitas relatif (%)	2 θ (deg)	Intensitas relatif (%)	2 θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	36,5087	53,28	30,2429	47,66	21,1687	26,70
2	46,185	73,47	37,4519	56,32	29,5632	70,83
3	66,4516	100,00	45,7584	82,99	30,6621	100,00
4			60,4335	14,73	37,1183	63,21
5			66,2383	100,00	39,2698	42,47
6					45,2106	62,15
7					46,314	60,39
8					58,4749	20,21
9					66,3083	91,58

Dari data diatas, dapat dilihat bahwa pada katalis dengan penambahan 10% K_2CO_3 , hanya ditemukan puncak difraksi pada $2\theta = 36,5087, 46,185, \text{ dan } 66,4516$ yang mengacu pada data 2θ dari $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

standar, dan tidak ditemukan puncak-puncak lainnya yang mengacu pada adanya K_2CO_3 ataupun adanya pembentukan K_2O . Hal ini mungkin disebabkan karena semua K_2CO_3 yang ditambahkan telah terdispersi dengan baik pada alumina dalam pembentukan monolayer dari interaksi antara K_2CO_3 dengan permukaan alumina.

Pada katalis dengan penambahan 15% K_2CO_3 sudah mulai ditemukan puncak-puncak lain selain dari puncak alumina. Puncak pada $2\theta = 30,2429$ menunjukkan adanya K_2CO_3 pada katalis. Seiring dengan penambahan K_2CO_3 yang lebih besar yaitu 20% berat, selain puncak standar alumina ditemukan pula banyak puncak lainnya. Puncak yang ditemukan merupakan puncak dari K_2CO_3 pada $2\theta = 21,1687$ dan diperkirakan juga adanya puncak dari K_2O pada $2\theta = 39,2698$.

Jika dilihat dari difraktogram ketiga katalis diatas, karakteristik puncak dari alumina yaitu pada $2\theta = 37,603, 45,862, \text{ dan } 67,032$ sebagian besar tidak berubah pada difraktogram XRD, meskipun semakin banyak K_2CO_3 yang ditambahkan. Hal ini menandakan bahwa meskipun K_2CO_3 berada dalam bentuk kristalnya, pada penambahan K_2CO_3 yang lebih banyak alumina tetap menjaga strukturnya terhadap penambahan K_2CO_3 dan temperatur kalsinasi pada $550^\circ C$, menghasilkan luas permukaan yang tinggi dari katalis yang sangat penting dalam proses katalisis¹⁷.

Dari data XRD diatas, ditemukan adanya kemiripan antara besarnya sudut difraksi dari ketiga katalis dengan besarnya sudut difraksi

γ -Al₂O₃ standar, sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa γ -Al₂O₃ telah berhasil disintesis.

4.3.2. Analisa Perpendaran Sinar-X (XRF)

Analisis Perpendaran Sinar-X pada penelitian ini digunakan untuk menentukan seberapa banyak kandungan unsur kalium yang telah berhasil dimasukkan kedalam pori-pori alumina sebagai pendukung katalis. Pengukuran dengan alat XRF didasarkan pada energi emisi yang dihasilkan dari pengisian kekosongan elektron yang berasal dari elektron luar. Oleh karena besarnya nilai emisi ini khas untuk atom tertentu maka dapat digunakan untuk analisis¹².

Tabel 4.3. Data XRF katalis hasil sintesis

No	10% K ₂ CO ₃ /γ-Al ₂ O ₃		15% K ₂ CO ₃ /γ-Al ₂ O ₃		20% K ₂ CO ₃ /γ-Al ₂ O ₃	
	Unsur/ senyawa	% berat	Unsur/ senyawa	% berat	Unsur/ senyawa	% berat
1	Al	75,5082	Al	69,6702	Al	60,3066
2	K	24,1441	K	26,6316	K	35,0465
3	Al ₂ O ₃	88,2489	Al ₂ O ₃	84,5816	Al ₂ O ₃	77,6078
4	K ₂ O	9,5468	K ₂ O	13,5174	K ₂ O	20,0798

Dari nilai data XRF dapat dilihat bahwa kandungan kalium yang terdapat pada alumina dapat dikatakan sudah cukup sesuai dengan banyaknya persen berat K₂CO₃ yang ditambahkan. Dimana pada penambahan K₂CO₃ sebesar 10% berat didapatkan nilai kandungan kalium

sebesar 20,1441% berat. Sedangkan pada penambahan K_2CO_3 sebanyak 15% didapatkan kandungan kalium sebesar 26,6316%, dan pada penambahan K_2CO_3 sebanyak 20% kandungan kalium yang ada sebesar 35,6405%.

Analisa XRF ini dilakukan pula terhadap katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebelum dan setelah reaksi, berikut adalah data XRF kandungan kalium pada katalis:

Tabel 4.4. Data XRF katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ sebelum dan setelah reaksi

No	Sebelum reaksi		Setelah reaksi	
	Unsur	% berat	Unsur	% berat
1	Al	60.3066	Al	60.9064
2	K	35.0465	K	31.0728

Dari data diatas dapat dilihat bahwa terjadi penurunan kandungan kalium pada katalis setelah reaksi selesai. Hal ini menunjukkan adanya kalium yang terlepas atau terlarut dalam reaktan selama reaksi berlangsung.

Dari spektrum XRF didapatkan beberapa puncak untuk logam lain. Munculnya puncak-puncak ini mungkin disebabkan pencucian yang kurang sempurna pada waktu pembentukan aluminium hidroksida sehingga sisa-sisa pelarut masih terdapat di dalam endapan. Data spektrum XRF katalis hasil sintesis dapat dilihat pada lampiran 7, 8 dan 9.

4.4. Karakterisasi Minyak Jarak

Sebelum digunakan dalam reaksi transesterifikasi dengan metanol, minyak jarak terlebih dahulu dimurnikan dengan cara dicuci menggunakan asam fosfat 2%. Pencucian ini dimaksud untuk memisahkan gum (senyawa fosfolipid) atau damar yang terdapat di dalam minyak. Proses ini disebut juga dengan *degumming*. Selanjutnya setelah dimurnikan, dilakukan uji kuantitatif terhadap minyak jarak, dengan menentukan angka asam dan angka penyabunannya.

4.4.1. Penentuan Angka Asam

Angka asam adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 g lemak atau minyak. Angka asam dapat menggambarkan banyaknya asam lemak bebas yang terdapat dalam sampel minyak. Dengan adanya asam lemak bebas dan senyawa aldehid maka akan mengakibatkan minyak menjadi tengik akibat pemutusan ikatan rangkap melalui pembentukan peroksida oleh oksidasi udara atau hidrolisis oleh mikroorganisme.

Pada penentuan angka asam ini, sampel minyak dilarutkan dalam pelarut etanol 96%. Etanol dapat sedikit melarutkan minyak, sehingga tidak semua minyak larut sempurna, karena etanol dan minyak memiliki kepolaran yang berbeda, dimana etanol bersifat polar dan minyak bersifat non polar, karena memiliki rantai karbon yang cukup panjang. Setelah itu ditambahkan

indikator fenolftalein dan dititrasi dengan larutan KOH. Reaksi yang terjadi selama proses titrasi adalah:



Persamaan yang digunakan untuk menghitung besarnya nilai angka asam suatu minyak adalah:

$$\text{Angka Asam} = \frac{(A - B) \times N \times \text{BE KOH}}{g_{\text{sampel}}}$$

Dimana:

A = volume KOH yang digunakan untuk mentitrasi sampel sampai titik ekuivalen

B = volume KOH yang digunakan untuk mentitrasi blanko sampai titik ekuivalen

N = Normalitas larutan KOH

BE KOH = berat ekuivalen KOH

Penentuan nilai blanko pada titrasi bertujuan untuk mengoreksi volume KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas, karena tanpa sampel saja (hanya pelarut etanol 96%) didapatkan adanya asam lemak bebas. Dengan demikian volume KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas, benar-benar berasal dari hasil penetralan asam lemak bebas dari sampel yang diukur.

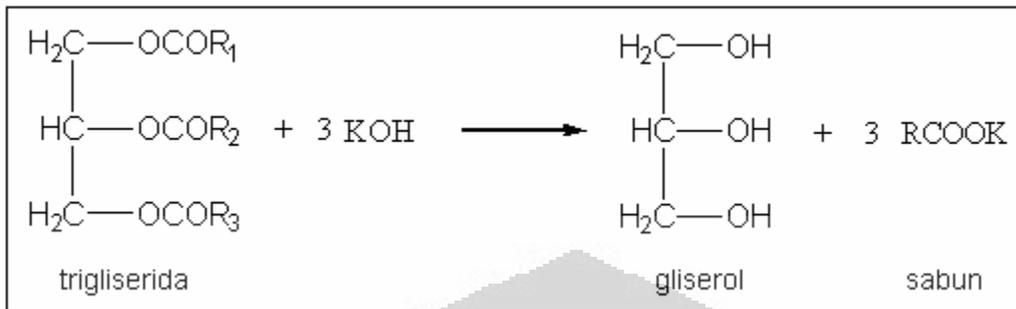
Dari hasil perhitungan diperoleh nilai angka asam untuk minyak jarak sebesar 33,62 mg KOH/g. Hal ini menandakan bahwa kualitas minyak

jarak yang digunakan kurang bagus. Katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ menghidrolisis trigliserida untuk membebaskan asam lemaknya sehingga dapat bereaksi dengan metanol dan menghasilkan metil ester. Reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ akan menyebabkan terjadinya pengurangan terhadap jumlah asam lemak yang terdapat pada minyak jarak, sehingga dapat dipakai sebagai besaran untuk menunjukkan besarnya persen konversi minyak menjadi metil ester. Semakin rendah nilai angka asam suatu minyak, maka bisa dikatakan kualitas minyak tersebut semakin baik, dan sebaliknya.

4.4.2. Penentuan Angka Penyabunan

Angka penyabunan adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 g minyak atau lemak. Pada penentuan angka penyabunan ini, sejumlah sampel minyak direaksikan dengan larutan KOH berlebih dalam alkohol kemudian campuran tersebut dipanaskan. Selama proses pemanasan ini KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga mol KOH bereaksi dengan satu mol minyak atau lemak. Dalam larutan KOH, trigliserida mengalami hidrolisis menghasilkan gliserol dan garam dari asam lemaknya. Garam ini dikenal dengan sabun, dan reaksi hidrolisisnya disebut penyabunan.

Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Total KOH yang dicampurkan, sebagian digunakan untuk reaksi penyabunan, dan sebagian lagi tersisa (tidak bereaksi) di dalam larutan. Semakin banyak minyak atau lemak yang tersabunkan, maka semakin banyak volume KOH yang dibutuhkan, dan sisa KOH yang tidak bereaksi semakin sedikit. Untuk mengetahui jumlah KOH sisa yang tidak bereaksi maka dilakukan titrasi menggunakan HCl, dengan indikator yang digunakan adalah fenolftalein.

Untuk menghitung besarnya nilai angka penyabunan suatu minyak digunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Angka Penyabunan} = \frac{(\text{B} - \text{A}) \times \text{N} \times \text{BE KOH}}{\text{g}_{\text{sampel}}}$$

- A = volume HCl yang digunakan untuk mentitrasi sampel sampai titik ekuivalen
- B = volume HCl yang digunakan untuk mentitrasi blanko sampai titik ekuivalen
- N = Normalitas larutan KOH

BE KOH = berat ekivalen KOH

Sama halnya dengan penentuan angka asam, pada penentuan angka penyabunan ini digunakan blanko. Pada blanko ini diasumsikan seluruh KOH tidak digunakan dalam reaksi penyabunan, sehingga untuk mengetahui KOH yang digunakan dalam reaksi penyabunan, maka KOH yang tidak bereaksi dikurangi dengan KOH yang bersisa. Volume KOH yang bersisa dapat diketahui dari banyaknya volume HCl yang digunakan, karena KOH yang bersisa akan bereaksi dengan HCl.

Angka penyabunan dapat menggambarkan berat molekul suatu minyak atau lemak. Semakin besar nilai angka penyabunan, maka semakin besar pula berat molekul minyak atau lemak tersebut. Dari hasil perhitungan, nilai angka penyabunan dari sampel minyak jarak yang digunakan pada penelitian ini adalah sebesar 209,47 mg KOH/g. Hal ini menandakan bahwa minyak jarak yang digunakan memiliki berat molekul yang cukup besar.

4.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi

Minyak nabati dapat digunakan sebagai bahan bakar pada mesin diesel, namun tidak dapat digunakan secara langsung karena memiliki viskositas (kekentalan) yang tinggi. Hal ini dapat menyebabkan rendahnya atomisasi bahan bakar, pembakaran tidak sempurna, dan pembentukan karbon pada injektor¹⁶.

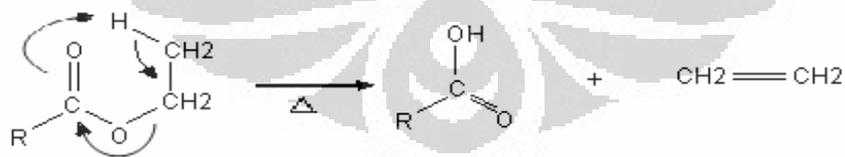
Untuk mengatasi masalah-masalah tersebut, terutama yang berhubungan dengan tingginya nilai viskositas minyak nabati, maka salah satu cara yang dapat dilakukan adalah dengan mengkonversi minyak nabati (trigliserida asam lemak) menjadi metil ester asam lemaknya melalui reaksi transesterifikasi.

Reaksi transesterifikasi adalah reaksi kimia antara trigliserida dan alkohol dengan adanya katalis untuk menghasilkan alkil ester asam lemak dan gliserol. Hasilnya adalah molekul trigliserida yang memiliki rantai panjang dan bercabang diubah menjadi alkil ester yang memiliki panjang rantai lebih pendek yang memiliki ukuran dan sifat-sifat yang mirip dengan minyak diesel, sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif (biodiesel)¹⁷.

Reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain temperatur reaksi, rasio mol reaktan (minyak dengan alkohol), jenis dan konsentrasi katalis, serta waktu reaksi. Reaksi katalisis transesterifikasi dapat menggunakan katalis asam, basa, dan katalis enzim. Namun, katalis yang sering digunakan adalah katalis basa karena laju reaksinya 4000 kali lebih cepat bila dibandingkan dengan menggunakan katalis asam⁴. Perbedaan yang cukup signifikan dalam kecepatan reaksi ini dikarenakan dengan menggunakan katalis basa reaksi berlangsung satu arah (irreversibel) sehingga arah reaksi hanya kepada produk, sedangkan bila menggunakan katalis asam, maka reaksi berlangsung secara dua arah (reversibel). Selain itu juga kriteria katalis yang digunakan adalah katalis yang memiliki fasa yang

berbeda dari reaktannya (katalis heterogen), sehingga pemisahan dan pemurnian produk alkil ester yang dihasilkan dapat dilakukan dengan mudah.

