

Pembuatan Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen Berbahan Dasar Kulit Telur



**Disusun Oleh:
Herry Santoso, ST, MTM, PhD
Ivan Kristianto
Aris Setyadi**

**Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat
Universitas Katolik Prahayangan
2013**

ABSTRAK

Katalis yang paling umum digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah katalis basa homogen seperti NaOH dan KOH karena memiliki kemampuan katalisator yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis lainnya. Akan tetapi, penggunaan katalis ini memiliki kelemahan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan. Untuk mengatasi hal ini, pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan katalis basa heterogen seperti CaO. Katalis CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi CaCO_3 . Salah satu sumber CaCO_3 yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengembangkan proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur. Secara khusus, hal ini meliputi: (1) mempelajari cara pembuatan katalis basa heterogen menggunakan bahan dasar kulit telur, (2) melakukan uji karakterisasi untuk mengetahui sifat fisik dan kimia katalis basa heterogen yang dihasilkan, (3) mempelajari dan mengoptimasi proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis yang dihasilkan.

Dalam penelitian ini katalis CaO dibuat dengan melakukan kalsinasi terhadap kulit telur yang telah dibersihkan dan dihaluskan pada temperatur 1000°C selama 2 jam. Katalis kulit telur yang dihasilkan memiliki kandungan CaO 98.52%-b, luas permukaan katalis $62,04 \text{ m}^2/\text{g}$, total volume pori $0,1596 \text{ cc/g}$, dan radius pori rata-rata $51,44 \text{ \AA}$. Katalis kulit telur ini kemudian dipakai dalam pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak goreng dan metanol. Didapatkan bahwa kondisi operasi optimum untuk pembuatan biodiesel adalah pada rasio molar metanol terhadap minyak goreng 9:1, jumlah katalis 3%-b terhadap minyak goreng, dan waktu reaksi 2 jam, dengan perolehan rendemen biodiesel di atas 90%.

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 Tinjauan Pustaka	3
2.1 Biodiesel	3
2.2 Katalis dalam Pembuatan Biodiesel	4
2.2.1 Katalis Basa	4
2.2.2 Katalis Asam	6
2.3 Katalis CaO dari Bahan Dasar Kulit Telur	6
2.4 Road Map Penelitian	7
Bab III Metode Penelitian	10
3.1 Perlakuan Awal bahan	10
3.2 Pembuatan Katalis	11
3.3 Pembuatan Biodiesel	11
Bab VI Jadwal Pelaksanaan dan Indikator Pencapaian	13
Bab V Hasil dan Pembahasan	15
5.1 Pembuatan Katalis CaO	15
5.1.1 Uji XRD	15
5.1.2 Uji SEM dan EDS	16
5.1.3 Uji BET	19
5.2 Percobaan Pendahuluan Pembuatan Biodiesel	19
5.2.1 Uji Coba Pembuatan Biodiesel	19
5.2.2 Uji Kualitatif Biodiesel	20
5.3 Pembuatan Biodiesel	20
Bab VI Kesimpulan dan Saran	25
6.1 Kesimpulan	25
6.2 Saran	25
Daftar Pustaka	26

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Energi merupakan salah satu kebutuhan penting dalam kehidupan manusia. Sebagian besar kebutuhan energi masih dipasok dari sumber alam yang tidak terbarukan seperti minyak bumi, gas alam, dan batu bara yang cepat atau lambat pasti akan habis ketersediaannya. Berbagai upaya terus dilakukan untuk mencari dan mengembangkan sumber energi alternatif yang terbarukan. Salah satunya adalah biodiesel.

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif untuk mesin diesel yang diproduksi dengan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi minyak tumbuhan atau lemak hewan dengan alkohol rantai pendek seperti metanol dengan bantuan katalis yang bersifat asam atau basa. Sebagai negara yang kaya akan sumber daya alam hayati, Indonesia memiliki banyak sekali sumber minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam proses pembuatan biodiesel.

Pembuatan biodiesel umumnya dilakukan dengan menggunakan katalis basa homogen seperti NaOH dan KOH karena memiliki kemampuan katalisator yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis lainnya. Akan tetapi, penggunaan katalis ini memiliki kelemahan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan. Untuk mengatasi hal ini, pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan katalis basa heterogen seperti CaO.

Katalis CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi CaCO_3 . Salah satu sumber CaCO_3 yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur. Kulit telur mengandung CaCO_3 sebanyak 94%, MgCO_3 sebanyak 1%, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sebanyak 1% serta bahan-bahan organik sebanyak 4%.

Meskipun kulit telur merupakan bahan baku yang sangat potensial untuk menghasilkan katalis basa heterogen dalam pembuatan biodiesel, informasi mengenai cara pembuatan katalis kulit telur tersebut, karakteristik fisik dan kimianya, serta kinerjanya dalam pembuatan biodiesel masih sangat terbatas.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengembangkan proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur. Secara khusus, hal ini meliputi:

1. Mempelajari cara pembuatan katalis basa heterogen menggunakan bahan dasar kulit telur;
2. Melakukan uji karakterisasi untuk mengetahui sifat fisik dan kimia katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur; dan
3. Mempelajari dan mengoptimasi proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur.

1.3 Urgensi Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh pemahaman yang mendalam mengenai cara pembuatan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur, karakteristik fisik dan kimia katalis tersebut, serta kinerjanya dalam pembuatan biodiesel. Informasi yang diperoleh dari penelitian ini dapat digunakan untuk pengembangan proses pembuatan biodiesel yang lebih ramah lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif untuk mesin 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).

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 (Petrodiesel)	ASTM D6751 (Biodiesel)
Titik nyala	D93	325K min	403K min
Air dan sedimen	D2709	0,050 max %vol	0,050 max %vol
Viskositas kinematik (313 K)	D445	1,3-4,1 mm ² /s	1,9-6,0 mm ² /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	555K min 611K 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.

