

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	
Error! Bookmark not defined.	
PERNYATAAN BEBAS PLAGIASI	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
PRAKATA	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
INTISARI	xv
ABSTRACT	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Tujuan Penelitian	4
I.3 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN PERUMUSAN HIPOTESIS	6
II.1 Tinjauan Pustaka	6
II.1.1 Lumpur Sidoarjo	6
II.1.2 Silika mesopori	7
II.1.3 Logam nikel sebagai katalis	9
II.1.4 <i>Grafting</i> dengan 3-aminopropil trimetoksisilan	10
II.1.5 Biodiesel	11
II.2 Perumusan Hipotesis dan Rancangan Penelitian	15
II.2.1 Perumusan hipotesis 1	15
II.2.2 Perumusan hipotesis 2	15
II.2.3 Perumusan hipotesis 3	16
II.2.4 Perumusan hipotesis 4	17
II.2.5 Perumusan hipotesis 5	17
II.2.6 Rancangan penelitian	17

BAB III METODE PENELITIAN	19
III.1 Bahan	19
III.2 Alat	19
III.3 Prosedur Penelitian	19
III.3.1 Ekstraksi silika dari lumpur Sidoarjo	19
III.3.2 Sintesis silika mesopori dari lumpur Sidoarjo tercetak CTAB	20
III.3.3 Impregnasi logam nikel pada material pengembangan SM	20
III.3.4 <i>Grafting</i> dengan 3-aminopropil trimetoksisilan pada SM dan Ni/SM	21
III.3.5 Uji kadar asam lemak bebas	21
III.3.6 Uji katalis terbaik	22
III.3.7 Uji aktivitas katalis	23
III.3.8 Uji <i>reusability</i>	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
IV.1 Ekstraksi Silika dari Lumpur Sidoarjo	27
IV.1.1 Karakterisasi silika dari lumpur Sidoarjo dengan spektroskopi inframerah	29
IV.1.2 Analisis kristalinitas silika hasil ekstraksi lumpur Sidoarjo menggunakan XRD	30
IV.2 Sintesis Silika Mesopori (SM) menggunakan CTAB	31
IV.2.1 Analisis gugus fungsional silika mesopori dengan FTIR	31
IV.2.2 Analisis kristalinitas silika mesopori menggunakan XRD	32
IV.2.3 Karakterisasi morfologi silika mesopori menggunakan TEM	33
IV.2.4 Analisis sifat struktur permukaan katalis silika mesopori dengan SAA	34
IV.3 Karakterisasi dan Analisis Material NH ₂ /SM, Ni/SM dan Ni-NH ₂ /SM	35
IV.3.1 Analisis gugus fungsional menggunakan FTIR	35
IV.3.2 Analisis kandungan unsur menggunakan XRF	36
IV.3.3 Analisis kristalinitas menggunakan XRD	37
IV.3.4 Analisis morfologi permukaan dengan TEM	47
IV.3.5 Analisis sifat struktur permukaan katalis dengan SAA	39
IV.3.6 Analisis karakter rasio basa/asam menggunakan NH ₃ -TPD dan CO ₂ -TPD	39

IV.4 Uji Aktivitas dan Selektivitas Katalis Bifungsional	43
IV.4.1 Esterifikasi-transesterifikasi satu langkah (<i>one step</i>) minysk sawit bekas menjadi biodiesel	43
IV.4.2 Pengaruh jenis katalis dalam uji aktivitas katalis	45
IV.4.3 Pengaruh variasi kondisi reaksi dalam uji aktivitas katalis	48
IV.4.4 Karakterisasi biodiesel dari minyak sawit bekas	58
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	66
V.1 Kesimpulan	66
V.2 Saran	66
DAFTAR PUSTAKA	68
LAMPIRAN	75

