

## PENGARUH RASIO MOL DAN WAKTU REAKSI PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Syarifuddin Oko<sup>1)</sup>, Hanifah Dzahabiah<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda

<sup>2)</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda

### ABSTRACT

Jatropha oil is a biodiesel raw material that is not included in the category of food oil so that its use as a raw material will not interfere with the supply of national edible oil. The making of biodiesel uses heterogeneous catalysts namely CaO which is derived from eggshells and technical  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , with these materials can reduce waste and lower prices. The purpose of this study was to determine the effect of adding  $\text{Al}_2\text{O}_3$  to the CaO catalyst, the mole ratio of castor oil with methanol and reaction time to yield, and the characteristics of biodiesel. CaO catalyst was obtained from calcination of chicken eggshell and CaO was impregnated by  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with a ratio of 1: 1 CaO /  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and re-calcination. The making of biodiesel is carried out by the method of transesterification using methanol and the CaO /  $\text{Al}_2\text{O}_3$  catalyst by varying the mole ratio of oil with methanol 1: 9; 1:12; and 1:15, and reaction times 4, 5 and 6 hours. The best biodiesel was obtained by adding 1% catalyst and 1: 5 mole ratio, 6 hour reaction time with a yield of 90.5297%, viscosity 5.8828 cSt, 0.0379% water content, density 0.8886 gram / ml and flash point 210°C and according to SNI 7182: 2015 standards.

**Keywords:** *biodiesel, eggshell, CaO /  $\text{Al}_2\text{O}_3$  catalyst, Jatropha oil.*

### 1. PENDAHULUAN

Tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas*) berasal dari Amerika tropis dan tumbuh menyebar hampir di seluruh dunia khususnya di wilayah tropis dan subtropis [1]. Tanaman jarak pagar di Indonesia telah lama dikenal sejak zaman dahulu sebagai sumber minyak nabati bumi yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar nabati (BBN). Ketersediaan lahan untuk pengembangan jarak pagar di Indonesia yang sangat sesuai mencapai 14,2 juta hektar dengan ketersediaan saat ini sebesar 5 juta hektar dengan produksi kering sebanyak 2,4 ton/ha [2].

Jarak pagar merupakan tanaman perdu serbaguna yang dapat dimanfaatkan masyarakat sebagai bahan baku minyak jarak, sebagai minyak tanah dan substitusi bahan bakar [3]. Tanaman ini dianggap menarik sebagai sumber biodiesel karena mengandung minyaknya yang tinggi [1]. Jarak pagar digunakan sebagai obat-obatan, penghasil minyak, dan penahanan erosi [4]. Kandungan minyak pada jarak pagar sebanyak 25% - 35% pada bijinya dan 50% - 60% pada dagingnya [5]. Kandungan minyak tersebut dapat diperoleh setelah dilakukan pengepresan dengan menggunakan alat .

Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ ) merupakan oksida logam alkali tanah yang memiliki sifat basa yang tinggi. Kebasaan  $\text{CaO}$  yang tinggi menyebabkan oksida ini banyak digunakan sebagai katalis pada proses transesterifikasi minyak menjadi biodiesel. Salah satu keunggulan dari  $\text{CaO}$  adalah katalis ini berbentuk padat sehingga mudah dipisahkan pada akhir reaksi dalam proses pembuatan biodiesel [6]. Salah satu cara yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas katalis  $\text{CaO}$  pada pembuatan biodiesel adalah dengan menyisipkan logam oksida yang bertindak sebagai prekursor kedalam  $\text{CaO}$ . Penelitian mengenai kombinasi katalis  $\text{CaO}$  dengan logam lain telah banyak dilakukan, seperti  $\text{CaO}/\text{ZnO}$ ,  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}/\text{Li}$ ,  $\text{CaO}/\text{K}$  dan  $\text{CaO}/\text{KF}$  karena dapat meningkatkan aktivitas katalitik, memperbesar luas permukaan dan dapat mengurangi pembentukan sabun dalam produksi biodiesel [7].

Dari penelitian produksi biodiesel dengan menggunakan  $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$  nano katalis yang telah dilakukan [8] dengan penelitian tersebut didapat rendemen yang terbaik yaitu 82,3% dengan kondisi perbandingan 1:5 rasio mol. Sedangkan pada penelitian kedua produksi biodiesel dari minyak kedelai pada  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  katalis dasar yang solid yang dilakukan [9] dengan penelitian tersebut didapat rendemen tertinggi sebesar 90% dengan kondisi waktu reaksi 6 jam, konsentrasi katalis 3%, dan rasio 9:1.