Lebih lanjut, sebagai negara yang kaya akan sumber daya alam hayati, Indonesia memiliki banyak sekali sumber minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam proses pembuatan biodiesel. Tabel 2.2 berikut ini menyajikan beberapa sumber minyak nabati yang dapat digunakan dalam proses pembuatan biodiesel.

Tabel 2.2 Sumber Bahan Baku Biodiesel

Kelompok	Sumber minyak
Minyak tumbuhan	Kelapa, jagung, biji kapas, canola, olive, kacang, safflower, wijen, kedelai, bunga matahari.
Minyak kacang-kacangan	Almond, cashew, hazelnut, macadamia, pecan, pistachio, walnut
Beberapa minyak masak	Amaranth, apricot, argan, articoke, alpukat, babassu, biji anggur, hemp, biji kapok, biji lemon, mustard
Minyak lainnya	Alga, jatropha, jojoba, neem, biji karet, Cynara cardunculus L., castor, radish, dan dedak padi

2.2 Katalis dalam Pembuatan Biodiesel

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

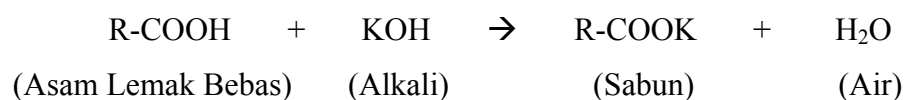
2.2.1 Katalis Basa

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

Katalis basa homogen seperti NaOH (natrium hidroksida) dan KOH (kalium hidroksida) merupakan katalis yang paling umum digunakan dalam proses pembuatan biodiesel karena dapat digunakan pada temperatur dan tekanan operasi yang relatif rendah serta memiliki kemampuan katalisator yang tinggi. Akan tetapi, katalis basa homogen sangat sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan.

Di sisi lain, katalis basa heterogen seperti CaO, meskipun memiliki kemampuan katalisator yang sedikit lebih rendah dibandingkan dengan katalis basa homogen, dapat menjadi alternatif yang baik dalam proses pembuatan biodiesel. Katalis basa heterogen dapat dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi sehingga dapat digunakan kembali, mengurangi biaya pengadaan dan pengoperasian peralatan pemisahan yang mahal serta meminimasi persoalan limbah yang dapat berdampak negatif terhadap lingkungan.

Meskipun katalis basa memiliki kemampuan katalisator yang tinggi serta harganya yang relatif lebih murah dibandingkan dengan katalis asam, untuk mendapatkan performa proses yang baik, 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 %-berat serta minyak yang digunakan harus memiliki kandungan asam lemak bebas < 0.5% (Loterio et al., 2005). 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.

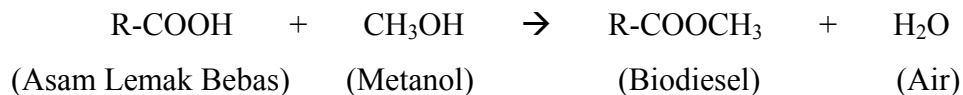


Akibat reaksi samping ini, katalis basa harus terus ditambahkan karena sebagian katalis basa akan habis bereaksi membentuk produk samping berupa sabun. Kehadiran sabun dapat menyebabkan meningkatnya pembentukan gel dan viskositas pada produk

biodiesel serta menjadi penghambat dalam pemisahan produk biodiesel dari campuran reaksi karena menyebabkan terjadinya pembentukan emulsi. Hal ini secara signifikan akan menurunkan keekonomisan proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa.

2.2.2 Katalis Asam

Alternatif lain yang dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel adalah dengan menggunakan katalis asam. Selain dapat mengkatalisis reaksi transesterifikasi minyak tumbuhan menjadi biodiesel, katalis asam juga dapat mengkatalisis reaksi esterifikasi asam lemak bebas yang terkandung di dalam minyak menjadi biodiesel mengikuti reaksi berikut ini:



Katalis asam umumnya digunakan dalam proses *pretreatment* terhadap bahan baku minyak tumbuhan yang memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi namun sangat jarang digunakan dalam proses utama pembuatan biodiesel. Katalis asam homogen seperti asam sulfat, bersifat sangat korosif, sulit dipisahkan dari produk dan dapat ikut terbuang dalam pencucian sehingga tidak dapat digunakan kembali sekaligus dapat menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan. Katalis asam heterogen seperti Nafion, meskipun tidak sekorosif katalis asam homogen dan dapat dipisahkan untuk digunakan kembali, cenderung sangat mahal dan memiliki kemampuan katalisis yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan katalis basa.

2.3 Katalis CaO dari Bahan Dasar Kulit Telur

Katalis basa heterogen CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi CaCO₃. Salah satu sumber CaCO₃ yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur. Kulit telur memiliki kandungan CaCO₃ (kalsium karbonat) sebanyak 94%, MgCO₃ (magnesium karbonat) sebanyak 1%, Ca₃(PO₄)₂ (kalsium fosfat) sebanyak 1% dan bahan-bahan organik sebanyak 4% (Stadelman, 2000).

Proses kalsinasi kulit telur bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, serta karbon dioksida yang terdapat di dalam kulit telur. Air dan senyawa organik umumnya dapat dihilangkan dari kulit telur pada temperatur di bawah 600°C sementara karbon dioksida baru dapat dilepaskan dari kulit telur pada temperatur sekitar 700 – 800°C. Oleh karena itu, untuk mendapatkan katalis CaO yang baik dari kulit telur, temperatur kalsinasi yang digunakan harus di atas 800°C (Wei, et al., 2009).

