

repository.ub.ac.id

**Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap  
Aktvitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat pada  
Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati**

**SKRIPSI**

Oleh:

**LAILI AMALIA  
155090207111025**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2019**

UNIVERSITAS  
BRAWIJAYA

repository.ub.ac.id

# **Pengaruh Konsentrasi Cu dalam $\text{TiO}_2$ terhadap Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati**

## **SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh :

**LAILI AMALIA**  
**155090207111025**



**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**  
**MALANG**  
**2019**

### LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati

Oleh :

LAILI AMALIA  
155090207111025

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji pada tanggal 24 JUN 2010 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Dra. Sri Wardhani, M.Si  
NIP. 196802261992032001

Darjito, S.Si, M.Si  
NIP. 197007081995031001



Mengesahkan Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas Pendidikan Universitas Brawijaya,

Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D  
NIP 197310202002121001

**LEMBAR PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Laili Amalia  
NIM : 155090207111025  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi yang berjudul:

**Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati**

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 21 Juni 2019  
Yang menyatakan,



Laili Amalia  
NIM. 155090207111025

## Pengaruh Konsentrasi Cu dalam $\text{TiO}_2$ terhadap Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  pada reaksi esterifikasi minyak nabati, mengetahui pengaruh sumber sinar dan lama penyinaran terhadap aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat pada reaksi esterifikasi minyak nabati bekas pakai, mengetahui karakteristik biodiesel hasil reaksi esterifikasi. Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Cu disintesis menggunakan  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  sebagai sumber dopan dengan metode impregnasi dengan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -Cu yaitu 99:1 ; 98:2 ; 97:3 ; 96:4 (mol/mol) yang dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$ .  $\text{TiO}_2$ -Cu diimpregnasi ke dalam zeolit teraktivasi dan digranulasi menggunakan senyawa alginat sehingga terbentuk granul  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat. Fotokatalis ini digunakan untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester melalui reaksi esterifikasi minyak nabati. Hasil karakterisasi FT-IR  $\text{TiO}_2$ -Cu menunjukkan serapan di daerah bilangan gelombang  $532\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan interpretasi senyawa Cu-O dan pada daerah bilangan gelombang  $1514\text{-}1568\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan interpretasi dari ikatan O-H pada senyawa Cu-OH. Fotokatalis yang disintesis dengan konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -Cu 97:3 (mol/mol) memiliki aktivitas paling tinggi dalam mengkonversi FFA pada minyak goreng baru dalam sinar ultraviolet. Fotokatalis optimum tersebut mampu mengkonversi FFA pada sumber sinar uv dan sinar matahari pada minyak jelantah masing-masing sebesar 77% dan 85% dengan lama penyinaran optimum selama 5 jam. Fotokatalis optimum dengan penambahan Cu tersebut mampu mengkonversi FFA dengan hasil yang lebih baik dibandingkan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ /Zeolit-Alginat yang mampu mengkonversi FFA sebesar 81% pada sinar matahari. Hasil karakteristik biodiesel minyak jelantah yang diesterifikasi memiliki karakteristik berupa densitas, kadar air dan bilangan asam masing-masing sebesar 0,86 g/mL, 0,04 % dan 0,07 mg-KOH/g yang sesuai dengan SNI untuk biodiesel, dengan nomor SNI 7182:2015.

**Kata kunci:** minyak nabati, fotokatalis,  $\text{TiO}_2$ -Cu,  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat, esterifikasi

repository.ub.ac.id

## The Effect of Cu Concentration in TiO<sub>2</sub> on Photocatalyst Activities of TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolite-Alginate in the Reaction of Esterification of Vegetable Oil

### ABSTRACT

This study aims to determine the effect of Cu concentration in TiO<sub>2</sub> on the esterification reaction of vegetable oils, to find out the effect of light sources and the duration of irradiation on TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolite-Alginate photocatalyst activity in used for esterification of vegetable oil, to determine the characteristics of the biodiesel from esterification reaction. TiO<sub>2</sub>-Cu photocatalysts were synthesized using Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O as a dopant source by impregnation method with variations in TiO<sub>2</sub>-Cu concentrations 99:1; 98:2; 97:3; 96:4 (mol/mol) calcined at 600°C. TiO<sub>2</sub>-Cu was impregnated into activated zeolites and granulated using alginate compounds to form TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolite-Alginate granules. This photocatalyst is used to convert free fatty acids to methyl esters through the esterification of vegetable oils. The results of FT-IR TiO<sub>2</sub>-Cu characterization showed absorption in the area of wave number 532 cm<sup>-1</sup> which is the interpretation of Cu-O compounds and in the wave number region 1514-1568 cm<sup>-1</sup> which is an interpretation of O-H bonds in Cu-OH compounds. The photocatalyst synthesized with 97:3 (mol/mol) TiO<sub>2</sub>-Cu concentration has the highest activity in converting FFA to new cooking oil in ultraviolet light. The optimum photocatalyst was able to convert FFA to UV and sunlight sources on used cooking oil by 77% and 85% respectively with optimum irradiation time for 5 hours. The optimum photocatalyst with the addition of Cu is able to convert FFA with better results than TiO<sub>2</sub>/Zeolite-Alginate photocatalyst which is able to convert FFA by 81% in sunlight. The results of the esterified used cooking oil biodiesel characteristics have the characteristics of density, water content and acid number respectively 0.86 g / mL, 0.04% and 0.07 mg-KOH / g which are in accordance with SNI for biodiesel, with SNI 7182: 2015 number.

*Keywords: vegetable oil, photocatalyst, TiO<sub>2</sub>-Cu, TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolite-Alginate, esterification*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati”**

Penyusunan skripsi ini tidak dapat terselesaikan tanpa bantuan dan kerja sama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama masa studi, pelaksanaan penelitian hingga penyusunan skripsi.
2. Darjito, S.Si ,M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi.
3. Dosen penguji seminar proposal, kemajuan dan komprehensif atas saran kepada penulis.
4. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, staf pengajar dan karyawan atas segala fasilitas dan bantuan yang telah diberikan.
5. Kedua orang tua penulis Bapak Gatot kuncoro dan Ibu Luluk wahyu Dyahwati, adik Irfan fadhillah ghifari, adik Sheila firliana aisyah beserta keluarga besar atas doa, kepercayaan, kasih sayang dan semangat serta dukungan moril dan materiil.
6. Saudara Wahyu Yudhi Subekti yang selalu menemani dalam pengerjaan skripsi, atas dukungan dan motivasi yang diberikan.
7. Novita Dinda Isarah dan Luh Putu Saraswati Devia Jayanti atas inspirasi, dukungan, dan motivasi yang diberikan .
8. Seluruh teman-teman kimia angkatan 2015, atas bantuan, dukungan, dan momtivasi yang diberikan.
9. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan, mohon maaf apabila terdapat kesalahan, semoga skripsi ini dapat memberi manfaat dan pengetahuan yang dibutuhkan oleh pembaca

Malang, 10 Juni 2019

Penulis



## DAFTAR ISI

BAB I	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
1.1 Latar Belakang	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
1.2 Perumusan Masalah	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
1.3 Batasan Masalah	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
1.4 Tujuan Penelitian	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
1.5 Manfaat Penelitian	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
BAB II	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.1 Minyak Nabati	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.2 Biodiesel	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.3 Semikonduktor $TiO_2$ sebagai Fotokatalis	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.4 Pendopingan $TiO_2$	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.5 Zeolit sebagai Pengemban $TiO_2$	Error
<b>! Bookmark not defined.</b>	

2.6 Alginat	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.7 Proses Fotokatalitik Menggunakan TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.8 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
2.8.1 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FT-IR)	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
BAB III	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.2.1 Bahan Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.2.2 Alat Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.2.3 Tahap Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.3 Prosedur Penelitian	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
3.3.1 Preparasi Zeolit Alam	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	

### 3.3.2 Preparasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Cu}$

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 3.3.3 Preparasi $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ Terimpregnasi pada Zeolit

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 3.3.4 Sintesis Granul $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /zeolit-alginat

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 3.3.5 Uji Aktivitas Fotokatalis

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 3.3.6 Uji Karakteristik Biodiesel

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 3.3.7 Analisa Data

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### BAB IV

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 4.2 Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Cu}$

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 4.3 Impregnasi $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ pada Zeolit

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 4.4 Sintesis Granul $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat

**Error**

**! Bookmark not defined.**

### 4.5 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Fourier Transform Infra Red*( FT-IR)

**Error**

**! Bookmark not defined.**

4.6 Uji Aktivitas Fotokatalis	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.6.1 Uji Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO <sub>2</sub> terhadap Reaksi Esterifikasi Pada Minyak Baru	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.6.2 Uji pengaruh Lama Penyinaran terhadap Reaksi Esterifikasi pada Minyak Jelantah	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.6.3 Uji Pengaruh Sumber Sinar terhadap Reaksi Esterifikasi pada Minyak Jelantah	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.7 Uji Karakteristik Biodiesel	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.7.1 Uji Densitas	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.7.2 Uji Kadar Air	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
4.7.3 Uji Bilangan Asam	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
BAB V	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
5.1 Kesimpulan	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	
5.2 Saran	<b>Error</b>
<b>! Bookmark not defined.</b>	

## DAFTAR PUSTAKA

Error

**! Bookmark not defined.**

## LAMPIRAN

Error

**! Bookmark not defined.**

## A. Prosedur Penelitian

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.1 Tahapan Penelitian

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.2 Preparasi Zeolit Alam

Error

**! Bookmark not defined.**A.3 Preparasi Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ 

Error

**! Bookmark not defined.**A.4 Preparasi  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  Terimpregnasi pada Zeolit

Error

**! Bookmark not defined.**A.5 Sintesis Granul  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.6 Uji Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Baru

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.7 Uji Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.8 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Error

**! Bookmark not defined.**

## A.9 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Error

**! Bookmark not defined.**

B. Perhitungan

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.1 Pembuatan Larutan HCl 0,4 M

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.2 Pembuatan Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.3 Pembuatan Larutan CaCl 3% % (w/v)

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.4 Perhitungan kebutuhan metanol dalam uji reaksi Esterifikasi Minyak Nabati

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.5 Perhitungan kebutuhan fotokatalis dalam uji reaksi esterifikasi minyak goreng baru

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.6 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar NaOH 0,01 M

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.7 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Asam Oksalat 0,01 M

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.8 Perhitungan Pembakuan Larutan NaOH

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.9 Perhitungan Kadar Asam Lemak Bebas

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.10 Uji Statistik

**Error**

**! Bookmark not defined.**

B.14 Perhitungan Uji Karakteristik Biodiesel

**Error**

**! Bookmark not defined.**

Lampiran C. Data Hasil Analisis

**Error**

**! Bookmark not defined.**

C.1 Karakterisasi FTIR

**Error**

**! Bookmark not defined.**

Lampiran D. Dokumentasi Penelitian

**Error**

**! Bookmark not defined.**



**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	: Komposisi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Jelantah	6
Tabel 2.2	: Standar Nasional Indonesia Karakteristik Biodiesel	7
Tabel 4.1	: Interpretasi hasil serapan FTIR	32
Tabel 4.2	: Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak goreng baru	35
Tabel 4.3	: Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak goreng baru dengan variasi konsentrasi fotokatalis	38
Tabel 4.4	: Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak jelantah dengan variasi konsentrasi fotokatalis	40
Tabel 4.5	: Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak jelantah dengan fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit-Alginat}$ & $\text{TiO}_2\text{-Cu}/\text{Zeolit-Alginat}$ selama 5 jam	42
Tabel 4.6	: Uji Karakteristik Densitas	44
Tabel 4.7	: Uji Karakteristik Kadar Air	45
Tabel 4.8	: Uji Karakteristik Bilangan Asam	46
Tabel B.1	: Tabel Hasil Perhitungan Konsentrasi NaOH	67
Tabel B.2	: Hasil perhitungan kadar asam lemak bebas pada minyak goreng baru dengan sinar UV dalam waktu reaksi 5 jam dengan $[\text{NaOH}]$ 0,013 M	68
Tabel B.3	: Hasil perhitungan % Konversi Asam Lemak Bebas pada minyak goreng baru dengan sinar UV dalam waktu reaksi 5 jam dengan $[\text{NaOH}]$ 0,013 M	69
Tabel B.4	: Hasil perhitungan kadar asam lemak bebas pada minyak jelantah dengan sinar UV dalam waktu reaksi 4, 5 dan 6 jam	70

Tabel B.5	: Hasil perhitungan % Konversi Asam Lemak Bebas pada minyak goreng baru dengan sinar UV dalam waktu reaksi 4, 5 dan 6 jam	70
Tabel B.6	: Hasil perhitungan kadar asam lemak bebas pada minyak jelantah dengan sinar Matahari dalam waktu reaksi 4, 5 dan 6 jam	71
Tabel B.7	: Hasil perhitungan % Konversi Asam Lemak Bebas pada minyak jelantah dengan sinar Matahari dalam waktu reaksi 4, 5 dan 6 jam	71
Tabel B.8	: Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu terhadap reaksi esterifikasi minyak goreng baru	72
Tabel B.9	: Tabel Annova Konsentrasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu terhadap reaksi esterifikasi minyak goreng baru	73
Tabel B.10	: Uji Statistik Pengaruh Sinar UV pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	73
Tabel B.11	: Tabel Annova Pengaruh Sinar UV pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	74
Tabel B.12	: Uji Statistik Pengaruh Sinar Matahari pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	75
Tabel B.13	: Tabel Annova Pengaruh Sinar Matahari pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	76
Tabel B.14	: Uji Statistik Pengaruh sinar matahari pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> /zeolit dengan penambahan Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	77
Tabel B.15	: Tabel Annova Pengaruh Sinar Matahari pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> /zeolit dengan penambahan	78

	Cu 97:3 terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah	
Tabel B.16	: Perhitungan uji karakteristik biodiesel	79
Tabel C.1	: Interpretasi Spektra FTIR TiO <sub>2</sub> Pa	80
Tabel C.2	: Interpretasi Spektra TiO <sub>2</sub> -Cu konsentrasi 99:1	81
Tabel C.3	: Interpretasi Spektra TiO <sub>2</sub> -Cu konsentrasi 98:2	82
Tabel C.4	: Interpretasi Spektra TiO <sub>2</sub> -Cu konsentrasi 97:3	83
Tabel C.5	: Interpretasi Spektra TiO <sub>2</sub> -Cu konsentrasi 96:4	84



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1:	Mekanisme Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas	7
Gambar 2.1	Mekanisme Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas	7
Gambar 2.2	Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Trigliserida	8
Gambar 2.3	Celah Pita Energi Semikonduktor	9
Gambar 2.4	Struktur Kristal TiO <sub>2</sub>	10
Gambar 2.5	Mekanisme penurunan energi celah pita dan laju rekombinasi fotokatalis TiO <sub>2</sub> -CuO	12
Gambar 2.6	Struktur Zeolit	13
Gambar 2.7	Struktur Alginat	14
Gambar 2.8	Mekanisme Reaksi Fotokatalitik Esterifikasi	15
Gambar 2.9	Mekanisme Pembentukan Metil Ester	16
Gambar 2.10	Spektra FTIR CuO	17
Gambar 2.11	Spektra Hasil Karakterisasi FTIR dari TiO <sub>2</sub> ; TiO <sub>2</sub> -Cu 5 mol %; TiO <sub>2</sub> -Cu 9%; TiO <sub>2</sub> -Cu 13%	18
Gambar 4.1	Struktur TiO <sub>2</sub> /Zeolit	28
Gambar 4.2	Reaksi ikatan Na-Alginat dengan CaCl <sub>2</sub>	29
Gambar 4.3	Interaksi yang terjadi antara Zeolit/Alginat	30
Gambar 4.4	Spektra Gabungan TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -Cu dengan variasi konsentrasi Cu	31
Gambar 4.5	Uji Aktifitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> /Zeolit dengan penambahan Cu pada sinar ultraviolet selama 5 jam	35
Gambar 4.6	Pengaruh rasio konsentrasi Cu	37

	dalam $\text{TiO}_2$ terhadap konversi FFA minyak goreng baru pada sinar uv	
Gambar 4.7	Pengaruh lama penyinaran dengan fotokatalis terhadap konversi FFA pada minyak Jelantah	39
Gambar 4.8	Pengaruh Sumber Sinar pada Uji Esterifikasi minyak Jelantah	41
Gambar C.1	Spektra FTIR $\text{TiO}_2$ Pa	78
Gambar C.2	Spektra FTIR $\text{TiO}_2$ -Cu dengan konsentrasi 99:1	79
Gambar C.3	Spektra FTIR $\text{TiO}_2$ -Cu dengan Konsentrasi 98:2	80
Gambar C.4	Spektra FTIR $\text{TiO}_2$ -Cu dengan Konsentrasi 97:3	81
Gambar C.5	Spektra FTIR $\text{TiO}_2$ -Cu dengan Konsentrasi 96:4	82
Gambar D.1	Zeolit teraktivasi	83
Gambar D.2	Pembuatan granul	83
Gambar D.3	Pembakuan NaOH	83
Gambar D.4	Hasil esterifikasi minyak goreng baru dengan waktu 5 jam pada sinar UV	83
Gambar D.5	Minyak jelantah sebelum reaksi esterifikasi	84
Gambar D.6	Hasil esterifikasi minyak jelantah pada waktu reaksi 4, 5, 6 jam dengan sinar UV	84
Gambar D.7	Hasil esterifikasi minyak jelantah pada waktu reaksi 4, 5, 6 jam dengan sinar matahari	84
Gambar D.8	Uji karakteristik densitas	84
Gambar D.9	Titik akhir titrasi asam lemak bebas	85

**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran	A.	Tahapan Penelitian	56
Lampiran	B.	Perhitungan dan Preparasi Larutan	61
	B.1	Pembuatan Larutan HCL 0,4 M	61
	B.2	Pembuatan Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Cu	61
	B.3	Pembuatan Larutan CaCl <sub>3</sub> 3%	62
	B.4	Perhitungan kebutuhan metanol dalam uji reaksi Esterifikasi Minyak Nabati	62
	B.5	Perhitungan kebutuhan fotokatalis dalam uji reaksi esterifikasi minyak goreng baru	62
	B.6	Perhitungan Pembuatan Larutan Standar NaOH 0,01 M	63
	B.7	Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Asam Oksalat 0,01 M	63
	B.8	Perhitungan Pembakuan Larutan NaOH	63
	B.9	Perhitungan Kadar Asam Lemak Bebas	64
	B.10	Uji Statistik	69
	B.14	Perhitungan Uji Karakteristik Biodiesel	76
Lampiran	C.	Data Hasil Analisis	78
Lampiran	D.	Dokumentasi Penelitian	83

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil minyak bumi di dunia. Minyak bumi adalah sumber energi yang tidak terbarukan karena butuh waktu jutaan bahkan ratusan juta tahun untuk mengkonversi bahan baku minyak bumi menjadi minyak bumi. Peningkatan jumlah konsumsi minyak bumi menyebabkan menipisnya jumlah minyak bumi terutama energi fosil. Cadangan energi fosil yang semakin menipis, sedangkan konsumsi energi terus mengalami peningkatan menjadi ancaman terhadap perkembangan perekonomian Indonesia. Berbagai upaya dilakukan untuk mengembangkan energi alternatif yang bersifat dapat diperbaharui. Salah satunya yaitu energi alternatif yang berasal dari minyak nabati/minyak hewani seperti biodiesel [1].

