

SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK KEDELAI MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI DENGAN KATALIS CaO/NaOH

Syarifuddin Oko^{1*}, Mustafa², Andri Kurniawan³, Danu Willain⁴

^{1,2,3,4}Program Studi Teknik Kimia Politenik Negeri Samarinda

Jalan. Dr. Ciptomangunkusumo Kampus Gunung Lipan Po.Box. 1293
Telepon (0541) 260588 (PABX)-260553 Fax 260355, Samarinda 75131

*Email : syarifuddinoko@polnes.ac.id

Diterima: 06 Juni 2020

Direvisi: 05 Juli 2020

Disetujui: 07 September 2020

ABSTRAK

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang diproduksi dari minyak nabati seperti minyak kedelai dengan metode transesterifikasi dengan bantuan katalisi. Penelitian ini memakai katalis heterogen yaitu CaO yang berasal dari cangkang telur melalui proses kalsinasi dan diimpregnasi dengan NaOH agar rongga CaO dapat diisi oleh ion Na sehingga sifat kebasaaan katalis lebih meningkat. Peningkatan yield biodiesel dapat dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi katalis CaO/NaOH dan perbandingan mol minyak kedelai /methanol..

Katalis CaO diperoleh dari hasil kalsinasi cangkang telur ayam kemudian diimpregnasi dengan NaOH 5% (w/v) sebanyak 50 ml ke dalam ke 50 g CaO secara bertahap, diaduk disertai dengan pemanasan, dan dilanjutkan kalsinasi pada temperatur 300°C selama 3 jam. Sintesis biodiesel dilakukan dengan esterifikasi dan transesterifikasi menggunakan metanol, sintesis biodiesel dilakukan dengan memvariasikan perbandingan mol minyak kedelai dengan metanol 1:6 ; 1:9 ; 1:12 dan konsentrasi katalis 0,5 ; 1 dan 1,5% pada suhu 60-65oC selama 3 jam. Hasil terbaik yang diperoleh dengan yield sebesar 86,7860% pada perbandingan mol minyak dengan metanol 1:12 dengan konsentrasi katalis 1% berdasarkan berat minyak, densitas 0,8899 gram/ml, viscositas 3,5208 Cst, angka asam 0,33 mg KOH/g maks dan kadar air sebesar 0,0095% dan hal tersebut sudah sesuai dengan standar SNI 7182:2015.

Kata kunci: Biodiesel, Minyak Kedelai, Cangkang Telur, Impregnasi , Katalis CaO/NaOH

ABSTRACT

Biodiesel is an alternative fuel produced from vegetable oils such as soybean oil by the method of transesterification with the help of catalysts. This research uses a heterogeneous catalyst, CaO which is derived from an eggshell through a calcination process is impregnated with NaOH so that the CaO cavity can be filled by Na ions in order to increase the alkaline nature of the catalyst. The increase in biodiesel yield can be done by varying the catalyst concentration of CaO/NaOH and mole ratio of soybean oil / methanol. CaO catalyst obtained from calcination of chicken eggshell was impregnated with 5% NaOH (w/v) as much as 50 ml into 50 g of CaO gradually, stirred while accompanied by heating, and continued calcination at 300 °C for 3 hours. Biodiesel synthesis was carried out by esterification and transesterification using methanol, biodiesel synthesis was done by varying the mole ratio of soybean oil with methanol 1: 6; 1: 9; 1:12 and catalyst concentration 0.5; 1 and 1.5% at 60-65°C for 3 hours. The best result was obtained with a yield of 86.7860% in the mole ratio of oil with methanol 1:12 with a catalyst concentration of 1% based on oil weight, density of 0.8899 gram / ml, viscosity of 3.5208 Cst, acid number of 0.33 mg KOH/g max and water content of 0.0095% and this is in accordance with SNI 7182: 2015 standards.