Pada penelitian ini bahan baku pembuatan biodiesel menggunakan minyak jarak dan katalis  $\text{CaO}$  berasal dari cangkang telur ayam karena relatif tidak keras dan ketersediaan cangkang telur ayam di Kalimantan Timur cukup banyak. Untuk meningkatkan karakteristik biodiesel, maka akan dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak jarak menggunakan katalis  $\text{CaO}$  yang diimpregnasi dengan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

<sup>1</sup> Korespondensi penulis: Syarifuddin Oko, Telp 0852 462 82169 ,syarifuddinoko@polnes.ac.id

$\text{Al}_2\text{O}_3$  (Alumina) merupakan oksida aluminium dan mempunyai sifat sebagai insulator panas dan insulator listrik yang baik dan tahan terhadap temperatur tinggi sehingga sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis... Selain itu, penggunaan katalis  $\text{CaO}$  ini dapat mempermudah proses pemisahan antara katalis dengan produk serta katalis ini juga aman terhadap lingkungan. Alkohol yang digunakan adalah methanol yang berperan sebagai reaktan.

Manfaat penelitian ini adalah untuk pemanfaatan limbah cangkang telur dan meningkatkan rendemen menghasilkan bahan bakar diesel yang dapat diperbaharui dari minyak jarak melalui proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ .

## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah cangkang telur dan minyak jarak, padatan  $\text{NaOH}$  (Merck), padatan  $\text{KOH}$  (Merck), etanol 95% (Merck), metanol p.a (Fulltime),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Merck), padatan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (teknis), Aquadest, SEM-EDX untuk analisa bentuk morfologi dan konsentrasi katalis dan kebasaaan dengan metode titrasi asam-basa serta flash point.

### 2.2 Preparasi bahan baku katalis

Menimbang cangkang telur sebanyak 1000 gram, mencuci dengan air sampai bersih dan mengeringkannya didalam oven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Selanjutnya menghancurkan kulit telur hingga menjadi bubuk dan mengayak dengan ayakan -200+325 mesh. Kemudian bubuk cangkang telur dikalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Hasil kalsinasi selanjutnya disimpan di dalam desikator untuk menjaga kondisi katalis tetap kering.

### 2.3 Pembuatan Katalis $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Sebanyak 10 gram  $\text{CaO}$  hasil kalsinasi cangkang telur ayam dilarutkan ke dalam 50 mL larutan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (10 gram ) berpelarut metanol, kemudian dilakukan impregnasi dengan cara mengaduk campuran selama  $\pm 3$  jam lalu dilakukan pemanasan dengan suhu  $75^\circ\text{C}$  sambil diaduk sampai kering. Katalis hasil impregnasi selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam, lalu dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 1,5 jam. Katalis hasil impregnasi dianalisis kebasaaan, SEM EDX.

### 2.4 Pembuatan Biodiesel (Reaksi Transesterifikasi)

Menimbang 1% katalis  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  dari berat minyak dan menambahkan metanol lalu dilakukan pengadukan selama 60 menit. Memasukkan minyak jarak kedalam labu dasar bulat (ratio 1:9, 1:12 dan 1:15 ). Menaikkan suhu hingga  $65^\circ\text{C}$  kemudian melakukan refluks selama 4,5 dan 6 jam. Mendinginkan hasil refluks kemudian memisahkan hasil refluks dengan katalis  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Memasukkan campuran ke dalam corong pisah dan menyimpan pada suhu kamar selama 1 jam kemudian memisahkan antara lapisan atas dan lapisan bawahnya. Mencuci lapisan atas dengan air bersuhu  $\pm 80^\circ\text{C}$ . Selanjutnya menguapkan kandungan air yang terdapat pada biodiesel pada suhu  $105^\circ\text{C}$ . produk biodiesel dianalisa kadar air, densitas, viskositas kinematic dan flash point.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Pembuatan Katalis

Pembuatan katalis dari cangkang telur ayam diawali dengan pencucian bahan untuk menghilangkan selaput putih pada bagian cangkang telur. Tahap selanjutnya adalah pengeringan dan pengecilan ukuran partikel 200 mesh. Untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik dan karbon dioksida dalam cangkang telur dilakukan proses kalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 3 jam sehingga diperoleh padatan  $\text{CaO}$ . Reaksi yang terjadi saat dilakukan kalsinasi [10] :



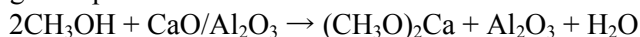
Gambar 1. Reaksi dekomposisi  $\text{CaCO}_3$

