

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS ZnO-Fe MELALUI  
METODE KOPRESIPITASI SERTA APLIKASI DALAM  
PEMBUATAN BIODIESEL**

**SKRIPSI**

*Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Mata Kuliah Tugas Akhir2*



**Oleh:**

**EKO WIDODO  
1301808/2013**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
2018**

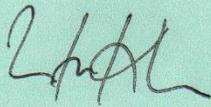
**PERSETUJUAN SKRIPSI**

**Sintesis dan Karakterisasi Katalis ZnO-Fe Melalui Metode Kopresipitasi serta Aplikasi pada Pembuatan Biodiesel**

**Nama : Eko Widodo**  
**Nim : 1301808**  
**Program Studi : Kimia**  
**Jurusan : Kimia**  
**Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

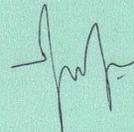
Padang, Februari 2018

Dosen Pembimbing I,



Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D  
NIP. 19770311 200312 1 001

Dosen Pembimbing II,



Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si  
NIP. 19840914 200812 2 004

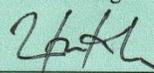
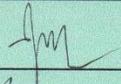
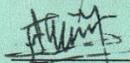
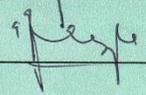
**HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI**

*Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi  
Program Studi Kimia Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang*

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Katalis ZnO-Fe Melalui Metode  
Kopresipitasi serta Aplikasi pada Pembuatan Biodiesel  
Nama : Eko Widodo  
TM/NIM : 2013/1301808  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

**Tim Penguji**

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	
2. Sekretaris : Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si	
3. Anggota : Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si	
4. Anggota : Drs. Bahrizal, M.Si	
5. Anggota : Edi Nasra, S.Si, M.Si	

### SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Eko Widodo  
TM/NIM : 2013/1301808  
Tempat/Tanggal Lahir : Sarolangun/16 Agustus 1995  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : MIPA  
Alamat : Perumnas, Jl. Tambir Jaya, Kab.Sarolangun, Jambi  
No.HP/Telepon : 081261792618  
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Katalis ZnO-Fe Melalui Metode Kopersipitasi serta Aplikasi pada Pembuatan Biodiesel

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangan **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi..

Padang, Februari 2018  
Yang membuat pernyataan,

  
Eko Widodo  
NIM : 1301808

## ABSTRAK

### **Eko Widodo : Sintesis dan Karakterisasi Katalis ZnO-Fe Melalui Metode Kopresipitasi Serta Aplikasi dalam Pembuatan Biodiesel**

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis dan karakterisasi ZnO-Fe melalui metode kopresipitasi serta aplikasi dalam pembuatan biodiesel. Katalis ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan bahwa ikatan Zn-O berada pada 455,03 – 484,25 cm<sup>-1</sup> dan Zn-O-Fe berada pada 541,91 – 551,16 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan munculnya puncak khas ZnO yang membuktikan bahwa katalis memiliki bentuk kristal *hexagonal wurtzite* dan dari data ukuran partikel yang diperoleh terbukti bahwa ukuran partikel menurun setelah didoping. Aplikasi katalis ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> pada reaksi transesterifikasi antara minyak sawit dan metanol pada perbandingan mol 6 : 1, dengan suhu reaksi 60-65°C menghasilkan biodiesel dengan densitas ± 0,877 gr/mL dan viskositas ± 0,567 mL/s pada suhu kamar serta titik didih ± 262°C.

**Kata Kunci** : Biodiesel, Transesterifikasi, ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup>, *Hexagonal wurtzite*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, penulis mengucapkan puji dan syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan kesabaran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Katalis ZnO-Fe Melalui Metode Kopresipitasi serta Aplikasi dalam Pembuatan Biodiesel”**. Shalawat dan salam untuk nabi tauladan kita, Muhammad SAW yang telah memberikan tauladan dalam setiap aktivitas yang kita lalui.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku pembimbing I.
2. Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si selaku pembimbing II.
3. Ibu Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si, Bapak Drs. Bahrizal, M.Si, dan Bapak Edi Nasra, M.Si selaku Dosen pembahas/penguji
4. Bapak Dr.rer.nat. Jon Efendi, M.Si selaku Dosen Penasehat Akademik..
5. Bapak Dr. Mawardy, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
6. Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Universitas Negeri Padang.
7. Bapak / Ibu Staf Pengajar Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
8. Bapak / Ibu PLP Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

9. Kedua orang tua (Bapak dan Ibu) penulis dan keluarga.

10. Teman-teman Kimia Angkatan Tahun 2013

Semoga dorongan, arahan, bimbingan, motivasi dan bantuan yang diberikan kepada penulis dibalas oleh Allah SWT dengan kebaikan, berupa pahala yang berlipat ganda dari Allah SWT.

Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, Februari 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	ii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	iv
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	vi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	viii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah.....	5
1.3 Batasan Masalah .....	5
1.4 Rumusan Masalah .....	6
1.5 Tujuan Penelitian .....	6
1.6 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	7
2.1 Katalis .....	7
2.1.1 Definisi Katalis.....	7
2.1.2 Pengelompokan Katalis.....	8
2.2 Penggunaan ZnO Sebagai Katalis.....	10
2.3 Modifikasi ZnO Melalui Pendopingan .....	12
2.4 Metode Kopresipitasi .....	13
2.5 Biodiesel .....	15
2.5 XRD .....	20
2.6 FTIR.....	22
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	25
3.1 Waktu dan Tempat.....	25
3.2 Variabel Penelitian.....	25
3.3 Alat dan Bahan.....	25

3.4 Prosedur Kerja .....	27
3.4.1 Sintesis ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	27
3.4.2 Karakterisasi Sampel.....	27
3.4.3 Uji Katalitik Katalis pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Sawit ...	28
3.4.4 Analisis dan Karakterisasi Sifat Fisika Biodiesel.....	29
3.4.5 Design Penelitian.....	30
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>31</b>
4.1 Sifat Psiko-Kimia ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	31
4.1.1 Spektra FTIR dari seri ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	31
4.1.2 Analisis Struktur Kristal ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	36
4.2 Uji Katalitik Katalis pada Pembuatan Biodiesel.....	39
4.3 Uji Sifat Fisika Biodiesel .....	40
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran.....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>45</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>49</b>

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
2.1 Sifat Fisik ZnO.....	10
2.2 Penelitian yang Berkaitan dengan Sintesis Katalis ZnO.....	13
2.3 Uji Katalitik Katalis ZnO pada Pembuatan Biodiesel.....	13
2.4 Karakteristik Sifat Fisik Minyak Kelapa Sawit (Bimoli).....	17
2.5 Parameter Biodiesel di Indonesia dari Dirjen Migas .....	17
4.1 Analisis data FTIR sampel ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	33
4.2 Beberapa vibrasi berdasarkan literatur.....	34
4.3 Analisis data XRD sampel ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	38
4.4 Data nilai densitas, viskositas, titik didih minyak bimoli dan produk biodiesel.	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Kurva Hubungan Katalis dengan Energi Aktivasi .....	8
2.2 Struktur Kristal ZnO .....	11
2.3 Model Kristal ZnO .....	12
2.4 Reaksi Transesterifikasi .....	18
2.5 Difraksi Sinar-X pada Suatu Kristal .....	21
2.6 Distribusi Pola XRD ZnO Murni .....	21
2.7 Spektra FTIR ZnO .....	23
3.1 Peralatan untuk Pembuatan Biodiesel.....	26
4.1 Spektra FTIR komposit ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	32
4.2 Spektra XRD komposit ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	36
4.3 Produk Biodiesel .....	40

