

PENGARUH RASIO MASSA KATALIS CaO DAN RASIO MOL MINYAK DENGAN METANOL PADA PROSES TRANSESTERIFIKASI MINYAK RANDU MENJADI BIODIESEL

Herawati Retnaningtyas, Khoirunnisa S. Nugroho , Hardjono
Jurusan Teknik Kimia
heratyas97@gmail.com, [hardjono@polinema.ac.id]

ABSTRAK

Pembuatan biodiesel pada umumnya dihasilkan melalui transesterifikasi minyak nabati yang dikatalisis oleh katalis basa atau asam homogen dengan cara dilarutkan di dalam metanol. Namun, penggunaan katalis homogen bersifat korosif dan sukar dipisahkan dari campuran reaksi sehingga penggunaan katalis ini tidak dapat di-*recycle*. Salah satu upaya untuk mengatasi kondisi tersebut adalah menggunakan katalis heterogen seperti CaO. Limbah cangkang kerang darah sangat berpotensi untuk dijadikan sumber katalis heterogen karena melalui proses kalsinasi kandungan CaO pada cangkang kerang darah sebesar 99,09%. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh rasio mol minyak dengan metanol dan pengaruh rasio massa katalis CaO dari cangkang kerang darah dengan CaO murni terhadap %massa FAME yang dihasilkan. Katalis yang dihasilkan melalui proses kalsinasi dianalisis menggunakan metode XRD dan SEM-EDX. Variabel yang dipelajari adalah rasio mol minyak dengan metanol 1:5, 1:7, dan 1:9 dan rasio massa katalis CaO dari cangkang kerang darah dengan CaO murni 0:1, 1:3, 1:1, 3:1, dan 1:0. Berdasarkan hasil penelitian, %massa FAME maksimal didapatkan sebesar 98,37% pada kondisi rasio mol minyak dengan metanol 1:7 dan rasio massa katalis CaO dari cangkang kerang darah dengan CaO murni 0:1.

Kata kunci: *biodiesel, cangkang kerang darah, kalsium oksida, transesterifikasi*

ABSTRACT

Biodiesel is generally produced through transesterification of vegetable oils catalyzed by alkaline or acid homogeneous catalysts dissolving in methanol. However, using a homogeneous catalyst is corrosive and is difficult to separate from the reaction mixture so this catalyst cannot be recycled. One effort that can be made to solve this conditions is using heterogeneous base catalysts such as CaO. Blood clam shell waste has the potential to be used as a source of heterogeneous catalysts because through the calcination process the content of CaO in blood clam shell is 99.09%. This research was carried out to study the effect of mole ratio of oil with methanol and the effect of the mass ratio of CaO catalyst from blood clam shell to pure CaO on the % mass of FAME produced. Catalysts produced through the calcination process were analyzed using the XRD and SEM-EDX methods. The variables studied were the mole ratio of oil with methanol 1:5, 1:7, and 1:9 and the mass ratio of CaO catalyst from blood clam shell with pure CaO 0:1, 1:3, 1:1, 3:1, and 1:0. Based on the results of the study, the maximum mass FAME obtained was 98.37% on the condition of the oil mole ratio with methanol 1:7 and the mass ratio of CaO catalyst from blood clam shell with pure CaO 0:1.