Biodiesel merupakan golongan mono alkil ester atau metil ester dengan panjang rantai karbon antara 12 sampai 20 [2]. Biodiesel memiliki banyak keuntungan di antaranya berasal dari sumber yang dapat diperbaharui (*renewable*), mudah ditemukan, mudah terurai secara biologis, dan emisi polutannya relatif kecil, karena kadar hidrokarbon yang tidak terbakar dan CO-nya lebih rendah, serta bebas emisi SO<sub>2</sub> bila dibakar [3,4]. Kendala yang didapatkan dalam penggunaan biodiesel adalah biaya produksi yang tinggi, karena bahan dasar dari minyak nabati relatif mahal. Salah satu cara untuk menekan biaya produksi biodiesel adalah menggunakan bahan baku yang lebih murah dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi. Minyak goreng bekas/minyak jelantah dapat digunakan sebagai bahan baku alternatif melalui reaksi esterifikasi [5]. Minyak goreng bekas mengandung *Free Fatty Acid* (FFA) yang tinggi yaitu antara 5-30% [6], 3-40% [7].

Produksi biodiesel dapat dilakukan melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi minyak nabati dan minyak hewani dengan metanol [8]. Reaksi tersebut umumnya menggunakan katalis homogen, yaitu katalis asam dan katalis basa untuk dapat meningkatkan laju reaksi [9]. Katalis homogen pada reaksi tersebut memiliki beberapa kelemahan diantaranya adalah sulit dipisahkan setelah reaksi, memiliki sifat korosif sehingga dapat merusak lingkungan dan menurunkan kualitas biodiesel yang dihasilkan [10].

repository.ub.ac.id

Katalis heterogen dapat digunakan sebagai katalis alternatif, seperti fotokatalis  $\text{TiO}_2$  [11]. Penelitian yang dilakukan oleh Mannique dkk [12], berhasil mensintesis biodiesel menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan nilai konversi asam lemak bebas menjadi metil ester sebesar 86%. Pemilihan semikonduktor  $\text{TiO}_2$  sangat penting karena dapat mempengaruhi aktivitas atau kemampuan fotokatalitiknya.

Semikonduktor titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan salah satu material semikonduktor yang aktif pada sinar ultraviolet (uv) sebagai fotokatalis, tetapi memiliki efisiensi yang rendah dalam cahaya tampak [13]. Modifikasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan melibatkan dopan atom lain dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dengan menggeser pita serapan ke daerah sinar tampak. Beberapa contoh ion dopan yang dapat digunakan yaitu logam transisi diantaranya adalah Cu, Co, Ni, Cr, Mn, Mo, Nb, V, Ru, Au, Ag, Pt [14]. Efisiensi cahaya tampak dapat ditingkatkan dengan penggunaan penambahan dopan logam seperti Cu. Logam Cu dapat digunakan sebagai ion dopan yang efektif karena Cu memiliki sifat kelistrikan dan konduktivitas termal yang tinggi [15]. Penelitian Rajendran dkk [16] yang mensintesis  $\text{TiO}_2$ -Cu dengan metode sol-gel menyatakan bahwa aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  meningkat signifikan yang ditunjukkan dengan menurunnya energi celah pita fotokatalis. Penelitian Krishnakumar dkk [17] berhasil mendegradasi limbah tekstil *reactive red* dengan konsentrasi optimum penambahan dopan Cu dalam  $\text{TiO}_2$  sebesar 5 mol %, penambahan konsentrasi dopan Cu akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitik, semakin banyak konsentrasi yang ditambahkan akan mengurangi sisi aktif dari permukaan  $\text{TiO}_2$  sehingga kemampuan fotokatalis dalam menyerap cahaya terganggu dan proses fotokatalitik menjadi tidak maksimal.

Selain dengan penambahan dopan pada matriks  $\text{TiO}_2$ , pemberian pengemban seperti zeolit juga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$ . Penambahan pengemban adsorben dapat menopang semikonduktor sehingga proses fotokatalitik dapat terjadi dengan baik karena proses fotokatalitik terjadi pada fase teradsorpsi [18]. Pengembanan zeolit pada fotokatalis dapat mempengaruhi luas permukaan spesifik dan volume total pori yang cukup signifikan [19].  $\text{TiO}_2$  yang teremban dalam zeolit dapat membuat jari-jari pori zeolit menjadi lebih besar sehingga dapat

mengadsorpsi senyawa organik dalam limbah lebih besar dan mendegradasi limbah lebih banyak [20].

Berdasarkan penelitian Zhang dkk [21], menyatakan bahwa zeolit yang dijadikan pengemban fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan laju fotokatalitik, meningkatkan stabilitas dan meningkatkan kemampuan *reuse* atau penggunaan kembali. Damayanti [22], melakukan pengembanan  $\text{TiO}_2$ -zeolit sebagai fotokatalis menunjukkan adanya peningkatan kemampuan degradasi pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Peningkatan terjadi karena proses fotokatalitik dan proses adsorpsi pada permukaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit.

Upaya untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis dapat dibentuk granul. Granul merupakan kumpulan atas partikel-partikel kecil tunggal yang kemudian membentuk gumpalan seperti partikel tunggal yang lebih besar. Serbuk yang dibentuk granul tidak mengalami penurunan luas permukaan yang signifikan, sehingga kemampuan interaksi antara analit dengan fotokatalis masih relatif tinggi. Granul memiliki keunggulan yaitu menjadikan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  lebih mudah dipisahkan setelah reaksi fotokatalitik selesai. Pembuatan fotokatalis dapat dilakukan dengan membentuk granul dengan penambahan alginat karena merupakan salah satu bahan pengikat yang dapat digunakan pada granulasi [23].

## 1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik Cu dalam  $\text{TiO}_2$  terhadap gugus fungsi ditinjau dari analisis dengan instrumen *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR)?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  terhadap reaksi esterifikasi minyak nabati menggunakan fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat?
3. Bagaimana pengaruh lama penyinaran dan sumber sinar terhadap aktivitas fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat dalam proses esterifikasi minyak nabati bekas pakai?
4. Bagaimana karakteristik biodiesel hasil reaksi esterifikasi minyak nabati?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Minyak nabati yang digunakan merupakan minyak baru dan minyak jelantah.
2. Minyak nabati berasal dari minyak kelapa sawit merk Bimoli

3. Zeolit yang digunakan berasal dari Turen, Malang dengan ukuran 200 mesh.
4. Zeolit yang digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam yang telah diaktivasi menggunakan HCl 0,4 M.
5. Sumber Cu untuk pembuatan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  berasal dari  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .
6. Alginat yang digunakan adalah produk dari farmasi grade Ocean Fresh.
7. Sumber sinar yang dilakukan adalah sinar UV dan sinar matahari
8. Penyinaran UV dilakukan menggunakan lampu uv dengan panjang gelombang 352 nm.
9. Penyinaran sinar matahari dilakukan pada jam 08.00 – 14.00.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakteristik Cu dalam  $\text{TiO}_2$  terhadap gugus fungsi ditinjau dari analisis dengan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infra Red (FT-IR)*.
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  terhadap reaksi esterifikasi minyak nabati menggunakan fotokatalis granul  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat.
3. Mengetahui pengaruh lama penyinaran dan sumber sinar terhadap aktivitas fotokatalis granul  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat dalam proses esterifikasi minyak nabati bekas pakai.
4. Mengetahui karakteristik biodiesel hasil reaksi esterifikasi minyak nabati.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah mengetahui dan mempelajari pengaruh konsentrasi terhadap karakteristik dan aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat pada reaksi esterifikasi minyak nabati. Penelitian ini juga bermanfaat untuk memberikan informasi mengenai potensi  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat sebagai katalis heterogen masa depan dalam produksi biodiesel dari minyak nabati.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Minyak Nabati

Minyak nabati merupakan minyak yang diperoleh dari tumbuh-tumbuhan. Komposisi yang terdapat dalam minyak nabati terdiri dari trigliserida-trigliserida asam lemak, asam lemak bebas, serta komponen lain seperti fosfolgliserida, vitamin, mineral atau sulfur. Trigliserida adalah triester dari gliserol dengan asam-asam lemak, yaitu asam-asam karboksilat beratom karbon 6 s/d 30. Trigliserida banyak dikandung dalam minyak dan lemak, merupakan komponen terbesar penyusun minyak nabati. Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisahkan dari trigliserida. Hal ini dapat disebabkan oleh pemanasan dan terdapatnya air sehingga terjadi proses hidrolisis. Saat ini, pemanfaatan minyak nabati, baik dalam rumah tangga, restoran, maupun industri sangatlah tinggi sehingga dampak pencemaran minyak nabati pun semakin meningkat. Penggunaan minyak nabati secara terus-menerus dapat menghasilkan limbah cair yang banyak pula yang dapat disebut sebagai minyak jelantah. Minyak jelantah (*waste cooking oil*) adalah minyak limbah yang bisa berasal dari jenis-jenis minyak goreng yang berasal dari minyak nabati dan minyak hewani. minyak jelantah mengandung senyawa-senyawa yang bersifat karsinogenik, yang terjadi selama proses penggorengan [24]. Komposisi asam lemak bebas dalam minyak jelantah ditunjukkan dalam Tabel 2.1 [25]. Minyak jelantah merupakan minyak bekas pemakaian kebutuhan rumah tangga, umumnya dapat digunakan kembali untuk keperluan kuliner. Pemakaian minyak jelantah yang berkelanjutan dapat merusak kesehatan manusia, menimbulkan penyakit kanker, dan dapat mengurangi kecerdasan generasi berikutnya. Penanganan yang tepat agar limbah minyak jelantah ini dapat bermanfaat dan tidak menimbulkan kerugian dari aspek kesehatan manusia dan lingkungan yaitu dapat diolah menjadi bahan bakar alternatif yaitu biodiesel untuk meningkatkan nilai ekonomisnya [26].

**Tabel 2.1** Komposisi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Jelantah [25]

Asam Lemak Bebas	Komposisi (% berat)
Asam Palmitat	21,47
Asam Stearat	13
Asam Oleat	28,64
Asam Linoleat	13,58
Asam Linoleneat	1,59
Asam Miristat	3,21
Asam Laurat	1,1
Lain-lain	9,34

## 2.2 Biodiesel

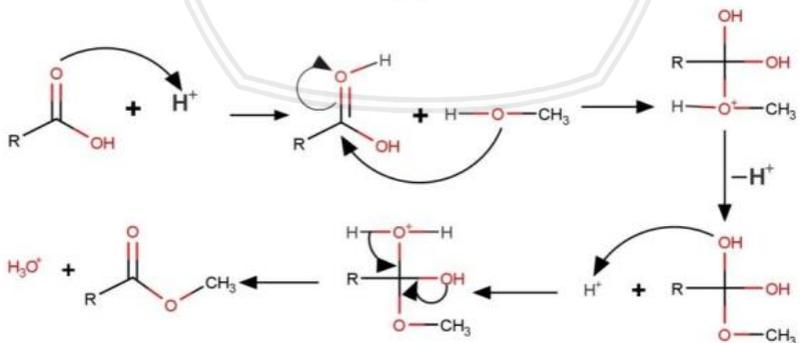
Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang dapat diperoleh dari minyak tumbuhan, lemak binatang atau minyak bekas melalui esterifikasi dengan alkohol [8]. Menurut Hikmah dan Zuliyana [27], biodiesel merupakan mono alkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel memiliki banyak keuntungan di antaranya berasal dari sumber yang dapat diperbaharui (*renewable*), mudah ditemukan, mudah terurai secara biologis, dan emisi polutannya relatif kecil, karena kadar hidrokarbon yang tidak terbakar dan CO-nya lebih rendah, serta bebas emisi SO<sub>2</sub> bila dibakar [3,4]. Biodiesel juga memiliki baku mutu yang ditunjukkan dalam Tabel 2.2. Baku mutu tersebut sangat penting dalam menjaga kualitas biodiesel yang beredar di Indonesia, sehingga tidak menyebabkan kerusakan lingkungan dan merugikan konsumen [28].

**Tabel 2.2** Standar Nasional Indonesia Karakteristik Biodiesel [28]

No	Karakteristik	Batas Nilai
1.	Massa Jenis (g/mL)	0,85 – 0,89
2.	Viskositas (mm <sup>2</sup> /s)	2,3 – 6,0
3.	Angka Setana	Min. 51
4.	Titik Nyala (°C)	Min. 100
5.	Air (% Volume)	Maks. 0,05
6.	Gliserol Bebas (% berat)	Maks. 0,02
7.	Angka Asam (mg-KOH/g)	Maks. 0,08

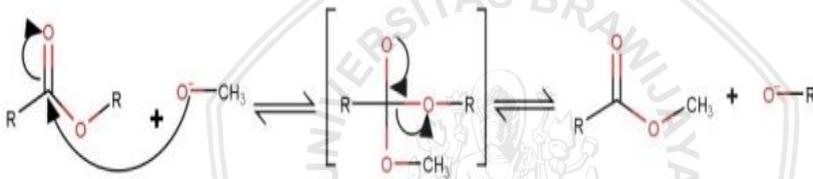
Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi esterifikasi asam lemak bebas dan atau reaksi transesterifikasi trigliserida tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku. Berdasarkan kandungan FFA dalam minyak nabati maka proses pembuatan biodiesel secara komersial dibedakan menjadi 2 yaitu [ 8]:

Esterifikasi adalah reaksi bahan yang mengandung asam lemak bebas direaksikan dengan metanol membentuk ester dan air. Esterifikasi dapat dilakukan jika minyak nabati yang direaksikan dengan metanol mengandung asam lemak bebas yang cukup tinggi. Selain itu, tidak diperlukan adanya tahap ekstraksi dalam proses ini karena pada reaksi esterifikasi, metanol berfungsi sebagai solven pengeksrak sekaligus sebagai reaktan. Esterifikasi dapat dilakukan dengan menggunakan katalis padat (heterogen) atau katalis cair [8]. Berikut merupakan mekanisme reaksi esterifikasi asam lemak bebas pada gambar Gambar 2.1.



**Gambar 2.1** Mekanisme Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas [8]

Transesterifikasi merupakan suatu reaksi kesetimbangan. Reaksi didorong supaya bergerak ke kanan sehingga dihasilkan metil ester (biodiesel) maka perlu digunakan alkohol dalam jumlah berlebih atau salah satu produk yang dihasilkan harus dipisahkan. Transesterifikasi (reaksi alkoholis) adalah lemak atau minyak nabati direaksikan dengan alkohol yang akan menghasilkan ester dan gliserol sebagai produk samping dengan bantuan katalis basa. Katalis digunakan untuk meningkatkan laju reaksi dan jumlah produk. Metanol ataupun etanol merupakan alkohol yang umumnya digunakan. Reaksi ini cenderung lebih cepat menghasilkan metil ester daripada reaksi esterifikasi dengan bantuan katalis asam. Namun, penggunaan bahan baku pada reaksi transesterifikasi harus mempunyai angka asam lemak bebas yang kecil (< 2%) untuk menghindari pembentukan sabun [8]. Reaksi transesterifikasi terlihat pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2** Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Trigliserida [8]

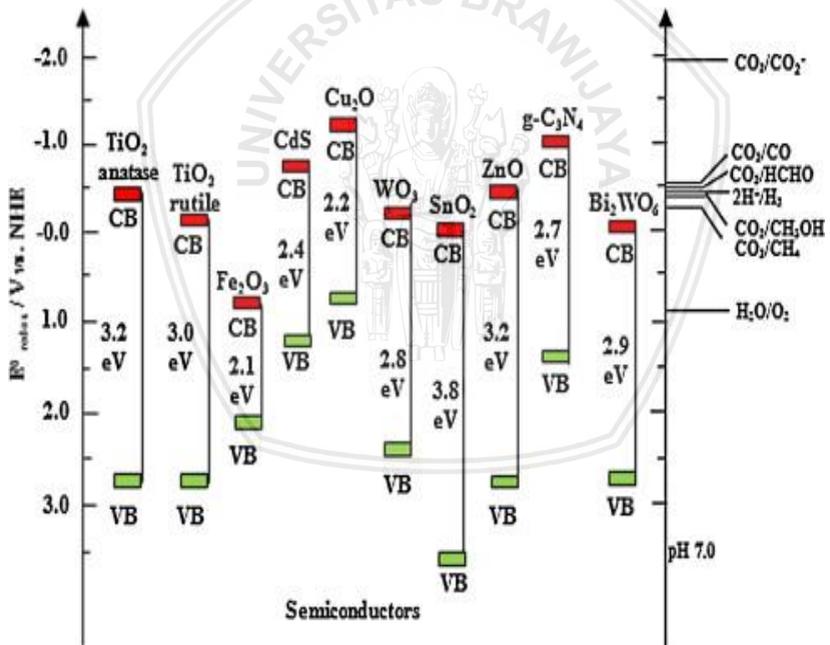
### 2.3 Semikonduktor $\text{TiO}_2$ sebagai Fotokatalis

Semikonduktor merupakan material dengan pita valensi yang terisi penuh dan kosongnya pita induksi. Atom-atom bahan semikonduktor membentuk kristal dengan struktur tetrahedral dengan ikatan kovalen. Material semikonduktor yang banyak digunakan dalam elektronika adalah silikon dan germanium yang keduanya memiliki elektron valensi 4. Elektron tidak dapat berada pada daerah *bandgap* antara pita valensi dan pita konduksi. Bahan semikonduktor dibedakan atas 2 jenis yaitu semikonduktor intrinsik (murni) dan semikonduktor ekstrinsik (tidak murni) [29].

