

# Sintesis Dan Karakterisasi Katalis Zeolit Basa Menggunakan Metode Hidrotermal Untuk Transesterifikasi Biodiesel

Valda Ashila Dharmawan\*, Muhammad Zainul Fata, Ni Ketut Sari

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Surabaya

\*Koresponden email: 22031010108@student.upnjatim.ac.id

Diterima: 22 Januari 2026

Disetujui: 27 Februari 2026

## Abstract

This study synthesized and characterized base zeolite catalysts through optimization of Si/Al ratio (1:1–5:1) as  $x$  and washing pH (7–11) using hydrothermal method with molar composition  $20 \text{ Na}_2\text{O} : 8 \text{ Al}_2\text{O}_3 : x \text{ SiO}_2 : 400 \text{ H}_2\text{O}$ . Catalytic activity testing was performed through transesterification reaction of palm oil with methanol at  $70^\circ\text{C}$  for 180 minutes. *Response Surface Methodology* (RSM) was employed to determine optimal conditions with biodiesel yield as response variable. Results showed that increasing Si/Al ratio from 1:1 to 5:1 consistently enhanced biodiesel yield across all pH ranges. The highest yield of 82.387% was achieved at Si/Al ratio 5:1 with pH 9. RSM optimization using a quadratic model predicted an optimal biodiesel yield of 82.537% at a Si/Al ratio of 4.975 and pH 8.912, supported by high model accuracy ( $R^2 = 0.9976$ , Adjusted  $R^2 = 0.9957$ , Predicted  $R^2 = 0.9844$ , and desirability = 1.000). SEM analysis revealed octahedral crystal morphology with particle sizes of 4.569–14.000  $\mu\text{m}$ , while XRF confirmed an actual Si/Al ratio of 2.28. The produced biodiesel met SNI 7182:2015 standards, with a density of 877  $\text{kg}/\text{m}^3$  and kinematic viscosity of 4.69 cSt, indicating the suitability of the basic zeolite catalyst for biodiesel transesterification.

**Keywords:** *basic zeolite catalyst, zeolite synthesis, hydrothermal method, response surface methodology, heterogeneous catalyst*

## Abstrak

Penelitian ini mensintesis dan mengkarakterisasi katalis zeolit basa melalui optimasi rasio Si/Al (1:1–5:1) sebagai  $x$  dan pH pencucian (7–11) menggunakan metode hidrotermal dengan komposisi molar  $20 \text{ Na}_2\text{O} : 8 \text{ Al}_2\text{O}_3 : x \text{ SiO}_2 : 400 \text{ H}_2\text{O}$ . Pengujian aktivitas katalitik dilakukan melalui reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 180 menit. *Response Surface Methodology* (RSM) digunakan untuk menentukan kondisi optimal dengan yield biodiesel sebagai variabel respon. Hasil penelitian menunjukkan peningkatan rasio Si/Al dari 1:1-5:1 konsisten meningkatkan yield biodiesel pada seluruh rentang pH. Yield tertinggi sebesar 82,387% dicapai pada rasio Si/Al 5:1 dengan pH 9. Optimasi menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) dengan model kuadratik menghasilkan perolehan biodiesel optimal 82,537% pada rasio Si/Al 4,975 dan pH 8,912, dengan ketepatan model yang tinggi ( $R^2 = 0,9976$ , Adjusted  $R^2 = 0,9957$ , Predicted  $R^2 = 0,9844$ , dan desirability = 1,000). Karakterisasi SEM menunjukkan bentuk kristal oktahedral dengan ukuran partikel 4,569-14,000  $\mu\text{m}$ , sedangkan analisis XRF memastikan rasio Si/Al aktual sebesar 2,28. Biodiesel yang dihasilkan memenuhi standar SNI 7182:2015 dengan massa jenis 877  $\text{kg}/\text{m}^3$  dan viskositas kinematik 4,69 cSt, menunjukkan bahwa katalis zeolit basa mampu digunakan untuk proses transesterifikasi biodiesel.

**Kata Kunci:** *katalis zeolit basa, sintesis zeolit, metode hidrotermal, response surface methodology, katalis heterogen*

## 1. Pendahuluan

Krisis energi global dan degradasi lingkungan akibat emisi gas rumah kaca dari bahan bakar fosil mendorong percepatan transisi menuju energi terbarukan yang berkelanjutan. Biodiesel menunjukkan pertumbuhan pasar yang signifikan dengan nilai global mencapai USD 42,43 miliar pada 2024 dan diproyeksikan meningkat menjadi USD 92,45 miliar pada 2034 dengan laju pertumbuhan tahunan 8,10% [1], sementara konsumsi global mencapai 65,86 juta metrik ton pada 2023 dan produksi diperkirakan menembus 200 miliar liter per tahun dalam dekade ini [2]. Sejalan dengan dinamika global tersebut, Pemerintah Indonesia memperkuat adopsi biodiesel melalui kebijakan mandatori yang diatur dalam Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM) Nomor 12 Tahun 2015 tentang Penyediaan, Pemanfaatan, dan Tata Niaga Bahan Bakar Nabati (Biofuel), yang mewajibkan pencampuran biodiesel ke dalam BBM solar dan telah diimplementasikan hingga B30 sejak 2020, B35 sejak 2023, serta diarahkan

menuju B40 mulai 2025. Kebijakan ini memberikan kepastian pasar biodiesel nasional sekaligus menuntut peningkatan efisiensi, keberlanjutan, dan daya saing teknologi produksinya.

Produksi biodiesel secara dominan dilakukan melalui reaksi transesterifikasi yang mengonversi trigliserida dari minyak nabati atau lemak hewani menjadi fatty acid methyl esters (FAME) dengan efisiensi tinggi[3]. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi organik yang melibatkan perubahan senyawa ester menjadi ester yang berbeda dengan cara menukar gugus alkohol dengan gugus alkil dari senyawa alkohol yang lain[4]. Dalam proses ini, alkohol digunakan sebagai pengganti air, dengan metanol sebagai pilihan yang umum karena harganya lebih ekonomis, rantai paling pendek, dan reaktivitas tinggi. Reaksi transesterifikasi secara stoikiometris melibatkan satu mol trigliserida yang bereaksi dengan tiga mol alkohol untuk menghasilkan tiga mol metil ester (biodiesel) dan satu mol gliserol dengan bantuan katalis. Namun, penggunaan katalis homogen seperti NaOH dan KOH masih menghadapi kendala serius dalam aspek pemisahan produk, konsumsi air tinggi, dan dampak lingkungan[3][5]. Permasalahan utama meliputi kesulitan pemisahan dari produk, pembentukan sabun yang menurunkan yield biodiesel, konsumsi air yang tinggi pada tahap pencucian, serta ketidakmampuan untuk digunakan kembali yang meningkatkan biaya produksi dan limbah kimia.

