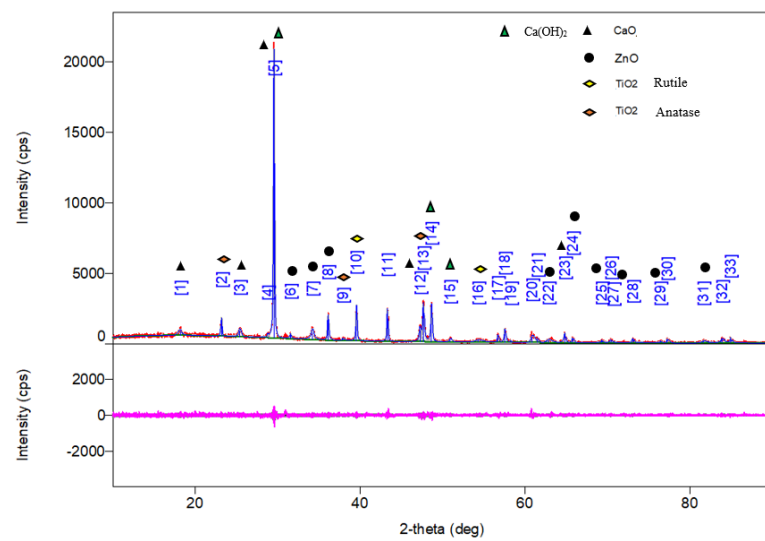


BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakteristik Fotokatalis dengan XRD (X-Ray Diffraction)

Difraksi Sinar-X dipergunakan untuk memperoleh informasi tentang tingkat kristalin suatu material. Berikut merupakan hasil XRD sintesis fotokatalis CaO-ZnO/TiO₂.



Gambar 4.1 Hasil XRD Dari Fotokatalis CaO-ZnO/TiO₂

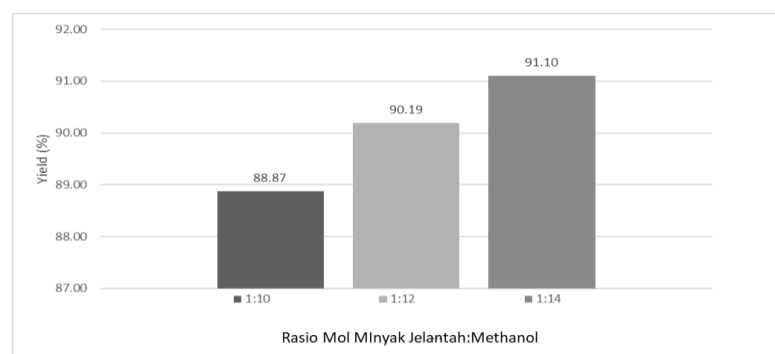
Adapun beberapa aplikasi dapat mengidentifikasi sampel berdasarkan puncak kristalinitas. Difraksi Sinar-X ini merupakan metode yang digunakan menggunakan bantuan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang pendek yang sesuai dengan jarak atom atau bidang kristal. Berdasarkan hasil XRD pada gambar 4.1 katalis CaO menunjukkan intensitas puncak pada sudut 2-theta 18.23°, 25.403°, 28.79°, 47.270°, dan 64.819° (JCPDS No. 37-1497) berdasarkan data menurut (Istadi et al., 2015), selain CaO terdapat juga Ca(OH)₂ pada 2-theta 29.564°, 48,666°, dan 50,94 ° (Lesbani et al., 2013). Katalis ZnO menunjukkan intensitas puncak pada sudut 2-theta 31.57°, 34.23°, 36.120°, 56.705°, 62.871°, 65.754°, 69.32°, 70.71°, 76.42°, dan 82.65° yang dikategorikan sebagai ZnO wurtzite fase heksagonal (JCPDS File No.36-1451). Katalis TiO₂ Anatase menunjukkan intensitas puncak pada sudut 2-theta 23.227°, 37.892°, dan 47.666° (JCPDS No. 21-1272). Katalis TiO₂ Rutile menunjukkan intensitas puncak pada sudut 2-theta

39.565°, 54.34°, 60,879° dan 61.521° (JCPDS No. 21-1276) berdasarkan data menurut (Li et al., 2014). Beberapa peak impurities terdeteksi pada sudut 2-theta yaitu 43.301°, 57.556°, 58.26°, 70.39°, 73.08°, 77.27°, 83.92°, dan 84.936°.