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Sintesis ZnO <i>undoped</i> dan <i>doped</i> Fe <sup>2+</sup> .....	49
2. Uji Katalitik Katalis pada Pembuatan Biodiesel .....	50
3. Analisa Massa Jenis Biodiesel .....	51
4. Analisa Viskositas Biodiesel.....	52
5. Analisa Titik didih Biodiesel .....	53
6. Perhitungan Massa ZnCl <sub>2</sub> yang dibutuhkan untuk membuat Larutan ZnCl <sub>2</sub> .....	54
7. Perhitungan Penambahan Dopan Ion Fe <sup>2+</sup> .....	55
8. Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH.....	57
9. Perhitungan Ukuran Partikel .....	58
10. Perhitungan Volume Pereaksi untuk Reaksi Transesterifikasi .....	64
11. Perhitungan Densitas dan Viskositas produk Biodiesel.....	65
12. Dokumentasi Hasil Penelitian .....	66

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Cadangan sumber minyak bumi nasional semakin menipis, sementara konsumsi energi di Indonesia semakin meningkat. Bila tidak diwaspadai, dalam jangka waktu yang tidak terlalu lama Indonesia akan menjadi negara pengimpor minyak. Hingga saat ini Indonesia masih sangat bergantung pada bahan bakar berbasis fosil sebagai sumber energi. Salah satu upaya untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi dan memenuhi persyaratan lingkungan global, adalah dengan pengembangan bahan bakar alternatif ramah lingkungan seperti Biodiesel. (Rachmaniah, O., A. Baidawi dan I. Latif. 2012, Pravitasari, 2009).

Biodiesel adalah sumber energi terbaru yang dapat menggantikan peran dari minyak bumi walaupun tidak secara keseluruhannya. Bahan bakar biodiesel dapat dibuat dari asam lemak bebas yang berasal dari tumbuhan atau dari hewan yang di reaksikan dengan Metanol (proses transesterifikasi) sehingga diperoleh senyawa metil ester yang dikenal sebagai biodiesel. Biodiesel umumnya dihasilkan dari minyak yang berasal dari tumbuhan (minyak nabati). Tumbuhan yang potensial sebagai sumber minyak nabati dapat berasal dari kacang kedelai, kelapa, kelapa sawit, padi, jagung, jarak, papaya dan banyak lagi (Mardia *et.al.*, 2006). Tumbuhan kelapa sawit dapat hidup dan berproduksi hingga 25 tahun serta tahan terhadap perubahan cuaca. Oleh karena itu, minyak sawit dapat menjadi salah satu bahan baku alternatif yang sangat potensial untuk membuat biodiesel. (S, Tuti Indah, *et.al.*, 2011).

Proses pembuatan biodiesel umumnya dilakukan dengan penambahan suatu zat yang bersifat sebagai katalis. Katalis yang umum digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah katalis homogen seperti NaOH dan KOH (Firdaus, Lukman Hakim, *et.al.*, 2013, Padil, *et.al.*, 2010). Namun, penggunaan katalis homogen dari NaOH atau KOH menghasilkan sejumlah air yang terbentuk karena reaksi antara hidroksida dan alkohol. Adanya air ini akan mendorong terjadinya reaksi hidrolisis ester oleh air (reaksi saponifikasi) yang menghasilkan sabun (Istadi, 2011). Sedangkan untuk katalis enzim, relatif mahal dan hanya bisa bereaksi dengan alkohol rantai pendek serta mudah terdenaturasi (Dekhoda *et.al.*, 2010, Lou *et.al.*, 2008).

Penggunaan katalis homogen dapat menghasilkan konversi minyak menjadi biodiesel dengan persentase yang tinggi. Namun untuk memisahkan antara metil ester dan gliserol yang terbentuk memerlukan proses yang lebih lanjut dan cukup sulit serta menghasilkan limbah pencucian dalam jumlah yang besar. Hal ini disebabkan karena terdapatnya kandungan air dalam ester hasil produksi juga karena katalis dan hasil reaksi sama-sama berada dalam fasa cair. Oleh sebab itu, untuk mencegah masalah pemisahan tersebut, digunakanlah katalis heterogen karena pemisahan katalis dengan produk akan lebih mudah karena katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda. (Apriliani, 2007).

Katalis heterogen yang berbasis material oksida sangat banyak diaplikasikan karena material oksida lebih aman, murah, mudah dipisahkan, non korosif, *reusable* dan ketersediaan bahan bakunya melimpah di Indonesia. Oksida logam yang umum digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel adalah CaO, MgO dan ZnO. Namun demikian terdapat beberapa kelemahan CaO seperti mudah mengadsorpsi air dan CO<sub>2</sub> sehingga menutupi pusat aktifnya. Selain itu, CaO mudah bereaksi dengan metanol

membentuk produk metanolisis seperti saponifikasi gliserida dan penetralan asam lemak bebas. Penggunaan MgO sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel juga mempunyai kelemahan yang hampir sama dengan CaO karena juga menyerap air dan CO<sub>2</sub> selain itu MgO juga mempunyai basa yang paling rendah sehingga perlu ditingkatkan dengan penambahan logam lain. (Boey *et.al.*, 2011, Dekhoda *et.al.*, 2010).

ZnO sendiri mempunyai sifat yang lebih unggul seperti struktur hexagonal wurtzite yang stabil pada suhu kamar dan tekanan. ZnO dapat digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel disebabkan ZnO bersifat sebagai asam dan basa lewis sekaligus dimana Zn<sup>2+</sup> bertindak sebagai asam lewis sedangkan O<sup>2-</sup> sebagai basa lewis. Namun demikian ZnO dalam keadaan murni mempunyai ukuran partikel yang besar dan luas permukaan yang rendah.

ZnO dalam struktur nano dilaporkan mempunyai aktifitas yang tinggi dalam pembuatan biodiesel. Salah satu upaya untuk menghasilkan ZnO dengan ukuran partikel lebih kecil adalah dengan melakukan doping (M.Ba-Abbad, *et.al.*, 2013). *Doping* adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menambahkan sejumlah kecil ion pengotor (*dopan*) ke dalam struktur kristal oksida logam. (Hutabarat, 2012).

Salah satu dopan yang potensial untuk menghasilkan ZnO dengan ukuran lebih kecil adalah dopan dari ion Fe. Ion Fe yang digunakan dalam penelitian ini adalah berasal dari garam FeCl<sub>2</sub>. Ion Fe<sup>2+</sup> diharapkan mampu meningkatkan luas permukaan sisi aktif (*aktive site*) ZnO, karena ion Fe<sup>2+</sup> memiliki jari-jari ion (0.077 nm) yang lebih kecil dari jari-jari ion Zn<sup>2+</sup> (0.083 nm) (M. Muneer Ba-Abbad, *et.al.*, 2013).

