

**Laporan Hasil Penelitian**

**Kinerja Katalis Gula dalam Pembuatan Biodiesel  
dari Minyak Goreng Bekas**

**Oleh:**

**Herry Santoso  
Yunita Yunus  
Theresia May Anggraini**



**Jurusan Teknik Kimia  
Fakultas Teknologi Industri  
Universitas Katolik Parahyangan  
2011**

## ABSTRAK

Katalis yang paling umum digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah katalis basa. Namun katalis basa baik yang homogen maupun heterogen dapat menyebabkan timbulnya reaksi samping penyabunan bila digunakan pada bahan baku yang memiliki kandungan asam lemak bebas tinggi seperti minyak goreng bekas. Untuk mengatasi hal ini, pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan katalis asam. Akan tetapi, penggunaan katalis asam homogen dapat menimbulkan masalah korosi, sedangkan penggunaan katalis asam heterogen cenderung sangat mahal. Dari literatur ditemukan bahwa gula yang tersedia melimpah dengan harga relatif murah, dapat diolah menggunakan proses pirolisis dan sulfonasi menghasilkan katalis asam heterogen, yang dapat digunakan dalam pembuatan biodiesel. Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan katalis asam heterogen berbahan dasar gula untuk kemudian dipelajari karakteristik fisik dan kimianya serta kinerjanya dalam pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas. Dari hasil pengujian katalis ditemukan bahwa dimensi katalis yang dihasilkan mencapai skala mikrometer dengan kandungan sulfonat diperkirakan lebih dari 8%. Dari uji coba pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas menggunakan katalis tersebut diperoleh rentang densitas biodiesel sebesar 0,890 – 0,906 g/mL; rentang viskositas sebesar 8,996 – 9,162 mm<sup>2</sup>/s; serta rentang rendemen sebesar 65 – 93%.

# DAFTAR ISI

ABSTRAK	ii
DAFTAR ISI	iii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	2
1.3 Urgensi Penelitian	2
BAB II STUDI PUSTAKA	3
2.1 Biodiesel	3
2.2 Katalis Dalam Pembuatan Biodiesel	5
2.2.1 Katalis Basa	5
2.2.2 Katalis Asam	6
2.3 Katalis Berbahan Dasar Gula	8
BAB III METODE PENELITIAN	10
3.1 Prosedur Percobaan	10
3.1.1 Pembuatan Katalis	10
3.1.2 Perlakuan Awal Bahan	10
3.1.3 Pembuatan Biodiesel	11
3.2 Metode Analisis	11
3.2.1 Karakterisasi Katalis	11
3.2.2 Pengukuran Kandungan Asam Lemak Bebas	11
3.2.3 Pengukuran Densitas	12
3.2.4 Pengukuran Viskositas	12
3.2.5 Perhitungan Rendemen	12

BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	13
4.1	Pembuatan Katalis	13
4.2	Karakterisasi Katalis	14
4.2.1	Pengujian SEM	14
4.2.2	Pengujian EDS	16
4.3	Pengukuran Kandungan Asam Lemak Bebas	17
4.4	Pembuatan Biodiesel	18
BAB V	KESIMPULAN	20
	DAFTAR PUSTAKA	21

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi umumnya dilakukan dengan menggunakan katalis basa. Namun katalis basa hanya bekerja dengan baik pada bahan baku minyak dengan kadar asam lemak bebas rendah yaitu  $< 0,5\%$  dan dalam kondisi bebas dari air (Loterio et al., 2005). Katalis asam dapat digunakan sebagai alternatif dalam pembuatan biodiesel dari bahan baku minyak dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi seperti minyak goreng bekas. Katalis asam yang digunakan dapat berupa katalis asam homogen maupun katalis asam heterogen. Katalis asam homogen lebih jarang digunakan karena reaksi dengan katalis ini berjalan lambat, memerlukan temperatur yang tinggi dan bersifat korosif (Loterio et al., 2005). Katalis asam heterogen dapat dijadikan solusi dalam pembuatan biodiesel karena bersifat lebih tidak korosif, tidak membutuhkan proses pemisahan yang mahal, serta dapat mengurangi dampak pencemaran lingkungan.

Meskipun penggunaan katalis asam heterogen memiliki banyak keuntungan yang menjanjikan namun harga katalis asam heterogen relatif mahal. Oleh karena itu diperlukan upaya lebih lanjut untuk mengembangkan katalis asam heterogen dengan performa yang tinggi namun dengan harga yang lebih ekonomis.

Baru-baru ini terdapat penelitian yang menyebutkan bahwa biodiesel dapat diproduksi dengan menggunakan katalis asam heterogen berbahan dasar gula (Toda et al., 2005). Gula merupakan bahan alami yang tersedia melimpah dengan harga relatif murah. Katalis asam heterogen dapat dibuat dengan mudah menggunakan gula sebagai bahan dasarnya melalui proses pirolisis yang dilanjutkan dengan proses sulfonasi. Akan tetapi, informasi mengenai karakteristik serta kinerja katalis berbahan dasar gula ini dalam pembuatan biodiesel masih sangat terbatas.

Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan katalis asam heterogen berbahan dasar gula untuk kemudian dipelajari karakteristik fisik dan kimianya serta kinerjanya dalam pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas.

## **1.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Membuat katalis asam heterogen berbahan dasar gula.
2. Mempelajari karakteristik fisik dan kimia katalis yang dihasilkan.
3. Mempelajari kinerja katalis yang dihasilkan dalam pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas.

## **1.3 Urgensi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui proses pembuatan katalis asam heterogen dengan bahan dasar gula dan sekaligus untuk mengetahui kinerja katalis gula tersebut dalam memproduksi biodiesel dari minyak goreng bekas. Informasi yang diperoleh dari penelitian ini dapat digunakan untuk pengembangan proses biodiesel yang lebih ramah lingkungan. Selain itu, hasil penelitian yang diperoleh juga dapat membuka peluang untuk eksplorasi dan pemanfaatan berbagai minyak alami yang umumnya memiliki kandungan asam lemak bebas cukup tinggi untuk pembuatan biodiesel pada masa yang akan datang.