Jenis alkohol yang digunakan pada reaksi transesterifikasi trigliserida umumnya adalah alkohol berantai pendek seperti metanol, etanol, propanol dan butanol. Metanol paling banyak digunakan untuk komersil, karena alasan sifat fisika dan kimianya, dimana metanol merupakan alkohol yang memiliki rantai paling pendek dan sifatnya yang polar. Selain itu penggunaan metanol dapat menghasilkan metil ester yang lebih stabil dan kurang dipengaruhi oleh kandungan air dalam minyak. Sedangkan etanol dipengaruhi oleh adanya air karena etanol dan air merupakan larutan *azeotrop*. Selain itu etanol tidak sering digunakan sebagai reaktan karena mempunyai beberapa kelemahan yaitu etil ester yang dihasilkan kurang stabil, dan meninggalkan residu karbon yang lebih besar. Selain itu etil ester yang terbentuk juga dapat mengalami peristiwa pirolisis ester pada suhu tinggi, yang akan menghasilkan etilena (etena) dan asam lemak kembali ¹⁸. Berikut adalah reaksi pirolisis etil ester:

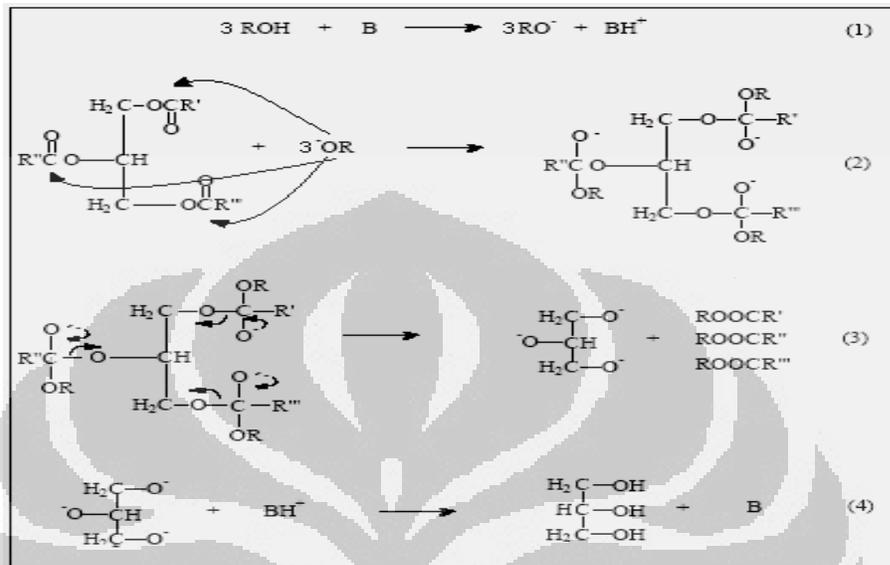


Adanya kelemahan-kelemahan diatas menyebabkan etil ester yang berasal dari reaksi transesterifikasi minyak dengan etanol tidak dapat digunakan sebagai biodiesel.

Perbandingan penggunaan metanol dan etanol telah dilakukan dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak (*castor oil*) dengan menggunakan katalis asam dan basa untuk menghasilkan konversi metil ester yang maksimal, dimana transesterifikasi dengan menggunakan metanol hanya memerlukan waktu sekitar 1 jam, sedangkan dengan etanol membutuhkan waktu 5 jam. Selain itu, hasil konversi dengan menggunakan metanol lebih besar dari etanol, yaitu 90% untuk metanol dan 80% untuk etanol¹⁹. Dengan pertimbangan tersebut, maka dalam penelitian kali ini digunakan metanol sebagai reaktan dalam proses transesterifikasi.

Pada penelitian ini, digunakan katalis heterogen basa yaitu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dimodifikasi pada permukaannya dengan K_2CO_3 untuk dapat mengkatalisis reaksi transesterifikasi. Katalis basa ini pada reaksi transesterifikasi berinteraksi dengan metanol. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Hui Zhou *et.al.*²⁰ reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol terjadi pada fasa metanol. Dengan demikian, karena katalis dan reaksi transesterifikasi berada dalam fasa metanol, maka kelarutan (kontak) antara minyak dengan metanol, sangat mempengaruhi kecepatan reaksi²⁰.

Mekanisme reaksi transesterifikasi yang terjadi dengan adanya katalis basa adalah sebagai berikut:



Gambar 4.4. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa ²¹

Pada mekanisme reaksi di atas, 3 mol alkohol bereaksi dengan katalis basa menghasilkan 3 mol alkoksida (^-OR), ketiga alkoksida ini menyerang trigliserida pada ketiga gugus karbonilnya, dan menyebabkan terbentuknya ketiga metil ester (monogliserida), tanpa melalui tahap intermediet dari trigliserida menjadi digliserida dan terakhir menjadi monogliserida. Disinilah peranan katalis basa yaitu mempercepat pembentukan intermediet sehingga pembentukkan produkpun menjadi cepat.

Minyak dan metanol tidak dapat bercampur karena perbedaan kepolaran. Namun keduanya dapat bercampur dalam fasa metil ester. Semakin banyak metil ester yang terbentuk, maka kelarutan antara minyak dengan metanol semakin bertambah. Pada saat fraksi berat metil ester

mencapai 70%, campuran antara minyak, metanol, dan metil ester menjadi berada dalam fasa homogen²⁰.

Katalis yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi ini divariasikan dalam hal banyaknya kalium karbonat yang ditambahkan terhadap alumina, yaitu sebesar 10%, 15% dan 20% dari berat alumina. Dengan variasi ini diharapkan akan diperoleh jumlah maksimum K_2CO_3 untuk menutupi permukaan katalis $\gamma-Al_2O_3$ secara monolayer. Massa katalis yang digunakan adalah sebesar 2% dari massa minyaknya.

Reaksi dilakukan dalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer dalam penangas air dengan temperatur reaksi 65 - 70°C. Selama reaksi berlangsung dilakukan pengadukan berkecepatan konstan. Pengadukan ini berpengaruh terhadap reaksi yang berlangsung, karena dengan pengadukan kontak antar reaktan (minyak dengan metanol) dan antara reaktan dengan katalis dapat ditingkatkan sehingga kecepatan reaksi pun menjadi bertambah. Perbandingan pengaruh perbedaan kecepatan dalam pengadukan selama reaksi transesterifikasi telah dilakukan oleh Wenlei Xie *et.al.*²² dimana dengan kecepatan pengadukan 100 rpm, hanya dihasilkan persen konversi sebesar 46,5%. Sedangkan dengan kecepatan pengadukan sebesar 600 rpm dihasilkan persen konversi sebesar 87,4%.

Reaksi transesterifikasi didahului dengan melarutkan minyak dalam metanol dengan perbandingan mol minyak : mol metanol = 1 : 4,5. Pada awal reaksi hanya dicampurkan 80% dari banyaknya metanol dari perbandingan

tersebut. Tujuan dari pemberian metanol sebesar 80% ini adalah untuk mengetahui berapa besar metil ester yang terbentuk sesuai dengan perhitungan stoikiometri, karena berdasarkan perhitungan stoikiometri untuk setiap satu mol trigliserida (minyak) diperlukan tiga mol metanol untuk menghasilkan metil ester. Kemudian setelah minyak cukup larut, katalis sebanyak 2% dari massa minyak ditambahkan kedalam campuran, dan reaksi dilanjutkan sampai 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, atau 5 jam.

Selama reaksi berlangsung, minyak larut dalam fasa metil ester dan metanol terdistribusi diantara fasa metil ester dan gliserol. Hal ini disebabkan karena metanol larut sempurna dalam metil ester dan gliserol tapi tidak larut dalam minyak. Kelarutan metil ester pada fasa gliserol sedikit lebih besar dibandingkan kelarutan gliserol pada fasa metil ester²⁰. Sehingga pada akhir reaksi akan terbentuk fasa metil ester dan fasa gliserol.

Setelah reaksi berjalan selama waktu yang ditentukan, produk yang dihasilkan, yaitu metil ester dan gliserol dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Tujuan pemisahan ini adalah untuk menghilangkan penghambat reaksi transesterifikasi, yaitu gliserol yang merupakan hasil samping reaksi transesterifikasi, karena dengan dipisahkannya gliserol, diharapkan reaksi akan lebih mengarah pada pembentukan metil ester. Gliserol dapat menghambat reaksi transesterifikasi, karena ada sebagian metanol yang terdistribusi dalam gliserol. Dengan dipisahkannya gliserol, maka jumlah metil ester yang terbentuk semakin banyak menyebabkan semakin banyak pula metanol yang terdistribusi dalam

fasa metil ester+minyak sehingga kontak antara minyak dengan metanol dapat terjadi dengan baik.

Setelah itu metil ester yang telah dipisahkan ditambahkan lagi 20% metanol sisa. Jumlah metanol dibuat berlebih untuk mendorong reaksi ke arah pembentukan produk yaitu metil ester dan gliserol. Setelah itu reaksi dilanjutkan lagi selama 1 jam dengan mengambil kurang lebih 3 mL hasil reaksi setiap 15 menit untuk mengetahui apakah terjadi penambahan konversi metil ester dari reaksi sebelumnya. Setelah reaksi telah selesai masing-masing sampel hasil reaksi dihitung nilai angka asamnya dan hasil persen konversinya.

Reaksi transesterifikasi bisa dikatakan telah berlangsung jika ada pengurangan angka asam yang menandakan sebagian asam lemaknya telah terkonversi menjadi metil ester. Pada proses transesterifikasi ini, $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ berfungsi sebagai katalis yang menghidrolisis trigliserida untuk membebaskan asam lemaknya, sehingga dapat bereaksi dengan metanol dan diperoleh senyawa esternya.



Gambar 4.5. Hasil reaksi transesterifikasi

Untuk karakterisasi hasil reaksi yang berupa metil ester, dilakukan analisa campuran metil ester apa saja yang terdapat dalam produk yang dihasilkan menggunakan instrumen GC-MS. Kolom yang digunakan bersifat non polar, dengan suhu oven sebesar 290°C. Dari kromatogram GC-MS dapat dilihat bahwa metil ester yang terbentuk antara lain metil ricinoleat, metil stearat, metil palmitat, dll. Asam lemak yang terdeteksi adalah asam ricinoleat, asam stearat, asam palmitat, dll. Kromatogram metil ester yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol dengan bantuan katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ dapat dilihat pada lampiran 11.

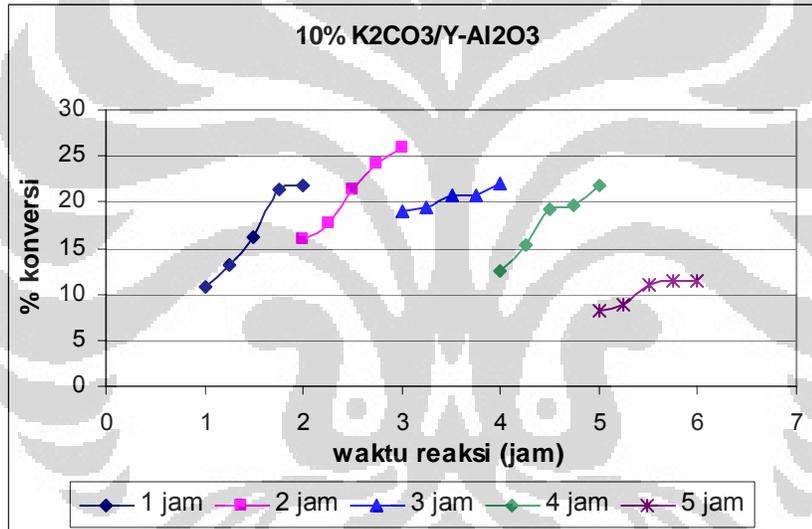
4.5.1. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol Menggunakan Katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Pada reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol dengan menggunakan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, didapatkan nilai angka asam yang menurun dari nilai angka asam minyak jarak awal. Sebelum reaksi transesterifikasi dilakukan angka asam minyak jarak sebesar 33,62 mg KOH/g , namun setelah reaksi selesai didapatkan angka asam terendah sebesar 24,94 mg KOH/g . Persen konversi minyak dapat dihitung dari penurunan angka asam minyak jarak yang direaksikan.

Dari hasil reaksi transesterifikasi dengan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel 4.5. Persen konversi dengan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Waktu reaksi	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam	5 jam
0 menit	10,70%	15,97%	19,09%	12,52%	8,29%
15 menit	13,26%	17,67%	19,33%	15,32%	8,77%
30 menit	16,21%	21,47%	20,76%	19,18%	11,09%
45 menit	21,29%	24,18%	20,76%	19,57%	11,45%
60 menit	21,77%	25,82%	22,01%	21,68%	11,45%



Gambar 4.6. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi menggunakan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Dari data di atas dapat dilihat bahwa setelah reaksi berjalan selama 1 jam didapatkan persen konversi sebesar 10,7%, dengan adanya penambahan metanol sebesar 20% dari perbandingan mol minyak dan methanol 1:4,5, persen konversi bertambah besar hingga mencapai 21,77%. Dengan bertambahnya waktu reaksi menjadi 2 jam, didapatkan persen

konversi yang meningkat dari sebelumnya, yaitu sebesar 15,97%, ini berarti semakin banyak metanol yang bereaksi dengan trigliserida menghasilkan metil ester dibandingkan dengan waktu reaksi selama 1 jam. Setelah penambahan 20% metanol sisa, persen konversi semakin bertambah hingga mencapai 25,82%.

Seiring dengan bertambahnya waktu reaksi menjadi 3 jam, persen konversi metil ester bertambah jika dibandingkan dengan 1 dan 2 jam sebelumnya, namun setelah penambahan 20% metanol sisa kenaikan persen konversi tidak terlalu signifikan. Pada jam ketiga ini mulai terlihat penurunan persen konversi dari jam-jam sebelumnya.

Setelah 4 dan 5 jam reaksi, dapat dilihat bahwa terjadi penurunan persen konversi hingga mencapai 8,29 % dengan penambahan 80% metanol pada 5 jam reaksi. Dengan penambahan metanol sisa sebesar 20% terjadi penambahan persen konversi yang tidak terlalu signifikan.

Secara keseluruhan dapat dilihat bahwa dari 1 jam sampai 2 jam persen konversi metil ester semakin bertambah, dan pertumbuhannya cukup signifikan menunjukkan bahwa dengan waktu reaksi yang relatif pendek, sudah didapatkan persen konversi yang cukup baik peningkatannya.

Peningkatan persen konversi ini selain disebabkan karena adanya sisi aktif basa pada katalis, juga disebabkan karena banyaknya metanol yang terdistribusi pada fasa minyak dengan metil ester, sehingga kontak antara minyak dengan metanol semakin besar dan menghasilkan produk yang semakin banyak.

