

PEMBUATAN KOMPOSIT MAGNESIUM SILIKA JENIS *FORSTERITE* (Mg_2SiO_4) BERBASIS SILIKA PASIR PANTAI METODE SOL-GEL SEBAGAI ADSORBEN ASAM LEMAK BEBAS PADA MINYAK KELAPA SAWIT MENTAH

Nur Iffah¹, Dahlan² dan Aceng Haetami²

¹ Mahasiswa Jurusan Pendidikan Kimia FKIP UHO, ²Dosen Jurusan Pendidikan Kimia FKIP UHO

Email : @gmail.com

ABSTRAK

Pembuatan Komposit Magnesium silika berabasis pasir kuarsa menggunakan metode sol gel telah berhasil dilakukan. Hasil SEM pada Komposit Magnesium Silika menunjukkan morfologi materialnya berbentuk butiran dan hasil EDX menunjukkan komposisinya terdiri dari 49,09% Oksigen, 24,78% Magnesium, 12,11% Silikon 9,26% Sulfur dan 4,74% Natrium. Berdasarkan hasil karakterisasi SAA, material Komposit Magnesium Silika memiliki luas permukaan sebesar 26,096 m²/g, memiliki pori yang beragam (mesopori dan mikropori) dan hasil analisis menggunakan metode BJH menunjukkan distribusi pori pada Komposit Magnesium Silika merupakan mesopori dengan ukuran porinya sekitar 39,375 Å. Proses adsorpsi terhadap asam lemak bebas pada CPO menggunakan Komposit Magnesium Silika berlangsung baik pada waktu 72 jam dengan kapasitas adsorpsi 699,75 mg/g dan masa optimum komposit magnesium silika 1 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 860 mg/g. Hasil menunjukkan Komposit Magnesium Silika dapat menjadi alternatif adsorben rendah biaya dalam penurunan kadar asam lemak bebas pada CPO.

Kata kunci: Pasir kuarsa, Komposit Magnesium Silika, Minyak kelapa sawit, Metode sol-gel, Asam lemak bebas dan Adsorpsi.

PENDAHULUAN

Minyak goreng merupakan salah satu komoditas yang mempunyai nilai strategis dan merupakan sembilan kebutuhan pokok. Kebutuhan minyak goreng dari tahun ketahun semakin meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah penduduk, bertambahnya pabrik, industri makanan dan meningkatnya konsumsi masyarakat terhadap minyak goreng. Berdasarkan data, jumlah kebutuhan minyak goreng mencapai 3,2 metrik ton per tahun (*Nutrition Foundation For Food Fortification*, 2014 dalam Fatimawati, 2016). Hal ini menunjukkan bahwa minyak goreng merupakan salah satu bahan pangan yang paling banyak dibutuhkan oleh masyarakat.

Menurut standar industri Indonesia minyak goreng didefinisikan sebagai minyak yang diperoleh dengan cara pemurnian

minyak nabati, minyak goreng mempunyai fungsi sebagai pengantar panas untuk mematangkan bahan makanan dan salah satu sumber lemak dalam tubuh. Minyak goreng diperoleh dari buah kelapa sawit. Daging buah kelapa sawit menghasilkan minyak kelapa sawit mentah (*Crude Palm Oil*) yang dapat diolah menjadi bahan baku minyak goreng (Morad dkk, 2010 dalam Arnovia 2012). Minyak kelapa sawit mentah (CPO) memiliki beberapa manfaat diantaranya untuk makanan termasuk minyak goreng dalam margarin, mi, makanan panggang, produk bahan bakar hayati, sabun, deterjen, surfaktan, kosmetik obat-obatan serta beraneka ragam produk rumah (Laporan Word Growth, 2011).

Produk minyak kelapa sawit sebagai bahan makanan memiliki dua aspek kualitas. Aspek pertama berhubungan dengan kadar

asam lemak, kadar air, dan kadar kotoran. Aspek kedua berhubungan dengan rasa, aroma, kejernihan serta kemurnian produk. Minyak kelapa sawit mentah (CPO) yang bermutu prima (SQ/*Spesial Quality*) mengandung asam lemak bebas (FFA/*Free Fatty Acid*) tidak lebih dari 2 %. Sedangkan kualitas standar minyak kelapa sawit mentah (CPO) tidak lebih dari 5 % FFA. Setelah pengolahan minyak kelapa sawit mentah bermutu akan menghasilkan rendemen minyak 22,1 % dan kadar asam lemak bebas 1,7%-2,1% (Mangoensoekarjo dan Semangun, 2003). Peningkatan Asam lemak bebas terjadi karena hidrolisis dari minyak oleh adanya enzim lipase dan air dalam minyak tersebut. Selain proses hidrolisis proses oksidasi juga dapat terjadi karena kenaikan bilangan asam (Yuniva, 2010).

Tingginya kandungan asam lemak bebas dari CPO menyebabkannya tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan dimana minyak goreng hasil pengolahan CPO memiliki kandungan asam lemak bebas maksimal 0,3% (%w/w) sesuai dengan SNI sehingga untuk memperoleh minyak goreng yang sesuai dengan standar mutu dibutuhkan suatu metode untuk mengurangi kadar asam lemak bebas pada CPO tersebut. Berbagai metode pemisahan asam lemak pada CPO di antaranya proses ekstraksi, saponifikasi dan adsorpsi. Salah satu metode yang paling banyak digunakan adalah metode adsorpsi menggunakan adsorben.

Salah satu jenis yang dikenal mampu menurunkan kadar asam lemak bebas dalam minyak goreng bekas adalah komposit magnesium silika (MgO-SiO₂). Komposit Magnesium Silikat (MgO-SiO₂) terdiri dari dua senyawa yaitu MgO (Magnesium Oksida) dan SiO₂ (Silika). Magnesium silikat terdiri dari beberapa mineral yaitu *serpentine* (Mg₃Si₂O₅·(OH)₄), *forsterite* (Mg₂SiO₄), dan *estantite* (MgSiO₃). *Serpentine* terbentuk pada suhu 650-750 °C (Cheng dkk, 2002) namun pada suhu 800-850°C terjadi perubahan struktur kristal *serpentine* (Huang, 1987; Deer dkk,

1992) menjadi *forsterite* dan *enstatite* (Cheng dkk., 2002).