## BAB II

### STUDI PUSTAKA

#### 2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif untuk mesin atau motor diesel yang diproduksi dengan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi minyak tumbuhan atau lemak hewan dengan alkohol rantai pendek seperti metanol. Reaksinya membutuhkan katalis yang umumnya merupakan basa kuat, sehingga akan memproduksi senyawa kimia baru yang disebut metil ester (Van Gerpen, 2005).

Biodiesel murni 100%, disebut juga B100. Biodiesel dapat juga berupa campuran antara biodiesel murni dengan petrodiesel. Biodiesel yang dicampur dikenal sebagai BXX dengan XX mengidentifikasikan jumlah biodiesel dalam campuran. Contohnya B80 adalah campuran 80% biodiesel dengan 20% petrodiesel (Demirbas, 2008).

Kelebihan biodiesel dibandingkan dengan petrodiesel antara lain: (1) Biodiesel berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui; (2) Biodiesel memiliki kandungan aromatik dan sulfur yang rendah (Ma & Hanna, 1999); (3) Biodiesel memiliki cetane number yang tinggi (Zhang et al., 2003). Beberapa sifat fisik dan kimia biodiesel dan petrodiesel disarikan dalam Tabel 2.1.

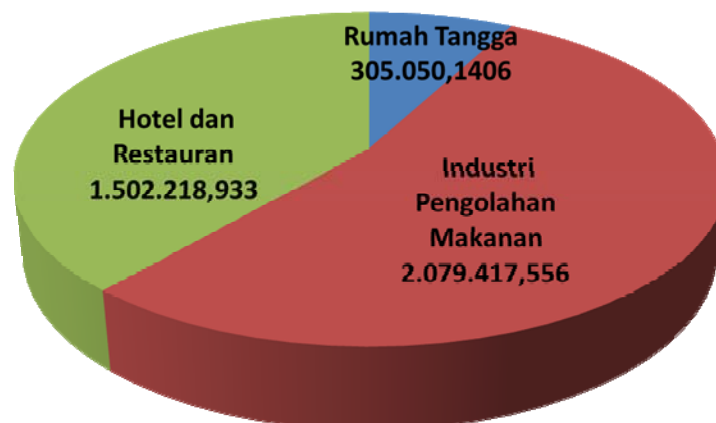
**Tabel 2.1 Sifat fisik dan kimia biodiesel dan petrodiesel (Demirbas, 2009)**

Sifat	Metode	ASTM D975 (Petroleum)	ASTM D6751 (Biodiesel, B100)
Titik nyala	D93	325 K min	403 K min
Air dan sedimen	D2709	0,050 max %vol	0,050 max %vol
Viskositas kinematik (313 K)	D445	1,3-4,1 mm <sup>2</sup> /s	1,9-6,0 mm <sup>2</sup> /s
Massa jenis	D1298	-	0.860-0.900
Abu sulfat	D874	-	0.02 max %mass
Abu	D482	0.01 max %mass	-
Sulfur	D5453 D2622/129	0.05 max %mass -	- 0.05 max %mass
Korosi pada tembaga	D130	No. 3 max	No. 3 max
Bilangan Cetane	D613	40 min	47 min
Aromatisitas	D1319	35 max %vol	-
Residu karbon	D4530 D524	- 0.35 max %mass	0.05 max %mass -
Temperatur distilasi (90 %vol)	D1160	555 K min 611 K max	- -

Saat ini, penggunaan biodiesel masih sulit bersaing dengan petrodiesel karena memiliki harga yang relatif lebih mahal. Walaupun demikian, dengan semakin meningkatnya harga petroleum dan ketidakpastian ketersediaan petroleum pada masa yang akan datang, pengembangan biodiesel yang bersumber pada minyak tumbuhan menjadi salah satu alternatif utama karena memberikan keuntungan baik dari segi lingkungan maupun dari segi sumbernya yang merupakan sumber daya alam terbarukan.

Meskipun biodiesel merupakan sumber energi yang terbarukan dan memiliki kandungan energi yang mirip dengan petrodiesel, namun karena biodiesel dibuat dari minyak tumbuhan yang juga sangat luas dimanfaatkan sebagai bahan pangan menyebabkan ketersediaan minyak tumbuhan segar sebagai bahan baku pembuatan biodiesel menjadi sangat terbatas. Keterbatasan ini menjadi salah satu kendala utama dalam pembuatan biodiesel.

Di sisi lain, minyak goreng bekas yang merupakan sisa atau limbah pengolahan makanan yang dapat diperoleh baik dari rumah tangga, restoran maupun industri pengolahan makanan, tersedia cukup melimpah. Dengan demikian, pengembangan proses pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas menjadi alternatif yang sangat menjanjikan.



**Gambar 2.1 Sumber minyak goreng bekas (ton/tahun) (Kayun, 2007)**



## **2.2 Katalis Dalam Pembuatan Biodiesel**

Dalam reaksi pembuatan biodiesel diperlukan adanya katalis karena reaksi cenderung berjalan lambat. Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dapat berupa katalis basa maupun katalis asam. Dengan menggunakan katalis basa reaksi dapat berlangsung pada suhu kamar sedangkan dengan menggunakan katalis asam reaksi baru dapat berjalan baik pada suhu sekitar 100°C. Bila tanpa penggunaan katalis, reaksi membutuhkan suhu minimal 250°C untuk dapat berlangsung (Kirk & Othmer, 1980).

### **2.2.1 Katalis Basa**

Terdapat dua jenis katalis basa yang umum digunakan dalam pembuatan biodiesel, yaitu katalis basa homogen dan heterogen.

