

Pembuatan Na₂O/Serbuk Besi Sebagai Katalis pada Proses Transesterifikasi Minyak Sawit *Off Grade* menjadi Biodiesel

Muhammad Rifter Hanafi¹⁾, Zuchra Helwani²⁾, Edy Saputra²⁾

¹⁾Mahasiswa Teknik Kimia ²⁾Dosen Teknik Kimia,

Laboratorium Teknologi Oleokimia

Program Studi Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

muhammad.rifter1264@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Heterogeneous solid base catalyst synthesized with iron powder to load sodium oxide through impregnation and calcination method. The optimum conditions for the manufacture of catalysts investigated. Effect of weight ratio of Na₂O to iron powder and calcination temperature on the catalytic performance were studied. The catalyst with the highest activity is obtained when the weight ratio of Na₂O to iron powder is 70:30 and calcination temperature of 550 °C under transesterification reaction conditions of a molar ratio of methanol : oil 8:1, catalyst dosage of 2% by weight, temperature of 60 °C for 3 hours with biodiesel results reached 86.40%.

Keywords : *biodiesel, calcination, catalysts, impregnation, iron powder, sodium oxide, transesterification.*

1. Pendahuluan

Biodiesel telah menarik perhatian dalam beberapa tahun terakhir sebagai bahan bakar terbarukan dengan emisi polutan lebih sedikit dibandingkan dengan diesel. Selain itu, biodiesel mudah terurai (*biodegradable*), tidak beracun, bahan bakar yang dapat dengan mudah diproduksi melalui reaksi esterifikasi dan atau transesterifikasi. Kebanyakan biodiesel saat ini diproduksi menggunakan katalis homogen seperti natrium metoksida, natrium atau potasium hidroksida (Tang dkk., 2012). Namun, kerugian utama penggunaan katalis ini yaitu tidak dapat digunakan kembali atau diregenerasi, sulit dipisahkan dari produk dan membutuhkan peralatan lebih untuk pemisahan dan pemurnian

sehingga biaya produksi menjadi tinggi (Marinkovic dkk., 2016).

Penggunaan katalis basa padat heterogen dapat dijadikan sebagai alternatif pengganti katalis homogen. Beberapa kelebihan dari katalis ini adalah tidak larut dalam metanol dan dapat digunakan kembali (Arzamendi dkk, 2007). Katalis heterogen yang banyak dikembangkan saat ini diantaranya NaOH/Al₂O₃ (Taufiq dkk., 2011), NaNO₃/γ-Al₂O₃ (Islam dkk., 2013), Na₂O/NaX (Martinez dkk., 2014), Na₂O/NaX (Mucino dkk., 2015) dan sebagainya.

Menurut Martinez dkk. (2014), Na₂O merupakan sumber sisi basa yang kuat pada katalis Na₂O/NaX zeolite dan dengan demikian meningkatkan reaktivitas katalis

tersebut. Na_2O digunakan sebagai *support* NaX zeolite pada proses transesterifikasi. Penambahan Na_2O pada katalis meningkatkan *yield* dan kebasaaan, namun berbanding terbalik dengan *surface area* dari katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{NaX}$ yang menurun dikarenakan volume mikropori zeolite yang menurun akibat *loading* Na_2O . Pada proses transesterifikasi, Na_2O mudah bereaksi dengan ALB membentuk sabun sehingga dapat mengurangi *yield*. Untuk mengatasi masalah tersebut maka Na_2O harus diimpregnasi dengan *support* katalis atau oksida logam.

Beberapa peneliti telah menggunakan oksida logam sebagai *support* katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi. Martinez dkk. (2014) menggunakan Na_2O dengan prekursor Natrium Asetat sebagai katalis dalam produksi biodiesel dengan katalis yang digunakan *disupport* dengan NaX zeolite faujasit. Mucino dkk. (2015) membandingkan katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{NaX}$ dan $\text{K}_2\text{O}/\text{NaX}$ mendapatkan *yield* biodiesel optimum sebesar 98% dan 94% pada kedua katalis. Katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{NaX}$ memiliki usabilitas lebih baik dari pada $\text{K}_2\text{O}/\text{NaX}$, hasil yang didapatkan lebih tinggi, waktu reaksi lebih singkat, dan siklus penggunaan lebih banyak dan stabil. Aktifitas katalis sangat bergantung pada tingkat kebasaaan katalis, sedangkan pada *support* katalis yang lebih besar, aktifitas katalitik dipengaruhi oleh luas permukaan katalis (Islam dkk., 2013). Menurut Marinkovic dkk. (2016), kebasaaan katalis dapat ditingkatkan dengan cara menambah jumlah situs basa katalis melalui proses pengembanan (*loaded*) katalis kedalam senyawa alkali atau oksida logam. Dengan peningkatan suhu dan waktu kalsinasi, katalis secara bertahap berubah menjadi kristal yang stabil dan luas permukaan menigkat. Namun, jika suhu dan waktu kalsinasi melewati batas optimum akan terbentuk gumpalan-gumpalan (aglomerasi) pada permukaan katalis