Pada awal reaksi, sebagian besar produk gliserol berada dalam fasa metanol dan produk metil ester berada dalam fasa minyak. Seiring dengan berjalannya proses reaksi jumlah gliserol dan metil ester yang terbentuk meningkat. Peningkatan metil ester yang terbentuk ini menyebabkan semakin banyaknya metanol yang berada di dalam fasa minyak+metil ester, karena metanol larut dalam metil ester dan banyaknya metanol yang berada dalam fasa gliserol menjadi berkurang. Pada akhir reaksi, sistem terbagi menjadi dua fasa, yaitu fasa metil ester dan fasa gliserol. Gliserol memiliki kelarutan yang rendah dalam minyak dan metil ester, sehingga mudah dipisahkan dari produk akhir biodiesel²⁰. Dengan demikian didapatkanlah persen konversi yang meningkat pada setiap 15 menit pengambilan sampel hasil reaksi.

Namun demikian pada penambahan waktu reaksi 3 sampai 5 jam didapatkan persen konversi yang semakin menurun. Hal ini mungkin disebabkan karena terlarutnya sisi aktif basa dalam reaktan karena lamanya waktu reaksi, sehingga menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan. Dengan adanya reaksi penyabunan ini maka diperlukan metanol yang berlebih untuk mendorong reaksi kearah produk (metil ester).

Pada penambahan K_2CO_3 dengan jumlah yang sedikit, sisi aktif basa lebih didispersikan pada permukaan alumina dan adsorpsi kuat oleh reaktan mungkin terjadi pada sisi permukaan yang tidak reaktif²², sehingga persen konversi tidak terlalu bagus.

Selain itu jika dilihat secara keseluruhan, dari setiap jamnya didapatkan hasil persen konversi yang bertambah, meskipun penambahannya tidak terlalu signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa dengan penambahan metanol yang berlebih, yaitu setelah 1, 2, 3, 4, dan 5 jam sebanyak 20% metanol sisa, pergeseran reaksi ke arah pembentukan produk dapat ditingkatkan.

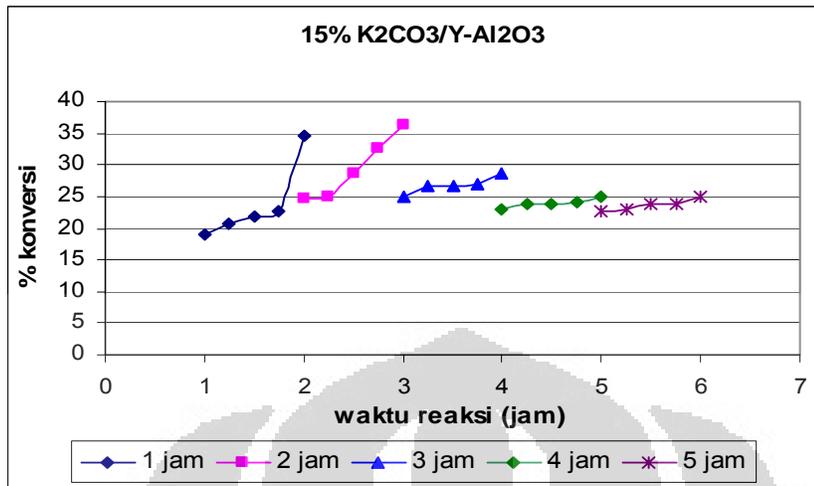
4.5.2. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol yang Dibantu oleh Katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Adanya bantuan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ terhadap reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol menghasilkan persen konversi yang cukup baik, yaitu sebesar 36,29% dengan waktu reaksi selama 2 jam ditambah 1 jam reaksi.

Berikut adalah data persen konversi dengan bantuan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$:

Tabel 4.6. Persen konversi dengan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Waktu reaksi	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam	5 jam
0 menit	19,01%	24,64%	24,93%	23,08%	22,78%
15 menit	20,84%	24,87%	26,64%	23,74%	23,08%
30 menit	21,88%	28,58%	26,79%	23,74%	23,83%
45 menit	22,69%	32,71%	27,00%	24,13%	23,97%
60 menit	34,63%	36,29%	28,73%	25,02%	25,02%



Gambar 4.7. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi menggunakan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Pada reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ ini, dilihat adanya kesamaan dengan reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, dimana pada 1 dan 2 jam reaksi persen konversi metil ester semakin bertambah disebabkan karena banyaknya metanol yang terdistribusi kedalam fasa minyak dan metil ester.

Seiring dengan penambahan waktu reaksi, persen konversi semakin menurun, namun penurunan persen konversi ini tidak terjadi secara signifikan. Adanya penurunan persen konversi ini mungkin disebabkan karena terjadinya pemutusan interaksi antara ion K^+ monolayer dengan padatan pendukung $\gamma-Al_2O_3$, sehingga mengurangi sisi aktif basa yang ada pada katalis dan menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan. Penurunan persen konversi yang tidak signifikan ini mungkin disebabkan karena ikatan

yang terbentuk antara garam dengan pendukung katalis sudah cukup kuat, sehingga sisi aktif basa yang terlepas tidak terlalu banyak.

Pada katalis ini ion K^+ sudah cukup banyak yang masuk ke pori-pori katalis membentuk ikatan Al-O-K, mempercepat dispersi dan dekomposisi K_2CO_3 membentuk sisi basa yang kuat pada proses aktivasi. Pada katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ ini, diperkirakan banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan hampir mencapai kapasitas dispersi spontan pada alumina, karena pada katalis ini diperoleh persen konversi yang paling besar.

Sama halnya dengan reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis 10% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$, pada katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ didapatkan hasil persen konversi yang bertambah setiap 15 menit pada tiap jamnya, meskipun penambahannya tidak terlalu signifikan, menunjukkan pengaruh penambahan metanol yang mendorong reaksi kearah kanan (pembentukan produk).

4.5.3. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol yang Dibantu oleh Katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

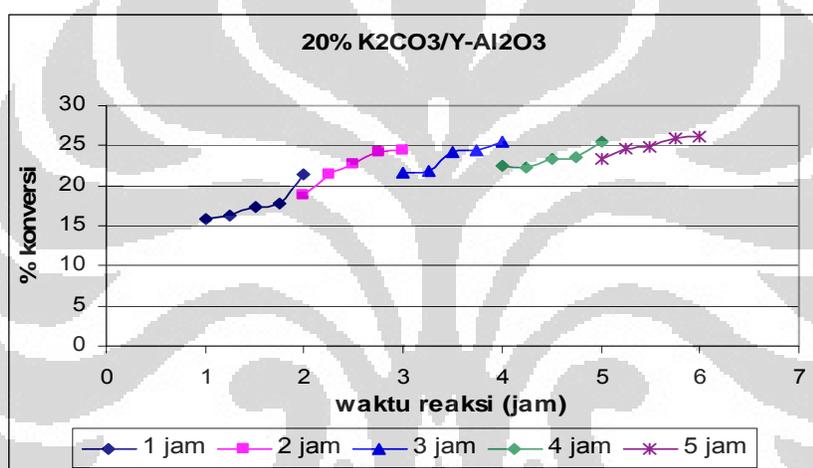
Reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol yang dibantu oleh katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ dapat menurunkan angka asam dari minyak jarak yang direaksikan, yaitu dari 33,62 mg KOH/g menjadi angka asam terendah sebesar 23,05 mg KOH/g setelah reaksi transesterifikasi dilakukan.

Berikut adalah data persen konversi dengan bantuan katalis 20%

$K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$:

Tabel 4.7. Persen konversi dengan katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Waktu reaksi	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam	5 jam
0 menit	15,88%	18,91%	21,71%	22,53%	23,44%
15 menit	16,21%	21,47%	21,77%	22,31%	24,72%
30 menit	17,31%	22,81%	24,18%	23,42%	24,79%
45 menit	17,72%	24,18%	24,39%	23,66%	26,00%
60 menit	21,33%	24,33%	25,46%	25,45%	26,17%



Gambar 4.8. Kurva persen konversi terhadap waktu reaksi menggunakan katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$

Dari kurva diatas dapat dilihat bahwa seiring dengan pertambahan waktu reaksi persen konversi juga bertambah. Pada reaksi transesterifikasi dengan pencampuran 80% metanol dari perbandingan mol minyak jarak : mol metanol 1:4,5 selama 1 jam, persen konversi yang didapatkan adalah 15,88%. Kemudian setelah gliserol dipisahkan, dilakukan penambahan 20 % metanol sisa pada metil ester yang telah dipisahkan dari gliserol dan reaksi dilanjutkan kembali, memperlihatkan adanya kenaikan persen konversi

hingga mencapai 21,33 %. Hal yang sama terjadi juga pada 2 jam setelah reaksi, dimana didapatkan persen konversi yang meningkat dari 18,91% menjadi 24,33%.

Mulai dari 3 jam reaksi sampai 5 jam reaksi, didapatkan kurva yang meningkat, dengan tingkat kenaikan yang kurang signifikan. Pada penambahan 80% metanol, dari 3 jam reaksi didapatkan persen konversi sebesar 21,71% dan nilai ini terus meningkat hingga 5 jam reaksi, yaitu menjadi sebesar 23,44%. Pada reaksi selanjutnya setelah gliserol dipisahkan dari metil ester dan ditambahkan 20% metanol, didapatkan persen konversi yang terus meningkat hingga mencapai 26,17% pada 5 jam reaksi ditambah satu jam reaksi.

Seperti diketahui bahwa dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol katalis basa berinteraksi dengan metanol, dengan meningkatnya distribusi metanol dalam fasa minyak+metil ester, maka reaksi pembentukan metil ester dapat terjadi dengan cepat, karena kehadiran katalis, sehingga persen konversi meningkat.

Pada katalis ini banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan diperkirakan sedikit melewati kapasitas dispersi spontan pada alumina, karena didapatkan persen konversi yang lebih rendah dari reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$. Meskipun reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ ini didapatkan persen konversi yang terus meningkat, namun peningkatannya kurang signifikan. Hal ini mungkin disebabkan karena adanya kalium yang terlarut dalam reaktan,

sehingga terjadi reaksi penyabunan. Penurunan kandungan kalium pada katalis ini didukung oleh data XRF pada katalis 20% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ setelah reaksi berlangsung (Tabel 4.4).

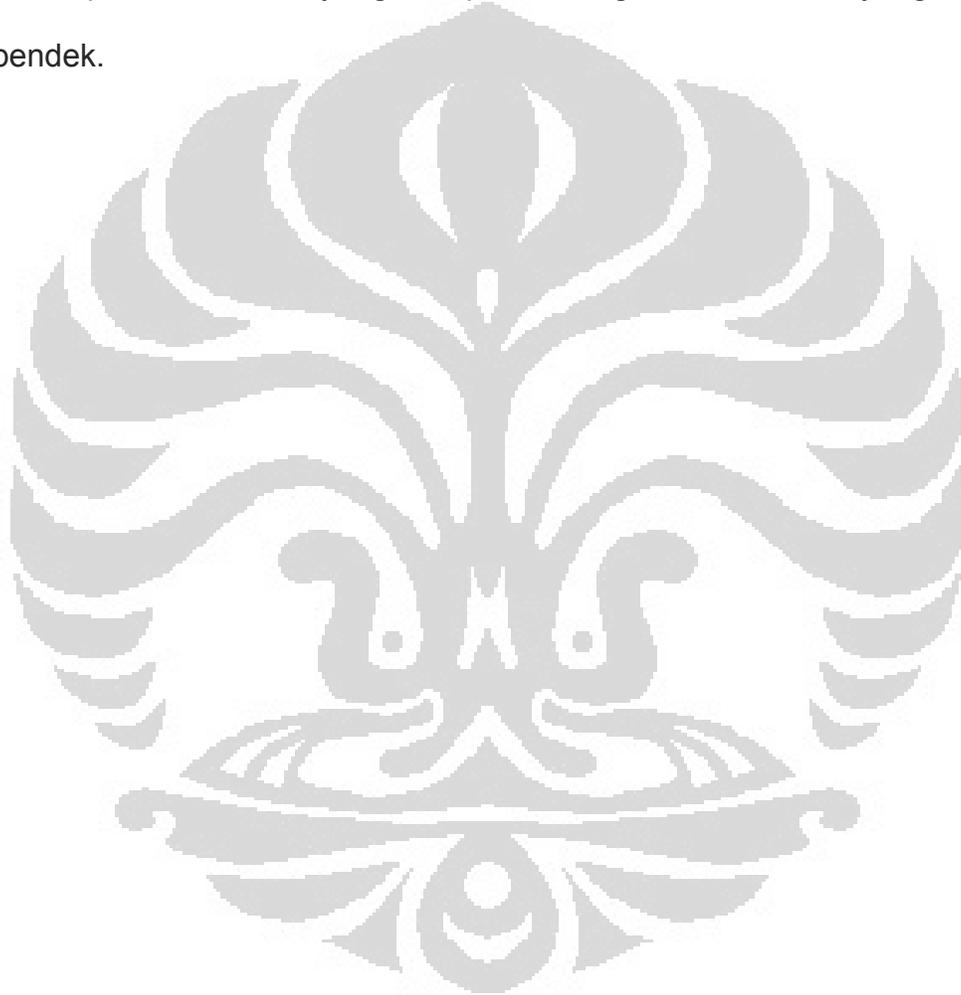
Dapat dikatakan bahwa reaksi antara padatan dengan padatan antara garam (K_2CO_3) dengan permukaan katalis pendukung (alumina) dalam proses aktivasi merupakan hal penting yang diperlukan oleh katalis untuk mendapatkan aktivitas katalitik yang tinggi. Pada penambahan 20% K_2CO_3 pada alumina ini, ion K^+ dari K_2CO_3 dapat memasuki pori-pori alumina, mempercepat dispersi dan dekomposisi K_2CO_3 membentuk sisi basa selama proses aktivasi. Penambahan K_2CO_3 sebesar 20% menyebabkan menurunnya pori-pori katalis yang kosong, menyebabkan banyaknya spesi kalium pada permukaan pendukung yang mengacu pada pembentukan sisi aktif basa. Banyaknya ion K^+ yang menggantikan gugus hidroksil, membentuk gugus Al-O-K pada alumina menyebabkan meningkatnya sisi basa aktif pada katalis.

Apabila dilihat secara keseluruhan, dari setiap jamnya didapatkan hasil persen konversi yang terus bertambah, meskipun penambahannya tidak terlalu signifikan. Pada penambahan 80% metanol dari perbandingan mol minyak dengan mol metanol sebesar 1:4,5 didapatkan persen konversi yang terus meningkat. Dengan adanya penambahan 20% metanol sisa, persen konversi tetap bertambah pada setiap jamnya menunjukkan bahwa dengan penambahan metanol yang berlebih pergeseran reaksi ke arah pembentukan produk bertambah besar.

Banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan ke dalam alumina berpengaruh terhadap banyaknya sisi aktif basa yang terbentuk. Pada alumina terdapat banyak pori-pori yang dihasilkan dari dehidrasi gugus hidroksil permukaan, sehingga dispersi garam pada alumina berhubungan dengan banyaknya ikatan antara kation (K^+) dengan pori-pori oleh interaksi garam-padatan pendukung (salt-support interaction)¹⁷. Pada penambahan K_2CO_3 yang sedikit, maka ion K^+ terdispersikan dengan baik di permukaan alumina, namun belum mencapai kapasitas dispersi spontan dari alumina. Pada penelitian kali ini diperkirakan kapasitas spontan dari alumina belum terpenuhi secara sempurna.

Saat jumlah ion K^+ yang dimasukkan ke dalam alumina dibawah batas jenuh pengambilan ion K^+ , maka akan terdispersi dengan baik. Sebagai hasilnya banyaknya sisi basa bersamaan dengan aktivitas dari katalis akan meningkat seiring dengan banyaknya kandungan kalium dalam alumina. Namun jika alumina dimasukkan dengan K_2CO_3 yang berlebih, K_2CO_3 tidak dapat terdispersikan dengan baik dan karena alasan ini, tidak semua tetapi hanya sebagian dari kalium karbonat yang ditambahkan yang dapat terdekomposisi. Lebih jauh lagi seperti yang telah dijelaskan diatas, bahwa kalium karbonat yang berlebih akan menyebabkan terbentuknya agglomerasi dari bulk karbonat yang akan menutupi sisi basa pada permukaan katalis sehingga menghalangi masuknya ion K^+ ke dalam pori alumina, menghasilkan tingkat dispersi yang rendah dan akan menurunkan aktivitas katalitik dari katalis⁷.

Dari ketiga katalis yang digunakan didapatkan persen konversi terbesar yaitu pada penambahan K_2CO_3 sebesar 15% dengan waktu reaksi selama 2 jam ditambah 1 jam reaksi. Sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa dengan menggunakan katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ dapat diperoleh peningkatan persen konversi yang cukup baik dengan waktu reaksi yang relatif pendek.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan ke dalam alumina berpengaruh terhadap banyaknya sisi aktif basa yang terbentuk.
2. Spesi K_2O yang terbentuk melalui dekomposisi termal dari K_2CO_3 diduga merupakan sisi basa yang aktif yang akan meningkatkan daya katalitik dari katalis.
3. Katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ telah berhasil disintesis dan dapat digunakan untuk mengkatalisis reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol meskipun dengan persen konversi yang relatif kecil, namun waktu yang dibutuhkan relatif singkat.
4. Kondisi optimum yang diperoleh dari penelitian ini adalah reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis 15% $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$ dengan waktu reaksi 2 jam ditambah 1 jam, dan didapatkan persen konversi optimum sebesar 36.29%.
5. Metode pencampuran metanol 80% dari perbandingan mol pada awal reaksi dan 20% sisanya ditambahkan setelah gliserol dipisahkan, dapat mendorong reaksi kearah pembentukan produk yang lebih besar.

5.2. Saran

1. Perlu dilakukan pembuatan katalis dengan rentang variasi penambahan K_2CO_3 yang lebih kecil, yaitu dari 14% sampai 19% berat untuk mengetahui kapasitas dispersi spontan dari alumina, sehingga didapatkan sisi aktif basa yang optimum.
2. Dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui berat katalis optimum yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$.
3. Dilakukan pengukuran yang lebih spesifik untuk mengetahui berapa banyak trigliserida yang telah terkonversi menjadi alkil ester.

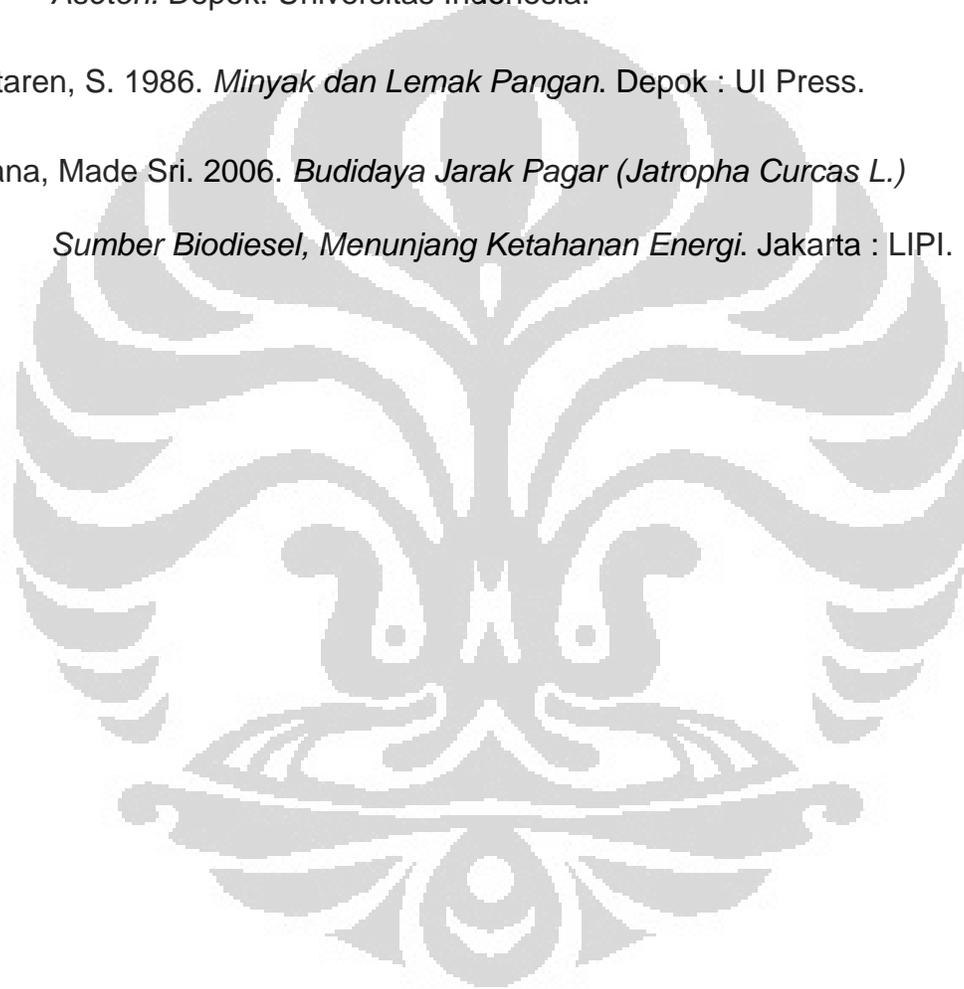
DAFTAR PUSTAKA

1. Bo, Xu; Guomin, Xiao; Lingfeng, Cui; Ruiping, Wei; Lijing, Gao. 2007. *Transesterification of Palm Oil with Methanol to Biodiesel over KF/Al_2O_3 Heterogeneous Base Catalyst*. Cina: Southeast University.
2. Haryanto, Bode. 2002. *Bahan Bakar Alternatif Biodiesel (Bagian I. Pengenalan)*. Medan: USU.
3. Apriliyani, Kurnia. 2007. *Pengaruh Perbandingan Mol Mg/Al dalam Katalis $Mg-Al$ Hidrotalsit terhadap Reaksi Heterogen Katalisis Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol*. Depok: Universitas Indonesia.
4. Viswanathan. B; A.V.Ramaswamy. *Selection Of Solid Heterogeneous Catalysts For Transesterification Reaction*. Indian Institute of Technology, Madras, Chennai 600 036.
5. Hura, Calvin. 2007. *Sintesis Biodiesel (Metil Ester) Melalui Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Menggunakan Katalis Heterogen γAl_2O_3 dengan Impregnasi KOH dan K_2CO_3* . Depok: Universitas Indonesia.

6. Huriyah, Emai. 2007. *Reaksi Heterogen Katalis Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak dengan Metanol*. Depok: Universitas Indonesia.
7. Wang, Ying; Hua Zhu, Jian; Yu Huang, Wen. 2001. *Synthesis and Characterization of Pottasium-Modified Alumina Superbases*. China: Nanjing University.
8. Wibowo, Widayanti. 2004. *Hand Out Kuliah Kapita Selekt Kimia Fisik III : Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
9. Tanabe, K.,et al. *Solid Acid and Base Catalyst, Catalyst Science and Technology*, Vol. 2. New York.
10. Armand Products Company. 2007. *Potassium Carbonate (Anhidrous All Grades) M1252_NA_US*. New Jersey: Princeton.
11. www.wikipedia.org (08 Januari 2008, 10.44)
12. *Petunjuk Praktikum Pelatihan Radiokimia*. 2007. Pusat Pendidikan Dan Pelatihan Badan Tenaga Nuklir Nasional. Jakarta.
13. Hudiyono, Sumi. 2005. *Manuscript Buku Lipid: Kimia, Biokimia dan Pangan*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
14. <http://toiUSD.multiply.com/journal> (08 Januari 2008, 09.59)

15. P. Souza, Santos; H. Souza, Santos; Toledo, S. P. 2000. *Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies*. Brazil: Universidade de São Paulo.
16. Ramli, Muliadi. 2002. *Preparasi Katalis Nikel/ γ -Al₂O₃ dan Uji Aktivitas Pada Reaksi Hidrogenasi Benzena*. Depok: Universitas Indonesia.
17. Xie, Wenlei; Haitao Li. 2006. *Alumina-supported potassium iodide as a heterogeneous catalyst for biodiesel production from soybean oil*. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 255 (2006) 1–9.
18. Endriana, Dodi. 2007. *Sintesis Biodiesel (Metil Ester) Dari Minyak Biji Bintaro (Cerbera Odollam) Hasil Ekstraksi*. Depok: Universitas Indonesia.
19. M. Simoni, dkk. 2006. *Biodiesel from Castor Oil: A Comparison of Ethanolysis versus Methanolysis*. *Energy & Fuels* 2006, 20, 2262-2265.
20. Zhou, Hui; Lu, Houfang; Liang, Bin. 2006. *Solubility of Multicomponent Syatem in the Biodiesel Production by Transesterification of *Jatropha curcas L.* Oil with Methanol*. Cina: Sichuan University.
21. Schuchardt, Ulf ; Ricardo Sercheli; Rogério Matheus Vargas. 1997. *Transesterification of Vegetable Oils: a Review*. *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 9, No. 1, 199-210, 1998.

22. Xie, Wenlei; Hong Peng; Ligong Chen. 2005. *Transesterification of soybean oil catalyzed by potassium loaded on alumina as a solid-base catalyst*. *Applied Catalysis A: General* 300 (2006) 67–74.
23. Indra, Yulia. 2006. *Reaksi Katalisi Dehidrogenasi 2-Propanol Menjadi Aseton*. Depok: Universitas Indonesia.
24. Ketaren, S. 1986. *Minyak dan Lemak Pangan*. Depok : UI Press.
25. Prana, Made Sri. 2006. *Budidaya Jarak Pagar (Jatropha Curcas L.) Sumber Biodiesel, Menunjang Ketahanan Energi*. Jakarta : LIPI.