#### **1. Katalis Basa Homogen**

Katalis basa homogen merupakan katalis basa yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan dan produk reaksinya. Katalis basa homogen memiliki kelebihan yakni suhu dan tekanan yang dibutuhkan dalam reaksi relatif rendah. Katalis basa homogen yang biasa digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah NaOH (natrium hidroksida) dan KOH (kalium hidroksida).

#### **2. Katalis Basa Heterogen**

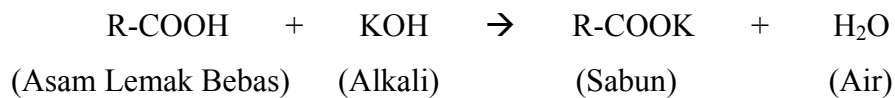
Beberapa katalis basa heterogen yang juga dapat digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah CaZrO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SnO, Li/MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/KI, KOH/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, KOH/NaY dan K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tersupport alumina/silika.

Keuntungan dari katalis basa adalah kemampuan katalisatornya yang tinggi dan harganya yang relatif lebih murah dibandingkan dengan katalis asam. Akan tetapi untuk mendapatkan performa proses yang optimum, penggunaan katalis basa dalam reaksi transesterifikasi memiliki beberapa persyaratan penting, diantaranya alkohol yang digunakan harus dalam keadaan anhidrous dengan kandungan air < 0,1 – 0,5%. Selain itu, minyak yang digunakan harus memiliki kandungan asam lemak bebas < 0,5%. Keberadaan air dalam reaksi transesterifikasi sangat penting untuk diperhatikan karena dengan adanya air, alkil ester yang terbentuk akan terhidrolisis menjadi asam lemak

bebas. Lebih lanjut, kehadiran asam lemak bebas dalam sistem reaksi dapat menyebabkan reaksi penyabunan yang sangat mengganggu dalam proses pembuatan biodiesel.

Dengan demikian dalam pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa, pemilihan umpan minyak sebagai bahan baku menjadi sangat penting untuk diperhatikan. Penggunaan minyak goreng bekas yang umumnya memiliki nilai asam lemak bebas sekitar 2 – 7% ataupun lemak hewan yang memiliki nilai asam lemak bebas sekitar 5 – 30%, serta beberapa jenis minyak tumbuhan yang memiliki kualitas yang rendah dengan kandungan asam lemak bebas sangat tinggi akan menyebabkan reaksi penyabunan.

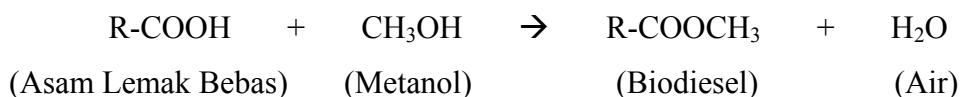
Reaksi penyabunan dapat terjadi ketika umpan dengan kandungan asam lemak bebas tinggi bereaksi dengan katalis basa atau alkali membentuk sabun dan air seperti pada reaksi berikut ini:



Akibat reaksi samping ini, katalis basa harus terus ditambahkan karena sebagian katalis basa habis bereaksi membentuk produk samping berupa sabun. Lebih lanjut, kehadiran sabun akan menjadi penghambat dalam pemisahan produk biodiesel dari campuran reaksi karena menyebabkan terjadinya pembentukan emulsi. Hal ini secara signifikan menurunkan keekonomian proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa.

### 2.2.2 Katalis Asam

Alternatif lain yang dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel dengan umpan yang mengandung asam lemak bebas tinggi adalah dengan menggunakan katalis asam. Selain berfungsi untuk mengkatalisis reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel, katalis asam juga dapat mengkatalisis reaksi esterifikasi asam lemak bebas menjadi biodiesel mengikuti reaksi berikut ini:



Katalis Asam yang biasa digunakan dalam pembuatan biodiesel juga terbagi dalam dua jenis, yaitu katalis asam homogen dan heterogen.

### **1. Katalis Asam Homogen**

Katalis asam homogen yang biasa digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah asam sulfat. Terdapat beberapa kekurangan pada katalis asam homogen yang menyebabkan katalis jenis ini relatif jarang dipakai dalam pembuatan biodiesel antara lain: bersifat sangat korosif, sulit dipisahkan dari produk dan dapat ikut terbuang dalam pencucian sehingga tidak dapat digunakan kembali sekaligus dapat menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan.

### **2. Katalis Asam Heterogen**

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan dan produk reaksinya. Katalis asam heterogen seperti Zeolit, La/Zeolit beta, MCM-41, Amberlyst-15, dan Nafion adalah katalis yang biasa digunakan dalam proses pembuatan biodiesel (Shu et al., 2010).

Masalah yang timbul akibat penggunaan katalis asam homogen secara umum dapat diatasi dengan menggunakan katalis asam heterogen. Keuntungan penggunaan katalis asam heterogen dalam pembuatan biodiesel dapat diringkas sebagai berikut (Shu et al., 2010):

- a. Dapat digunakan kembali.
- b. Tidak terbentuk produk samping berupa sabun dari asam lemak bebas.
- c. Meningkatkan perolehan dan kemurnian dari produk.
- d. Pemurnian jauh lebih mudah dan dapat menekan biaya peralatan, karena peralatan pemurnian dapat banyak berkurang.
- e. Tidak banyak katalis yang hilang dalam proses pembuatan biodiesel.