Salah satu cara untuk meningkatkan aktivitas katalitik katalis adalah dengan metode impregnasi. Sebelum katalis dilakukan impregnasi, terlebih dahulu menentukan kebasaaan  $\text{CaO}$  dan diperoleh kebasaaan sebesar 0,020 mmol asam benzoat/gr. Setelah dilakukan impregnasi, kebasaaan katalis meningkat menjadi 0,1576 mmol asam benzoat/gr. Dan hasil analisa SEM EDX menunjukkan adanya kandungan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 7,67% , hal ini menunjukkan bahwa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  berhasil di impregnasi kedalam luas permukaan  $\text{CaO}$ .

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak jarak dengan katalis  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio mol minyak dengan metanol dan waktu reaksi berdasarkan parameter viskositas, densitas, kadar air dan flash point biodiesel serta flash point. Proses transesterifikasi pada pembuatan biodiesel dilakukan dengan cara konvensional. Tahap awal pembuatan biodiesel adalah

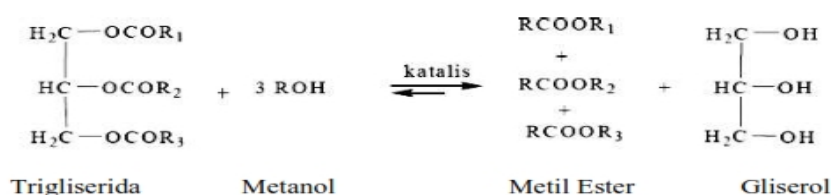
menganalisa berat molekul, asam lemak bebas, densitas dan viskositas kinematik dari minyak jarak yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Berat molekul berpengaruh pada perhitungan asam lemak bebas. Dari hasil analisa berat molekul pada minyak jarak sebesar 797,8693 g/gmol. Selanjutnya analisa kadar asam lemak bebas karena tingginya kandungan asam lemak bebas dari bahan baku yang digunakan dapat menyebabkan terjadinya reaksi saponifikasi (sabun) dengan katalis yang digunakan [11]. Dari hasil analisa kandungan asam lemak bebas diperoleh kadar asam lemak bebas sebesar 2,06% sehingga reaksi esterifikasi perlu dilakukan untuk menurunkan kadar asam lemak bebas sebelum dilakukan reaksi transesterifikasi. Reaksi esterifikasi dengan menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> selama 1 jam. Setelah dilakukan reaksi esterifikasi, kandungan asam lemak bebas minyak mengalami penurunan hingga 0,80%. Bahan baku minyak nabati yang digunakan berkadar asam lemak bebas <1% [12].

Sebelum dilakukan reaksi transesterifikasi, mula-mula katalis CaO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> direaksikan dengan metanol agar terbentuk spesi metoksi yang merupakan inisiator reaksi transesterifikasi. Mekanisme reaksi tersebut:



Gambar 1. Reaksi Pembentukan Gugus Metoksi

Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 60-65°C selama 4 jam. Reaksi pembentukan biodiesel ditunjukkan sebagai berikut :



Gambar 2 Reaksi Pembentukan Biodiesel

Hasil reaksi transesterifikasi ini diperoleh 2 lapisan yang terdiri dari katalis dan biodiesel. Lapisan katalis dan biodiesel dipisahkan kemudian lapisan atas yang merupakan biodiesel dicuci menggunakan aquadest hangat (suhu ±80 °C). Proses pencucian dilakukan berulang-ulang hingga lapisan pencucian berwarna bening dan pH lapisan pencucian sama dengan pH aquadest yang digunakan sebagai air pencuci. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan katalis, gliserol dan metanol yang masih terkandung dalam biodiesel. Biodiesel yang sudah dicuci kemudian dipanaskan pada suhu 110°C hingga gelembung air di dalam biodiesel menghilang dari sisa air pencucian.

### 3.2 Karakteristik Biodiesel dari Minyak Jarak

Karakteristik biodiesel dari minyak jarak seperti densitas, viskositas kinematik, dan kadar air dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Karakteristik Biodiesel dari Minyak Jarak

