

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS
DENGAN KATALIS H_2SO_4 DAN TRANSESTERIFIKASI
DENGAN KATALIS CaO DARI CANGKANG KERANG
DARAH: VARIASI KONDISI ESTERIFIKASI**

Apriani Sartika¹, Nurhayati², Muhdarina²

¹**Mahasiswa Program Studi S1 Kimia**

²**Bidang Kimia Fisika Jurusan Kimia**

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Kampus Binawidya Pekanbaru, 28293, Indonesia

aprianisartika11@ymail.com

ABSTRACT

Fuel that becomes important requirement of Indonesian is more dwindling and will run out within the next 12 years. Therefore, the development of alternative fuels that are environmentally friendly is needed. One example of an environmentally friendly alternative fuel is biodiesel. This study aimed to synthesize biodiesel from used cooking oil by esterification and transesterification step and determine the optimum conditions. The parameters varied are the reaction esterification which weight of H_2SO_4 catalyst and mole ratio of oil:methanol, while temperature and reaction time was remained variable. Transesterification reaction parameters was remained variable. The analysis showed that the conversion of biodiesel was 70,35% obtained by the optimum condition of esterification was weight of H_2SO_4 catalyst was 3%, the mole ratio of oil: methanol was 1:18, temperature was 70°C, and reaction time was 3 hours. Based on this results, it can be concluded that the used cooking oil can be used as raw material for biodiesel synthesis.

Keywords: biodiesel, used cooking oil, esterification, transesterification

ABSTRAK

Bahan bakar yang menjadi kebutuhan penting masyarakat Indonesia semakin menipis dan akan habis dalam waktu 12 tahun mendatang. Oleh karena itu, dibutuhkan pengembangan bahan bakar alternatif yang ramah lingkungan. Salah satu contoh bahan bakar alternatif ramah lingkungan adalah biodiesel. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis biodiesel dari minyak goreng bekas dengan tahap esterifikasi dan transesterifikasi dan menentukan kondisi optimum. Parameter yang divariasikan adalah reaksi esterifikasi yaitu berat katalis H_2SO_4 dan rasio mol minyak:metanol, sedangkan suhu dan waktu reaksi merupakan variabel tetap reaksi esterifikasi. Parameter reaksi transesterifikasi merupakan variabel tetap. Hasil analisis menunjukkan bahwa konversi

biodiesel yang didapatkan sebesar 70,35% dengan kondisi esterifikasi optimum adalah berat katalis H_2SO_4 3%, rasio mol minyak:metanol 1:18, suhu 70°C , dan waktu reaksi selama 3 jam. Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa minyak goreng bekas cukup baik untuk dijadikan sebagai bahan baku sintesis biodiesel.

Kata kunci: biodiesel, minyak goreng bekas, esterifikasi, transesterifikasi

PENDAHULUAN

Bahan bakar merupakan kebutuhan mutlak bagi Indonesia karena memiliki kegunaan yang penting dalam kehidupan sehari-hari, seperti untuk penerangan, transportasi, industri, serta sebagai sumber tenaga. Sementara itu, cadangan minyak mentah sebagai bahan bakar semakin menipis dan akan habis dalam waktu 12 tahun mendatang (Kesuma, 2013). Menurut Kesuma (2013), perut bumi Indonesia masih menyimpan cadangan minyak bumi sebesar 50-80 miliar barel, sementara yang mampu dieksplorasi hanya mencapai 3,9 miliar barel. Hal ini terjadi karena teknologi yang ada belum memadai untuk menggali potensi yang besar itu. Di pihak lain, kebutuhan akan sumber energi semakin mendesak dengan bertambahnya populasi penduduk serta berkembangnya industri. Oleh karena itu, perlu dicari sumber energi lain untuk menutupi kekurangan energi tersebut. Salah satu sumber energi alternatif yang sangat menjanjikan adalah biodiesel (Susilo, 2006) karena bahan dasarnya sangat melimpah di Indonesia.

Biodiesel adalah monoalkil ester yang diperoleh dari reaksi esterifikasi dan/atau transesterifikasi asam-asam lemak rantai panjang dan alkohol dengan bantuan katalis asam dan/atau basa. Biodiesel bersifat ramah lingkungan karena memiliki emisi pembakaran yang lebih rendah dibandingkan dengan bahan

bakar diesel berbasis petroleum (Korbitz, 1999), dapat terurai secara alami, dan merupakan bahan bakar yang dapat diperbarui (Prihandana dkk., 2006). Selain itu, bahan baku pembuatan biodiesel dapat diperoleh dari limbah, seperti minyak goreng bekas.

