

***REUSABILITY* KATALIS SILIKA-TITANIA DALAM
PEMBUATAN BIODIESEL BERDASARKAN OPTIMASI
WAKTU REAKSI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains (S.Si)*



**Oleh :
SYAFIRA ARDANA
NIM. 15036032/2015**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2019**

PERSETUJUAN SKRIPSI

***REUSABILITY* KATALIS SILIKA-TITANIA DALAM PEMBUATAN BIODIESEL BERDASARKAN OPTIMASI WAKTU REAKSI**

Nama : Syafira Ardana
NIM : 15036032/2015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

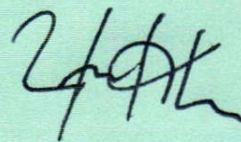
Padang, Juli 2019

Mengetahui:
Ketua Jurusan Kimia



Dr. Mawardi, M.Si.
NIP : 196111231989031002

Disetujui Oleh :
Pembimbing



Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D
NIP : 197703112003121003

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Syafira Ardana
NIM : 15036032/2015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

***REUSABILITY* KATALIS SILIKA-TITANIA DALAM PEMBUATAN BIODIESEL BERDASARKAN OPTIMASI WAKTU REAKSI**

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, Juli 2019

Tim Penguji

	Nama
Ketua	: Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D
Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si
Anggota	: Drs. Bahrizal, M.Si

Tanda tangan



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Syafira Ardana
NIM/BP : 15036032/2015
Tempat/Tanggal Lahir : Sumedang/9 Februari 1998
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Alamat : Jalan Surabaya A.18 Siteba, Kel. Surau Gadang,
Kec. Nanggalo, Padang

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“*Reusability* Katalis Silika-Titania Dalam Pembuatan Biodiesel Berdasarkan Optimasi Waktu Reaksi”** adalah benar merupakan hasil karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya, tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim. Apabila suatu saat nanti saya terbukti melakukan plagiat maka saya bersedia diproses dan menerima sanksi akademis maupun hokum sesuai dengan hokum negara yang berlaku, baik di Universitas Negeri Padang maupun masyarakat dan negara. Demikianlah pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran dan rasa tanggung jawab sebagai anggota masyarakat ilmiah.

Padang, Juli 2019

Yang membuat pernyataan



Syafira Ardana
NIM. 15036032

***Reusability* Katalis Silika-Titania dalam Pembuatan Biodiesel berdasarkan Optimasi Waktu Reaksi**

Syafira Ardana

ABSTRAK

Penelitian tentang pengaruh variasi waktu reaksi terhadap produksi biodiesel dari minyak jelantah telah dilakukan. Katalis *reused* silika-titania dipreparasi dengan cara pencucian menggunakan pelarut metanol dan n-hexana. Tujuan penelitian ini adalah menentukan *reusability* dari katalis silika-titania, menentukan waktu reaksi optimum yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dan menentukan sifat-sifat fisika produk biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah dengan waktu reaksi pada variasi 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam menggunakan katalis *reused* silika-titania. Sebelum diaplikasikan katalis *reused* dikarakterisasi dengan DR UV-Vis untuk melihat persen fraksi titanium tetrahedral.

Aktivitas katalitik dari katalis silika-titania *reusable* dibuktikan dengan melihat hasil pengujian sifat-sifat fisika pada biodiesel. Biodiesel disintesis melalui reaksi transesterifikasi antara minyak dan metanol dengan penambahan katalis. Minyak yang digunakan adalah minyak jelantah dan waktu reaksi yang divariasikan adalah 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam. Produk biodiesel yang dihasilkan di uji beberapa sifat fisiknya seperti densitas, viskositas dan bilangan asam. Biodiesel dengan dengan waktu reaksi optimum dan minyak jelantah dikarakterisasi dengan FTIR untuk melihat pergeseran spektrum antara minyak jelantah dengan biodiesel pada daerah bilangan gelombang 1300-1000 cm^{-1} menunjukkan gugus C-O ester dan C-O asam.

Katalis *reusable* silika-titania dapat digunakan kembali, diperoleh persen fraksi titanium tetrahedral pada katalis *reused* 1x (26,11 %) lebih tinggi dari katalis *reused* 2x (24,02 %). Hasil menunjukkan bahwa biodiesel dari minyak jelantah dengan katalis 1x dan 2x *reusable* masing-masing memiliki waktu reaksi optimum 3 jam, dengan persentase konversi yang diperoleh masing-masing adalah 43,47 % dan 39,13 %. Sifat-sifat fisika biodiesel meliputi densitas, viskositas dan bilangan asam menunjukkan penurunan dari minyak jelantah.

Kata Kunci : *Reusability* silika-titania, Biodiesel, Titanium tetrahedral, Transesterifikasi

Reusability of Silica-Titania Catalysts in Biodiesel Manufacturing based on Reaction Time Optimazion

Syafira Ardana

ABSTRAK

Research on the effect of variations in reaction time on the production of biodiesel from waste cooking oil has been carried out. The catalysts are prepared by washing using methanol and n-hexane as solvents. The purpose of this study was to determined the reusability of silica-titania catalysts, determine the optimum reaction time used in the manufacture of biodiesel from waste cooking oil and determine the physical properties of biodiesel products produced from waste cooking oil with reaction time in the variation of 2 hours, 3 hours, 4 hours, 5 hours and 6 hours using a silica-titania reused catalyst. Before the catalyst was applied, it was characterized by DR UV-Vis to see the percent of Titanium tetrahedral fraction.

The catalytic activity of a reusable silica-titania catalyst was evidenced by looking at the results of the physical properties of biodiesel. Biodiesel was synthesized throught a transesterification reaction between oil and methanol with the addition of catalysts. The oil used was waste cooking oil and the reaction time variews were 2 hours, 3 hours, 4 hours, 5 hours and 5 hours. The biodiesel product produced were tested for several physical properties such as density, viscosity and acid number. Biodiesel with optimum reaction time and waste cooking oil were characterized by FTIR to see the shifting spectrum between waste cooking oil and biodiesel in the wave number area of 1300-1000 cm^{-1} showing groups of C-O esters and C-O acids.

Reusable silica-titania catalyst can be reused, obtained percent of titanium tetrahedral fraction on reused catalysts 1st (26,11%) higher than reused catalysts 2nd (24,02%). The results showed that biodiesel from waste cooking oil with 1st and 2nd reusable catalysts each had an optimal reaction time of 3 hours, with conversion percentages obtained respectively 43,47% and 39,13%. The physical properties of biodiesel including density, viscosity and acid number show a decrease from waste cooking oil.

Keywords : *Reusability* silica-titania, Biodiesel, Titanium tetrahedral, Transesterification

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul ***“Reusability Katalis Silika-Titania dalam Pembuatan Biodiesel berdasarkan Optimasi Waktu Reaksi”***. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu persyaratan memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih atas bimbingan, dorongan serta semangat kepada:

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai Dosen Pembimbing sekaligus sebagai Dosen Penasehat Akademik.
2. Bapak Drs. Bahrizal, M.Si sebagai Dosen Penguji.
3. Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si sebagai Dosen Penguji.
4. Bapak Dr. Mawardi, M.Si sebagai Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Hary Sanjaya, S. Si, M.Si sebagai Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
6. Laboran Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

Semoga rahmat dan kasih sayang Allah SWT selalu tercurah pada kita semua serta usaha dan kerja kita bernilai ibadah di hadapan Allah SWT, Amin Ya Rabbal ‘Alamin. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, Penulis mengharapkan masukan dan saran dari pembaca agar skripsi ini bermanfaat dikemudian harinya.