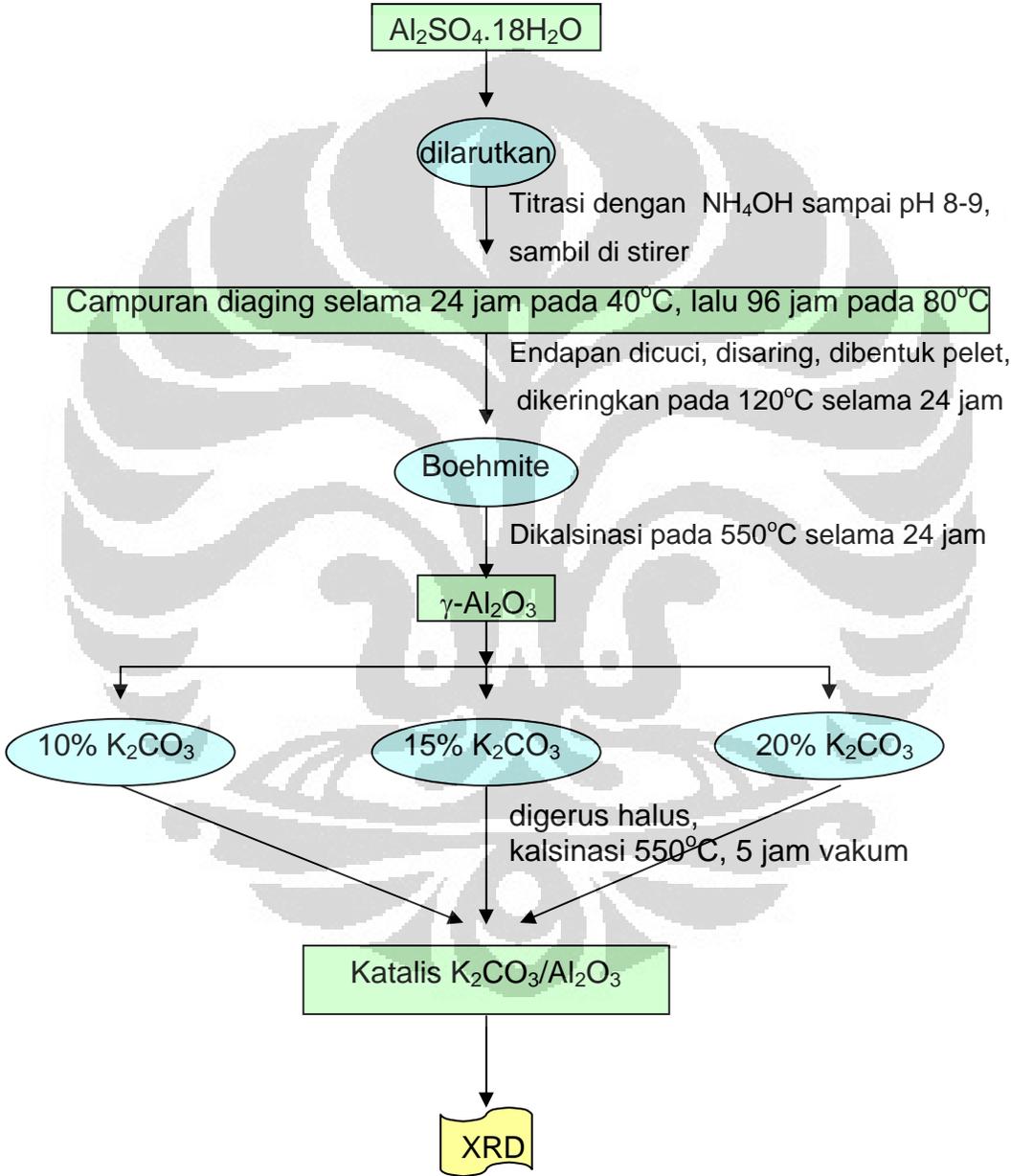


LAMPIRAN

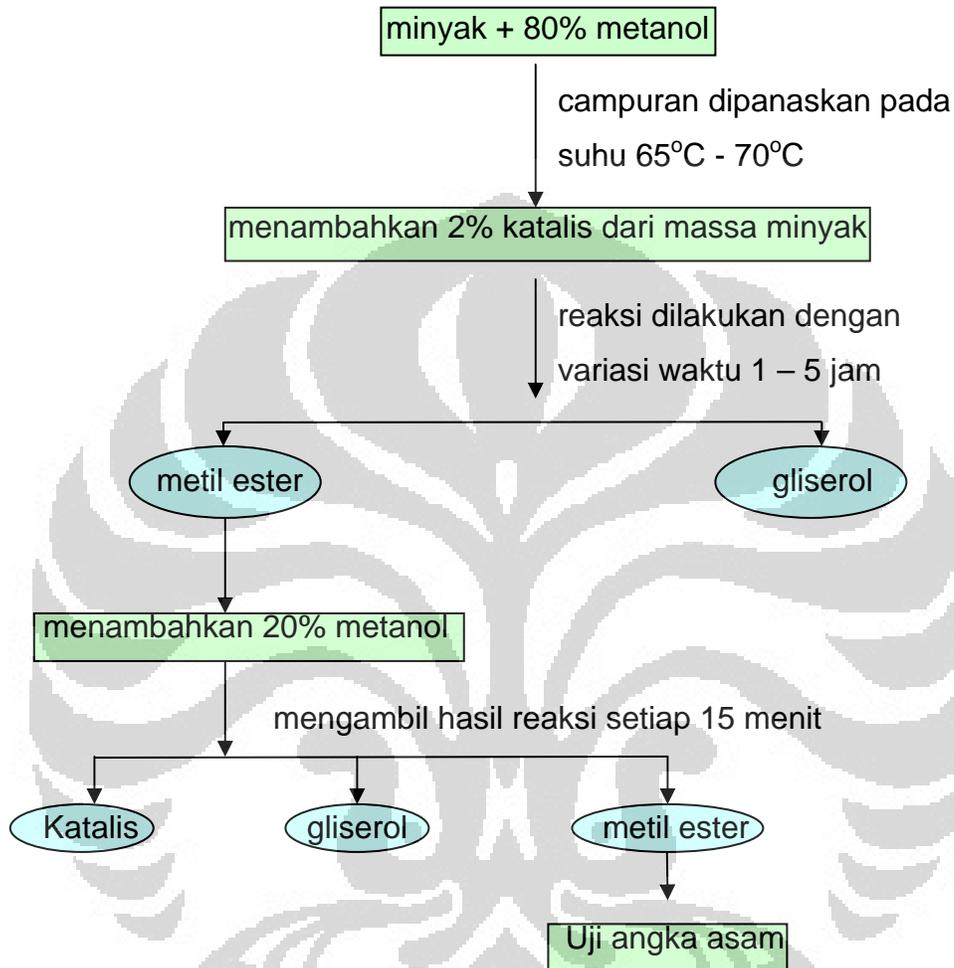
Lampiran 1

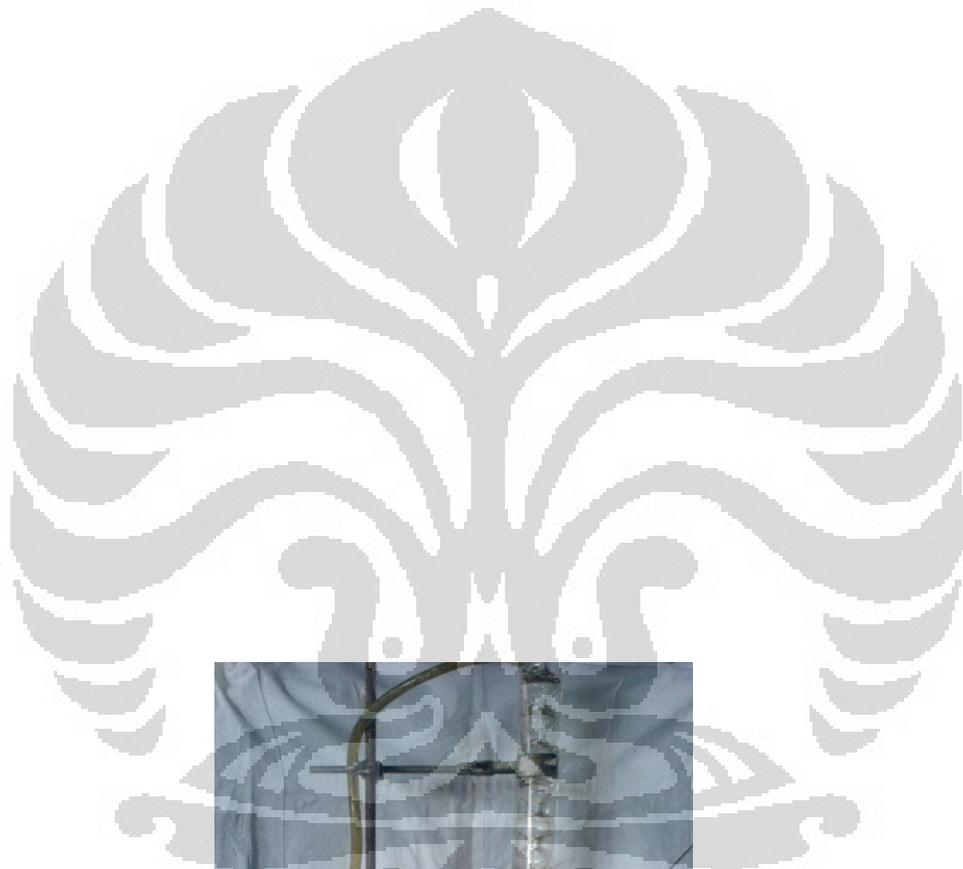
Bagan Kerja

Pembuatan Katalis K_2CO_3/Al_2O_3



Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi





Lampiran 3
Instrumen untuk Pengukuran

Gambar Instrumen XRD



Gambar Instrumen XRF

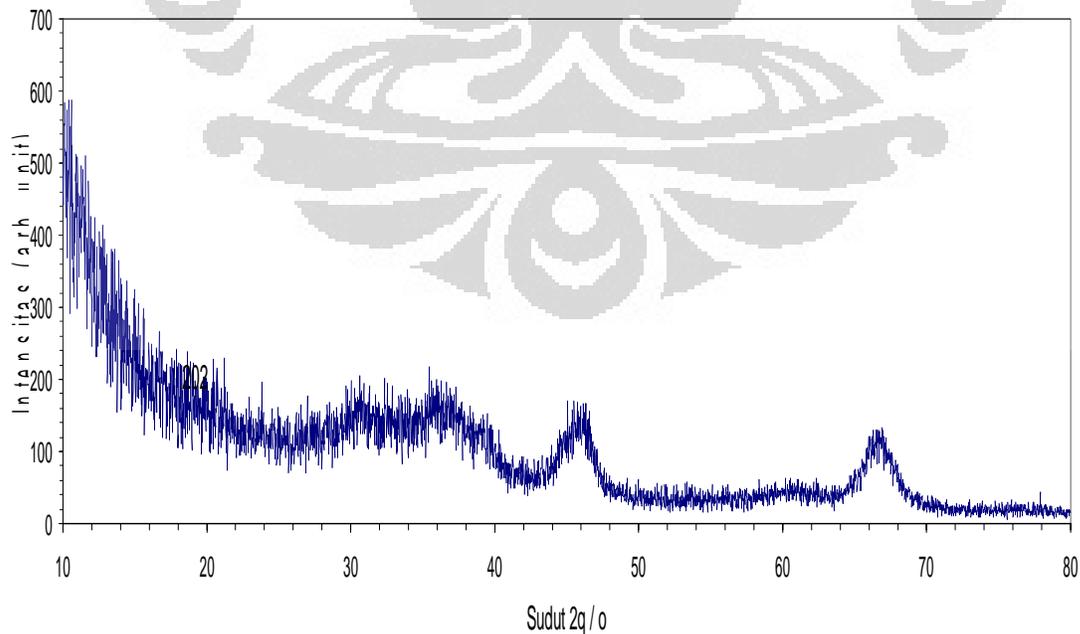


Lampiran 4

Data Difraksi Sinar-X Katalis 10% K_2CO_3/Al_2O_3

*SampleId ent,G-Al2O3 KCO3 (10%)/
 ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR -
 *Title1,B PTBIN,/
 *DiffType e,PW1710,/
 *DiffNum ber,1,/
 *Anode,Cu ,/
 *LabdaAlp ha1, 1.54060,/
 *LabdaAlp ha2, 1.54439,/
 *RatioAlp ha21, 0.50000,/
 *Divergen ceSlit, Automatic, 12,/
 *Receivin gSlit, 0.2,/
 *Monochro matorUsed, YES ,/
 *Generato rVoltage, 40,/
 *TubeCurr ent, 20,/
 *FileDate Time, 27-Jul-2007 6:24,/
 *DataAngl eRange, 10.0100, 79.9900,/
 *ScanStep Size, 0.020,/
 *ScanType ,CONTINUOUS,/
 *ScanStep Time, 1.00,/
 *ScanStep

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	36,5087	2,45917	53,28
2	46,185	1,96396	73,47
3	66,4516	1,40581	100

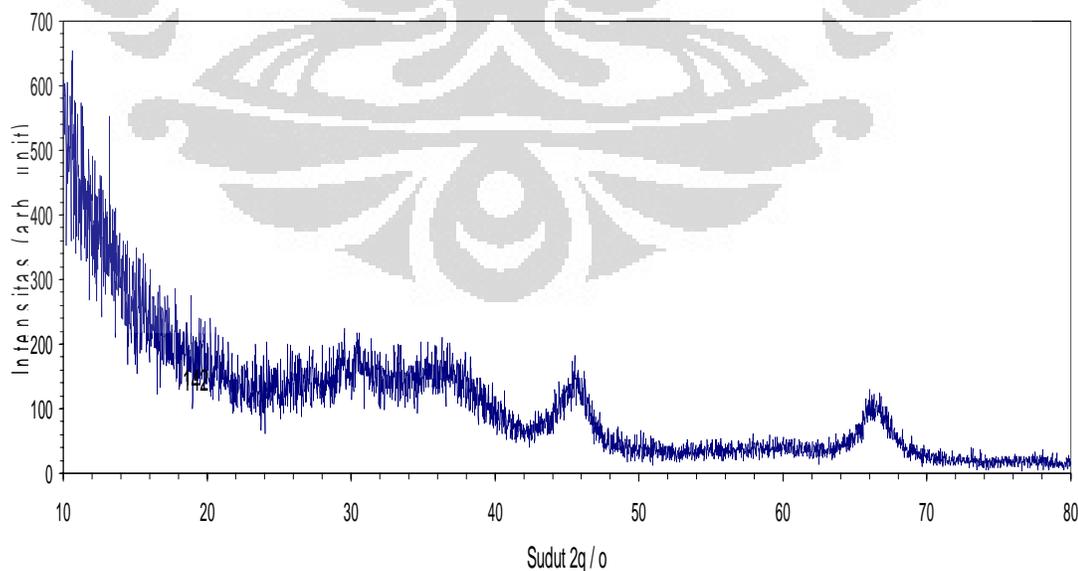


Lampiran 5

Data Difraksi Sinar-X Katalis 15% K_2CO_3/Al_2O_3

*SampleID ent,G-Al2O3 KCO3 (15%),/
 *Title1,B ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/
 *DiffrType e,PW1710,/
 *DiffrNumber,1,/
 *Anode,Cu ,/
 *LabdaAlp ha1, 1.54060,/
 *LabdaAlp ha2, 1.54439,/
 *RatioAlp ha21, 0.50000,/
 *DivergenceSlit, Automatic, 12,/
 *ReceivingSlit, 0.2,/
 *MonochromatorUsed, YES, /
 *GeneratorVoltage, 40,/
 *TubeCurrent, 20,/
 *FileDate Time, 27-Jul-2007 7:25,/
 *DataAngleRange, 10.0100, 79.9900,/
 *ScanStepSize, 0.020,/
 *ScanType ,CONTINUOUS,/
 *ScanStepTime, 1.00, /

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	30,2429	2,95286	47,66
2	37,4519	2,39937	56,32
3	45,7584	1,98128	82,99
4	60,4335	1,53058	14,73
5	66,2383	1,40982	100