Beberapa aplikasi dari komposit MgO-SiO₂ adalah sebagai adsorben aflatoxin dalam gandum dan sebagai adsorben untuk studi adsorpsi asam lemak bebas (Clowutimon dkk, 2011). Selain itu komposit MgO-SiO₂ telah digunakan juga sebagai katalis minyak kelapa sawit dan diperoleh minyak kelapa sawit yang berwarna lebih jernih. Perubahan ini akibat proses adsorpsi terhadap kandungan β-karoten yang ada pada minyak kelapa sawit.

Berbagai metode yang dapat digunakan pada pembuatan komposit MgO-SiO₂ diantaranya metode presipitasi (Brady J. Dan Clauser H, 1989), kopresipitasi (Yustinus, 2009), dan *sol-gel* (Kharaziha dan Fathi, 2009). Metode *sol-gel* relatif mudah dilakukan, tidak memerlukan waktu yang lama, memiliki homogenitas yang tinggi karena pencampuran dalam skala molekuler, yaitu mengarah untuk mengurangi suhu kristalisasi dan mencegah pemisahan fase selama pemanasan (Sabeti dkk, 2007). Dalam pembuatan magnesium silikat bahan utama yang digunakan antara lain magnesium Sulfat (MgSO₄) dan silika (SiO₂). Salah satu bahan alam yang kaya akan silika yaitu pasir kuarsa. Pasir kuarsa adalah bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal silika (SiO₂) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir silika memiliki kandungan silika sebesar 98% (Prayogo dan Budiman, 2009) sehingga sangat baik digunakan sebagai bahan dasar dalam pembuatan komposit Magnesium Silika (MgO-SiO₂) sebagai adsorben untuk menurunkan kadar asam lemak bebas (FFA) dalam minyak kelapa sawit mentah (CPO/ Crude Palm Oil). Berdasarkan uraian di atas maka peneliti bermaksud untuk memanfaatkan silika dari pasir kuarsa yang melimpah di alam dan mudah didapatkan sebagai pembuatan komposit MgO-SiO₂.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu gelas ukur, labu ukur 250 mL, wadah tempat sampel, gelas beker, corong kaca, labu Erlenmeyer, kompor listrik, spatula, pipet tetes, cawan tahan panas, kertas saring, kertas tissue, mortar dan pestel, timbangan analitik, stirer, pengayakan dengan diameter 100 μm , penekan hidrolik, furnace, SAA (*Surface Analyzer Area*) metode BET (*Brunaur, Emmet, Teller*), dan satu set alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang telah dilengkapi dengan EDX.

Bahan yang akan digunakan yaitu pasir kuarsa, aquades, larutan KOH, larutan HCl, NaOH, magnesium sulfat (MgSO_4) dan minyak kelapa sawit mentah (CPO).

Prosedur Penelitian

Preparasi Sampel

Sampel pasir kuarsa pada penelitian ini diambil di pantai Nambo, Kendari. Sampel yang diperoleh selanjutnya diayak dengan ayakan kasar untuk memisahkan pasir dengan kerikil, lalu dihaluskan dengan blender dan diayak lagi menggunakan ayakan 100 mesh.

Sampel minyak kelapa sawit mentah diambil di pabrik CPO yang ada di Sulawesi Tenggara, kabupaten Konawe, Kecamatan Anggaberri, Desa Lerehoma.

Pembuatan Larutan (Sol) Natrium Silika (Na_2SiO_3) dari Pasir Silika

Sampel pasir silika halus ditambahkan HCl 4M sebanyak 250 mL lalu dipanaskan lalu campuran disaring dan pasir dinetralkan dengan aquades sampai pH 7. Padatan dikeringkan pada suhu 100°C sampai kering. Selanjutnya, pasir silika hasil pemurnian direaksikan dengan NaOH 4M 250 mL kemudian dididihkan sambil diaduk dengan pengadukan konstan. Setelah campuran agak kering, larutan dituangkan dilebur pada temperatur 500°C selama 30 menit lalu dilarutkan dalam 200 mL aquades sehingga dihasilkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3).

Pembuatan Komposit Magnesium Silika Jenis *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Metode Sol-Gel

Larutan (Sol) Natrium Silika (Na_2SiO_3) yang dihasilkan dicampur dengan larutan Magnesium Sulfat Heptahidrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 3M sebanyak 70 mL dibawah pengadukan yang kuat hingga terbentuk gel pada suhu kamar. Gel yang dihasilkan kemudian dicuci menggunakan aquades lalu dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 110°C hingga kering. Setelah itu, menghaluskan gel MgO-SiO_2 kering terakhir dikalsinasi pada suhu 900°C selama 2 jam. Komposit magnesium silika jenis *forsterite* (Mg_2SiO_4) dihasilkan dikarakterisasi menggunakan instrument *Surface Area Analyzer* (SAA) metode *Brunaur, Emmet, Teller* (BET) dan instrument *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilengkapi *Energy Dispersive X-Ray* (EDX).