Padang, Juli 2019

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
DAFTAR SINGKATAN.....	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah.....	6
C. Batasan Masalah.....	7
D. Rumusan Masalah.....	7
E. Tujuan Penelitian.....	8
F. Manfaat Penelitian.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	9
A. Biodiesel	9
B. Katalis Silika-Titania	18
C. Metoda Karakterisasi dan Analisa.....	20
D. Sifat-sifat fisika Biodiesel.....	23
BAB III METODE PENELITIAN.....	25
A. Waktu dan Tempat Penelitian	25
B. Bahan dan Alat	25
C. Prosedur Penelitian.....	26
D. Analisa Data	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	31
A. Sifat fisikokimia dan stabilitas fraksi titanium tetrahedral dalam silika-titania	31
B. Spektra FTIR biodiesel	34
C. Sifat-sifat fisika produk biodiesel yang dihasilkan	36

BAB V PENUTUP	43
A. Kesimpulan	43
B. Saran	43
REFERENSI.....	44
LAMPIRAN	48

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	Halaman
1. Reaksi Transesterifikasi.....	9
2. Spektra FTIR TiO_2 , SiO_2 dan silika-titania.....	21
3. Dekonvolusi spektrum DR UV-Vis dari silika-titania.....	22
4. Dekonvolusi spektra DR UV-Vis katalis <i>reused</i> 1x SiO_2 - TiO_2	32
5. Dekonvolusi spektra DR UV-Vis katalis <i>reused</i> 2x SiO_2 - TiO_2	33
6. Spektra FTIR minyak jelantah dan BCR1-3H dan BCR2-3H	34
7. Grafik Densitas Biodisel dengan Katalis <i>reusable</i>	37
8. Grafik Laju Alir Biodisel dengan Katalis <i>reusable</i>	39
9. Grafik Bilangan Asam Biodisel dengan Katalis <i>reusable</i>	40
10. Katalis silika-titania dan katalis silika-titania <i>reusable</i>	42

DAFTAR TABEL

TABEL	Halaman
1. Sifat-sifat Biodiesel.....	10
2. Jenis Katalis, Kelebihan dan Kelemahan.....	14
3. Perbandingan kondisi reaksi untuk berbagai macam katalis.....	15
4. Label variabel dan sampel yang digunakan	30
5. Pita serapan utama dari minyak sumber dan biodiesel yang dihasilkan.....	35
6. Sifat fisika minyak jelantah dan biodiesel (BCR1)	36
7. Sifat fisika minyak jelantah dan biodiesel (BCR2)	37
8. Bilangan asam, %FFA, dan % Konversi (BCR1).....	41
9. Bilangan asam, %FFA, dan % Konversi (BCR2).....	41

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
1. Preparasi katalis silika-titania <i>reusable</i>	48
2. Aplikasi katalis <i>reusable</i> dalam pembuatan biodiesel.	49
3. Karakterisasi sifat fisika biodiesel	51
4. Penentuan bilangan asam biodiesel	53
5. Spektrum DR UV-Vis katalis silika-titania <i>reusable</i> 1x.....	54
6. Spektrum DR UV-Vis katalis silika-titania <i>reusable</i> 2x.....	55
7. Spektrum FTIR Minyak Jelantah.....	56
8. Spektrum FTIR BCR1-3H	57
9. Spektrum FTIR BCR2-3H	58
10. Perhitungan sifat fisika biodiesel.	59
11. Perhitungan bilangan asam, persen FFA dan persen konversi biodiesel	64
12. Dokumentasi Penelitian.....	70

DAFTAR SINGKATAN

WCO	: <i>Waste Cooking Oil</i>
FFA	: <i>Free Fatty Acids</i>
FAME	: <i>Fatty Acids Methyl Ester</i>
BCR1	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x
BCR1-2H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x - 2 Hours
BCR1-3H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x - 3 Hours
BCR1-4H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x- 4 Hours
BCR1-5H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x - 5 Hours
BCR1-6H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 1x - 6 Hours
BCR2	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x
BCR2-2H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x - 2 Hours
BCR2-3H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x - 3 Hours
BCR2-4H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x - 4 Hours
BCR2-5H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x - 5 Hours
BCR2-6H	: Biodiesel <i>Catalyst Reusability</i> 2x - 6 Hours

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Permintaan energi di dunia diperkirakan akan terus mengalami peningkatan. Standar kehidupan yang lebih baik dan peningkatan populasi menjadikan masyarakat semakin sadar akan menurunnya cadangan bahan bakar fosil dan meningkatnya permasalahan lingkungan. Timbulnya kekhawatiran terhadap masalah tersebut mendorong peneliti untuk menemukan sumber bahan bakar alternatif yang terbarukan. Oleh karena itu bahan bakar alternatif diperlukan untuk memberikan kontribusi substansial terhadap kebutuhan energi di masa depan (Atabani et al. 2013).

Biodiesel adalah salah satu sumber energi alternative dari sumber terbarukan yang sesuai untuk mesin diesel. Bahan bakar ini dapat digunakan langsung pada mesin diesel tanpa melakukan modifikasi terlebih dahulu. Kelebihan biodiesel adalah terbarukan, biodegradable, tidak beracun, tidak mengandung belerang dan memancarkan lebih sedikit polutan ke udara. Selain itu daya lumas biodiesel lebih baik dari diesel dan sifat-sifat biodiesel mendekati bahan bakar diesel. Berdasarkan kelebihan-kelebihan tersebut maka penelitian tentang produksi biodiesel yang meliputi katalis, sumber minyak, perbandingan bahan baku, suhu dan waktu reaksi yang digunakan terus berkembang (Hoekman et al. 2012).

Sumber bahan bakar biodiesel dapat berasal dari minyak nabati yang bisa dimakan, lemak hewani, minyak nabati yang tidak dapat dimakan dan minyak jelantah. Minyak sisa penggorengan (jelantah) juga memiliki potensi yang besar untuk digunakan sebagai bahan baku dalam produksi biodiesel. Limbah minyak ini sangat mudah diperoleh dari limbah domestik dan industri makanan. Minyakjelantah merupakan bahan baku yang lebih murah dan penggunaannya sebagai biodiesel dapat menghindari biaya pembuangan produk dan perawatan. Limbah minyak ini juga dapat mengurangi kebutuhan lahan untuk tanaman penghasil biodiesel. Namun, sifat minyak jelantah berbeda dengan minyak asalnya karena adanya proses hidrolisis trigliserida menghasilkan asam lemak bebas (FFA) (Kawentar and Budiman 2013; Sahar et al. 2018).

Penggunaan langsung dari minyak nabati atau lemak hewani sebagai bahan bakar dapat menimbulkan masalah pada mesin karena viskositas kinematik yang tinggi dan volatilitas rendah. Masalah serius yang ditimbulkan pada mesin kendaraan adalah deposisi, *ring sticking* dan injector *chocking in engine*. Oleh karena itu visikositas dari minyak nabati atau lemak hewani harus diturunkan terlebih dahulu. Untuk mengurangi viskositas pada minyak nabati dapat dilakukan dengan cara transesterifikasi, pirolisis, pengenceran dengan bahan bakar berbasis minyak bumi dan emulsifikasi (Issariyakul and Dalai 2014).

Transesterifikasi adalah metode yang paling umum untuk pembuatan biodiesel. Reaksi transesterifikasi terjadi antara trigliserida dengan alkohol rantai pendek seperti methanol atau etanol dan penambahan katalis. Selain berantai pendek penggunaan metanol dan etanol digunakan untuk proses transesterifikasi

karena biayanya relatif murah. Mekanisme reaksi dimulai dengan mengubah trigliserida menjadi digliserida, digliserida menjadi monogliserida dan akhirnya diperoleh metil ester dan gliserol sebagai produk samping (Yaakob et al. 2013).

Secara umum, terdapat tiga kategori katalis yang digunakan untuk memproduksi biodiesel yaitu katalis basa, asam, dan enzim. Katalis enzim jarang digunakan secara komersial karena waktu reaksi yang lebih lama dan biaya yang lebih tinggi. Katalis homogen dan heterogen lebih umum digunakan dalam memproduksi biodiesel baik dalam bentuk asam (H_2SO_4 , HCl , Zeolit, dan karbon tersulfonasi) maupun basa ($NaOH$, KOH , CaO , MgO , dan ZnO) (Talha and Sulaiman 2016).