Keywords: Biodiesel, Soybean Oil, Egg Cells, Impregnation, CaO/NaOH Catalyst

PENDAHULUAN

Biodiesel atau fatty acid methyl ester (FAME) adalah bahan bakar alternatif yang digunakan untuk transportasi umum karena memiliki angka setan yang baik, tingkat

pelumas yang baik dan menghasilkan emisi yang tingkat racunnya sangat kecil (Leung et al., 2010). Biodiesel merupakan senyawa turunan ester yang dihasilkan dari proses esterifikasi (asam lemak bebas) maupun

transesterifikasi minyak nabati atau hewani (trigliserida) dengan alkohol rantai pendek dan dengan bantuan katalis homogen maupun heterogen (Pratigto and Istadi). Penelitian mengenai sumber biodiesel dari berbagai bahan baku telah dilakukan, diantaranya adalah biodiesel dari minyak kelapa sawit (Sari et al., 2011), minyak jarak (Ardinda Avicenna, 2015), minyak jelantah (Petrus et al., 2015) dan minyak kedelai (Jin et al., 2017).

Proses produksi biodiesel tradisional menggunakan asam cair (mis. H_2SO_4 , HCl, H_3PO_4 , dan HF) atau basa (mis. KOH, NaOH) sebagai katalis, dimana jenis katalis ini memiliki beberapa kelemahan seperti sifat korosif, tidak ramah lingkungan (Huber et al., 2006, Van Gerpen and He, 2014, Bart et al., 2010). Selain itu, penggunaan katalis homogen memiliki kekurangan sebab katalis terlarut sempurna dalam gliserol dan larut sebagian dalam biodiesel sehingga sulit dipisahkan pada proses pemurnian produk. Katalis heterogen lebih mudah dalam pemisahan dan pemurnian produk biodiesel yang dapat mengurangi biaya produksi biodiesel, dapat digunakan kembali dan ramah lingkungan (Sánchez et al., 2015). Pengembangan katalis heterogen ini harus terus dilakukan agar mendapatkan beragam jenis katalis heterogen dari bahan alami maupun limbah yang dapat mengurangi penggunaan katalis homogen dalam memproduksi biodiesel.

Beberapa penelitian tentang pembuatan biodiesel dengan katalis heterogen yang diimpregnasi dengan NaOH dilakukan oleh (Devitria et al., 2013), pada penelitian ini lempung cengar diimpregnasi dengan NaOH, dimana hasil terbaik diperoleh pada konsentrasi NaOH 20% dengan yield sebesar 78,285% pada perbandingan mol 1:6, suhu 60°C dan waktu reaksi 8 jam. Sedangkan penelitian yang lain dengan bahan baku sebagai sumber katalis CaO berasal dari kulit tiram dan diimpregnasi NaOH, dimana pada penelitian ini diperoleh yield terbaik sebesar 89,7% pada konsentrasi katalis 8% dari berat minyak, temperatur 65°C dan waktu reaksi 3 jam (Jin et al., 2017).

Pada penelitian (Devitria et al., 2013) terdapat beberapa kelemahan yaitu yield yang dihasilkan masih rendah yaitu 78,285%, jumlah katalis yang digunakan juga masih terlalu besar yaitu 3 gram dan waktu reaksi yang lama yaitu 8 jam. Sedangkan penelitian

(Jin et al., 2017) memiliki yield yang cukup baik dan waktu reaksi yang baik, akan tetapi konsentrasi katalis yang digunakan terlalu besar yaitu 8% dari berat minyak. Berdasarkan penelitian tersebut perlu dilakukan pengembangan sumber katalis dari penelitian sebelumnya dan menggantinya dengan memanfaatkan biomassa cangkang telur ayam menjadi kalsium oksida (CaO) melalui proses kalsinasi dan diimpregnasi NaOH agar sifat kebasahan katalis lebih besar, untuk meningkatkan yield dapat dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi katalis CaO/NaOH dan perbandingan mol minyak kedelai /methanol.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah cangkang telur dan minyak kedelai, padatan NaOH (Merck), padatan KOH (Merck), etanol 95% (Merck), metanol p.a (Fulltime), H_2SO_4 (Merck), Aquadest, indikator PP dan alat uji nyala (flash point).