Semikonduktor instrinsik (murni) merupakan semikonduktor yang tidak atau belum diisi oleh atom-atom lain. Pada  $0^{\circ}\text{K}$  pita valensi terisi penuh dan pita konduksi kosong sehingga bersifat sebagai isolator. Pada temperatur ruang  $300^{\circ}\text{K}$  sejumlah elektron memiliki energi yang cukup besar untuk melepaskan diri dari ikatan

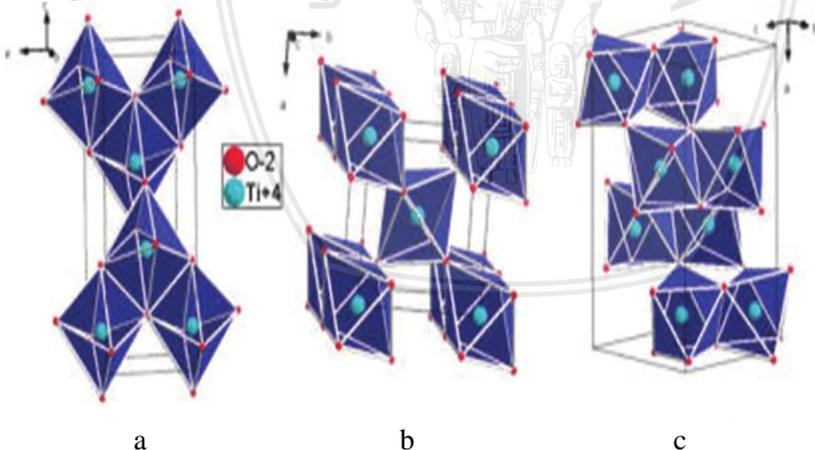
dan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi menjadi elektron bebas. Akibat adanya eksitasi elektron tersebut akan meninggalkan kekosongan pada pita valensi, kekosongan tersebut disebut dengan *hole* atau lubang yang dianggap bermuatan positif sebesar muatan elektron. Besarnya energi yang dibutuhkan elektron untuk dapat lepas dari pita valensi ke pita konduksi disebut dengan energi celah pita (*bandgap*). Energi yang dapat memindahkan atau mengeksitasi elektron tersebut dapat berasal dari sumber seperti gelombang panas dan gelombang elektromagnetik lainnya. Semikonduktor tidak dapat secara langsung mengubah energi cahaya matahari menjadi energi listrik, oleh sebab itu semikonduktor perlu dilakukan doping dengan unsur tertentu untuk dapat menghasilkan kelebihan atau kekurangan elektron [29].

Setiap semikonduktor memiliki energi celah pita yang berbeda-beda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 [30].



Gambar 2.3 Celah Pita Energi Semikonduktor [30]

Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  adalah fotokatalis semikonduktor yang memiliki fotoaktivitas tinggi. Sifat-sifat  $\text{TiO}_2$  sebagai katalis antara lain mempunyai *band gap* yang relatif besar (3,2 eV) sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan *hole* pada pita valensi saat diinduksikan cahaya, memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CdS}$ , dan  $\text{SnO}_2$ , mampu menyerap sinar ultraviolet dengan baik, memiliki kestabilan kimia dalam interval pH yang cukup besar (0-14), relatif inert dibandingkan dengan senyawa-senyawa lain [13,30]. Titanium oksida dibedakan atas 3 jenis menurut struktur kristalnya yaitu rutil, anatase dan brokit seperti yang terlihat dalam Gambar 2.4. Anatase dan rutil merupakan jenis struktur yang stabil keberadaannya. Jenis struktur yang berbeda tersebut mempengaruhi massa jenis yang dimiliki dan akan berpengaruh pada luas permukaan dan sisi aktif dari  $\text{TiO}_2$ . Anatase memiliki jenis celah pita energi tidak langsung sedangkan rutil dan brokit termasuk dalam kategori semikonduktor dengan celah pita langsung. Ukuran partikel yang lebih kecil dan laju rekombinasi pasangan elektron/hole yang lebih lambat dibandingkan fasa  $\text{TiO}_2$  lainnya. *Bandgap* yang dimiliki kedua struktur tersebut juga berbeda, anatase memiliki  $E_g$  3,2 eV sedangkan rutil memiliki  $E_g$  3,0 eV [31].



**Gambar 2.4** a. Struktur kristal anatase ; b. Struktur kristal rutil ; c. Struktur kristal brokit [32]

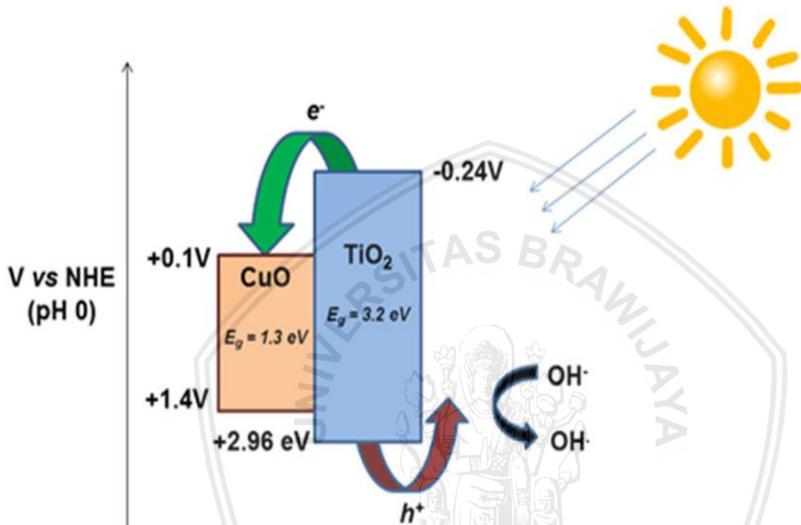
Besar energi celah anatase yang dimiliki yaitu 3,2 eV dari selisih absolut antara energi pita konduksi (-4,5 eV) dengan energi pita valensi (-7,7 eV). Hal ini menunjukkan bahwa *hole* pada permukaan TiO<sub>2</sub> bersifat oksidator kuat yang dapat mengoksidasi spesi kimia lain yang memiliki nilai redoks lebih kecil. Air akan menghasilkan radikal hidroksil dimana menurut data, radikal hidroksil pada pH 1 memiliki potensial sebesar 2,8 volt dan sebagian besar zat organik memiliki potensial lebih kecil 2,8 volt. Oleh sebab itu, pada proses fotodegradasi digunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub> karena dapat memecah senyawa-senyawa organik menjadi senyawa yang lebih sederhana [33].

## 2.4 Pendopongan TiO<sub>2</sub>

Penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> memiliki kelemahan yaitu kurang efektif jika diaplikasikan di lingkungan karena memiliki energi celah pita yang lebar sehingga hanya dapat bekerja di bawah sinar radiasi uv. Penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> menggunakan sinar matahari kurang begitu efektif karena sinar ultraviolet yang masuk ke bumi hanya berkisar 4-5% sedangkan 45% adalah sinar tampak [13]. Aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> di daerah sinar tampak dapat ditingkatkan dengan mempersempit energi celah pita, salah satunya dengan melakukan doping menggunakan logam atau non logam [14].

Doping merupakan proses pemasukan atom lain yang digunakan untuk memperbaiki sifat-sifat bahan. Salah satu contoh dopan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> adalah dopan Cu [15]. Dopan ini dalam matriks TiO<sub>2</sub> akan memperkecil nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> sehingga terjadi pergeseran penyerapan sinar dari sinar uv ke sinar tampak [17]. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan TiO<sub>2</sub> hal ini dikarenakan Cu<sup>2+</sup> pada kisi TiO<sub>2</sub> terjadi substitusi antara Cu<sup>2+</sup> dengan Ti<sup>4+</sup> menghasilkan energi tingkat menengah dalam celah pita karena pembentukan oksigen dan keberadaan orbital 3d Cu. Doping Cu pada TiO<sub>2</sub> menyebabkan distorsi struktural pada kluster [TiO<sub>6</sub>]. Distorsi struktural ini muncul dari variasi sudut ikatan dan panjangnya, oleh karena itu terjadi perubahan struktur material elektronik. Oksigen pada orbital 3d Cu dan struktur lokal distorsi menghasilkan tingkat energi menengah dalam celah pita pada TiO<sub>2</sub> yang bertindak sebagai perangkap elektron pada proses rekombinasi

pasangan elektron/hole. Tingkat energi ini dapat menjebak elektron, laju rekombinasi pasangan elektron/hole cenderung menurun, karena tingkat rekombinasi yang lebih rendah dan masa pakai elektron/hole yang lebih tinggi, baik elektron dan hole memiliki ketersediaan lebih besar untuk reaksi reduksi dan oksidasi, sehingga mampu meningkatkan kinerja fotoaktivitas [34]. Berikut merupakan Mekanisme penurunan energi celah pita dan laju rekombinasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-CuO}$  dalam Gambar 2.5:



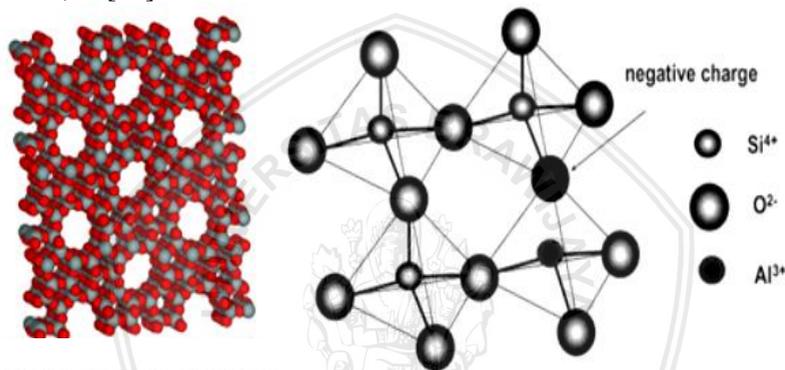
**Gambar 2.5** Mekanisme penurunan energi celah pita dan laju rekombinasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-CuO}$  [33]

Penelitian yang telah dilakukan Slamet dan Marlina [35] menjelaskan bahwa energi fotokatalitik akan meningkat dikarenakan oksidasi yang meningkat ketika dilakukan doping Cu pada  $\text{TiO}_2$ . Nilai *bandgap*  $\text{TiO}_2$  menurun setelah dilakukan doping dengan Cu. Menurut Teodoro dkk [34] hasil dari degradasi Rhodamine B lebih baik jika menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan doping Cu dibandingkan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , % Rhodamine B yang terdegradasi mencapai 98,3%. Hal ini karena adanya Cu yang mengisi kisi  $\text{TiO}_2$ .

### 2.5 Zeolit sebagai Pengemban $\text{TiO}_2$

Zeolit memiliki kandungan Si dan Al yang berbentuk kristal berpori dengan struktur kerangka tiga dimensi yang membentuk

struktur tetrahedral seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.6. Hasil dari analisa difraksi sinar-x zeolit alam turen termasuk dalam jenis campuran mordenit dan klinoptilolit. Mordenit merupakan zeolit yang terjadi secara alami dengan rasio Si/Al mendekati 10. Mordenit memiliki pori yang cukup besar yaitu  $\pm 7 \text{ \AA}$ , sehingga banyak digunakan sebagai katalisator, adsorben dan penukar ion. Mordenit merupakan zeolit yang tersusun dari cincin 12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, siklik maupun cabang [36]. Zeolit klinoptilolit merupakan zeolit yang paling sering ditemui di alam dengan perbandingan Si/Al antara 7-18. Zeolit klinoptilolit memiliki struktur Kristal monoklinik dengan cincin 8,10 [36].



**Gambar 2.6** Struktur Zeolit [37]

TiO<sub>2</sub> yang teremban pada zeolit dapat meningkatkan sisi aktifnya dan dapat memperbesar luas permukaannya sehingga menghasilkan fungsi ganda yaitu adsorben yang mampu menyerap dan menguraikan senyawa-senyawa organik dari limbah zat warna [18]. Berdasarkan penelitian Hartoyo dkk, [38] material TiO<sub>2</sub> yang teremban pada zeolit memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan fotokatalis yang mampu menjerap dan menguraikan surfaktan LAS dengan efektivitas sebesar 94,30%.

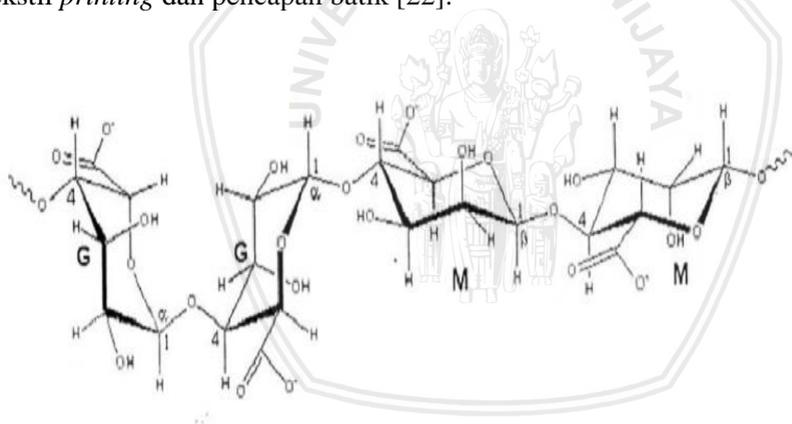
Impregnasi merupakan metode preparasi zeolit dengan menempelkan komponen aktif logam dari garam prekursor ke dalam material penyangga [39]. Metode impregnasi dilakukan dengan mencampurkan zeolit ke dalam TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan dengan etanol dan dilakukan pengadukan agar proses impregnasi

repository.ub.ac.id

dapat maksimal, kemudian di keringkan di dalam oven dan dikalsinasi pada suhu 500°C [22].

## 2.6 Alginat

Alginat merupakan senyawa heteropolisakarida yang terbentuk dari monomer asam  $\beta$ -(1-4)-D-mannuronat (M), dan asam  $\alpha$ -L-gluronat (G) seperti pada Gambar 2.7. Perbedaan perbandingan blok M, blok G, dan blok MG pada alginat ditentukan oleh genus dan spesies rumput laut cokelat dan turut mempengaruhi kekuatan gel larutan alginate [40]. Alginat umumnya di ekstrak dari dinding sel yang banyak dijumpai pada alga cokelat (Phaeophyta). Alginat berperan sebagai komponen penguat dinding sel dengan kandungan yang melimpah dan dapat mencapai 40% dari berat kering rumput laut cokelat [41]. Alginat umumnya dimanfaatkan oleh industri pangan sebagai pengental, pembentuk gel, stabilizer, dan bahan pengemulsi. Selain industri pangan, pemanfaatan alginat juga banyak dimanfaatkan oleh industri non pangan sebagai bahan pengental pada tekstil *printing* dan pencapan batik [22].



**Gambar 2.7** Struktur Alginat [43]

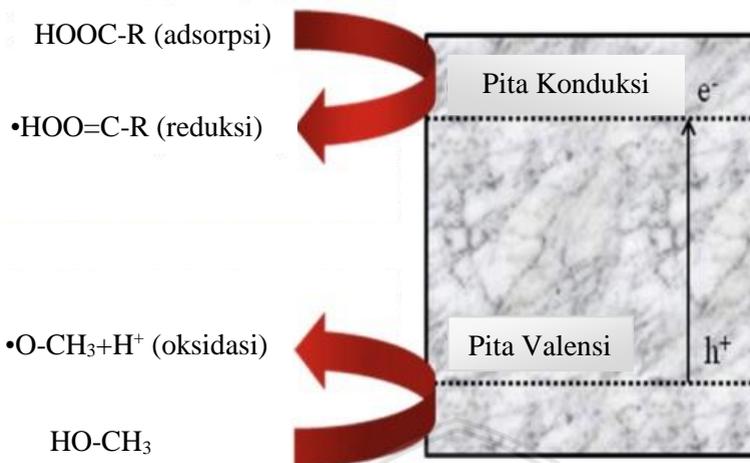
Terdapat berbagai macam asam alginat seperti ammonium alginat, kalium alginat, propilen glikol alginat, dan natrium alginat. Tepung natrium alginat berwarna gading dengan kadar abu tinggi karena adanya unsur natrium. Kandungan air yang lebih tinggi dalam

natrium alginat disebabkan adanya pengaruh garam yang bersifat higroskopis [42]. Natrium alginat dapat membentuk gumpalan keras dikarenakan terjadinya substitusi ion  $\text{Na}^+$  dengan kation polivalen seperti  $\text{Ca}^{2+}$ . Pergantian kation  $\text{Na}^+$  dengan kation  $\text{Ca}^{2+}$  sebanyak lebih dari 35% akan menyebabkan terbentuknya struktur gel yang stabil karena terbentuknya interaksi *cross-linking*. Alginat adalah poli-elektrolit sehingga dapat berinteraksi secara elektrostatis dengan polimer bermuatan lainnya dalam kondisi yang optimum. Interaksi ini dapat digunakan untuk mengikat molekul fotokatalis menjadi bentuk granul yang lebih efisien [43].