Analisis Kadar Asam Lemak Bebas pada Minyak Goreng Bekas

Analisis kadar asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit mentah/ CPO dilakukan dengan cara menggunakan Uji Titration (Uji Lemak) dalam Penentuan kadar angka asam pada CPO, dengan tahapan sampel ditimbang dahulu sebanyak 5 gram CPO, dimasukkan ke dalam erlenmeyer, dan ditambahkan 50 mL alkohol 96% netral, setelah ditutup dengan aluminium foil, dipanaskan sampai mendidih dan digojog kuat-kuat untuk melarutkan asam lemak bebasnya. Dibiarkan sampel minyak sampai mendidih, baru kemudian bisa diangkat dari pemanas untuk didinginkan. Setelah dingin, larutan dititrasikan dengan 0,5 N larutan KOH standar memakai indikator Phenolphthalein (PP), akhir titrasi tercapai apabila terbentuk warna merah muda yang tidak hilang selama $\frac{1}{2}$ menit. Untuk menentukan tinggi rendahnya kadar asam lemak bebas harus diukur dengan menggunakan rumus (Irmawati, 2013) :

$$\% \text{ALB} = \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times \text{BM ALB}}{\text{Berat Minyak (gram)}} \times 100\%$$

Hubungan kadar asam lemak (%ALB) dengan angka asam dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{\text{BM KOH}}{\text{BM ALB}/10} \times \% \text{ALB}$$

BM ALB = Berat Molekul Asam Lemak Bebas (minyak kelapa sawit = 256/asam palmitat)

BM KOH = Berat Molekul KOH

V KOH = Volume KOH saat titrasi

N KOH = Normalitas KOH

(Ramdja dkk, 2010).

Penurunan Kadar Asam Lemak Bebas pada Minyak Goreng Bekas Menggunakan Komposit Magnesium Silika

Penurunan Kadar Asam Lemak Bebas pada minyak kelapa sawit mentah/ *crued palm oil* (CPO) menggunakan komposit komposit magnesium silika terbagi menjadi 2 tahapan yakni: penentuan waktu perendaman optimum komposit magnesium silika dengan variasi waktu perendaman 24, 48, & 72 jam dan massa adsorben 2 gram. Penentuan massa adsorben optimum komposit magnesium silika dengan variasi adsorben 0,5; 1; 1,5; & 2 gram dan waktu perendaman optimum yang diperoleh pada tahap sebelumnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Larutan (Sol) Natrium Silika (Na_2SiO_3) dari Pasir Silika

Pasir kuarsa terlebih dahulu diayak untuk dipisahkan dengan kerikil, Selanjutnya dihaluskan menggunakan blender dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Tujuan dari pengayakan ini yaitu untuk mendapatkan serbuk pasir kuarsa yang memiliki ukuran partikel yang lebih kecil.

Selanjutnya dilakukan pencucian *Leaching* dengan menggunakan HCl 4 M. Dengan proses *leaching* ini kandungan unsur-unsur pengotor dalam pasir kuarsa dapat terekstrak sehingga dihasilkan kadar silika dengan kemurnian tinggi. Setelah proses pencampuran kemudian campuran dididihkan

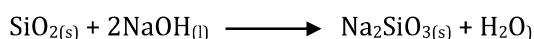
selama 1 jam sampai warnanya menjadi kuning.

Berubahnya warna campuran dari coklat muda menjadi kuning mengindikasikan bahwa pengotor atau mineral-mineral yang terdiri dari oksida logam seperti aluminium oksida (Al_2O_3), fosfor oksida (P_2O_5), kalium oksida (K_2O), kalsium oksida (CaO), Titanium Oksida (TiO_2), mangan oksida (MnO), besi oksida (Fe_2O_3), tembaga oksida (CuO), zink oksida (ZnO), arsen oksida (As_2O_3), rubidium oksida (Rb_2O), strontium oksida (SrO), itrium oksida (Y_2O_3), dan timbal oksida (PbO) (Prayogo dan Budiman, 2009) telah larut dalam HCl.

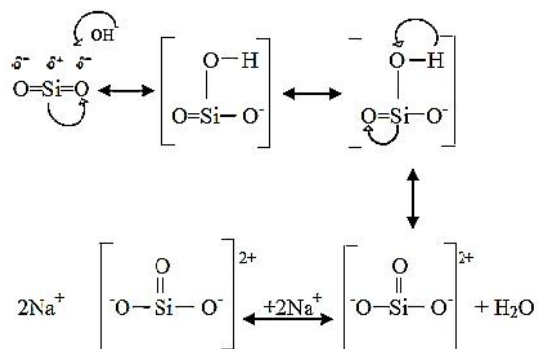
Penggunaan larutan HCl dalam proses pencucian ini karena larutan HCl memiliki kemampuan lebih baik dalam melarutkan mineral-mineral yang terdapat dalam pasir. HCl ini bersifat sangat polar sehingga kemampuan dalam melarutkan mineral-mineral polar juga tinggi, yang mana sebagian besar senyawa-senyawa dalam pasir kuarsa juga merupakan senyawa polar (Sulistiyani dkk, 2015).

Setelah mendidih campuran didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring agar campuran dapat terpisah dari residu dan filtratnya sehingga diperoleh pasir yang putih bersih. Selanjutnya pasir dicuci dengan aquades sebanyak 10 kali sampai pH 7. Pasir kuarsa yang telah normal pH nya dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C , untuk menghilangkan semua kadar air yang terdapat dalam pasir kuarsa. Setelah dikeringkan diperoleh pasir kuarsa sebanyak 120,2 gram sehingga diperoleh rendemen silika sebesar 80,13%.

Proses pembuatan larutan (sol) Natrium Silika dari Pasir kuarsa Na_2SiO_3 dilakukan dengan cara mencampurkan larutan NaOH 4 M kedalam serbuk pasir silika dengan perbandingan mol SiO_2 : NaOH yaitu 1: 2 dengan persamaan reaksi sebagai berikut:



Sejalan dengan penelitian Saputra, dkk (2014) bahwa reaksi pembentukan natrium silikat yaitu sebagai berikut.