Lampiran 6

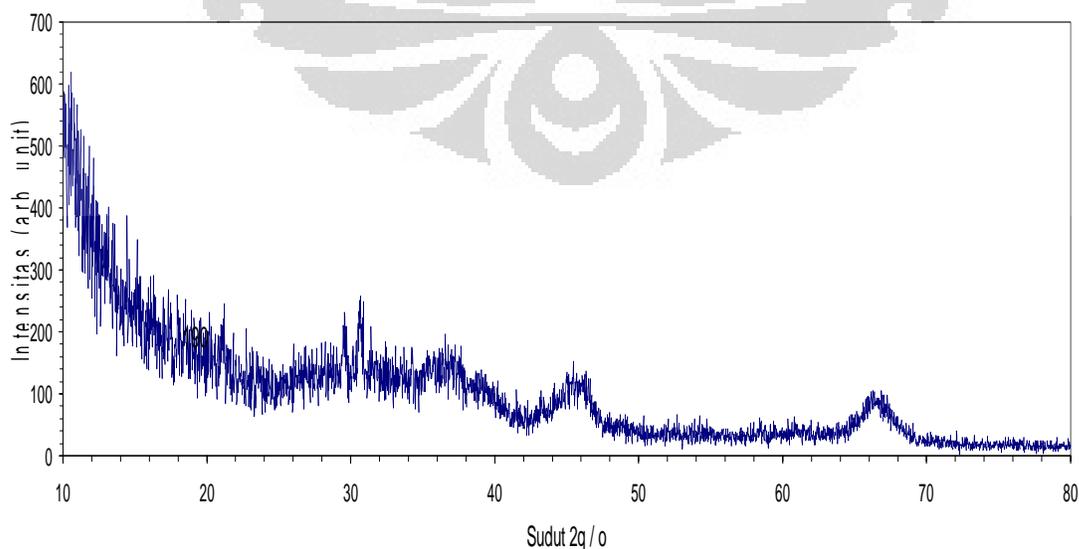
Data Difraksi Sinar-X Katalis 20% K_2CO_3/Al_2O_3

```

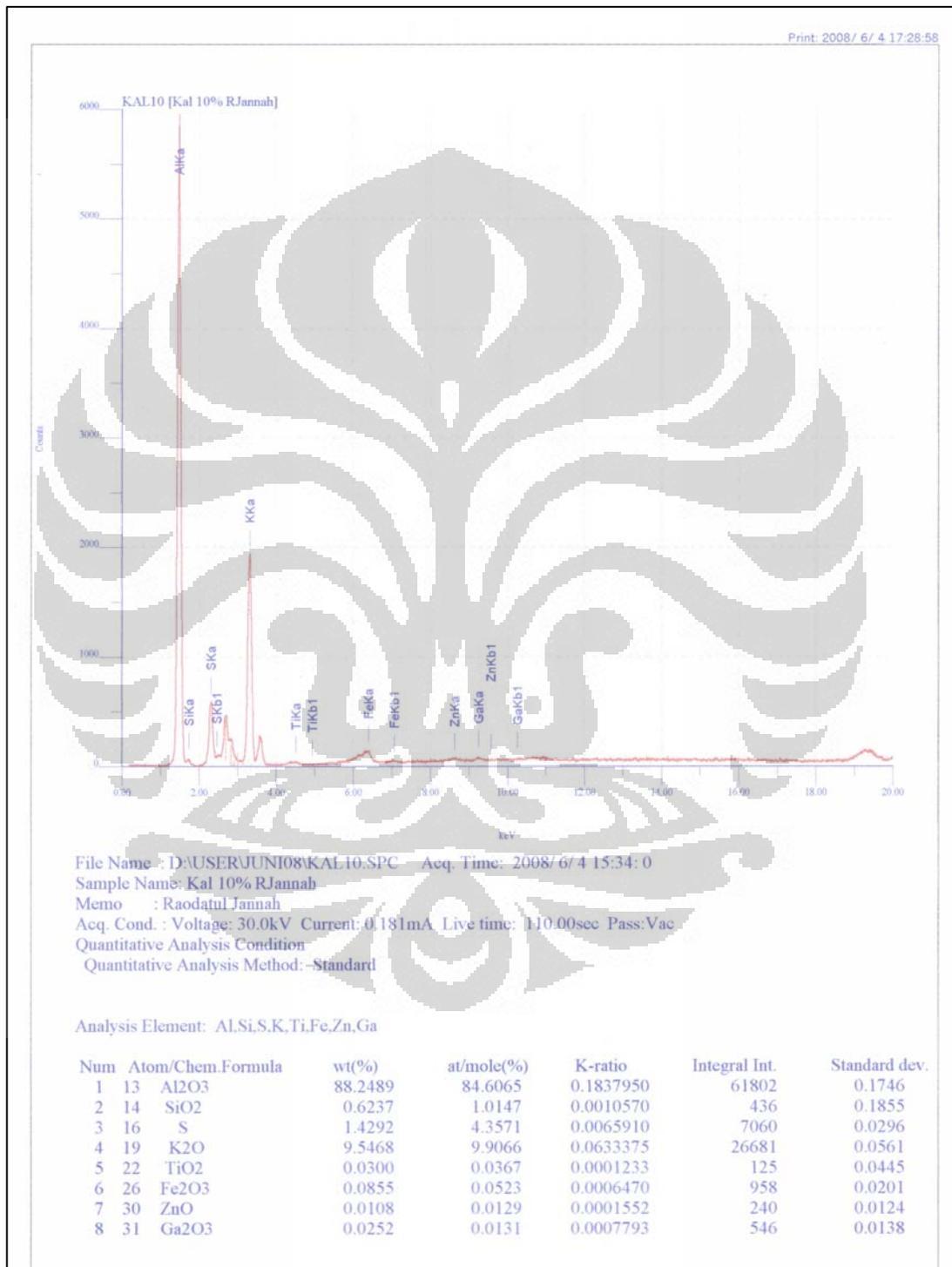
*SampleId      ent,G-Al2O3 KCO3 (20%),/
*Title1,B      ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/
*DiffType      e,PW1710,/
*DiffNum       ber,1,/
*Anode,Cu      ,/
*LabdaAlp     ha1, 1.54060,/
*LabdaAlp     ha2, 1.54439,/
*RatioAlp     ha21, 0.50000,/
*Divergen     ceSlit,Automatic, 12,/
*Receivin     gSlit,0.2,/
*Monochro     matorUsed,YES ,/
*Generato     rVoltage, 40,/
*TubeCurr     ent, 20,/
*FileDate     Time,27-Jul-2007 8:26,/
*DataAngl     eRange, 10.0100, 79.9900,/
*ScanStep     Size, 0.020,/
*ScanType     ,CONTINUOUS,/
*ScanStep     Time, 1.00,/

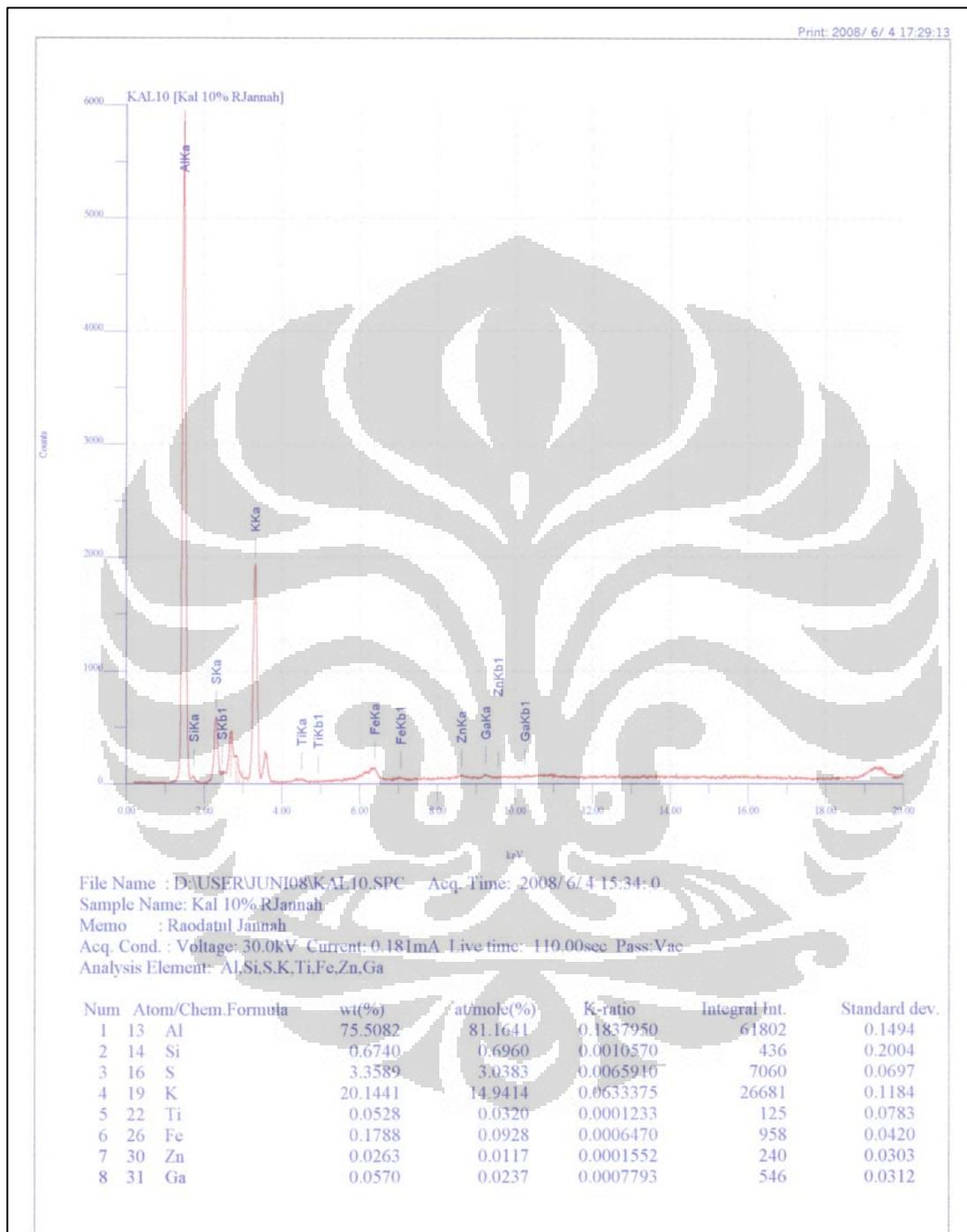
```

No.	Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	21,1687	4,19711	26,7
2	29,5632	3,02168	70,83
3	30,6621	2,91585	100
4	37,1183	2,42217	63,21
5	39,2698	2,29428	42,47
6	45,2106	2,00566	62,18
7	46,314	1,96042	60,39
8	58,4749	1,5784	20,21
9	66,3083	1,4085	91,58