Beberapa metoda penambahan dopan telah dilaporkan seperti kopresipitasi, sol-gel, solid state dan impregnasi. Metode kopresipitasi adalah metode yang menjanjikan

karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Produk dari metode ini memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen daripada metoda *solid state* dan ukuran partikel yang lebih besar dari pada metoda sol-gel. (Benny, 2011, Ningsih S.K.W, 2016).

Sintesis katalis ZnO doped Fe menggunakan metode kopresipitasi telah dilaporkan (Baskar, G. dan Soumiya, S., 2016), menggunakan prekursor  $ZnSO_4$  dan  $FeSO_4$  yang dilarutkan bersama dalam pelarut aquades (larutan A), dan larutan NaOH 0.5M (larutan B). Katalis yang diperoleh diuji pada reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol, melalui tahap 50 menit pemanasan pada suhu  $55^{\circ}C$  dengan persen katalis terhadap minyak jarak yaitu 14% dan perbandingan metanol terhadap minyak yaitu 12:1 sehingga dihasilkan biodiesel dengan Yield 91%.

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis ZnO doped Fe dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor  $ZnCl_2$  dan dopan  $FeCl_2$ . ZnO doped Fe yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD serta diaplikasikan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel. Biodiesel yang dihasilkan dianalisis sifat psiko-kimianya.

## 1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Bahan bakar yang berasal dari fosil tidak dapat diperbaharui sehingga ketersediaannya semakin berkurang, maka dibutuhkan bahan bakar alternatif yaitu biodiesel.
2. Produksi biodiesel pada umumnya menggunakan katalis homogen yang sulit dipisahkan antara produk dan katalis, sehingga biaya produksinya tinggi. Oleh sebab itu, sangat dibutuhkan katalis yang bersifat heterogen sehingga pemisahan katalis dengan produk lebih mudah dan biaya produksi lebih ekonomis.

## 1.3 Batasan Masalah

1. Katalis ZnO-Fe disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor ZnCl<sub>2</sub> dan dopan FeCl<sub>2</sub> (1, 4, 7 dan 10 % w/w) dan pelarut aquades serta NaOH 1M.
2. Karakterisasi sifat psikokimia katalis ZnO-Fe menggunakan FTIR dan XRD.
3. Katalis ZnO-Fe diaplikasikan pada pembuatan biodiesel dari minyak sawit yang dijual di pasaran (bimoli) dan pelarut metanol (rasio mol 1:6) pada suhu 60-65<sup>0</sup>C selama 2 jam.
4. Sifat fisika biodiesel yang diuji meliputi massa jenis, viskositas, dan titik didih.

#### 1.4 Rumusan Masalah

1. Bagaimana sifat psikokimia katalis ZnO-Fe yang disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor ZnCl<sub>2</sub> dengan variasi penambahan dopan (1, 4, 7 dan 10 % w/w) (FeCl<sub>2</sub>) dan pelarut aquades serta NaOH 1M ?
2. Bagaimana katakteristik sifat fisika produk biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit (bimoli) dengan metanol menggunakan katalis ZnO-Fe?

#### 1.5 Tujuan Penelitian

1. Mensintesis katalis ZnO-Fe dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor ZnCl<sub>2</sub> dan dopan FeCl<sub>2</sub> (1, 4, 7 dan 10 % w/w) dan pelarut aquades serta NaOH 1M.
2. Menentukan sifat psikokimia dari katalis ZnO-Fe yang telah disintesis.
3. Menguji sifat katalitik dari katalis ZnO-Fe pada reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel.
4. Menentukan karakteristik sifat fisika produk biodiesel yang dihasilkan.

#### 1.6 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi tentang sintesis katalis ZnO-Fe dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor ZnCl<sub>2</sub> dan dopan FeCl<sub>2</sub> (1, 4, 7 dan 10 % w/w) dan pelarut aquades serta NaOH 1M.
2. Memberikan informasi karakteristik sifat psikokimia dari katalis ZnO-Fe yang telah disintesis.
3. Menjadi sumber informasi yang dapat diaplikasikan dalam bidang industri dan penelitian selanjutnya.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

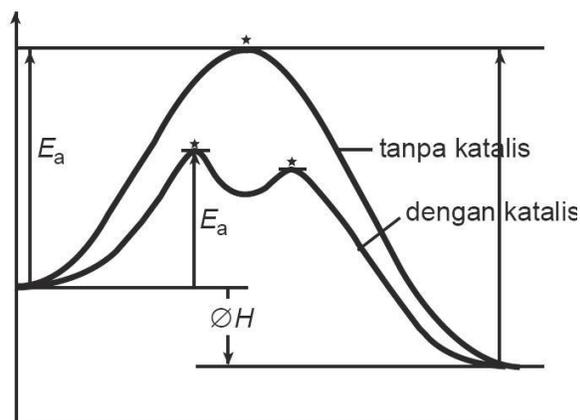
#### **2.1 Katalis**

##### **2.1.1 Definisi Katalis**

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat menyebabkan suatu reaksi berlangsung lebih cepat mencapai kesetimbangan kimianya. Katalis terlibat dalam proses reaksi, namun dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa bergabung dengan senyawa produk reaksi. Proses reaksi menggunakan katalis disebut reaksi katalisis (Atkins, P.W, 1997).

Katalis ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk menurunkan energi aktivasi ( $E_a$ ), sehingga pereaksi mudah mencapai kompleks teraktifkan untuk menghasilkan intermediet reaktif yang akan saling berinteraksi membentuk produk. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk (Atkins, P.W, 1997).

Suatu katalis efektif dalam meningkatkan kecepatan suatu reaksi karena katalis mampu membuat mekanisme alternatif, dimana tiap tahapan memiliki energi aktivasi lebih rendah dari pada reaksi tanpa ada katalis. Selain itu, katalis juga mampu memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan efektif antara molekul reaktan, karena molekul-molekul reaktan akan teradsorpsi pada permukaan aktif katalis sehingga kemungkinan terjadinya tumbukan antar molekul-molekul reaktan akan semakin besar. Hubungan antara katalis dengan energi aktivasi diperlihatkan pada gambar 2.1.



**Gambar 2.1** Kurva Hubungan Katalis Dengan Energi Aktivasi (silberberg, 2003)

Proses reaksi tanpa katalis digambarkan dengan satu kurva yang tinggi sedangkan dengan katalis menjadi kurva dengan dua puncak yang rendah sehingga energi aktivasi pada reaksi dengan katalis lebih rendah daripada energi aktivasi pada reaksi tanpa katalis. Berarti secara keseluruhan katalis dapat menurunkan energi aktivasi dengan cara mengubah jalannya reaksi atau mekanisme reaksi sehingga reaksi lebih cepat.

### 2.1.2 Pengelompokan Katalis

#### 1. Katalis Enzim

Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid, yang memiliki fasa berada diantara katalis homogen (bercampur) dan katalis heterogen (dapat dipisahkan). Reaksi transesterifikasi secara enzimatik mencegah terbentuknya sabun, reaksi terjadi pada pH netral, suhu reaksi yang lebih rendah, namun Penggunaan katalis enzim dalam reaksi transesterifikasi memiliki permasalahan yaitu selain harga enzim yang mahal juga adanya asam lemak bebas pada bahan baku yang bereaksi dengan alkohol rantai pendek

(seperti metanol dan etanol) menyebabkan enzim terdenaturasi. Gliserol sebagai salah satu produk reaksi, memberi efek negatif pada enzim yang digunakan (Lou, 2008).