Gambar 1. Reaksi pembentukan natrium silikat

Pada Gambar 1, dapat dilihat bahwa NaOH akan terdisosiasi sempurna membentuk ion natrium (Na^+) dan ion hidroksil (OH^-). Satu ion OH^- yang bertindak sebagai nukleofil akan menyerang atom Si dalam SiO_2 yang bermuatan elektropositif, kemudian atom O yang ber-muatan elektronegatif akan memutuskan satu ikatan rangkap dan membentuk intermediet (zat antara) SiO_2OH^- . Tahap selanjutnya, intermediet yang terbentuk akan melepaskan ion H^+ , sedangkan pada atom O akan terjadi pemutusan ikatan rangkap kembali dan membentuk SiO_3^{2-} . Pada tahap ini akan terjadi dehidrogenasi, dimana ion hidroksil yang kedua akan berikatan dengan ion hidrogen sehingga membentuk molekul air (H_2O). Molekul SiO_3^{2-} yang terbentuk bermuatan negatif akan diseimbangkan oleh dua ion Na^+ yang ada sehingga akan terbentuk natrium silikat (Na_2SiO_3) (Yusuf dkk, 2014).

Selanjutnya campuran dipanaskan hingga agak kering atau kental. Pada proses tersebut diperoleh serbuk pasir kuarsa dan NaOH belum bereaksi namun sudah tercampur secara merata, Sehingga dilakukan proses kalsinasi (pemanasan) dalam tanur pada suhu 500°C selama 30 menit. Setelah pemanasan diperoleh padatan natrium silika (Na_2SiO_3). Hasil yang diperoleh berupa padatan yang

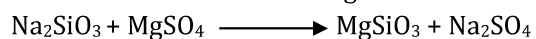
berwarna putih kehijauan, menandakan silika telah terikat dengan NaOH mengindikasikan bahwa telah terbentuk padatan natrium silika (Na_2SiO_3). Penggunaan larutan NaOH pada proses ekstraksi bertujuan untuk menarik senyawa silika yang terdapat dalam sampel pasir kuarsa, karena silika sangat reaktif terhadap basa kuat seperti NaOH dan merupakan pereaksi yang sangat kuat. Proses akhir diperoleh natrium silika padat 57,1 gram.

Tahap selanjutnya natrium silikat (Na_2SiO_3) serbuk yang telah mengalami proses kalsinasi dilarutkan dengan aquades pelarutan ini bertujuan untuk melarutkan natrium silikat yang telah terbentuk saat proses kalsinasi karena natrium silikat merupakan senyawa yang mudah larut dalam air dan berwarna putih berdasarkan sifat fisik dan kimianya, sehingga oksida logam yang lain akan terpisah pada saat penambahan aquades. Proses pelarutan dilakukan dengan dipanaskan dan aduk dengan konstan menggunakan *magnetic stirrer* hingga serbuk natrium silika (Na_2SiO_3) larut sempurna dan menghasilkan larutan (sol) natrium silika (Na_2SiO_3).

Pembuatan Komposit Magnesium Silika Jenis *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Metode Sol-Gel

Pembuatan komposit magnesium silika MgO-SiO_2 dibuat dengan menggunakan metode *sol-gel*. Proses ini didasarkan pada prekursor (senyawa awal) molekuler yang dapat mengalami hidrolisis terutama alkoksida logam atau semi logam. Garam logam yang digunakan pada penelitian ini yaitu magnesium sulfat MgSO_4 . Proses ini diawali dengan melarutkan magnesium sulfat MgSO_4 dengan aquades. Sehingga molekul-molekul logam akan terpecah menjadi Mg^{2+} dan SO_4^{2-} . Selanjutnya proses pembuatan komposit magnesium silika gel diawali dengan mencampurkan larutan magnesium sulfat ke dalam gelas kimia yang telah bersisi sol natrium silika. Pencampuran dilakukan dengan pengadukan yang kuat pada suhu

kamar. Saat pencampuran larutan *sol* natrium silika dan *sol* magnesium sulfat terbentuk *gel* yang berwarna putih secara spontan. Gel yang terbentuk ini diindikasikan sebagai magnesium silika *gel*. Ion Na^+ pada larutan natrium sulfat (Na_2SiO_3) teroksidasi kemudian akan mereduksi ion Mg^{2+} yang terdapat pada larutan magnesium sulfat sehingga terjadi reaksi pembentukan senyawa magnesium silika (MgSiO_3) sebagai hasil utama yang tidak larut dalam air sehingga membentuk *gel* dan garam logam natrium sulfat (Na_2SO_4) sebagai hasil sampingnya yang larut dalam air membentuk sebagai larutan *sol*. Reaksi pencampuran larutan magnesium sulfat dan *sol* natrium silika adalah sebagai berikut.



Gel MgO-SiO_2 didiamkan selama 24 jam agar *gel* magnesium silika mengendap, selanjutnya *gel* yang mengendap dipisahkan dengan larutnya dengan cara didekantasi. *Gel* yang dihasilkan ini tersusun atas material amorf yang terdapat pori-pori berisi cairan. Cairan ini harus dihilangkan agar *gel* menjadi kering. Pengeringan dilakukan dengan menggunakan oven pada temperatur 110°C selama 2 hari agar kandungan air dalam komposit magnesium silika hilang dan diperoleh komposit magnesium silika dalam bentuk padat. Komposit magnesium silika

dalam bentuk padat digerus hingga menjadi bubuk *powder*. Kemudian komposit MgO-SiO_2 kalsinasi dalam tanur pada suhu 900°C selama 2 jam untuk membentuk senyawa *forsterite* (Mg_2SiO_4). Setelah kalsinasi hasil akhir diperoleh komposit magnesium silika sebanyak 28 gram.