sehingga mengurangi luas permukaan katalis dan menyebabkan aktivitas katalitik menurun dan *yield* yang diperoleh menjadi rendah (Liu dkk., 2010). Kinerja katalis Na_2O dipengaruhi oleh karakteristik dari katalis tersebut.

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh rasio persentase berat Na_2O /serbuk besi dan temperatur kalsinasi terhadap kinerja katalitik katalis. Diharapkan dengan menggunakan rasio dan suhu kalsinasi katalis yang optimal akan meningkatkan kinerja katalis yang dihasilkan sehingga dapat meningkatkan *yield* biodiesel serta mempermudah dalam proses pemisahan katalis.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan yaitu minyak sawit *off grade*, aquades, serbuk besi, NaNO_3 , metanol p.a, H_2SO_4 pekat, etanol teknis, indikator PP, asam oksalat, KOH dan magnet.

2.2 Alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan 100/200 mesh, labu leher tiga 500 ml, *magnetic stirrer*, *oven*, *furnace*, *heating mantel*, *hot plate*, timbangan analitik, kondensor, *spindle hydraulic press*, piknometer 10 ml, viskometer *ostwald*, gelas piala 250 ml, buret, erlenmeyer, termometer, pipet tetes, gelas ukur 50 ml, statif, *Cleveland Flash Point Tester*, GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*).

2.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini melalui beberapa tahapan dalam pengerjaannya, yaitu :

2.3.1 Persiapan Bahan Baku

Buah sawit *off grade* diekstraksi dengan metode artisanal. Langkah pertama buah dicuci agar terbebas dari kotoran berupa pasir dan mahkota buah. Selanjutnya buah dikukus di dalam dandang selama 120 menit agar buah menjadi lunak. Setelah proses pengukusan selesai, buah dipress menggunakan alat *spindle hydraulic press*. Hasil ekstraksi selanjutnya dimasukkan ke dalam corong pisah hingga terbentuk dua lapisan yaitu minyak dan air. Minyak yang diperoleh kemudian dianalisa untuk mengetahui kadar ALB dan kadar air.

2.3.2 Persiapan Katalis Basa Padat Heterogen Na₂O/Serbuk Besi

Langkah awal, serbuk besi diayak dengan ukuran ayakan -100/+200 mesh, kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pasir dan kotoran lain lain yang menempel pada serbuk besi sampai air pencuci terlihat jernih dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 110 °C. Selanjutnya natrium nitrat (NaNO₃) dan serbuk besi ditimbang sesuai variabel rasio persentase berat katalis yaitu 70:30, 80:20 dan 90:10. Berdasarkan perhitungan, untuk membuat 20 gr katalis ditimbang NaNO₃ masing-masing 14 gr, 16 gr, 18 gr dan serbuk besi masing-masing 6 gr, 4 gr, 2 gr. NaNO₃ yang telah ditimbang dilarutkan dengan 250 ml aquades di dalam gelas kimia dan diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan serbuk besi dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* di atas *hot plate*. Kondisi proses dilakukan pada suhu 80 °C selama 4 jam dengan kecepatan pengadukan 700 rpm. Setelah 4 jam, proses dihentikan. Hasil dari pencampuran ini akan terbentuk *slurry*. *Slurry* dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan H₂O dan HNO₃ yang masih bersisa. *Slurry* yang sudah kering dikalsinasi di dalam *furnace* selama 4 jam pada suhu sesuai variabel proses mulai dari 450 °C, 550 °C

dan 650 °C. Katalis yang diperoleh selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan indikator Hammett dan XRD.

2.3.3 Reaksi Esterifikasi

Minyak hasil ekstraksi buah sawit *off grade* ditimbang sebanyak 150 gr dan dimasukkan ke dalam reaktor labu leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer. Proses dilakukan secara *batch* dan ditempatkan di atas *hot plate*. Setelah suhu reaksi mencapai 60 °C, pereaksi metanol dengan rasio molar metanol : minyak 12:1 dan katalis H₂SO₄ 1%-b ditambahkan kedalam reaktor. Reaksi berlangsung selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Kemudian campuran dipisahkan dalam corong pisah. Lapisan atas berupa katalis H₂SO₄ dan metanol sisa reaksi dipisahkan dari lapisan bawah yang akan dilanjutkan ke tahap reaksi transesterifikasi. Sebelum dilanjutkan ketahap transesterifikasi lapisan bawah terlebih dahulu dianalisa kadar ALBnya.