Prosedur Penelitian

Preparasi bahan baku

Menimbang cangkang telur sebanyak 1000 gram, mencuci dengan air sampai bersih dan mengeringkannya didalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam. Selanjutnya menghancurkan kulit telur hingga menjadi bubuk dan mengayak dengan ayakan -200+325 mesh. Kemudian bubuk cangkang telur dikalsinasi pada suhu 900°C selama 3 jam. Hasil kalsinasi selanjutnya disimpan di dalam desikator untuk menjaga kondisi katalis tetap kering (Oko and Feri, 2019).

Pembuatan katalis CaO/NaOH

Menimbang CaO sebanyak 50 gram ke dalam gelas kimia 250 ml. kemudian menambahkan larutan NaOH 5% (w/v) sebanyak 50 ml. Lalu mengaduk campuran dengan temperatur 85°C selama 3 jam. Selanjutnya menyaring hasil pencampuran dan dikeringkan dalam oven dengan temperatur 110°C selama 12 jam. Dilanjutkan dengan menggerus produk yang dihasilkan dengan mortar. Kemudian Tahap akhir adalah kalsinasi pada suhu 300 °C selama 3 jam. Setelah selesai hasil didinginkan di dalam desikator dan menyimpan pada wadah tertutup.

Sintesis Biodiesel dari Minyak Kedelai

Menimbang katalis dengan konsentrasi katalis (0,5; 1; 1,5) % dari berat minyak dan metanol ke dalam labu leher tiga sambil diaduk selama 1 jam. Kemudian menambahkan minyak kedelai ke dalam labu leher tiga tersebut pada perbandingan mol minyak/metanol 1:6, 1:9, dan 1:12. Lalu menaikkan suhu hingga 60-65°C kemudian merefluks campuran selama 3 jam. Mendinginkan campuran dan memisahkan campuran dengan katalis. Selanjutnya memasukkan campuran kedalam corong pisah dan menyimpannya pada suhu ruang selama sehari semalam kemudian memisahkan antara lapisan atas dan lapisan bawah. Menyaring lapisan atas dengan menggunakan kertas saring dan pompa vakum untuk menghilangkan katalis yang masih tersisa di lapisan atas. Mencuci lapisan atas dengan air bersuhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$ lalu memisahkan lapisan atas dan lapisan bawah. Menguapkan kandungan air yang tersisa pada lapisan atas pada suhu 105°C . Dan produk biodiesel yang dihasilkan dianalisa kadar air, bilangan asam, densitas, viscositas dan yield.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perbandingan mol minyak dengan metanol dan konsentrasi katalis terhadap yield, viskositas, densitas, kadar air, angka asam dan flash point biodiesel dengan menggunakan katalis heterogen yang berasal dari cangkang telur ayam (CaO) yang diimpregnasi dengan NaOH (CaO/NaOH). Penambahan logam alkali seperti NaOH pada CaO akan mengakibatkan sisi aktif berupa ion Na akan masuk ke dalam rongga CaO, sehingga meningkatkan kebasaaan selama proses kalsinasi (Jin et al., 2017).

Proses pembuatan biodiesel dilakukan secara konvensional, tahap awal sebelum melakukan proses transesterifikasi adalah menganalisa berat molekul, asam lemak bebas, densitas dan viskositas hal untuk mengetahui karakteristik fisik maupun kimia dari minyak kedelai sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Dari hasil pengujian diperoleh berat molekul dari minyak kedelai sebesar 747,2106 g/mol. Berat molekul bahan baku

sangat berpengaruh dalam perhitungan nilai asam lemak bebas (ALB) dari minyak tersebut.