Karakterisasi Komposit Magnesium Silika Jenis *Forsterite* (Mg_2SiO_4)

Karakterisasi komposit magnesium silika jenis *forsterite* (Mg_2SiO_4) yang dihasilkan melalui metode sol-gel terdiri atas 2 jenis yakni analisis luas permukaan atau *Surface Area Analyzer* (SAA) metode *Brunaur, Emmet, Teller* (BET) dan analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilengkapi *Energy Dispersive X-Ray* (EDX). Untuk menentukan luas permukaan spesifik komposit magnesium silika digunakan instrumen *surface area analyzer* (SAA) metode *brunauer emmet teller* (BET). Metode ini menggunakan adsorpsi gas N_2 untuk menentukan luas permukaan volume pori dan diameter pori suatu komposit magnesium silika. Luas permukaan spesifik komposit dianalisis menggunakan metode *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) sedangkan volume pori, diameter pori dievaluasi menggunakan metode *Barret-Joyner-Halenda* (BJH). Data, luas permukaan, volume pori dan diameter pori dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik Mikrostruktur Sampel Komposit Magnesium Silika/*forsterite* (Mg_2SiO_4)

Sampel	Jenis Perlakuan	Luas Permukaan	Volume Pori	Diameter Pori
Komposit Magnesium Silika (MgO-SiO_2)	Adsorpsi	$26.096 \text{ m}^2/\text{g}$	0.051 cc/g	$39.375 \text{ \AA}$
	Desorpsi	$20.973 \text{ m}^2/\text{g}$	0.037 cc/g	$35.647 \text{ \AA}$

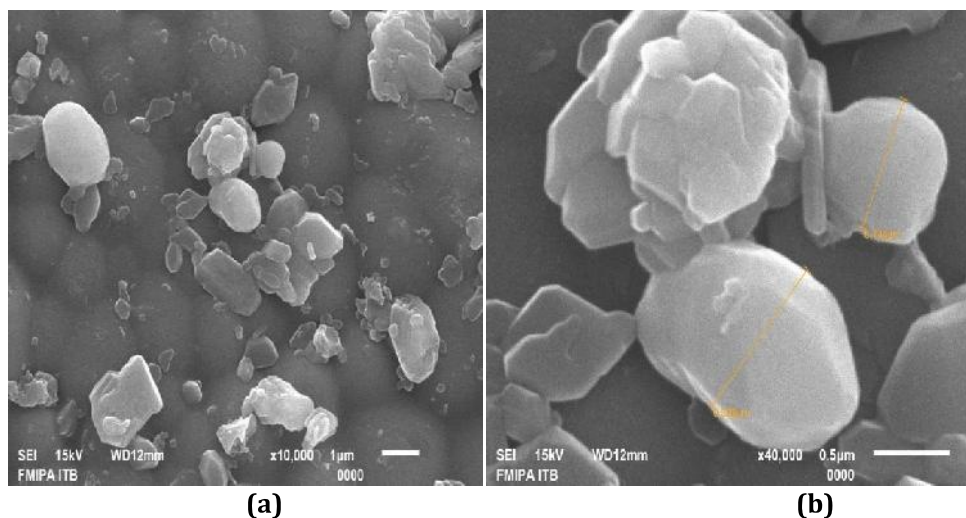
Hasil karakterisasi komposit magnesium silika dari tabel diatas, diketahui bahwa komposit magnesium silika mempunyai rongga atau pori-pori sehingga dapat menyerap adsorbat hal ini dibuktikan dari hasil uji SAA, komposit magnesium silika memiliki luas permukaan $26.096 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori $0,051 \text{ cc/g}$ dan diameter

pori $39.375 \text{ \AA}$. Dari data tersebut menunjukkan ukuran pori komposit magnesium silika berada pada rentang *mesoporous*. Klasifikasi ukuran pori ini, didasarkan pada IUPAC yaitu: *mikropori* ($d < 20 \text{ \AA}$), *mesopori* ($20 < d < 500 \text{ \AA}$) dan *makropori* ($d > 500 \text{ \AA}$). Jika dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya oleh

Clowtimon dkk (2011) diperoleh luas permukaan magnesium silika sebesar 270,8 m²/g, diameter pori sebesar 76,79Å^o dan volume pori sebesar 0,47 cc/g dimana luas permukaan, diameter pori, dan volume pori yang diperoleh jauh lebih besar dibandingkan luas permukaan, volume pori dan diameter pori yang diperoleh pada penelitian ini. Hal ini disebabkan masih banyaknya pengotor yng terkandung dalam komposit magnesium silika. Sehingga pengotor-pengotor inilah akan

mengendap dan menutupi sebagian permukaan dan pori-pori dari komposit.

Karakterisasi silika gel menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dan komposisi dari komposit magnesium silika yang telah disintesis. Berikut merupakan morfologi hasil SEM dari komposit magnesium silika.



Gambar 2. Foto SEM komposit magnesium silika hasil sintesis dari pasir kuarsa
(a) perbesaran 10.000× (b) perbesaran 40.000×

Gambar 2 di atas menunjukkan morfologi dari komposit magnesium silika hasil sintesis dari pasir kuarsa dan magnesium sulfat. Pada gambar terlihat bahwa ukuran pori komposit magnesium silika pada perbesaran 40000 kali yaitu ukuran terkecilnya yaitu 0,704 μm sedangkan ukuran terbesarnya 0,926 μm. Pada perbesaran 10000 kali dapat dilihat bahwa permukaan silika gel berbentuk butiran-butiran, butiran-butiran tersebut tidak merata yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan komposit magnesium silika (Supardi dan Diah, 2013). Pori-pori ini terbentuk akibat dari kalsinasi pada suhu 900°C. Pada saat kalsinasi zat-zat cair yang mengisi rongga dan pori akan menguap sehingga terbentuklah pori dan

rongga yang telah kosong. Pori ini yang nantinya akan sangat berperan aktif dalam proses adsorpsi.