2.3.4 Reaksi Transesterifikasi

Lapisan bawah pada pemisahan produk hasil reaksi esterifikasi dimasukkan ke dalam reaktor labu leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer sebanyak 50 gr dan dipanaskan di atas *hot plate* hingga mencapai suhu reaksi 60 °C. Setelah suhu reaksi tercapai, metanol ditambahkan dengan rasio molar metanol : minyak 8:1 dan katalis Na₂O/serbuk besi sebanyak 2%-b minyak. Reaksi berlangsung selama 3 jam dengan kecepatan pengadukan 400 rpm menggunakan *magnetic stirrer*. Waktu awal reaksi mulai dihitung setelah katalis dan reaktan diumpankan ke dalam reaktor. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan dan katalis dipisahkan dari larutan menggunakan magnet. Langkah diatas diulangi dengan rasio persentase berat dan suhu kalsinasi katalis yang divariasikan. Campuran yang didapat dilanjutkan ke

proses pemisahan dan pemurnian biodiesel untuk memperoleh biodiesel yang sesuai dengan standar yang telah ditetapkan.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Ekstraksi Sawit *Off-grade*

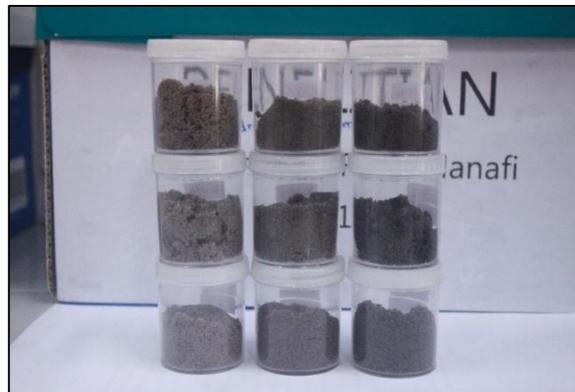
Buah sawit *off grade* dikukus untuk melunakkan *mesocarp* buah dan deaktivasi enzim lipase sehingga dapat mencegah peningkatan kadar ALB pada minyak (Budiawan dkk., 2013). Buah diekstraksi menggunakan alat *spindle hydraulic press* dimana proses ekstraksi menghasilkan minyak sawit *off grade* sebesar 15% atau sekitar 150 gr minyak untuk 1 kg buah sawit *off grade*. Selanjutnya minyak sawit *off grade* dianalisis untuk mengetahui karakteristiknya seperti kadar air dan kadar asam lemak bebas. Analisis karakteristik diperlukan untuk mengetahui perlakuan awal yang dibutuhkan pada proses pembuatan biodiesel. Karakteristik minyak sawit *off grade* ditampilkan pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1, minyak sawit *off grade* yang dihasilkan memiliki kadar air dan kadar asam lemak bebas (ALB) yang tinggi. Kadar air yang tinggi dalam minyak menyebabkan terjadinya hidrolisis yang merupakan salah satu penyebab terbentuknya ALB (Pahan, 2012). Selain itu, air juga dapat bereaksi dengan katalis sehingga akan menyebabkan jumlah katalis pada reaksi berkurang (Ulfayana dan Helwani, 2015).

3.2 Pembuatan Katalis Na_2O /Serbuk Besi

Penggunaan katalis Na_2O /serbuk besi pada proses transesterifikasi minyak sawit *off grade* menjadi biodiesel akan mempengaruhi kualitas, jumlah produk dan kondisi proses. Pada proses transesterifikasi, Na_2O mudah bereaksi dengan ALB membentuk sabun, sehingga berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan, dapat mengurangi *yield*, dan menyulitkan pada proses pemisahan, maka Na_2O harus di

support dengan padatan pengemban atau oksida logam (Benjapornkulaphong dkk., 2009). Hasil sintesis katalis ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Katalis Na_2O /Serbuk Besi

Selama proses kalsinasi, oksida logam aktif mulai terbentuk pada suhu 450-550 °C. Oksida logam umumnya dianggap sebagai situs yang aktif secara katalitik untuk reaksi transesterifikasi katalis heterogen (Benjapornkulaphong dkk., 2009). Selanjutnya komponen Na_2O akan terimpregnasi pada pori Fe_3O_4 yang terdapat pada serbuk besi. Di lain pihak, suhu kalsinasi dibutuhkan untuk meningkatkan kekuatan mekanik katalis mencegah terjadinya *leaching* (Helwani dkk., 2016).