Penggunaan katalis homogen memiliki beberapa kekurangan diantaranya sangat higroskopik, menyerap air dari udara selama penyimpanan, membentuk air ketika dilarutkan dalam reaktan alkohol sehingga mempengaruhi hasil, dan sulit untuk dipisahkan. Oleh karena itu penggunaan katalis heterogen dapat mengatasi kekurangan-kekurangan dari katalis homogen. Katalis heterogen dapat dengan cepat dipisahkan dari produk dengan cara penyaringan dan mengurangi kebutuhan pencucian. Selain itu, katalis heterogen dapat merangsang reaksi transesterifikasi dan esterifikasi yang dapat menghindari langkah pra-esterifikasi, sehingga katalis ini sangat berguna untuk bahan baku dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi (Poudel et al. 2017).

Proses transesterifikasi dapat dilakukan dengan katalis homogen atau heterogen. Kelemahan utama katalis homogen adalah bahwa mereka tidak dapat diregenerasi karena katalis digunakan dalam reaksi sehingga pemisahan sulit dan membutuhkan peralatan mahal. Untuk mengatasi kekurangan katalis homogen

ini dan untuk mengurangi biaya finansial produksi biodiesel, dengan katalis heterogen sebagai alternatif telah dipertimbangkan dalam beberapa tahun terakhir(Dantas et al. 2018)

Katalis heterogen dapat dengan mudah dipisahkan dari produk sehingga produk akhir tidak mengandung pengotor katalis. Penggunaan katalis heterogen adalah ramah lingkungan karena tidak memerlukan air dalam pemisahan dan pada akhirnya mengurangi biaya dengan dapat diregenerasi dan kemudian regenerasi katalis dapat digunakan kembali juga (Singh, Yadav, and Sharma 2017).

Silika-titania ($\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$) merupakan salah satu material oksida biner dalam kelompok katalis heterogen. Komposit silika-titania terdiri dari silika yang bertindak sebagai pendukung atau templet dan titania bertindak sebagai pusat katalitik. Katalis ini dapat meningkatkan luas permukaan, kestabilan terhadap panas dan sifat mekanik. Material silika-titania telah diaplikasikan pada fotokatalisis, material sensor dan katalis (Nizar et al. 2013; Ruzimuradov 2011).

Penggunaan silika-titania sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel belum banyak dilaporkan. Pada penelitian sebelumnya yang telah dilaporkan bahwa komposit titania-silika sulfat (S-TSC) diperoleh melalui modifikasi permukaan komposit titania-silika mesopori dengan metode sol gel. Katalis ini disintesis menggunakan prekursor titanium oksiklorida dan natrium silikat. Modifikasi permukaan dengan menggunakan asam sulfat untuk meningkatkan kinerja katalitiknya. Aplikasinya pada pembuatan biodiesel menunjukkan tidak adanya hubungan antara presentase biodiesel yang dihasilkan tidak sebanding dengan presentase sulfat(Shao et al. 2013).

Katalis silika-titania yang telah digunakan dalam pembuatan biodiesel dapat digunakan kembali sebagai katalis dengan memenuhi kriteria seperti stabilitas katalis. Kriteria tersebut sangat penting dalam pembuatan biodiesel karena jika katalis tidak memiliki stabilitas yang baik maka katalis akan kehilangan kinerjanya pada setiap penggunaan (Alaei et al. 2018).

Penggunaan katalis silika-titania dengan framework titanium tetrahedral yang disintesis dengan metode solid state untuk pembuatan biodiesel telah dilaporkan dalam grup riset ini. Penelitian tersebut memiliki fokus pada pengaruh fraksi titanium tetrahedral dalam silika titania terhadap sifat biodiesel yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa sifat-sifat biodiesel dipengaruhi oleh fraksi titanium dalam koordinasi tetrahedral. Selanjutnya pengaruh massa katalis $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ telah dilaporkan dalam pembuatan biodiesel dari minyak sawit dan minyak jelantah (Zurriyati, 2019). Hasil menunjukkan bahwa 91% konversi minyak jelantah lebih tinggi dari massa yang digunakan lebih sedikit sehingga katalis $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ cenderung memiliki sifat asam. Optimasi waktu reaksi juga telah dilakukan, dengan variasi waktu reaksi 2-6 jam dengan minyak jelantah menghasilkan persen konversi 57,14%. Namun demikian belum dilaporkan pengaruh *reusability* katalis $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ dalam pembuatan biodiesel melalui variasi waktu reaksi (Nizar et al. 2018a).

Faktor-faktor yang mempengaruhi pembuatan biodiesel adalah massa katalis, suhu reaksi, waktu reaksi, dan perbandingan alkohol terhadap minyak. Waktu reaksi merupakan salah satu faktor yang penting karena sebagai contoh, pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dan metanol dengan katalis NaOH memiliki waktu reaksi 2 jam menghasilkan biodiesel sebesar 68,5 %. Jika

digunakan katalis K_3PO_4 memiliki waktu reaksi optimum 3 jam menghasilkan biodiesel sebesar 97,3 %. Oleh karena itu perlu ditentukan optimum waktu reaksi dalam pembuatan biodiesel (Issariyakul and Dalai 2014).

Berdasarkan uraian tersebut, dalam penelitian ini dipelajari *reusability* katalis silika-titania melalui variasi waktu reaksi terhadap beberapa sifat fisika dan persen konversi biodiesel. Sumber minyak yang digunakan adalah minyak jelantah.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Penggunaan bahan bakar fosil yang semakin meningkat menyebabkan ketersediaannya semakin berkurang sehingga diperlukan bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui. Biodiesel merupakan bahan bakar yang sumbernya terbarukan sehingga dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar fosil untuk mesin diesel.
2. Minyak jelantah menjadi sumber bahan baku yang menjanjikan untuk dikembangkan di Indonesia tergantung katalis yang digunakan.
3. Katalis *reusable* dapat digunakan kembali dalam pembuatan biodiesel dengan memenuhi beberapa kriteria.
4. Salah satu faktor yang mempengaruhi produk biodiesel adalah waktu reaksi. Oleh karena itu, diperlukan optimasi waktu reaksi.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. *Reusability* katalis silika-titania dapat digunakan kembali dengan pencucian menggunakan n-hexane dan methanol pada suhu pengeringan 105°C selama 2 jam.
2. Karakterisasi katalis *reused* silika-titania menggunakan DR-UV-Vis.
3. Sumber minyak yang digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah minyak jelantah.
4. Variasi waktu reaksi yang digunakan dalam aplikasi pembuatan biodiesel adalah 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam.
5. Analisa biodiesel yang didapatkan meliputi sifat-sifat fisika (densitas, visikositas dan bilangan asam) dan presentase biodiesel.

D. Rumusan Masalah

1. Bagaimana *reusability* dari katalis silika-titania?
2. Bagaimana pengaruh optimasi waktu reaksi terhadap presentase biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah menggunakan katalis *reused* silika-titania ?
3. Bagaimana karakteristik sifat-sifat fisika produk biodisel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak jelantah dengan metanol pada variasi waktu 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam menggunakan katalis *reused* silika-titania ?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari Penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menentukan *reusability* dari katalis silika-titania?
2. Menentukan waktu reaksi optimum yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak jelantah.
3. Menentukan sifat-sifat fisika produk biodisel yang dihasilkan dari minyak jelantah dengan waktu reaksi pada variasi 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam menggunakan katalis *reused* silika-titania.

F. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Memberikan informasi tentang *reusability* katalis silika-titania
2. Memberikan informasi tentang waktu reaksi optimum yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak jelantah.
3. Memberikan informasi tentang sifat fisika produk biodisel yang dihasilkan dari minyak jelantah dan metanol menggunakan katalis *reused* silika-titania dengan waktu reaksi yang divariasikan.