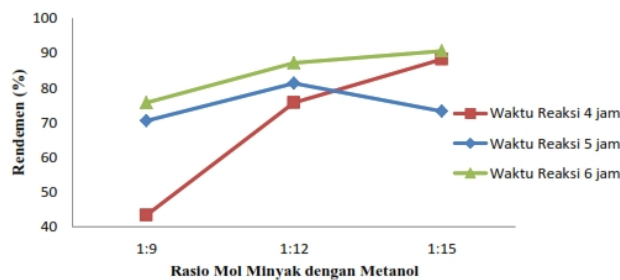
No	Bahan	Rasio Mol	Konsentrasi Katalis (%)	Waktu (Jam)	Rendemen Biodiesel (%)	Densitas Biodiesel	μ (cst)	Kadar Air (%)	Flash point (°C)	
1	Minyak Jarak	-	-	-	-	0,9809	75,1090	-	-	
2	Biodiesel	1:9	1	4	43,2729	0,9046	9,2224	0,0459	-	
3			1	5	70,4764	0,8932	5,2123	0,0279	-	
4			1	6	75,6881	0,8962	6,9830	0,0319	-	
8		1:12	1	4	75,6882	0,9036	7,0830	0,0200	-	
9			1	5	81,2222	0,9009	10,6316	0,0279	-	
10			1	6	87,1722	0,9070	9,3823	0,0419	-	
11		1:15	1	4	88,1503	0,8998	7,0330	0,0339	-	
12			1	5	73,2201	0,9004	6,4830	0,0300	-	
13			1	6	90,5297	0,8886	5,8828	0,0379	210	
SNI 7182:2015						0,85-0.89	2,3-6,0	Max 0.05	Min. 100	

Berdasarkan Tabel 1 diketahui bahwa kadar air biodiesel telah memenuhi spesifikasi SNI 7182:2015 mengenai syarat mutu biodiesel < 0,05%. Pada analisa densitas biodiesel, salah satu sampel biodiesel yang memenuhi syarat mutu SNI yaitu pada kondisi perbandingan mol minyak : metanol (1:15 ) dengan waktu reaksi 6 jam. Nilai densitas yang melebihi ketentuan persyaratan standar biodiesel terjadi karena terdapat pengotor pada minyak sehingga densitas yang tinggi memiliki kemampuan bakar yang rendah [13]. Viskositas kinematik minyak jarak sebelum reaksi transesterifikasi sebesar 75,1098 cSt dan setelah dilakukan reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terjadi penurunan viscositas yang sangat signifikan sedangkan yang memenuhi syarat SNI biodiesel pada perbandingan rasio mol 1:9 dalam waktu 5 jam dengan nilai 5,2237 cSt dan perbandingan rasio mol 1:15 dalam waktu 6 jam dengan nilai 5,8929 cSt. Hal ini disebabkan karena pada saat terjadi reaksi transesterifikasi terjadi pemutusan rantai gliserol yang menyebabkan densitas dan viskositas kinematik biodiesel menjadi rendah [14]

Flash point atau titik nyala adalah temperatur terendah dari sampel dapat menyala. Dari hasil terbaik pada Tabel 1 diatas dapat dilihat bahwa produk dengan kondisi perbandingan 1:15 rasio mol minyak jarak dengan metanol dalam waktu selama 6 jam diperoleh flashpoint sebesar 210°C, hasil ini telah masuk dalam standar SNI biodiesel yaitu minimal 100°C.

### 3.3 Pengaruh Rasio Mol Minyak dengan Metanol dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen Biodiesel

Rasio mol minyak terhadap metanol merupakan salah satu faktor yang sangat berpengaruh terhadap rendemen biodiesel. Pada stoikiometri reaksi transesterifikasi, satu mol minyak membutuhkan tiga mol alkohol untuk memproduksi tiga mol metil ester dan satu mol gliserol [15].



Gambar 3 Grafik Pengaruh Rasio Mol Minyak dengan Metanol dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen Biodiesel

Pada Gambar 3 diatas terlihat rendemen biodiesel tertinggi di peroleh dengan perbandingan 1:15 rasio mol minyak dengan metanol dalam waktu reaksi 6 jam sebesar 90,5297%. Hal ini dikarenakan jumlah metanol yang berlebih tersebut mampu menggeser reaksi transesterifikasi kearah pembentukan produk sehingga rendemen yang dihasilkan tinggi, akan tetapi pada rasio mol minyak dengan metanol 1:15 pada waktu 5 jam rendemen biodiesel justru menurun . Hal ini dapat terjadi karena tumbukan antara molekul-molekul belum mencapai kondisi optimal dan juga sulitnya memisahkan gliserol yang terbentuk karena larut dalam metanol sehingga terbentuk emulsi antara katalis dengan metanol dan gliserol akan menghambat reaksi transesterifikasi dan dapat menggeser kesetimbangan kearah sebaliknya sehingga menurunkan konversi bahan baku menjadi biodiesel.