4.2 Sintesis Biodiesel

4.2.1 Pengaruh Variasi Rasio Minyak Jelantah : Metanol Terhadap Yield Biodiesel

Berikut merupakan hasil dari perbandingan antara variasi rasio terhadap yield biodiesel.



Gambar 4.2 Pengaruh Variasi Rasio Minyak Jelantah : Metanol Terhadap Yield Biodiesel

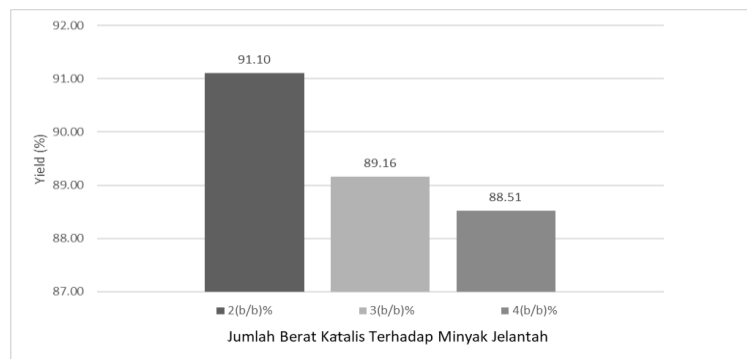
Berdasarkan gambar 4.2 hasil yield yang terbaik ialah pada Rasio Molar Minyak Jelantah: Metanol dengan perbandingan 1:14 menghasilkan yield sebesar 91.10%. Berdasarkan stoikiometrinya, untuk memperoleh 3 mol alkil ester dan 1 mol gliserol membutuhkan 3 mol alkohol untuk setiap 1 mol trigliserida. Semakin banyak jumlah alkohol yang digunakan akan menghasilkan konversi ester yang semakin besar (Thomas, 2017).

Peningkatan perbandingan mol minyak terhadap metanol juga akan meningkatkan yield biodiesel. Meningkatnya jumlah molar metanol akan menggeser reaksi ke arah kanan atau produk biodiesel sehingga akan meningkatkan yield biodiesel. Menurut penelitian (Akhihiero, dkk., 2013) katalis CaO membutuhkan alkohol yang banyak untuk meningkatkan hasil biodiesel. Dari percobaan yang sudah dilakukan didapatkan hasil yield yang

terbaik ialah pada Rasio Molar Minyak Jelantah: Metanol dengan perbandingan 1:14.

4.2.2 Pengaruh Variasi Jumlah Katalis Terhadap Yield Biodiesel

Berikut merupakan hasil dari perbandingan antara variasi jumlah katalis terhadap yield biodiesel.



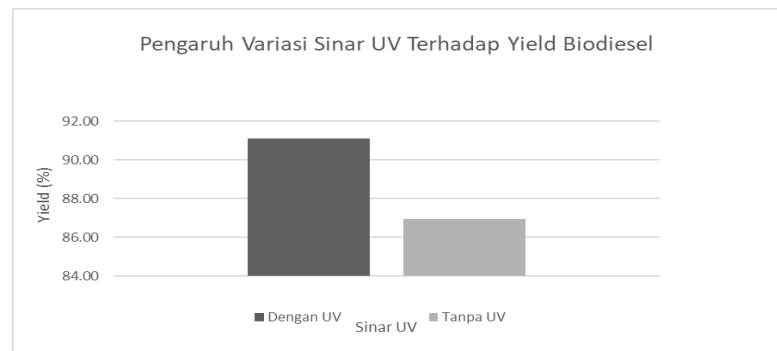
Gambar 4.3 Pengaruh Variasi Jumlah Katalis Terhadap Yield Biodiesel

Pada gambar 4.3 ini memperoleh hasil pada jumlah katalis 2 (b/b)% minyak jelantah menghasilkan yield yang paling tinggi yaitu memperoleh yield sebesar 91.10%. Pada sintesis biodiesel minyak jelantah dan metanol dengan katalis CaO-ZnO/TiO₂ sebanyak 2 (b/b)% minyak jelantah memiliki laju yang tinggi, hal ini dibuktikan dengan lapisan metil ester yang terbentuk lebih banyak dibandingkan jumlah katalis lainnya.

