

Pengaruh Berat Katalis dan Perlakuan Aktivasi Katalis Lempung terhadap Pembuatan Biodiesel dari Minyak Nyamplung

Fathiyah Zulfahni¹⁾, Syaiful Bahri²⁾, Wisrayetti²⁾

¹⁾Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia S1, ²⁾Dosen Teknik Kimia
Laboratorium Teknik Reaksi Kimia dan Katalisis
Program Studi Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Bina Widya Jl. HR. Soebrantas Km. 12,5 Simpang Baru, Panam
Pekanbaru 28293
Email : fathiyahzulfahni@yahoo.com

ABSTRACT

This study aims to produce biodiesel from callophylum oil by using heterogeneous clay catalyst from Palas village. Characteristic of clay catalyst for biodiesel synthesis that will be analyzed in this research such as Si/Al ratio, surface area and pore size. Clay catalyst is made by grinding the clay until its size -100 +200 mesh. Clay was activated using H₂SO₄ solution with variation of the concentration 0,5 N, 1 N and 2 N. The mixture is filtered using a vacuum pump and calcined at 300 °C for 3 hours. The producing of biodiesel through two stages: esterification and transesterification. In transesterification, clay catalyst is used having variation of catalyst weight was 0,1%, 0,5% and 1%, sample of oil 50 gram and ratio oil and methanol 1:9. The reaction lasted for 60 minutes at 60 °C. The largest biodiesel yield on the use of 1% clay catalyst with variation of acid 1 N i.e. 89,50%. Characteristics of catalyst has a high Si/Al and a surface area ratio respectively 25,74 and 37,641 m²/gr, and pores are scattered on the surface. Biodiesel produced in accordance with predefined standards (SNI 7128:2015).

Keywords: *biodiesel, callophylum oil, Palas clay, transesterification.*

1. Pendahuluan

Energi fosil telah menjadi penggerak pertumbuhan ekonomi Indonesia dimasa lalu dan saat ini. Tren pengembangan energi di masa depan diharapkan akan bergeser dari energi berbasis fosil menjadi energi baru terbarukan, sepanjang keekonomiannya memenuhi. Hal ini disebabkan karena energi fosil merupakan sumber daya yang tidak dapat diperbarui sehingga lambat laun akan habis, padahal Indonesia mempunyai sumber daya energi terbarukan yang signifikan. Salah satu bentuk energi terbarukan yang saat ini mulai dikembangkan adalah biodiesel.

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif berupa metil ester asam lemak yang dihasilkan dari sumber daya hayati, seperti minyak atau lemak yang berasal dari tumbuhan atau hewan. Secara umum biodiesel lebih baik dibandingkan dengan petrodiesel karena biodiesel dapat diperbaharui (*renewable*) dan dapat terurai secara alami (*biodegradable*). Biodiesel juga bersifat nontoksik dan relatif ramah lingkungan karena kandungan emisi gas buang dan sulfur yang rendah.

Salah satu sumber daya hayati yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel adalah minyak yang berasal dari tanaman nyamplung. Tanaman

nyamplung berpotensi sebagai bahan baku untuk pembuatan biodiesel karena rendemen minyak pada bijinya mencapai >50%. Tanaman nyamplung juga bersifat *non-edible* (tidak dapat dikonsumsi manusia) sehingga pemanfaatannya tidak berkompetisi dengan kepentingan pangan. Budidaya tanaman nyamplung relatif mudah karena tanaman nyamplung memiliki toleransi yang tinggi terhadap berbagai jenis tanah, pasir maupun tanah yang mengalami degradasi.

Proses pembuatan biodiesel yang paling banyak digunakan adalah melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Pada umumnya, pembuatan biodiesel dilakukan dengan menggunakan katalis homogen. Kekurangan dari katalis homogen adalah katalis ini bersifat higroskopik dan dapat bereaksi dengan alkohol membentuk air, sehingga akan mempengaruhi produk yang dihasilkan (Leung dan Guo, 2006). Dampak lingkungan yang ditimbulkan oleh penggunaan katalis homogen adalah menghasilkan limbah beracun dan berbahaya.