Pada pengujian awal pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis kulit telur sebanyak 3%-berat yang disiapkan dengan proses kalsinasi pada temperatur 1000°C selama 2 jam, dengan menggunakan bahan baku metanol dan minyak kedelai dengan rasio molar 9:1, temperatur reaksi 65°C, dan waktu reaksi 3 jam didapatkan perolehan biodiesel di atas 95%. Lebih lanjut didapatkan bahwa katalis kulit telur dapat digunakan secara berulang sampai 13 kali tanpa adanya penurunan keaktifan secara berarti. Katalis kulit telur baru terdeaktivasi secara sempurna pada penggunaan berulang lebih dari 17 kali (Wei, et al., 2009).

2.4 Road Map Penelitian

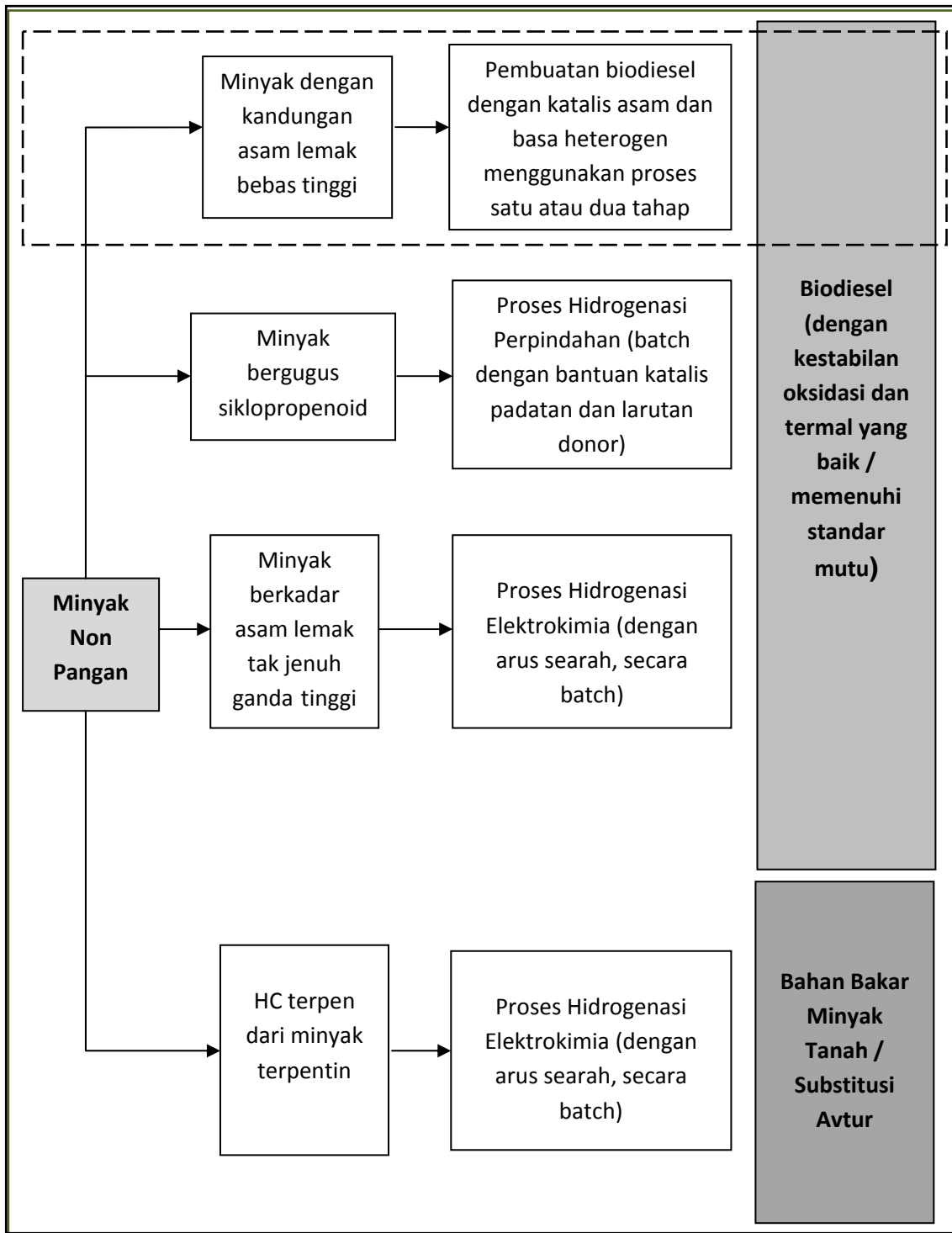
Penelitian ini merupakan bagian dari penelitian di bidang Energi Baru dan Terbarukan yang merupakan salah satu bidang Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi yang ada di Universitas Katolik Parahyangan.

Sebagaimana yang telah disebutkan di atas, sebagai negara yang kaya akan sumber daya alam hayati, Indonesia memiliki banyak sekali sumber minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam proses pembuatan biodiesel. Salah satu minyak nabati yang sudah banyak dipakai sebagai bahan baku pembuatan biodiesel adalah minyak sawit. Akan tetapi, persaingan antara penggunaan minyak nabati tersebut sebagai bahan pangan dengan penggunaannya sebagai bahan baku biodiesel menyebabkan harga komoditi tersebut semakin tinggi di pasaran. Persaingan semacam itu dapat mengancam ketahanan energi maupun pangan. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya diversifikasi untuk menemukan sumber-sumber minyak nabati lainnya berupa pohon-pohonan yang dapat menghasilkan minyak secara produktif, namun bukan merupakan minyak pangan, untuk dipakai sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel.