Katalis heterogen menawarkan keunggulan berupa kemudahan pemisahan, reusabilitas tinggi, toleransi terhadap kandungan free fatty acid (FFA) dan air dalam feedstock, serta pengurangan signifikan tahap pencucian[6]. Zeolit sebagai material aluminosilikat berpori dengan struktur kristal tiga dimensi memiliki potensi besar sebagai support katalis heterogen karena luas permukaan spesifik yang tinggi, stabilitas termal sangat baik, struktur pori seragam, dan keberadaan situs aktif yang kuat[7]. Zeolit merupakan ikatan mineral yang terbuat dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang tersusun dari silika ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ) dan tetrahedral alumina ( $\text{AlO}_4^{5-}$ ) dengan rumus kimia umum:  $\text{M}_x/n[(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y] \cdot z\text{H}_2\text{O}$ , dimana M adalah kation logam, x dan y adalah bilangan bulat ( $\geq 1$ ), n adalah valensi dari kation, dan z adalah jumlah air yang terkandung[8]. Modifikasi zeolit melalui penambahan oksida logam alkali dapat meningkatkan jumlah dan kekuatan situs basa yang sangat diperlukan dalam reaksi transesterifikasi.

Aktivitas katalitik zeolit dalam reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor kunci, antara lain rasio molar Si/Al, pH pencucian, tingkat alkalinitas, dan waktu reaksi. Rasio Si/Al yang lebih tinggi cenderung meningkatkan sifat hidrofobisitas permukaan zeolit yang memfasilitasi adsorpsi molekul trigliserida yang bersifat non-polar ke dalam struktur pori[9]. Pada kondisi pH basa ( $>12$ ), zeolit membentuk ion  $\text{Si}(\text{OH})_4$  yang mendukung pembentukan kerangka aluminosilikat, sementara pada pH asam (1-4) terbentuk spesies kompleks ( $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ ) yang dapat menghambat pembentukan struktur kerangka zeolit[10]. Alkalinitas berperan sebagai aktivator yang meningkatkan kelarutan prekursor Si dan Al, sehingga dapat mempercepat laju proses kristalisasi zeolit[11].

Penelitian terdahulu telah menunjukkan hasil yang bervariasi dalam penggunaan zeolit sebagai katalis transesterifikasi. Szkudlarek[12] melaporkan bahwa katalis 10% MgO/ZSM-5 dengan rasio Si/Al 280 menghasilkan konversi trigliserida sebesar 92,9% dan yield FAME mencapai 94,6%, menunjukkan peran penting rasio Si/Al dalam mengatur sifat keasaman dan kebasaaan permukaan katalis. Sistem CaO/ZSM-5 dengan rasio Si/Al 50 mencapai konversi hingga 95,2% pada suhu 220°C[13] sedangkan CaO/BEA dengan rasio Si/Al 300 menghasilkan yield FAME 94,6% [14]. Buchori et al[15] melaporkan yield biodiesel 98,299% menggunakan katalis zeolit analcime berbasis limbah geothermal, namun memerlukan suhu reaksi ekstrem hingga 300°C sehingga kurang ekonomis.

Meskipun hasil-hasil tersebut menunjukkan potensi besar zeolit sebagai katalis heterogen, masih terdapat kesenjangan penelitian terkait pemahaman sistematis pengaruh parameter sintesis hidrotermal, khususnya pH pencucian dan rasio molar Si/Al, terhadap karakteristik fisikokimia serta performa katalitik. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan mensintesis dan mengkarakterisasi katalis zeolit basa melalui optimasi parameter pH pencucian (7-11) dan rasio molar Si/Al (1:1 hingga 5:1) menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM), serta mengevaluasi performa katalitiknya dalam transesterifikasi minyak kelapa sawit (CPO). Yield biodiesel dihitung berdasarkan rasio massa metil ester terhadap massa CPO awal sebagai parameter utama penentuan kondisi optimal. Katalis terbaik dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk morfologi permukaan dan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk komposisi unsur Si dan Al. Kualitas biodiesel dievaluasi melalui pengukuran densitas dan viskositas kinematik sesuai SNI 7182:2015 yang mensyaratkan densitas 850-890  $\text{kg/m}^3$  dan viskositas kinematik 2,3-6,0  $\text{mm}^2/\text{s}$  pada 40°C[16][17].

## 2. Metode Penelitian

### Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan meliputi aluminium oksida ( $Al_2O_3$ ) sebanyak 41 gram, natrium hidroksida (NaOH) sebanyak 80 gram, natrium silikat ( $Na_2SiO_3$ ) sebanyak 147 gram, dan metanol ( $CH_3OH$ ) sebanyak 1.075 mL yang diperoleh dari CV Chemical Indonesia Multi Sentosa, Surabaya. Bahan pendukung berupa akuades ( $H_2O$ ) sebanyak 361 gram dan minyak kelapa sawit (CPO) sebanyak 1.250 mL digunakan dalam proses transesterifikasi. Peralatan yang digunakan mencakup oven untuk proses hidrotermal dan kalsinasi, furnace untuk pemanasan tinggi, magnetic stirrer untuk pengadukan, pH meter untuk kontrol keasaman, neraca analitik untuk penimbangan presisi, serta corong pemisah untuk separasi produk.

### Variabel Penelitian

Variabel tetap dalam penelitian ini meliputi suhu hidrotermal  $100^\circ C$ , waktu hidrotermal 72 jam, suhu pengeringan  $100^\circ C$  selama 2 jam, serta suhu kalsinasi  $500^\circ C$  selama 5 jam [18] dan Rasio metanol:minyak sebesar 20:1 [19]. Variabel berubah terdiri dari rasio molar Si/Al (1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1) dan pH pencucian katalis zeolit (7, 8, 9, 10, dan 11).

### Prosedur Sintesis Katalis Zeolit

Sintesis katalis zeolit basa dilakukan melalui metode hidrotermal yang dimodifikasi dari prosedur [20] dengan komposisi molar dasar  $20 Na_2O : 8 Al_2O_3 : x SiO_2 : 400 H_2O$ , dimana x merupakan variasi rasio molar  $SiO_2/Al_2O_3$ . Preparasi larutan natrium aluminat dilakukan dengan melarutkan 1,63 g  $Al_2O_3$  (BM = 101,9 g/mol) dan 3,2 g NaOH dalam 14,42 g akuades menggunakan magnetic stirrer pada kecepatan 300 rpm dan suhu  $100^\circ C$  selama 1 jam hingga homogen. Larutan natrium silikat dibuat secara terpisah dengan melarutkan  $Na_2SiO_3$  sesuai variasi pada **Tabel 1** dalam akuades dan diaduk pada kecepatan 300 rpm dan suhu ruang selama 1 jam.