## 2.7 Proses Fotokatalitik Menggunakan $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat

Konversi biodiesel dari minyak jelantah diawali dengan reaksi esterifikasi. Penelitian yang dilakukan Mihankhah dkk [44] dapat mengkonversi FFA sebesar 91,2%. Hal ini terjadi karena semikonduktor  $\text{TiO}_2$  mampu mempercepat laju reaksi esterifikasi dengan mereduksi senyawa asam lemak bebas. Berikut merupakan mekanisme reaksi fotokatalitik esterifikasi. Penelitian yang dilakukan Harjanti [45] menunjukkan zeolit sebagai katalis heterogen mampu mengkonversi FFA sebesar 73%. Hal ini terjadi karena zeolit memiliki sisi aktif dan luas permukaan yang besar. Berikut adalah mekanisme reaksi fotokatalitik esterifikasi yang ditunjukkan pada Gambar 2.8.

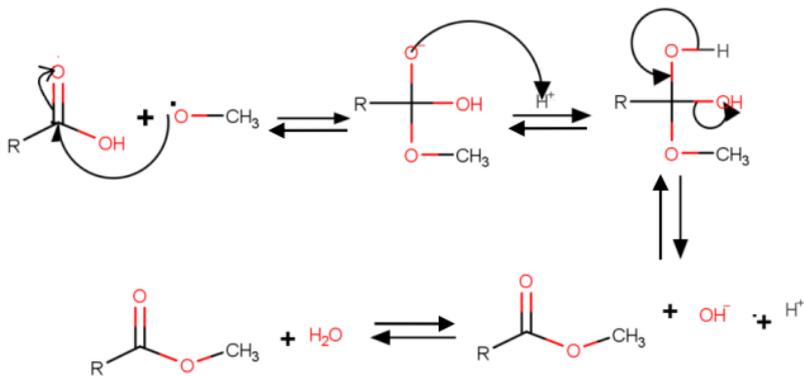
Mekanisme reaksi fotokatalitik esterifikasi FFA ketika dikatalisis dengan zeolit, yaitu FFA teradsorpsi pada permukaan zeolit dan permukaan  $\text{TiO}_2$  ( $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$ ), dari zeolit dan  $\text{TiO}_2$  akan berfungsi sebagai donor proton. Metanol yang bersifat nukleofilik menyerang atom karbon pada gugus karbonil. Selanjutnya terjadi penyerapan foton oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$  sesuai persamaan 2.1 sehingga terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi dan menghasilkan pasangan elektron-hole. *Hole* ( $\text{h}^+$ ) dapat bereaksi dengan  $\text{CH}_3\text{OH}$  yang teradsorpsi pada permukaan katalis menghasilkan ion hidrogen ( $\text{H}^+$ ) dan  $\text{CH}_3\text{O}^\bullet$  sesuai persamaan 2.2.



**Gambar 2.8** Mekanisme Reaksi Fotokatalitik Esterifikasi [47]

Pada saat yang sama terjadi reaksi oksidasi HOOC-R yang teradsorpsi pada permukaan katalis dengan elektron tereksitasi ( $e^-$ ) membentuk radikal HOOC•-R sesuai persamaan 2.3. Ion  $H^+$ , senyawa radikal  $\bullet OCH_3$  dan senyawa radikal HOOC•-R akan bereaksi untuk membentuk zat antara dan produk akhir sesuai persamaan 2.4. Hal ini menunjukkan proses deprotonasi dan eliminasi molekul air tersebut membentuk metil ester. Mekanisme esterifikasi juga dapat melalui reaksi adisi antara senyawa radikal  $CH_3O\bullet$  dengan senyawa asam lemak bebas [46,47] seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.9.





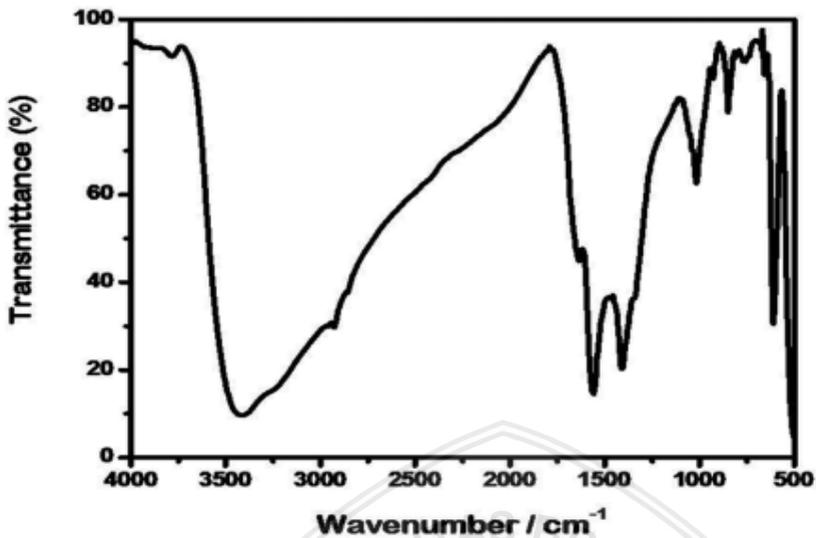
**Gambar 2.9** Mekanisme Pembentukan Metil Ester [47]

## 2.8 Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat

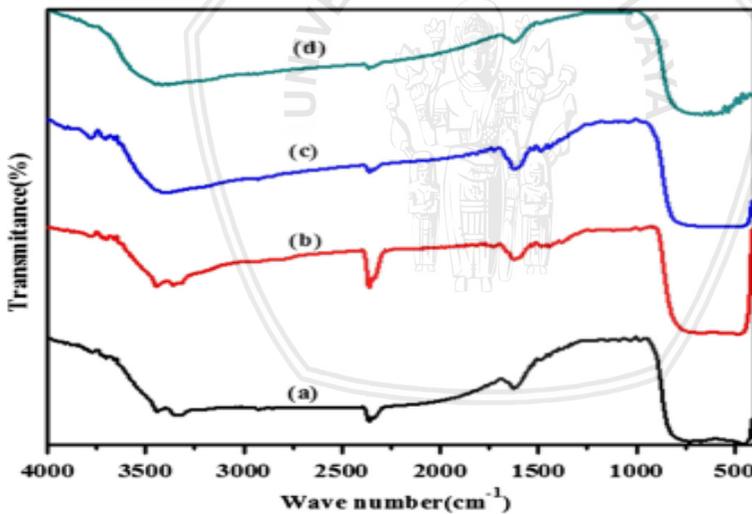
### 2.8.1 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR)

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) adalah salah satu instrumen yang dapat digunakan untuk identifikasi mineral secara kualitatif dan mulai dikembangkan untuk identifikasi secara kuantitatif. Analisis pada spektroskopi FTIR bergantung pada getaran molekul sehingga dapat digunakan untuk identifikasi mineral, karena mineral memiliki karakteristik spektra penyerapan dalam *midrange* pada inframerah (4000-400 cm<sup>-1</sup>). Selain itu, spektroskopi FTIR memiliki kemampuan yang cepat dalam menganalisis, bersifat tidak merusak dan hanya dibutuhkan preparasi sampel yang sederhana [48].

Penelitian yang dilakukan oleh Jeronsia dkk [49] mensintesis nanopartikel CuO yang menunjukkan serapan spesifik Cu-O ditunjukkan pada bilangan gelombang 532 cm<sup>-1</sup> yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Kurva yang dihasilkan dari analisis gugus fungsi dari senyawa TiO<sub>2</sub>-Cu menggunakan FTIR seperti diunjukkan pada Gambar 2.11 dengan serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1400-1470 cm<sup>-1</sup> [17] :



Gambar 2.10 Spektra FTIR CuO [49]



Gambar 2.11 Spektra Hasil Karakterisasi FTIR dari a.  $\text{TiO}_2$  ; b.  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  5 mol % ; c.  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  9% ; d.  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  13% [17]

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Universitas Brawijaya. Waktu Pelaksanaan dilakukan pada bulan Februari sampai bulan Mei 2019.

### 3.2 Bahan dan Alat Penelitian

#### 3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain adalah zeolit alam dari Turen,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HCl}$  0,4 M,  $\text{NaOH}$ , asam oksalat 0,01 M, etanol 96%, alginat Ocean fresh,  $\text{CaCl}_2$ , indikator phenoftalein, dan akuades.

#### 3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain, seperangkat alat gelas, pemanas *hot plate*, pengaduk magnet, aluminium *foil*, batang pengaduk, neraca digital Mettler PE 300, gelas arloji, mortar, sonikator Branson 2010, ayakan 200 mesh, *oven* Memmert, tanur RHF 1500/Carbolite, desikator, *syringe pump*, bola hisap, botol akuades, statif, klem, corong 6 cm, pH meter, dan pH universal, 2 buah lampu UV merk sankyo 352 nm dalam reaktor ukuran 30 x 30 x 30 cm dan FT-IR merk Shimadzu Ir-Prestige 21.

#### 3.2.3 Tahap Penelitian

Tahapan penelitian ini adalah:

1. Preparasi zeolit alam dan aktivasi zeolit alam.
2. Sintesis  $\text{TiO}_2$ -Cu dengan variasi konsentrasi.
3. karakterisasi  $\text{TiO}_2$ -Cu dengan variasi konsentrasi menggunakan FT-IR.
4. Impregnasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit.
5. Pembuatan fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat.
6. Uji Esterifikasi minyak nabati dengan variasi konsentrasi fotokatalis, lama penyinaran dan sumber sinar.
7. Uji karakteristik Biodiesel.

### 3.3 Prosedur Penelitian

#### 3.3.1 Preparasi Zeolit Alam

Zeolit alam dihaluskan dengan menggunakan mortar dan penggerus porselin yang kemudian diayak dengan menggunakan ayakan berukuran 150 mesh. Zeolit yang lolos dalam ayakan tersebut kemudian diayak kembali menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Setiap 100 gram zeolit alam yang lolos dari ayakan 200 mesh dicuci dengan menggunakan 250 mL akuades dalam gelas kimia 500 mL dengan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit. Suspensi disaring dengan menggunakan kertas saring dan endapan yang diperoleh dikeringkan hingga kering pada suhu  $\pm 110^{\circ}\text{C}$ .

Zeolit sebanyak 50 g yang telah dicuci dimasukkan dalam gelas kimia 1000 mL dan ditambahkan dengan 250 mL HCl 0,4 M. Gelas kimia ditutup dengan aluminium foil kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 4 jam. Zeolit disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga filtrat bebas dari ion  $\text{Cl}^-$ . Uji filtrat bebas ion  $\text{Cl}^-$  dilakukan dengan mendeteksi pH akuades hingga sama dengan pH akuades. Zeolit yang telah bebas dari ion  $\text{Cl}^-$  dikeringkan dalam oven hingga kering, kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Hasil zeolit teraktivasi selanjutnya ditimbang.

#### 3.3.2 Preparasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Cu}$

Pembuatan  $\text{Cu/TiO}_2$  dilakukan dengan menggunakan Sumber logam yang berasal dari  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . Perbandingan mol Cu dalam  $\text{TiO}_2$  yaitu (99:1) ; (98:2) ; (97:3) dan (96:4) mol/mol yang disuspensikan dalam 50 mL akuades dalam gelas kaca. Suspensi kemudian disonikasi selama 30 menit dan selanjutnya dipanaskan di atas pemanas *hot plate* hingga akuades menguap. Suspensi kemudian dipindahkan ke dalam oven pada suhu  $120^{\circ}\text{C}$  hingga kering dan dikalsinasi pada temperatur  $600^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam.

#### 3.3.3 Preparasi $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ Terimpregnasi pada Zeolit

Pembuatan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  yang diimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan cara mencampurkan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  1,8 g dengan 3 g zeolit teraktivasi ditambah 10 mL etanol 96 % dalam gelas kimia 250 mL, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet pada kecepatan 200 rpm

repository.ub.ac.id

selama 5 jam.  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit}$  yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada temperatur  $110^\circ\text{C}$ . Setelah kering  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit}$  dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam.

### 3.3.4 Sintesis Granul $\text{TiO}_2\text{-Cu/zeolit-alginat}$

Pembuatan granul fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  dilakukan dengan cara menggunakan Na-alginat sebanyak 0,5 g yang kemudian dilarutkan dengan 13 mL akuades dalam gelas kimia 250 mL dan dipanaskan pada pemanas *hot plate* dengan temperatur  $40^\circ\text{C}$ . Suspensi diaduk dengan menggunakan gelas pengaduk hingga terbentuk gel, kemudian ditambahkan dengan 3 g  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit}$  hasil preparasi, kemudian dilakukan pengadukan kembali dengan gelas pengaduk. Pembuatan granul dilakukan menggunakan alat suntik yang diteteskan ke dalam gelas kimia berisi  $\text{CaCl}_2$  10% dan dikeringkan dalam oven pada temperatur  $70^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### 3.3.5 Uji Aktivitas Fotokatalis

#### 3.3.5.1 Uji Pengaruh Konsentrasi Cu dalam $\text{TiO}_2$ terhadap Reaksi Esterifikasi Pada Minyak Baru

Uji reaksi esterifikasi ini dilakukan pada minyak goreng baru dan menggunakan metanol sebagai pereaksi. Minyak goreng baru dipanaskan di atas pemanas *hot plate* pada suhu  $110^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air di dalamnya. Minyak goreng baru yang massanya sudah konstan ditambah dengan metanol dengan perbandingan mol 1:12 (minyak : metanol). Fotokatalis yang disintesis pada perbandingan mol (99:1); (98:2); (97:3); dan (96:4) ditimbang sebanyak 10 % dari massa minyak yang digunakan yaitu masing-masing adalah 1 g fotokatalis dan 10 g minyak. Fotokatalis dimasukkan ke dalam gelas yang berisi minyak goreng baru dan metanol. Uji reaksi esterifikasi dilakukan di dalam reaktor UV dengan panjang gelombang 352 nm selama 5 jam. Kontrol yang digunakan yaitu reaksi esterifikasi tanpa fotokatalis dan reaksi esterifikasi menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{/Zeolit-Alginat}$ . Selanjutnya dilakukan titrasi asam basa untuk menentukan kadar FFA menggunakan NaOH sebagai titran, etanol sebagai pelarut dan phenolftalein sebagai indikator. Titik akhir titrasi ditandai dengan fasa etanol yang berubah warna menjadi merah muda. Titrasi

dilakukan sebelum dan setelah dilakukan reaksi untuk mengetahui penurunan kadar FFA/konversi FFA.

### **3.3.5.2 Uji Pengaruh Lama Penyinaran dan Sumber Sinar terhadap Reaksi Esterifikasi pada Minyak Jelantah**

Fotokatalis yang digunakan merupakan fotokatalis yang menghasilkan konversi % FFA paling tinggi pada uji 3.3.5.1. Uji reaksi esterifikasi dilakukan dengan komposisi yang sama pada uji 3.3.5.1. Uji reaksi dilakukan di bawah sinar UV dengan variasi waktu 4 ; 5 dan 6 jam. Uji reaksi juga dilakukan di bawah sinar matahari dengan variasi waktu 4 ; 5 dan 6 jam. Selanjutnya dilakukan titrasi asam basa untuk menentukan kadar FFA sebelum dan setelah dilakukan reaksi yang kemudian dilakukan analisis penurunan FFA/konversi FFA.

### **3.3.6 Uji Karakteristik Biodiesel**

#### **3.3.6.1 Uji Densitas**

Uji densitas dilakukan dengan menggunakan piknometer. Piknometer ukuran 10 mL dicuci dengan HCl dan dibilas sebanyak 3 kali dengan akuades dan 1 kali dengan alkohol. Piknometer yang telah dibilas dikeringkan di dalam oven, di desikator dan di timbang hingga diperoleh massa konstan. Piknometer diisi dengan larutan sampel dan ditimbang. Pengukuran dilakukan kembali sebanyak 2 kali[28].

#### **3.3.6.2 Uji Kadar Air**

Uji kadar air dilakukan dengan cara menimbang  $\pm 10$  g sampel minyak dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Gelas kimia yang berisi sampel minyak dipanaskan dalam oven selama 30 menit dengan temperatur 104-106°C. Gelas kimia yang berisi sampel minyak didinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan[28].

#### **3.3.6.3 Uji Bilangan Asam**

Bilangan asam dinyatakan sebagai jumlah milligram KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak yang terdapat dalam 1 g minyak. Sebanyak 5 g minyak hasil esterifikasi dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 5 mL etanol 96% lalu

ditambahkan indikator phenolftalein 2 tetes. Selanjutnya dilakukan titrasi larutan dengan NaOH hingga larutan berwarna dari kuning menjadi merah muda[28].

### 3.3.7 Analisa Data

#### 3.3.7.1 Pembakuan NaOH

$$M2 = \frac{V1 \times M1}{V2}$$

V1 = Volume Asam Oksalat (L)

V2 = Volume NaOH (L)

M1 = Konsentrasi Asam Oksalat (M)

M2 = Konsentrasi NaOH (M)

#### 3.3.7.2 Penentuan Kadar FFA Dalam Minyak

% FFA

$$= \frac{V \text{ NaOH (mL)} \times [\text{NaOH}](\text{M}) \times \text{Mr as. oksalat} \left( \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right)}{\text{massa minyak (g)} \times 1000} \times 100\%$$

#### 3.3.7.3 Uji Densitas

$$\rho = \frac{(W2 - W1)}{V}$$

$\rho$  = Densitas (g/mL)

W<sub>2</sub> = massa piknometer + sampel (g)

W<sub>1</sub> = massa piknometer awal (g)

V = Volume Piknometer (mL)

#### 3.4.7.4 Uji Bilangan Asam

$$\text{Bilangan Asam} = \% \text{FFA} \times \frac{\text{Mr KOH} \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{\text{Mr as. oksalat} \frac{\text{g}}{\text{mol}} / 10}$$



*Lembar ini sengaja dikosongkan*

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Preparasi zeolit alam sebelum diaktivasi yaitu dilakukan penghalusan dengan menggunakan mortar porselin dan pengayakan pada zeolit sehingga diperoleh zeolit dengan ukuran partikel yang seragam yaitu  $\geq 200$  mesh. Penghalusan zeolit bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan zeolit sehingga mampu untuk meningkatkan sisi aktif zeolit. Kemudian dilakukan pencucian zeolit dengan menggunakan akuades dan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet agar mempercepat proses pelarutan pengotor yang larut dalam akuades serta membuka pori-pori zeolit. Zeolit yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur  $110^{\circ}\text{C}$  dan didesikator untuk menghilangkan kandungan air dan sisa uap air dalam zeolit [50].