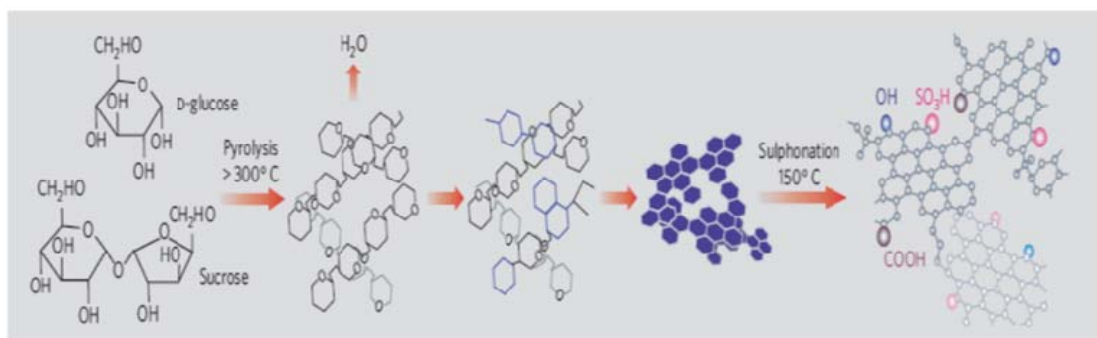
Namun terdapat kendala dalam penggunaan katalis asam heterogen yakni harganya yang relatif mahal. Selain itu katalis ini biasanya bersifat hidrofilik dan merupakan padatan asam oksida inorganik dengan gugus hidroksil  $-OH$  yang berperan sebagai asam kuat Bronsted. Keaktifan katalis asam ini akan berkurang akibat hidrasi  $-OH$  oleh air yang terbentuk dalam reaksi esterifikasi asam lemak bebas.

### 2.3 Katalis Berbahan Dasar Gula

Katalis berbahan dasar gula adalah material karbon tersulfonasi sehingga merupakan jenis katalis asam heterogen yang kuat. Material ini bisa didapat dari hasil karbonisasi dan sulfonasi senyawa hidrokarbon polisiklik. Katalis dari material karbon tersulfonasi ini menunjukkan aktivitas yang sangat baik dalam beberapa macam reaksi berkatalis asam seperti pada reaksi pembuatan biodiesel.

Dalam pengujian untuk pembuatan biodiesel, katalis ini menunjukkan keaktifan setengah kali dibandingkan dengan katalis asam sulfat dan jauh lebih tinggi dibandingkan dengan katalis asam heterogen konvensional lainnya. Katalis padat yang dapat didaur ulang seperti Nafion, merupakan katalis asam heterogen yang sangat baik, namun harganya sangat mahal. Karbon naftalen tersulfonasi merupakan katalis asam heterogen yang telah berhasil digunakan sebagai katalis dalam pembentukan etil asetat, namun katalis ini merupakan bahan yang lunak dan molekul aromatiknyanya dapat terpisahkan pada kondisi temperatur di atas  $100^{\circ}\text{C}$  sehingga aktivitas katalistisnya akan hilang. Masalah ini dapat diatasi dengan menggunakan katalis dengan bahan dasar gula (Toda et al., 2005).

Material karbon dalam pembuatan katalis asam heterogen ini dapat diproduksi dari gula, pati atau selulosa terkarbonisasi. Karbonisasi tidak sempurna dari produk alami seperti gula, pati, atau selulosa dapat menghasilkan material karbon yang kuat yang terdiri dari karbon polisiklik kecil dalam struktur tiga dimensi dengan ikatan  $\text{sp}^3$ . Sulfonasi dari material ini akan menghasilkan padatan yang stabil dengan massa jenis sisi aktif yang besar. Dengan demikian, proses karbonisasi dan sulfonasi yang baik dari



Gambar 2.2 Skema Pembuatan Katalis Gula (Toda et al., 2005)

senyawa sakarida akan menghasilkan struktur karbon yang stabil dengan densitas gugus  $-SO_3H$  yang besar (Liu et al., 2010). Hasilnya adalah katalis berperforma tinggi yang bisa didapatkan dari molekul alami yang murah dan melimpah, terdiri dari karbon amorphous tersulfonasi, dan dapat didaur ulang (Toda et al., 2005).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Prosedur Percobaan**

Berikut ini akan dijelaskan secara berurutan prosedur percobaan yang terdiri dari pembuatan katalis, perlakuan awal bahan, dan pembuatan biodiesel.

##### **3.1.1 Pembuatan Katalis**

Katalis yang akan digunakan dalam percobaan pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas adalah katalis berbahan dasar gula. Pembuatan katalis berbahan dasar gula dilakukan dengan proses pirolisis dimana gula yaitu D-glukosa atau sukrosa dipirolisis dalam furnace silinder pada temperatur 400°C selama 15 jam di bawah aliran gas N<sub>2</sub>. Material karbon yang dihasilkan dari proses pirolisis kemudian disulfonasi selama 15 jam menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96% pada suhu 150°C. Setelah proses sulfonasi selesai, campuran didinginkan sampai suhu kamar, kemudian diencerkan dengan aquades 500 mL. Setelah pengenceran, dilakukan penyaringan untuk memisahkan katalis yang dihasilkan. Katalis yang telah dipisahkan dicuci dengan aquadest 80°C sampai tidak mengandung sisa larutan asam. Selanjutnya katalis dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 60°C.

##### **3.1.2 Perlakuan Awal Bahan**

Perlakuan awal bahan baku dilakukan untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor hasil penggorengan makanan dan untuk mengurangi kadar air dalam minyak goreng bekas. Pada percobaan ini, minyak goreng bekas dari berbagai sumber dicampur kemudian disaring dengan menggunakan kain kasa untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor hasil penggorengan makanan. Selanjutnya minyak goreng bekas dipanaskan untuk menghilangkan kandungan air di dalamnya.