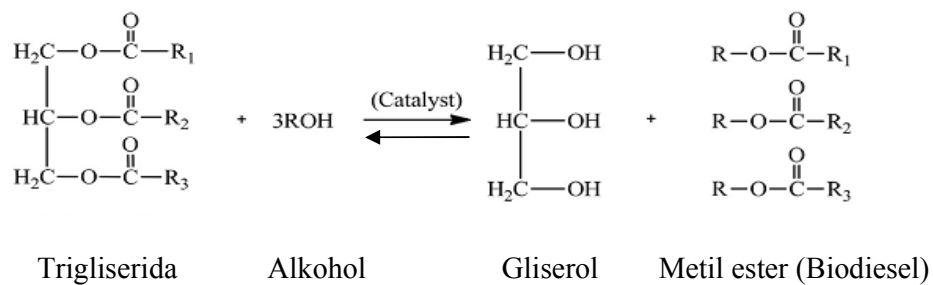
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Biodiesel

Biodiesel adalah salah satu bahan bakar mesin diesel alternatif yang bersumber dari minyak nabati, lemak hewani, dan minyak jelantah. Kelebihan biodiesel dibandingkan dengan bahan bakar fosil umumnya adalah aman, terbarukan, dapat diperbaharui, tidak beracun, biodegradable, tidak mengandung belerang dan merupakan pelumasan yang lebih baik (De Almeida et al. 2015).

Produksi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi didasarkan pada satu mol trigliserida yang bereaksi dengan tiga mol metanol menghasilkan tiga mol metil ester (biodiesel) dan satu mol gliserol. Umumnya reaksi transesterifikasi melibatkan beberapa parameter yang secara signifikan mempengaruhi konversi akhir dan hasil. Minyak yang mengandung asam lemak bebas (FFA) tinggi maka terjadi reaksi esterifikasi menghasilkan metil ester dan air sebagai produk samping (Talebian-Kiakalaieh, Amin, and Mazaheri 2013).



Gambar 1. Reaksi Transesterifikasi

Penggunaan minyak secara langsung pada mesin diesel tidak dapat dilakukan karena viskositas yang tinggi sehingga menimbulkan masalah pada mesin seperti membentuk deposit di injektor bahan bakar mesin.

Masalah tersebut dapat diselesaikan dengan pengenceran, mikroemulsi, pirolisis, dan transesterifikasi. Metil ester yang dihasilkan oleh transesterifikasi disebut biodiesel, yang memiliki viskositas rendah dan angka cetan yang tinggi (El-Araby et al. 2018).

Transesterifikasi adalah metode yang umum digunakan untuk memproduksi biodiesel. Tujuan reaksi ini adalah untuk mengurangi viskositas minyak atau lemak menggunakan katalis asam atau basa dan penambahan metanol atau etanol. Reaksi transesterifikasi bersifat reversibel dan kelebihan alkohol menggeser kesetimbangan ke sisi produk (Gashaw, Getachew, and Teshita 2015).

Produksi biodiesel sangat dipengaruhi oleh parameter seperti suhu reaksi, kandungan asam lemak dalam minyak, kadar air dalam minyak, jenis katalis, jumlah katalis, waktu reaksi, rasio molar alkohol terhadap minyak, jenis alkohol, penggunaan co-pelarut dan intensitas pencampuran. Metanol merupakan alkohol primer yang disukai untuk reaksi transesterifikasi atau esterifikasi karena reaktivitasnya yang tinggi (rantai alkil terpendek dan alkohol polar). Selain itu, metanol memiliki titik didih rendah (Suresh, Jawahar, and Richard 2018).

Tabel 1. Sifat-sifat Biodiesel

Sifat Bahan Bakar	Biodiesel
Bahan bakar standar	ASTM D6751
Komposisi	C12-C22 FAME ^a
Kecepatan Viskositas mm ² /s (at 40°C)	1.9–6.0
Kecepatan Gravitasi (kg/l)	0.88
Titik Didih (°C)	182–338
Titik Nyala (°C)	100–170
Cloud point	–3 to 12
Pour point	–15 to 10

1. Biodiesel Minyak Nabati

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dari sumber daya terbarukan (renewable resources) dari minyak nabati. Secara umum, bahan baku biodiesel dapat dibagi menjadi empat kategori utama yaitu minyak nabati yang dapat dimakan, minyak nabati yang tidak dapat dimakan, lemak hewani, minyak jelantah. Minyak nabati yang dapat dimakan adalah kedelai, kacang tanah, dan minyak kelapa sawit. Selanjutnya minyak nabati yang tidak dapat dimakan adalah jarak pagar, karanja dan mangga laut. Lemak hewani adalah lemak ayam dan produk sampingan dari minyak ikan (Atabani et al. 2012).

Minyak goreng sisa penggorengan (jelantah) dapat digunakan sebagai bahan baku untuk produksi biodiesel. Pada sebagian besar hotel, restoran, dan industri makanan, minyak jelantah hanya dibuang begitu saja ke dalam sungai atau dibuang ke tanah. Minyak jelantah mengandung jumlah asam lemak bebas (FFA) yang tinggi sehingga katalis asam sesuai untuk digunakan. Bahan baku ini lebih murah dan penggunaannya sebagai biodiesel dapat menghindari biaya pembuangan produk dan perawatan. Limbah minyak ini juga dapat mengurangi kebutuhan lahan untuk tanaman penghasil biodiesel (Kawentar and Budiman 2013; Sahar et al. 2018) (Gnanaprakasam et al. 2013).

Penggunaan katalis natrium silikat untuk konversi limbah minyak menjadi biodiesel telah dilaporkan. Konten FFA dalam minyak jelantah sebesar 3,28% yang berada di atas nilai yang direkomendasikan <1%. Konversi minyak jelantah menjadi biodiesel dicapai melalui reaksi transesterifikasi dengan katalis natrium silikat dan perbandingan molar metanol terhadap minyak rasio 6: 1. Sifat fisikokimia dari katalis diperoleh menggunakan Fourier transform

spektroskopi inframerah (FT-IR). Melalui reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester sebanyak 57,92% pada metanol optimum untuk molar minyak rasio 6: 1, berat katalis 2,5%, waktu reaksi 240 menit dan suhu reaksi 64°C (Z. Yaakob, M. Mohammad.dkk, 2013).

2. Katalis untuk pembuatan Biodiesel

Pembuatan biodiesel memerlukan beberapa katalis seperti katalis asam homogen / heterogen, katalis basa homogen / heterogen dan biokatalis (enzim). Dibandingkan dengan katalis enzim, katalis homogen dan heterogen lebih umum digunakan dalam memproduksi biodiesel karena katalis enzim membutuhkan waktu yang lama dan biaya yang relative mahal (Poudel et al. 2017).

Katalis homogen memiliki beberapa kelemahan yaitu tahap penetralan yang lebih banyak, proses pemurnian yang lama, dan menghasilkan limbah cair. Penggunaan katalis heterogen menjadi pilihan untuk mengatasi beberapa kekurangan katalis homogen diantaranya adalah dapat dengan cepat dipisahkan dari produk dengan cara penyaringan dan mengurangi kebutuhan pencucian. (Talha and Sulaiman 2016). Beberapa pengelompokkan katalis diantaranya :

a. Katalis basa homogen

Katalis basa homogen yang umum digunakan adalah kalium hidroksida (KOH), kalium metoksida (KOCH_3), natrium hidroksida (NaOH). Beberapa keunggulan katalis basa homogen pada umumnya mampu mengkatalisis reaksi pada suhu rendah dan tekanan atmosfer, konversi tinggi dalam waktu yang relatif singkat dan ketersediaannya. Sedangkan kelemahannya, yaitu sensitif terhadap kadar FFA dalam minyak, reaksi saponifikasi dapat terjadi jika kandungan FFA lebih dari 2% dalam minyak, reaksi tersebut akan menurunkan

hasil biodiesel dan menyebabkan masalah selama pemurnian produk (Talha & Sulaiman, 2016).

b. Katalis asam homogen

Katalis asam homogen yang umum digunakan adalah asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl), asam sulfonat organik dan sulfat besi. Katalis asam homogen memiliki beberapa kelemahan seperti laju reaksinya yang relatif lebih lambat. Sehingga, rasio alkohol terhadap minyak molar adalah faktor utama yang mempengaruhi reaksi. Keunggulan katalis ini diantaranya dapat terjadi reaksi esterifikasi dan transesterifikasi secara bersamaan, tidak terjadi reaksi saponifikasi, dan menghasilkan hasil biodiesel yang lebih tinggi (Talha and Sulaiman 2016).