Zeolit yang sudah dicuci kemudian diaktivasi dengan menggunakan HCl 0,4 M. Situs dari rangka zeolit perlu diubah menjadi situs yang mudah disubstitusi oleh logam yaitu menjadi Zeolit-H. Proses untuk membuat zeolit-H adalah melalui proses tukar kation pada zeolit dengan HCl. Menurut Setiadi dan pratiwi [51], penggunaan HCl yang tidak terlalu pekat tidak dapat merusak struktur melainkan dapat lebih memurnikan zeolit dari pengotor-pengotornya. Larutan HCl yang pekat dapat merusak struktur alumina-silika dari zeolit, sehingga konsentrasi HCl yang digunakan tidak terlalu pekat. Zeolit dapat terdealuminasi dengan perlakuan asam menggunakan HCl pada konsentrasi HCl 0,1 sampai 11 M, sedangkan menggunakan asam nitrat memberikan proses dealuminasi terbesar pada konsentrasi 4 sampai 10 M [52].

Aktivasi dengan asam bertujuan untuk menghilangkan pengotor pada pori-pori zeolit yang larut dalam asam seperti oksida-oksida bebas  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Proses aktivasi akan menyebabkan pori-pori zeolit tidak tertutupi oleh pengotor sehingga akan meningkatkan luas permukaan zeolit dan meningkatkan kemampuan adsorpsi zeolit. Pemurnian zeolit dengan asam, dalam hal ini HF dan HCl bertujuan untuk melarutkan unsur-unsur pengotor yang ada pada zeolit sehingga permukaan pori-pori zeolit menjadi bersih. Proses pemurnian ini akan melarutkan silikat,

aluminium, titanium dan senyawa besi, senyawa-senyawa tersebut berasal dari pengotor-pengotor oksida yang berada pada rongga zeolit dan menutupi sebagian rongga pori dan menggantikannya dengan  $H^+$  dalam ruang intramellar, sehingga menjadikan zeolit lebih porous dan permukaannya lebih aktif [39]

Zeolit yang sudah diaktivasi kemudian dicuci dengan akuades untuk menghilangkan anion  $Cl^-$  yang terperangkap dalam pori zeolit. Dilakukan pembilasan berkali-kali sampai menunjukkan pH netral yang menunjukkan zeolit terbebas dari klorida. Zeolit dikeringkan dalam oven dengan temperatur  $110^\circ C$  sampai kering. Lalu, zeolit dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ C$  selama 5 jam. Kalsinasi bertujuan agar molekul-molekul air dan pengotor organik lainnya hilang dan meningkatkan luas permukaan zeolit dengan merubah struktur dari zeolit. Proses kalsinasi yang dilakukan pada temperatur  $300^\circ C - 600^\circ C$  cukup efektif, tidak merusak struktur awal zeolit yang menandakan bahwa zeolit alam mempunyai kestabilan struktur kerangka yang cukup tinggi [51].

Zeolit yang sudah diaktivasi secara fisika dan kimia akan memiliki kemampuan adsorpsi lebih besar. Berdasarkan penelitian Hidayat, dkk [53] membandingkan luas permukaan zeolit menggunakan metode BET (Brunaur, Emmet dan Teller) sebelum dan sesudah aktivasi dengan asam menunjukkan hasil zeolit alam mengalami peningkatan luas permukaan menjadi  $213,42 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  setelah diaktivasi dari  $34,64 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  sebelum diaktivasi.

#### 4.2 Sintesis Fotokatalis $TiO_2-Cu$

Sintesis  $TiO_2-Cu$  dilakukan dengan variasi konsentrasi menggunakan perbandingan mol yaitu  $TiO_2:Cu$  (99:1, 98:2, 97:3, 96:4). Sumber Cu yang digunakan adalah  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$  dengan sintesis menggunakan metode sonikasi. Metode sonikasi bertujuan untuk membuat campuran menjadi lebih homogen dan meregangkan ikatan antar atom pada semikonduktor  $TiO_2$ . Penambahan dopan Cu pada  $TiO_2$  bertujuan untuk menggeser pita serapan ke daerah sinar tampak karena  $TiO_2$  bekerja efektif pada sinar UV, sehingga penambahan dopan Cu diharapkan dapat memaksimalkan kerja fotokatalis pada daerah sinar tampak atau sinar matahari [17]. Ikatan Ti-O-Ti yang meregang akibat gelombang ultrasonik menyebabkan ion  $Cu^{2+}$  teradsorpsi ke dalam struktur  $TiO_2$ . Yadav, dkk [54]

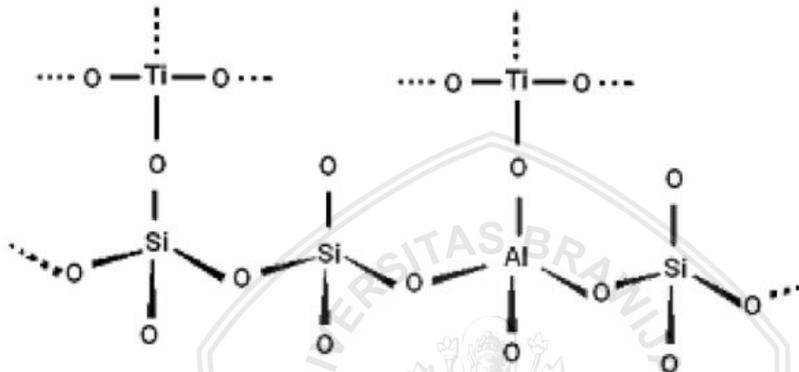
melakukan sintesis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dengan metode ultrasonikasi yang bertujuan untuk mendispersikan atom Cu pada  $\text{TiO}_2$ . Ultrasonikasi pada  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  juga digunakan untuk membantu pendistribusian atom Cu dari  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ke dalam  $\text{TiO}_2$  untuk terjadi substitusi dengan atom  $\text{Ti}^{4+}$  melalui gelombang yang dipancarkan. Selain itu sonikasi bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel. Ukuran partikel yang kecil akan mempermudah pendispersian fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  pada zeolit. Selain itu, ukuran partikel yang kecil akan meningkatkan luas permukaan partikel secara keseluruhan menjadi lebih besar [54].

Dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam untuk menghilangkan molekul air dan pengotor organik yang masih terdapat dalam  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dan untuk memperkuat ikatan antara  $\text{TiO}_2$  dan Cu. Penelitian yang dilakukan oleh Suteja [55] melakukan sintesis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dengan menggunakan metode kalsinasi. Sintesis dilakukan dengan berbagai temperatur kalsinasi yaitu  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  dan  $700^\circ\text{C}$ , yang menunjukkan bahwa fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan Cu yang dikalsinasi pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi.

#### 4.3 Impregnasi $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ pada Zeolit

Pembuatan  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  yang diimbangkan pada zeolit dilakukan untuk memperoleh fotokatalis dengan kemampuan adsorpsi yang tinggi [56]. Impregnasi dilakukan melalui mekanisme penyisipan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  ke daerah antar lapis (*interlayer*). Penggunaan bahan dan perlakuan dalam melakukan impregnasi  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  memiliki peranan yang berbeda-beda. Etanol yang bersifat semipolar dapat digunakan sebagai medium pertukaran antara molekul atau ion yang terdapat dalam daerah *interlayer* mineral zeolit dengan semikonduktor  $\text{TiO}_2$ . Etanol dapat melarutkan molekul organik dan kation yang terdapat dalam daerah *interlayer* mineral zeolit, sehingga memperbesar kemungkinan semikonduktor  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  untuk mengisi daerah *interlayer* mineral zeolit. Campuran ditambahkan etanol 96% yang berfungsi untuk membantu pendispersian  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  ke dalam mineral zeolit. Selain itu, menurut Eddy dkk [57], etanol yang berfungsi untuk mendispersikan  $\text{TiO}_2$  juga berfungsi untuk menyerap pengotor pengotor polar. Penelitian Wardhani dkk [19] melakukan analisis luas permukaan zeolit dan  $\text{TiO}_2\text{-zeolit}$  dengan menggunakan

SAA dengan metode BET menunjukkan penurunan luas permukaan zeolit setelah dilakukan impregnasi  $\text{TiO}_2$  menjadi  $\text{TiO}_2$ -zeolit yaitu dari  $113,689 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$  menjadi  $13,304 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang diimbangkan pada zeolit akan menutupi sebagian besar pori zeolit sehingga menurunkan luas permukaan zeolit. Penurunan nilai luas permukaan pada zeolit menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  telah terimpregnasi pada zeolit. Skema interaksi  $\text{TiO}_2$  dengan zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.1.



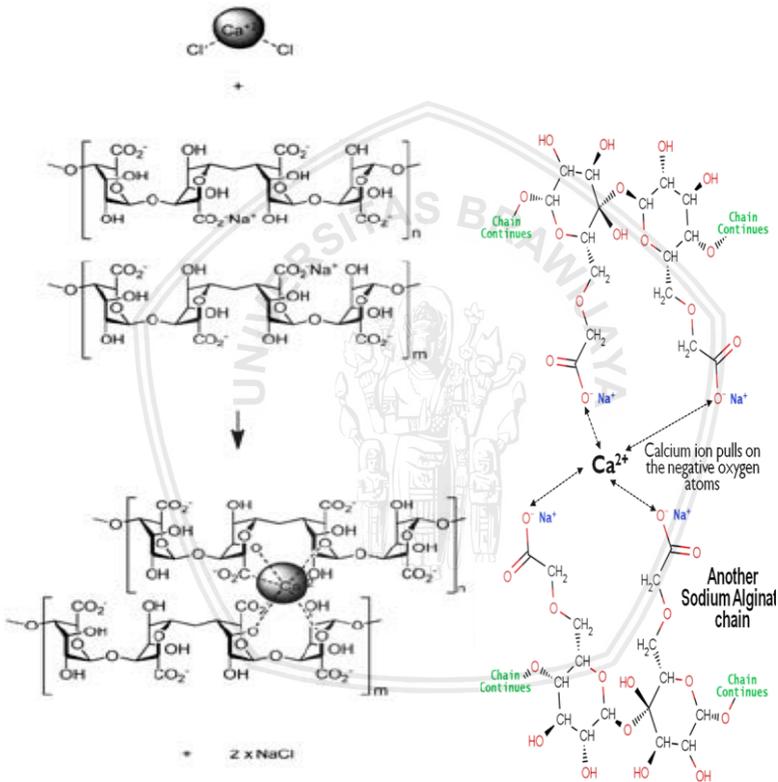
**Gambar 4.1** Struktur  $\text{TiO}_2$ /Zeolit [57]

Suspensi kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 5 jam. Pengadukan selama 5 jam berfungsi untuk memasukkan  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ -Cu ke dalam *interlayer* pori zeolit. Suspensi kemudian dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam untuk menghilangkan molekul air dan menstabilkan ikatan antara  $\text{TiO}_2$  maupun  $\text{TiO}_2$ -Cu pada zeolit. Kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan pengotor organik yang berupa etanol, stabilisasi dan pembentukan ikatan polioksida  $\text{TiO}_2$  Cu dalam daerah *interlayer* mineral zeolit [56].

#### 4.4 Sintesis Granul $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit-Alginat

Pembuatan granul dilakukan dengan menambahkan alginat pada  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ -Cu yang terimpregnasi pada zeolit. Alginat dipilih karena mampu membentuk gel yang akan berinteraksi dengan jaringan [23]. Pembuatan granul  $\text{TiO}_2$ -Cu/Zeolit dibuat dengan diambil 3 g dan dicampur dengan gel alginat yang dibuat dengan melarutkan 0,5 g Na-alginat dengan 13 mL akuades. Pengadukan

dilakukan dengan pemanasan pada suhu 40°C hingga homogen. Menurut Della dkk [59] semakin tinggi kecepatan pengadukan maka semakin kecil ukuran partikel alginat yang dihasilkan tanpa menyebabkan perubahan kandungan dari campuran yang dengan sengaja ditambahkan ke dalam alginat. Campuran homogen kemudian dimasukkan campuran kedalam alat suntik. Campuran kemudian diteteskan ke dalam larutan  $\text{CaCl}_2$  3% agar terbentuk granul. Adapun proses perubahan Na-alginat menjadi Ca-alginat dapat dilihat pada Gambar 4.2.

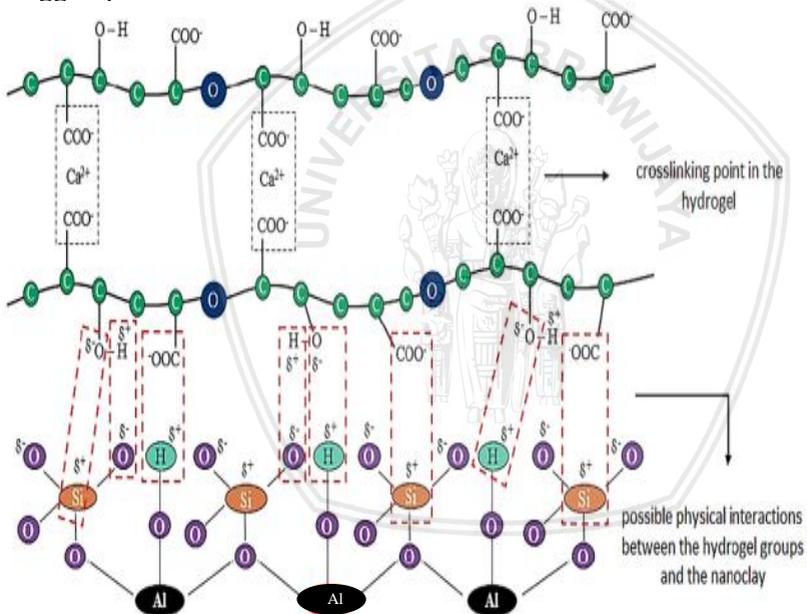


**Gambar 4.2** Reaksi ikatan Na-Alginat dengan  $\text{CaCl}_2$  [60]

Ca-alginat akan terbentuk secara instan dipermukaan Na-alginat ketika kontak langsung diantara keduanya terjadi. Na-alginat yang berada jauh dari permukaan awalnya tidak bereaksi, namun dengan waktu tertentu, ion Ca akan terdifusi ke pusat Na dan

bereaksi membentuk struktur Ca-alginat secara menyeluruh. Selama proses pembentukan gel, lapisan gel Ca-alginat akan bergerak dari permukaan menuju pusat dengan proses penetrasi lapisan [61]. Gambar 4.2 menunjukkan terbentuknya lapisan Ca-alginat yang terbentuk dengan batas yang bersinggungan langsung dengan Na-alginat yang disebut dengan *reaction interface*. Granul Ca-alginat terbentuk sempurna saat reaksi sudah mencapai pusat molekul Na-alginat.

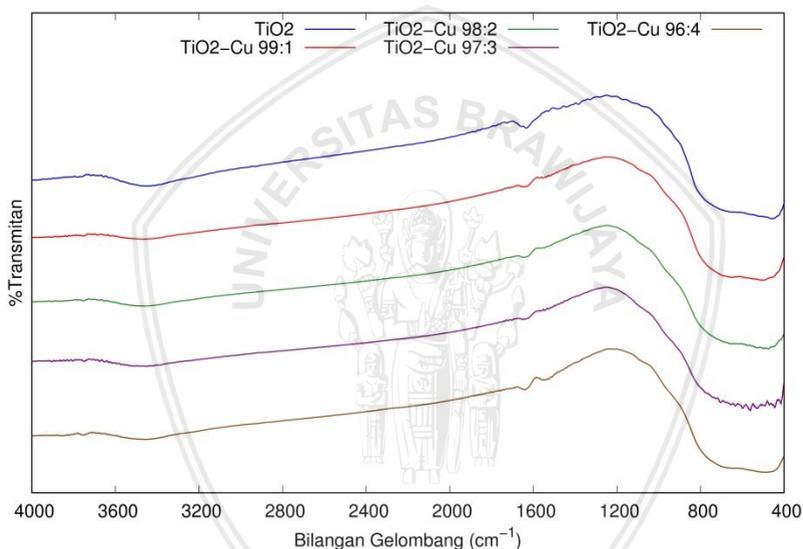
Interaksi antara zeolit alginat secara detail digambarkan oleh penelitian Fernandes dkk [62] yang melakukan sintesis nanokomposit beads alginat yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Pentetesan suspensi pada larutan  $\text{CaCl}_2$  dilakukan karena alginat mampu membentuk ikatan *cross linking* sehingga suspensi akan menggumpal dalam larutan.



**Gambar 4.3** Interaksi yang terjadi antara Zeolit/Alginat [62]

#### 4.5 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR)

Spektrofotometer infra merah adalah alat yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi suatu senyawa kimia. Spektra infra merah yang dihasilkan dapat menunjukkan gambaran dari struktur molekul dari senyawa tersebut.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dengan variasi konsentrasi 99:1 ; 98:2 ; 97:3 ; 96:4 (mol/mol) yang telah disintesis, dikarakterisasi untuk mengetahui karakteristik berupa gugus fungsi dan serapan baru yang muncul terhadap fotokatalis. Selain itu, untuk mengetahui keberhasilan dopan Cu pada  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dari fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ /Zeolit-Alginat menggunakan spektrofotometer FT-IR ditunjukkan pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4** Spektra Gabungan  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dengan variasi konsentrasi Cu

Pada spektra FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 4.4  $\text{TiO}_2$  memiliki serapan pada bilangan gelombang 454,33  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi Ti-O, pada bilangan gelombang 650,28  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur dari Ti-O, pada bilangan gelombang 1634,34  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi OH tekuk dari Ti-OH, dan pada bilangan gelombang 3454,51  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur OH.