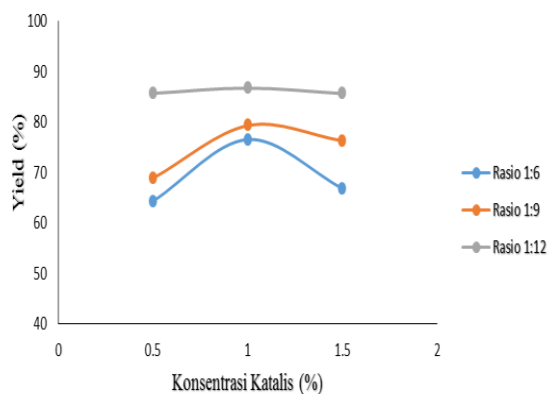
ALB sangat berpengaruh pada pembuatan biodiesel karena tingginya kandungan ALB dari bahan baku yang digunakan dapat menyebabkan terjadinya reaksi saponifikasi (sabun) dengan katalis yang digunakan. Berdasarkan hasil pengujian diperoleh kadar ALB sebesar 2,01% sehingga reaksi esterifikasi perlu dilakukan untuk menurunkan kadar ALB sebelum dilakukan reaksi transesterifikasi. Reaksi esterifikasi dilakukan dengan menggunakan katalis H_2SO_4 dengan pengadukan selama 1 jam pada suhu 65°C . Setelah dilakukan reaksi esterifikasi, maka dilakukan penentuan kadar ALB nya dengan metode titrasi asam – basa, dimana kandungan ALB minyak kedelai mengalami penurunan hingga 0,71%. Kadungan asam lemak bebas pada bahan baku minyak nabati yang dapat digunakan dalam proses transesterifikasi ialah $<2\%$ (Pratigto and Istadi

Pengaruh Perbandingan Mol Minyak dengan Metanol dan Konsentrasi Katalis Terhadap Yield Biodiesel

Perbandingan mol minyak terhadap metanol dan konsentrasi katalis merupakan salah satu faktor yang sangat menentukan terhadap yield biodiesel. Pada stoikiometri reaksi transesterifikasi, satu mol minyak membutuhkan tiga mol alkohol untuk memproduksi tiga mol metil ester dan satu mol gliserol (Hingu et al., 2010). Peningkatan perbandingan mol minyak terhadap metanol juga akan meningkatkan yield dari biodiesel. Meningkatnya jumlah metanol dalam minyak akan menggeser reaksi kearah kanan atau kearah produk sehingga akan meningkatkan yield biodiesel (Prihanto and Irawan, 2018).

Pada Gambar 1 dibawah dapat dilihat bahwa pengaruh jumlah katalis dan perbandingan mol sangat berpengaruh terhadap yield biodiesel yang dihasilkan, pada konsentrasi katalis 0,5% dari berat minyak dengan perbandingan mol 1:6 diperoleh yield sebesar 64,36% yang merupakan yield terendah dan terjadi peningkatan pada perbandingan mol 1:12 sebesar 85,73%, peningkatan ini disebabkan jumlah mol atau konsentrasi metanol lebih besar sehingga kesetimbangan akan bergeser kearah pembentukan produk (biodiesel). Pada gambar 1 dengan konsentrasi katalis sebesar 1% terjadi

peningkatan seiring dengan meningkatnya perbandingan mol, dimana konsentrasi tertinggi diperoleh pada perbandingan mol minyak metanol 1:12 sebesar 86,7860%. Hal ini disebabkan karena terjadinya peningkatan konsentrasi metanol dan katalis sehingga akan meningkatkan jumlah ion metoksida yang merupakan nukleofilik kuat dalam menyerang atau bereaksi dengan gugus karbonil ($-C=O$) pada trigliserida sehingga tercapai kesetimbangan reaksi ke arah pembentukan biodiesel (Prihanto and Irawan, 2018). Dari gambar diatas juga dapat dilihat bahwa terjadi penurunan yield pada semua perbandingan mol dengan konsentrasi katalis 1,5%, hal di terjadi karena sulitnya memisahkan biodiesel dengan gliserol sehingga mengurangi kualitas dan menurunkan yield pada biodiesel serta penambahan konsentrasi katalis yang berlebihan dapat mendorong reaksi terbentuknya sabun (Hingu et al., 2010). Dan penurunan yield biodiesel juga disebabkan karena sudah tercapainya kesetimbangan reaksi pada konsentrasi katalis 1%.