### **3.1.3 Pembuatan Biodiesel**

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan mencampurkan minyak goreng bekas dan katalis berbahan dasar gula dengan rasio tertentu dalam sebuah labu erlenmeyer. Ke dalam campuran kemudian ditambahkan metanol 99% dengan rasio minyak goreng bekas : metanol sebesar 1 : 9. Pembuatan biodiesel dilakukan pada temperatur 65°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm selama waktu tertentu. Campuran hasil reaksi ini kemudian dipisahkan dari katalis menggunakan kertas saring dan corong Buchner. Campuran yang telah bebas dari katalis kemudian didekantasi selama 2 hari untuk memisahkan produk biodiesel yang dihasilkan. Dekantasi dilakukan dengan menggunakan corong pemisah.

## **3.2 Metode Analisis**

Berikut ini akan dijelaskan secara singkat metode analisis yang akan digunakan dalam percobaan.

### **3.2.1 Karakterisasi Katalis**

Untuk mempelajari karakteristik fisik dan kimia dari katalis yang dihasilkan melalui proses pirolisis dan sulfonasi dilakukan pengujian menggunakan:

#### **1. Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Scanning Electron Microscopy (SEM) dapat digunakan untuk mengamati struktur dan morfologi permukaan partikel katalis dengan perbesaran sampai dengan 200.000 kali.

#### **2. Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)**

Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) dapat digunakan untuk analisis elemental dalam menentukan komposisi kimia pada bagian mikroskopik tertentu dari permukaan partikel katalis.

### **3.2.2 Pengukuran Kandungan Asam Lemak Bebas**

Bahan baku minyak goreng bekas perlu dianalisis untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas yang terkandung di dalamnya. Sampel minyak goreng bekas ditambahkan

dengan isopropil alkohol 96% dan indikator fenolftalein dititrasi dengan larutan NaOH hingga berubah warna menjadi merah jambu. Volume NaOH yang dibutuhkan dicatat untuk kemudian dipakai dalam menentukan kandungan asam lemak bebas pada sampel minyak goreng bekas dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\text{FFA (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times [\text{NaOH}] \times \text{MW}_{\text{Asam lemak}}}{\text{Massa Sampel}} \times 100\% \quad (3.1)$$

Kandungan asam lemak bebas sering kali dinyatakan dalam bilangan asam berikut ini:

$$\text{Bilangan Asam (mg KOH/g)} = \frac{10 \times \text{MW}_{\text{KOH}}}{\text{MW}_{\text{Asam lemak}}} \times \text{FFA (\%)} \quad (3.2)$$

### 3.2.3 Pengukuran Densitas

Densitas biodiesel yang dihasilkan diukur dengan menggunakan piknometer. Massa piknometer kosong ( $m_k$ ), massa piknometer berisi air ( $m_a$ ), dan massa piknometer berisi biodiesel ( $m_b$ ) diukur dengan menggunakan neraca sehingga densitas biodiesel ( $\rho_b$ ) dapat ditentukan.

$$\rho_b = \frac{(m_b - m_k)}{(m_a - m_k)} \times \rho_a \quad (3.3)$$

### 3.2.4 Pengukuran Viskositas

Viskositas biodiesel diukur dengan menggunakan viskometer ostwald. Pengukuran viskositas dilakukan dalam water bath dengan suhu 40°C.

$$\mu_b = \frac{\rho_b \cdot t_b}{\rho_a \cdot t_a} \times \mu_a \quad (3.4)$$

### 3.2.5 Perhitungan Rendemen

Perhitungan rendemen dilakukan dengan menimbang massa minyak goreng bekas di awal dan massa biodiesel yang dihasilkan. Perhitungan rendemen dilakukan dengan menggunakan rumus berikut ini:

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{massa biodiesel yang dihasilkan}}{\text{massa minyak goreng bekas awal}} \times 100\% \quad (3.5)$$

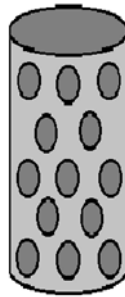


## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Pembuatan Katalis**

Bahan baku yang digunakan untuk pembuatan katalis adalah gula D-glukosa. Mula-mula, sejumlah D-glukosa dipirolisis dalam furnace silinder pada temperatur 400°C selama 15 jam di bawah aliran gas N<sub>2</sub>. Proses pirolisis dilakukan dengan tujuan untuk membentuk rantai karbon polisiklik.



**Gambar 4.1 Furnace Silinder**

Dalam pirolisis batch pertama digunakan D-glukosa sebanyak 90 gram dan didapatkan material karbon sebanyak 1 gram. Perolehan material karbon yang sangat sedikit disebabkan oleh D-glukosa yang berubah menjadi karamel pada saat dipanaskan dan keluar dari furnace melalui lubang-lubang kecil yang terdapat pada dinding dan dasar furnace. Oleh karena itu pada batch berikutnya, ke dalam furnace dimasukkan cawan porselen yang dapat menampung kurang lebih 30 gram D-glukosa. Cawan ini dapat diletakkan dengan susunan dua tingkat di dalam furnace sehingga untuk sekali pirolisis dapat menampung 60 gram umpan D-glukosa. Perolehan material karbon pada pirolisis batch kedua meningkat menjadi 2.26 gram. Pirolisis dengan menggunakan cawan porselen ini dilakukan sekali lagi untuk mendapatkan jumlah material karbon yang memadai untuk percobaan selanjutnya. Dari tiga batch pirolisis didapatkan total material karbon sebesar 6,87 gram.

Setelah didapatkan material karbon yang memadai jumlahnya dari proses pirolisis, dilakukan proses sulfonasi. Sulfonasi dilakukan dengan mencampurkan larutan asam sulfat pekat 96% sebanyak 150 mL pada 6,87 gram material karbon hasil pirolisis. Campuran kemudian diaduk dengan magnetic stirrer dan dipanaskan hingga suhunya mencapai 150°C. Digunakan silicon oil sebagai media pemanas dalam proses sulfonasi agar temperatur pemanasan yang diinginkan dapat tercapai. Proses sulfonasi dilakukan selama 15 jam pada temperatur 150°C.