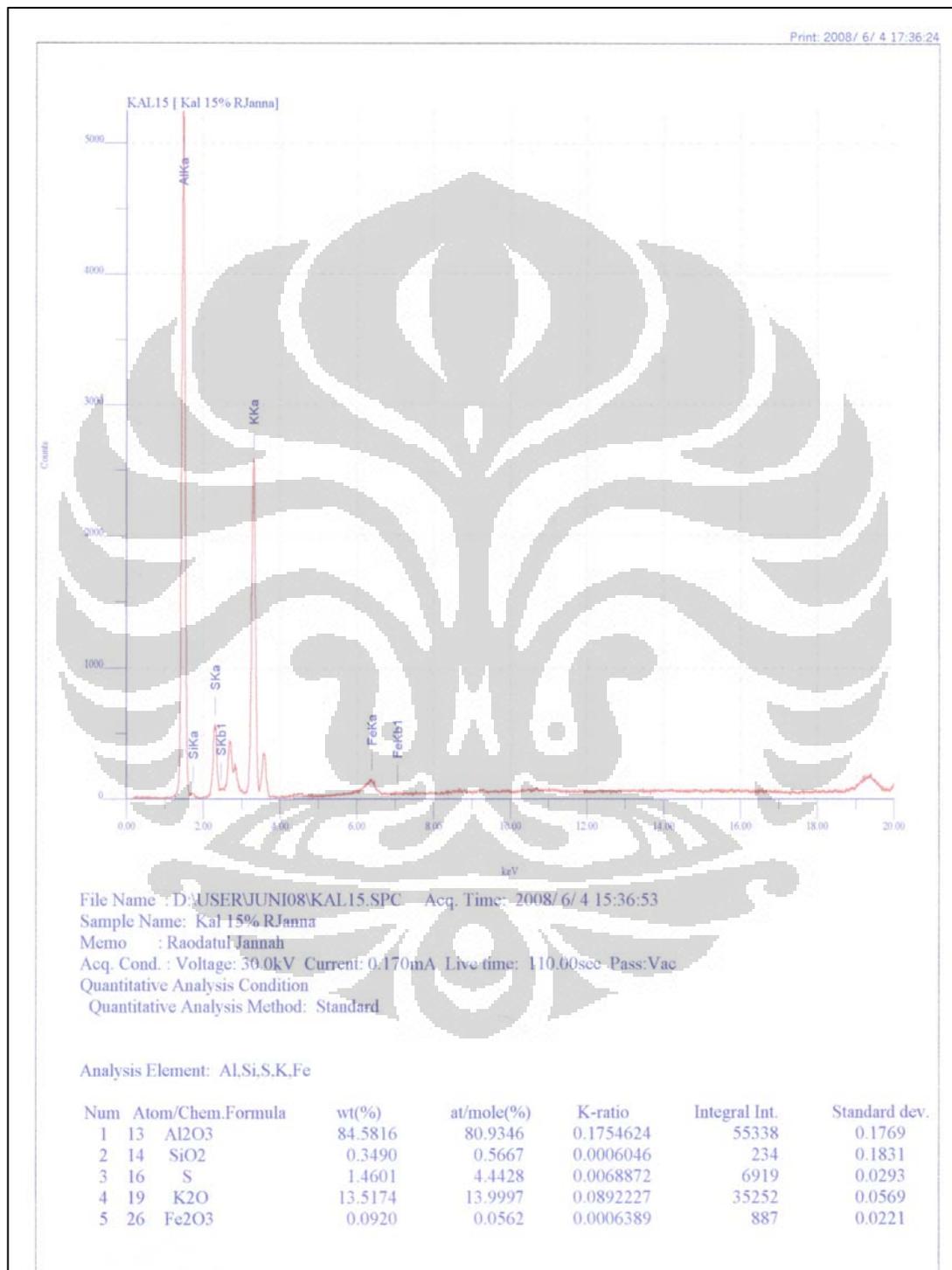


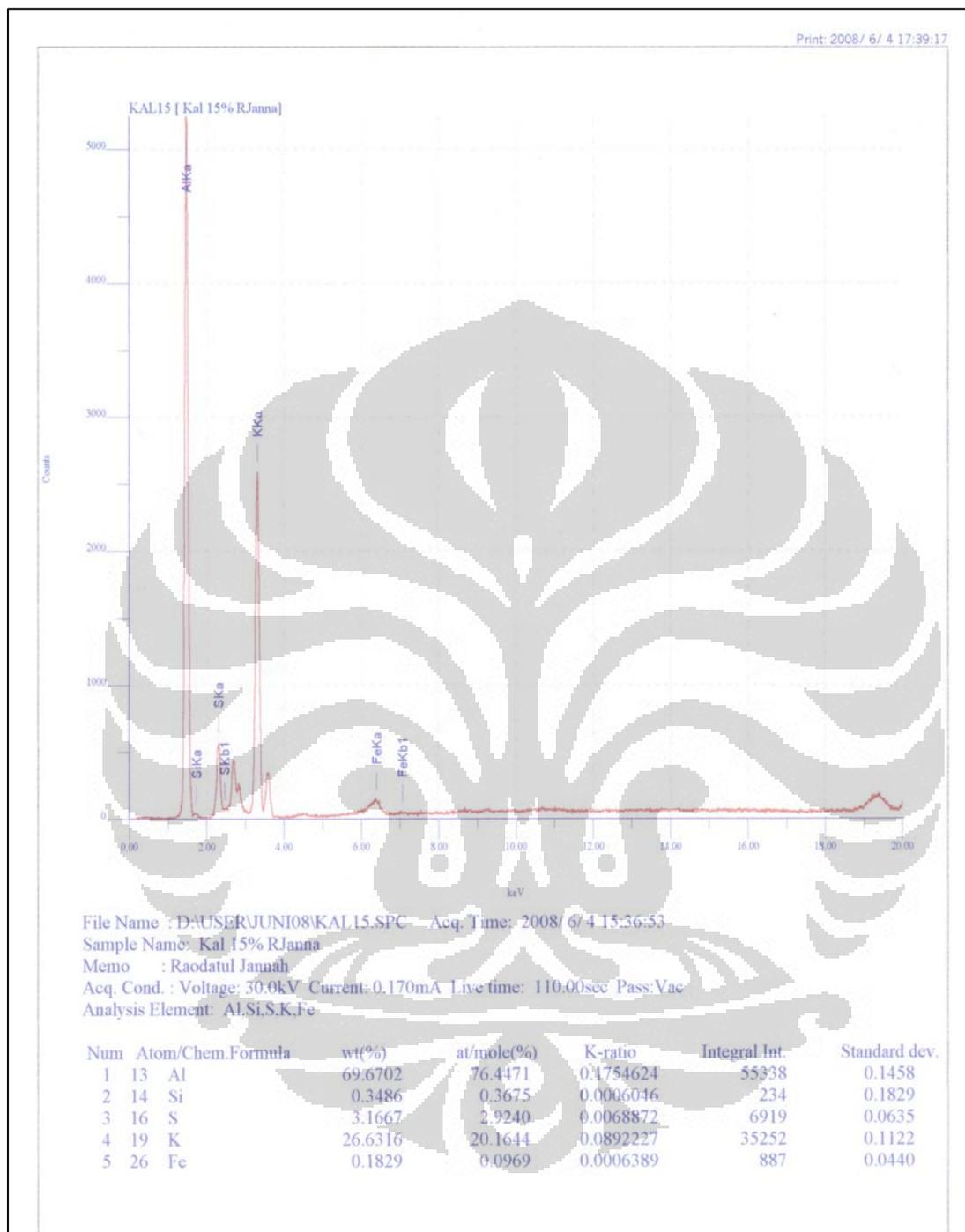
Lampiran 7

Data XRF Katalis 10% K_2CO_3/Al_2O_3 

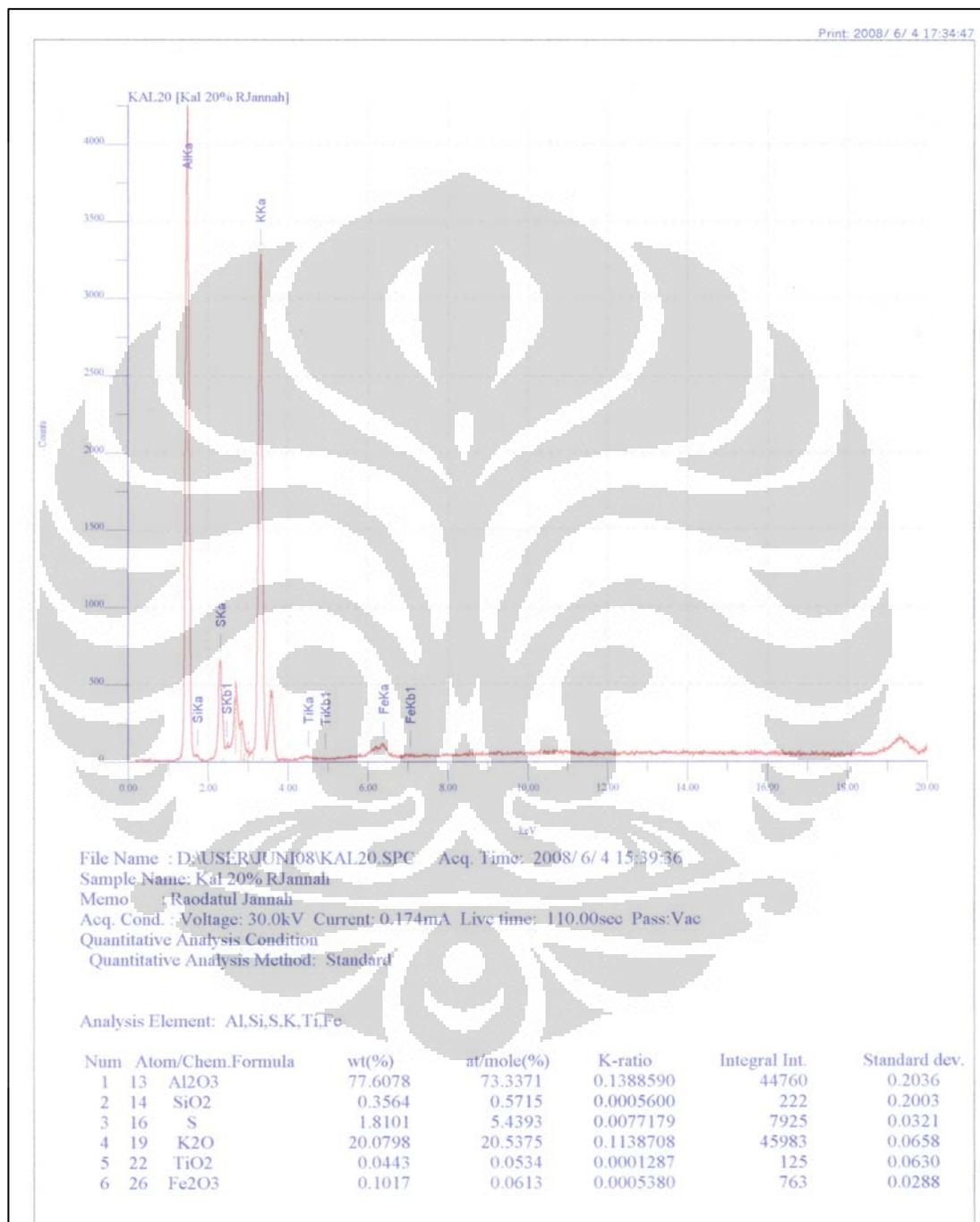


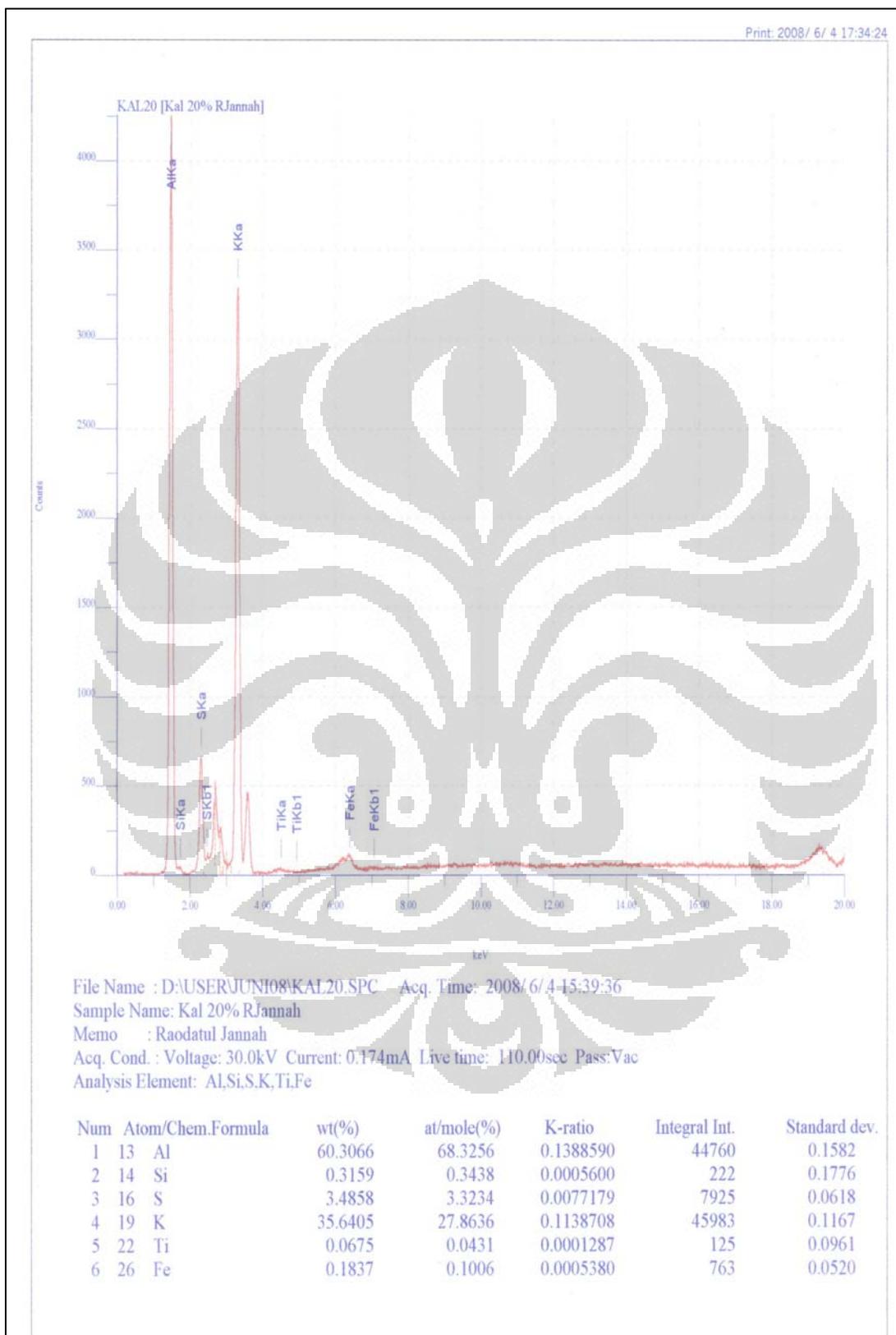
Lampiran 8

Data XRF Katalis 15% K_2CO_3/Al_2O_3 

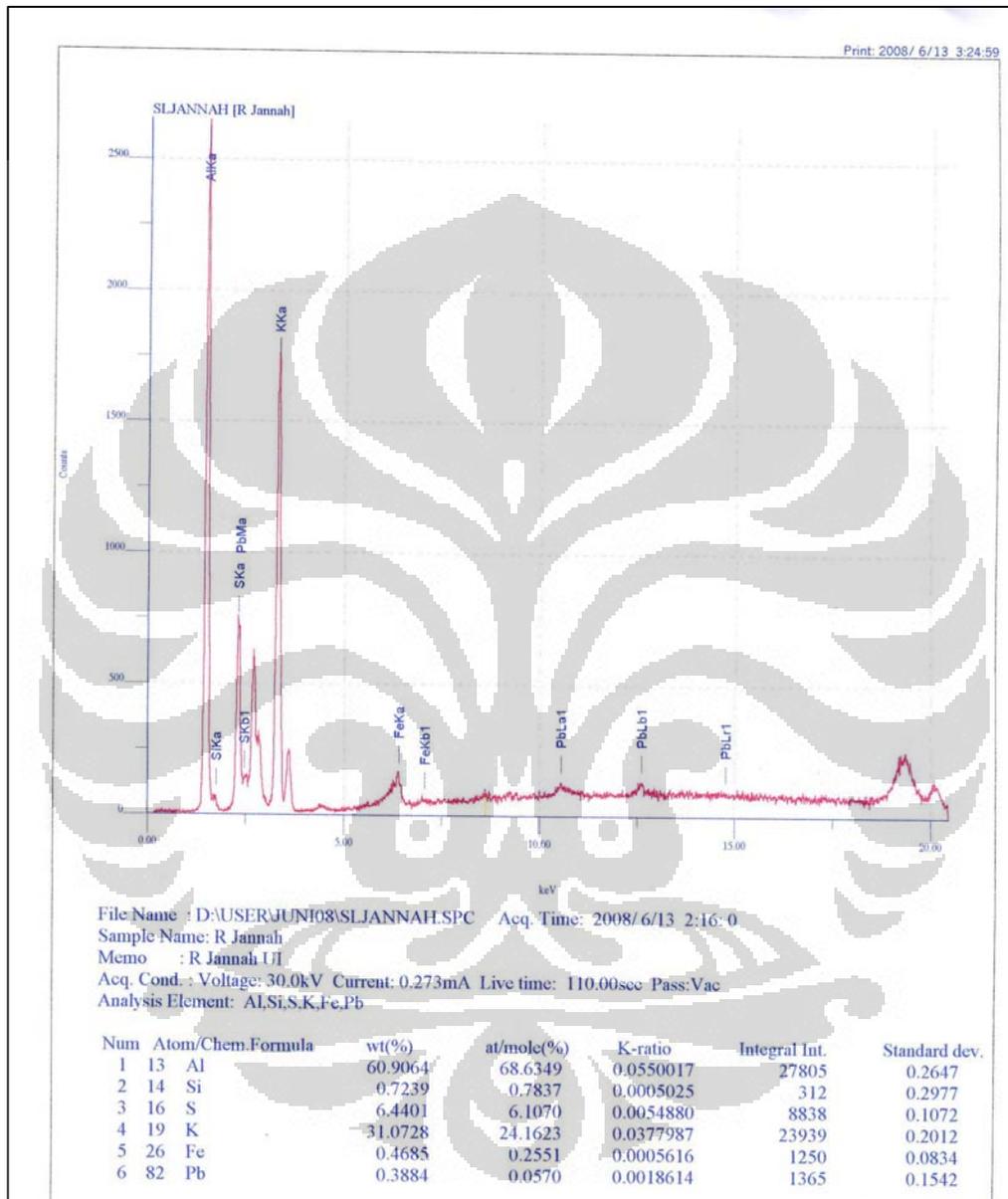


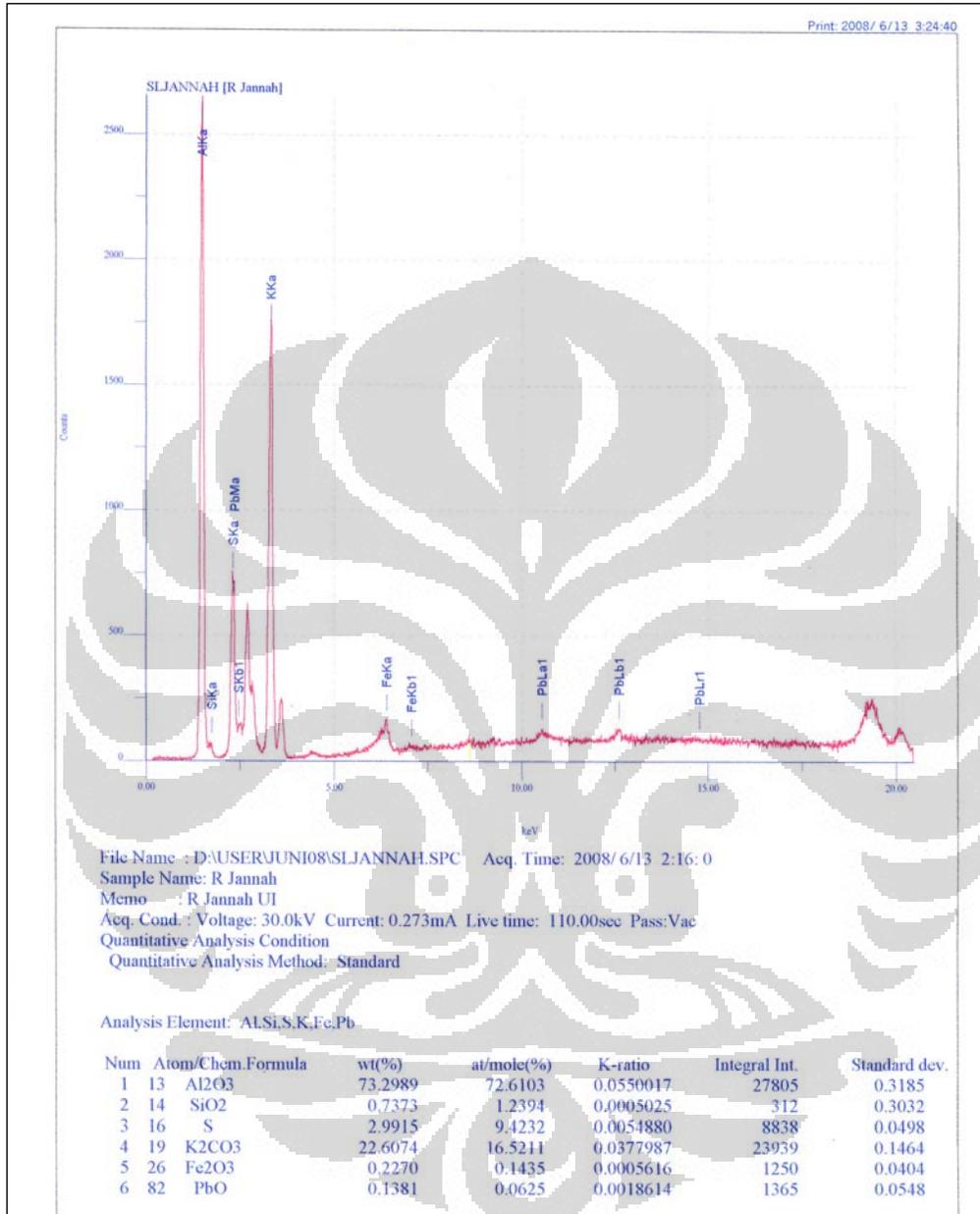
Lampiran 9

Data XRF Katalis 20% K_2CO_3/Al_2O_3 sebelum reaksi



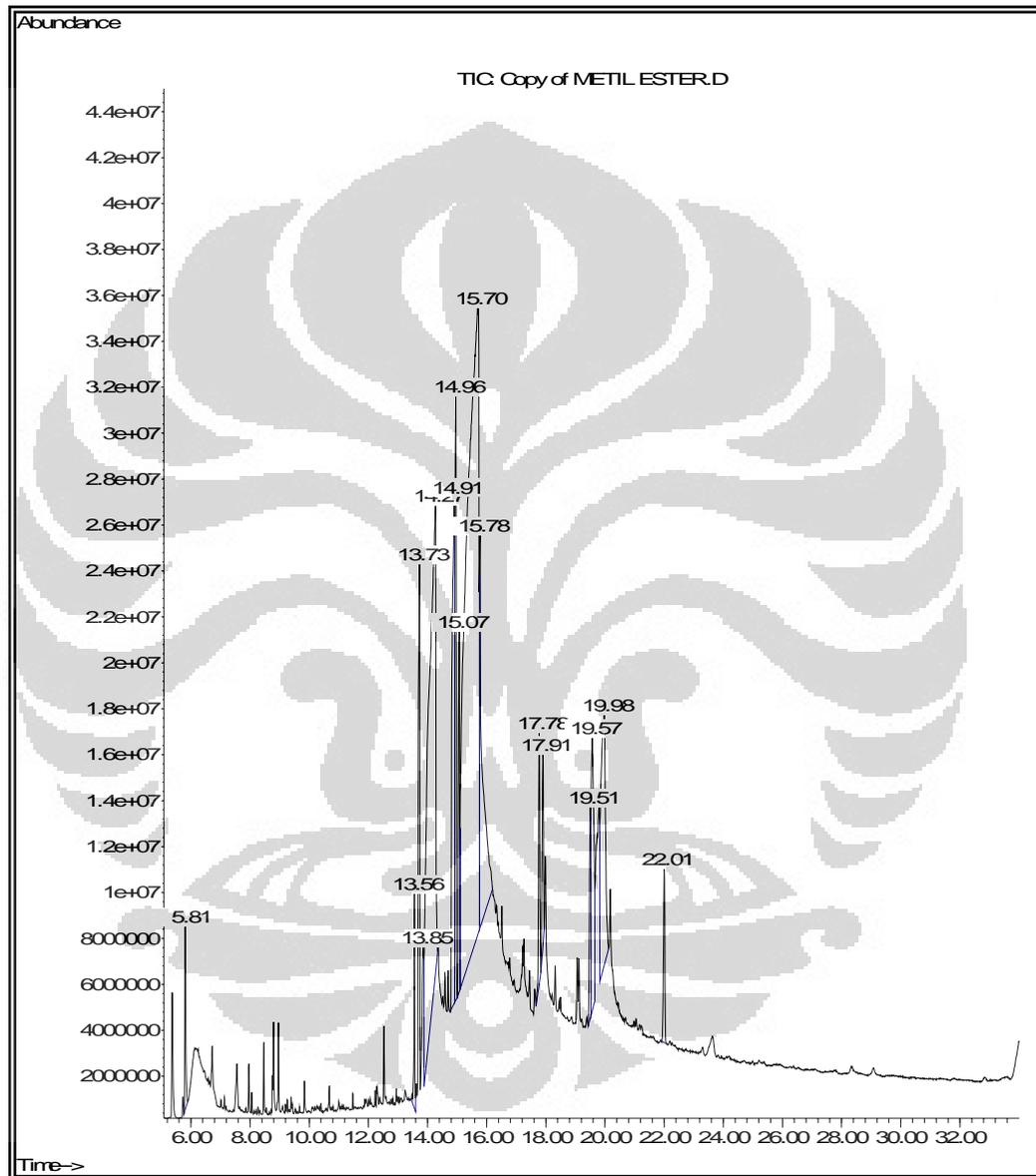
Lampiran 10

Data XRF Katalis 20% K_2CO_3/Al_2O_3 setelah reaksi

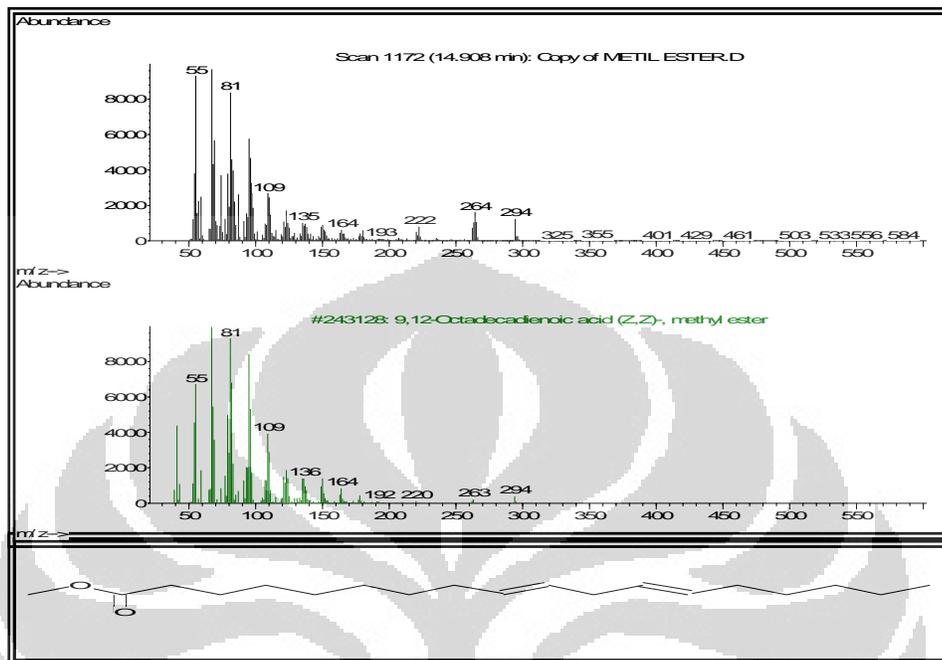


Lampiran 11