Pengujian dengan SEM juga bertujuan untuk mengetahui kadar silikon (SiO₂) dan oksigen (MgO) yang merupakan unsur penyusun komposit magnesium silika (MgO-SiO₂). SEM yang digunakan pada analisis ini dilengkapi dengan EDX (*Energi Dispersive X-ray spectrometer*) sehingga dapat digunakan untuk menentukan komposisi unsur dari sampel. Ketika sebuah sampel difoto oleh SEM sinar elektron juga diemisikan oleh sinar X yang kemudian diteruskan menuju EDX. Emisi sinar X setiap unsur khas dalam energi dan panjang gelombangnya karena itu, unit EDX mampu merespon setiap unsur yang merespon emisi tersebut. Data ini dapat ditambahkan pada gambar SEM untuk

menghasilkan sebuah peta unsur yang sebenarnya dari permukaan sampel hasilnya penentuan komposisi unsur forsterit (Mg_2SiO_4) dapat dilihat pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Komposisi unsur menggunakan SEM-EDX dari komposit Mg_2SiO_4

Unsur	Masa	Stoikiometri
O	49,09 %	45,4866
Na	4,74%	-
Mg	24,78%	34,54
Si	12,11%	19,94
S	9,26%	-

Berdasarkan uji SEM-EDX terhadap komposit magnesium silika didapatkan bahwa komposisi unsur komposit magnesium silika dalam bentuk *Forsterite* (Mg_2SiO_4) memiliki unsur oksigen (O) terbesar dibandingkan dua unsur lainnya yaitu magnesium (Mg) dan silikon (Si). Hal ini disebabkan karena oksigen selain terbentuk dari senyawa ini *Forsterite* (Mg_2SiO_4) juga berasal dari oksigen luar yang terbentuk atau bereaksi pada saat proses kalsinasi pada suhu 900°C.

Berdasarkan tabel di atas dapat dikatakan bahwa kandungan unsur-unsur komposit magnesium silika dalam bentuk *forsterite* (Mg_2SiO_4) yang diperoleh kurang maksimal. Hal ini disebabkan karena masih banyak presentase jumlah pengotor yang terdapat dalam komposit yang dihasilkan seperti Natrium dengan kadar 4,74 % dan Sulfur dengan kadar 8,10 %. Berdasarkan data menunjukkan bahwa kandungan kadar oksigen sesuai perhitungan instrumen lebih tinggi yaitu 46,88% dibanding perhitungan stoikiometri sebesar 45,4688 %. Sedangkan untuk kadar Magnesium (Mg) perhitungan instrumen lebih rendah dibanding perhitungan stoikiometri begitu juga dengan kandungan silikon (Si) yang kadar sesuai perhitungan instrumen lebih kecil dibandingkan kadar sesuai perhitungan stoikiometri.

Analisis Kadar Asam Lemak Bebas pada Minyak kelapa Sawit Mentah

Analisis kadar asam lemak bebas dilakukan dengan metode asam basa menggunakan KOH 0,5 N. Metode ini digunakan untuk menganalisis kadar asam lemak bebas berdasarkan jumlah ion OH^- pada KOH yang digunakan untuk menetralkan ion H^+ pada asam lemak bebas sampai mencapai titik ekuivalen yang ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi merah jambu. Berdasarkan prosedur analisis kadar asam lemak bebas, diperoleh data seperti dibawah ini:

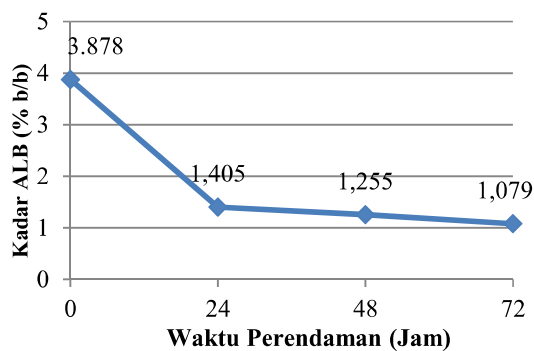
Tabel 3. Analisis kadar asam lemak bebas dan angka asam pada 5 gram CPO yang dititrasi dengan KOH 0,505 N

Mr ALB/ (g/mol)	Volume KOH yang digunakan (mL)	Volume KOH Rata- rata (mL)	% ALB (%)	Angka asam mg KOH/gr
256	1,4	1,5	3,87 8	8,498
	1,5			
	1,6			

Dari data analisis awal kadar asam lemak bebas diatas bahwa, kadar ALB dalam CPO sebesar 3,878% dengan angka asam 8,498. Dari data yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa kadar ALB dalam CPO termasuk tinggi karena melebihi standar mutu prima CPO.

Penentuan Waktu Perendaman Optimum

Penentuan waktu kontak optimum ini bertujuan untuk mengetahui dan menentukan waktu asam lemak bebas dapat teradsorpsi secara maksimal oleh komposit magnesium silika. Hasil uji kemampuan komposit magnesium silika dalam menyerap asam lemak bebas terhadap presentase kadar asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit disajikan pada gambar berikut.



Gambar 3. Grafik hubungan antara waktu kontak dan kadar asam lemak bebas dalam sampel

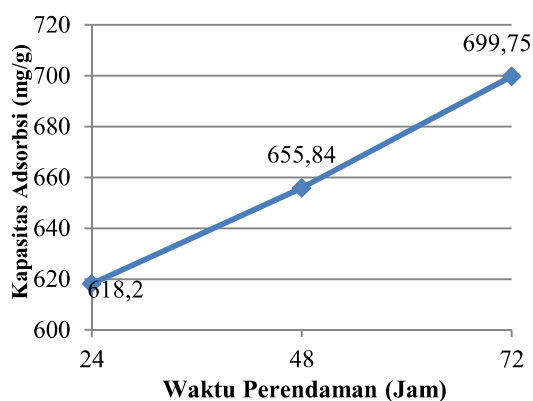
Dari hasil analisis diperoleh grafik hubungan antara waktu kontak dan konsentrasi asam lemak bebas yang teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 3 adsorpsi asam lemak bebas meningkat dengan bertambahnya waktu kontak hingga waktu perendaman 72 jam. Hal ini disebabkan semakin lama waktu kontak antara komposit dan minyak kelapa sawit maka akan semakin lama waktu tumbukan antara komposit magnesium silika dan asam lemak bebas dalam minyak kelapa sawit sehingga semakin banyak kemungkinan asam lemak bebas yang teradsorpsi oleh komposit karena semakin banyak sisi aktif pada komposit magnesium silika yang berikatan dengan asam lemak bebas.