Beberapa minyak nabati yang potensial yang pohonnya mudah tumbuh dan menghasilkan minyak secara produktif antara lain minyak biji karet, minyak biji kapok, minyak biji kepong, minyak kemiri, minyak kemiri sunan, nyamplung, mabai, dsb. Akan tetapi minyak-minyak non-pangan tersebut memiliki beberapa kekurangan jika langsung disintesa menjadi biodiesel. Kekurangan tersebut antara lain: (1) sebagian besar minyak tersebut memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi sehingga kurang ekonomis jika diproses menjadi biodiesel menggunakan cara-cara konvensional; (2) sebagian minyak tersebut mengandung gugus siklopropenoid (seperti biji kapok dan kepong) sehingga jika dibuat menjadi biodiesel akan menghasilkan bahan bakar yang mudah terpolimerisasi yang dapat mengakibatkan timbulnya endapan di tangki bahan bakar serta penyumbatan pada injektor mesin diesel; (3) sebagian minyak tersebut yang memiliki kadar asam lemak tak jenuh ganda (polyunsaturated fatty acids) yang tinggi (seperti kemiri sunan) sehingga jika dijadikan biodiesel akan didapat produk dengan kestabilan oksidator dan termal yang rendah.

Selain minyak-minyak yang disebutkan di atas, salah satu sumber minyak dari sektor kehutanan yang cukup potensial untuk diubah menjadi bahan bakar cair adalah minyak terpentin yang mengandung cukup banyak hidrokarbon terpen. Jika diolah dengan tepat, yaitu dengan menjenuhkan ikatan rangkap dua yang ada dalam struktur mono- dan bi- siklik hidrokarbon tersebut, akan diperoleh produk bahan bakar cair yang setara dengan kerosin bahkan dapat dipakai untuk substitusi Avtur. Dengan demikian pengolahan tersebut dapat menaikkan nilai ekonomi dari minyak terpentin dan juga berguna untuk menambah ketahanan energi Indonesia di masa depan dari sumber-sumber terbarukan.

Berikut ini adalah diagram singkat road map penelitian pengolahan minyak-minyak non-pangan Indonesia sebagai sumber energi alternatif terbarukan.



Gambar 2.1 Road Map Penelitian Pengolahan Minyak-minyak Non-pangan Indonesia

BAB III

METODE PENELITIAN

Berikut ini akan dijelaskan secara berurutan prosedur percobaan dan metode analisis dalam perlakuan awal bahan baku minyak goreng, proses pembuatan katalis dan proses pembuatan biodiesel.

3.1. Perlakuan Awal Bahan

Perlakuan awal umumnya ditujukan untuk mengurangi kandungan air dan asam lemak bebas di dalam bahan baku minyak. Untuk menghilangkan kandungan air di dalam minyak dapat dilakukan pemanasan pada suhu 100 – 130°C. Sementara itu, untuk menghilangkan kandungan asam lemak bebas di dalam minyak dapat dilakukan proses *pretreatment* menggunakan katalis asam untuk mengkonversikan asam lemak bebas menjadi biodiesel. Dalam percobaan ini, akan digunakan bahan baku minyak goreng baru yang memiliki kandungan air dan asam lemak bebas yang rendah. Dengan demikian, tidak diperlukan pemanasan dan proses *pretreatment* dengan katalis asam pada bahan baku minyak.

Untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas yang ada di dalam bahan baku minyak, sampel minyak dapat ditambahkan dengan isopropil alkohol 96% dan indikator fenolftalein, kemudian 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 dengan menggunakan persamaan berikut:

$$FFA(\%) = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times MW_{\text{asam lemak}}}{m_{\text{sampel}}} \times 100\% \quad (3.1)$$

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

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{10 \times MW_{\text{KOH}}}{MW_{\text{asam lemak}}} \times FFA(\%) \quad (3.2)$$

Selain kandungan asam lemak bebas, bahan baku minyak perlu juga diukur sifat fisik dan kimianya seperti densitas, viskositas, komposisi kimia, dan lain sebagainya.

3.2 Pembuatan Katalis

Katalis yang akan digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah katalis CaO dari bahan dasar kulit telur. Mula-mula, kulit telur dihancurkan dan diayak dengan ukuran 40 – 80 mesh. Kulit telur yang telah dihancurkan ini kemudian dicuci dengan air untuk menghilangkan pengotor-pengotor seperti debu yang menempel. Setelah dicuci, kulit telur dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Kulit telur kemudian dikalsinasi dalam sebuah *furnace* pada suhu 1000°C selama 2 jam. Setelah proses kalsinasi selesai, katalis yang dihasilkan disimpan di dalam eksikator untuk menjaga kondisi katalis tetap kering.

Beberapa analisa yang dapat dilakukan untuk mengetahui karakterisasi sifat fisik dan kimia katalis kulit telur yang dihasilkan dalam percobaan ini antara lain:

a. X-Ray Diffraction (XRD)

Untuk mengetahui komposisi kimia katalis kulit telur yang dihasilkan

b. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Untuk mengetahui struktur dan morfologi permukaan katalis kulit telur yang dihasilkan

c. Electron Dispersive Spectroscopy (EDS)

Untuk mengetahui konsentrasi CaO dalam katalis

d. Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Untuk menentukan luas permukaan katalis kulit telur yang dihasilkan

3.3 Pembuatan Biodiesel

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan mencampurkan metanol dan katalis kulit telur ke dalam sebuah labu erlenmeyer. Ke dalam campuran tersebut kemudian ditambahkan minyak goreng dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 600 rpm. Reaksi pembuatan biodiesel dilangsungkan pada temperatur 65°C.

Campuran hasil reaksi ini kemudian dipisahkan dari katalis menggunakan kertas saring dan corong *Buchner*. Campuran yang telah bebas dari katalis kemudian

didekantasi untuk memisahkan produk biodiesel yang dihasilkan. Dekantasi dilakukan dengan menggunakan corong pemisah.

Kondisi operasi yang akan divariasikan dalam penelitian ini adalah rasio molar metanol terhadap minyak goreng, jumlah katalis yang digunakan, serta waktu reaksi. Rasio molar metanol terhadap minyak goreng akan divariasikan pada 6:1 dan 12:1. Jumlah katalis kulit telur yang digunakan akan divariasikan pada 5%-berat dan 15%-berat katalis kulit telur terhadap minyak goreng. Sementara itu, waktu reaksi akan divariasikan pada 2 jam dan 4 jam.