## 2. 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, contoh katalis homogen diantaranya adalah NaOH dan KOH. Kelebihan katalis homogen diantaranya adalah aktivitas dan selektivitas yang tinggi serta mudah bereaksi dengan reaktan. Namun, penggunaan katalis homogen menghasilkan sejumlah air yang terbentuk karena reaksi antara hidroksida dan alkohol. Adanya air ini akan mendorong terjadinya reaksi hidrolisis ester oleh air (reaksi saponifikasi) yang menghasilkan sabun. Sabun yang dihasilkan akan merusak produk itu sendiri (Istadi, 2011).

## 3. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berupa padatan/fasa padat, dan berinteraksi dengan reaktan yang berbeda fasa, yaitu cair atau gas, sehingga interaksi yang mungkin terjadi dapat berupa padat-gas atau padat-cair. Reaksi antara reaktan dengan katalis heterogen umumnya terjadi di permukaan katalis dan disebut kontak katalis (Augustine, R.L., 1996). Katalis heterogen dari oksida logam transisi banyak diaplikasikan dalam reaksi transesterifikasi, dan yang paling populer saat ini yaitu ZnO. ZnO sering diaplikasikan pada reaksi transesterifikasi biodiesel karena ZnO tidak beracun, selain itu ZnO juga memiliki ion  $Zn^{2+}$  (asam lewis) dan ion  $O^{2-}$  (basa lewis) yang dapat mempercepat reaksi alkohol dengan trigliserida.

## 2.2 Penggunaan ZnO Sebagai Katalis

Senyawa anorganik zink oksida memiliki rumus molekul ZnO yang berbentuk bubuk putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak bau. Dalam pelarut air dan alkohol umumnya ZnO ini sulit atau hampir tidak larut, tetapi dalam garam-garam ammonium, asam atau basa dapat larut dan merupakan senyawa yang tidak beracun (Adi, dkk. 2007, Arsyad, 2001).

Sifat fisik ZnO ditunjukkan pada Tabel 2.1. Ikatan kimia yang membentuk ZnO adalah batas antara ikatan ion dan ikatan kovalen meskipun lebih dominan ke ikatan ionnya. ZnO memiliki kelarutan yang relatif rendah di dalam air ( $1,6 \times 10^{-10}$  g/cm<sup>3</sup> atau  $2 \times 10^{-6}$  mol/liter) dan bahkan kelarutannya kurang dalam etanol. ZnO terurai pada suhu 1975 °C (Sutanto dan Singgih, 2015).

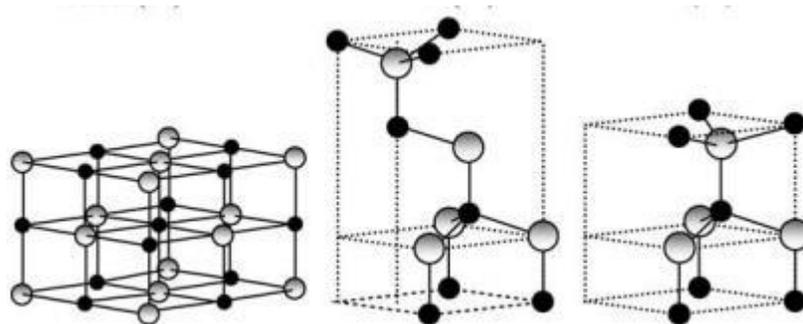
**Tabel 2.1.** Sifat Fisik ZnO (Sutanto dan Singgih, 2015).

Sifat	Nilai
Struktur kristal	<i>Wurtzite</i> (stabil pada 300 K) <i>Zinc blende</i> <i>Rocksalt</i>
Parameter kisi $a_0$	0,32495 nm
$C_0$	0,52069 nm
$C_0/a_0$	1,60
Kerapatan	5,606 g/cm <sup>3</sup>
Titik lebur	1975 °C

Zink oksida berupa padatan putih dan dalam kaitannya, setiap atom Zink dikelilingi oleh empat atom oksigen dalam geometri tetrahedron, dan demikian juga setiap atom oksigen dikelilingi oleh empat atom zink dalam geometri tetrahedron.

Dengan demikian, ZnO merupakan senyawa Zink yang paling penting. Senyawa ini digunakan sebagai pigmen putih, sebagai filter dalam karet, dan sebagai komponen

dalam berbagai glazes, enamels dan antiseptik. Kombinasi dengan kromium (III) oksida digunakan sebagai katalisator dalam pabrik pembuatan metanol (Sudiarto dan Retno, 2010). Nanopartikel ZnO memiliki tiga bentuk kristal seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.3 diatas yaitu *rock salt*, *cubic zinc blende*, dan *hexagonal wurtzite*. Struktur yang paling stabil pada temperatur ruang adalah *hexagonal wurtzite*, sementara struktur *zinc blende* stabil jika ditumbuhkan dalam struktur kubik, dan *rock salt* stabil jika dalam tekanan tinggi (10 Gpa). Kestabilan struktur *hexagonal* dalam temperatur ruang membuat struktur ini banyak digunakan dalam pengaplikasian ZnO (Coleman, *et al.*, 2006). Struktur ini memiliki dua sub kisi yaitu  $Zn^{+2}$  dan  $O^{-2}$  yang mana bergantian membentuk bidang dasar. Bilangan koordinasi seng berpindah ke bilangan koordinasi oksigen dengan dikelilingi oleh empat kation dan empat anion di sebuah sudut tetrahedron dan sebaliknya.



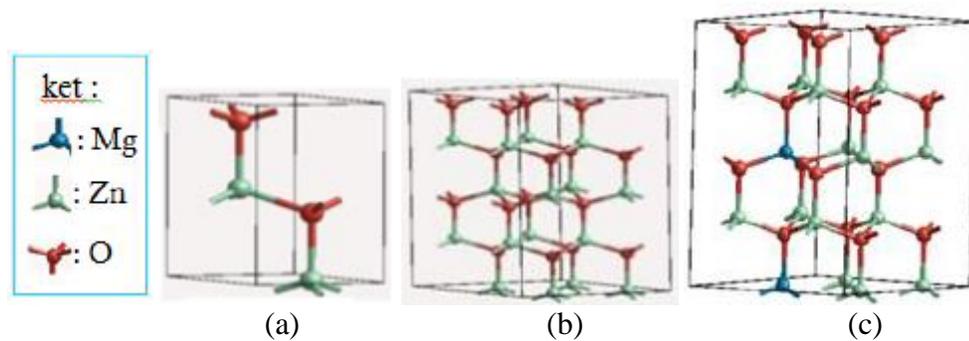
**Gambar 2.2** Struktur Kristal ZnO (a). *Rock Salt*, (b). *Zinc Blende*, (c).*Hexagonal Wurtzite* (Morkoc dan Özgür, 2009)

Karakteristik ZnO menurut Sutanto dan Singgih (2015) adalah Tidak larut dalam air dan alkohol, namun larut dan terurai pada kebanyakan jenis asam, dapat melebur

menjadi oksigen dan uap zink pada suhu 1975°C (3587°F), dapat menimbulkan kebakaran dan ledakan apabila bereaksi dengan bubuk aluminium dan magnesium dalam kondisi dipanaskan, serta dapat bereaksi dengan *hydrogen sulphide* untuk menghasilkan *sulphide*.