Pada hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian (Taslim,2017) dimana yield biodiesel terbesar didapat pada jumlah katalis sebesar 2 (b/b)%. Pada sintesis biodiesel dengan penambahan katalis CaO-ZnO/TiO₂ sebesar 3(b/b)% dan 4(b/b)% tidak mengalami peningkatan biodiesel. Penambahan jumlah katalis ini tidak dapat meningkatkan yield biodiesel disebabkan adanya keterbatasan perpindahan massa dan tingginya viskositas pada campuran reaksi. Keterbatasan perpindahan massa yang terjadi inilah yang akan mempersulit pencampuran dari reaktan dan mengakibatkan penurunan yield biodiesel. Berdasarkan penelitian (Mantovani, 2017) semakin banyak jumlah katalis CaO yang digunakan pada reaksi transesterifikasi akan menurunkan yield pada biodiesel.

4.2.3 Pengaruh Variasi Sinar UV Terhadap Yield Biodiesel

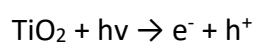
Berikut merupakan hasil dari pengaruh variasi sinar UV terhadap yield biodiesel.



Gambar 4.4 Pengaruh Variasi Sinar UV Terhadap Yield Biodiesel

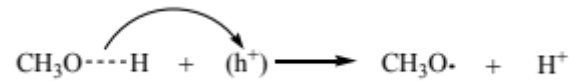
Berdasarkan grafik yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 bahwa hasil yield biodiesel yang dihasilkan saat reaksi menggunakan sinar UV lebih besar dibandingkan dengan reaksi tanpa menggunakan sinar UV dimana masing-masing menghasilkan yield sebesar 91,1% dan 86,96%.

Pada reaksi transesterifikasi menggunakan fotokatalis ini dilakukan pada ruang atau reaktor tertutup dengan perbandingan molar 1:14 (minyak jelantah:metanol). Pada penelitian ini selama reaksi dilakukan pengadukan agar dapat menambah kecepatan pada partikel sehingga reaksi akan berjalan lebih cepat. Pada reaksi ini katalis CaO-ZnO/TiO_2 bertindak sebagai bifungsional. dimana bifungsional ini dapat mengalami dua atau lebih mekanisme reaksi dengan hasil produk yang sama. Pada penelitian ini terjadi dua mekanisme reaksi dalam waktu yang sama. dimana, CaO-ZnO berfungsi sebagai katalis basa heterogen dan TiO_2 berfungsi sebagai fotokatalis. Mekanisme reaksi dari fotokatalis CaO-ZnO/TiO_2 adalah sebagai berikut (Corro, dkk. 2013).

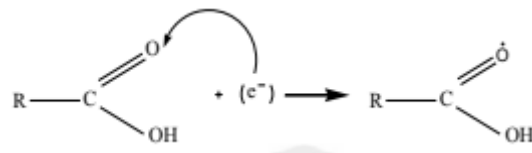


Pada tahap ini ketika TiO_2 dikenai sinar ultraviolet maka akan terjadi ionisasi intrinsik material semi konduktor sehingga elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi. Pada tahap selanjutnya pada pita valensi ini

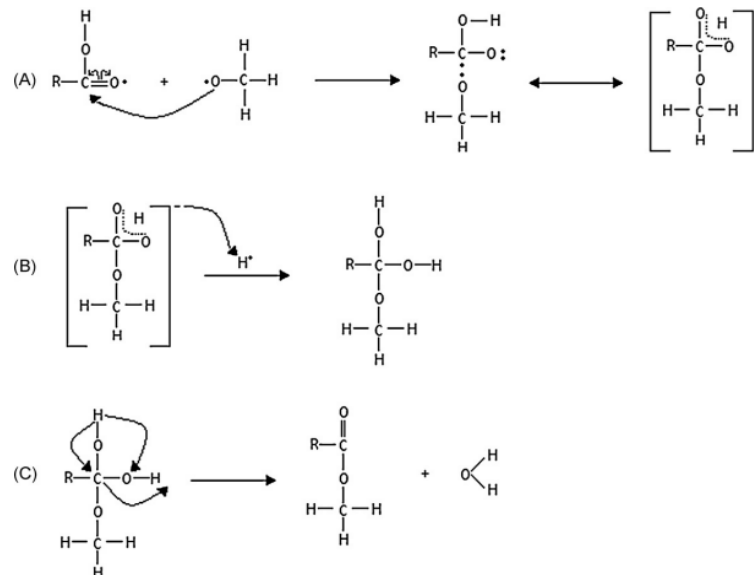
akan meninggalkan hole (h^+) yang bermuatan positif kemudian akan mereduksi metanol yang teradsorpsi pada permukaan dan menghasilkan ion hidrogen dan radikal $\text{CH}_3\text{O}^\cdot$.