Kondisi operasi pembuatan biodiesel di atas kemudian akan dioptimasi untuk mendapat rasio molar metanol terhadap minyak goreng, jumlah katalis yang digunakan, serta waktu reaksi yang memberikan konversi minyak goreng serta perolehan biodisel yang optimum.

BAB IV

JADWAL PELAKSANAAN DAN INDIKATOR PENCAPAIAN

Berikut ini kami sajikan secara lengkap rencana penelitian yang meliputi nama kegiatan, tujuan kegiatan, keluaran yang diinginkan, alokasi waktu yang dibutuhkan, serta indikator pencapaian yang diharapkan.

Tabel 4.1 Rancangan Penelitian Agustus s.d. Desember 2012

Kegiatan	AGT	SEP	OKT	NOV	DES
PERLAKUAN AWAL BAHAN Tujuan: <ul style="list-style-type: none">Menyiapkan bahan baku minyak agar memenuhi persyaratan untuk dapat dipakai dalam proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen.Mengetahui kandungan air dan asam lemak bebas di dalam bahan baku minyak. Keluaran: <ul style="list-style-type: none">Bahan baku minyak yang memenuhi persyaratan untuk dapat digunakan dalam proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen.Kandungan air dan asam lemak bebas di dalam bahan baku minyak.					
PEMBUATAN KATALIS Tujuan: <ul style="list-style-type: none">Mempelajari cara pembuatan katalis basa heterogen dari bahan dasar kulit telur dengan menggunakan proses kalsinasi.Mengetahui perolehan katalis kulit telur pada proses kalsinasiMengetahui karakteristik fisik dan kimia katalis kulit telur Keluaran: <ul style="list-style-type: none">Katalis basa heterogen yang dapat digunakan dalam proses pembuatan biodiesel					

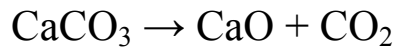
<ul style="list-style-type: none"> • Karakteristik fisik dan kimia katalis kulit telur yang meliputi struktur dan morfologi permukaan katalis, luas permukaan katalis, dan komposisi kimia katalis. 					
<p>PEMBUATAN BIODIESEL</p> <p>Tujuan:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Mempelajari kinerja katalis kulit telur dalam proses pembuatan biodiesel. • Mencari kondisi operasi optimum proses pembuatan biodiesel dengan katalis kulit telur. <p>Keluaran:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Gambaran awal kinerja katalis kulit telur dalam proses pembuatan biodiesel • Kondisi operasi optimum dan perolehan biodiesel. 					
<p>PENYELESAIAN LAPORAN</p>					
<p>INDIKATOR PENCAPAIAN:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Publikasi dalam seminar nasional / jurnal nasional • Informasi awal untuk pengembangan proses pembuatan biodiesel yang lebih ramah lingkungan 					

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

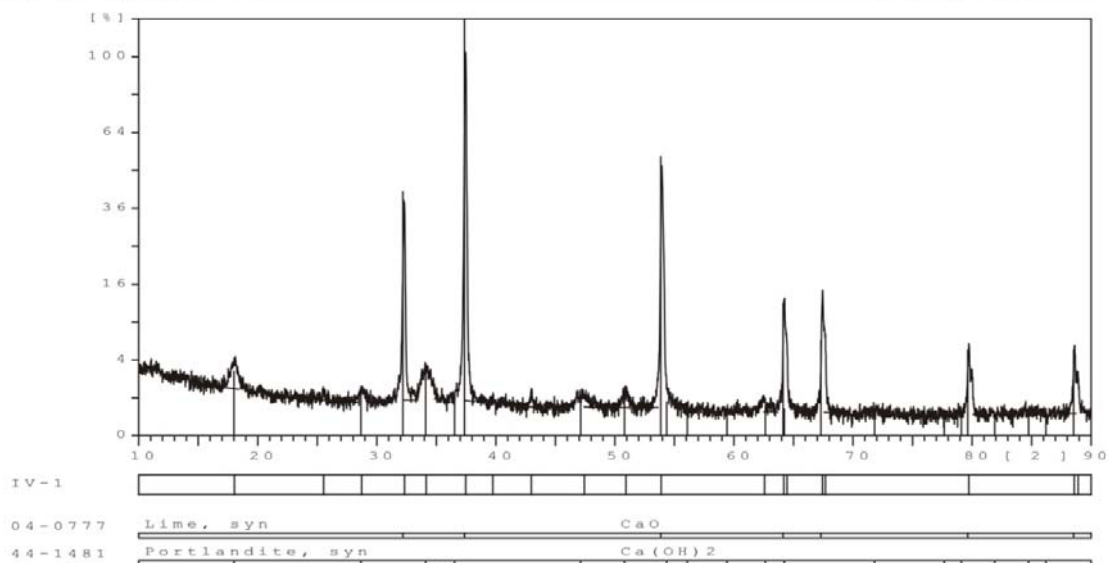
5.1 Pembuatan Katalis CaO

Pembuatan katalis CaO dilakukan dengan cara kalsinasi kulit telur yang telah dicuci dan dikeringkan. Tujuan kalsinasi kulit telur adalah untuk menghilangkan senyawa karbon dioksida melalui reaksi dekomposisi kalsium karbonat yang terkandung dalam kulit telur sehingga diperoleh senyawa kalsium oksida. Pada percobaan, kalsinasi kulit telur dilakukan selama 2 jam pada temperatur 1000°C. Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi adalah:

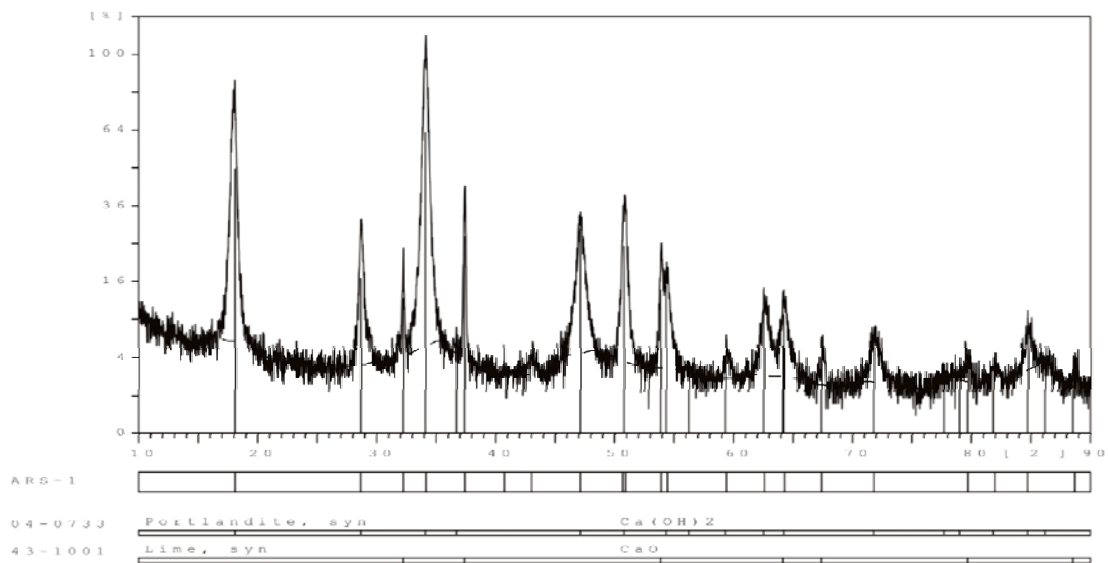


5.1.1 Uji XRD

Uji X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan di FTTM Insitut Teknologi Bandung. Uji XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa apa saja yang terkandung dalam katalis. Gambar 5.1 dan 5.2 menunjukkan hasil uji XRD terhadap katalis yang disimpan di tempat tertutup dan tempat terbuka.



Gambar 5.1 Uji XRD terhadap katalis CaO yang disimpan di tempat tertutup



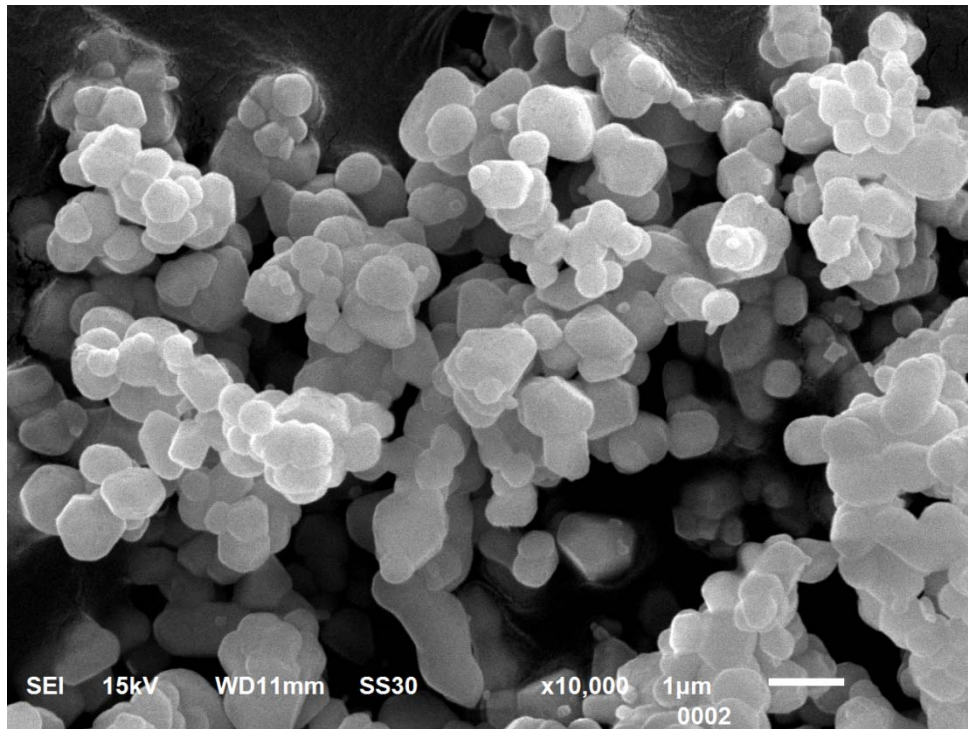
Gambar 5.2 Uji XRD terhadap katalis CaO yang disimpan di tempat terbuka

Dari Gambar 5.1 terlihat bahwa komponen utama yang terdapat pada katalis yang disimpan di tempat tertutup adalah CaO sementara dari Gambar 5.2 terlihat bahwa komponen utama yang terdapat pada katalis yang disimpan di tempat terbuka adalah Ca(OH)_2 . CaO dapat bereaksi dengan uap air di udara membentuk Ca(OH)_2 . Oleh karena itu, penyimpanan katalis CaO hasil kalsinasi harus di tempat yang tertutup rapat atau disimpan di dalam eksikator. Jika tidak dimungkinkan untuk menyimpan katalis dalam tempat kedap udara, maka sebelum digunakan katalis dapat diaktifkan kembali dengan cara pemanasan pada temperatur 500°C (Sharma et al., 2010).