Nilai terendah ditunjukkan oleh variasi waktu perendaman komposit magnesium silika selama 72 jam yaitu 1,079 %. Ini menunjukkan bahwa kandungan asam lemak bebas dari CPO yang telah diperlakukan mengalami perubahan yang sangat signifikan seiring bertambahnya waktu perendaman komposit magnesium silika.

Jika dibandingkan dengan kandungan asam lemak bebas yang terdapat pada minyak kelapa sawit sebelum diperlakukan maka diperoleh persentase penurunan asam lemak bebas sebesar 72,18%. Wannahari R. mendapatkan persentase penurunan asam lemak bebas sebesar 82,14% untuk ampas tebu. Dari nilai analisis yang telah dilakukan

menunjukkan nilai asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit setelah perlakuan memiliki kandungan asam lemak bebas lebih baik.

Uji kapasitas adsorpsi komposit magnesium silika terhadap asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit dengan variasi waktu perendaman disajikan pada gambar berikut.

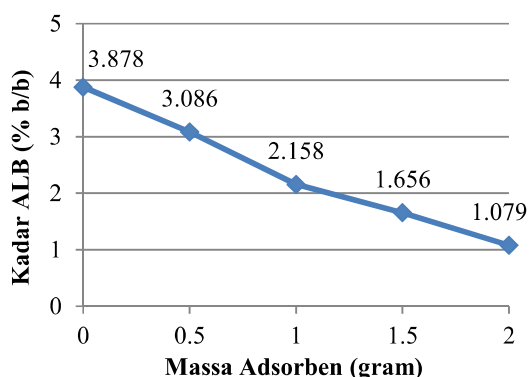


Gambar 4. Grafik hubungan antara waktu kontak dan kapasitas adsorpsi

Kapasitas adsorpsi menunjukkan seberapa besar kemampuan komposit magnesium silika dalam mengadsorpsi asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit. Dari gambar 4 dapat diketahui adanya hubungan antara waktu kontak dan kapasitas adsorpsi komposit terhadap asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit. Pada waktu kontak 24 jam menunjukkan kapasitas adsorpsi 618,2 mg/g kemudian pada waktu kontak 48 jam dengan kapasitas adsorpsi 655,84 mg/g terjadi kenaikan yang sangat signifikan sedakan pada waktu kontak 72 jam menunjukkan kenaikan pada adsorpsi sebesar 699,75 mg/g. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu kontak maka tumbukan antara komposit dan asam lemak bebas dalam sampel akan sering terjadi. Hasil kapasitas adsorpsi menunjukkan bahwa waktu adsorpsi optimum asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit adalah 72 jam dengan kapasitas adsorpsi sebesar 699,75 mg/g.

Penentuan Massa Adsorben Optimum

Masa adsorben merupakan salah satu faktor yang memengaruhi proses adsorpsi. Semakin banyak masa adsorben yang digunakan maka akan semakin efektif proses adsorpsi yang terjadi. Penentuan massa optimum komposit magnesium silika dilakukan untuk mengetahui berapa banyak massa komposit yang digunakan untuk menyerap asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak kelapa sawit. Hasil uji kemampuan komposit magnesium silika dalam mengadsorpsi asam lemak bebas pada CPO dengan variasi masa adsorben disajikan pada Gambar 5 berikut.

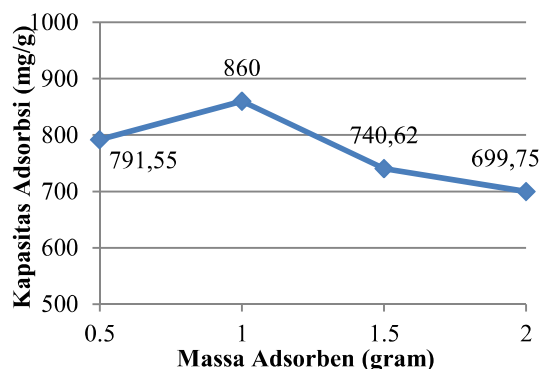


Gambar 5. Grafik hubungan antara kapasitas adsorpsi oleh pengaruh variasi berat komposit magnesium silika

Pada Gambar 5 memperlihatkan persentase asam lemak bebas dari minyak kelapa sawit yang telah direndam dengan komposit magnesium silika. Bertambahnya masa adsorben akan meningkatkan kadar asam lemak bebas yang teradsorpsi. Kadar terendah asam lemak bebas yang teradsorpsi ditunjukkan oleh variasi berat komposit magnesium silika dengan berat 2 gram yaitu mengalami penurunan asam lemak bebas sebesar 2,799% dari kadar awal asam lemak bebas sebesar 3,878% menurun hingga 1,079%. Pada komposit dengan variasi masa terendah yaitu 0,5 gram memiliki kadar asam lemak bebas tertinggi. Adanya perbedaan yang sangat jauh ini disebabkan oleh semakin

banyak jumlah komposit maka akan semakin banyak jumlah tumbukan antara asam lemak bebas dan adsorben menyebabkan terjadinya proses adsorpsi yang lebih tinggi sehingga semakin banyak massa adsorben yang digunakan semakin tinggi efisiensinya, sejalan dengan penelitian Anggriawan (2015). Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya massa adsorben, maka luas permukaan adsorben lebih banyak tersedia sehingga terjadi peningkatan bidang aktif pada adsorben.