Gambar 1. Pengaruh Perbandingan Mol Minyak dengan Metanol dan Konsentrasi Katalis Terhadap Yield Biodiesel

Karakteristik Biodiesel dari Minyak Kedelai

Berdasarkan Tabel 1 diketahui bahwa kadar air biodiesel telah memenuhi spesifikasi SNI 7182:2015 mengenai syarat mutu biodiesel $< 0,05\%$. Pada spesifikasi SNI biodiesel dengan parameter densitas yaitu 0,850-0,890 g/ml, diperoleh 4 data yang sesuai dengan spesifikasi yaitu untuk perbandingan mol 1:9 dengan konsentrasi katalis 0,5%

sebesar 0,8880 g/ml, konsentrasi katalis 1% sebesar 0,8890 g/ml, konsentrasi katalis 1,5% sebesar 0,8884 g/ml dan perbandingan mol 1:12 konsentrasi katalis 1% sebesar 0,8899 g/ml. Nilai densitas yang melebihi ketentuan persyaratan standar biodiesel terjadi karena terdapat pengotor pada minyak kedelai dan sebagian trigliserida belum diubah menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi.

Viskositas merupakan parameter dalam berhasilnya pembuatan biodiesel. Pada syarat viskositas kinematik biodiesel sesuai dengan spesifikasi SNI mengenai syarat mutu biodiesel yakni 2,3-6 Mm²/s (cst), biodiesel yang dihasilkan pada umumnya telah memenuhi spesifikasi SNI 7182:2015 kecuali pada katalis 0,5% dengan perbandingan mol 1:6 sebesar 7,5659 cSt. Nilai viskositas kinematik yang melebihi persyaratan standar biodiesel terjadi karena jumlah mol metanol yang sedikit mengakibatkan kandungan trigliserida yang masih tinggi dalam minyak sehingga tidak semua minyak terkonversi menjadi metil ester dan juga disebabkan karena jumlah katalis tidak sesuai dengan jumlah minyak dan metanol yang direaksikan. Angka asam atau yang juga bisa disebut bilangan asam merupakan parameter yang diuji dalam pembuatan biodiesel karena angka asam dapat mempengaruhi sifat korosi. Semakin tinggi nilai angka asam maka korosivitasnya semakin tinggi (Hendriarto et al., 2016). Pada syarat angka asam biodiesel yang telah memenuhi spesifikasi SNI mengenai syarat mutu biodiesel yakni 0,5 mg KOH/g, sedangkan yang memenuhi syarat mutu pada parameter angka asam adalah pada perbandingan mol 1:9 dengan konsentrasi katalis 1% memiliki angka asam sebesar 0,45 mgKOH/g dan perbandingan mol 1:12 dengan konsentrasi katalis 1% memiliki angka asam sebesar 0,33 mgKOH/g. Nilai angka asam yang melebihi persyaratan standar biodiesel karena reaksi yang kurang sempurna antara minyak dan metanol serta sebagian metil ester (biodiesel) mengalami reaksi hidrolisis akibat masih adanya sisa katalis. Sedangkan analisa flash point (titik nyala) pada jumlah katalis 1% dengan perbandingan mol 1:12 telah memenuhi standar SNI 7182:2015 yaitu 165°C.

Tabel 1. Analisa Produk Biodiesel dari Minyak Kedelai

No	Bahan	Perbandingan Mol	Katalis (%)	Densitas	Viskositas (cst)	Kadar Air (%)	Bilangan Asam (mg KOH/g Maks)	Flash Point (°C)
1	Minyak Kedelai	-	-	0,9259	12,7097	-	1,12	
2	Biodiesel	1:6	0,5	0,9007	7,5659	0,0120	0,56	165
3			1	0,8915	3,5158	0,0280		
4			1,5	0,9000	6,6670	0,0220		
5		1:9	0,5	0,8880	4,1550	0,0162	0,45	
6			1	0,8890	3,3610	0,0101		
7			1,5	0,8884	4,5695	0,0090		
8		1:12	0,5	0,8959	4,0401	0,0085	0,33	
9			1	0,8899	3,5208	0,0095		
10			1,5	0,8917	3,7455	0,0097		
SNI 7182:2015				0,85 - 0,89	2,3 - 6,0	Max 0.05	Max 0,5	