Minyak goreng bekas dapat digunakan sebagai sumber dalam pembuatan biodiesel karena adanya komponen trigliserida dan asam lemak bebas. Minyak goreng bekas yang jumlahnya melimpah, murah, dan mudah didapat merupakan sumber potensial untuk digunakan sebagai bahan baku sintesis biodiesel. Namun, dalam pembuatan biodiesel, adanya asam lemak bebas dalam minyak goreng bekas menyebabkan hasil biodiesel tidak optimal karena banyaknya senyawa sabun yang terbentuk. Oleh karena itu, dilakukan dua tahap reaksi pembuatan biodiesel, yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi.

Reaksi esterifikasi merupakan proses konversi asam lemak bebas menjadi metil ester sehingga didapatkan hasil biodiesel yang maksimal. Jenis katalis yang sering dipakai dalam proses ini berasal dari asam-asam kuat, seperti H_2SO_4 dan HCl . Reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam homogen memiliki keuntungan yaitu aktivitas dan selektivitasnya tinggi. Namun, sulit dipisahkan dari campuran reaksi dan kurang stabil pada suhu tinggi (Azis dkk., 2011).

Proses transesterifikasi sintesis biodiesel dilakukan menggunakan katalis basa. Sagala (2007) telah melakukan reaksi transesterifikasi pada sintesis biodiesel dengan bantuan katalis larutan NaOH yang merupakan sistem katalis fasehomogen. Namun, pemisahan produk akhir reaksi dengan katalis homogen sulit dilakukan sehingga reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan katalis heterogen. Penelitian ini menggunakan katalis heterogen CaO dari cangkang kerang darah, karena limbahnya yang cukup banyak di Indonesia sehingga mudah didapat. Menurut Asnibar (2014), serbuk cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) kalsinasi suhu 800°C selama 10 jam menghasilkan CaO sebesar 99,14% sehingga efektif digunakan sebagai katalis. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Utami (2013) memperoleh hasil biodiesel dari minyak goreng Sunco menggunakan katalis CaO dari cangkang kerang darah yang dikalsinasi 800°C selama 3 jam, yaitu sebesar 85.94%.

Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, sintesis biodiesel melalui dua tahap menggunakan katalis asam dan basa menghasilkan biodiesel yang cukup tinggi. Oleh karena itu, pada penelitian ini, biodiesel disintesis melalui reaksi esterifikasi dengan katalis H_2SO_{4p} dan transesterifikasi dengan katalis CaO dari cangkang kerang darah. Untuk mendapatkan hasil biodiesel yang maksimal, penelitian ini dilakukan dengan variasi berat katalis H_2SO_4 dan rasio mol minyak:metanol pada reaksi esterifikasi.

METODE PENELITIAN

a. Alat dan bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *hotplate* dan *stirrer*, neraca analitik, buret dan statip, lumpang, cawan porselen, oven, *furnace*, krusibel, desikator, labu leher tiga, kondensor, viskometer Ostwald, piknometer, pengaduk magnet, termometer, pipet tetes, corong pisah, stopwatch, sumbat gabus, alat penentuan titik nyala (*tag closed tester*) merk Koehler model K 14670, chamber dan peralatan gelas lainnya.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak goreng bekas, Isopropil Alkohol (IPA), indikator phenolphthalein, KOH 0,1 N, KOH 0,5 N, H_2SO_{4p} , *potassium hydrogen phthalat*, metanol p.a, cangkang kerang darah, kertas saring whatman 42, aseton, HCl 0,5 N, CCl_4 , reagen *wijs*, KI, $Na_2S_2O_3$, larutan kanji, CH_3COOH , akuabides dan akuades.

b. Prosedur penentuan asam lemak bebas minyak goreng bekas

Analisa awal sampel berupa penentuan asam lemak bebas minyak goreng bekas, yaitu dengan cara menimbang 20 g minyak goreng bekas dan homogenkan dengan memanaskan pada suhu 60°C di dalam erlenmeyer 250 ml. Kemudian tambahkan 50 ml isopropil alkohol panas (temperatur 50°C-60°C) ke dalam erlenmeyer tersebut. Campuran dikocok dan ditambahkan 2-3 tetes indikator fenolftalein dan homogenkan. Setelah itu titrasi dengan larutan KOH 0,1 N (yang telah distandarisasi) sampai berwarna merah muda. Volume titran yang terpakai dicatat (V ml).