Keywords: *biodiesel, blood clam shell, calcium oxide, transesterification*

1. PENDAHULUAN

Penggunaan katalis homogen pada proses transesterifikasi pembuatan biodiesel bersifat korosif dan sukar dipisahkan dari campuran reaksi sehingga penggunaan katalis ini tidak dapat di-*recycle*. Akhir-akhir ini banyak dilakukan penelitian mengenai katalis heterogen karena sifatnya yang ramah lingkungan, korosi pada peralatan yang rendah, dan mudah untuk dipisahkan dari campuran reaksi. Beberapa penelitian mengenai katalis heterogen telah dilakukan antara lain pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur menggunakan proses kalsinasi [1], pembuatan katalis basa heterogen dari batu gamping (*limestone*) Gunung Puger dengan proses kalsinasi [2], produksi biodiesel dari minyak goreng bekas menggunakan katalis CaO cangkang kerang darah kalsinasi 900°C [3]. Berdasarkan penelitian-penelitian di atas, bahan yang memiliki kandungan CaO terbesar adalah cangkang kerang darah yaitu sebesar 99,09%. Selain kandungan CaO yang besar, jumlah limbah cangkang kerang darah juga melimpah. Berdasarkan beberapa pertimbangan di atas, maka dalam penelitian ini digunakan CaO dari cangkang kerang darah sebagai bahan baku pembuatan katalis pada proses transesterifikasi minyak randu menjadi biodiesel. Katalis merupakan sebuah substansi yang berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi kimia, dimana katalis tersebut tidak ikut bereaksi bersama reaktan untuk membentuk produk. Katalis CaO dapat diperoleh melalui proses kalsinasi. Proses kalsinasi adalah proses pembakaran yang di dalamnya terjadi reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi merupakan pengkomposisian senyawa yang berbentuk serbuk (padatan) pada suhu di bawah titik leleh [4]. Hasil kalsinasi cangkang kerang darah akan dimanfaatkan sebagai katalis pada proses transesterifikasi minyak randu menjadi biodiesel. Transesterifikasi adalah reaksi antara trigliserida dengan alkohol menghasilkan produk utama berupa *alkyl ester* dan produk samping berupa gliserol [5]. Jumlah metanol pada reaksi transesterifikasi divariabelkan untuk mengetahui pengaruh rasio mol minyak dengan metanol terhadap %massa FAME yang dihasilkan.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1. Pembuatan Katalis CaO

Limbah cangkang kerang darah yang didapatkan dicuci dan ditiriskan. Cangkang kerang darah yang telah dibersihkan dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 110°C [6]. Cangkang kerang darah kering dihaluskan hingga menjadi tepung. Untuk menyeragamkan ukuran, tepung cangkang kerang darah diayak dan yang lolos ayakan 28 mesh digunakan sebagai bahan pembuatan katalis. Selanjutnya cangkang kerang darah dikalsinasi menggunakan alat furnace pada suhu 900°C selama 3 jam untuk mendekomposisi CaCO_3 menjadi CaO dan CO_2 . Untuk mengetahui unsur suatu padatan kristalin dan mengamati permukaan objek dalam bentuk padatan dilakukan uji SEM-EDX.

2.2. Pre-treatment Minyak Randu

Minyak Randu yang diperoleh dilakukan pengolahan awal yaitu degumming, uji FFA, dan esterifikasi. Pada proses degumming minyak randu ditambahkan asam fosfat (H_3PO_4) sebanyak 0,1% dari volume minyak randu, direaksikan selama 30 menit pada suhu 60°C. Minyak hasil degumming setelah difiltrasi diuji kandungan asam lemak bebasnya. Jika hasil uji kadar FFA minyak randu lebih dari 2% maka dilakukan proses esterifikasi, jika hasil uji kadar FFA minyak randu $\leq 2\%$ maka dapat langsung dilakukan proses transesterifikasi. Pada proses reaksi esterifikasi minyak direaksikan dengan

campuran asam sulfat (H_2SO_4) 98% sebanyak 0,5% dari massa minyak dan metanol 99% dengan rasio mol minyak dengan metanol 1:5. Campuran direaksikan selama 1.5 jam pada suhu $60^\circ C$ dengan pengadukan.