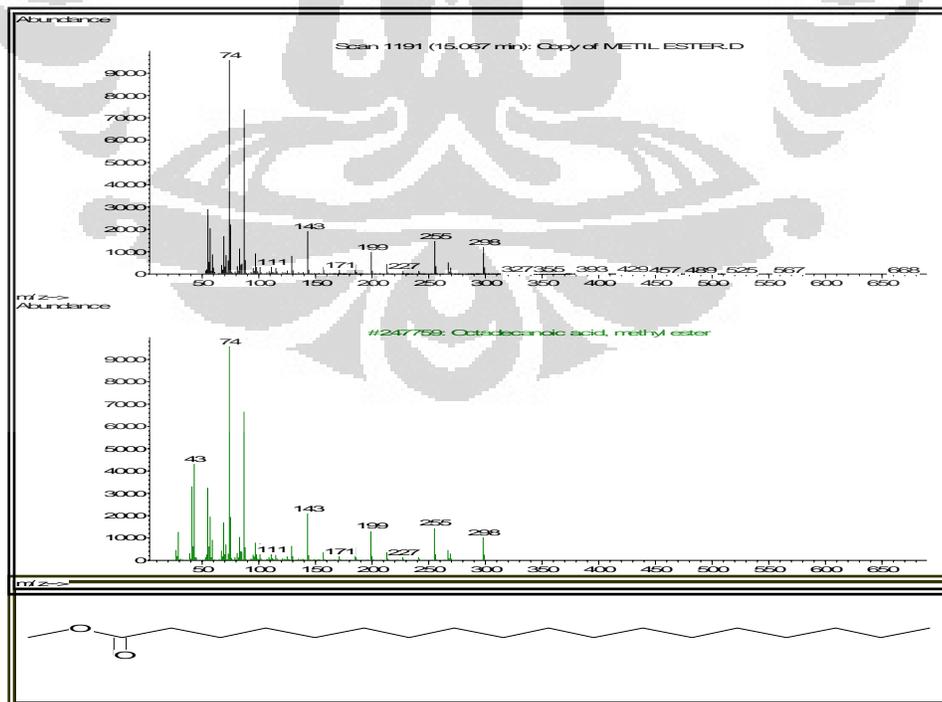
Kromatogram GC-MS Metil Ester dari Minyak Jarak



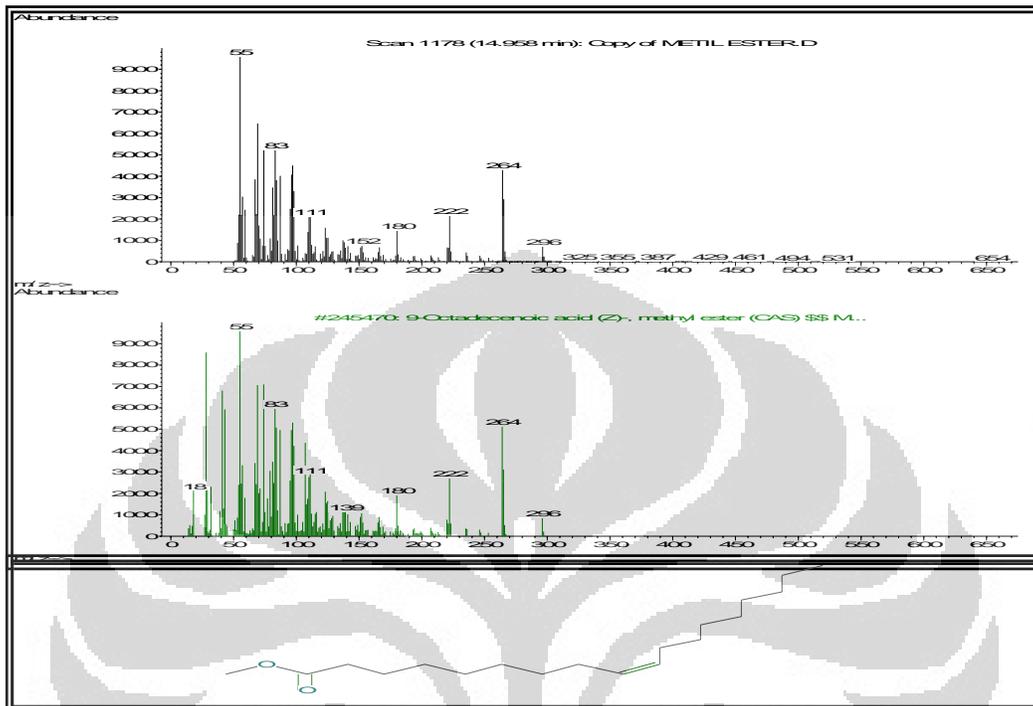
Spektrum Massa Metil 9,12-Oktadekadienoat



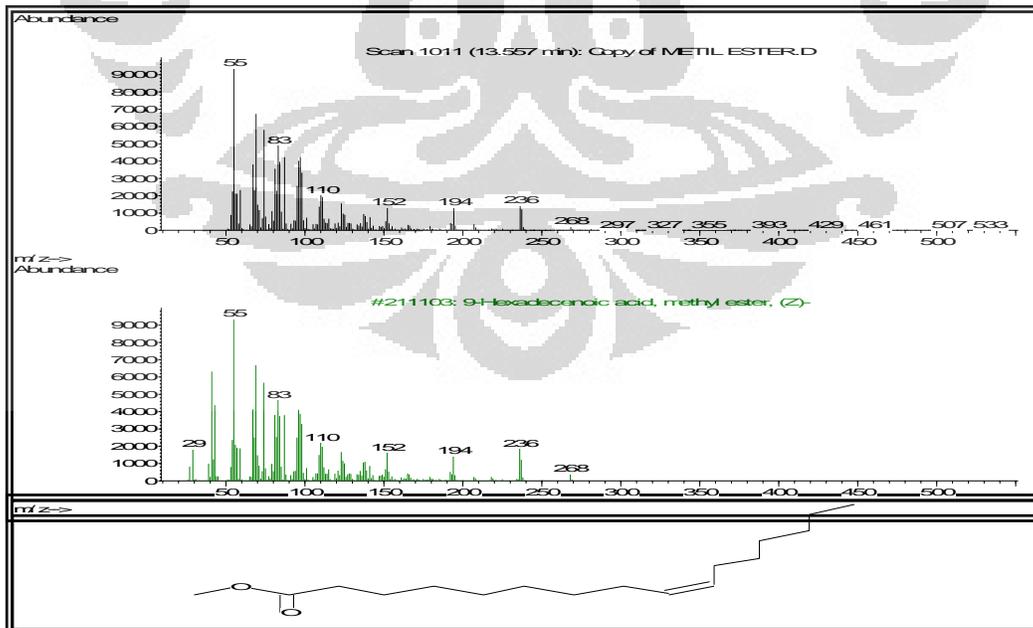
Spektrum Massa Metil Oktadekanoat (Metil Stearat)



Spektrum Massa Metil 9-Oktadekenoat (Metil Oleat)



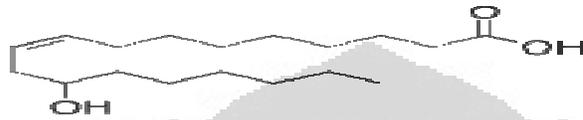
Spektrum Massa Metil 9-Heksadekenoat



Lampiran 13

Struktur Beberapa Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak

1. Asam risinoleat



2. Asam Stearat



3. Asam Palmitat



4. Asam Oleat



5. Asam Linoleat