Katalis homogen ini dapat digantikan dengan katalis heterogen yang lebih ramah lingkungan, mudah dipisahkan dari produk di akhir proses, stabil pada suhu tinggi, pori yang besar dan murah (Ulfayana, 2014). Salah satu katalis heterogen yang digunakan untuk meningkatkan *yield* biodiesel adalah lempung. Pemilihan lempung sebagai katalis dikarenakan struktur lempung yang mempunyai pori lebih besar, stabilitas termal tinggi, luas permukaan lebih luas, dan aktivitas katalitik yang baik (Armalita, dkk, 2015).

Salah satu bahan yang dapat dijadikan sebagai katalis adalah lempung alam yang terletak di daerah Desa Palas Kecamatan Rumbai, Pekanbaru. Kualitas lempung sebagai katalis dapat ditingkatkan salah satunya dengan cara diaktivasi secara kimia yaitu dengan larutan asam.

Aktivasi katalis bertujuan untuk memperbanyak situs aktif katalis dengan cara melarutkan ion-ion pengotor yang berada pada permukaan katalis (Nurhasanah, 2017).

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak nyamplung yang berasal dari Koperasi Jarak Lestari Cilacap Jawa Tengah, katalis lempung yang berasal dari Desa Palas, Kecamatan Rumbai Pesisir, Pekanbaru, Riau, H_2SO_4 (*pa grade*, Merck), H_3PO_4 (*technical grade*, Brataco Chemika), $H_2C_2O_4$, KOH (*technical grade*), etanol (*technical grade*), metanol (*pa grade*, Merck), indikator PP, dan akuades.

Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah lumpang porselin, ayakan 100 dan 200 *mesh*, satu set motor pengaduk, *oven*, *heating mantle*, timbangan analitik, kertas saring, *furnace*, *magnetic stirrer*, reaktor alas datar, *heater*, labu leher tiga, termometer, kondensor, alat titrasi, erlenmeyer, gelas kimia, corong pisah, labu ukur, gelas ukur, pipet tetes, buret, piknometer dan viskometer *Oswald*. Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini antara lain yaitu sebagai berikut.

Preparasi Katalis Lempung

Tahap pertama pada pembuatan katalis yaitu, batu lempung ditumbuk dan diayak dengan ukuran -100+200 *mesh* dengan ketentuan ukuran partikel yang diambil merupakan partikel yang lolos pada pengayak 100 *mesh* dan tertahan pada pengayak 200 *mesh*.

Selanjutnya dilakukan proses aktivasi lempung dengan cara mencampurkan lempung sebanyak 100 gram ke dalam 400 ml larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 0,5 N, 1 N dan 2 N. Campuran tersebut diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam pada suhu 60 °C. Selanjutnya campuran didinginkan dan disaring dengan menggunakan pompa vakum. Padatan yang

diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 300 °C selama 3 jam lalu didinginkan dalam desikator. Lempung yang telah diaktivasi selanjutnya dianalisa untuk mengetahui karakteristik katalis.

Proses Degumming

Minyak nyamplung ditimbang kemudian dipanaskan hingga mencapai suhu 80 °C sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah itu ditambahkan asam fosfat sebanyak 0,3% dari berat minyak. Suhu minyak dipertahankan selama 15 menit sambil diaduk. Selanjutnya, minyak dimasukkan kedalam corong pemisah untuk memisahkan pengotor-pengotornya. Kemudian minyak dianalisa karakteristiknya meliputi densitas, viskositas, kadar asam lemak bebas, kadar air, serta dilihat perubahan warna yang terjadi pada minyak (Kharnofa, 2016).

Proses Esterifikasi

Minyak hasil *degumming* ditimbang sebanyak 100 gram dan dimasukkan ke dalam reaktor esterifikasi. Reaktor ditempatkan di atas pemanas untuk menjaga suhu reaksi yaitu 60 °C. Setelah suhu reaksi tercapai, pereaksi metanol yang telah diukur dengan perbandingan rasio mol minyak : metanol 1:12 dan katalis H₂SO₄ sebanyak 1%-b ditambahkan ke dalam reaktor. Setelah reaksi berlangsung selama 1 jam, produk esterifikasi dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 1 jam sampai terbentuk dua lapisan (Putri dkk, 2015). Lapisan bawah dipisahkan dari lapisan atas berupa katalis H₂SO₄ dan metanol sisa dan dilanjutkan ke tahap transesterifikasi. Sebelum dilanjutkan ke tahap transesterifikasi lapisan bawah dari produk esterifikasi dihitung kadar ALB-nya terlebih dahulu.