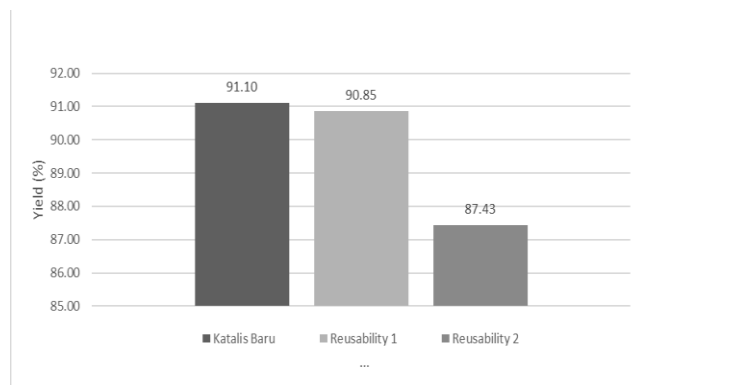
Kemudian pada waktu yang bersamaan elektron (e^-) pada pita konduksi akan mereduksi asam lemak bebas yang teradsorpsi pada permukaan katalis sehingga membentuk radikal HOOC-R^\cdot .



Terbentuknya H^+ , $\text{CH}_3\text{O}^\cdot$, dan HOOC-R^\cdot akan bereaksi untuk membentuk intermediet dan produk akhir berupa metil ester asam lemak dan air yang dihasilkan selama proses fotokatalis



4.2.4 Pengaruh Penggunaan Ulang Terhadap Yield Biodiesel



Gambar 4.5 Pengaruh Penggunaan Ulang Terhadap Yield Biodiesel

Untuk mempelajari stabilitas katalis dan pengaruh penggunaan berulang katalis, katalis pada penelitian ini akan digunakan sebanyak tiga kali pemakaian. Katalis ini dicuci menggunakan metanol lalu dioven dan dikalsinasi ulang. Dari gambar 4.5 terlihat bahwa penggunaan ulang katalis CaO-ZnO/TiO₂ ini menurun dari pemakaian pertama, kedua dan ketiga dengan nilai yield berturut-turut ialah sebesar 91,10%, 90,85%, dan 87,43%. Penurunan yield biodiesel terjadi karena kurang aktifnya katalis yang diakibatkan oleh permukaan katalis atau pori pori katalis tertutup oleh sisa campuran umpan (Roschat, 2016).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh (Guo, dkk., 2021) pengaruh penggunaan ulang katalis sebanyak lima kali terhadap yield biodiesel menghasilkan nilai yield biodiesel yang semakin menurun. Besar yield biodiesel yang dihasilkan dari penggunaan ulang ke-1 sampai ke-5 berurutan sebesar 95,8%, 93,4%, 91,6%, 89,3%, dan 87,8%.

4.3 Karakteristik Biodiesel

Karakteristik biodiesel dilakukan dengan uji densitas, viskositas, dan kadar air terhadap biodiesel yang dihasilkan. Uji ini dilakukan untuk membuktikan apakah proses transesterifikasi langsung dapat menurunkan densitas minyak jelantah. berikut merupakan data karakteristik biodiesel.

Tabel 4.1 Pengaruh Variasi Terhadap Densitas, Viskositas dan Kadar Air

SAMPEL	Jumlah Katalis	Densitas (Kg/l)	Viskositas (cSt)	Kadar Air (%)
1:10	2(b/b)%	869	5,568	0,052
	3(b/b)%	878	5,049	0,046
	4(b/b)%	881	5,382	0,048
1:12	2(b/b)%	859	5,265	0,048
	3(b/b)%	875	5,468	0,048
	4(b/b)%	878	4,773	0,054
1:14	2(b/b)%	876	4,443	0,047
	3(b/b)%	872	5,064	0,045
	4(b/b)%	867	4,523	0,049
1:14 (Reusability 1)	2(b/b)%	869	5,014	0,048
1:14 (Reusability 2)	2(b/b)%	866	5,081	0,044
1:14 (Tanpa sinar UV)	2(b/b)%	873	5,158	0,052

Dari data yang diperoleh pada penelitian ini menghasilkan data yang sudah sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI 7182:2015). Penelitian ini sudah melalui beberapa tahap uji karakteristik biodiesel dan uji yang dilakukan sudah sesuai dengan SNI.