Selain mengetahui kadar asam lemak yang teradsorpsi hal yang juga berpengaruh dalam proses adsorpsi yaitu kapasitas adsorpsi terhadap variasi masa komposit. Hasil uji kapasitas adsorpsi komposit magnesium silika dalam mengadsorpsi asam lemak bebas pada CPO disajikan pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Grafik hubungan antara kapasitas adsorpsi oleh pengaruh variasi berat komposit magnesium silika

Kapasitas adsorpsi adalah banyaknya jumlah asam lemak bebas yang dapat diadsorpsi setiap gram komposit. Gambar 6. menunjukkan hasil kapasitas penyerapan dari variasi masa adsorben. Berdasarkan data yang diperoleh, perbandingan antara massa adsorben dengan nilai kapasitas adsorpsinya tidak selalu berbanding lurus. Terlihat pada Gambar 6 bahwa saat massa komposit 0,5 gram dengan kapasitas adsorpsi 791,55 mg/g, untuk massa komposit 1 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 860 mg/g memiliki

nilai kapasitas lebih tinggi dibandingkan dengan komposit dengan masa adsorben 0,5 gram. Penurunan kapasitas adsorpsi disebabkan oleh adanya sisi aktif adsorben yang belum semuanya berikatan dengan adsorbat. Semakin rendah jumlah atau adsorben yang digunakan maka semakin besar kemampuan penyerapannya. Hasil kapasitas adsorpsi menunjukkan bahwa masa komposit optimum yang baik digunakan adalah pada massa 1 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 860 mg/g.

KESIMPULAN

Pembuatan komposit magnesium silika (MgO-SiO_2) dengan mode sol-gel berhasil dilakukan dan diperoleh komposisi magnesium silika dalam bentuk *forsterite* dengan rumus (Mg_2SiO_4) sebanyak 28 gram. Berdasarkan percobaan proses adsorpsi dengan variasi waktu perendaman diperoleh waktu optimum 72 jam dengan kapasitas adsorpsi sebesar 699,75 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak antar adsorben dan adsorbat maka daya adsorpsinya akan meningkat. Berdasarkan percobaan proses adsorpsi dengan variasi masa adsorben diperoleh masa optimum 1 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 860 mg/g.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggriawan, A. 2015. Penyisihan Kadar Logam Fe Dan Mn Pada Air Gambut dengan Pemanfaatan Geopolimer dari Kaolin Sebagai Adsorben. Skripsi Program Studi Teknik Lingkungan S1, Fakultas Teknik, Universitas Riau.
- Arnovia. W. Y. A. 2012. Bentonit Pacitan Sebagai Adsorben Untuk Delororisasi CPO (Crude Palm Oil).
- Brady, G. And Clauser, H (1989). *Material Handbook*. Thirteenth Edition McGraw-Hill, in. United State: (475).
- Cheng, T. W., Ding Y. C., Chiu., (2002). A Study Of Synthetic Forsterite Refractory Materials Using Waste Serpentine Cutting Minerals *Engineering* 15(2002): 271-275.
- Clowutimon, Weerawat, Prakob K., and Pornsawan A. 2011. Adsorption Of Free fatty Acid From Crude Palm Oil On Magnesium Silica Derived From Rice Husk. *Engineering Journal*, 15(3). <http://www.ej.eng.chula.ac.th/eng/index.php/ej/article/view/144>.
- Deer, W. A., Howie, R.A., zussman, J., (1992). *In and Introduction to the Rock Forming Minerals*. Longman, New York, p.(348).
- Fatimawali, Ika.R.L., Nancy. C. P., (2016). Uji Kualitas Minyak Goreng Curah dan Minyak Goreng Kemasan di Manado. *Jurnal Ilmiah Farmasi* 4 (156).
- Huang, B. l., (1987) In: *Minerals Differential Thermal Analysis Handbook*. Scientific Press, p. (501).
- Kharaziha, M. and Fathi, M.H. 2009. Synthesis and Characterization and Bioactive Forsterite Nanopowder. *Ceramic International*, 34 : 2449-2454.
- Laporan Word Growth. 2011. Manfaat Minyak Sawit Bagi Perekonomian Indonesia. *World Growth Palm Oil Green Development Campaign*. World Growth.
- Mangoensoekarjo, S., Semangun, H. 2003. *Manajemen Agrobisnis Kelapa Sawit*. Mangoensoekarjo S, Tojib A.T, editor. Yogyakarta (ID). Gajah Mada University.
- Prayogo, T. dan Budiman, B. 2009. Survey Potensi Pasir Kuarsa Di Daerah Ketapang Propinsi Kalimantan Barat. *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* 11 (2): 126-132.

- Ramdja A. F., Lisa F., Daniel K. 2010. Pemurnian Minyak Jelantah Menggunakan Ampas Tebu Sebagai Adsorben. *Jurnal Teknik Kimia*, 17(1) : 7-14.
- Saberi, A., Babak A., Zahra N., Faramarz K., & Ali A. 2007. A Novel Method To Low Temperature Synthesis Of Nanocrystalline Forsterite. *Materials Research Bulletin*, 42 : 666-673.
- Saputra, Robi Maulana; dkk. 2014 "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Kaca Termodifikasi Asam Sterarat" *JKK* 3(3) 36-42.
- Sulistiyan, Priyambodo E, Yogantari L. 2015. Purifikasi Silika dari Pasir Vulkanik Gunung Merapi Sebagai Bahan Baku Fotovoltaik. *Jurnal Sains Dasar*. Universitas Negeri Yogyakarta: Yogyakarta 4(2) 124.
- Supardi, Z. A. I., dan Diah, H. K. 2013. Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Absorpsi Kelembapan Udara. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. 2 (3): 23-26.
- Yuniva, Nina. 2010. Analisa Mutu *Crude Palm Oil* (cpo) Dengan Parameter Kadar Asam Lemak Bebas (ALB), Kadar Air Dan Kadar Zat Pengotor Di Pabrik Kelapa Sawit Pt. Perkebunan Nusantara-V Tandun Kabupaten Kampar. *Skripsi*: Universitas Islam Negeri Sultan Syarif Kasim Riau Pekanbaru. (4-5).
- Yusuf, Maulana. 2014 "Studi Karakteristik Silika Gel Hasil Sintesis dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida" (1) :16-28.