**Tabel 1.** Komposisi bahan sintesis zeolit dengan variasi rasio molar  $SiO_2/Al_2O_3$

Rasio (Si/Al)	NaOH (gram)	$Al_2O_3$ (gram)	$Na_2SiO_3$ (gram)	$H_2O$ (gram)
1	3,20	1,63	1,953	14,42
2	3,20	1,63	3,906	14,42
3	3,20	1,63	5,859	14,42
4	3,20	1,63	7,812	14,42
5	3,20	1,63	9,765	14,42

Larutan natrium aluminat ditambahkan perlahan ke dalam larutan natrium silikat sambil diaduk pada suhu ruang hingga terbentuk gel aluminosilikat homogen. Gel yang terbentuk dipanaskan dalam oven pada suhu  $100^\circ C$  selama 72 jam untuk proses kristalisasi hidrotermal. Padatan hasil sintesis dicuci menggunakan kertas saring hingga pH filtrat mencapai nilai yang divariasikan (7, 8, 9, 10, dan 11), kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu  $100^\circ C$  selama 2 jam. Tahap akhir adalah kalsinasi pada suhu  $500^\circ C$  selama 5 jam untuk menghilangkan air terperangkap dalam pori-pori zeolit dan meningkatkan kemampuan adsorpsi. Produk zeolit hasil kalsinasi ditimbang dan disimpan dalam wadah tertutup untuk tahap pengujian selanjutnya.

### Prosedur Pengujian Aktivitas Katalitik

Pengujian aktivitas katalitik dilakukan melalui reaksi transesterifikasi dengan memasukkan 1 gram katalis zeolit ke dalam gelas beaker berisi 50 mL minyak kelapa sawit dan 43,09 mL metanol (rasio molar metanol:minyak 20:1). Campuran diaduk menggunakan magnetic stirrer pada kecepatan 600 rpm dengan suhu dijaga konstan pada  $70^\circ C$  selama 180 menit. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan hingga suhu ruang dan dipindahkan ke dalam corong pemisah, kemudian dидiamkan selama 60 menit hingga terbentuk dua lapisan yaitu biodiesel di bagian atas dan gliserol di bagian bawah.

### Optimasi Menggunakan Response Surface Methodology (RSM)

Optimasi yield biodiesel dilakukan menggunakan Response Surface Methodology (RSM) dengan perangkat lunak Design-Expert 13. Variabel independen yang ditetapkan adalah rasio Si/Al (1–5) dan pH pencucian (7–11). Desain eksperimen menggunakan Central Composite Design (CCD) dengan 25 run percobaan awal yang kemudian direduksi menjadi 13 titik representatif untuk meningkatkan presisi model.

Data dianalisis menggunakan Analysis of Variance (ANOVA) untuk menentukan signifikansi variabel. Model regresi terbaik dipilih berdasarkan parameter Sequential p-value, Lack of Fit, dan R<sup>2</sup>. Kondisi optimal ditentukan menggunakan fungsi desirability dengan target memaksimalkan yield biodiesel.

### Karakterisasi Material

Karakterisasi morfologi dan struktur permukaan zeolit dilakukan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) pada perbesaran 5000x di Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Analisis komposisi unsur dilakukan menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang untuk mengidentifikasi kandungan Si dan Al serta menghitung rasio Si/Al aktual. Kualitas biodiesel hasil terbaik diuji melalui pengukuran densitas dan viskositas kinematik pada suhu 40°C sesuai standar SNI 7182:2015.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Pengaruh Variabel Zeolit terhadap Yield Biodiesel

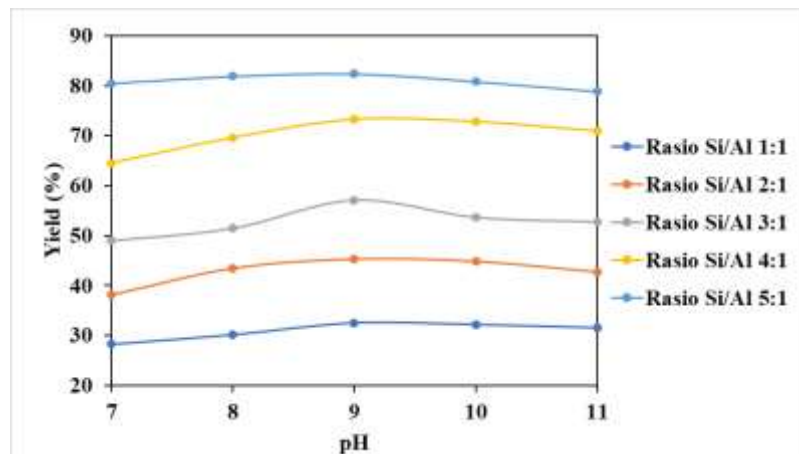
Penelitian ini mengevaluasi pengaruh rasio molar Si/Al dan pH pencucian katalis terhadap aktivitas katalitik zeolit dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit (CPO). Kedua variabel ini sangat menentukan sifat fisikokimia katalis, khususnya tekstur permukaan dan ketersediaan situs aktif yang krusial untuk efisiensi produksi biodiesel.

**Tabel 2.** Hasil Yield Biodiesel pada Berbagai Kondisi Rasio Si/Al dan pH Pencucian Katalis Zeolit

Rasio Si/Al	pH	Yield (%)
1:1	7	28,258
	8	30,138
	9	32,477
	10	32,150
	11	31,526
2:1	7	38,209
	8	43,456
	9	45,294
	10	44,832
	11	42,749
3:1	7	48,968
	8	51,469
	9	57,074
	10	53,651
	11	52,734
4:1	7	64,515
	8	69,582
	9	73,244
	10	72,773
	11	70,934
5:1	7	80,478
	8	81,918
	9	82,387
	10	80,842
	11	78,830

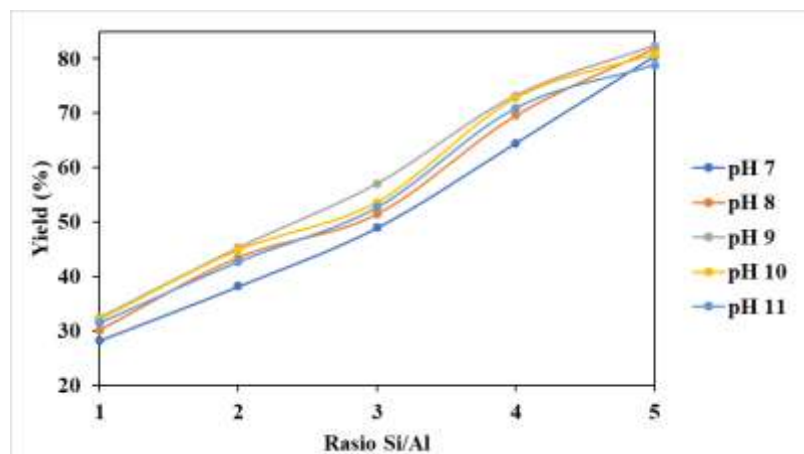
Berdasarkan **Tabel 2**, peningkatan rasio Si/Al dari 1:1 hingga 5:1 secara konsisten meningkatkan *yield* biodiesel pada seluruh rentang pH. *Yield* tertinggi tercatat sebesar 82,387% pada rasio Si/Al 5:1 dengan pH 9, sedangkan *yield* terendah (28,258%) terjadi pada rasio Si/Al 1:1 dengan pH 7. Hal ini

mengindikasikan korelasi positif antara rasio Si/Al dengan efisiensi katalitik, serta peran krusial kondisi basa moderat (pH 8-9) dalam menjaga stabilitas situs aktif.