3.3 Yield dan Karakteristik Biodiesel

3.3.1 Yield Biodiesel

Untuk mengetahui pengaruh dari komposisi Na_2O dan suhu kalsinasi katalis terhadap aktivitas katalis Na_2O /serbuk besi dengan indikator banyaknya *yield* biodiesel yang dihasilkan, semua katalis di uji pada kondisi reaksi transesterifikasi yang sama dari rasio mol metanol:minyak 8:1, konsentrasi katalis 2%-b dan suhu reaksi 60 °C selama 3 jam (Yoesepha dkk., 2016). *Yield* biodiesel yang dihasilkan berkisar antara 78,14% sampai 86,40% dengan *yield* tertinggi didapatkan sebesar 86,40% pada katalis Na_2O /serbuk besi dengan rasio berat 70:30 yang dikalsinasi pada suhu 550 °C.

Tabel 1. Karakteristik Minyak Sawit *Off Grade*

Karakteristik	Satuan	Hasil Ekstraksi	Standar CPO SNI 01-2901-2006
Warna		Jingga kemerahan	Jingga kemerahan
Kadar air	%	1,69	Maks 0,5
Kadar asam lemak bebas	%	9,28	Maks 0,5

Hasil yang diperoleh lebih tinggi dibandingkan Yoesepha dkk. (2016) dengan menggunakan katalis dan kondisi proses transesterifikasi yang sama. Berdasarkan perhitungan dengan perbandingan berat molekul, pada penelitian ini kadar Na_2O yang terdapat dalam katalis sebesar 72,91% begitu juga dengan penelitian Yoesepha dkk. (2016). Pada penelitian ini, proporsi antara prekursor Na_2O terhadap serbuk besi sedikit lebih ditingkatkan masing-masing sebesar 70:30, 80:20 dan 90:10 yang dikalsinasi masing-masing pada suhu 450, 550 dan 650 °C.

Sementara itu, Yoesepha dkk. (2016) menggunakan katalis Na_2O /serbuk besi dengan proporsi 45:55 yang dikalsinasi pada suhu 650 °C. Yoesepha dkk. (2016) mendapatkan *yield* biodiesel tertinggi sebesar 79,52% sedangkan pada penelitian ini mendapatkan *yield* biodiesel tertinggi sebesar 86,40%. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan komposisi Na_2O dan suhu kalsinasi berpengaruh besar terhadap aktivitas katalitik katalis yang berdampak terhadap perolehan *yield* biodiesel.

3.3.2 Karakteristik Biodiesel

Karakterisasi biodiesel dibutuhkan untuk membandingkan karakteristik biodiesel yang dihasilkan dengan standar mutu biodiesel Indonesia sehingga dapat digunakan sesuai kebutuhannya. Standar mutu yang digunakan adalah SNI 7182:2015 melalui Keputusan Dirjen EBTKE (Energi Baru Terbarukan dan Konservasi Energi) No.723/K/10/D.E/2013 yang disusun oleh Komite Teknis 27-04 Bioenergi dalam Forum Konsensus pada Tanggal 22 Desember 2014 di Jakarta (BSN, 2015).

Karakteristik yang dianalisis diantaranya adalah angka asam, titik nyala, densitas dan viskositas kinematik yang ditampilkan pada Tabel 2.

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa semua karakteristik biodiesel telah sesuai dengan standar SNI 7182:2015. Densitas dan viskositas biodiesel akan mempengaruhi reaksi pembakaran dan injeksi pada mesin. Titik nyala yang sesuai standar menandakan biodiesel aman dalam proses pengangkutan dan penyimpanan minyak. Angka asam yang sesuai standar menandakan biodiesel tidak bersifat korosif.

4. Kesimpulan

Katalis basa padat heterogen Na_2O /serbuk besi dapat dibuat dengan pemuatan Na_2O pada serbuk besi untuk menghasilkan biodiesel dari minyak sawit *off grade* yang berkualitas rendah melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. *Yield* biodiesel meningkat seiring dengan peningkatan komposisi Na_2O didalam katalis pada rasio persentase berat Na_2O /serbuk besi 70:30, 80:20 dan 90:10. Aktivitas katalitik terbaik dari katalis Na_2O /serbuk besi didapat pada komposisi 70:30 yang dikalsinasi pada suhu 550 °C dengan perolehan *yield* biodiesel sebesar 86,40%. Semakin tinggi suhu kalsinasi, *yield* biodiesel yang dihasilkan semakin rendah.