Adanya doping logam Cu pada TiO<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi yang berbeda menunjukkan adanya serapan yang menunjukkan adanya serapan baru. Spektra FTIR dengan konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Cu 99:1 terdapat penambahan serapan pada bilangan gelombang 1556,45 cm<sup>-1</sup>, pada spektra FTIR dengan konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Cu 98:2 terdapat penambahan serapan pada bilangan gelombang 1568,02 cm<sup>-1</sup>, pada spektra FTIR konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Cu 97:3 terdapat penambahan serapan pada bilangan gelombang 1514,02 cm<sup>-1</sup> dan pada spektra FTIR TiO<sub>2</sub>-Cu konsentrasi 96:4 terdapat penambahan serapan pada bilangan gelombang 1533,30cm<sup>-1</sup>.

Berdasarkan hasil karakterisasi diperoleh spektra yang mewakili serapan dari gugus fungsi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu. Tabel 4.1 menunjukkan data serapan interpretasi FT-IR fotokatalis.

**Tabel 4.1** Interpretasi hasil serapan FTIR

No	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )					Interpretasi
	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub> -Cu 99:1	TiO <sub>2</sub> -Cu 98:2	TiO <sub>2</sub> -Cu 97:3	TiO <sub>2</sub> -Cu 96:4	
1	454	501,46	453,24	455,17	486,03	Vibrasi TiO
2	-	532,31	532,31	532,31	532,31	Vibrasi CuO
3	650	640,32	640,32	655,75	640,32	Vibrasi tekuk Ti-O
4	-	1556,45	1568,02	1514,02	1533,30	Vibrasi OH tekuk dari Cu-OH
5	1634	1649,02	1649,02	1635,52	1639,38	Vibrasi OH tekuk dari Ti-OH
6	3455	3460,06	3448,49	3450,41	3444,63	Vibrasi ulur OH

Bedasarkan perbandingan serapan pada gugus fungsi yang ada pada Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa terjadi perubahan bilangan gelombang pada setiap perlakuan. Menurut Jeronsia dkk, [49] melakukan karakterisasi FTIR nanopartikel CuO dengan serapan

spesifik Cu-O muncul pada bilangan gelombang  $532\text{ cm}^{-1}$ , dan terdapat serapan pada bilangan gelombang  $1564\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan pembentukan ikatan kovalen OH dari permukaan CuO. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan menunjukkan munculnya serapan baru pada bilangan gelombang  $532,31$  yang juga merupakan serapan spesifik dari Cu-O. Munculnya serapan baru pada  $\text{TiO}_2$  setelah di dopan Cu pada bilangan gelombang  $1514\text{-}1568\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk Cu-OH yang berasal dari ikatan OH yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan serapan baru tersebut dapat mewakili adanya Cu yang di doping dalam  $\text{TiO}_2$ . Adanya Serapan baru tersebut menunjukkan keberhasilan proses dopan Cu pada  $\text{TiO}_2$ . Menurut Saravanakkumar, [63] serapan ikatan Cu-O terdapat pada bilangan gelombang  $616\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan terjadi tumpang tindih antara serapan Cu-O dan Ti-O-Ti yang sama-sama berada pada bilangan gelombang  $500\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bahwa adanya interaksi yang terdapat pada  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ .

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR tersebut membuktikan bahwa ion  $\text{Cu}^{2+}$  telah terdispersi dengan baik yang mampu bersubstitusi dengan ion  $\text{Ti}^{4+}$  dan juga dapat intertisi atau mengisi celah pada permukaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Menurut Khrisnakumar, [17] meningkatnya konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  dapat dikaitkan dengan jari-jari ion yang lebih besar yaitu jari-jari pada ion  $\text{Cu}^{2+}$  ( $0,72\text{ \AA}$ ) dan jari-jari pada ion  $\text{Ti}^{4+}$  ( $0,68\text{ \AA}$ ) dimana jika dibandingkan maka jari-jari ion  $\text{Cu}^{2+}$  lebih besar. Perbedaan ukuran ion  $\text{Cu}^{2+}$  yang lebih besar cenderung terdapat pada permukaan  $\text{TiO}_2$ , ketika ion  $\text{Cu}^{2+}$  berada pada permukaan  $\text{TiO}_2$ , ion ini akan menurunkan energi yang terdapat pada permukaan fotokatalis, sehingga menjadi lebih stabil [34].

#### 4.6 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji aktivitas fotokatalis pada minyak nabati dilakukan dengan menggunakan minyak nabati yaitu dari minyak kelapa sawit hasil produksi Bimoli. Minyak nabati tersebut berupa minyak goreng baru dan minyak jelantah. Minyak tersebut sebelumnya dilakukan pemanasan untuk menghilangkan kadar air di dalamnya. Setelah dilakukan pemanasan kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan minyak tersebut dari pengotor berupa sisa makanan dari

penggorengan yang terdapat pada minyak jelantah. Kualitas mutu dari minyak nabati dapat ditentukan melalui kadar FFA (*Free Fatty Acid*) didalamnya. Baik minyak baru maupun minyak jelantah memiliki kandungan FFA (*Free Fatty Acid*). Minyak nabati harus memiliki standar mutu sesuai yang dianjurkan pada SNI bahwa kandungan FFA didalamnya  $< 0,3 \%$  untuk dapat dikonsumsi.

Pada minyak goreng baru, asam lemak bebas dapat disebabkan karena kadar asam lemak yang cukup tinggi pada bahan baku awal yang digunakan untuk pembuatan minyak goreng tersebut. Pada minyak jelantah disebabkan oleh proses hidrolisis yang terjadi selama proses penggorengan, karena pemanasan yang tinggi dan menghasilkan uap air. Uap air yang dihasilkan pada saat proses penggorengan, menyebabkan terjadinya hidrolisis terhadap trigliserida [64]. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa pada minyak goreng baru dan minyak jelantah memiliki jumlah asam lemak bebas yang berbeda.

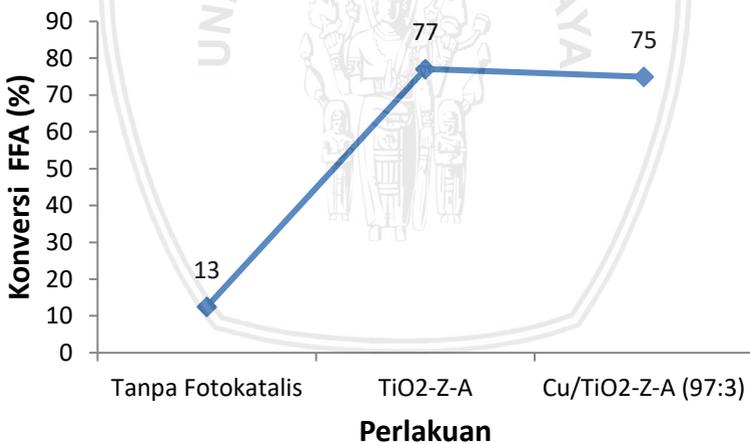
Asam Lemak bebas dapat dikonversi menjadi biodiesel / metil ester dengan penambahan metanol sebagai reaktan dan menggunakan katalis heterogen yaitu fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang diimbangkan pada zeolit. Berikut merupakan mekanisme pembentukan metil ester dengan bantuan fotokatalis, mekanisme reaksi fotokatalitik esterifikasi FFA ketika dikatalisis dengan zeolit, yaitu FFA teradsorpsi pada permukaan zeolit dan permukaan  $\text{TiO}_2$  ( $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$ ),  $\text{H}^+$  dari zeolit dan  $\text{TiO}_2$  akan berfungsi sebagai donor proton. Metanol yang bersifat nukleofilik menyerang atom karbon pada gugus karbonil. Selanjutnya terjadi penyerapan foton oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$  sesuai persamaan 2.1 sehingga terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi dan menghasilkan pasangan elektron-hole. *Hole* ( $\text{h}^+$ ) dapat bereaksi dengan  $\text{CH}_3\text{OH}$  yang teradsorpsi pada permukaan katalis menghasilkan ion hidrogen ( $\text{H}^+$ ) dan  $\text{CH}_3\text{O}\cdot$  sesuai persamaan 2.2. Pada saat yang sama terjadi reaksi oksidasi  $\text{HOOC-R}$  yang teradsorpsi pada permukaan katalis dengan elektron tereksitasi ( $\text{e}^-$ ) membentuk radikal  $\text{HOOC}\cdot\text{-R}$  sesuai persamaan 2.3. Ion  $\text{H}^+$ , senyawa radikal  $\cdot\text{OCH}_3$  dan senyawa radikal  $\text{HOOC}\cdot\text{-R}$  akan bereaksi untuk membentuk zat antara dan produk akhir sesuai persamaan 2.4. Hal ini menunjukkan proses deprotonasi dan eliminasi molekul air tersebut membentuk metil ester.

Mekanisme esterifikasi juga dapat melalui reaksi adisi antara senyawa radikal  $\text{CH}_3\text{O}\cdot$  dengan senyawa asam lemak bebas [46,47].

Berikut merupakan Tabel 4.2 yang menunjukkan kadar FFA awal pada minyak goreng baru dan kadar FFA setelah dilakukan uji reaksi esterifikasi mengalami penurunan dari kadar FFA awal yaitu 0,17% menjadi 0,04% baik pada  $\text{TiO}_2/\text{Zeolit-Alginat}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}/\text{Zeolit-Alginat}$  dengan konsentrasi 97:3 (mol/mol). Setelah dilakukan uji aktivitas fotokatalis pada reaksi esterifikasi menggunakan minyak goreng baru didapatkan penurunan nilai FFA/konversi FFA yang ditunjukkan pada Gambar 4.5

**Tabel 4.2** Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak goreng baru

Perlakuan	Kadar FFA (%)
Tanpa Perlakuan (Awal)	0,17
Tanpa katalis	0,15
$\text{TiO}_2/\text{Zeolit-Alginat}$	0,04
$\text{TiO}_2\text{-Cu}/\text{Zeolit-Alginat}$ (97:3)	0,04



**Gambar 4.5** Pengaruh fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$  dengan penambahan Cu terhadap konversi FFA pada minyak goreng baru menggunakan sinar uv selama 5 jam

Berdasarkan data yang diperoleh dari Gambar 4.4 reaksi esterifikasi yang berlangsung tanpa menggunakan fotokatalis memiliki konversi sebesar 13 %. Fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{Zeolit-Alginat}$  mampu mengkonversi sebesar 77%. Persen konversi pada variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  97:3 (mol/mol) mampu mengkonversi sebesar 75% , dalam hal ini fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{Zeolit-Alginat}$  memiliki persen konversi yang lebih besar daripada  $\text{TiO}_2\text{-Cu}/\text{Zeolit-Alginat}$ , hal tersebut menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  berkerja efektif di bawah sinar UV, sedangkan penambahan dopan Cu dapat menurunkan kemampuan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dalam mengkonversi asam lemak bebas pada sinar UV. Penelitian Khrishnakumar dkk, [17] melakukan karakterisasi menggunakan DRS (*Diffuse-Reflectance Spectrum*) Uv-Vis untuk  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  dengan panjang gelombang masing-masing adalah 400 nm dan 545 nm dengan *band gap* masing-masing adalah 3,15 eV dan 2,20 eV. Hal tersebut menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  aktif di sinar UV (200-400nm) sedangkan jika dibandingkan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  yang memiliki panjang gelombang dalam range sinar tampak (310-700nm) menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  aktif pada sinar matahari sehingga menghasilkan konversi yang lebih rendah ketika disinari oleh sinar uv[66]. Penelitian yang dilakukan oleh Rajendran, dkk [16] berhasil mendegradasi metilen biru dengan membandingkan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan  $\text{TiO}_2$  terdopan Cu dibawah sinar matahari dengan degradasi masing-masing sebesar 68 % dan 92 %. Hal tersebut menunjukkan  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  yang aktif pada sinar tampak berdasarkan panjang gelombang yang menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2\text{-Cu}$  aktif pada sinar tampak sehingga memiliki nilai band gap yang lebih kecil dan mampu memperlambat laju rekombinasi pasangan elektron/hole karena Cu bertindak sebagai penjebak elektron/*scavenging electron* yang mampu menghasilkan radikal OH lebih banyak dan akan meningkatkan efisiensi dari  $\text{TiO}_2$  dalam mendegradasi limbah tersebut dibawah sinar matahari. Selain itu zeolit yang berperan sebagai adsorben mampu meningkatkan proses adsorpsi pada permukaan  $\text{TiO}_2$  sehingga proses fotokatalitik menjadi lebih efektif [22].

#### 4.6.1 Uji Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap Reaksi Esterifikasi Pada Minyak Baru

Uji pengaruh konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap reaksi esterifikasi minyak baru menggunakan fotokatalis granul TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat dilakukan untuk mengetahui konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Cu Optimum dalam mengkonversi minyak goreng baru dengan menggunakan sinar UV di dalam reaktor UV yang dilakukan selama 5 jam. Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> yang digunakan yaitu dengan menggunakan perbandingan mol 99:1 ; 99:2 ; 97:3 ; 96:4.

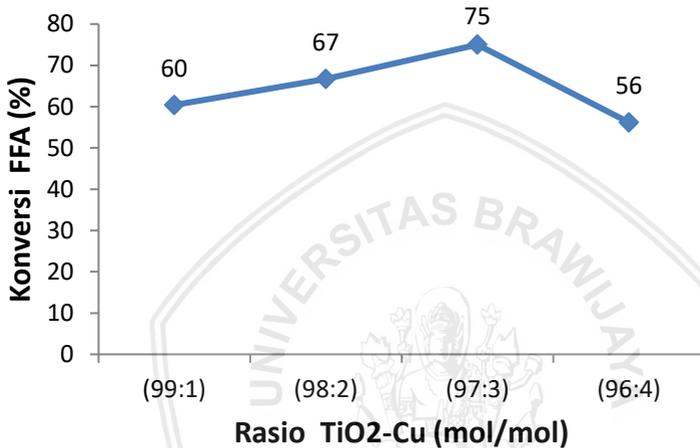
Uji reaksi esterifikasi dalam minyak nabati menggunakan metanol sebagai pereaksi atau reagen dengan perbandingan mol 1:12 (minyak : metanol). Massa fotokatalis yang digunakan dalam uji esterifikasi yaitu 10% dari berat minyak sebanyak 1 g. Penggunaan metanol secara berlebih ditujukan agar reaksi berjalan kearah kanan, yakni kearah pembentukan metil ester yang maksimal.

Minyak goreng sebelum dilakukan esterifikasi dan sesudah dilakukan esterifikasi, kemudian dianalisis kandungan asam lemak bebasnya. Asam lemak bebas dianalisis menggunakan metode titrasi asam basa. Larutan NaOH digunakan sebagai titran, phenolftalein sebagai indikator dan etanol sebagai pelarut. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dalam fasa etanol menjadi merah muda. Berdasarkan hasil titrasi sebelum dan setelah reaksi esterifikasi maka dapat diketahui penurunan atau konversi kadar asam lemak bebas dalam minyak goreng. Berdasarkan nilai konversi FFA maka dapat diketahui fotokatalis yang memiliki aktivitas tinggi dalam reaksi esterifikasi. Semakin besar nilai konversi FFA maka semakin tinggi kemampuan fotokatalis dalam mempercepat reaksi esterifikasi [39].

Berikut merupakan Tabel 4.3 yang menunjukkan kadar FFA awal pada minyak goreng baru dan kadar FFA setelah dilakukan uji reaksi esterifikasi mengalami penurunan dari kadar FFA awal yaitu 0,17% menjadi 0,04% pada TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat dengan konsentrasi 97:3 (mol/mol). Setelah dilakukan uji esterifikasi pada minyak goreng baru dengan menggunakan fotokatalis dengan variasi konsentrasi didapatkan persentase konversi FFA yang ditunjukkan pada Gambar 4.6

**Tabel 4.3** Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak goreng baru dengan variasi konsentrasi fotokatalis

Perlakuan	Kadar FFA (%)
Tanpa Perlakuan (Awal)	0,17
TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat (99:1)	0,065
TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat (98:2)	0,06
TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat (97:3)	0,04
TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat (96:4)	0,75



**Gambar 4.6** Pengaruh rasio konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap konversi FFA minyak goreng baru pada sinar UV

Berdasarkan data pada Gambar 4.6 reaksi esterifikasi yang berlangsung tanpa menggunakan fotokatalis memiliki konversi sebesar 13%. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Zeolit-Alginat mampu mengkonversi sebesar 77%, Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat yang telah disintesis dengan variasi konsentrasi 99:1 ; 98:2 ; 97:3 ; 96:4 (mol/mol) memiliki nilai konversi FFA masing-masing adalah 60%, 67%, 75%, dan 56%. Persen konversi optimum terjadi pada konsentrasi TiO<sub>2</sub> 97:3 (mol/mol). Dopan Cu dalam TiO<sub>2</sub> berperan sebagai penangkap elektron / *scavenging electron* dan menghambat laju rekombinasi elektron-hole yang akan meningkatkan jumlah radikal OH dan meningkatkan keefektifan dalam proses reaksi fotokatalitik [17].

Penelitian yang dilakukan oleh Krishnakumar, dkk [17] melakukan pegujian aktivitas fotokatalitik dengan menggunakan variasi konsentrasi penambahan dopan Cu pada  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi yaitu 5; 9 dan 13 mol % dan menunjukkan bahwa konsentrasi 5 mol % menghasilkan degradasi paling baik. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang diperoleh bahwa penambahan Cu berlebih mampu menurunkan aktifitas fotokatalis dalam mengkonversi minyak nabati. Seiring dengan penambahan konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  hingga konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -Cu 97:3 (mol/mol) terjadi penurunan % konversi FFA pada konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -Cu 96:4 (mol/mol) hal ini dikarenakan jumlah konsentrasi Cu yang terlalu banyak mampu menutupi sisi aktif pada permukaan  $\text{TiO}_2$  sehingga terjadi penggumpalan/*Sintering* [17]. Penggumpalan juga dapat terjadi dikarenakan pemanasan pada temperatur tinggi, baik pada saat sintesis fotokatalis yang melakukan kalsinasi pada temperatur tinggi maupun pada saat reaksi esterifikasi berlangsung [68].

