

MODIFIKASI KATALIS $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ DENGAN PENAMBAHAN SILIKA (SiO_2) DAN APLIKASINYA PADA ESTERIFIKASI DESTILAT ASAM LEMAK MINYAK SAWIT

Joice Manga¹⁾ Hb. Slamet Yulistiono¹⁾

¹⁾ Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

ABSTRACT

This research is related to the synthesis of solid (heterogeneous) catalyst $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ which will be used as a catalyst in the chemical reaction of esterification of palm oil fatty acid distillate (DALMS) to biodiesel ethyl ester. The specific objective of the research is to master science and technology on the synthesis of $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ supported by impregnationally solid catalysts, particularly showing good effects. They are uncomplicated in their handling. In addition, the target of adding buffer to the active site is to increase the character of the catalyst, so the purification process was cheaper, easier and environmentally friendly. The research activity was started from catalyst synthesis by impregnation with research variables including variations in the ratio of TiO_2 and SiO_2 namely: 2:1, 3:1; 4:1; 5:1. The catalysts were tested for their performance on the esterification reaction using ethanol reagents. The result showed that the best performance of the catalysts was that with a composition of 5: 1 based on the highest yield value of 89.03%. In overall, there were 4 samples of catalyst products which were then characterized using the FT-IR instrument for the functional groups of the catalyst. Furthermore, the ethyl ester produced the process had a cetane quality, viscosity, and density that meet biodiesel standards (ASTM D-6751).

Keywords: *impregnation, buffer, acid solid catalyst, esterification, ethyl ester*

1. PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi pembuatan biodiesel kini menghadapi tantangan baru, yakni adanya tuntutan yang makin kuat akan lingkungan yang bersih tanpa polusi. Dulu, proses pembuatan biodiesel dibantu dengan menggunakan katalis homogen yang bersifat basa atau asam. Penggunaan katalis-katalis homogen diatas hanya sekali pakai saja sehingga akan menghasilkan limbah kimia yang berbahaya jika langsung dibuang di alam sekitar. Kini, penggunaan katalis padat (heterogen) lebih disenangi, karena selain tidak korosif dan tidak beracun, katalis ini memberikan keuntungan terutama dalam kepraktisan/kemudahan pemisahan katalis dari produk reaksi, dan katalis yang berhasil dipungut kembali juga dapat digunakan secara berulang dan akhirnya diregenerasi kembali menjadi katalis baru. Penggunaan katalis padat (heterogen) ini pada akhirnya memungkinkan proses pembuatan biodiesel menjadi makin ekonomis.

Penggunaan katalis heterogen ini ternyata masih menyisakan kesulitan pada proses pemisahan katalis dari produk reaksi melalui penyaringan. Kesulitan ini disebabkan karena ukuran partikel katalis yang sangat kecil sehingga dapat lolos melalui pori-pori kertas saring. Katalis-katalis yang berukuran sangat kecil dan merupakan kluster material nano ($< 7,0$ nm) perlu dimodifikasi sehingga ukuran partikelnya menjadi lebih besar, salah satu caranya adalah dengan menambahkan penyangga atau pendukung dari material silika [1],[2], [3]. Pada proses preparasi katalis menggunakan metode impregnasi umumnya diinginkan situs aktif dapat terdifusi dengan baik dan tahapan perlakuan tidak menyebabkan kerusakan pada struktur penyangga. Dalam hal ini pemilihan jenis penyangga perlu diperhatikan apakah cocok dengan situs aktifnya. Karena hal tersebut, studi tentang pengaruh penyangga ini terhadap performa katalis perlu dilakukan.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat Penelitian

Pada proses sintesis katalis dibutuhkan TiO_2 (Merck) dan H_2SO_4 pekat (Merck) dan SiO_2 nanopori komersil yang bersumber dari sekam padi. Pada proses reaksi esterifikasi untuk produksi biodiesel dibutuhkan bahan-bahan seperti etanol (Merck), destilat asam lemak minyak sawit (DALMS), dan alat-alat penelitian seperti reaktor labu leher 3 yang dilengkapi dengan *thermometer setting, reflux condensor, heating mantle*, motor dan batang pengaduk.