Gambar 1. Pengaruh pH Pencucian Katalis terhadap Yield Biodiesel pada Berbagai Rasio Si/Al

Pengaruh pH Pencucian terhadap Yield Biodiesel Sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 1**, hubungan antara pH pencucian dan *yield* biodiesel membentuk pola non-linear dengan titik optimum pada pH 8-9. Pada rentang ini, zeolit mencapai keseimbangan ideal antara jumlah ion  $a^+$  terikat dan situs basa Lewis dari oksigen kerangka ( $= Si - O - Al \equiv$ ). Situs basa ini berperan vital dalam menginisiasi reaksi dengan membentuk ion metoksida ( $CH_3O^-$ ) [21]. Namun, penurunan *yield* terjadi pada kondisi pH basa kuat ( $> 10$ ). Kelebihan ion  $OH^-$  pada kondisi ini dapat menghidrolisis jembatan Si-O-Al, memicu pembentukan gugus silanol ( $Si - OH$ ) dan aluminat bebas ( $Al - O^-$ ) yang menurunkan aktivitas katalitik serta merusak stabilitas kerangka tetrahedral zeolit. Selain itu, kondisi basa ekstrem berpotensi memicu pembentukan spesies karbonat pasif yang menghambat difusi reaktan. Oleh karena itu, pencucian pada pH 8-9 adalah kondisi paling efektif untuk mempertahankan struktur kristalin dan kebasaaan yang optimal [22].



Gambar 2. Pengaruh Rasio Si/Al Terhadap Yield Biodiesel pada Berbagai pH

Pengaruh Rasio Si/Al terhadap Yield Biodiesel Merujuk pada **Gambar 2**, peningkatan rasio Si/Al memberikan dampak signifikan terhadap karakteristik katalis. Rasio Si/Al yang lebih tinggi (hingga 5:1) menurunkan densitas aluminium pada kerangka, yang berdampak pada pengurangan muatan negatif dan peningkatan hidrofobitas permukaan. Peningkatan sifat hidrofobik ini memfasilitasi adsorpsi molekul trigliserida (non-polar) ke dalam pori zeolit, sehingga mempercepat difusi dan interaksi dengan situs aktif [9]. Selain aspek fisik, rasio Si/Al yang tinggi juga mendukung kekuatan situs basa ke tingkat moderat yang lebih efektif untuk transesterifikasi, sekaligus mencegah reaksi samping saponifikasi. Hal ini sejalan dengan temuan [12][13] bahwa peningkatan rasio Si/Al memperkuat aktivitas katalitik melalui peningkatan aksesibilitas situs basa dan stabilitas termal struktur zeolit. Kombinasi rasio Si/Al tinggi dengan pH optimum (8-9) menghasilkan sinergi terbaik, meningkatkan efisiensi konversi serta ketahanan struktur zeolit terhadap pelindian ion alkali.

Untuk memvalidasi kelayakan produk, biodiesel yang dihasilkan pada kondisi optimum (*Run* 23: Rasio Si/Al 5:1 dan pH 9) diuji karakteristik fisiknya dan dibandingkan dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015. Data perbandingan disajikan pada **Tabel 3** berikut:

**Tabel 3.** Perbandingan Karakteristik Biodiesel Hasil Eksperimen dengan Standar SNI 7182:2015

Parameter Uji	Satuan	Standar SNI 7182:2015	Data Eksperimen ( <i>Run</i> 23)	Status
Densitas pada 40°C	kg/m <sup>3</sup>	850 – 890	877	Memenuhi
Viskositas Kinematik pada 40°C	cm <sup>2</sup> /s (cSt)	2,3 – 6,0	4,69	Memenuhi

Hasil pengujian menunjukkan bahwa biodiesel hasil sintesis memiliki densitas 0,877 g/mL (setara 877 kg/m<sup>3</sup>) dan viskositas kinematik 4,69 cSt, yang keduanya masuk dalam rentang standar SNI. Nilai viskositas yang memenuhi syarat ini menunjukkan bahwa katalis zeolit basa berhasil memutus rantai trigliserida menjadi metil ester dengan kekentalan menyerupai solar, sehingga aman untuk sistem injeksi mesin. Sementara itu, densitas yang sesuai menjamin nilai pembakaran yang efisien. Dengan demikian, selain menghasilkan yield yang tinggi, proses ini terbukti mampu menghasilkan biodiesel yang layak digunakan sebagai bahan bakar alternatif.

### 3.2 Optimasi Yield pada Proses Transesterifikasi dengan RSM

Optimasi yield biodiesel dilakukan untuk menentukan kondisi operasi terbaik pada reaksi transesterifikasi menggunakan katalis zeolit basa. Metode *Response Surface Methodology* (RSM) dengan desain *Central Composite Design* (CCD) digunakan untuk menganalisis pengaruh variabel independen, yaitu rasio molar Si/Al (1:1 hingga 5:1) dan pH pencucian (7 hingga 11), terhadap respon yield biodiesel. Analisis dilakukan menggunakan perangkat lunak Design-Expert 13.

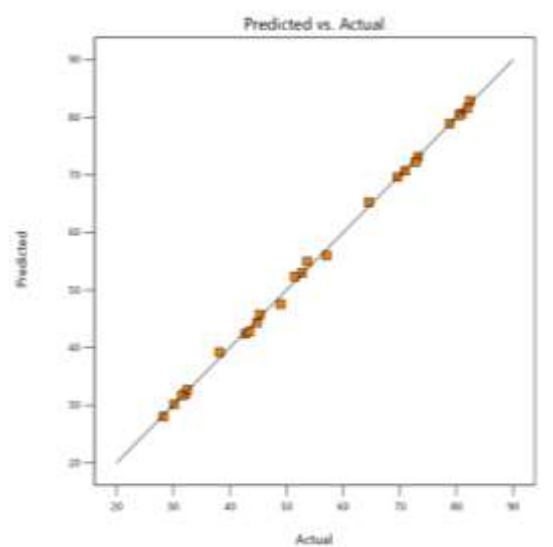
Tahap awal melibatkan 25 run eksperimen untuk memetakan respon pada seluruh rentang variabel. Data hasil eksperimen awal disajikan pada **Tabel 4**.