c. Prosedur sintesis biodiesel

Pada penelitian ini minyak goreng bekas terlebih dahulu disaring untuk memisahkan kotorannya sebelum dilakukan proses esterifikasi. Sebanyak 100 g minyak goreng bekas dipanaskan pada temperatur 105°C selama ± 1 jam sambil distirer di dalam labu leher tiga. Setelah suhu minyak goreng bekas diturunkan (50°C), kondensor dipasang dan tambahkan campuran katalis $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{p}}$ dan metanol sambil direfluks dan diaduk dengan stirer. Refluks dilakukan pada suhu dan waktu yang ditentukan. Setelah bereaksi, campuran dimasukkan ke dalam corong pemisah dan dicuci dengan air hangat. Air cucian bagian bawah dibuang dan bagian atasnya dimasukkan ke dalam labu leher tiga untuk proses transesterifikasi. Pengulangan perlakuan dilakukan untuk variasi berat katalis $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{p}}$ (1,0; 2,0; 3,0; 4,0 g) dan rasio mol minyak terhadap metanol (1:6; 1:12; 1:18; 1:24), suhu 70°C , dan waktu 3 jam.

Sementara reaksi esterifikasi berlangsung, campuran antara 4,0 g katalis CaO (kalsinasi 800°C selama 5 jam) dari cangkang kerang darah dan perbandingan minyak:metanol adalah 1:6 diaduk dengan stirrer (Utami, 2013). Hasil esterifikasi dipanaskan diatas titik didih air pada temperatur 105°C selama ± 1 jam. Setelah suhu diturunkan (50°C), campuran katalis metanol ditambahkan ke dalam labu dan diaduk selama 3 jam dan suhu reaksi $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$ (Utami, 2013). Setelah bereaksi, campuran dimasukkan ke dalam corong pemisah dan dijaga pada temperatur kamar selama semalam sehingga akan terbentuk dua lapisan. Pada hari berikutnya, gliserol dikeluarkan dari corong pemisah. Biodiesel mentah yang terbentuk,

dikumpulkan dan dicuci dengan air suam-suam kuku.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Penentuan asam lemak bebas minyak goreng bekas

Minyak nabati yang akan disintesis menjadi biodiesel harus memiliki nilai asam lemak bebas yang rendah, yaitu kurang dari 1%. Dari penelitian diperoleh data bahwa asam lemak bebas minyak goreng bekas yang digunakan cukup tinggi, yaitu 4,25%. Kandungan asam lemak bebas yang tinggi ini terjadi karena pemakaian berulang-ulang minyak goreng pada suhu yang tinggi.

Asam lemak bebas harus dihilangkan atau dikurangi terlebih dahulu dengan cara esterifikasi minyak goreng bekas. Hal ini dilakukan sebelum proses transesterifikasi karena asam lemak bebas jika ditambahkan dengan katalis basa akan menghasilkan sabun yang menyebabkan rendahnya kualitas biodiesel yang dihasilkan. Data yang diperoleh menunjukkan bahwa kandungan asam lemak bebas menurun menjadi 0,97% setelah dilakukan esterifikasi dengan bantuan katalis asam sulfat. Hal ini terjadi karena reaksi minyak goreng bekas dengan metanol dan dibantu dengan katalis asam sulfat sehingga minyak goreng bekas dapat dikonversikan menjadi metal ester. Setelah dipanaskan, asam lemak bebas menjadi semakin menurun menjadi 0,68%.

Kandungan air dari minyak yang digunakan juga harus rendah, yaitu kurang dari 0,06%. Kandungan air minyak goreng bekas pada penelitian ini adalah sebesar 0,551%. Namun, setelah esterifikasi kandungan air menurun

menjadi 0,525%, dan setelah dipanaskan kandungan air menurun kembali menjadi 0,209%. Hasil analisis asam lemak bebas, kandungan air, dan pH minyak goreng bekas sebelum dan sesudah esterifikasi.

Parameter Uji	Sebelum esterifikasi	Setelah esterifikasi	Setelah esterifikasi (sesudah dipanaskan)
Asam Lemak Bebas	4,25%	0,97%	0,68%
Kandungan Air	0,551%	0,525%	0,209%
pH	2,02	4,35	4,96

0,209%. Hasil penentuan pH minyak goreng bekas yang didapat sebelum esterifikasi adalah sebesar 2,02. Namun, setelah dilakukan esterifikasi pH minyak menjadi semakin mengarah pada pH netral yaitu 4,35, dan setelah dipanaskan menjadi 4,96.