### 2.3 Modifikasi ZnO Melalui Pendopongan

*Doping* adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menambahkan sejumlah kecil ion pengotor ke dalam struktur kristal semikonduktor. Tujuan pen-*doping* adalah untuk mengoptimalkan sifat suatu material (Hutabarat, 2012). Untuk mengetahui kondisi dari suatu material yang telah didoping secara umum dapat diketahui dengan melihat Model kristal ZnO sebelum dan setelah dimodifikasi dengan doping  $Mg^{2+}$  pada gambar 2.3.



**Gambar 2.3** (a) Model 1 unit cell ZnO; (b) Model kristal ZnO; (c) Model kristal ZnO yang didoping ion  $Mg^{2+}$

Nanostruktur dengan *doping* logam transisi adalah salah satu metode yang sangat efektif untuk menyelesaikan permasalahan akan energi tingkat permukaan ZnO. Penggunaan ZnO sebagai katalis telah dikenal luas di kalangan peneliti saat ini. Beberapa penelitian tentang sintesis katalis ZnO ini telah dilakukan dan dapat dilihat pada tabel 2.2, serta penelitian yang terkait pada aplikasi katalis ZnO tersebut pada pembuatan biodiesel dapat dilihat pada tabel 2.3.

**Tabel 2.2** Penelitian yang berkaitan dengan sintesis katalis ZnO

Katalis	Prekursor	Dopan	Bahan Pendukung	Metode	Aplikasi	Ref
ZnO-Doped Fe	ZnSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	NaOH	Kopresipitasi	-	R.Saleh et.al, (2012)
ZnO-Doped Fe	(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Zn. 2H <sub>2</sub> O	FeCl <sub>3</sub> .2H <sub>2</sub> O	MEA	Sol-Gel	-	Abd El-sadek et.al, (2012)
ZnO	ZnSO <sub>4</sub>	-	NaOH	Presipitasi	Biodiesel	Arifah, M et.al, (2016)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> - ZnO	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-	NH <sub>4</sub> OH, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Kopresipitasi	Biodiesel	Istadi, et.al, (2013)
ZnO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO komersial	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	KNO <sub>3</sub>	Impregnasi	Biodiesel	Jumari, A, et.al, (2012)

**Tabel 2.3** Uji katalitik katalis ZnO pada pembuatan biodiesel

Katalis	Raw material	(Minyak : Metanol)	Suhu dan waktu	Jumlah Katalis	yield	Ref
TiO <sub>2</sub> -ZnO	Minyak Sawit	(1 : 6)	60 °C, 5 Jam	0,9% dari berat minyak	92,2 %	Piraman, S, et.al., (2013)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> - ZnO	Minyak Kedelai	(1 : 6)	65 - 70 °C, 4 Jam	4% dari berat minyak	80,19 %	Istadi, (2013)
ZnO presipitan NaOH	CPO (>2% FFA)	(1 : 6)	65 °C, 1 Jam	0,3 % dari berat minyak	67,3%	Arifah, M et.al, (2016)
ZnO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Minyak Jelantah	-	65 °C, 6 Jam	-	66,11%	Jumari, A, et.al, (2012)

## 2.4 Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Proses diawali dengan adanya zat terlarut yang mengendap

sehingga menghasilkan endapan yang diinginkan. Pengendapan terjadi sebagai akibat pembentukan kristal campuran. Selain itu endapan ini dapat pula terbentuk karena adanya absorpsi (penyerapan) ion-ion selama proses pengendapan (Nugroho, 2010; Pokropivny, V. *et al.* 2007).

Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Produk dari metode ini diharapkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen daripada metoda *solid state* dan ukuran partikel yang lebih besar dari pada metoda sol-gel. Bila suatu endapan memisah dari dalam suatu larutan, endapan itu tidak selalu sempurna murninya, kemungkinan mengandung berbagai jumlah zat pengotor, bergantung pada sifat endapan dan kondisi pengendapan. Kontaminasi endapan oleh zat-zat yang secara normal larut dalam cairan induk dinamakan Kopresipitasi (Benny, 2011).

Proses kopresipitasi melibatkan kation logam dari medium tertentu diendapkan secara bersama dalam bentuk hidroksida, karbonat, oksalat atau sitrat. Endapan dikalsinasi pada temperatur tertentu sehingga menghasilkan produk dalam bentuk bubuk. Proses kopresipitasi melibatkan kontrol pH, temperatur, kecepatan pengadukan dalam pembentukan produk (Ningsih, S.K.W, 2016).

Kelebihan proses kopresipitasi ada dua, yaitu :

1. Pencampuran homogen dari endapan reaktan mengurangi suhu reaksi
2. Prosesnya sederhana untuk mensintesis bubuk oksida logam.

Selain kelebihan tersebut, proses kopresipitasi memiliki tiga kelemahan, yaitu :

1. Proses ini tidak tepat untuk pembuatan material yang tingkat kemurniannya tinggi.
2. Metode ini tidak berjalan dengan baik bila reaktan yang digunakan berbeda kelarutannya.
3. Tidak memiliki kondisi sintesis yang universal dalam pembentukan beberapa oksida logam (Ningsih, S.K.W, 2016).

## 2.5 Biodiesel

Menurut ASTM (*American Society for Testing and Materials*) biodiesel merupakan mono alkil ester yang mempunyai rantai asam lemak yang panjang yang diturunkan dari lipid dan dapat diperbaharui seperti minyak nabati atau lemak hewan digunakan pada mesin pembakaran dengan tekanan (mesin diesel) (Helzamy, 2004).

Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar mesin diesel yang ramah lingkungan dan dapat diperbarui (*renewable*). Biodiesel memiliki sifat fisik yang sama dengan minyak solar sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif untuk kendaraan bermesin diesel. Bahan baku yang dikembangkan untuk menjadi biodiesel tergantung pada sumber daya alam yang dimiliki oleh suatu negara. Salah satu contoh yaitu minyak sawit di Malaysia dan Indonesia, minyak kelapa di Filipina. Minyak nabati dapat dijadikan bahan bakar, tapi viskositas yang ada pada minyak nabati terlalu tinggi sehingga belum memenuhi syarat untuk dijadikan bahan bakar mesin diesel.

Biodiesel mempunyai banyak keunggulan jika dibandingkan dengan bahan bakar jenis lain. Biodiesel tidak beracun dan tidak menyebabkan efek rumah kaca. Biodiesel dapat terurai (*bio degradable*) dan dapat diperbarui (*renewable*). Biodiesel juga dapat memperpanjang umur mesin kendaraan, jika dibandingkan tingkat emisi CO<sub>2</sub> antara

biodiesel dan diesel standar, biodiesel lebih baik dengan menghasilkan sampai 75% lebih sedikit emisi CO<sub>2</sub> dibandingkan dengan diesel standar. Artinya dengan menggunakan lebih banyak biodiesel dari pada diesel standar, kita dapat mengurangi dampak perubahan iklim. Menggunakan biodiesel sebagai pengganti diesel standar tidak hanya akan membantu lingkungan, tetapi juga akan membantu meningkatkan kemandirian energi dan keamanan energi negara.