4.3.1 Densitas

Biodiesel yang memiliki berat jenis (densitas) yang tinggi melebihi standar nasional Indonesia (SNI 7182:2015) dengan rentang densitas sebesar 850-890 kg/l akan meningkatkan keausan pada mesin, emisi dan menyebabkan kerusakan pada mesin. berat jenis bahan bakar ini berhubungan dengan kekentalan bahan bakar. Pada penelitian ini, densitas yang diperoleh telah sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI 7182:2015).

Biodiesel yang dihasilkan dari penelitian ini sudah masuk rentang yang ditetapkan Standar Nasional Indonesia yaitu (850-890 kg/l). Densitas ini berkaitan langsung dengan nilai kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel. Densitas yang rendah akan menghasilkan nilai kalor yang tinggi. Jika dibandingkan dengan bahan baku minyak jelantah terjadi penurunan densitas. Hal ini terjadi karena proses transesterifikasi yang dapat menurunkan densitas karena adanya pemutusan rantai gliserol yang terdapat pada minyak jelantah.

4.3.2 Viskositas

Nilai viskositas biodiesel berdasarkan (SNI 7182:2015) memiliki rentang nilai sebesar 2,3 - 6 cSt. Nilai viskositas biodiesel pada penelitian ini memenuhi standar SNI 7182:2015. Berdasarkan analisis Sidik Ragam diketahui bahwa viskositas biodiesel akan mengalami penurunan seiring meningkatnya rasio molar umpan. Menurut penelitian (Putri, dkk tahun, 2012) penyebab perbedaan biodiesel yang dihasilkan yaitu karena adanya impuritis yang masih terkandung dalam biodiesel berupa sisa-sisa reaktan yang tidak bereaksi serta disebabkan karena pemisahan yang kurang sempurna.

4.3.3 Kadar Air

Kualitas biodiesel dapat ditentukan oleh kemurnian senyawa metil ester di dalam biodiesel. Pada penelitian ini kadar air yang terkandung dalam biodiesel masih dalam range (SNI 7182:2015) dimana kandungan air maksimal yang terkandung dalam biodiesel adalah sebesar 0,05%. Dari hasil penelitian ini kandungan air pada biodiesel telah sesuai dengan standar namun ada beberapa variasi yang sedikit melebihi standar.

4.4 Hasil Uji Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Metil ester diperoleh dari proses transesterifikasi selanjutnya dianalisis dengan menggunakan GC-MS. Analisis GC-MS ini bertujuan untuk mengetahui komponen senyawa yang terkandung pada biodiesel. Hasil analisis GC-MS sampel biodiesel diberikan pada table dibawah ini.

Tabel 4.2 Komposisi Biodiesel Hasil Percobaan

Nama IUPAC	Rumus Kimia	Kandungan (%)
Dodeconoic acid, methyl ester	$C_{13}H_{26}O_2$	2,30%
Tetradecanoid acid, methyl ester	$C_{15}H_{30}O_2$	30,71%
Hexadecanoid acid, methyl ester	$C_{17}H_{34}O_2$	0,46%
9-hexadecanoic acid, methyl ester	$C_{18}H_{38}O_4$	8,84%
Octadecanoid acid, methyl ester	$C_{19}H_{38}O_2$	36,92%
9-octadecanid acid, methyl ester	$C_{19}H_{36}O_2$	1,70%
9-octadecanid acid, methyl ester	$C_{19}H_{36}O_2$	16,96%
9,12-octadecadienoic acid, methyl ester	$C_{19}H_{34}O_2$	0,75%
8,11- octadecadienoic acid, methyl ester	$C_{18}H_{32}O_2$	0,63%
Ethyl linoleoleate	$C_{20}H_{38}O_2$	0,73%

Berdasarkan data diatas, biodiesel hasil sintesis ini menghasilkan peak sebanyak 10 peak dengan kadar Fatty Acid Methyl Ester (FAME) sebesar 99,27%. Hasil ini telah sesuai dengan standar (SNI 7182:2015) karena telah menghasilkan lebih dari standar minimal kadar methyl ester yaitu 96,50%. Terlihat pada table 4.2 kandungan biodiesel dari minyak jelantah terbanyak adalah asam stearat sebesar (36,92%), asam miristik sebesar (30,71%), dan asam oleat (16,96%). Hasil ini sudah sesuai dengan kandungan asam lemak pada bahan baku pembuatan biodiesel, seperti: asam palminat, asam stearat, asam miristik, asam laurat, asam kaprik, asam linoleate dan asam oleat (Departemen Perindustrian, 2007).