**Tabel 4.** Matriks Desain Eksperimen Response Surface Methodology (RSM) dengan 25 Titik Data

Run	Factor 1 A: Rasio Si/Al	Factor 2 B: pH	Response 1 Yield (%)
1	1:1	7	28,2577
2	1:1	8	30,1382
3	1:1	9	32,4768
4	1:1	10	32,1501
5	1:1	11	31,5264
6	2:1	7	38,2090
7	2:1	8	43,4555
8	2:1	9	45,2935
9	2:1	10	44,8317
10	2:1	11	42,7487
11	3:1	7	48,9677
12	3:1	8	51,4694
13	3:1	9	57,0737
14	3:1	10	53,6514
15	3:1	11	52,7342
16	4:1	7	64,5152
17	4:1	8	69,5818
18	4:1	9	73,2440

Run	Factor 1 A: Rasio Si/Al	Factor 2 B: pH	Response 1 Yield (%)
19	4:1	10	72,7734
20	4:1	11	70,9340
21	5:1	7	80,4780
22	5:1	8	81,9178
23	5:1	9	82,3871
24	5:1	10	80,8424
25	5:1	11	78,83

Evaluasi awal terhadap 25 titik data menunjukkan adanya variabilitas yang cukup tinggi pada beberapa kondisi, yang ditunjukkan oleh deviasi antara nilai prediksi dan aktual pada **Gambar 3**. Fluktuasi ini mengindikasikan adanya *noise* eksperimental yang dapat menurunkan akurasi model prediksi.



**Gambar 3.** Korelasi antara Data Prediksi dan Data Eksperimental untuk Yield Biodiesel pada 25 Percobaan

Untuk meningkatkan presisi model dan validitas statistik, dilakukan seleksi data dengan mereduksi jumlah sampel menjadi 13 titik data representatif. Pemilihan ini didasarkan pada distribusi data yang merata (homogen) dan minimasi *outlier* untuk memastikan model yang dihasilkan memiliki kemampuan prediksi yang kokoh. Data terpilih disajikan pada **Tabel 5**.

**Tabel 5.** Matriks Desain Eksperimen 13 Titik Data Terpilih

Run	Factor 1 A: Rasio Si/Al	Factor 2 B: pH	Response 1 Yield (%)
1	1:1	7	28,2577
2	1:1	10	32,1501
3	2:1	7	38,209
4	2:1	10	44,8317
5	3:1	9	57,0737
6	3:1	11	52,7342
7	4:1	7	64,5152
8	4:1	8	69,5818
9	5:1	7	80,478
10	5:1	9	82,387
11	5:1	10	80,8424

Run	Factor 1 A: Rasio Si/Al	Factor 2 B: pH	Response 1 Yield (%)
12	5:1	11	78,8300
13	5:1	8	81,9178

Selanjutnya, penentuan model regresi terbaik dilakukan berdasarkan parameter statistik *Sequential p-value*, *Lack of Fit*, dan *R-squared* ( $R^2$ ). Ringkasan uji kesesuaian model ditampilkan pada **Tabel 6**.

**Tabel 6.** Seleksi Model Regresi Berdasarkan Kriteria Statistik

Source	Sequential p-value	Adjusted R <sup>2</sup>	Predicted R <sup>2</sup>	
Linear	< 0.0001	0.9788	0.9618	
2FI	0.1217	0.9827	0.9669	
<b>Quadratic</b>	<b>0.0066</b>	<b>0.9957</b>	<b>0.9844</b>	<b>Suggested</b>
Cubic	0.1222	0.9992	0.9189	
Quartic				<b>Aliased</b>

Berdasarkan **Tabel 6**, model Quadratic direkomendasikan karena memiliki nilai *sequential p-value* = 0,0066 (sangat signifikan) dan tidak mengalami *aliased*. Meskipun model orde tinggi (seperti *Quadratic*) sering digunakan dalam RSM, data pada penelitian ini menunjukkan pola hubungan yang cenderung linear dominan, sehingga penambahan suku kuadrat tidak memberikan peningkatan signifikansi yang berarti. Analisis varians (ANOVA) dilakukan untuk menguji signifikansi model dan pengaruh masing-masing variabel, sebagaimana tersaji pada **Tabel 7**.

**Tabel 7.** Analisis Varians (ANOVA) untuk Model Linear Yield Biodiesel

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	
<b>Model</b>	3372.41	5	674.48	507.25	< 0.0001	significant
<b>A-rasio Si/Al</b>	2500.29	1	2500.29	1880.35	< 0.0001	
<b>B-pH</b>	1.20	1	1.20	0.8999	0.3794	
<b>AB</b>	3.99	1	3.99	3.00	0.1341	
<b>A<sup>2</sup></b>	3.00	1	3.00	2.25	0.1840	
<b>B<sup>2</sup></b>	30.90	1	30.90	23.24	0.0029	
<b>Residual</b>	7.98	6	1.33			
<b>Cor Total</b>	4840.84	12				

Hasil Interpretasi terhadap tabel di atas dilakukan dengan meninjau dua parameter statistik utama, yaitu *F-value* dan *p-value*. Nilai *F-value* merepresentasikan rasio antara varians yang dijelaskan oleh model terhadap varians yang disebabkan oleh *error* (galat). Semakin besar nilai *F-value*, semakin signifikan kemampuan model dalam menjelaskan variasi data. Parameter kedua adalah *p-value*, yang mengukur probabilitas kesalahan dalam pengambilan hipotesis; nilai *p-value* di bawah 0,05 (taraf kepercayaan 95%) menunjukkan bahwa variabel atau model tersebut berpengaruh signifikan secara statistik. Berdasarkan Tabel IV.6, model regresi yang diperoleh menunjukkan signifikansi yang sangat tinggi dengan nilai F sebesar 507,25 dan *p-value* < 0,0001. Angka ini menegaskan bahwa model tersebut sangat valid dan mampu menjelaskan variasi data eksperimen secara akurat. Selanjutnya, signifikansi pengaruh masing-masing variabel independen dianalisis sebagai berikut:

1. Faktor A (Rasio Si/Al): Memiliki nilai F = 1880,35 dan *p-value* < 0,0001. Nilai F yang sangat besar ini menunjukkan bahwa rasio Si/Al merupakan variabel yang paling dominan dalam mempengaruhi perolehan *yield* pada proses transesterifikasi.
2. Faktor B (pH): Secara linear, faktor ini terlihat tidak signifikan dengan *p-value* = 0,3794. Namun, komponen kuadrat  $B^2$  menunjukkan signifikansi yang tinggi dengan *p-value* = 0,0029. Hal ini mengonfirmasi temuan sebelumnya bahwa terdapat hubungan non-linear (lengkungan) antara pH dan *yield*, di mana terdapat titik optimum pH tertentu yang harus dicapai.