Menurut Fidaus (2010) biodiesel menghasilkan tingkat emisi hidrokarbon yang lebih kecil dibanding solar yaitu sekitar 30%, emisi CO juga lebih rendah sekitar 18%, emisi *particulate molecul* lebih rendah 17%, sedangkan untuk emisi NO<sub>x</sub> lebih tinggi sekitar 10%, dapat disimpulkan bahwa tingkat emisi biodiesel lebih rendah dibanding dengan solar, sehingga lebih ramah lingkungan.

Minyak kelapa sawit merupakan salah satu sumber bahan baku yang sangat potensial untuk pembuatan biodiesel. minyak kelapa sawit tidak bisa langsung digunakan pada mesin diesel disebabkan oleh sifat fisik minyak sawit yang jauh berbeda dengan petroleum. kondisi ini mengakibatkan proses penginjeksian dan atomisasi bahan bakar tidak dapat berlangsung dengan baik, sehingga akan menghasilkan pembakaran yang kurang sempurna (Sari, Ariza Budi Tanjung, 2007). Berikut karakteristik sifat fisik minyak kelapa sawit yang ditunjukkan pada tabel 2.5 dan parameter biodiesel di indonesia yang ditunjukkan pada tabel 2.6.

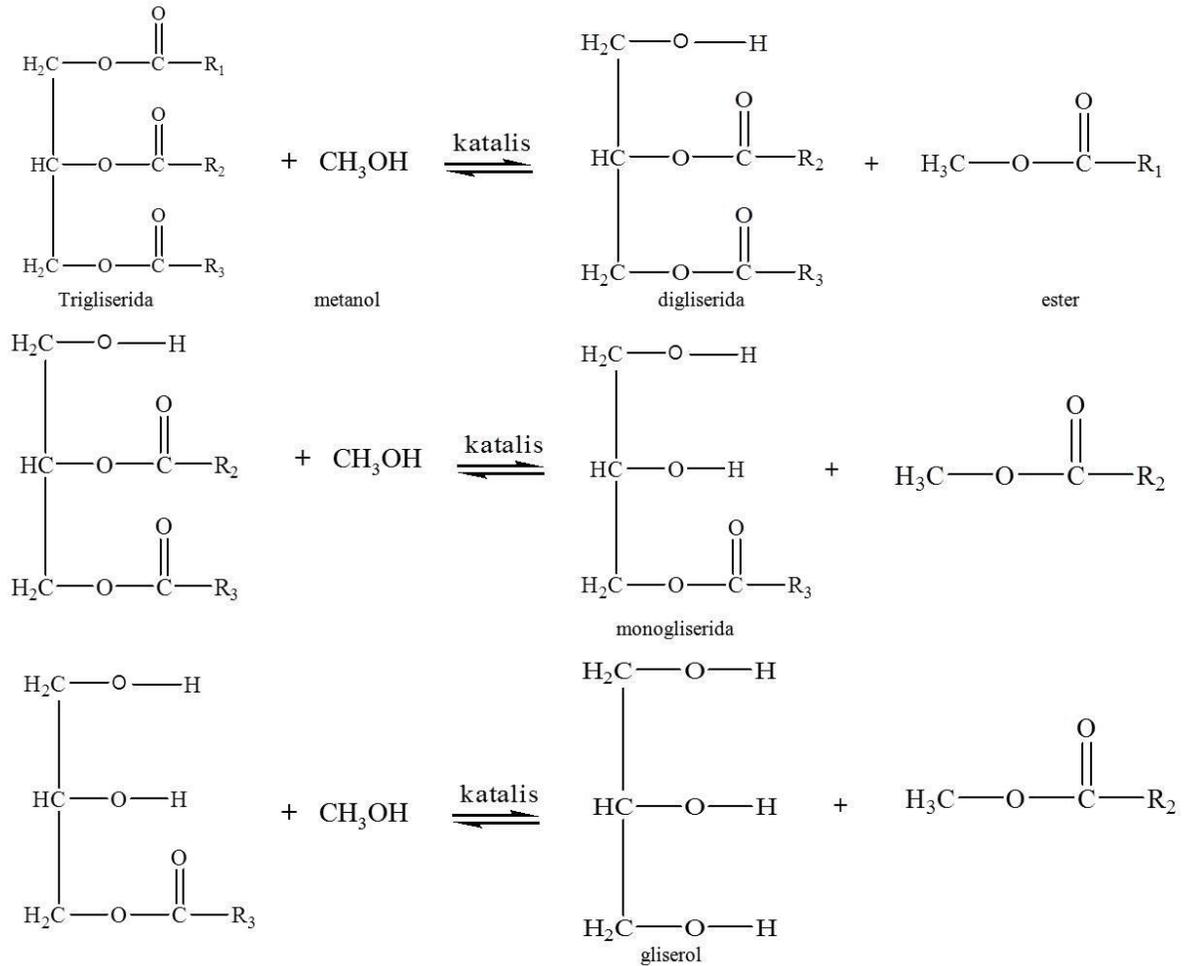
**Tabel 2.4** Karakteristik Sifat Fisik Minyak Kelapa Sawit (Bimoli) (kusuma, Ricky Indra, 2011)

Karakteristik	Nilai
Densitas pada 25 <sup>0</sup> C (Kg/L)	0,9016
Viskositas Kinematik pada 23,4 <sup>0</sup> C (cst)	70,9
Kandungan Asam Lemak Bebas (%)	0,02

**Tabel 2.5** Parameter Biodiesel di Indonesia dari Dirjen Migas (Zahriyah, Syifaуз, 2009).

Karakteristik	Nilai	Metode Tes
Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	0,840 – 0,920	ASTM D 1298
Viskositas Kinematik (40 <sup>0</sup> C, mm <sup>2</sup> /s)	2,3 – 6	ASTM D 445
Angka setana	Min. 51	ASTM D 613
Titik nyala ( <sup>0</sup> C)	Min. 100	ASTM D 93
Titik kabut ( <sup>0</sup> C)	Maks. 26	ASTM D 97
Titik didih ( <sup>0</sup> C)	Min. 182	ASTM PS 121
Korosi tembaga (50 <sup>0</sup> C)	Maks. No.3	ASTM D 130
Korosi residu (%berat)	Maks. 0,1	ASTM D 189
Kandungan air (%berat)	Maks. 0,05	ASTM D 95
Sedimen	Maks. 0,05	ASTM D 473
Destilasi, T90 AET	Maks. 360	ASTM D 1160
Abu sulfat (%berat)	Maks. 0,02	ASTM D 874
Sulfur (ppm)	Maks. 100	ASTM D 5453
Fosfor (ppm)	Maks. 10	ASTM D Ca 12 - 55

Pada prinsipnya, proses pembuatan biodiesel sangat sederhana. Biodiesel dihasilkan melalui proses transesterifikasi minyak atau lemak dengan alkohol. Alkohol akan menggantikan gugus alkohol pada ester minyak dengan dibantu katalis.