Proses Transesterifikasi

Produk esterifikasi ditimbang

sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam reaktor transesterifikasi dan dipanaskan hingga mencapai suhu reaksi yaitu 60 °C. Setelah suhu reaksi tercapai, katalis lempung 0,1%-b yang diaktivasi dengan asam sulfat 0,5 N dan metanol yang telah diukur dengan perbandingan rasio mol minyak dan metanol 1:9 ditambahkan ke dalam reaktor. Setelah reaksi berlangsung selama 90 menit, produk transesterifikasi didinginkan dan disaring dengan kertas saring. Endapan berupa katalis dipisahkan dari filtratnya. Filtrat tersebut dilanjutkan ke proses pemisahan dan pemurnian biodiesel. Prosedur yang sama diulangi untuk berat katalis 0,5% dan 1%.

Proses Pemisahan dan Pemurnian

Filtrat yang telah dipisahkan dari katalis dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 6 jam hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah berupa *crude* biodiesel dipisahkan dari lapisan atas berupa metanol sisa reaksi. *Crude* biodiesel kemudian dimurnikan dengan cara dicuci dengan akuades yang telah dipanaskan pada suhu 60 °C. Kemudian biodiesel dipanaskan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 60 menit untuk menguapkan metanol sisa reaksi dan air (Setiadi, 2015). Selanjutnya biodiesel ditimbang untuk menentukan *yield* yang dihasilkan dan dianalisa untuk mengetahui karakteristiknya.

3. Hasil dan Pembahasan

Proses Degumming

Bertujuan untuk mengurangi pengotor-pengotor yang terdapat didalam minyak nyamplung seperti fosfolipid, serat yang ikut terbawa saat proses ekstraksi minyak dan pengotor lainnya. Pemilihan asam fosfat pada proses *degumming* agar terjadi proses koagulasi dan flokulasi sehingga memungkinkan partikel pengotor dapat mengendap karena adanya tumbukkan antar

flok yang terjadi dengan bantuan pengadukan. Minyak nyamplung hasil proses *degumming* ditentukan karakteristiknya meliputi densitas, viskositas, kadar air dan kadar asam lemak bebas. Karakteristik minyak nyamplung sebelum dan setelah proses *degumming* dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Karakterisasi Minyak Nyamplung Sebelum dan Sesudah *Degumming*

Karakteristik	Satuan	Sebelum <i>degumming</i>	Setelah <i>degumming</i>
Densitas	kg/m ³	939	911
Viskositas	mm ² /s	6,98	6,63
Kadar Air	%	1,98	0,99
Kadar ALB	%	20,43	18,17

Proses Esterifikasi

Dari Tabel 3.1 dapat dilihat bahwa kadar air yang terdapat pada minyak nyamplung setelah proses *degumming* yaitu 0,99%, sedangkan kadar ALB-nya yaitu 18,17%. Kadar air berbanding lurus dengan kadar ALB dimana semakin tinggi kadar air, maka kadar ALB pada minyak juga akan meningkat. Reaksi esterifikasi merupakan salah satu proses perlakuan awal dalam pembuatan biodiesel yang bertujuan untuk mengurangi kadar air dan kadar ALB yang tinggi pada minyak. Setelah dilakukan tahap reaksi esterifikasi, kadar ALB minyak nyamplung menurun dari 18,17% menjadi 1,53% dan kadar air menurun dari 0,99% menjadi 0,39%.

Karakterisasi Katalis Lempung Palas

Lempung alam masih memiliki luas permukaan yang kecil sehingga kualitas lempung sebagai katalis masih rendah. Oleh karena itu, sebelum digunakan pada proses transesterifikasi, lempung terlebih dahulu diaktivasi menggunakan asam sulfat. Aktivasi lempung dengan asam sulfat dapat menghilangkan pengotor organik maupun anorganik dan dapat meningkatkan kristalinitas dari lempung. Selain itu, proses

aktivasi lempung menyebabkan terjadinya dealuminasi dan dekarbonasi, yaitu keluarnya atom Al sehingga dapat meningkatkan rasio Si/Al (Herald, 2003).