2.2 Sintesis Katalis Padat $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$

¹⁾ Korespondensi penulis: Joice Manga, Telp. 082344666788, joicemanga@poliupg.ac.id

Mula-mula serbuk TiO_2 direndam di dalam larutan H_2SO_4 2M dan diaduk lalu ditambahkan Silika (SiO_2) dengan rasio tertentu (variasi $\text{TiO}_2 : \text{SiO}_2$) adalah 2:1; 3:1; 4:1 dan 5:1). Kondisi operasi sebagai berikut : lama perendaman 6 jam, dan kecepatan pengadukan 250 rpm. Setelah perendaman, padatan gel yang diperoleh kemudian ditiriskan dan dikeringkan pada suhu 105°C selama 24 jam. Selanjutnya, bahan katalis ini dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam di dalam tanur. Pengujian efek katalitiknya dilakukan untuk 4 sampel katalis yang dihasilkan melalui reaksi kimia esterifikasi DALMS menggunakan etanol

2.3 Reaksi Kimia Esterifikasi

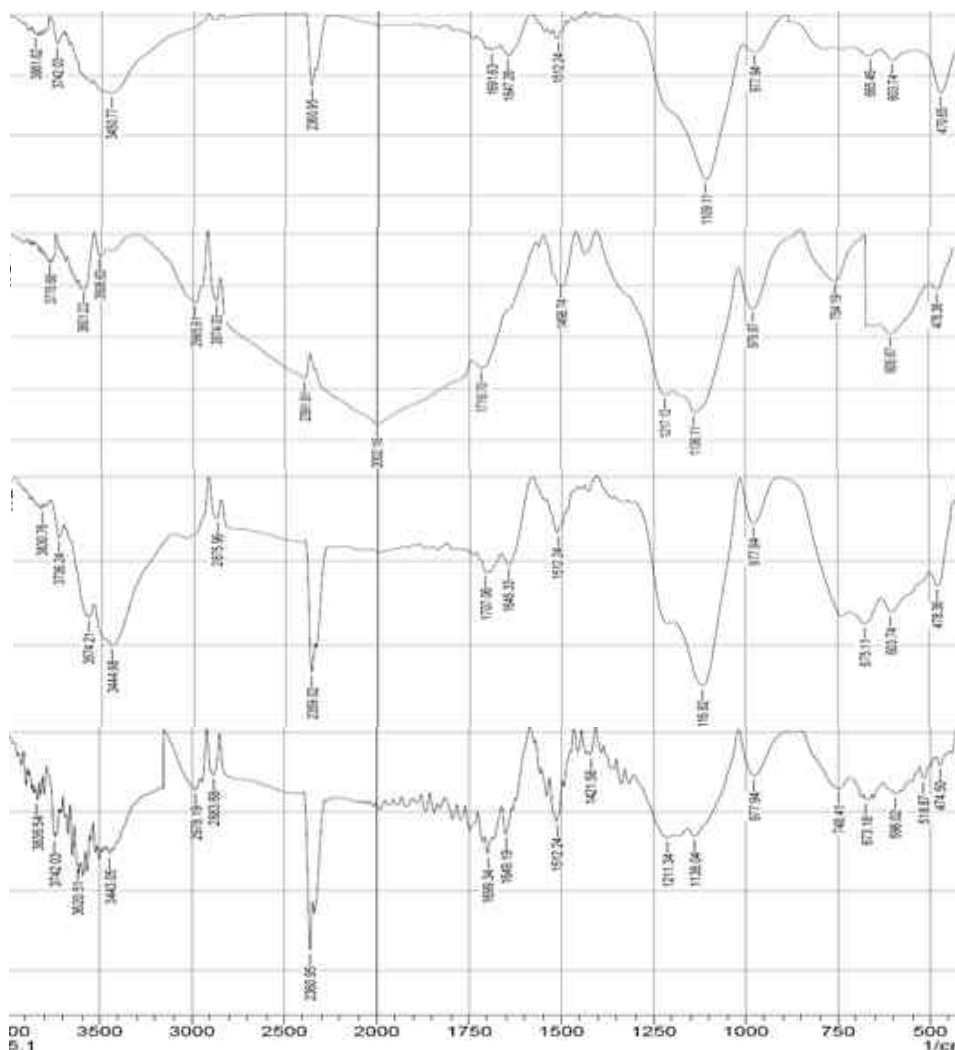
Mula-mula DALMS dicairkan dengan menggunakan *hot plate*, kemudian setelah mencair dimasukkan ke dalam reaktor labu yang dikondisikan pada suhu reaksi 78°C dan dengan kecepatan pengaduk 250 rpm. Berturut-turut kemudian dimasukkan sejumlah etanol dengan rasio molar terhadap DALMS sebesar 13 dan sejumlah katalis padat dengan rasio berat terhadap DALMS sebesar 5 %. Proses reaksi ini dilaksanakan selama waktu reaksi 4 jam.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, variable kegiatan sintesis katalis heterogen berpenyangga silika dan aplikasinya pada proses reaksi esterifikasi. Variasi katalis yang disintesis pada rasio TiO_2 dan SiO_2 yang terdiri dari variasi 2:1, 3:1, 4:1 dan 5:1. Katalis yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan spectrum infra merah (FTIR) untuk mengindikasikan gugus-gugus fungsi penyusun katalis. Hasil indikasi gugus-gugus komponen penyusun katalis pada Gambar 1, tersirat pada table 1. Dalam hal ini tercatat bahwa keberadaan gugus-gugus sulfat, silanol dari silica dan titanium ada pada masing-masing katalis yang disintesis. Perihal ini menyimpulkan bahwa metode impregnasi dapat digunakan dalam modifikasi atau preparasi katalis heterogen/padat.

