

Produksi Biodiesel Dari Minyak Nyamplung Menggunakan Katalis Lempung; Pengaruh Rasio Mol Minyak : Metanol Dan Konsentrasi Aktivasi Katalis

Zakiyatul Husna¹⁾, Syaiful Bahri²⁾, Khairat²⁾

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 : zakiyatulhusna3504@gmail.com

ABSTRACT

Biodiesel is one of alternative energy to replace fossil fuels from vegetable oil. The aims of this research were to produce biodiesel from callophylum oil using heterogen catalyst clay, determine the characteristics of the activated clay catalyst, determine the optimal conditions of making biodiesel from callophylum oil, determine the physical and chemical properties of biodiesel produced, comparing the characteristics of physics biodiesel synthesized by standards SNI 1782-2015. Catalyst is made by grinding the clay palas to a size of -100 + 200 mesh. Clay was activated using H₂SO₄ solution with variation of concentrations 0,5 N, 1 N and 2 N. The mixture is filtered using a vacuum pump and calcined at 300°C for 3 hours. Production of biodiesel is carried out through two stages: esterification and trans-esterification. Before esterification, degumming process was done to remove impurities and gum contained in the oil. While in the trans-esterification process, variation in the mole ratio of oil : methanol is 1:6, 1:9 and 1:12, callophylum oil sample weight 50 gram and 1% by weight of clay catalyst added to the to trans-esterification reactor, reaction lasted for 120 minutes at 60°C with agitation speed 400 rpm. This research resulted in the largest biodiesel yield on the use of the activation of the acid concentration 2N variation mole ratio of oil : methanol 1:9 is 86.2 %. The Characteristics of the catalyst that has a surface area and ratio of Si/Al large enough that 25,74 and 37,64 (m²/g) with biodiesel produced almost in accordance with established standards (SNI 04-1782-2015).

Keywords: *biodiesel, callophylum oil, palas clay, transesterification*

1. Pendahuluan

Energi fosil masih menjadi penggerak pertumbuhan ekonomi baik dalam skala kecil maupun industri. Peran minyak bumi dalam penyediaan energi nasional pun masih dominan. Sekitar 53% kebutuhan energi nasional dipenuhi oleh minyak bumi. Sifat non renewable yang dimiliki energi fosil membuat keadaan semakin sulit dan lambat laun cadangan energi ini akan habis. Minyak bumi diperkirakan akan habis dalam 18 tahun.

Oleh karna itu pemerintah berupaya untuk mengurangi dampak yang ditimbulkan dengan cara mencari energi alternatif terbarukan berbahan baku nabati salah satunya yaitu biodiesel (Muhammad, 2014).

Pengembangan biodiesel di Indonesia sangat potensial, mengingat Indonesia merupakan negara tropis dan memiliki kekayaan alam yang belum termanfaatkan secara sempurna. Bahan dasar utama pembuatan biodiesel adalah minyak nabati

yang bisa diambil dari berbagai jenis tanaman, contohnya yaitu tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis*). Namun jenis tanaman tersebut termasuk dalam tanaman pangan, sehingga dapat mengakibatkan persaingan dalam konsumsi sebagai pangan dan sebagai bahan biodiesel. Oleh karena itu, pencarian bahan alternatif lain yang bersifat *non edible* (non pangan) terus gencardilakukan, salah satunya yaitu dari minyak biji nyamplung. Minyak biji nyamplung merupakan sumber daya energi terbarukan yang cukup potensial sebagai bahan dasar untuk pembuatan biodiesel tanpa harus bersaing dengan kebutuhan pangan (Pardede, 2012). Biji nyamplung memiliki kandungan minyak yang tergolong tinggi yaitu sebesar 40-73 %, sedangkan biji jarak pagar 40-60 % dan biji karet 40-50 % (Atabani dan Cesar, 2014).

Untuk mengatasi masalah tersebut, diperlukannya penggunaan katalis heterogen. Katalis heterogen lebih stabil, tidak menyebabkan korosi pada peralatan dan ramah lingkungan dibanding katalis homogen (Siregar, 2016). Salah satu bahan yang dapat dijadikan sebagai katalis heterogen adalah lempung alam. Riau merupakan salah satu Provinsi yang memiliki potensi lempung alam yang cukup besar seperti yang terdapat di Desa Palas Kecamatan Rumbai Kota Pekanbaru (Nadarlis, 2011). Kualitas lempung alam sebagai katalis dapat ditingkatkan dengan cara aktivasi. Aktivasi lempung bertujuan untuk memperbanyak situs aktif, meningkatkan stabilitas mekanik dan menghilangkan pengotor- pengotor pada katalis lempung alam (Bahri dan Rivai, 2010).