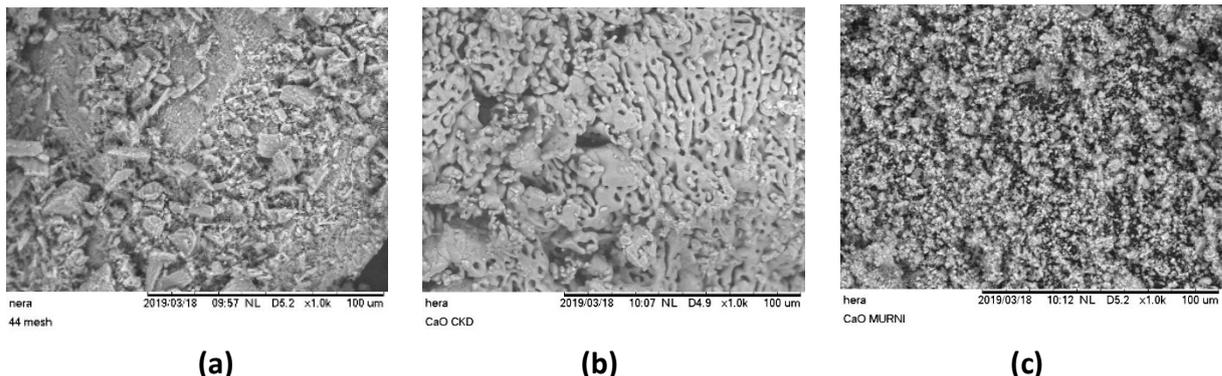
2.3. Transesterifikasi

Katalis yang dihasilkan dicampur dengan metanol 99% dengan rasio mol minyak dengan metanol sesuai variabel yang ditentukan (1:5; 1:7; 1:9) di dalam *beaker glass*. Minyak randu dimasukkan ke dalam campuran katalis dan metanol pada labu leher empat yang dilengkapi dengan *stirrer kondensor*, pengaduk, dan pemanas (*water bath*). Proses transesterifikasi dilakukan selama 2 jam, kecepatan putar 300 rpm, dengan suhu $60^\circ C$. Reaksi transesterifikasi menghasilkan gliserol dan methyl ester. Untuk memisahkan keduanya digunakan *sentrifuge*. Produk yang dihasilkan berupa FAME yang kemudian diuji densitas, viskositas dan %massa FAME menggunakan GC.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Karakteristik Katalis dengan SEM-EDX

Preparasi katalis dari cangkang kerang darah dilakukan dengan cara kalsinasi sederhana pada suhu $900^\circ C$ selama 3 jam. Untuk mengetahui unsur dan permukaan objek padatan yang dihasilkan dilakukan uji SEM-EDX.



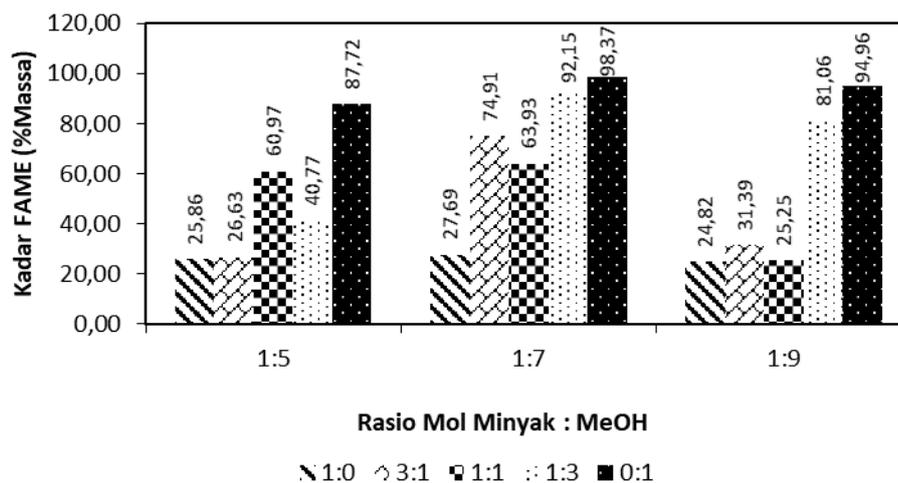
Gambar 1. Hasil uji SEM-EDX (a) cangkang kerang darah sebelum kalsinasi perbesaran 1000x (b) cangkang kerang darah setelah kalsinasi perbesaran 1000x (c) CaO murni perbesaran 1000x