Tabel 1. Spektum FTIR pada Katalis $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2-\text{SiO}_2$ (biosilika)

Gugus Fungsi dan Panjang Gelombang	Katalis $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2-\text{SiO}_2$ (biosilika)
	$\text{TiO}_2 : \text{SiO}_2 = 5:1$
Silanol SiO-H, strong (3700-3200)	3443,05
Silana, Si-H, strong (2360-2100)	2360,95
Silanol, Si-O-Metal, strong (900-1000)	977,94
Titanium, Ti (400-500)	474,50
Sulfat, S=O, strong (1450-1350) (1200-1185)	1421,58



Bilangan Gelombang

Gambar 1. Spektrum FTIR dari katalis SO_4^{2-}/TiO_2-SiO_2 (biosilika)

Dari hasil pengujian performa yang telah dilakukan terhadap katalis yang telah digunakan dalam reaksi esterifikasi terhadap DALMS. Didapatkan data-data properties fisikokimia biodiesel sebagai berikut:

Table 2. Karakteristik etil ester(biodiesel)

Parameter	No. Sampel					ASTM D6751
	1	2	3	4	5	
SiO₂ :TiO₂	1:2	1:3	1:4	1:5	Dalms	
Densitas (kg/m³)	807,82	857,51	827,97	843,21	835,9	840-920
Viskositas (cSt)	3,31	.253	3,13	3,33	-	
FFA (mgrek KOH/gram)	18,13	19,89	16,36	22,85	-	0,8
% Yield	65,38	53,62	50,3	89,03	-	
Bilangan Penyabunan (mg/g)	-	-	-	513.86	-	<500
Bilangan Iodium (mg/g)	-	-	-	17.35	-	115
Angka Setana	-	-	-	52.50	-	48-60
Bilangan Ester	-	-	-	491,01	-	

Sumber : [4], [5]