Berdasarkan uji varian pada taraf 5% diperoleh F hitung  $>$  F tabel. Hal ini menunjukkan bahwa variasi perlakuan yang diberikan berpengaruh nyata terhadap konversi yang dihasilkan sehingga dilanjutkan dengan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) yang menunjukkan bahwa terjadi perbedaan yang sangat nyata pada setiap penambahan konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  terhadap konversi FFA yang dihasilkan (terlampir pada hal. 65) sehingga didapatkan konsentrasi Cu dalam  $\text{TiO}_2$  optimum yaitu dengan rasio 97:3(mol/mol).

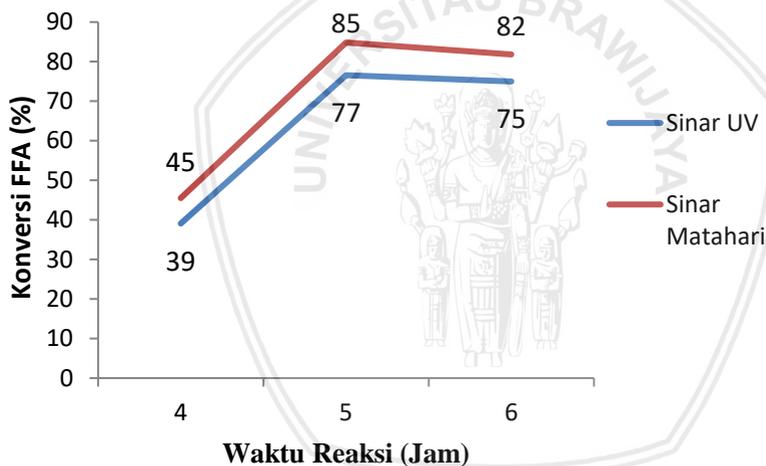
#### **4.6.2 Uji pengaruh Lama Penyinaran terhadap Reaksi Esterifikasi pada Minyak Jelantah**

Pengaruh lama penyinaran dilakukan untuk mengetahui lama penyinaran yang optimum dalam mengkonversi FFA dengan variasi menggunakan konsentrasi terbaik pada uji sebelumnya yaitu uji pengaruh konsentrasi terhadap reaksi esterifikasi minyak goreng baru dengan konsentrasi optimum yaitu 97:3 (mol/mol). Uji pada reaksi esterifikasi minyak jelantah dilakukan dengan variasi waktu yaitu 4, 5, dan 6 jam dengan sumber sinar yang dipancarkan adalah sinar uv dengan menggunakan reaktor uv dan sinar matahari. Berikut merupakan Tabel 4.4 yang menunjukkan kadar FFA awal pada minyak goreng jelantah dan kadar FFA setelah dilakukan uji reaksi esterifikasi mengalami penurunan dari kadar FFA awal pada sinar uv

dan matahari yaitu 0,23% dan 0,24% menjadi 0,03% pada TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat dengan konsentrasi 97:3 (mol/mol) pada penyinaran selama 5 jam pada sinar matahari. Setelah dilakukan uji esterifikasi pada minyak jelantah didapatkan data penurunan FFA/konversi FFA ditunjukkan dalam Gambar 4.7.

**Tabel 4.4** Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak jelantah dengan variasi konsentrasi fotokatalis

Perlakuan	Kadar FFA (%)	
	Sinar UV	Sinar Matahari
Tanpa Perlakuan (Awal)	0,23	0,24
4 Jam	0,14	0,13
5 Jam	0,05	0,03
6 Jam	0,05	0,04



**Gambar 4.7** Pengaruh lama penyinaran dengan fotokatalis terhadap konversi FFA pada minyak Jelantah

Berdasarkan Gambar 4.7 pada penyinaran UV dengan variasi waktu 4 jam diperoleh konversi FFA sebesar 39%, pada waktu 5 jam diperoleh konversi FFA optimum sebesar 77%, dan pada waktu 6 jam diperoleh konversi FFA sebesar 75 %. Penyinaran sinar matahari pada waktu 4 jam diperoleh konversi FFA sebesar 45%, pada waktu 5 jam diperoleh konversi FFA optimum sebesar 85%, dan pada

waktu 6 jam diperoleh konversi FFA sebesar 82 %. Hal ini menunjukkan semakin lama waktu penyinaran akan menyebabkan semakin banyaknya energi foton yang diserap oleh fotokatalis, sehingga OH radikal yang terbentuk pada permukaan fotokatalis semakin banyak dan interaksi fotokatalis dengan minyak semakin lama akan semakin meningkatkan efektivitas fotokatalisis asam lemak bebas.

Berdasarkan penelitian Borah, dkk [65] yang menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dalam memproduksi biodiesel menggunakan minyak jelantah dengan waktu reaksi yang dilakukan yaitu selama 1, 2, 3, 4 jam memiliki waktu reaksi optimum selama 3 jam. Hal ini dikarenakan setelah waktu penyinaran yang lebih lama tidak terjadi lagi kenaikan efektivitas fotodegradasi limbah karena aktivitas fotokatalis sudah mencapai maksimal sehingga tidak mampu mengkonversi lebih banyak lagi [65]. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang diperoleh bahwa setelah waktu reaksi berlangsung selama 6 jam terjadi hasil konversi yang tidak signifikan dibandingkan waktu reaksi selama 5 jam.

Berdasarkan uji varian pada taraf 5% diperoleh F hitung  $> F$  tabel pada sinar ultraviolet maupun pada sinar matahari. Hal ini menunjukkan bahwa variasi perlakuan yang diberikan berpengaruh nyata terhadap konversi yang dihasilkan sehingga dilanjutkan dengan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) yang menunjukkan bahwa terjadi perbedaan yang sangat nyata pada waktu reaksi 4 dan 5 jam terhadap konversi yang dihasilkan, sedangkan untuk waktu reaksi 5 jam dan 6 jam tidak menghasilkan perbedaan yang cukup signifikan (terlampir hal. 66 dan 68) sehingga didapatkan lama penyinaran optimum dalam mengkonversi FFA dari minyak jelantah menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  (97:3) baik pada sinar UV maupun matahari adalah 5 jam.

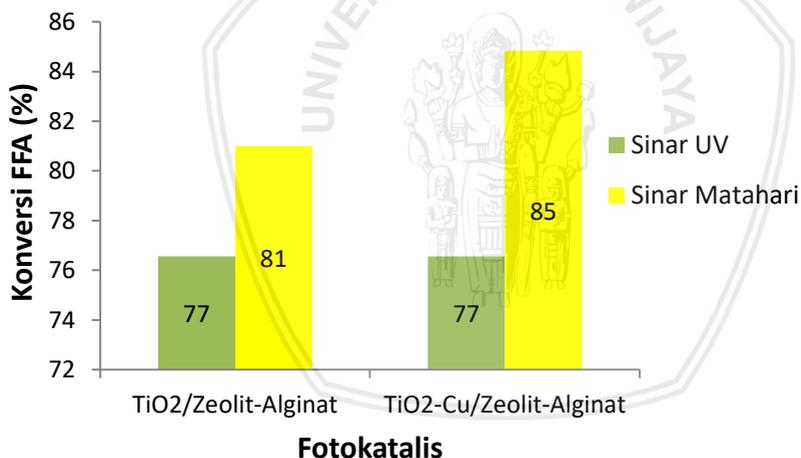
#### **4.6.3 Uji Pengaruh Sumber Sinar terhadap Reaksi Esterifikasi pada Minyak Jelantah**

Pengaruh sumber sinar terhadap fotokatalis optimum  $\text{TiO}_2\text{/Zeolit-Alginat}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  97:3 (mol/mol) pada reaksi esterifikasi dilakukan menggunakan minyak jelantah dengan waktu reaksi selama 5 jam menggunakan sumber sinar yang berbeda yaitu, sinar ultraviolet dan sinar matahari. Berikut merupakan Tabel

4.5 yang menunjukkan kadar FFA awal pada minyak jelantah dan kadar FFA setelah dilakukan uji reaksi esterifikasi mengalami penurunan dari kadar FFA awal pada sinar uv dan matahari yaitu 0,23% dan 0,24% menjadi 0,03% pada TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat dengan konsentrasi 97:3 (mol/mol) pada penyinaran selama 5 jam pada sinar matahari. Setelah dilakukan uji esterifikasi pada minyak jelantah didapatkan data penurunan FFA/konversi FFA ditunjukkan dalam Gambar 4.8.

**Tabel 4.5** Kadar FFA awal dan setelah reaksi esterifikasi pada minyak jelantah dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Zeolit-Alginat & TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat selama 5 jam

Perlakuan	Kadar FFA (%)	
	Sinar UV	Sinar Matahari
Tanpa Perlakuan (Awal)	0,23	0,24
TiO <sub>2</sub> /Zeolit-Alginat	0,05	0,04
TiO <sub>2</sub> -Cu/Zeolit-Alginat	0,05	0,03



**Gambar 4.8** Pengaruh sumber sinar menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Zeolit dengan penambahan Cu terhadap konversi FFA pada minyak jelantah

Berdasarkan data pada Gambar 4.8 tersebut diperoleh pada waktu 5 jam, fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Zeolit-Alginat mampu mengkonversi asam lemak bebas dengan konversi sebesar 77% pada sinar

ultraviolet dan 81% pada sinar matahari. Pada  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  97:3 (mol/mol) didapatkan konversi FFA sebesar 77% pada sinar hasil berupa grafik antara fotokatalis optimum dengan sumber sinar ultraviolet dan konversi sebesar 85% pada sinar matahari. Perbandingan kemampuan fotokatalis berdasarkan pengaruh jenis sinar yaitu matahari dan UV dilakukan dengan menggunakan konversi optimum dari fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{/Zeolit-Alginat}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  waktu penyinaran 5 jam. Pada Gambar 4.8 nilai konversi pada sinar UV memiliki persentase konversi yang sama pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{/Zeolit-Alginat}$  maupun pada  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  sedangkan pada sinar matahari,  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  memiliki konversi yang lebih besar dibandingkan  $\text{TiO}_2\text{/Zeolit-Alginat}$  yaitu masing-masing sebesar 85% dan 81%. Riyani dkk [67] membandingkan pengaruh sinar terhadap kemampuan fotokatalis dalam mendegradasi limbah tekstil dengan menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang dimodifikasi dengan arang aktif jerami padi (AAJP) menunjukkan AAJP/ $\text{TiO}_2$  lebih efektif pada sinar UV untuk mereduksi ion logam berat. Hal ini terjadi karena elektron yang digunakan untuk mereduksi hanya berasal dari eksitasi elektron  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan dari pita valensi ke pita konduksi menggunakan sinar UV, sedangkan intensitas sinar UV pada matahari sangat kecil akibatnya aktivitas fotoreduksi juga menghasilkan nilai konversi yang sama pada sinar UV.

Pada kondisi penyinaran dengan matahari fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-Cu/Zeolit-Alginat}$  dapat menyerap energi foton matahari dengan baik. Sinar matahari memiliki intensitas dan panjang gelombang yang lebih besar (310-700 nm) dibandingkan UV (200-380 nm), selain itu matahari merupakan gabungan antara 45% sinar tampak dan 5% sinar UV dan mampu menghasilkan *hole* yang lebih banyak pada fotokatalis sehingga lebih banyak OH radikal yang dihasilkan [66]. Energi foton ini yang dapat menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, adanya proses eksitasi elektron ini menyebabkan adanya *hole* pada fotokatalis. *Hole* inilah yang akan mengoksidasi asam lemak bebas ketika bereaksi dengan air, dimana akan menghasilkan radikal hidroksil yang lebih banyak. Sedangkan pada penyinaran menggunakan ultraviolet (uv) fotokatalis hanya mampu menyerap energi foton pada daerah uv untuk

mengeksitasi elektron sehingga dihasilkan *hole* yang lebih sedikit daripada penyinaran menggunakan matahari.

Berdasarkan uji varian pada taraf 5% diperoleh F hitung > F tabel. Hal ini menunjukkan bahwa fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat berpengaruh nyata terhadap konversi yang dihasilkan pada sinar matahari sehingga dilanjutkan dengan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) yang menunjukkan bahwa terjadi perbedaan yang sangat nyata pada penambahan Cu dalam TiO<sub>2</sub> dibandingkan tanpa Cu terhadap konversi FFA minyak jelantah yang dihasilkan pada sumber sinar matahari (terlampir pada hal. 65) sehingga didapatkan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat berpengaruh terhadap konversi FFA pada sinar matahari.

## 4.7 Uji Karakteristik Biodiesel

### 4.7.1 Uji Densitas

Densitas atau massa jenis menunjukkan perbandingan massa persatuan volume. Karakteristik ini berkaitan dengan daya yang dihasilkan melalui proses pembakaran biodiesel pada mesin diesel. Berdasarkan Tabel 4.6 densitas terkecil terjadi pada minyak jelantah yang memiliki densitas sebesar 0,85 g/mL. Hal ini disebabkan oleh reaksi oksidasi yang terjadi pada saat pemanasan minyak jelantah yang berulang-ulang, sehingga ikatan molekul minyak jelantah tersebut merenggang, sehingga berpengaruh pada densitas biodiesel yang dihasilkan.

**Tabel 4.6** Uji Karakteristik Densitas

Perlakuan	Densitas (g/mL) ± SD
Minyak Jelantah	0,85* ± 0,0007
Sinar UV	0,86* ± 0
Sinar Matahari	0,86* ± 0

\*) sesuai standar SNI

Sedangkan pada minyak jelantah setelah dilakukan reaksi esterifikasi memiliki densitas baik sinar uv maupun sinar matahari masing-masing adalah 0,86 g/mL dan 0,86 g/mL. Dapat disimpulkan, semakin banyaknya kandungan asam lemak bebas pada minyak jelantah, maka semakin kecil densitas biodiesel yang

dihasilkan dari minyak jelantah tersebut. Densitas tersebut sesuai dengan standar SNI, yakni 0,85-0,89 g/mL.

#### 4.7.2 Uji Kadar Air

Kadar air dalam biodiesel merupakan salah satu mutu penentu kualitas biodiesel. Semakin kecil kadar air, maka semakin rendah kadar asam bebas yang terdapat pada biodiesel.

**Tabel 4.7** Uji Karakteristik Kadar Air

Perlakuan	Kadar Air (%) $\pm$ SD
Minyak Jelantah	1,24 $\pm$ 0,001
Sinar UV	0,13 $\pm$ 0,000
Sinar Matahari	0,04* $\pm$ 0,001

\*) Sesuai standar SNI

Dari Tabel 4.7 menunjukkan penurunan kadar air biodiesel yang dihasilkan, berdasarkan jumlah asam lemak bebas yang terdapat pada minyak jelantah sebelum dilakukan reaksi esterifikasi, kadar air terbesar terjadi pada minyak jelantah yaitu sebesar 1,24%. Kadar Air terkecil terdapat pada minyak jelantah setelah dilakukan reaksi esterifikasi dan direaksikan pada sinar matahari yaitu sebesar 0,04%. Hal ini disebabkan oleh banyaknya kontaminasi air yang tercampur pada saat proses pemanasan minyak jelantah. Kadar air yang tinggi juga berpengaruh densitas biodiesel yang dihasilkan. Dapat disimpulkan, semakin banyak jumlah asam lemak bebas pada minyak jelantah, maka semakin besar kadar air pada biodiesel yang dihasilkan. Kadar air rata-rata biodiesel yang sesuai dengan standar SNI, yakni <0,05% adalah minyak jelantah setelah dilakukan reaksi esterifikasi pada sinar matahari.

#### 4.7.3 Uji Bilangan Asam

Bilangan asam adalah derajat penetralan berat KOH yang dipakai untuk menetralkan satu gram berat sampel. Bilangan asam yang tinggi dapat menyebabkan korosi pada tangka bahan bakar mesin diesel.

**Tabel 4.8** Uji Karakteristik Bilangan Asam

Perlakuan	% FFA	Bilangan Asam (mg-KOH/g)
Minyak Jelantah	0,226	0,449
Sinar UV	0,053	0,105
Sinar Matahari	0,035	0,070*

\*) Sesuai standar SNI

Dari Tabel 4.8 menunjukkan penurunan bilangan asam biodiesel, berdasarkan jumlah asam lemak bebas pada minyak jelantah sebelum direaksikan menjadi biodiesel, bilangan asam terbesar terjadi pada sampel minyak jelantah sebelum reaksi esterifikasi yaitu sebesar 0,449 mg-KOH/g. Bilangan asam terkecil terjadi pada minyak jelantah setelah reaksi esterifikasi pada sinar matahari yaitu sebesar 0,070 mg-KOH/g. Hal ini disebabkan oleh banyaknya asam lemak bebas yang dihasilkan dari proses oksidasi selama pemanasan berlangsung. Semakin sering minyak jelantah dipanaskan, maka semakin sering juga minyak tersebut teroksidasi, menyebabkan peningkatan kadar asam lemak bebas pada minyak jelantah tersebut. Dapat disimpulkan, semakin banyak jumlah pemakaian minyak jelantah, maka semakin besar bilangan asam biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah tersebut. Bilangan asam rata-rata biodiesel yang, sesuai dengan standar SNI, yakni <0,08 mg-KOH/gram adalah minyak jelantah setelah dilakukan reaksi esterifikasi pada sinar matahari.

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan penelitian berjudul Pengaruh Konsentrasi Cu dalam TiO<sub>2</sub> terhadap Aktifitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat pada Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati, berdasarkan data yang diperoleh adalah sebagai berikut:

1. Karakterisasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu dengan FTIR menunjukkan serapan spesifik untuk TiO<sub>2</sub>-Cu pada bilangan gelombang 532 cm<sup>-1</sup> untuk Cu-O dan 1514 cm<sup>-1</sup>-1568 cm<sup>-1</sup> untuk Cu-OH.
2. Konsentrasi Cu dalam fotokatalis TiO<sub>2</sub> mampu memberikan pengaruh terhadap aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat pada esterifikasi minyak nabati & diperoleh konsentrasi optimum dengan rasio 97:3 (mol/mol).
3. Lama penyinaran dan sumber sinar mampu memberikan pengaruh terhadap % Konversi FFA pada minyak jelantah menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu/Zeolit-Alginat sebesar 85% dengan waktu optimum selama 5 jam pada sinar matahari.
4. Biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah dengan kondisi optimum memiliki karakteristik berupa densitas, kadar air dan bilangan asam berturut-turut adalah 0,86 g/mL, 0,04 % dan 0,07 mg-KOH/g yang sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk biodiesel, dengan nomor SNI 7182:2015.