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1 Struktur molekul CTAB	7
Gambar II.2 Tipe isoterm adsorpsi berdasarkan klasifikasi IUPAC	8
Gambar II.3 Struktur 3-aminopropil trimetoksisilan (3-APTMS)	10
Gambar II.4 Modifikasi silika mesopori dengan 3-aminopropil trimetoksisilan	11
Gambar II.5 Reaksi transesterifikasi menggunakan metanol	12
Gambar II.6 Reaksi esterifikasi asam karboksilat	12
Gambar II.7 Mekanisme umum untuk proses esterifikasi - transesterifikasi simultan pada katalis asam-basa bifungsional	15
Gambar IV.1 Spektra FTIR lumpur Sidoarjo (a) sebelum ekstraksi, (b) setelah ekstraksi	29
Gambar IV.2 XRD Hasil Ekstraksi SiO ₂ dari lumpur Sidoarjo	31
Gambar IV.3 Hasil FTIR silika mesopori (SM) (a) sebelum kalsinasi, (b) kalsinasi	31
Gambar IV.4 Difraktogram silika mesopori (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi	32
Gambar IV.5 Citra TEM hasil sintesis silika mesopori dengan perbesaran (a)100 nm, dan (b) 50 nm	33
Gambar IV.6 Kurva Isoterm dan Distribusi Silika Mesopori	34
Gambar IV.7 Spektra FTIR (a) NH ₂ /SM, (b) Ni-NH ₂ /SM	35
Gambar IV.8 Hasil XRD (a) Ni/SM, dan (b) Ni-NH ₂ /SM	37
Gambar IV. 9 Hasil TEM dengan perbesaran 20 nm (a) Ni/SM, dan (b) Ni-NH ₂ /SM	39
Gambar IV.10 Kurva Isoterm Silika Mesopori (a) Ni/SM, (b) NH ₂ /SM, dan (c) Ni-NH ₂ /SM	39
Gambar IV.11 Distribusi ukuran pori (a) Ni/SM, (b) NH ₂ /SM, dan (c) Ni-NH ₂ /SM	41
Gambar IV.12 Profil NH ₃ -TPD katalis (a) Ni-NH ₂ /SM, dan (b) Ni/SM	42
Gambar IV.13 Profil CO ₂ -TPD katalis (a) NH ₂ /SM, dan (b) Ni-NH ₂ /SM	43
Gambar IV.14 Produk esterifikasi-transesterifikasi minyak sawit bekas satu langkah (<i>one step</i>)	45
Gambar IV.15 Hasil produk cair <i>one step</i> (a) SM (b) Ni/SM (c) NH ₂ /SM (d) Ni/SM – NH ₂ /SM, dan (e) Ni-NH ₂ /SM	46
Gambar IV.16 Pengaruh berat katalis terhadap <i>yield</i> biodiesel	49
Gambar IV.17 Pengaruh waktu reaksi terhadap <i>yield</i> biodiesel	51
Gambar IV.18 Pengaruh rasio mol minyak:metanol terhadap <i>yield</i> biodiesel	53
Gambar IV.19 Pengaruh suhu reaksi terhadap <i>yield</i> biodiesel	55
Gambar IV.20 Uji stabilitas (<i>reusability</i>) katalis Ni/SM - NH ₂ /SM	57
Gambar IV.21 Spektra FTIR (a) minyak sawit bekas (b) biodiesel	59

Gambar IV.22 Kromatogram hasil variasi kondisi reaksi optimum katalis Ni/ - NH ₂ /SM	60
Gambar IV. 23 Spektrum ¹ H NMR biodiesel dari minyak sawit bekas	62
Gambar IV. 24 Spektrum ¹³ C NMR biodiesel dari minyak sawit bekas	64