c. Katalis basa heterogen

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilaporkan, penggunaan katalis heterogen adalah untuk mengatasi masalah yang disebabkan oleh katalis homogen dalam produksi biodiesel. Salah satu contoh dari katalis basa heterogen adalah kalsium oksida (CaO) dimana memiliki keuntungan aktivitas yang lebih tinggi, waktu hidup katalis yang lama, katalis yang relatif mudah dipisahkan dan katalis dapat digunakan kembali. Namun, katalis CaO memiliki kelemahan dapat memperlambat laju reaksi produksi biodiesel (Talha and Sulaiman 2016).

d. Katalis asam heterogen

Zirkonia tersulfasi merupakan salah satu katalis asam heterogen yang dapat digunakan. Katalis asam ini membuat reaksi esterifikasi dan transesterifikasi terjadi secara bersamaan, pemisahan katalis yang mudah dari produk dan katalis yang dapat digunakan kembali. (Talha and Sulaiman 2016).

e. Katalis enzim

Enzim yang umum digunakan pada pembuatan biodiesel salah satunya adalah lipase. Penggunaan katalis enzim ini memiliki keuntungan diantaranya pemurnian produk yang relatif sederhana, tidak peka terhadap minyak dan katalis, dan dapat digunakan kembali. Namun, pada katalis enzim terdapat kelemahan yaitu ketika katalis enzim digunakan dalam skala industri menyebabkan tingginya biaya, laju reaksi lambat dan deaktivasi enzim (Talha and Sulaiman, 2016)

Tabel 1. Jenis Katalis, Kelebihan dan Kelemahan (Molina, 2013)

Jenis		Contoh	Kelebihan	Kelemahan
Basa (alkali)	Homogen	NaOH, KOH	Aktivitas katalitik tinggi, biaya yang rendah, kondisi operasi sederhana,	Persyaratan FFA rendah, kondisi anhidrat, pembentukan sabun, pembentukan emulsi, lebih banyak air limbah dari pemurnian, perbandingan molar tinggi antara alkohol dan minyak, suhu dan tekanan reaksi tinggi, terbatasnya difusi, biaya yang tinggi
	Heterogen	CaO, CaTiO ₃ , CaZrO ₃ , CaOCeO ₂ , CaMnO ₃ , Ca ₂ Fe ₂ O ₅ , KOH/Na Y	nonkorosif, ramah lingkungan, dapat didaur ulang, pembuangan lebih sedikit, masa pakai katalis lebih lama,	Kebutuhan FFA rendah dengan sekali pemakaian, rasio molar tinggi alkohol terhadap minyak, suhu dan tekanan reaksi tinggi, keterbatasan
Jenis		Contoh	Kelebihan	Kelemahan

Asam	Homogen	Asam sulfat pekat	Mengkatalisis esterifikasi dan transesterifikasi secara bersamaan, mencegah pembentukan sabun	Terjadinya korosif, lebih banyak limbah dari netralisasi, sulit untuk didaur ulang, suhu reaksi yang tinggi, waktu reaksi yang lama, aktivitas katalitik yang lemah
	Heterogen	ZnO/I ₂ , ZrO ₂ /SO ₄ ²⁻ , TiO ₂ /SO ₄	Reaksi esterifikasi dan transesterifikasi secara bersamaan, daur ulang, ramah lingkungan,	Konsentrasi asam rendah, keterbatasan difusi, biaya tinggi
Enzim		Candida antarctica fraction b-lipase	mencegah pembentukan sabun tanpa pengurangan, pemurnian lebih mudah	Biaya yang tinggi, terdenaturasi

Tabel 3. Perbandingan kondisi reaksi untuk berbagai macam katalis (Talha, Syakirah & Sarina Sulaiman, 2016)

Katalis	Kondisi reaksi					Biodiesel yang dihasilkan %
	Suhu (°C)	Katalis %	Jenis Minyak	Perbandingan alkohol : minyak	Waktu Reaksi (jam)	
	Katalis Basa Homogen					
Natrium Hidroksida (NaOH)	40	1,3	Minyak kedelai	Etanol 9 : 1	1,33	95%
Natrium Hidroksida (NaOH)	55	0,5	Minyak kedelai bekas penggorengan	Metanol 3 : 1	2	68,5%
Natrium Hidroksida (NaOH)	60	1	Minyak rapa	Metanol 475 : 1	0,1	88,8%
Kalium Hidroksida (KOH)	60	1	Minyak biji	Metanol 4 : 1	0,1	98,5%
Katalis	Kondisi Reaksi					Biodiesel yang dihasilkan %
	Suhu (°C)	Katalis %	Jenis Minyak	Perbandingan alkohol : minyak	Waktu Reaksi (jam)	
Kalium Hidroksida	55	1	Calophyllum inophyllum	Metanol 9 : 1	1	98,53%

(KOH)						
Natrium metoksida (NaOCH ₃)	50	0,5	Minyak biji <i>Sesamum indicum L</i>	Metanol 6 : 1	0,75	87,8%
Katalis Basa Heterogen						
Tulang	60	4	- Minyak rapa - minyak kacang	Metanol 20 : 1	18	- 96% - 94%
Sekam padi	65	3	Minyak kedelai	Metanol 24 : 1	4	99,5%
Cangkang siput	60	7	Minyak bekas penggorengan	Metanol 6,03 : 1	2	99,58%
- Kulit telur - Cangkang siput - Cangkang venus	65	2	-Minyak sawit olein -Minyak sawit olein -Minyak sawit olein	Metanol 15 : 1	10	- 94,1% - 93,2% - 92,3%
Minyak sayur asphalt	22	4,5	Minyak sayur	Metanol 16,8 : 1	0,2	94,8%
Kulit tiram	65	5	Minyak kedelai	Metanol 6 : 1	25	96,5%
Kulit telur	65	3	Minyak kedelai	Metanol 9 : 1	3	95%
K ₃ PO ₄	60	4	Minyak sayur bekas	Metanol 6:1	3	97.3
Katalis Asam Homogen						
Asam klorida (HCl)	10	1	Minyak bunga matahari	Metanol		95,2%
Asam sulfat (H ₂ SO ₄)	12	0,5	<i>Chlorella pyrenoidosa</i>	Metanol 40 : 1	3	92,5%

Katalis	Kondisi Reaksi					Biodiesel yang dihasilkan %
	Suhu (°C)	Katalis %	Jenis Minyak	Perbandingan alkohol : minyak	Waktu Reaksi (jam)	
	Katalis Asam Heterogen					
Titanium doped amorphous zirconia	245	-	Minyak biji rapa	Metanol 40 : 1	0,5	65%
Sulfated zirconia	65	2	Minyak neem	Metanol 9 : 1	1	95%
Carbon-based solid acid catalyst	220	4,5	Minyak sayur bekas	Metanol 16,8 : 1	0,2	94,8%
SO ₄ ²⁻ / ZrO ₂	120	3	Minyak sayur bekas	Metanol 9:1	-	93.6

Katalis Enzim						
Lipase	52,1	-	Minyak kedelai	Metanol 4 : 1		83,31%
Immobilized lipase on SiO ₂	50	11	Minyak babassu	Etanol 12 : 1	5	96,0%
Immobilized lipase on PVA	37	72	Minyak kedelai	Etanol 6 : 1	4	66,3%

f. Katalis *Reusable*

Katalis heterogen telah menjadi subjek dari beberapa penelitian dan dikembangkan karena karena katalis ini tidak menghasilkan emulsi, menghasilkan lebih sedikit limbah kimia dan mudah dipisahkan dari produk sehingga produk akhir tidak mengandung pengotor katalis. Penggunaan katalis heterogen adalah ramah lingkungan karena tidak memerlukan air dalam pemisahan dan pada akhirnya mengurangi biaya dengan dapat diregenerasi dan kemudian regenerasi katalis dapat digunakan kembali juga (Singh et al. 2017).