### 5.2 Saran

Penelitian selanjutnya disarankan untuk menggunakan variasi sumber minyak nabati lainnya dan dapat pula dilakukan pengkajian terhadap kemampuan granul fotokatalis terhadap pemakaian ulang untuk mengkonversi minyak nabati. Penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan uji karakteristik biodiesel berupa titik nyala dan angka setana.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Murtiningrum, 2016, **Perkembangan Biodiesel di Indonesia Tinjauan Atas Kondisi Saat Ini, Teknologi Produksi & Analisis Prospektif**, *Jurnal PASTI*, Vol. 9, No. 1, pp. 35 – 45.
- [2]. Rukmini, A., 2007, **Regenerasi Minyak Goreng Bekas Dengan Arang Sekam Menekan Kerusakan Organ Tubuh**, *Seminar Nasional Teknologi : Yogyakarta*.
- [3]. Aziz, I., 2008, **Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dalam Reaktor Tangki Alir Berpengaduk**, *VALENSI*, Vol.1, pp. 100-103.
- [4]. Haryanto, A., Silviana, U., Triyono, S., dan Prabawa, S., 2015, **Produksi Biodiesel dari Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan Bantuan Gelombang Mikro: Pengaruh Intensitas Daya dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen dan Karakterisasi Biodiesel**, *AGRITECH*, Vol. 3, pp. 234-240.
- [5]. Arora, R., Kapoor, V., dan Toor, A. P., 2014, **Esterification of Free Fatty Acids in Waste Oil Using a Carbon-based Solid Acid Catalyst**, *Emerging Trends in Engineering and Technology*, London.
- [6]. Gerpen, J. V., Shanks, B., dan Pruszko, R., 2004, **Biodiesel Production Technology**, Colorado: National Renewable Energy Laboratory.
- [7]. Srivastava, A. dan Prasad, R., 2000, **Triglycerides-based diesel fuels**, *Renewable and Sustainable Energy Rev*, Vol 4, pp. 111-133.

- [8]. Joelianingsih, Alghifari, M.I., dan Antika, F. M., 2016, **Sintesis Biodiesel Dari Minyak Kemiri Sunan Dengan Katalis Homogen Melalui Reaksi Esterifikasi Dan Transesterifikasi Secara Bertahap**, *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*, Universitas Muhammadiyah Jakarta.
- [9]. Otadia, M., Shahrakib, A., Goharrokhic, M., dan Bandarchianb, F., 2011, **Reduction of Free Fatty Acids of Waste Oil by AcidCatalyzed Esterification**, *Procedia Engineering*, Vol.18, pp. 168 – 174.
- [10]. Widiarti, N. dan Kusumastuti, E., 2015, **Modifikasi Katalis CaO dengan SrO Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel**, *Jurnal MIPA*, Vol. 38, No. 1, pp. 49-56.
- [11]. Gardy, J., Hassanpour, A., Lai, X., Ahmed, M. H., dan Rehan, E., 2017, **Biodiesel Production From Used Cooking Oil Using a Novel Surface Functionalised TiO<sub>2</sub> Nano-Catalyst**. *Applied Catalysis B: Environmental*, 207, pp. 297-310.
- [12]. Manique, M.C., Silva, A. P., Alves, A.K., dan Bergmann, C.P., 2016, **Application of Hydrothermally Produced TiO<sub>2</sub>nanotubes Inphotocatalytic Esterification of Oleic Acid**, *Material Science and Engineering B*, Vol 206, pp. 1-5.
- [13]. Krisnamurthy, B. dan Viswanathan, K.R. 2012, **Nitrogen Incorporation in TiO<sub>2</sub> : Does It Make a Visible Light Photo-Active Material?**, *International Journal of Photoenergy*, vol. 10, pp. 1-10.
- [14]. Rilda, Y., Dharma A., Syukri A., Alief A., dan Saleh B., 2010, **Efek Doping Ni (II) pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> untuk Inhibisi Bakteri Patogenik**, *Makara Sains*, Vol 14, No.1, pp. 7-14.

- repository.ub.ac.id
- [15]. Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasi, D. W., 2012, **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu Aktif Sinar Tampak**, *Pengembangan Sumber Daya Pedesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan II*, purwokerto.
- [16]. Rajendran, V., Rajendran, G., dan Karuppathavar, N., 2017, **Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by Cu Doped TiO<sub>2</sub> Thin Films under Visible Light Irradiation**, *Mechanics, Materials Science & Engineering*, Vol.9. doi:10.2412/mmse.81.84.608
- [17]. Krishnakumar, V., Boobas, S., Jayaprakash, J., Rajaboopathi, M., Han, B., dan Louhi-Kultanen, M., 2016, **Effect of Cu Doping on TiO<sub>2</sub> Nanoparticles and Its Photocatalytic Activity under Visible Light**, *J Mater Sci: Mater Electron*, DOI 10.1007/s10854-016-4720-1.
- [18]. Sani, A., Rostika A. N., dan Rakhmawati D., 2009, **Pembuatan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Zeolit Alam Asal Tasikmalaya untuk Degradasi Metilen biru**, *Jurnal Zeolit Indonesia*, Vol. 8 No.1.
- [19]. Wardhani, S., Rahman, M. F., Purwonugroho, D., Tjahjanto, R. T., Damayanti, C. A., dan Wulandari, I. O., 2016, **Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using TiO<sub>2</sub>-Natural Zeolite as A Photocatalyst**, *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, Vol.5, No.1, 19-27
- [20]. Alfina, B. T., 2015, **Sintesis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit untuk Degradasi Metilen Biru**, *Kimia Student Journal*, Vol. 1, No. 1, pp. 599-605.
- [21]. Zhang, G., Song, A., Duan, Y., dan Zheng, S., 2018, **Enhanced photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> /zeolite composite for abatement of pollutant**, *Microporous and Mesoporous Material*, Vol.255,

- pp.61–68.
- [22]. Damayanti, C. A., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D., 2014, **Pengaruh konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam zeolit terhadap degradasi methylene blue secara fotokatalitik**, *Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya*, Vol. 1, No.1, pp-8.
- [23]. Maharani, A. A., Husni, A., dan Ekantri, N., **Karakteristik Natrium Alginat Rumput Laut Cokelat *Sargassum fluitans* dengan Metode Ekstraksi yang Berbeda**, *JPHPI*, Vol. 20, No. 3, pp. 478-487.
- [24]. Abidin, S. Z., Patel, D., dan Saha, B., 2013, **Quantitative analysis of fatty acids composition in the used cooking oil (UCO) by gas chromatography–mass spectrometry (GC-MS)**, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 91, No. 12, pp. 1896–1903.
- [25]. Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A. R., dan Bhatia, S., 2011, **Production Of Biofuel From Waste Cooking Palm Oil Using Nanocrystallin Zeolite as Catalyst : Process Optimization Studies**, University Sains Malaysia.
- [26]. Satriana, Husna, N., Desrina., dan Supradan, M. D., 2012, **Karakteristik Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Jelantah Menggunakan Teknik Kavitas Hidrodinamik**, *Jurnal Teknologi dan Industri Pertanian Indonesia*, Vol. 4, No. 2, pp. 15-20.
- [27]. Hikmah, M. N. dan Zuliyana, 2010, **Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol Dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi**, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [28]. Badan Standarisasi Nasional, 2015, SNI 7182:2015, *Biodiesel*, Badan Standar Nasional.
- [29]. Rahman, A. M., 2014, **A Review on Semiconductors**

- Including Applications and Temperature Effects in Semiconductors**, *American Scientific Research Journal for Engineering, Technology, and Science*, Vol. 7, No 1, pp 50-70.
- [30]. Ola, O. dan Mercedes, M., 2015, **Review of material design and reactor engineering on TiO<sub>2</sub> photocatalysis for CO<sub>2</sub> reduction**, *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, pp. 16-42.
- [31]. Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurijal., dan Mahfudz, H., 2009, **Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)**, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- [32]. Pal, J. dan Pal, T., 2015, **Faceted metal and metal oxide nanoparticles: design, fabrication and catalysis**, *Nanoscale*, Vol. 7, pp.14159–14190.
- [33]. Segne, T.A., Tirukkavalluri, S.R, dan challapalli, S., 2011, **Studies on Characterization and Photocatalytic Activities of Visible Light Sensitive TiO<sub>2</sub> Nano Catalyst Co-doped with Magnesium and Copper**. *Int Res Journal Pure Appl Chemistry*. Vol. 1, pp. 84-103.
- [34]. Teodoro, V., Junior S.E., Nogueira, M., Zaghete, M.A., dan Longo Perazolli, L. A., 2017, **Photocatalytic Activity of Cu Doped TiO<sub>2</sub> Films Deposited by Electrophoresis**, *Sci Revs Chem Commun*, Vol 7, No. 3, pp 112.
- [35]. Slamet., Arbianti, R., dan Marlina, E., 2007, **Pengolahan Limbah Cr(VI) dan Fenol Dengan Fotokatalis Serbuk TiO<sub>2</sub> dan CuO/TiO<sub>2</sub>**, *Reaktor*, Vol. 11, No.2 pp. 78-85.
- [36]. Rianto, L.B., Amalia, S., dan Khalifah, S.N., 2012, **Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam**

- Malang terhadap Luas Permukaan Zeolit, *ALCHEMY*, Vol. 2, pp. 56-57**
- [37]. Golomeova, M. dan Zendelska, A., 2016, **Application of Some Natural Porous Raw Materials for Removal of Lead and Zinc from Aqueous Solutions**, *Microporous and Mesoporous Materials*, pp. 21-45.
- [38]. Hartoyo, A. W. W., Wahyuni, S., dan Harjito, 2013, **Penurunan kadar linear alkyl sulfonate oleh fotokatalis TiO<sub>2</sub>/zeolit alam**, *Indonesian Journal of Chemical Science*, Vol. 2, No.2, pp. 108-113
- [39]. Estiaty, L. M., 2010 **Rekayasa Mineral Zeolit dengan Teknik *Wet Impregnation* Logam Inhibitor sebagai Bahan Dasar Anti-Septik dengan Metode Aliran Kontinyu**, *Jurnal Zeolit Indonesia* Vol 9 No. 2, pp. 61-70.
- [40]. Helmiyati dan Aprilliza, M., 2017, **Characterization and Properties of Sodium Alginate From Brown Algae Used as an Ecofriendly Superabsorbent**, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, doi:10.1088/1757-899X/188/1/012019.
- [41]. Sinurat, E., 2017, **Karakteristik Na-Alginat dari Rumput Laut Cokelat *Sargassum Crassifolium* dengan Perbedaan Alat Penyaring**, *JPHPI*, Vol. 20, No. 2, pp. 351-361.
- [42]. Yunizal, 2004, **Teknologi Pengolahan Alginat**, Jakarta: Pusat Riset pengolahan Produk dan Sosial Ekonomi Kelautan dan Perikanan.
- [43]. Sharma, M., Jain, K., Dev, S. K., dan Choudhury, P. K., 2017, **Formulation and Evaluation of Sodium Alginate Beads by Emulsion Gelation Method**, *Asian Journal of Pharmaceutic*, Vol. 11, No.1, pp. 101-106.
- [44]. Mihankhah, T., Delnavaz, M., dan Khaligh, N. G., 2018,

- Application of TiO<sub>2</sub> nanoparticles for eco-friendly biodiesel production from waste olive oil, *International Journal of Green Energy*, pp. 1-7.**
- [45]. Harjani, R.S., 2008, **Pemanfaatan Zeolit Alam Klinoptilolite Sebagai Katalisator dalam Alkohlisis Minyak Jarak, *Jurnal Rekayasa Proses*, Vol. 2, No. 1, pp. 28-32.**
- [46]. Gardy, J., 2017, **Biodiesel Production From Used Cooking Oil Using a Novel Surface Functionalised TiO<sub>2</sub> Nano-Catalyst. *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 207, pp. 297-310.**
- [47]. Corro, G., Pal, U., dan Tellez, N., 2013, **Biodiesel Production From Jatropha Curcas Crude Oil Using ZnO/SiO<sub>2</sub> Photocatalyst For Free Fatty Acids Esterification, *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol 129, pp. 39– 47.**
- [48]. Rasyida, K., Kuswandi, B., dan Kristiningrum, N. (2014). **Deteksi Kemurnian Air Zamzam Menggunakan Metode Spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Kemometrik (Detection of Zamzam Water Purity Using Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Technique and Chemometrics). *Pustaka Kesehatan*, 2(2), 320–326.**
- [49]. Jeronsia, J. E., Raj D. V., Joseph A., dan Das S. J., 2016, **In Vitro Antibacterial and Anticancer Activity of Copper Oxide Nanostructures Human Breast Cancer Michigan Cancer Foundation -7 Cells, *J Med Sci Vol.4 No.36 pp. 145-151.***
- [50]. Ngapa, Y.D., 2017, **Kajian Pengaruh Asam-Basa Pada Aktivasi Zeolit dan Karakterisasinya Sebagai Adsorben Pewarna Biru Metilena, *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*, Vol.2, No. 2 pp.90-96.**

- [51]. Setiadi dan Pertiwi, A., 2007, **Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi senyawa ABE menjadi Hidrokarbon**, Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS, ISSN : 0216-4183, 1-4.
- [52]. Weitkamp, L dan Puppe, L., 1999, **Catalysis and Zeolite**, Springer, New York
- [53]. Hidayat, A., Mukti, N. I. F., Handoko, B., dan Sutrisno, B., 2018, **Biodiesel Production From Rice Bran Oil Over Modified Natural Zeolite Catalyst**, International Journal of Technology, Vol. 2, pp. 400-411
- [54]. Yadav, H. M., Otari, S. V., Koli, V. B., Mali, S. S., Hong, C. K., Pawar, S. H., dan Delekar, S. D., 2014, **Preparation and characterization of copper-doped anatase TiO<sub>2</sub> nanoparticles with visible light photocatalytic Antibacterial activity**, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Vol. 280, pp. 32–38.
- [55]. Suteja, A., 2018, **Pengaruh Suhu Sintesis TiO<sub>2</sub>-Cu Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Cu Bentonit/Alginat dalam Degradasi Senyawa Metilen Biru dan Reaksi Esterifikasi Minyak Nabati**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya, Malang.
- [56] Rachminingsari, A., Salim, A. A., Nana, S.A., dan Nurchamid, J., 2015, **Pengaruh Penambahan Zeolit pada Bahan Fotokatalis Cu/TiO<sub>2</sub> Sebagai Bahan Pengolahan Limbah Methylen Blue**, *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X*.
- [57]. Eddy, D. R., Hastiawan, I., dan Deawati, Y., 2013, **Penurunan Kadar Logam Dalam Limbah Air Sungai Dengan Menggunakan Mineral Alam Indonesia Yang Teremban TiO<sub>2</sub>**, *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia HKI Cabang Sumbar*.

- [58]. Nikazar, M., Gholivand, K., dan Mahanpoor, K., 2007, **Enhancement of Photocatalytic Efficiency of TiO<sub>2</sub> by Supporting on Clinoptilolite in the Decolorization of Azo Dye Direct Yellow 12 Aqueous Solutions**, *Journal of the Chinese Chemical Society*, Vol 54, pp. 1261-1268.
- [59]. Utama, D.A., Dewi, M.H., dan Esti, H., 2013, **Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Karakteristik Fisik Mikrosfer Overallbumin-Alginat dengan Metode Aerosolisasi**, Universitas Airlangga.
- [60]. Delaney, J. T., Liberski, A.R., Perelaer, J., dan Schubert, U.S., **Reactive Inkjet Printing of Calcium Alginate Hydrogel Porogens—A New Strategy to Open-Pore Structured Matrices with Controlled Geometry**, *Soft Matter*, 6, pp. 866–869.
- [61]. Kim, H.S., 1990, **A Kinetic Study on Calcium Alginate Bead Formation**, *Korean J of Chem Eng*, Vol. 7, pp. 1-6.
- [62]. Fernandes, R.S., Moura, M.R., Glenn, G.M., dan Aouada, F.A., 2018, **Thermal, Microstructural, and Spectroscopic Analysis of Ca<sup>2+</sup> Alginate/ Clay Nanocomposite Hydrogel Beads**, *Journal of Molecular Liquids*, 265, pp. 327-336.
- [63]. Saravanakkumar, D., Sivaranjani, S., Kaviyarasu, K., Ayeshamariam, A., Ravikumar, B., Pandiarajan, S., dan Maaza, M., 2018, **Synthesis and characterization of ZnO–CuO nanocomposites powder by modified \ perfume spray pyrolysis method and its antimicrobial investigation**. *Journal of Semiconductors*, 39(3), 033001.
- [64]. Sopianti, D.S., Herlina, dan Saputra, H.T., 2017, **Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas Pada Minyak Goreng**,

- Jurnal Katalisator*, Vol 2, No. 2, pp. 100-105.
- [65]. Borah, M. J., Devi, A., Saikia, R. A., dan Deka, D., 2018, **Biodiesel production from waste cooking oil catalyzed by in-situ decorated TiO<sub>2</sub> on reduced graphene oxide nanocomposite**, *Energy* 158, pp. 881-889.
- [66]. Yaakob, Z., Gopalakrishnan, A., dan Padikkaparambil, S., 2012, **Nanogold Loaded, Nitrogen Doped TiO<sub>2</sub> Photocatalyst for the Degradation of Aquatic Pollutants Under Sun Light**, *Solar Power*, Vol 9, pp. 157-170
- [67]. Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Andreas, R., 2008, **Pengolahan Limbah Logam Berat Industri Tekstil Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Arang Aktif**. *Molekul*, Vol. 3, No. 1, pp. 40-47.
- [68]. Fatimah, S. dan Haris, A., 2014, **Pengaruh Dopan Zink Oksida pada TiO<sub>2</sub> terhadap Penurunan Kadar Limbah Fenol dan Cr(VI) secara Simultan dengan Metode Fotokatalisis**, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, Vol. 3, pp. 86-89