Sedangkan pada perbandingan mol minyak : metanol (1:9) rendemen yang dihasilkan masih rendah, . hal ini disebabkan oleh sedikitnya jumlah metanol yang direaksikan dengan minyak sehingga tidak mampu menggeser kesetimbangan reaksi kearah pembentukan produk.

### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

Hasil terbaik yang diperoleh pada perbandingan 1:15 rasio mol minyak jarak dengan metanol dalam waktu 6 jam dengan nilai rendemen sebesar 90,5297 % viskositas 5,8828 Cst, densitas 0,8886 gram/ml, kadar air sebesar 0,0379% dan flash point 210°C.

## 5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Politeknik Negeri Samarinda (POLNES) khususnya LP3M POLNES atas support dananya sehingga dapat ikut pada Seminar Nasional yang di adakan oleh Politeknik Negeri Ujung Pandang (PNUP) tahun 2019.

## 6. DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Nurlaili, N, Uji Biologis Bungkil Biji Jarak Pagar (*Jatropha curcas* L.) yang Diolah dengan Ekstraksi Metanol dan Fermentasi menggunakan *Rizhopus oryzae* Serta *Trichoderma viride* pada Ayam Broiler. Institut Pertanian Bogor, 2009.
- [2]. Khuluq, A. D. , Diversifikasi Produk Untuk Peningkatan Nilai Tambah Jarak Pagar. In Seminar Kontribusi Akademisi dalam Pencapaian Pembangunan Berkelanjutan (pp. 1–2). Malang, 2016.
- [3]. Hambali, E., Suryani, A., Dadang, Hariyadi, Hanafie, H., Reksowardojo, I. K., Prnama, W. , Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel. Bogor: Penebar Swadaya, 2006.
- [4]. Haryati, Muslimin, & Suswastika, I. N. , Induksi kalus jarak pagar (*Jatropha curcas* L.) pada Medis MS dengan Penambahan Berbagai Konsentrasi BAP (Benzyl Amino Purin) dan 2,4-D (Dichlorophenoxy Acetic Acid). *Jurnal Biocelbes*, 11(1), 46–60, 2017.
- [5]. Alfiah, S. N, Keragaman Morfologi dan Hasil Panen Pertama F1 Tanaman Jarak Pagar (*Jatropha curcas* L.) *Andromonosium* dan *Monosium*. Universitas Muhammadiyah Malang, 2017.
- [6]. Fanny, W. A., Subagjo, & Prakoso, T, Pengembangan Katalis KalsiumOksida Untuk Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 11(2), 66–73, 2012.
- [7]. Rachim, St. Anisa Gani., Indah Raya, dan Muhammad Zakir., Modification of CaO Catalyst to Produce Biodiesel from Waste Cooking Oil. Department of Chemistry. Faculty of Mathematics and Natural Sciences. Hasanuddin University, 2017.
- [8]. Hashmi, S., Gohar, S., Mahmood, T., Nawaz, U., & Farooqi, H, Biodiesel Production by using CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano Catalyst. *International Journal of Engineering Research & Science*, 2(3), 2395–6992, 2016.
- [9]. Pasupulety, N., Rempel, G. L., Gunda, K., Ng, F. T. T., & Liu, Y. (2013). Production of biodiesel from soybean oil on CaO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid base catalysts. *Jurnal Applied Catalysis A: General*, 452, 189–202.
- [10]. Wei, Z., Xu, C., & Li, B, Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Catalyst for Biodiesel Production. *Bioresorce Technology*, 100(11), 2883–2885, 2009.
- [11]. Maneerung, T., Kawi, S., Dai, Y., & Wang, C. H, Sustainable Biodiesel Production via Trasesterification of Waste Cooking Oil bu Using CaO Catalyst Prepared From Chicken Manure. *Energy Conv and Man.*, 123, 487–497, 2016.
- [12]. Syah, A. N. A, Biodiesel Jarak Pagar Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan. Depok: PT. Agro Media Pustaka, 2006.
- [13]. Susila, I. W, Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Metode Pencucian Dry-Wash Sistem. *Jurusan Teknik Mesin*, 02(01), 80–87, 2013.
- [14]. Aziz, I., Nurbayti, S., & Hakim, A. R, Uji Karakteristik Biodiesel yang dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam ( H-Zeolit ) dan KOH, 2(5).
- [15]. Budiawan, Zulfansyah, R., Fatra, W., & Helwani, Z, Off-grade Palm Oil as A Reneweble Raw Material for Biodiesel Production by Two-Step Processes. *ChESA Conference (Vol. 7)*. Banda Aceh, 2013.