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Komposisi asam lemak minyak sawit bekas	13
Tabel III.1 Rancangan penelitian penentuan katalis terbaik	22
Tabel III.2 Rancangan penelitian pengaruh variasi berat katalis	23
Tabel III.3 Rancangan penelitian pengaruh variasi waktu reaksi	24
Tabel III.4 Rancangan penelitian pengaruh variasi rasio mol minyak:metanol	24
Tabel III.5 Rancangan penelitian pengaruh variasi suhu reaksi	25
Tabel IV.1 Hasil XRF lumpur Sidoarjo sebelum dan setelah ekstraksi	28
Tabel IV.2 Interpretasi spektra FTIR lumpur Sidoarjo sebelum dan setelah ekstraksi	30
Tabel IV.3 Karakter pori material katalis	40
Tabel IV.4 Komposisi asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit bekas	44
Tabel IV.5 Penentuan katalis optimum dalam uji aktivitas katalis <i>one step</i>	47
Tabel IV.6 Komposisi senyawa metil ester hasil reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan variasi berat katalis	50
Tabel IV.7 Komposisi senyawa metil ester hasil reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan variasi waktu reaksi	52
Tabel IV.8 Komposisi senyawa metil ester hasil reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan variasi rasio mol minyak:metanol	54
Tabel IV.9 Komposisi senyawa metil ester hasil reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan variasi suhu reaksi	56
Tabel IV.10 Komposisi senyawa metil ester hasil reaksi esterifikasi-transesterifikasi pada uji <i>reusability</i> katalis	58
Tabel IV.11 Data waktu retensi dan %konsentrasi relatif dari kromatogram metil ester dari minyak sawit bekas	61
Tabel IV.12 Ringkasan sinyal dan pergeseran kimia ¹ H NMR	63
Tabel IV.13 Ringkasan sinyal dan pergeseran kimia ¹³ C NMR	64
Tabel IV.14 Perbandingan katalis Ni/SM - NH ₂ /SM dengan penelitian sebelumnya	65

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan kadar garam Ni pada pengembanan logam	75
Lampiran 2. Perhitungan volume APTMS pada pengembanan logam	75
Lampiran 3. Perhitungan berat rerata molekul minyak kelapa sawit bekas	75
Lampiran 4. Perhitungan kadar FFA minyak kelapa sawit bekas	76
Lampiran 5. Perhitungan kebutuhan katalis pada variasi berat katalis	77
Lampiran 6. Perhitungan kebutuhan NaOH pada campuran katalis	77
Lampiran 7. Data perhitungan kebutuhan metanol pada variasi rasio mol minyak terhadap metanol	77
Lampiran 8. Perhitungan %konversi (<i>yield</i>) biodiesel	78
Lampiran 9. %Non metil ester	79
Lampiran 10. Data spektra FTIR	80
Lampiran 11. Data difraktogram XRD katalis	85
Lampiran 12. Data karakterisasi XRF	87
Lampiran 13. Data sifat tekstural katalis	91
Lampiran 14. Karakterisasi keasaman	99
Lampiran 15. Karakterisasi kebasaan	100
Lampiran 16. Data hasil GC-MS	101
Lampiran 17. Karakterisasi ¹ H NMR	129
Lampiran 18. Karakterisasi ¹³ C NMR	130

DAFTAR NOTASI, ARTI LAMBANG

SM	: Silika Mesopori
Ni/SM	: Silika Mesopori terimpregnasi logam Nikel
NH ₂ /SM	: Silika Mesopori dengan modifikasi <i>grafting</i> –NH ₂
Ni-NH ₂ /SM	: Silika Mesopori termodifikasi logam Nikel dan <i>grafting</i> NH ₂
Ni/SM – NH ₂ /SM	: Campuran katalis silika mesopori yang terimpregnasi logam nikel dan katalis silika mesopori yang dimodifikasi dengan <i>grafting</i> –NH ₂
Si-OH	: Gugus Silanol
Si-O-Si	: Ikatan Siloksan

DAFTAR ISTILAH

FFA	: <i>Free Fatty Acids</i>
FAME	: <i>Fatty Acid Methyl Ester</i>
APTMS	: Aminopropil trimetoksisilan
CTAB	: <i>Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide</i>
XRD	: <i>X-Ray Diffraction</i>
XRF	: <i>X-Ray Fluorescence</i>
FTIR	: <i>Fourier Transform Infrared</i>
BET	: <i>Brunauer-Emmett-Teller</i>
TEM	: <i>Transmission Electron Microscopy</i>
GC-MS	: <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i>
H-NMR	: <i>Proton Nuclear Magnetic Resonance</i>
C-NMR	: <i>Carbon Nuclear Magnetic Resonance</i>
SAA	: <i>Surface Area Analyzer</i>