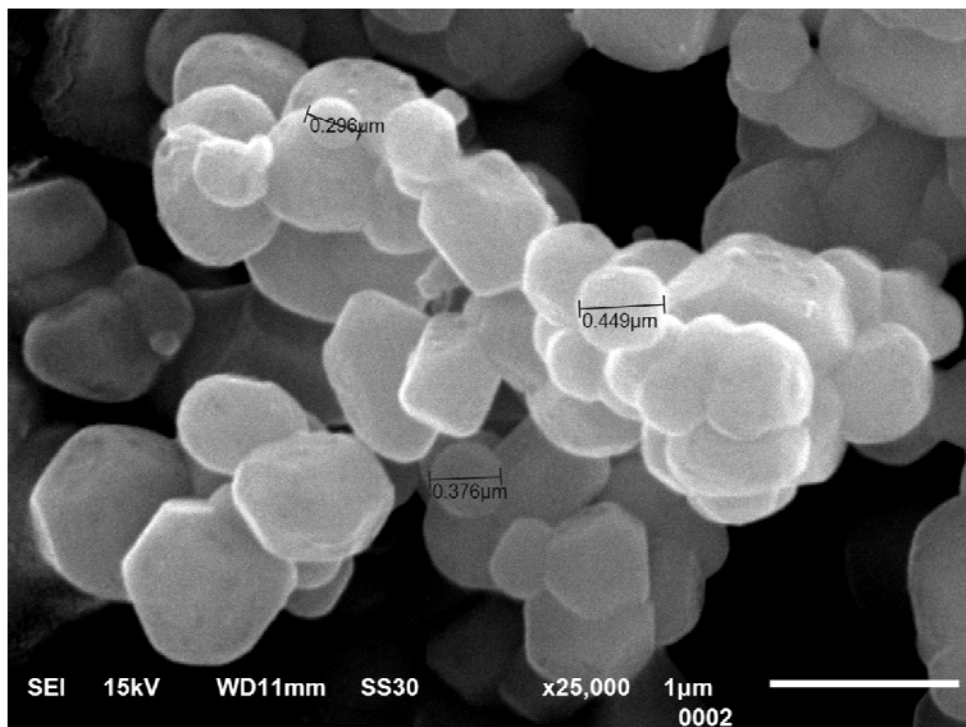
5.1.2 Uji SEM dan EDS

Selain uji XRD, katalis yang telah dibuat juga diuji dengan analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) yang dilakukan di Fakultas FMIPA Institut Teknologi Bandung.

Uji SEM bertujuan untuk mengetahui struktur tiga dimensi dari katalis yang dihasilkan. Gambar 5.3 dan 5.4 menunjukkan hasil uji SEM dengan perbesaran 10000 kali dan 25000 kali.



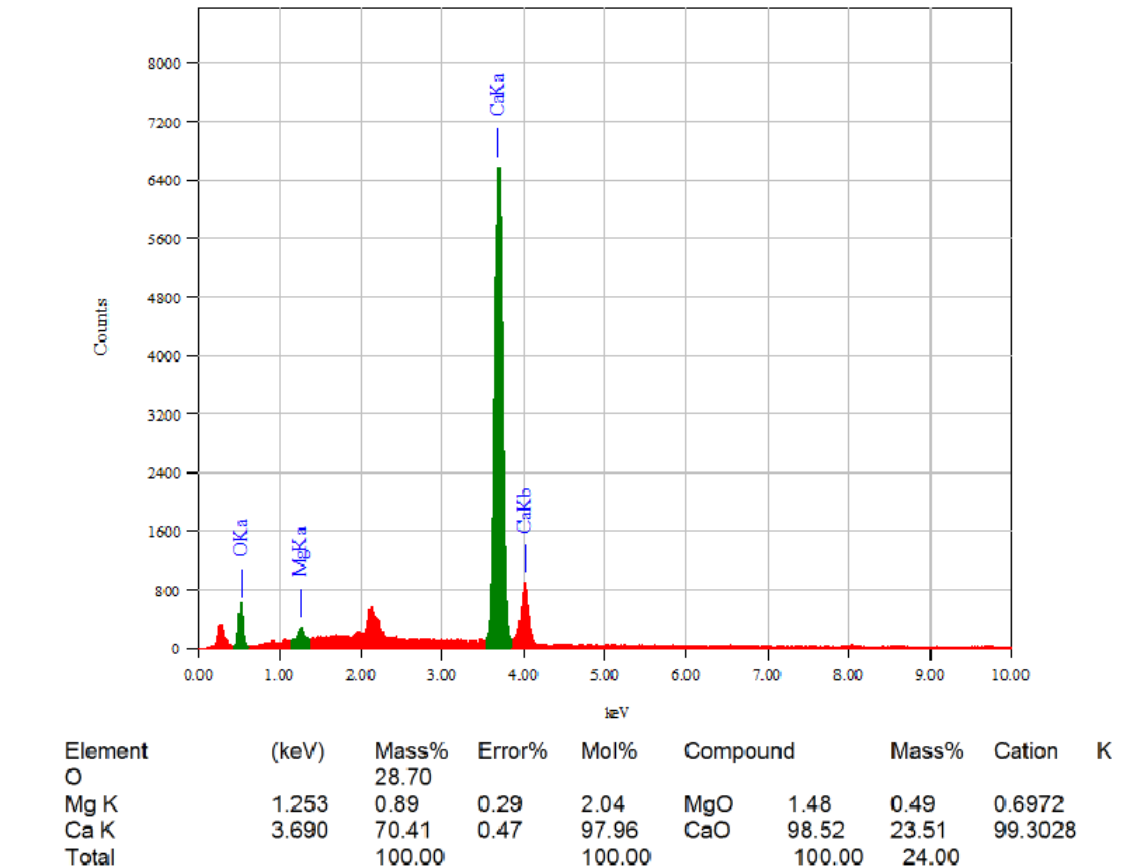
Gambar 5.1 Hasil uji SEM dengan perbesaran 10000 kali



Gambar 5.2 Hasil uji SEM dengan perbesaran 25000 kali

Dari Gambar 5.3 dan 5.4 dapat dilihat bahwa katalis CaO yang terbentuk ukurannya mencapai skala mikrometer, mempunyai bentuk yang tidak seragam dan juga teragregasi sebagian. Katalis hasil percobaan tidak menyerupai batang (rod). Bentuk katalis yang tidak menyerupai batang dikarenakan kalsinasi dilakukan pada temperatur 1000°C sehingga bentuk katalis menjadi tidak beraturan.