Setelah proses sulfonasi selesai, campuran dibiarkan mendingin hingga mencapai temperatur kamar kemudian diencerkan dengan aquades 500 mL. Setelah encer, campuran disaring menggunakan corong Buchner untuk memisahkan material karbon yang telah tersulfonasi dari larutan asam sulfat yang tersisa. Material karbon yang didapatkan berwarna hitam. Material karbon ini kemudian dibilas dengan aquadest 80°C beberapa kali untuk menghilangkan sisa larutan asam yang ada di dalamnya. Material karbon yang telah dibilas tersebut kemudian dimasukkan ke dalam oven vakum dan dikeringkan pada suhu 60°C. Setelah proses pengeringan diperoleh massa katalis sebesar 8,36 gram.

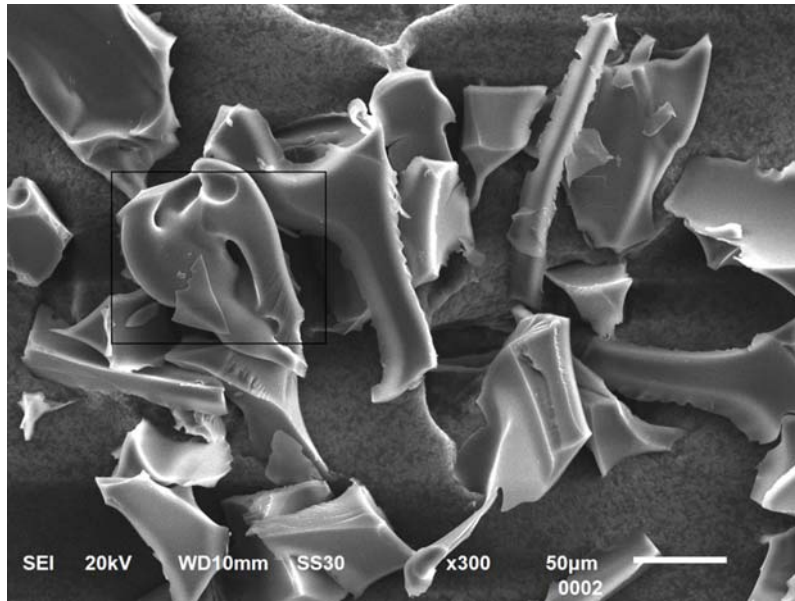
Terdapat peningkatan massa material karbon sebelum dan sesudah proses sulfonasi dari mula-mula 6,87 gram menjadi 8,36 gram. Hal ini mengindikasikan adanya penambahan komponen tertentu (dalam hal ini diduga salah satunya adalah gugus sulfonat) ke dalam material karbon.

## **4.2 Karakterisasi Katalis**

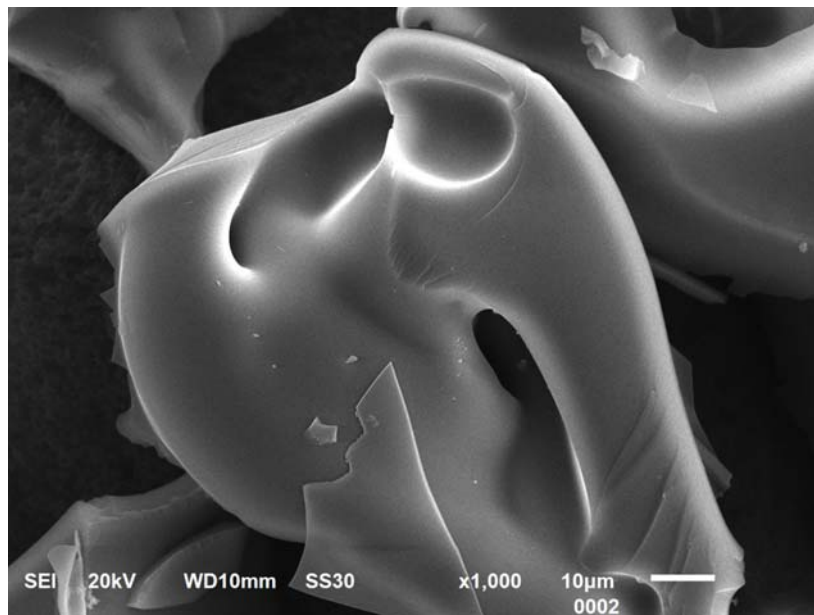
Karakterisasi katalis berbahan dasar gula yang dihasilkan dilakukan dengan dua pengujian, yaitu Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) yang dilakukan di FMIPA Institut Teknologi Bandung. Hasil yang didapatkan dari pengujian tersebut adalah sebagai berikut.

### **4.2.1 Pengujian SEM**

Gambar 4.2 dan 4.3 menunjukkan struktur dan morfologi permukaan partikel katalis yang dihasilkan dengan perbesaran 300 dan 1000 kali.