3. Interaksi (AB): Interaksi antara rasio Si/Al dan pH tidak menunjukkan signifikansi statistik yang kuat. Hal ini mengindikasikan bahwa pengaruh gabungan kedua variabel tersebut tidak sebesar kontribusi individual dari masing-masing faktor.

**Tabel 8.** Koefisien Determinasi untuk Model Regresi yang Diperoleh dari Optimasi 13 Titik Data

<b>Std. Dev.</b>	1.15	<b>R<sup>2</sup></b>	0.9976
<b>Mean</b>	60.91	<b>Adjusted R<sup>2</sup></b>	0.9957
<b>C.V. %</b>	1.89	<b>Predicted R<sup>2</sup></b>	0.9844
		<b>Adeq Precision</b>	65.5628

Model memiliki nilai R<sup>2</sup> sebesar 0,9976, Adjusted R<sup>2</sup> sebesar 0,9957, dan Predicted R<sup>2</sup> sebesar 0,9844, yang menunjukkan kemampuan prediksi yang sangat tinggi. Selisih antara Adjusted R<sup>2</sup> dan Predicted R<sup>2</sup> kurang dari 0,02, mengindikasikan bahwa model tidak mengalami *overfitting* dan memiliki validitas prediktif yang baik. Nilai Adequate Precision sebesar 65,56 jauh di atas batas minimum (4), menegaskan bahwa rasio signal-to-noise sangat memadai untuk navigasi ruang desain. Nilai Coefficient of Variation (C.V.) sebesar 1,89% menunjukkan tingkat variabilitas data yang rendah, sehingga data eksperimen dapat dikatakan konsisten dan reproduisibel.

Berdasarkan hasil ANOVA, diperoleh persamaan model dalam bentuk coded factors sebagai berikut:

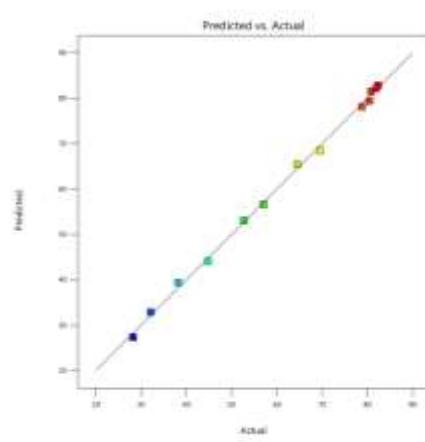
$$\text{Yield} = 56,66 + 24,88A + 0,50B - 1,15AB + 1,32A^2 - 4,06B^2$$

Sedangkan dalam bentuk actual factors, persamaan dinyatakan sebagai:

$$\text{Yield} = -69,95 + 13,05(\text{Rasio Si/Al}) + 19,39(\text{pH}) - 0,29(\text{Rasio Si/Al} \times \text{pH}) + 0,33(\text{Rasio Si/Al})^2 - 1,02(\text{pH})^2$$

Koefisien positif pada rasio Si/Al menunjukkan hubungan berbanding lurus dengan yield biodiesel, sedangkan koefisien negatif pada pH<sup>2</sup> mengindikasikan adanya nilai optimum pH, di luar rentang tersebut yield akan menurun.

Validasi visual antara nilai prediksi dan aktual pada 13 titik data terpilih ditunjukkan pada **Gambar 4**. Sebaran data yang berada tepat di garis diagonal mengonfirmasi akurasi prediksi model yang tinggi.



**Gambar 4.** Korelasi antara Data Prediksi dan Data Eksperimental untuk Yield Biodiesel pada 13 Percobaan Terpilih

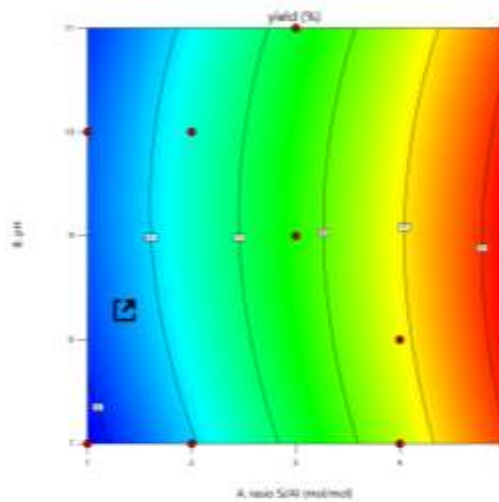
Korelasi antara data prediksi dan data eksperimen untuk 13 titik data terpilih ditunjukkan pada **Gambar 4**. Titik-titik data terlihat berada sangat dekat dengan garis diagonal ( $y = x$ ), yang menandakan kesesuaian model dengan data aktual sangat baik. Dibandingkan dengan grafik pada 25 titik data awal, grafik ini menunjukkan peningkatan akurasi model secara signifikan, sehingga valid digunakan untuk tahap optimasi lanjutan.

**Tabel 9.** Solusi Optimal Berdasarkan Response Surface Methodology (RSM) dari 13 Titik Data Eksperimen

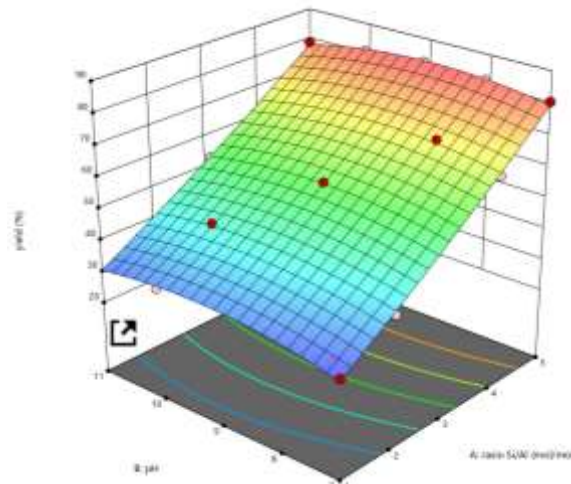
<b>Ratio Si/Al</b>	<b>pH</b>	<b>Yield</b>	<b>Desirability</b>	
4.975	8.912	82.537	1.000	Selected

Solusi optimal hasil optimasi RSM disajikan pada **Tabel 9**. Kondisi optimum diperoleh pada rasio Si/Al sebesar 4,975 dan pH sebesar 8,912, dengan prediksi yield biodiesel sebesar 82,54% dan nilai

desirability = 1,000. Nilai desirability yang mendekati satu menunjukkan bahwa kondisi tersebut sangat optimal dalam memenuhi tujuan optimasi, yaitu memaksimalkan yield biodiesel.