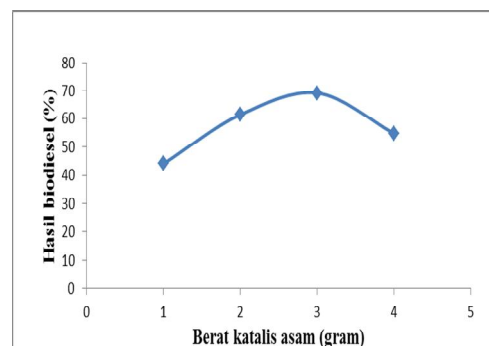
b. Perolehan biodiesel

Variabel-variabel percobaan yang mempengaruhi perolehan hasil biodiesel selama proses esterifikasi adalah berat katalis H_2SO_4 dan rasio mol minyak:metanol, sedangkan suhu $70^\circ C$ dan waktu reaksi 3 jam merupakan variabel tetap. Variasi untuk reaksi transesterifikasi mengacu pada kondisi reaksi optimum penelitian Utami (2013), yaitu berat katalis CaO 4 g, rasio mol minyak:metanol 1:6, suhu $60 \pm 2^\circ C$ dan waktu reaksi selama 3 jam. Katalis CaO yang digunakan adalah yang dikalsinasi pada suhu $800^\circ C$ selama 5 jam.

1. Perolehan biodiesel dengan variasi berat katalis H_2SO_4

Kondisi reaksi esterifikasi yang pertama dilakukan adalah variasi

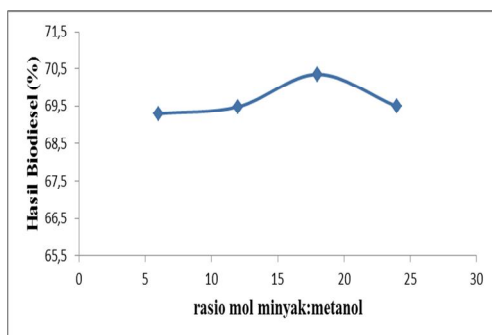
kondisi optimum berat katalis asam (H_2SO_4). Perlakuan variasi berat katalis ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh katalis asam (H_2SO_4) terhadap hasil biodiesel dengan kondisi reaksi temperatur reaksi $70^\circ C$, rasio mol minyak:metanol 1:6 selama 3 jam. Gambar 1 memperlihatkan bahwa berat katalis H_2SO_4 optimum yaitu 3 g, menghasilkan biodiesel sebesar 69,29%. Penambahan katalis menyebabkan perolehan biodiesel semakin meningkat tetapi setelah penambahan 4 g terjadi penurunan hasil biodiesel. Hal ini karena semakin banyak penambahan katalis maka reaksi cenderung kembali seperti semula.



Gambar 1. Grafik pengaruh berat katalis terhadap produksi biodiesel

2. Perolehan biodiesel dengan variasi rasio mol minyak:metanol

Gambar 2 memperlihatkan proses sintesis biodiesel dilakukan pada suhu 70°C dengan waktu reaksi selama 3 jam dan jumlah katalis H_2SO_4 optimum yang sebelumnya didapat pada percobaan variasi berat katalis sebesar 3 g. Perbandingan molar minyak goreng bekas dengan metanol yang digunakan adalah 1:6; 1:12; 1:18; dan 1:24. Gambar 2 menunjukkan bahwa kondisi optimum rasio mol sampel terhadap metanol adalah 1:18 dengan konversi biodiesel sebesar 70,35%. Konversi biodiesel yang diperoleh oleh Nelvia (2008) dengan perbandingan mol



Gambar 2. Grafik hubungan rasio mol metanol:minyak terhadap hasil biodiesel

minyak:metanol 1:9 adalah sebesar 74,595%. Jika konsentrasi metanol ditingkatkan di atas atau dikurangi di bawah kondisi optimumnya, tidak ada peningkatan yang berarti dalam produksi biodiesel tetapi kelebihan atau kekurangan konsentrasi metanol mengakibatkan terjadinya peningkatan pembentukan gliserol dan emulsi (Nelvia, 2008).

Data hasil penelitian menunjukkan bahwa biodiesel maksimal yang diperoleh adalah sebesar 70,35%, dengan kondisi optimum reaksi esterifikasi, yaitu berat katalis H_2SO_4 3 g, rasio mol minyak:metanol 1:18, suhu reaksi 70°C, dan waktu reaksi selama 2 jam. Hasil ini berbeda dengan yang didapat oleh Setiowati (2014) yang mensintesis biodiesel dari minyak goreng bekas melalui satu tahapan reaksi, yaitu transesterifikasi katalis CaO cangkang kerang darah. Minyak goreng bekas yang digunakan tidak mengalami perlakuan awal karena kandungan asam lemak bebasnya rendah. Hasil maksimal yang didapat Setiowati (2014) adalah 82,25%, dengan nilai asam lemak bebas minyak goreng bekas sebesar 0,4992% dan kandungan air 0,290%. Hasil biodiesel yang didapat Setiowati (2014) lebih tinggi dari penelitian ini karena faktor asam lemak bebas minyak goreng bekas yang lebih rendah daripada minyak goreng bekas yang digunakan pada penelitian ini.