**Gambar 4.2 Uji SEM Perbesaran 300 Kali**

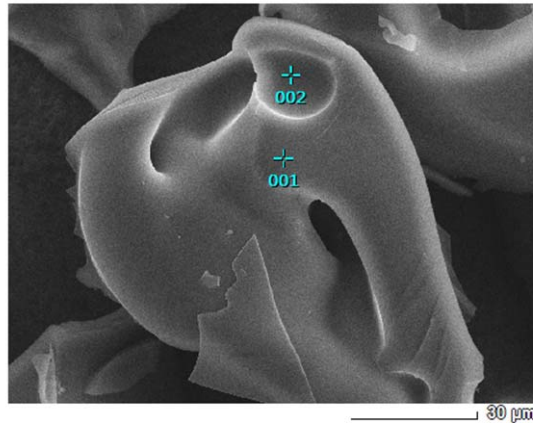


**Gambar 4.3 Uji SEM Perbesaran 1000 Kali**

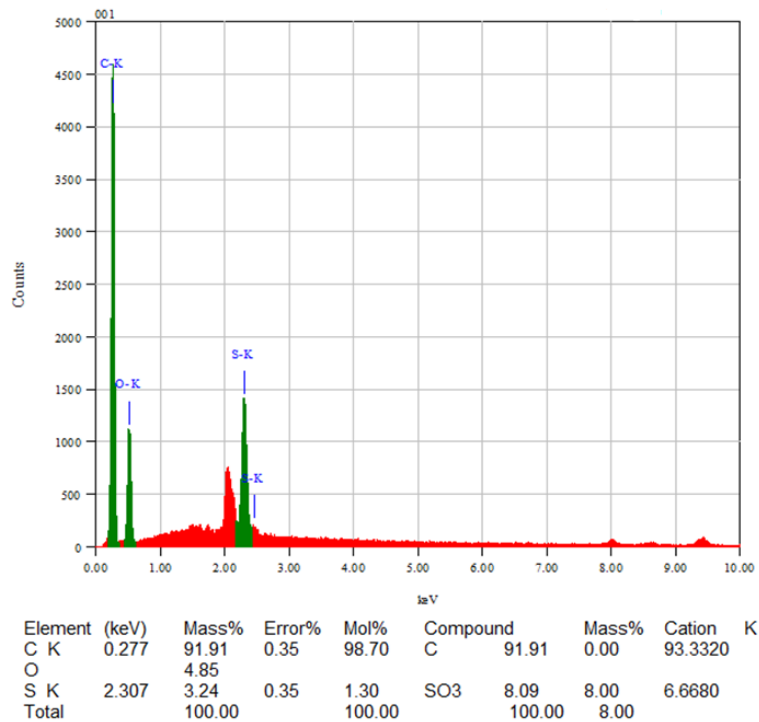
Dari Gambar 4.2 dan 4.3 terlihat bahwa partikel katalis berbahan dasar gula yang dihasilkan memiliki dimensi mencapai skala mikrometer dan hanya sedikit teragregasi.

## 4.2.2 Pengujian EDS

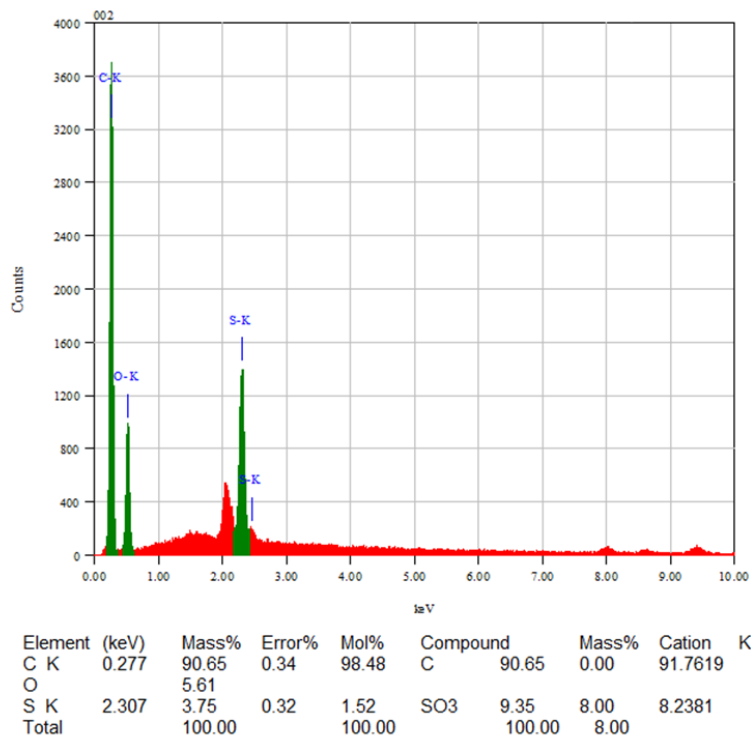
Pengujian EDS dilakukan untuk menentukan komposisi kimia pada bagian mikroskopik tertentu dari permukaan partikel katalis yang dihasilkan. Hasil pengujian EDS pada spot 001 dan 002 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 disajikan dalam Gambar 4.5 dan 4.6 berikut ini.



Gambar 4.4 Lokasi Pengujian EDS



Gambar 4.5 Hasil Pengujian EDS Spot 001 Spektrum Oksida



**Gambar 4.6 Hasil Pengujian EDS Spot 002 Spektrum Oksida**

Dari hasil pengujian EDS pada spot 001 dan 002 spektrum oksida pada Gambar 4.5 dan 4.6, terlihat bahwa kandungan S yang diasumsikan dalam bentuk  $\text{SO}_3$  pada katalis yang dihasilkan adalah sebesar 8,09 – 9,35% massa.

Perlu diingat bahwa gugus aktif dalam katalis yang dihasilkan seharusnya adalah gugus  $-\text{HSO}_3$ . Namun pengujian menggunakan EDS tidak dapat mendeteksi ketiga unsur pertama dalam sistem periodik, yaitu H, He, dan Li, karena ketiga unsur tersebut tidak memiliki cukup elektron untuk menghasilkan karakterisasi secara x-ray. Oleh karena itu, hasil pengujian EDS hanya melaporkan adanya gugus  $-\text{SO}_3$  yang merupakan bagian dari gugus  $-\text{HSO}_3$ .

### 4.3 Pengukuran Kandungan Asam Lemak Bebas

Sumber minyak goreng bekas yang digunakan didapatkan dari Rumah Makan Soto Po Bandung. Sebelum digunakan, minyak goreng bekas terlebih dahulu disaring untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor hasil penggorengan makanan dan dipanaskan untuk mengurangi kadar air di dalamnya.