Dalam reaksi transesterifikasi dan esterifikasi, penggunaan katalis padat menjadi semakin menjanjikan karena dapat digunakan kembali, selain itu dapat menghadirkan karakteristik fisik dan kimia, seperti asam Lewis atau Brønsted pada area permukaan yang menguntungkan dalam reaksi (Dantas et al. 2018). Dalam beberapa waktu terakhir ini banyak penelitian yang dilakukan terhadap beberapa katalis heterogen karena siklus panjang dan multifungsi katalis ini sangat penting untuk meminimalkan konsumsi energi di semua proses pemisahan (Singh et al. 2017).

B. Katalis Silika-Titania

Katalis heterogen yang termasuk dalam gugus titano silikat salah satunya adalah silika-titania ($\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$). Silika-titania disintesis dari campuran titania dan silika, diketahui bahwa peran koordinasi titanium tetrahedral sangat penting dalam aktivitas katalitik silika-titania. Pada pembentukan titanium tetrahedral koordinasi melalui Si-O-Ti obligasi menghasilkan keasaman pada permukaan silika-titania yang disebabkan oleh perbedaan bentuk geometri dan koordinasi antara Si dan Ti (Nizar et al. 2013).

Titania (TiO_2) adalah salah satu material yang banyak diteliti karena sifatnya yang menarik. Beberapa keunggulan TiO_2 dibandingkan dengan oksida logam yang lain adalah, fotoreaktif, inert secara kimia dan biologi, anti korosi, non toxic, sifatnya basa dan kemampuannya untuk digunakan secara berulang tanpa kehilangan aktifitas katalitik (Nizar. et al 2013).

Kerangka titanium tetrahedral dikenal sangat aktif dan menentukan aktivitas katalitik titanium dalam silika-titania. Formasi dari kerangka tetrahedral melalui ikatan Si-O-Ti menyebabkan sifat asam pada permukaan silika-titania meningkat karena berbeda dalam bentuk geometri dan koordinasi Si dan Ti. Sifat asam sangat diperlukan untuk katalis dalam pembuatan biodiesel. Sintesis silika-titania didasarkan pada metode solid state karena lebih memenuhi syarat untuk prekursor padat dan fabrikasi biaya rendah, dibandingkan dengan metode lain yaitu metode sol-gel (Nizar, Umar Kalmar, 2015).

Silika atau silikon dioksida (SiO_2) adalah salah satu senyawaan kimia yang paling umum. Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Silikon selalu terikat secara tetrahedral (SiO_4) kepada empat atom

oksigen, namun ikatan-ikatannya mempunyai sifat yang cukup ionic (Nizar, 2018).

Bentuk-bentuk silika merupakan beberapa struktur kristal yang penting bukan saja karena silika merupakan zat yang melimpah dan berguna, tetapi karena strukturnya adalah unit yang mendasar dalam kebanyakan mineral. Silika merupakan oksida logam yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya adalah memiliki sifat nontoksik, biokompatibel, luas permukaan besar, stabil terhadap panas sehingga silika merupakan templet atau pendukung yang bagus untuk mengatasi kelemahan titania (Nizar, Umar Kalmar, 2015).

Campuran oksida silika-titania dari segi sifat seperti sifat katalitik, luas permukaan, stabilitas termal, kekuatan mekanik dan transparansi mengalami peningkatan dari titania murni. Silika-titania merupakan oksida campuran dari titania (TiO_2) dengan silika (SiO_2) dimana kedua nya sama-sama isomorfous yang di dalamnya terdapat dua bentuk interaksi yaitu interaksi gaya fisika (seperti gaya Van der Waals) dan ikatan kimia antara Ti-O-Si yang dihasilkan berbentuk tetrahedral lebih aktif dari pada oktahedral. (Nizar, Umar Kalmar, 2015).

Metode *Solid State*

Metode *solid-state* adalah salah satu metode sintesis yang prekursornya berasal dari padatan-padatan. Dalam metode solid-state tidak dilakukan perlakuan-perlakuan khusus atau penambahan zat-zat lain sebagai agen pembantu reaksi seperti pada metode yang lain yakni dilakukan penambahan agen pengompleks, evaporasi dan drying. Teknik ini menggunakan suhu yang tinggi, hal ini dilakukan karena pada kenyataannya padatan tidak akan bereaksi

pada suhu kamar, tetapi pada suhu tinggi padatan akan mengalami laju reaksi yang tinggi pula dan penataan ulang struktur-struktur padatan (Coleman, Perera, and Gillan 2015).

C. Metoda Karakterisasi dan Analisa

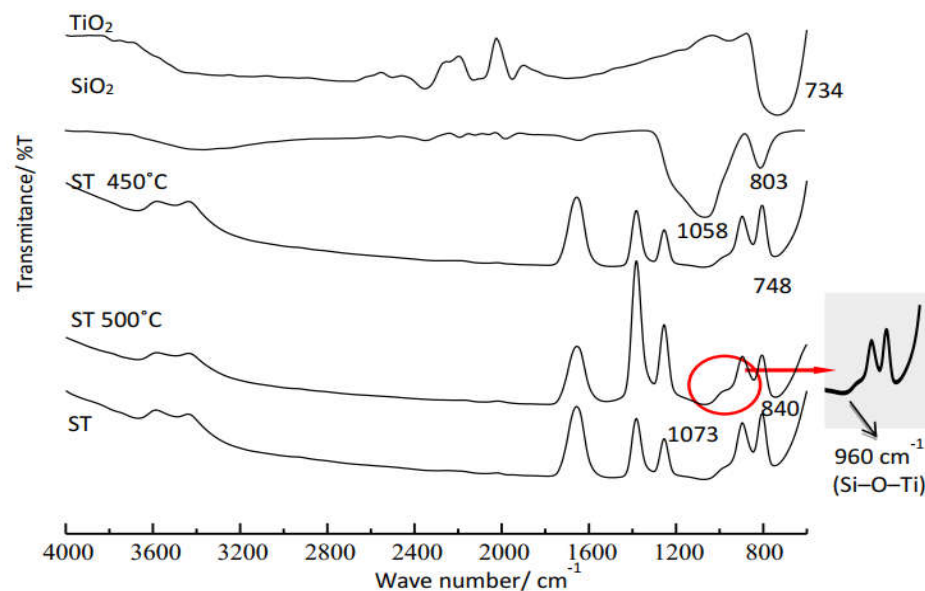
1. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektroskopi inframerah adalah alat untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa, dan menganalisis campuran. Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk mendeteksi dan analisis hasil spektrumnya. Inti spektroskopi FTIR adalah interferometer michelson yaitu alat untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan (Devika, Mohandass, and Nusrath 2013).

Spektrum inframerah dihasilkan dari penransmisian cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah yang diperoleh kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}). Daerah yang sering dianalisis spektrofotometer inframerah adalah dalam kisaran $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ atau lebih rendah (Devika et al. 2013).

Spektrum FTIR dari seri $\text{TiO}_2\text{--SiO}_2$ ditampilkan pada penyerapan pita utama dengan panjang gelombang masing-masing dari 3668 cm^{-1} , 3429 cm^{-1} , 1073 cm^{-1} , 960 cm^{-1} , 840 cm^{-1} , dan 784 cm^{-1} . Pita serapan yang luas pada panjang gelombang 3668 cm^{-1} dan 3429 cm^{-1} menunjukkan vibrasi -OH pada permukaan sampel. Penyerapan pita -OH disebabkan karena adanya uap air yang

dihasilkan selama proses karakterisasi FT-IR. Pita penyerapan lainnya adalah pita lebar yang lemah pada panjang gelombang 748 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran Ti-O-Ti (Nizar et al. 2013).