**Gambar 2.4** Reaksi Transesterifikasi (Sari, A. K, et.al., 2011)

Proses transesterifikasi bertujuan untuk menurunkan viskositas (kekentalan) minyak, sehingga mendekati nilai viskositas solar. Nilai viskositas yang tinggi akan menyulitkan pemompaan/ pemasukan bahan bakar dari tangki ke ruang bahan bakar mesin menyebabkan atomisasi lebih sukar terjadi. Hal ini menyebabkan pembakaran kurang sempurna dan menimbulkan endapan nosel.

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan sehingga digunakan metanol berlebih untuk menggeser arah reaksi kekanan (Yuenmay, 2004). Transesterifikasi dilakukan pada suhu 50°C – 70°C dan pada kondisi tekanan atmosfer.

Suhu reaksi pada transesterifikasi minyak sawit yang sesuai adalah pada 60°C, hal ini disebabkan karena suhu ini mendekati titik didih metanol (65°C) dan titik leleh CPO (55°C), sehingga pada suhu ini reaktan dapat tercampur secara homogen (Foon, 2004).

Menurut Awaludin dkk. (2009), faktor-faktor yang berpengaruh pada pembuatan biodiesel adalah :

1. Pengaruh pereaksi (jenis alkohol)

Pada rasio 6:1 mol, metanol akan memberikan perolehan ester yang tertinggi dibandingkan dengan menggunakan etanol dan butanol.

2. Pengaruh suhu

Semakin tinggi suhu yang dioperasikan maka semakin banyak konversi yang dihasilkan. Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 30°C – 65°C karena titik didih metanol sekitar 65°C. Kenaikan suhu akan menyebabkan gerakan molekul semakin cepat, keadaan ini menyebabkan kecepatan reaksi semakin meningkat sehingga konversinya meningkat juga (Kartika dan Widyaningsih, 2012). Suhu yang rendah dapat menghasilkan konversi yang lebih tinggi namun dengan waktu reaksi yang lebih lama.

3. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar hingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan menambahkan waktu maka tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil.

4. Pengaruh perbandingan molar alkohol dengan bahan baku.

Secara stoikiometri, jumlah alkohol yang dibutuhkan untuk reaksi adalah 3 mol untuk setiap 1 mol trigliserida untuk memperoleh 3 mol alkil ester dan 1 mol gliserol.

## 5. Pengaruh katalisator

Katalisator berfungsi untuk mengurangi tenaga aktivitas pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu harga konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis homogen akan menghasilkan konversi yang maksimum dengan jumlah katalis 0,5 – 1,5% dari berat minyak nabati.

### 2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal suatu padatan dengan menggunakan alat yang disebut X-ray Diffractometer (XRD). Di dalam kisi kristal, terdapat bidang kristal yang merupakan tempat kedudukan sederetan ion atau logam. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut indeks miller. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga akan memberikan pola difraktogram yang khas pula.

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal (Cullity, B.D, 1956). Bila sinar-X dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan bersifat koheren akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinteraksi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.

Interferensi konstruktif terjadi apabila berkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa seperti terlihat pada gambar 2.5. Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak  $BC + CD$  sama dengan harga bilangan bulat ( $n$ ) dari panjang gelombang radiasi.  $BC + CD = n\lambda$ , dimana:  $n$ = orde difraksi, Karena  $BC + CD = 2d \sin \theta$ , maka interferensi konstruktif dari berkas sinar-X pada sudut  $\theta$  adalah:

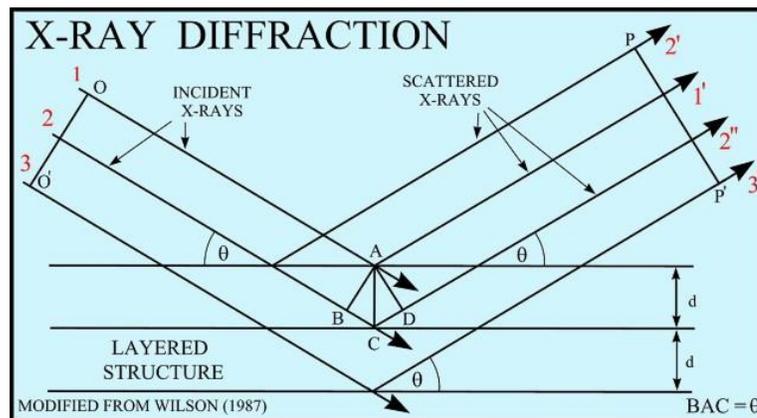
$$N\lambda = 2d \sin \theta$$

Dengan:  $d$  = jarak antar kristal

$\theta$  = sudut pengukuran (sudut difraksi)

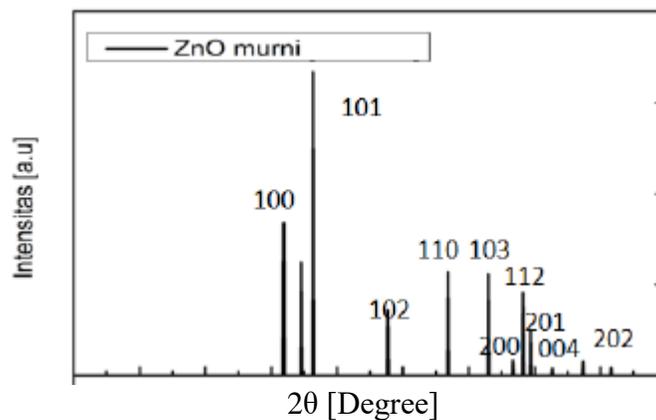
$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

Persamaan di atas dikenal sebagai persamaan Bragg.



**Gambar 2.5** Difraksi Sinar-X pada Suatu Kristal (Cullity, B.D, 1956).

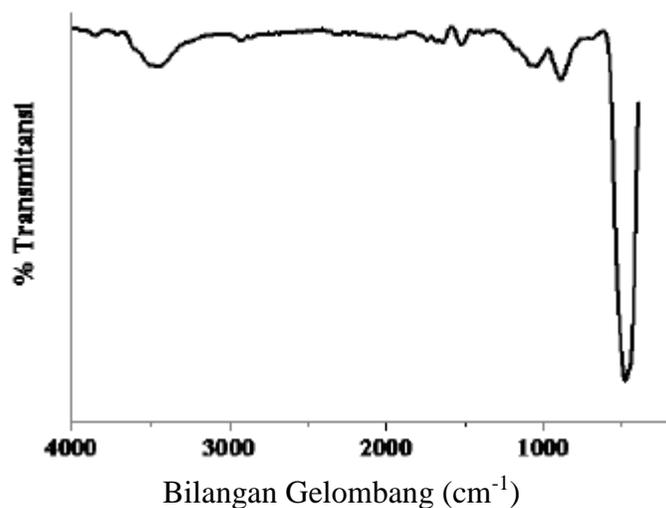
Dari hasil pengukuran XRD didapatkan nilai  $d$ , sudut  $2\theta$  dan intensitasnya. Senyawa dan struktur kristal dari sampel dapat diketahui dengan cara membandingkannya dengan data standar.