Setelah nilai iodium dan nilai penyabunan diprediksi dengan menggunakan metode titrasi (titrimetri), maka angka setana dapat dihitung dengan persamaan berikut :

$$C = 4,3 + \frac{5}{s} - 0,2 \times I'$$

Angka setana CN diatas adalah nilai fungsi dari nilai iodium IV dan penyabunan SV [6],[7],[8],[9]. Hasil perhitungan menggunakan rumus tersebut menghasilkan nilai 52,5. Angka ini sesuai dengan standar pada ASTM D-6751, sehingga dapat disimpulkan bahwa etil ester yang bersumber dari destilat asam lemak sawit memiliki kualitas sebagai biodiesel. Selain itu, kualitas etil ester juga didukung oleh nilai-nilai lainnya yang memiliki kontribusi sebagai biodiesel seperti densitas dan viskositas.

4. KESIMPULAN

Katalis yang telah berhasil disintesis adalah katalis heterogen $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ yang diimbangkan pada biosilika (SiO_2) sebagai matriks (framework). Katalis ini termasuk dalam kategori katalis padat/heterogen asam yang dapat diaplikasikan untuk memproduksi biodiesel jenis etil ester. Kualitas etil ester yang dihasilkan khususnya angka setana, viskositas dan densitas memenuhi standar kualitas biodiesel (ASTM D-6751).

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. H. Embong, G. P. Maniam, M. H. Ab. Rahim, K. T. Lee, and D. Huisingh, "Utilization of palm fatty acid distillate in methyl esters preparation using $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ as a solid acid catalyst," *J. Clean. Prod.*, vol. 116, pp. 244–248, Mar. 2016.
- [2] H. Chen and J.-F. Wang, "Biodiesel from Transesterification of Cottonseed Oil by Heterogeneous catalysis," in *Studies in Surface Science and Catalysis*, vol. 159, I.-S. N. and J. M. P. Hyun-Ku Rhee, Ed. Elsevier, 2006, pp. 153–156.
- [3] S. Furuta, H. Matsushashi, and K. Arata, "Catalytic action of sulfated tin oxide for etherification and esterification in comparison with sulfated zirconia," *Appl. Catal. Gen.*, vol. 269, no. 1–2, pp. 187–191, Agustus 2004.
- [4] A. Metre and K. Nath, "Palm Fatty Acid Distillate based biodiesel : characterization and Emission analysis," *J. Sci. Ind. Res.*, vol. 74, pp. 584–588, Oct. 2015.
- [5] S. Chongkhong, C. Tongurai, P. Chetpattananondh, and C. Bunyakan, "Biodiesel production by esterification of palm fatty acid distillate," *Biomass Bioenergy*, vol. 31, no. 8, pp. 563–568, Agustus 2007.
- [6] M. Azam, A. Waris, and N. Nahar, "Prospects and potential of fatty acid methyl esters of some non-traditional seed oils for use as biodiesel in India," *Biomass Bioenergy*, vol. 29, pp. 293–302, Oct. 2005.
- [7] M. Mohibbeazam, A. Waris, and N. Nahar, "Prospects and potential of fatty acid methyl esters of some non-traditional seed oils for use as biodiesel in India," *Biomass Bioenergy*, vol. 29, no. 4, pp. 293–302.
- [8] M. Sokoto, L. Hassan, S. Dangoggo, H. Ahmad, and A. Uba, "Influence of Fatty Acid Methyl Esters on Fuel properties of Biodiesel Produced from the Seeds Oil of *Curcubita pepo*," *Niger. J. Basic Appl. Sci.*, vol. 19, no. 1, Sep. 2011.
- [9] M. A. Obianke, A. B. Muhammad, L. G. Hassan, A. A. Aliero, and M. G. Liman, "Optimization of reaction variables *in situ* transesterification of *Jatropha curcas* seed oil for biodiesel production," *Niger. J. Basic Appl. Sci.*, vol. 26, no. 2, p. 102, Mar. 2019.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Tim peneliti mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada UPPM Politeknik Negeri Ujung Pandang yang telah memberikan pendanaan dan kepada Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang serta seluruh teman sejawat yang telah membantu sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik. Semoga penelitian ini dapat bermanfaat.