Gambar 2. Spektra FTIR TiO_2 , SiO_2 dan silika-titania

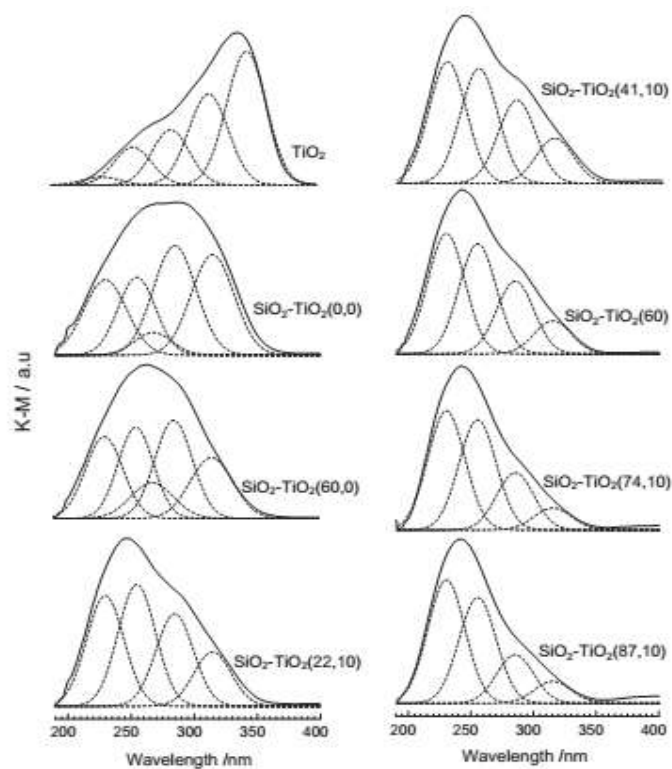
Sedangkan pada pita penyerapan yang sangat kecil terdapat pada panjang gelombang 960 cm^{-1} karena getaran Si-O-Ti. Ikatan ini merupakan indikasi dari kimia antara SiO_2 dan TiO_2 . Semakin banyak ikatan Si-O-Ti yang terbentuk menandakan lebih banyak fraksi titanium tetrahedral yang dihasilkan SiO_2 dan TiO_2 . Pembentukan ikatan Si-O-Ti dikonfirmasi oleh penyerapan pita dekonvolusi spektrum DR UV-VIS (Nizar et al. 2013).

2. DR UV-Vis (*Diffuse Reflectance Ultraviolet Visible*)

DR UV-Vis merupakan metoda dalam menganalisis sampel berbentuk padatan. Prinsip DR UV-Vis adalah berdasarkan dengan transisi elektron yang terjadi dalam molekul orbital, atom, ion atau dalam bentuk padat. Pengukuran

ini mengacu pada spektroskopi refleksi difus (membaur), pantulan penyebaran untuk yang padatan disebut *Diffuse reflection* (Kalmar et al. 2013).

Metoda DR didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Material yang berupa padatan disinari dengan gelombang elektromagnetik maka foton akan diserap oleh electron pada material. Ketika cahaya mengenai suatu sampel maka akan ada yang sebagian diserap, dipantulkan dan ditransmisikan(Kalmar et al. 2013).



Gambar 3. Dekonvolusi spektrum DR UV-Vis dari silika-titania

Dasar perhitungan dekonvusi penyerapan pita pada 200, 242, dan 279 nm adalah sesuai dengan fraksi titanium tetrahedral dan pada 312, 329, 358 dan 400 nm terkait fraksi titanium oktahedral. Padatann TiO_2 cenderung membentuk fraksi oktahedral dari pada tetrahedral. Namun dengan penyisipan TiO_2 ke

dalam SiO_2 fraksi yang terbentuk adalah fraksi titanium tetrahedral (Nizar, 2018).

D. Sifat-sifat fisika Biodiesel

Secara umum menurut (Atabani et al. 2012) beberapa karakteristik sifat fisika biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Densitas

Densitas merupakan sifat fisik yang berkaitan dengan nilai kalori dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel per satuan volume bahan bakar. Makin ringan bahan bakar semakin rendah pula massa jenisnya dan sebaliknya makin berat bahan bakar semakin tinggi masa jenisnya. Dari sebagian besar penelitian karakteristik biodiesel yang dihasilkan berada dalam rentang standar yang ditetapkan. Biodiesel dengan massa jenis 860 kg/m^3 dapat menghasilkan pembakaran yang sempurna. Apabila Biodiesel memiliki massa jenis melebihi ketentuan akan menghasilkan reaksi pembakaran tidak sempurna. Kerapatan relatif biodiesel diperlukan untuk membuat konversi massal ke volume, menghitung aliran dan viskositas sifat, dan digunakan untuk menilai homogenitas tangki biodiesel.

2. Viskositas

Viskositas kinematik biodiesel adalah 10–15 kali lebih besar dari bahan bakar fosil solar. Hal ini karena massa molekul besar dan struktur kimia besar. Pada keadaan temperatur rendah, biodiesel bisa menjadi sangat kental atau bahkan dipadatkan. Beberapa literatur menyatakan bahwa viskositas biodiesel yang lebih tinggi dapat mempengaruhi aliran volume dan karakteristik dalam mesin membuat bahan bakar teratomisasi menjadi tetesan yang lebih besar

sehingga akan mengakibatkan deposit pada mesin. Berdasarkan ASTM D445, nilai viskositas dari biodiesel adalah $1,9-6,0 \text{ mm/s}^2$.

3. Bilangan Asam

Bilangan asam atau bilangan netralisasi adalah ukuran asam lemak bebas yang terkandung dalam sampel bahan bakar. Asam lemak bebas (FFAs) adalah asam monokarboksilat jenuh atau tak jenuh yang terjadi secara alami dalam minyak atau lemak. Asam lemak bervariasi dalam panjang rantai karbon dan dalam jumlah ikatan ganda. Jumlah asam lemak bebas yang lebih tinggi menyebabkan nilai asam yang lebih tinggi. Nilai asam dinyatakan sebagai mg KOH diperlukan untuk menetralkan 1 g FAME. Kandungan asam yang lebih tinggi dapat menyebabkan korosi yang parah dalam sistem bahan bakar mesin. Berdasarkan ASTM D664, nilai maksimum bilangan asam biodiesel adalah 0,50 mg KOH/g.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. *Reusability* katalis silika-titania dapat digunakan kembali dalam pembuatan biodiesel. Terjadi penurunan persen titanium tetrahedral katalis 1x dengan 2x *reusable* silika-titania masing-masing adalah 26,11% dan 24,02%
2. Biodiesel dengan katalis *reused* 1x dan 2x silika-titania diperoleh waktu reaksi optimum selama 3 jam. Persen konversi masing-masing biodiesel adalah 43,47 % dan 39,13 %.
3. Sifat-sifat fisika biodiesel meliputi densitas, viskositas dan bilangan asam yang dihasilkan dengan variasi waktu reaksi mengalami penurunan dibandingkan dengan minyak jelantah

B. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan disarankan agar melakukan penelitian lebih lanjut menggunakan prekursor yang dapat membentuk persen fraksi tetrahedral titanium yang lebih besar dalam mensintesis katalis silika-titania.

REFERENSI

- Abdul Raqeeb, Mohammed. 2015. "Biodiesel Production from Waste Cooking Oil." *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research* 7(12):670–81.
- Abubakar, H. G., A. S. Abdulkareem, A. Jimoh, O. D. Agbajelola, J. O. Okafor, and E. A. Afolabi. 2016. "Optimization of Biodiesel Production from Waste Cooking Oil." *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects* 38(16):2355–61.
- Alaei, Shervin, Mohammad Haghighi, Javad Toghiani, and Behgam Rahmani Vahid. 2018. "Magnetic and Reusable MgO/MgFe₂O₄ Nanocatalyst for Biodiesel Production from Sunflower Oil: Influence of Fuel Ratio in Combustion Synthesis on Catalytic Properties and Performance." *Industrial Crops and Products* 117(September 2017):322–32.
- De Almeida, Vanessa F., Pedro J. García-Moreno, Antonio Guadix, and Emilia M. Guadix. 2015. "Biodiesel Production from Mixtures of Waste Fish Oil, Palm Oil and Waste Frying Oil: Optimization of Fuel Properties." *Fuel Processing Technology*.
- Atabani, A. E., A. S. Silitonga, Irfan Anjum Badruddin, T. M. I. Mahlia, H. H. Masjuki, and S. Mekhilef. 2012. "A Comprehensive Review on Biodiesel as an Alternative Energy Resource and Its Characteristics." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Atabani, A. E., A. S. Silitonga, H. C. Ong, T. M. I. Mahlia, H. H. Masjuki, Irfan Anjum Badruddin, and H. Fayaz. 2013. "Non-Edible Vegetable Oils: A Critical Evaluation of Oil Extraction, Fatty Acid Compositions, Biodiesel Production, Characteristics, Engine Performance and Emissions Production." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Bilgin, Atilla, Mert Gülüm, İhsan Koyuncuoglu, Elif Nac, and Abdülvahap Cakmak. 2015. "Determination of Transesterification Reaction Parameters Giving the Lowest Viscosity Waste Cooking Oil Biodiesel." *Procedia - Social and Behavioral Sciences* 195:2492–2500.
- Chen, Hai-Ying and Zheng-Wei Cui. 2016. "A Microwave-Sensitive Solid Acid Catalyst Prepared from Sweet Potato via a Simple Method." *Catalysts* 6(12):211.
- Coleman, Nathaniel, Sujith Perera, and Edward G. Gillan. 2015. "Rapid Solid-State Metathesis Route to Transition-Metal Doped Titanias." *Journal of Solid State Chemistry* 232:241–48.
- Dantas, J., E. Leal, D. R. Cornejo, R. H. G. A. Kiminami, and A. C. F. M. Costa. 2018. "Biodiesel Production Evaluating the Use and Reuse of Magnetic Nanocatalysts Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄ Synthesized in Pilot-Scale." *Arabian*