Karakterisasi katalis lempung menggunakan BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan lempung sebelum dan sesudah aktivasi. Hasil analisa luas permukaan katalis dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Analisa Luas Permukaan Katalis

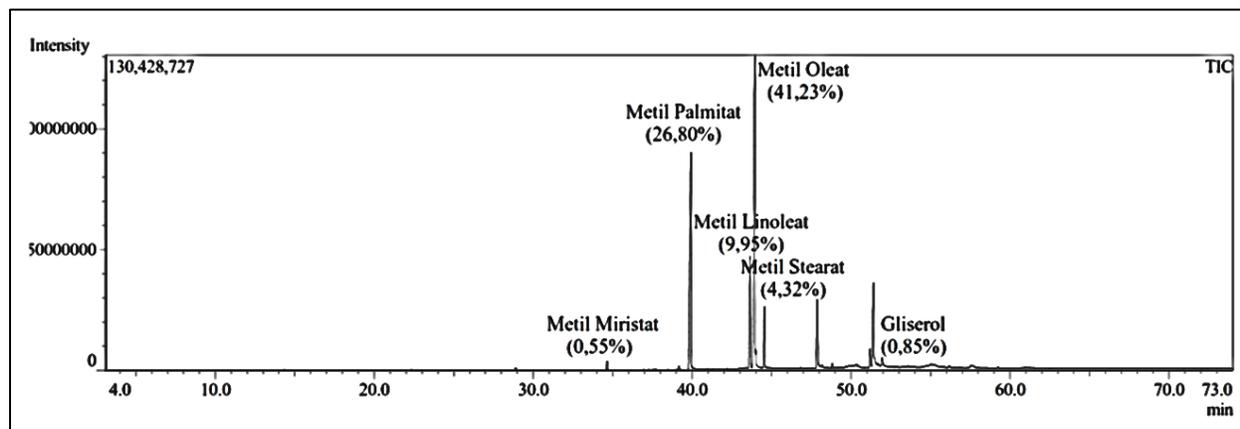
No	Katalis	Luas Permukaan (m ² /gr)
1.	Lempung Tanpa Aktivasi	1,875
2.	Lempung Aktivasi Asam 0,5 N	15,089
3.	Lempung Aktivasi Asam 1 N	25,262
4.	Lempung Aktivasi Asam 2 N	37,641

Peningkatan luas permukaan pada lempung teraktivasi asam disebabkan oleh interaksi lempung dengan asam dapat melepaskan ion Al³⁺, Fe²⁺, Mg dan pengotor-pengotor lainnya dari struktur sehingga kisi kristal lempung menjadi lebih bersih (Zatta dkk, 2012). Komponen-komponen yang terdapat di dalam katalis dapat diketahui melalui analisa EDX. Hasil analisa EDX dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Hasil Analisa EDX Katalis

No.	Sampel	Tanpa Aktivasi	Aktivasi Asam 0,5 N	Aktivasi Asam 1 N	Aktivasi Asam 2 N
		Komposisi (%berat)	Komposisi (%berat)	Komposisi (%berat)	Komposisi (%berat)
1.	C	13,16	12,52	9,06	6,25
2.	MgO	0,52	0,79	0,43	0,62
3.	Al ₂ O ₃	12,57	8,20	5,26	3,08
4.	SiO ₂	70,63	74,05	76,07	79,29
5.	SO ₃	-	0,77	6,27	6,65
6.	K ₂ O	0,54	0,81	0,56	0,73
7.	TiO ₂	0,64	0,79	-	1,62
8.	FeO	1,94	2,07	2,35	1,75
	Rasio Si/Al	5,62	9,03	14,46	25,74

Pada Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa rasio Si/Al semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam yang digunakan untuk aktivasi katalis. Aktivitas dan selektivitas katalis dapat dilihat dari rasio Si/Al yang terdapat didalam katalis. Lempung dengan komposisi



Gambar 3.2 Perbandingan Hasil Analisa GC-MS

atom Si tinggi mempunyai keelektronegatifan yang tinggi dan lebih stabil dalam lingkungan asam kuat (Zatta, dkk, 2012).

Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel yang dihasilkan diuji karakteristiknya yaitu densitas, viskositas, angka asam dan titik nyala dengan memperhatikan standar mutu biodiesel menurut SNI 04-7182-2015 yang ditampilkan pada tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.4 Karakteristik Biodiesel dibandingkan Standar Nasional Indonesia

Katalis	Berat Katalis	Densitas pada 40°C (kg/m ³)	Viskositas pada 40°C (cSt)	Angka Asam (mg-KOH/g)	Titik Nyala (°C)	Yield (%)
Aktivasi	0,1%	871	5,17	0,66	123	84,57
Asam	0,5%	869	5,00	0,64	125	86,31
0,5 N	1%	868	4,87	0,59	126	87,65
Aktivasi	0,1%	881	5,23	0,74	124	87,13
Asam	0,5%	878	4,96	0,59	126	88,25
1 N	1%	874	4,81	0,53	129	89,50
Aktivasi	0,1%	873	5,14	0,59	126	87,37
Asam	0,5%	871	4,92	0,72	128	86,63
2 N	1%	867	4,86	0,69	127	86,10
Lempung Tanpa Aktivasi	1%	884	5,10	0,77	128	70,68
SNI 04-7128-2015		850 – 890	2,3 – 6,0	Maks. 0,5	Min. 100	

Tabel 3.4 menunjukkan bahwa hasil karakterisasi fisika biodiesel yaitu densitas, viskositas, angka asam dan titik nyala tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Analisa sifat kimia biodiesel diuji dengan menggunakan GC-MS. Analisa GC-MS

bertujuan untuk mengetahui senyawa-senyawa kimia yang terdapat didalam biodiesel. Hasil analisa GC-MS yang dapat dilihat pada Gambar 3.2.

Pada Gambar 3.2 puncak tertinggi yang menjadi komponen utama biodiesel yaitu senyawa metil ester. Puncak tertinggi yaitu metil oleat dengan luas area 41,23% dan metil palmitat dengan luas area 26,80%. Pada kromatogram biodiesel juga terdapat senyawa metil ester lainnya seperti metil linoleat (9,95%), metil stearat (4,32%) dan metil miristat (0,55%).

4. Kesimpulan

Pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung dengan menggunakan katalis lempung Palas menghasilkan biodiesel yang dapat digunakan sebagai energi alternatif. Katalis lempung Palas yang bersifat asam dapat digunakan untuk membuat biodiesel dari minyak nyamplung karena memiliki luas permukaan dan rasio Si/Al yang tinggi berturut-turut yaitu 37,641 m²/gr dan 25,74 serta pori-pori yang tersebar pada permukaan. Katalis lempung palas terbaik adalah lempung dengan aktivasi menggunakan konsentrasi asam 1 N dengan berat katalis 1% yang menghasilkan yield tertinggi yaitu 89,50%.

Daftar Pustaka

- Armalita, R. D., S. Bahri, dan Yusnimar. 2015. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Bintaro dengan Reaksi Transesterifikasi dan Katalis Lempung. *JOM FTEKNIK 2*.
- Herald, E., S.W. Hisyam dan Sulistiyono. 2003. Karakterisasi dan Aktivasi Zeolit Alam Ponorogo. *Indonesian Journal of Chemistry*, 3 (2) : 91-97.
- Kharnofa, T., S. Bahri, dan Yusnimar. 2016. Produksi Biodiesel dari Minyak Nyamplung dengan Katalis Ni/Lempung. *JOM FTEKNIK 3*.
- Leung, D. Y., dan Y. Guo. 2006. Transesterification of Neat and Used Frying Oil: Optimization for Biodiesel Production. *Fuel Process Technol*, 87: 883-90.
- Nurhasanah. 2017. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk (Ceiba pentandra) dengan Katalis Lempung Teraktivasi: Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Aktivasi Katalis. *JOM FTEKNIK 4*.
- Putri, F. D., Z. Helwani, dan Drastinawati. 2015. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Sawit Off-Grade Menggunakan Katalis CaO Melalui Proses Dua Tahap. *Rekayasa dan Lingkungan* 10 (3): 99-105.
- Setiadi, F. 2015. Kajian Minyak Biji Picung sebagai Bahan Baku Alternatif Pembuatan Biodiesel dengan Katalis Al₂O₃ dalam Mewujudkan Green Energy and Technology. *Skripsi*. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Ulfayana, S. 2014. Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis pada Tahap Transesterifikasi Pembuatan Biodiesel dari Sawit *Off Grade*. *Skripsi*. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Zatta, L., L. P. Ramos, F. Wypych. 2012. Acid Activated Montmorillonite as Catalysts in Methyl Esterification

Reactions of Lauric Acid. *Journal of Oleo Science*. 61 (9): 497-504.