Daftar Pustaka

Arzamendi G., Campo, I., Arguinarena, E., Sanchez, M., Montes M. dan Gandia, L.M. 2007. Synthesis of Biodiesel with Heterogeneous NaOH/Alumina Catalysts: Comparison with Homogeneous NaOH. *Journal of*

Tabel 2. Karakteristik Biodiesel Hasil Penelitian

Karakteristik	Satuan	Biodiesel Hasil Penelitian	Standar SNI 7182:2015
Angka asam	mg-KOH/g	0,30	Maks. 0,5
Titik nyala	°C	140	Min. 100
Densitas	kg/m ³	886,10	850-890
Viskositas kinematik	mm ² /s	5,73	2,3-6,0

- Elsevier, Chemical Engineering Journal*. 134:123-130.
- Badan Standarisasi Nasional (BSN). 2015. Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015 tentang Syarat Mutu Biodiesel. Jakarta. Badan Standarisasi Nasional.
- Benjapornkulaphong, S., Ngamcharussrivichai, C dan K. Bunyakiat. 2009. Al₂O₃-supported Alkali and Alkali Earth Metal Oxides for Tranesterification of Palm Kernel Oil and Coconut Oil. *Chemical Engineering Journal*. 145:468-474.
- Budiawan, R. Zulfansyah, Fatra, W. dan Helwani, Z. 2013. Off Grade Palm Oil as A Renewable Raw Material for Biodiesel Production by Two-Step Processes. *ChESA Conference*. Januari. Banda Aceh. 7:40-50.
- Helwani, Z., Aziz, N., Kim, J. dan Othman, M.R. 2016. Improving The Yield of *Jatropha Curcas*'s FAME through Sol-Gel Derived Meso-porous Hydrotalcites. *Renewable Energy*. 86:68-74.
- Islam, A., Taufiq-Yap, Y.H., Chu, C.M., Ravinda, P. dan Chan, E.S. 2013. Transesterification of palm oil using KF and NaNO₃ catalysts supported on spherical millimetric γ -Al₂O₃. *Renewable Energy*. 59:23-29.
- Liu, C., Pengmei, Lv., Yuan, Z., Yan, F. dan Luo, W. 2010. The Nanometer Magnetic Solid Base Catalyst for Production of Biodiesel. *Renewable Energy*. 35:1531-1536.
- Marinkovic, D.M., Stankovic, M.V., Velickovic, A.V., Avramovic, J.M., Miladinovic, M.R., Stamenkovic, O.O., Veljkovic, V.B. dan Jovanovic, D.M. 2016. Calcium Oxide as a Promising Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production: Current State and Perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 56:1387-1408.
- Martinez, L.Z., Romero, R., Natividad R. dan Gonzalez, J. 2014. Optimization of Biodiesel Production from Sunflower Oil by Transesterification Using Na₂O/NaX and Methanol. *Catalysis Today*. 220-222:12-20.
- Mucino, G.E.G., Romero, R., Orozco, I.G., Serrano, A.R., Jimenez, R.B. dan Natividad, R. 2015. Deactivation study of K₂O/NaX and Na₂O/NaX catalysts for biodiesel production. *Catalysis Today*.
- Tang, S., Wang, L., Zhang, Y., Li, S., Tian, S. dan Wang, B. 2012. Study on Preparation of Ca/Al/Fe₃O₄ Magnetic Composite Solid Catalyst and Its Application in Biodiesel Transesterification. *Fuel Processing Technology*. 95:84-89.
- Taufiq-Yap, Y.H., Fitriyah, N., Abdullah dan Basri, M. 2011. Biodiesel Production via Transesterification of Palm Oil Using NaOH/Al₂O₃ Catalysts. *Sains Malaysiana*. 40:587-594.
- Ulfayana, S. dan Helwani, Z. 2014. Natural Zeolite for Transesterification Step Catalysts in Biodiesel Production from

Palm Off Grade. Abstract Book: Regional Conference on Chemical Engineering. Desember. Yogyakarta. 7: 22.

Yoesepha W., Helwani Z. dan Saputra, E. 2016. Produksi Biodiesel dari Minyak Sawit *Off Grade* Menggunakan Katalis $\text{Na}_2\text{O}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ Pada Tahap Transesterifikasi. *JOM*. Pekanbaru. Program Sarjana Teknik Kimia Universitas Riau.