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*, *hot plate*, 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

Perlakuan awal pada lempung mengacu pada prosedur yang telah dilakukan oleh (Nurhayati, 2013). 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 (Nugrahaningtyas dkk, 2015). 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 (Nurhayati, 2013). 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. Proses dijalankan dan 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 dan katalis H₂SO₄ sebanyak 1%-b ditambahkan ke dalam reaktor (Atabani dan Cesar, 2014). Setelah reaksi berlangsung selama 3 jam, produk esterifikasi dimasukkan kedalam corong pisah dan didiamkan selama 6 jam sampai terbentuk 2 lapisan. 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 1%-b yang diaktivasi dengan asam sulfat 0,5N dan metanol yang telah diukur dengan perbandingan rasio mol minyak : metanol 1 : 6 ditambahkan ke

dalam reaktor. Setelah reaksi berlangsung selama 120 menit, produk transesterifikasi didinginkan dan disaring dengan kertas saring *whatman*. Endapan berupa katalis dipisahkan dari filtratnya. Filtrat tersebut dilanjutkan ke proses pemisahan dan pemurnian biodiesel. Prosedur yang sama diulangi untuk variasi rasio mol minyak terhadap metanol 1 : 9, 1 : 12 dan variasi aktivasi katalis asam 1 N dan 2 N terhadap lempung.

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	916	894
Viskositas	mm ² /s	6,71	6,29
Kadar Air	%	7,36	6,90
Kadar ALB	%	20,43	18,73
Warna		Hijau kehitaman	Coklat kemerah-merahan

Proses Esterifikasi

Dari Tabel 3.1 dapat dilihat bahwa kadar air yang terdapat pada minyak nyamplung setelah proses *degumming* yaitu 6,90%, sedangkan kadar ALB-nya yaitu 18,73%. 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 18,73% menjadi 1,58% dan kadar air menurun dari 6,90% menjadi 0,02%.

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 sehingga dapat meningkatkan rasio Si/Al (Nugraha, 2017).

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

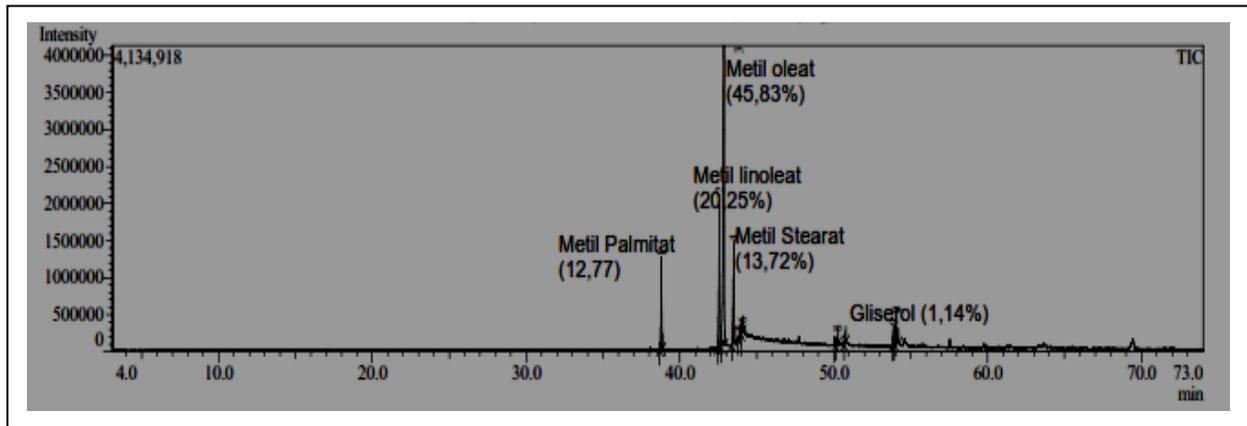
No	Katalis	Luas Permukaan (m ² /gr)
1.	Lempung Tanpa Aktivasi	1,875
2.	Lempung Aktivasi Asam 0,5 N	15,089
3.	Lempung Aktivasi Asam 1 N	25,262
4.	Lempung Aktivasi Asam 2 N	37,641

Peningkatan luas permukaan pada lempung teraktivasi asam disebabkan oleh interaksi lempung dengan asam sebagai agen dealuminasi dapat melepaskan ion Al³⁺, Fe⁺², Mg dan pengotor-pengotor lainnya yang menutupi pori-pori katalis lempung sehingga kisi kristal lempung menjadi lebih bersih (Nugraha, 2017). 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 dan kandungan senyawa SO₃ semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam yang digunakan untuk aktivasi katalis. Kiss ,dkk (2006) menyatakan bahwa peningkatan komponen SO₃ pada katalis dapat meningkatkan keasaman katalis dan aktivitas katalitiknya. Aktivitas dan