Journal of Chemistry.

- Devika, V., S. Mohandass, and T. Nusrath. 2013. "Fourier Transform Infra Red (Ft-Ir) Spectral Studies of Foeniculum Vulgare." *International Research Journal of Pharmacy* 4(3):203–6.
- El-Araby, R., Ashraf Amin, A. K. El Morsi, N. N. El-Ibiari, and G. I. El-Diwani. 2018. "Study on the Characteristics of Palm Oil–biodiesel–diesel Fuel Blend." *Egyptian Journal of Petroleum* 27(2):187–94.
- Elkady, M. F., Ahmed Zaatout, and Ola Balbaa. 2015. "Production of Biodiesel from Waste Vegetable Oil via KM Micromixer." *Hindawi Publishing Corporation* 2015.
- Farianty, Dhika, Ananda Putra, Latisma Dj, and Umar Kalmar Nizar. 2019. "Biodiesel Production from Palm and Waste Cooking Oils Catalyzed by Silica-Titania Catalyst with Time Variation." 4(7):4–8.
- Gashaw, Alemayehu, Tewodros Getachew, and Abile Teshita. 2015. "A Review on Biodiesel Production as Alternative Fuel." *Journal of Forest Products & Industries* 4(2):80–85.
- Gnanaprakasam, A., V. M. Sivakumar, A. Surendhar, M. Thirumarimurugan, and T. Kannadasan. 2013. "Recent Strategy of Biodiesel Production from Waste Cooking Oil and Process Influencing Parameters: A Review." *Journal of Energy* 2013:1–10.
- Hin Taufiq-yap, Yun, Nurul Fitriyah Abdullah, and Mahiran Basri. 2011. "Biodiesel Production via Transesterification of Palm Oil Using NaOH/Al₂O₃ Catalysts (Pengeluaran Biodiesel Melalui Pengtransesteran Minyak Sawit Dengan Menggunakan Mangkin NaOH/Al₂O₃)." *Sains Malaysiana* 40(6):587–94.
- Hoekman, S. Kent, Amber Broch, Curtis Robbins, Eric Cenicerros, and Mani Natarajan. 2012. "Review of Biodiesel Composition, Properties, and Specifications." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Issariyakul, Titipong and Ajay K. Dalai. 2014. "Biodiesel from Vegetable Oils." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Kalmar, Umar, Yohanes Manan, Risma Sari, Rita Sundari, Ananda Putra, and Latisma Dj. 2013. "The Correlation of Biodiesel Physical Properties and Titanium Tetrahedral Coordination in Silica-Titania Prepared by Different Moles Ratio of Titania Precursors."
- Kawentar, Wanodya Asri and Arief Budiman. 2013. "Synthesis of Biodiesel from Second-Used Cooking Oil." *Energy Procedia* 32:190–99.
- Molina, Carmen Maria Miralda. 2013. "ZnO Nanorods as Catalyst for Biodiesel Production from Olive Oil."

- Nizar, U. K., J. Hidayatul, R. Sundari, B. Bahrizal, A. Amran, A. Putra, L. Latisma Dj, and I. Dewata. 2018a. "The Effect of Titanium Tetrahedral Coordination of Silica-Titania Catalyst on the Physical Properties of Biodiesel." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 335(1).
- Nizar, U. K., J. Hidayatul, R. Sundari, B. Bahrizal, A. Amran, A. Putra, L. Latisma Dj, and I. Dewata. 2018b. "The Effect of Titanium Tetrahedral Coordination of Silica-Titania Catalyst on the Physical Properties of Biodiesel." in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- Nizar, Umar Kalmar, Jon Efendi, Leny Yuliati, Dwi Gustiono, and Hadi Nur. 2013. "A New Way to Control the Coordination of Titanium (IV) in the Sol-Gel Synthesis of Broom Fibers-like Mesoporous Alkyl Silica-Titania Catalyst through Addition of Water." *Chemical Engineering Journal* 222:23–31.
- Poudel, Jeeban, Sujeeta Karki, Nawaraj Sanjel, Malesh Shah, and Sea Cheon Oh. 2017. "Comparison of Biodiesel Obtained from Virgin Cooking Oil and Waste Cooking Oil Using Supercritical and Catalytic Transesterification." *Energies* 10(4).
- Ruzimuradov, O. N. 2011. "Formation of Bimodal Porous Silica-Titania Monoliths by Sol-Gel Route." in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- Sahar, Sana Sadaf, Javed Iqbal, Inam Ullah, Haq Nawaz Bhatti, Shazia Nouren, Habib-ur-Rehman, Jan Nisar, and Munawar Iqbal. 2018. "Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: An Efficient Technique to Convert Waste into Biodiesel." *Sustainable Cities and Society* 41(May):220–26.
- Saini, Rummi Devi. 2017. "Conversion of Waste Cooking Oil to Biodiesel." *International Journal of Petroleum Science and Technology* 11(1):9–21.
- Shao, Godlisten N., Rizwan Sheikh, Askwar Hilonga, Jae Eun Lee, Yeung Ho Park, and Hee Taik Kim. 2013. "Biodiesel Production by Sulfated Mesoporous Titania-Silica Catalysts Synthesized by the Sol-Gel Process from Less Expensive Precursors." *Chemical Engineering Journal* 215–216:600–607.
- Singh, Veena, Meena Yadav, and Yogesh Chandra Sharma. 2017. "Effect of Co-Solvent on Biodiesel Production Using Calcium Aluminium Oxide as a Reusable Catalyst and Waste Vegetable Oil." *Fuel* 203:360–69.
- Suresh, M., C. P. Jawahar, and Arun Richard. 2018. "A Review on Biodiesel Production, Combustion, Performance, and Emission Characteristics of Non-Edible Oils in Variable Compression Ratio Diesel Engine Using Biodiesel and Its Blends." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 92(April 2017):38–49.

- Talebian-Kiakalaieh, Amin, Nor Aishah Saidina Amin, and Hossein Mazaheri. 2013. "A Review on Novel Processes of Biodiesel Production from Waste Cooking Oil." *Applied Energy*.
- Talha, Nur Syakirah and Sarina Sulaiman. 2016. "Overview of Catalysts in Biodiesel Production." *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences* 11(1):439–42.
- Yaakob, Zahira, Masita Mohammad, Mohammad Alherbawi, ZahangirYaa Alam, and Kamaruzaman Sopian. 2013. "Overview of the Production of Biodiesel from Waste Cooking Oil." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Zurriyati, Zurriyati, Rita Sundari, Bahrizal Bahrizal, Ananda Putra, Latisma DJ, Edi Nasra, Desy Kurniawati, and Umar Kalmar Nizar. 2019. "The Effect of Silica-Titania Catalyst Loading on the Production of Biodiesel from Palm and Waste Cooking Oil Abstract:." *International Journal of Scientific Research and Engineering Development* 2(3):96–101.