Serbuk cangkang kerang darah sebelum kalsinasi dan sesudah kalsinasi memiliki struktur yang berbeda. Serbuk cangkang kerang darah sebelum dikalsinasi memiliki bentuk yang tidak beraturan, dan memiliki ukuran partikel yang relatif besar. Sedangkan katalis CaO dari cangkang kerang darah yang telah dihasilkan mempunyai tampilan permukaan yang teratur, pori-pori pada permukaan telah terbuka namun distribusi partikel belum seragam. Pori-pori cangkang kerang darah yang telah dikalsinasi terlihat telah terbuka akibat kalsinasi pada suhu tinggi. Sesuai dengan reaksi $CaCO_3 (s) \rightarrow CO_2 (g) + CaO (s)$, pori-pori terbuka akibat CO_2 telah lepas pada proses kalsinasi. Uji SEM-EDX juga dilakukan pada CaO murni yang terlihat pada Gambar 3 yang digunakan sebagai acuan maupun pembandingan hasil kalsinasi yang telah dilakukan. Dapat dilihat bahwa ukuran partikel katalis lebih seragam dan lebih kecil bila dibandingkan dengan CaO dari cangkang kerang darah. Adanya ketidaksesuaian struktur partikel CaO dari cangkang kerang darah dengan CaO murni dikarenakan kurangnya waktu kalsinasi, dimana pada percobaan

dilakukan selama 3 jam. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh [7] proses kalsinasi kulit kerang dilakukan selama 4 jam pada suhu 900°C menghasilkan katalis dengan tampilan struktur yang hampir sama dengan CaO murni yaitu memiliki ukuran yang teratur, distribusi partikel yang seragam, dan ukuran partikel yang lebih kecil. Ukuran partikel katalis yang kecil dapat meningkatkan luas permukaan katalis sehingga dapat meningkatkan luas kontak antara fasa aktif katalis dengan reaktan pada proses transesterifikasi.

3.2. Pembuatan Biodiesel

Katalis CaO yang telah dibuat diaplikasikan pada reaksi transesterifikasi untuk membuat biodiesel. Hasil dari reaksi transesterifikasi diperoleh 15 sampel berdasarkan variabel rasio mol minyak dengan metanol dan rasio massa katalis CaO dari cangkang kerang darah dengan CaO murni. Sehingga dapat diketahui rasio mol minyak dengan metanol yang paling baik untuk membuat biodiesel dengan %massa FAME tertinggi dan mengetahui kemampuan katalis CaO yang dibuat dari cangkang kerang darah untuk membuat biodiesel yang dibandingkan dengan katalis CaO murni.



Gambar 2. Pengaruh rasio mol minyak dengan metanol terhadap %massa FAME dan rasio massa CaO cangkang kerang darah dengan CaO murni

Besar rasio molar minyak dengan metanol berpengaruh signifikan terhadap %massa FAME yang dihasilkan. Secara stoikiometri metanol sebanyak 3 mol dibanding dengan minyak, sudah cukup untuk membentuk 3 mol metil ester dan 1 mol gliserol. Namun, perbandingan metanol dibuat berlebih bertujuan untuk mengarahkan kesetimbangan reaksi bergeser ke kanan (Prinsip Le Chatelier). Dari hasil penelitian, rata-rata yang memiliki nilai %massa FAME maksimal adalah 1:7 dengan nilai %massa FAME tertinggi sebesar 98,37%. Namun rasio molar 1:9 tidak menghasilkan %massa FAME yang terbesar karena adanya penambahan metanol terhadap minyak juga dapat menurunkan %massa FAME. Hal ini disebabkan karena trigliserida telah habis bereaksi dengan metanol sehingga metanol yang berlebih melarutkan gliserol yang konsentrasinya semakin meningkat. Akibatnya metanol yang bereaksi dengan trigliserida untuk membentuk metil ester semakin berkurang [8].

Pada gambar 2 juga menunjukkan bahwa nilai %massa FAME cenderung meningkat seiring bertambahnya jumlah massa katalis CaO murni. Hal ini dibuktikan dengan %massa FAME produk yang terbesar yaitu 98,37% adalah rasio massa katalis CaO dari cangkang kerang dengan CaO murni 0:1. Adanya katalis CaO murni sebagai pembanding digunakan untuk mengetahui kemampuan katalis CaO dari cangkang kerang darah yang telah dihasilkan. Dari hasil penelitian dapat diketahui bahwa katalis CaO dari cangkang kerang darah belum menghasilkan produk yang maksimal. Hal ini dikarenakan katalis yang telah dihasilkan tidak memiliki luas permukaan kontak yang besar sesuai dengan hasil uji SEM dan setelah proses kalsinasi tidak dilakukan modifikasi pada katalis. Menurut [9], modifikasi katalis perlu dilakukan untuk meningkatkan aktivitas katalitik katalis sehingga diperoleh produk biodiesel dengan %massa yang lebih tinggi yaitu diatas 80%. Modifikasi katalis dapat dilakukan dengan cara merefluks serbuk katalis menggunakan *aquadest* pada suhu 60°C selama 6 jam.