**Gambar 5.** Contour Plot yang Mengilustrasikan Pengaruh Rasio Si/Al dan pH terhadap Yield Biodiesel



**Gambar 6.** Surface Plot yang Mengilustrasikan Efek Gabungan dari Rasio Si/Al dan pH Terhadap Yield Biodiesel

Contour plot pada **Gambar 5** memperlihatkan bahwa yield biodiesel meningkat signifikan pada rasio Si/Al tinggi dengan pH mendekati 9. Area dengan warna paling intens menunjukkan zona optimum reaksi. Garis kontur yang rapat di sekitar pH tinggi menandakan sensitivitas yield terhadap perubahan pH di area tersebut. Surface plot pada **Gambar 6** menegaskan temuan ini dengan memperlihatkan puncak yield pada rasio Si/Al tinggi dan pH sekitar 9. Permukaan yang lebih curam sepanjang sumbu rasio Si/Al menunjukkan bahwa variabel ini memiliki pengaruh yang lebih dominan dibandingkan pH.

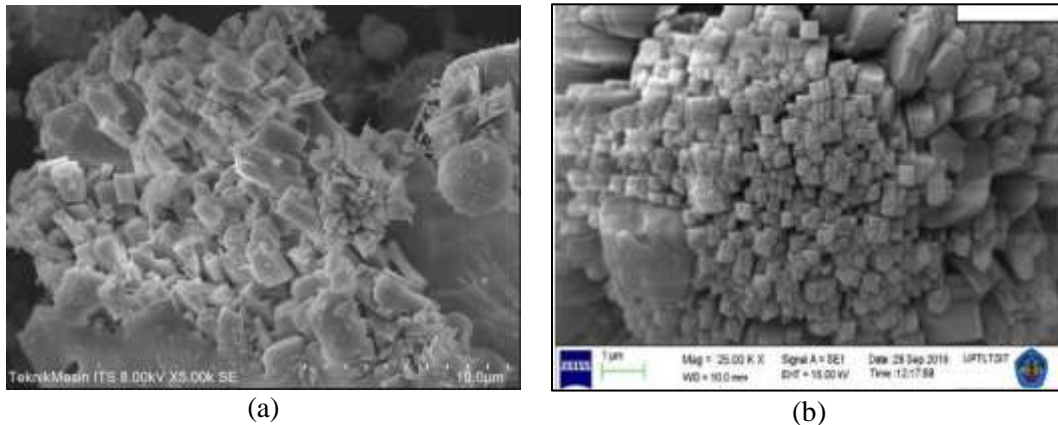
Berdasarkan hasil optimasi menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM), dapat disimpulkan bahwa kondisi operasi optimum proses transesterifikasi dicapai pada rasio Si/Al sekitar 5:1 dan pH sekitar 9, menghasilkan yield biodiesel lebih dari 82%. Rasio Si/Al terbukti sebagai faktor paling signifikan dalam meningkatkan yield biodiesel, sedangkan pH berperan sebagai faktor pendukung dengan pengaruh non-linear. Model kuadratik yang dikembangkan memiliki akurasi prediksi yang sangat tinggi dan dapat dijadikan dasar yang kuat untuk pengembangan proses produksi biodiesel berbasis katalis zeolit basa.

### 3.3 Hasil Analisis Material Zeolit Basa

Evaluasi karakteristik fisikokimia dilakukan terhadap sampel zeolit hasil sintesis pada kondisi optimum (*Rasio Si/Al 5:1 dan pH 9*), yang terbukti menghasilkan *yield* biodiesel tertinggi. Analisis ini mencakup pengamatan morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan identifikasi komposisi kimia menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk memastikan struktur katalis yang terbentuk.

### 3.3.1 Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis SEM pada perbesaran 5.000x memperlihatkan bahwa struktur kristal zeolit yang terbentuk pada kondisi optimum memiliki karakteristik morfologi yang khas. Partikel zeolit teramati memiliki ukuran berkisar antara 4,569 hingga 14,000  $\mu\text{m}$  dengan kristal yang tersusun dalam agregat berlapis. Bentuk dominan kristal adalah menyerupai oktahedral dengan ujung lancip atau kubik poligonal yang memiliki batas kristal tegas, menunjukkan pertumbuhan kristal yang stabil dan baik.



**Gambar 7.** Hasil Analisis SEM Material Zeolit (a) Zeolit Rasio Si/Al 5 dengan pH 9 (b) Jurnal Pemanding [23]

Morfologi ini konsisten dengan karakteristik Zeolit Y pada literatur perbandingan (**Gambar 7b**), yang mendeskripsikan Zeolit Y sebagai kristal berporositas tinggi dengan susunan blok kubik. Namun, ukuran kristal hasil sintesis ini teramati lebih besar dibandingkan literatur perbandingan. Hal ini mengindikasikan bahwa kondisi basa moderat pada pH 9 memberikan lingkungan reaksi yang optimal untuk menyeimbangkan laju nukleasi dan pertumbuhan kristal, sehingga menghasilkan kristal dengan ukuran yang lebih besar dan tingkat kristalinitas yang tinggi [23].

### 3.3.2 Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis XRF dilakukan untuk menentukan komposisi unsur pembentuk kerangka zeolit, yaitu Silikon (Si) dan Aluminium (Al), secara kuantitatif pada sampel optimum. Berdasarkan data yang disajikan dalam Tabel 10, zeolit hasil sintesis mengandung Aluminium (Al) sebesar 11% dan Silikon (Si) sebesar 25,1%.

**Tabel 10.** Hasil Analisis XRF Produk Zeolit pada Rasio Si/Al = 5 dengan pH 9

Nama Unsur	Senyawa Kimia	Konsentrasi (%b/b)
Aluminium	Al	11
Silikon	Si	25,1
Rasio Si/Al		2,28

Dari komposisi tersebut, diperoleh rasio molar Si/Al aktual sebesar 2,28. Terdapat perbedaan antara rasio aktual ini dengan rasio teoritis resep awal (5:1). Penurunan rasio ini disebabkan oleh ketidaksempurnaan proses kristalisasi silika, di mana sebagian silika kemungkinan membentuk fasa amorf atau larut sebagai ion silikat akibat pengaruh pH basa selama proses sintesis. Meskipun terdapat deviasi, rasio aktual 2,28 masih berada dalam rentang spesifik untuk struktur Zeolit Y, yaitu antara 1,5 hingga 3 [20]. Dengan demikian, kombinasi hasil SEM yang menunjukkan morfologi oktahedral dan data XRF dengan rasio Si/Al yang sesuai mengonfirmasi secara ilmiah bahwa material yang disintesis telah berhasil membentuk fasa Zeolit Y.