Hasil penelitian ini juga menunjukkan *yield* yang berbeda dengan yang diperoleh oleh Asnibar (2014), yang meneliti sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas melalui tahap transesterifikasi dengan katalis CaO dari cangkang kerang darah. Namun sebelum dilakukan reaksi, Asnibar (2014) melakukan tahapan netralisasi minyak goreng bekas menggunakan larutan $NaOH$. Tujuan netralisasi adalah untuk menurunkan asam lemak bebas minyak goreng bekas, yaitu dari awalnya sebesar 4,86% menjadi 0,87%. Hasil yang diperoleh lebih rendah dibandingkan dengan yang didapat pada penelitian ini, yaitu sebesar 70,20%. Hasil yang rendah ini terjadi karena asam lemak bebas yang digunakan

sedikit lebih tinggi dibandingkan pada penelitian ini, walaupun sudah dilakukan netralisasi sebelum transesterifikasi. Alasan lain juga terjadi karena perlakuan awal minyak goreng bekas berbeda dengan penelitian ini, Asnibar (2014) melakukan netralisasi sedangkan penelitian ini reaksi esterifikasi.

Hasil maksimal yang didapat pada penelitian ini lebih rendah dibandingkan dengan penelitian Utami (2013), yang mensintesis biodiesel dari minyak goreng *Sunco* melalui transesterifikasi dengan katalis CaO dari cangkang kerang darah. Utami (2013) memperoleh hasil biodiesel maksimal sebesar 85,9%. Hal ini karena perbedaan bahan baku yang digunakan. Utami (2013) menggunakan minyak goreng yang sudah murni, yaitu minyak goreng *Sunco*. Minyak goreng yang sudah murni ini memiliki asam lemak bebas yang sangat rendah, yaitu 0,089% sehingga reaksi tidak terganggu dengan adanya asam lemak bebas dan biodiesel yang dihasilkan lebih banyak.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh kesimpulan bahwa kondisi reaksi esterifikasi optimum penelitian ini adalah berat katalis 3 g, rasio mol minyak:metanol 1:18, dan suhu reaksi 70 °C, waktu reaksi selama 3 jam merupakan variabel tetap reaksi esterifikasi. Variabel tetap pada transesterifikasi adalah berat katalis CaO 4 g, rasio mol minyak:metanol 1:6, suhu 60 °C, dan waktu reaksi 3 jam, menghasilkan biodiesel sebesar 70,35%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Sains Material jurusan Kimia Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau Pekanbaru yang telah menyediakan fasilitas dan tempat dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Asnibar, S. 2014. Transesterifikasi minyak goreng bekas untuk produksi biodiesel dengan katalis CaO dari limbah cangkang kerang darah *Anadara granosa*) kalsinasi 800 °C. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau, Pekanbaru.
- Azis, I., Nurbayti, S. dan Ulum, B. 2011. Pembuatan Produk Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Valensi* 2 (3) : 443-448.
- Kesuma, R. 2013. “Pengamat: Cadangan Minyak Indonesia Tinggal 12 Tahun”. *Tempo*. 17 Desember 2013.
- Korbitz, W. 1999. Biodiesel Production In Europe And North America, An Encouraging Prospect. *Journal of Renewable Energy* 16 : 1078-1083.
- Nelvia, S. 2008. Pembuatan Biodiesel dari Crude Palm Oil (CPO) berkatalis Kalsium Oksida (CaO). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau, Pekanbaru.

- Prihandana, R., Hendroko, R. dan Nuramin, M. 2006. *Menghasilkan biodiesel murah, mengatasi polusi dan kelangkaan BBM*. Agromedia Pustaka, Jakarta.
- Sagala, E. T. 2007. Produksi Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Reaksi Esterifikasi Asam Sulfat dan Transesterifikasi Natrium Hidroksida. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Riau, Pekanbaru.
- Susilo, B. 2006. *Sumber Energi Alternatif Pengganti Solar yang Terbuat dari Ekstrak Minyak Jarak Pagar*. Trubus Agrisaran, Surabaya.
- Utami, W. 2013. Sintesis Biodiesel menggunakan Katalis yang Bersumber dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Riau, Pekanbaru.