**Gambar 2.6** Distribusi Pola XRD ZnO Murni (Q. Xiao, et.al., 2011)

## 2.6 Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FTIR)

Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR) merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa gugus fungsi dari senyawa-senyawa organik, polimer, coating atau pelapisan, material semikonduktor, sampel biologi, senyawa-senyawa anorganik dan mineral menggunakan sinar infra merah. FTIR adalah alat yang sensitive terhadap kehadiran gugus fungsi kimia dalam suatu sampel, seperti gugus C=O, CH<sub>3</sub>, C=C dan lain-lain. Penggunaan spektrum inframerah untuk penentuan struktur senyawa organik biasanya antara 650 – 4000 cm<sup>-1</sup> (15,4 – 2,5 μm). Daerah di bawah frekuensi 650 cm<sup>-1</sup> dinamakan inframerah jauh dan daerah di atas frekuensi 4000 cm<sup>-1</sup> dinamakan inframerah dekat. Letak puncak serapan dapat dinyatakan dalam satuan frekuensi  $\nu$  (detik<sup>-1</sup> atau Hz), panjang gelombang,  $\lambda$  (μm) atau bilangan gelombang  $\bar{\nu}$  (cm<sup>-1</sup>). Bilangan gelombang merupakan kebalikan dari panjang gelombang ( $\lambda$ ). Dari hasil pengukuran FTIR didapatkan nilai bilangan gelombang. Gugus fungsi atau ikatan kimia dari sampel dapat diketahui dengan cara membandingkannya dengan cara membandingkan spektra FTIR yang diperoleh dengan spektra FTIR standar, ZnO memiliki serapan yang tinggi pada bilangan gelombang 443-436 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan banyaknya gugus Zn-O yang terbentuk.



**Gambar 2.7** Spektra FTIR ZnO (Q. Xiao, et.al., 2011)

Frekuensi suatu vibrasi dalam spektrum inframerah adalah bilangan gelombang. Bila dibuat hubungan antara presentase absorban (presentase transmitan) dengan bilangan gelombang atau panjang gelombang akan didapatkan hasil berupa spektrum inframerah. Spektrum inframerah adalah gambaran yang menyatakan intensitas serapan terhadap bilangan gelombang atau panjang gelombang. Intensitas serapan biasanya dinyatakan dalam absorbansi atau dalam transmitan.

Bila sinar inframerah dilewatkan melalui senyawa organik sebagai sampel, maka beberapa frekuensi akan diserap dan yang lainnya akan diteruskan. Penyerapan sinar inframerah digunakan untuk mengubah tingkat energi vibrasi molekul dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses kuantisasi. Hanya frekuensi (energi) tertentu dari radiasi inframerah akan diserap oleh molekul. Dalam proses penyerapan, energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan dalam molekul. Perlu dicatat bahwa tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap radiasi inframerah, meskipun frekuensi radiasi tetap sesuai

dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi inframerah.

Agar bisa diserap radiasi inframerah, maka vibrasi molekul harus menyebabkan terjadinya perubahan momen dipol molekul. Dapat ditunjukkan bahwa intensitas pita serapan inframerah sebanding dengan kuadrat perubahan momen dipol yang disebabkan oleh vibrasi molekul.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> dapat disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan prekursor ZnCl<sub>2</sub>, FeCl<sub>2</sub> dan Larutan NaOH.
2. Analisa spektrum FTIR dari sampel menunjukkan Ikatan Zn-O-Fe pada ZnO *doped* Fe<sup>2+</sup> terdapat pada bilangan gelombang 541,91 – 551,16 cm<sup>-1</sup>. Berdasarkan analisa XRD struktur nanokomposit ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> adalah *hexagonal wurtzite*.
3. ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> dapat digunakan sebagai katalis untuk menghasilkan biodiesel dari minyak sawit (minyak bimoli) melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol dengan rasio mol 6 : 1, dan reaksi pada suhu 60-65°C.
4. Biodiesel yang dihasilkan memiliki densitas ± 0,877 gr/mL, viskositas ± 0,567 mL/s dan titik didih ± 262°C.

## 5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu :

1. ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> yang disintesis melalui metode kopresipitasi dapat digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel dari minyak sawit, namun katalis ini membutuhkan waktu pendiaman yang cukup lama untuk memisah dari produk biodiesel meskipun telah *disentrifuge*. Maka disarankan untuk mendiamkan produk terlebih dahulu sekitar 2-3 hari agar biodiesel yang dihasilkan jernih dan terpisah dari katalis.
2. Mensintesis ZnO *undoped* dan *doped* Fe<sup>2+</sup> dari prekursor ZnCl<sub>2</sub> dan FeCl<sub>2</sub> dengan metode sol-gel.

## DAFTAR PUSTAKA

- A. Jaganatha Reddy, M.K. Kokila, H.Nagabhuan, R.P.S. Chakradhar, C. Shivakumar, J.L. Rao, B.M. Nagabhushan, J. Alloys. *Compd* 509 (2011) 5349-5355.
- Abdullah, Rodiansono, Wijaya A. 2007. Optimasi perbandingan mol metanol/minyak sawit menggunakan petroleum benzin. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia* 1(2): 76-82
- Adi, Muhamad, dkk, 2007. *Efek Magneto Optis pada Lapisan Tipis (ZnO)*. Berkala Fisika. 1(10). hal : 31-34. ISSN :1410-9662
- 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.
- Arsyad, M. Natsir. 2001. *Kamus Kimia Arti dan Penjelasan Ilmiah*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama
- Atkins, P.W. 1997. *Kimia Fisik Jilid 2. Edisi keempat*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Augustine, R.L., 1996. *Heterogenous Catalysis for the Synthetic Chemistry, First edition*. Marcel Dekker Inc. New York.
- Awaluddin, A.,Suryono, S. Nelvia, dan Wahyuni. 2009. Faktor-faktor yang mempengaruhi produksi biodiesel dari minyak sawit mentah menggunakan katalis padat kalsium karbonat yang dipijarkan. *Jurnal Natur Indonesia*. Vol.11 (2): 129 –134.
- Baskar, G. dan Soumiya, S. *Production of biodiesel from castor oil using iron (II) doped zinc oxide nanocatalyst*. Journal of renewable energy. (2016) 1-7
- Benny, F.R, 2011 *Makalah Sintesis Nanopartikel*, Program Studi Kimia Pascasarjana Universitas Andalas
- Boey, P., Maniam, G., Hamid, S., (2011), Performance of Calcium Oxide as a Heterogeneous Catalyst in Biodiesel Production. *Bioresource Technology*., 102, 2635-2640.
- Chen, C.S., X.D. Xie., T.G. Liu., L.W. Lin., J.C. Kuang., X.L. Xie., L.J. Lu., dan S.Y. Cao. 2012. Multi-Walled Carbon Nanotubes Supported Cu-Doped ZnO Nanoparticles and their Optical Property. *J Nanopart Res* 14:817
- Coleman, V.A. & C. Jagadish. 2006. *Basic Properties and Applications of ZnO*. Australia: Departement of Electronic Materials Engineering Australian National University
- Cullity, B.D. 1956. *Elements of X-Ray Diffraction*. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, Inc.