## 4. Kesimpulan

Penelitian ini berhasil mengembangkan katalis zeolit basa fasa Zeolit Y melalui metode hidrotermal yang terbukti efektif untuk reaksi transesterifikasi biodiesel. Optimasi parameter sintesis menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) menunjukkan bahwa rasio Si/Al memiliki pengaruh dominan terhadap aktivitas katalitik, dengan kondisi optimum tercapai pada rasio Si/Al 5:1 dan pH 9 yang menghasilkan *yield* biodiesel maksimum sebesar 82,387%. Keberhasilan sintesis divalidasi melalui karakterisasi SEM yang memperlihatkan morfologi kristal oktahedral berukuran 4,5–14  $\mu\text{m}$ , serta analisis

XRF yang mengonfirmasi rasio Si/Al aktual sebesar 2,28 yang sesuai dengan karakteristik struktur Zeolit Y. Kualitas biodiesel yang dihasilkan memenuhi spesifikasi standar SNI 7182:2015, menegaskan kelayakan katalis zeolit basa ini sebagai alternatif katalis heterogen yang efisien untuk industri biodiesel.

## 5. Referensi

- [1] P. Research, "Biodiesel market size to attain USD 92.45 billion by 2034," 2024. [Online]. Available: <https://www.precedenceresearch.com/biodiesel-market>
- [2] Statista, "Biodiesel consumption worldwide 2030," 2024. [Online]. Available: <https://www.statista.com/statistics/1440983/worldwide-consumption-of-biodiesel/>
- [3] V. Mandari and S. K. Devarai, "Biodiesel Production Using Homogeneous, Heterogeneous, and Enzyme Catalysts via Transesterification and Esterification Reactions: a Critical Review," *Bioenergy Res.*, vol. 15, no. 2, pp. 935–961, 2022, doi: 10.1007/s12155-021-10333-w.
- [4] L. Permata Lestari and N. Sylvia, "Pengaruh Suhu Dan Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar (Castor Oil) Terhadap Metil Ester Dengan Menggunakan Katalis Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit," *Chem. Eng. J. Storage*, vol. 1, no. 2, pp. 64–80, Oct. 2021.
- [5] M. E. Kibar, L. Hilal, B. T. Çapa, B. Bahçivanlar, and B. Ben Abdeljelil, "Assessment of Homogeneous and Heterogeneous Catalysts in Transesterification Reaction: A Mini Review," *ChemBioEng Rev.*, vol. 10, no. 4, pp. 412–422, 2023, doi: 10.1002/cben.202200021.
- [6] S. Maroa and F. Inambao, "A review of sustainable biodiesel production using biomass derived heterogeneous catalysts," *Eng. Life Sci.*, vol. 21, no. 12, pp. 790–824, 2021, doi: 10.1002/elsc.202100025.
- [7] P. Seejandee *et al.*, "Comparison of potassium catalysts on zeolite sodium A and X in transesterification of palm oil and active species specification," *Heliyon*, vol. 10, no. 16, p. e35975, 2024, doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e35975.
- [8] J. Dongoran, P. Sulistiawati, Y. Simangunsong, P. Gizta, R. Paksi, and M. H. Pasaribu, "The Development of Zeolite as Potential Natural Catalyst," *J. Jejaring Mat. dan Sains*, vol. 3, no. 2, p. 28, 2021, doi: 10.36873/jjms.2021.v3.i2.604.
- [9] J. Li, M. Gao, W. Yan, and J. Yu, "Regulation of the Si/Al ratios and Al distributions of zeolites and their impact on properties," *Chem. Sci.*, vol. 14, no. 8, pp. 1935–1959, 2022, doi: 10.1039/d2sc06010h.
- [10] J. Čejka, "Advances and challenges in zeolite synthesis and catalysis," *Catal. Today*, vol. 345, pp. 2–13, 2020, doi: 10.1016/j.cattod.2019.10.021.
- [11] J. Čejka, H. Van Bekkum, A. Corma, and F. Schuth, *Introduction to Zeolite Science and Practice*, 3rd ed. Amsterdam, 2007.
- [12] Ł. Szkudlarek, "The influence of si/al ratio on the physicochemical and catalytic properties of mgo/zsm-5 catalyst in transesterification reaction of rapeseed oil," *Catalysts*, vol. 11, no. 11, 2021, doi: 10.3390/catal11111260.
- [13] Ł. Szkudlarek, "CaO catalysts supported on ZSM-5 zeolite for biodiesel production via transesterification of rapeseed oil," *Appl. Catal. O Open*, vol. 194, no. July, p. 206999, 2024, doi: 10.1016/j.apcato.2024.206999.
- [14] Ł. Szkudlarek, "Biodiesel Production by Methanolysis of Rapeseed Oil—Influence of SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ratio in BEA Zeolite Structure on Physicochemical and Catalytic Properties of Zeolite Systems with Alkaline Earth Oxides (MgO, CaO, SrO)," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 25, no. 7, 2024, doi: 10.3390/ijms25073570.
- [15] L. Buchori, W. Widayat, O. Muraza, M. I. Amali, R. W. Maulida, and J. Prameswari, "Effect of temperature and concentration of zeolite catalysts from geothermal solid waste in biodiesel production from used cooking oil by esterification–transesterification process," *Processes*, vol. 8, no. 12, pp. 1–16, 2020, doi: 10.3390/pr8121629.
- [16] H. A. Hasibuan, "The Study of Quality and Characteristic on Indonesian Palm Oil and Its Fractionation Products," *J. Stand.*, vol. 14, no. 1, pp. 13–21, Feb. 2011.
- [17] Standar Nasional Indonesia, "Syarat Mutu Biodiesel SNI 7182:2015," 7182, Apr. 01, 2015
- [18] Sriatun, Taslimah, E. N. Cahyo, and F. D. Saputro, "Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 20, no. 1, pp. 19–24, 2017.
- [19] I. A. Musa, "The effects of alcohol to oil molar ratios and the type of alcohol on biodiesel production using transesterification process," *Egypt. J. Pet.*, vol. 25, no. 1, pp. 21–31, Mar. 2016, doi: 10.1016/j.ejpe.2015.06.007.

- 
- [20] D. P. Wijaya, “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dengan Metode Hidrotermal,” *J. MIPA dan Pembelajarannya*, vol. 3, no. 7, pp. 309–320, 2023, doi: 10.17977/um067v3i7p309-320.
- [21] G. Yang and J. Yu, “Advancements in Basic Zeolites for Biodiesel Production via Transesterification,” *Chem.*, vol. 5, no. 1, pp. 438–451, 2023, doi: 10.3390/chemistry5010032.
- [22] C. J. Heard *et al.*, “Zeolite ( In ) Stability under Aqueous or Steaming Conditions,” vol. 2003264, pp. 1–29, 2020, doi: 10.1002/adma.202003264.
- [23] G. G. Pangesti, K. D. Pandiangan, W. Simanjuntak, S. Sasori, and M. Rilyanti, “Synthesis of zeolite-Y from rice husk silica and food grade aluminum foil using modified hydrothermal method,” in *Journal of Physics: Conference Series*, 2021. doi: 10.1088/1742-6596/1751/1/012089.