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan dari penelitian ini adalah (1) Rasio mol minyak dengan metanol berpengaruh terhadap %massa FAME. Semakin besar jumlah metanol maka kesetimbangan reaksi akan bergeser ke kanan namun jika terlalu berlebih juga dapat menurunkan %massa FAME. Kondisi maksimal pembuatan biodiesel terjadi pada rasio mol minyak dengan metanol 1:7. (2) Semakin tinggi massa katalis CaO dari cangkang kerang darah dan semakin rendah massa katalis CaO murni maka %massa FAME yang dihasilkan akan semakin rendah. %massa FAME yang tinggi dihasilkan pada variabel rasio massa CaO cangkang kerang darah dengan CaO murni sebesar 0:1. (3) %Massa FAME tertinggi dihasilkan pada rasio mol minyak dengan metanol 1:7 dengan perbandingan massa CaO cangkang kerang darah dengan CaO murni sebesar 0:1 yakni sebesar 98,37%.

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah melakukan modifikasi pada katalis hasil proses kalsinasi untuk meningkatkan aktivitas katalitik katalis sehingga dapat diperoleh produk biodiesel dengan %massa yang lebih tinggi yaitu diatas 80% serta menambah waktu proses kalsinasi yaitu selama 4 jam untuk mendapatkan hasil katalis yang lebih baik.

REFERENSI

- [1] Santoso, H., Kristianto, I., dan Setyadi, A., 2013, *Pembuatan Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen Berbahan Dasar Kulit Telur*, Hal 8, Research Report-Engineering Science.
- [2] Rakhmad, Hindryawati, N., dan Daniel, 2017, *Pembuatan Katalis Basa Heterogen dari Batu Gamping (Limestone) Gunung Puger*, Proceeding Seminar Nasional Kimia. Hal 101-103.
- [3] Setiowati, R., 2014, *Produksi Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis CaO/Cangkang Kerang Darah Kalsinasi 900°C*, Laporan Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau, Pekanbaru.
- [4] Anggraini, A. S., 2016, *Preparasi dan Karakterisasi Limbah Biomaterial Cangkang Kerang Darah (Anadara granosa) dari Pantai Muara Gading Mas sebagai Bahan Dasar Biokeramik*, Laporan Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung, Bandar Lampung.
- [5] Nurul Hikmah, M., dan Zuliyana, 2010, *Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak*

- Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi*, Laporan Skripsi, Hal 16-24, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [6] Arita, S., Adipati, A. S., dan Sari, D. P., 2014, *Pembuatan Katalis Heterogen dari Cangkang Kerang Darah (Anadara granosa) dan diaplikasikan pada Reaksi Transesterifikasi dari Crude Palm Oil*, Jurnal Teknik Kimia, Vol. 20, No. 3, Hal 34.
- [7] Zuhra, Husin, H., dan Rinaldi, W., 2015, *Preparasi Katalis Abu Kulit Kerang untuk Tansesterifikasi Minyak Nyamplung Menjadi Biodiesel*, Agritec, Vol. 35, No. 1, Hal 73,74.
- [8] Katsiroh, F., 2017, *Pengaruh Rasio Molar Minyak Metanol terhadap Konversi Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Modifikasi Preparasi Katalis CaO Kulit Telur*, Laporan Akhir Jurusan teknik Kimia, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta.
- [9] Arfiansyah, I., dan Ardiansyah, Z. R., 2018, *Pembuatan Katalis Heterogen CaO dari Limbah Cangkang Telur untuk Reaksi Transesterifikasi Biodiesel dari Minyak Jelantah*, Laporan Akhir Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang, Malang.