Gambar 3.2 Perbandingan Hasil Analisa GC-MS

selektivitas katalis juga dapat dilihat dari rasio Si/Al yang terdapat didalam katalis. Lempung dengan komposisi 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	Rasio mol	Densitas pada 40°C (kg/m ³)	Viskositas pada 40°C (cSt)	Angka Asam (mg-KOH/g)	Titik Nyala (°C)	Yield (%)
Aktivasi Asam 0,5 N	1:6	870	5,0	0,64	125	75,64
	1:9	875	4,81	0,59	130	80,3
	1:12	873	5,1	0,72	126	78,27
Aktivasi Asam 1 N	1:6	873	4,87	0,60	126	82,46
	1:9	873	4,80	0,57	127	85,0
	1:12	870	4,90	0,69	127	84,63
Aktivasi Asam 2 N	1:6	877	5,23	0,66	124	82,9
	1:9	875	4,92	0,62	128	86,2
	1:12	875	4,84	0,77	129	83,0
Lempung Tanpa Aktivasi	1:6	876	5,17	0,66	124	60,42
	1:9	866	4,96	0,74	126	63,00
	1:12	880	4,86	0,75	127	62,00
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. Biodiesel yang dihasilkan hampir memenuhi standar mutu biodiesel dengan

parameter densitas, viskositas dan titik nyala namun untuk parameter angka asam sedikit lebih tinggi dari standar yang ditetapkan. Angka asam yang melebihi ini kemungkinan disebabkan dalam proses esterifikasi dan transesterifikasi menggunakan katalis yang bersifat asam.

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 45,83% dan metil linoleat dengan luas area 20,25% juga terdapat senyawa metil ester lainnya seperti metil palmitat (12,77%), dan metil stearat (13,72%) serta produk samping senyawa gliserol (1,14%) dan Asam Oleat (0,78%)

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 dan 25,74 m²/gr. Katalis lempung palas terbaik adalah lempung dengan aktivasi menggunakan

konsentrasi asam 2 N rasio mol minyak : metanol 1:9 yang menghasilkan *yield* tertinggi yaitu 86,20%. Biodiesel yang dihasilkan hampir memenuhi standar mutu biodiesel dengan parameter densitas, viskositas dan titik nyala berdasarkan SNI 04-1782-2015 namun untuk parameter angka asam sedikit lebih tinggi dari standar yang ditetapkan. Hasil karakterisasi biodiesel antara lain : densitas 875 kg/m³, viskositas 4,92 cSt, angka asam 0,62 mg-KOH/gr biodiesel dan titik nyala 128 °C.

Daftar Pustaka

- Atabani, A. E., dan Cesar, A. D. S. 2014, *Callophyllum Inophyllum L. A Prospective Non-Edible Biodiesel Feedstock. Study of Biodiesel Production, Properties, Fatty Acid Composition, Blending, Engine Performance. Renewable and Sustainable Energy Review*, Vol. 37, 644- 655.
- Bahri, S., and Rivai, R., 2010, Chemical Modification On Natural Clay And Its Application On Equilibrium Study Of The Adsorption Of Pb²⁺ In Aqueous Solution, *Jurnal Sains dan Teknologi*, Department of Chemical Engineering, Vol. 9, 49-54.
- Kiss, A. A., F. Omota, A. C. Dimian dan G. Rothenberg. 2006. The Heterogeneous Advantage: Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation. *Topics in Catalysis*. 40: 141-150.
- Kharnofa, T., S. Bahri, dan Yusnimar. 2016. Produksi Biodiesel dari Minyak Nyamplung dengan Katalis Ni/Lempung. *JOM FTEKNIK* 3.
- Muhammad, F.R., Jatranti, S., Qadariyah, L., dan Mahdfud, 2014, Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung Menggunakan Pemanasan Gelombang Mikro. *JURNAL TEKNIK POMITS*, Vol. 3 No 2, 2301-9271. Fakultas Teknologi Industri Jurusan Teknik Kimia, Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh November.
- Nadarlis, 2011, Identifikasi dan Karakterisasi Lempung Alam Asal Desa Palas Kecamatan Tampan dan Desa Talanai Teratak Buluh Kecamatan Siak Hulu, *Laporan Hasil Penelitian*, Universitas Riau.
- Nugrahaningtyas, K.D., Widjonarko, M.D., Daryani, Haryanti, Y., 2016, Kajian Aktivasi H₂SO₄ Terhadap Proses Pemiliran Al₂O₃ Pada Lempung Alam Pacitan, *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia Universitas Sebelas Maret*, Vol 12, No 2, 190-203.
- Nugraha, R.E., 2017, Pengaruh Sifat Keasaman dan Kebasaan Katalis Terhadap Aktivitas Katalitik Reaksi Pembuatan Biodiesel, *Skripsi*, Program Studi Kimia Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh November, Jawa Timur
- Nurhayati, Muhdarina, Amri, T.A., dan Susanto, 2013, Sintesis Biodiesel dengan Katalis Lempung Palas Aktivasi NaOH yang dikalsinasi pada suhu 300°C. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Riau.
- 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.
- 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.