Minyak goreng bekas yang sudah dibersihkan kemudian diukur kandungan asam lemak bebasnya dengan cara titrasi menggunakan larutan NaOH. Dari hasil pengukuran didapatkan bahwa kandungan asam lemak bebas di dalam minyak goreng bekas sebesar 2,0513%.

#### 4.4 Pembuatan Biodiesel

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan menggunakan rasio minyak goreng bekas : metanol sebesar 1 : 9. Reaksi dilangsungkan pada temperatur 65°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm. Campuran hasil reaksi selanjutnya disaring untuk memisahkan katalis, kemudian didekantasi untuk memisahkan fasa gliserol dari produk biodiesel yang dihasilkan.

Berikut ini adalah hasil pengukuran densitas, viskositas, dan rendemen produk biodiesel yang dihasilkan pada berbagai variasi jumlah katalis dan waktu reaksi.

**Tabel 4.1 Hasil Percobaan Pembuatan Biodiesel**

RUN	Jumlah Katalis (%-b minyak)	Waktu Reaksi (jam)	Hasil Percobaan		
			Densitas (g/mL)	Viskositas (mm <sup>2</sup> /s, 40°C)	Rendemen (%-b)
1	5	1	0,906	-	73,0
2	15	1	0,898	-	78,0
3	5	3	0,906	-	71,8
4	15	3	0,906	-	82,2
5	10	2	0,898	8,996	93,0
6	10	2	0,898		89,2
7	10	2	0,898	9,162	87,4
8	10	2	0,890		86,6
9	2,93	2	0,898	-	80,6
10	17,07	2	0,906	-	71,0
11	10	0.59	0,906	-	76,0
12	10	3.41	0,898	-	65,0

Dari hasil pengukuran di atas diperoleh rentang densitas produk biodiesel sebesar 0,890 – 0,906 g/mL; rentang viskositas sebesar 8,996 – 9,162 mm<sup>2</sup>/s; serta rentang rendemen sebesar 65 – 93%.

Densitas dan viskositas produk biodiesel dalam percobaan ini lebih tinggi dibandingkan densitas dan viskositas standar biodiesel yang berkisar antara 0,860 – 0,900 g/mL dan 1,9 – 6,0 mm<sup>2</sup>/s. Hal ini mengindikasikan bahwa produk biodiesel yang diperoleh masih mengandung sisa minyak goreng bekas yang belum bereaksi dan pengotor lainnya dalam jumlah yang cukup banyak.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

Dari hasil percobaan di atas dapat ditarik kesimpulan berikut ini:

1. Katalis berbahan dasar gula memiliki dimensi mencapai skala mikrometer dan hanya sedikit teragregasi.
2. Penambahan massa katalis sebelum dan sesudah proses sulfonasi mengindikasikan adanya penambahan komponen, yang diduga merupakan gugus sulfonat, ke dalam katalis. Dugaan ini diperkuat dengan hasil pengujian EDS yang mendeteksi kehadiran gugus  $-SO_3$ , yang merupakan bagian dari gugus  $-HSO_3$ , pada permukaan katalis.
3. Katalis berbahan dasar gula dapat dipakai dalam pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas. Walaupun demikian, tingginya nilai densitas dan viskositas produk biodiesel mengindikasikan bahwa kualitas produk biodiesel yang diperoleh masih belum cukup baik karena mengandung sisa minyak goreng bekas yang belum bereaksi dan pengotor lainnya dalam jumlah yang cukup banyak.
4. Rentang densitas produk biodiesel yang diperoleh sebesar 0,890 – 0,906 g/mL; rentang viskositas sebesar 8,996 – 9,162 mm<sup>2</sup>/s; serta rentang rendemen sebesar 65 – 93%.



## DAFTAR PUSTAKA

- Demirbas, A., 2008. *Biodiesel: A Realistic Fuel Alternative for Diesel Engines*, Springer Verlag.
- Demirbas, A., 2009, Progress and Recent Trends in Biodiesel Fuels, *Energy Conversion and Management*, 50(1), 14-34.
- Kayun, S.P., (2007). *Kajian Strategi Pengembangan Industri Biodiesel Berbasis Minyak Jelantah di Indonesia* (Master's Theses). Institut Pertanian Bogor.
- Kirk, R.E. & Othmer, D. F., 1980, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd ed., vol. 9, John Wiley and Sons, New York.
- Liu, X.Y., Huang, M., Ma, H.L., Zhang, Z.Q., Gao, J.M., Zhu, Y.L., ... Guo, X.Y., 2010, Preparation of a Carbon-Based Solid Acid Catalyst by Sulfonating Activated Carbon in a Chemical Reduction Process, *Molecules*, 15, 7188-7196.
- Lotero, E., Liu, Y., Lopez, D.E., Suwannakarn, K., Bruce, D.A., & Goodwin, J.G., Jr., 2005, Synthesis of Biodiesel via Acid Catalysis, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 44(14), 5353-5363.
- Ma, F. & Hanna, M.A., 1999, Biodiesel Production: a Review. *Bioresource Technology*, 70(1), 1-15.
- Shu, Q., Gao, J., Nawaz, Z., Liao, Y., Wang, D., & Wang, J., 2010, Synthesis of Biodiesel from Waste Vegetable Oil with Large Amounts of Free Fatty Acids Using a Carbon-Based Solid Acid Catalyst. *Applied Energy*, 87, 2589-2596.
- Toda, M., Takagaki, A., Okamura, M., Kondo, J.N., Hayashi, S., Domen, K., & Hara, M., 2005, Green Chemistry: Biodiesel Made with Sugar Catalyst. *Nature*, 438(7065), 178.
- Van Gerpen, J., 2005, Biodiesel Processing and Production. *Fuel Processing Technology*, 86(10), 1097-1107.

Zhang, Y., Dubé, M.A., McLean, D.D., & Kates, M., 2003, Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: 1. Process Design and Technological Assessment. *Bioresource Technology*, 89, 1-16.