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Semakin besar peningkatan konsentrasi katalis dan perbandingan mol minyak kedelai/metanol, maka akan terjadi peningkatan yield biodiesel.
2. Hasil terbaik yang diperoleh dengan yield sebesar 86,7860% pada perbandingan mol minyak dengan metanol 1:12 dengan konsentrasi katalis 1% berdasarkan berat minyak, densitas 0,8899 gram/ml, viscositas 3,5208 Cst, angka asam 0,33 mg KOH/g maks dan kadar air sebesar 0,0095% dan hal tersebut sudah sesuai dengan standar SNI 7182:2015 .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis Mengucapkan Banyak Terima Kasih Kepada Lembaga Penelitian Dan Pengabdian Pada Masyarakat (LP3M) POLNES atas Supportnya Sehingga Penelitian Dapat Diselesaikan dengan Tepat Waktu.

DAFTAR PUSTAKA

- Ardinda Avicenna, A. 2015. *Sintesis biodiesel dari Minyak Jarak (Castor Oil) dengan Metanol Terkatalisis H-Zeolit dan CaSiO₃ yang berasal dari limbah cangkang telur ayam dan abu sekam padi*. UIN Sunan Gunung Djati Bandung.
- Bart, J., Palmeri, N. & Cavallaro, S. 2010. Industrial process technology for biodiesel production. *Biodiesel Science and Technology, From Soil to Oil, A Volume in Woodhead Publishing Series in Energy*, 462-513.
- Devitria, R., Nurhayati, N. & Anita, S. 2013. Sintesis biodiesel dengan katalis heterogen lempung cengar yang diaktivasi dengan NaOH: pengaruh waktu reaksi dan rasio molar minyak: metanol. *Jurnal ICA (Indonesian Chemia Acta)*, 3, 39-44.
- Hendriarto, A., Saksono, P. & Gunawan, G. 2016. Analisa Perbandingan Penggunaan Bahan Bakar Solar Dengan Biodiesel B10 Terhadap Performansi Engine Cummins QSK 45 C. *JTT (Jurnal Teknologi Terpadu)*, 4.

- Hingu, S. M., Gogate, P. R. & Rathod, V. K. 2010. Synthesis of biodiesel from waste cooking oil using sonochemical reactors. *Ultrasonics sonochemistry*, 17, 827-832.
- Huber, G. W., Iborra, S. & Corma, A. 2006. Synthesis of transportation fuels from biomass: chemistry, catalysts, and engineering. *Chemical reviews*, 106, 4044-4098.
- Jin, H., Kolar, P., Peretti, S. W., Osborne, J. A. & CHENG, J. J. 2017. Kinetics and mechanism of NaOH-impregnated calcined oyster shell-catalyzed transesterification of soybean oil. *Energies*, 10, 1920.
- Leung, D. Y., Wu, X. & Leung, M. 2010. A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applied energy*, 87, 1083-1095.
- Oko, S. & Feri, M. 2019. Pengembangan Katalis Cao Dari Cangkang Telur Ayam Dengan Impregnasi Koh Dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak. *Jurnal Teknologi*, 11, 103-110.
- Petrus, B., Sembiring, A. P. & Sinaga, M. S. 2015. Pemanfaatan Abu Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) sebagai Katalis dalam Pembuatan Metil Ester dari Minyak Jelantah. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4, 13-19.
- Pratigto, S. & Istadi, I. Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kedelai Menjadi Biodiesel dengan Katalis CaO. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 22, 213-219.
- Prihanto, A. & Irawan, T. B. 2018. Pengaruh Temperatur, Konsentrasi Katalis Dan Rasio Molar Metanol-Minyak Terhadap Yield Biodisel Dari Minyak Goreng Bekas Melalui Proses Netralisasi-Transesterifikasi. *METANA*, 13, 30-36.
- Sánchez, M., Marchetti, J. M., El Boulifi, N., Aracil, J. & Martínez, M. 2015. Kinetics of Jojoba oil methanolysis using a waste from fish industry as catalyst. *Chemical engineering journal*, 262, 640-647.
- Sari, T. I., Said, M. & Sari, A. K. 2011. Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit.
- Van Gerpen, J. & He, B. 2014. Biodiesel and renewable diesel production methods. *Advances in Biorefineries*. Elsevier.