Uji EDS bertujuan untuk mengetahui konsentrasi CaO yang terdapat dalam katalis yang dihasilkan dari kalsinasi kulit telur. Uji EDS merupakan salah satu metode yang paling baik untuk menganalisis senyawa-senyawa golongan logam, alloy, dan keramik. Uji EDS memiliki keterbatasan, yaitu tidak dapat mendeteksi unsur yang ringan seperti hidrogen, helium, dan litium. Gambar 5.5 menunjukkan hasil uji EDS pada katalis yang dihasilkan dari kalsinasi kulit telur.



Gambar 5.5 Hasil uji EDS terhadap katalis kulit telur

Dari Gambar 5.5 dapat dilihat bahwa kulit telur yang telah dikalsinasi mengandung 98,52%-b senyawa CaO. Artinya proses kalsinasi telah berjalan dengan baik yaitu

membentuk CaO yang banyak sehingga dapat digunakan sebagai katalis untuk pembuatan biodiesel.

5.1.3 Uji BET

Uji karakterisasi katalis yang dilakukan terakhir adalah uji BET (Brunauer-Emmett-Teller). Uji BET terhadap katalis CaO yang terbentuk bertujuan untuk mengetahui luas permukaan katalis, jumlah pori, dan radius dari pori katalis yang terbentuk. Dari hasil uji BET diperoleh luas permukaan katalis bernilai 62,04 m²/g, total volume pori bernilai 0,1596 cc/g, dan radius pori rata-rata sebesar 51,44 Å.

5.2 Percobaan Pendahuluan Pembuatan Biodiesel

Sebelum digunakan sebagai reaktan dalam pembuatan biodiesel, terlebih dahulu dilakukan analisis terhadap minyak goreng yaitu analisis kandungan asam lemak bebas (%FFA). Dari hasil analisis diketahui bahwa kandungan asam lemak bebas pada minyak goreng cukup kecil yaitu 0,0712%. Kandungan asam lemak bebas yang kecil dalam minyak goreng mengindikasikan bahwa minyak goreng dapat langsung digunakan untuk pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa. Apabila kandungan asam lemak bebas dalam minyak goreng cukup besar, maka dapat memicu terjadinya reaksi samping yaitu reaksi saponifikasi atau reaksi penyabunan.

Faktor lain yang dapat menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan adalah kandungan air yang tinggi dalam reaktan. Oleh karena itu, metanol yang digunakan dalam percobaan ini adalah metanol dengan kemurnian yang relatif tinggi yaitu 99%.

5.2.1 Uji Coba Pembuatan Biodiesel

Variasi yang dilakukan dalam percobaan pembuatan biodiesel adalah rasio molar metanol terhadap minyak goreng, waktu reaksi, dan jumlah katalis. Temperatur reaksi pada percobaan ini dipertahankan pada 65°C. Reaksi transesterifikasi dilangsungkan dalam erlenmeyer yang dilengkapi dengan kondensor di atasnya untuk mencegah metanol menguap. Pengadukkan dilakukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* di atas *hot plate*.

Pada percobaan pendahuluan pembuatan biodiesel digunakan rasio molar metanol terhadap minyak goreng sebesar 9:1, jumlah katalis 3%-b terhadap minyak

goreng umpan, dan waktu reaksi 3 jam. Setelah reaksi, campuran reaksi didiamkan untuk memisahkan fasa atas yang kaya akan biodiesel dengan fasa bawah yang kaya akan gliserol. Lapisan atas yang terbentuk cukup banyak dengan jumlah volume hampir sama dengan volume minyak goreng awal yang digunakan. Hal ini mengindikasikan bahwa perolehan produk biodiesel cukup tinggi dan kinerja katalis CaO yang dihasilkan sangat baik.

Katalis CaO kemudian dipisahkan dari campuran reaksi dengan cara sentrifugasi. Untuk memisahkan produk campuran reaksi fasa atas yang kaya akan biodiesel dari produk fasa bawah yang kaya akan gliserol dilakukan dekantasi menggunakan corong pisah.

5.2.2 Uji Kualitatif Biodiesel

Produk fasa atas yang umumnya kaya akan biodiesel akan diuji secara kualitatif dengan cara mencampurkannya dengan air dengan perbandingan volume 1:1. Jika hasil pencampuran tersebut dengan cepat terpisah kembali membentuk dua fasa, maka dapat dipastikan bahwa produk fasa atas tersebut bukanlah metanol.

Lapisan fasa atas yang terbentuk setelah pencampuran dengan air kemudian dipisahkan. Hasil pemisahan tersebut kemudian dicampur dengan metanol dengan perbandingan volume 1:9. Jika pencampuran tersebut membentuk campuran homogen maka dapat dipastikan bahwa produk fasa atas yang diuji merupakan biodiesel.

Produk fasa atas yang dihasilkan dalam percobaan pendahuluan ini dengan cepat terpisah menjadi dua fasa saat dicampur dengan air dan membentuk campuran homogen saat dicampur dengan metanol. Dengan demikian dapat dipastikan bahwa produk fasa atas yang dihasilkan adalah biodiesel.

5.3 Pembuatan Biodiesel

Dengan menggunakan katalis CaO yang dihasilkan, dilakukan percobaan pembuatan biodiesel dengan memvariasikan rasio molar metanol terhadap minyak goreng, jumlah katalis, dan waktu reaksinya. Biodiesel yang dihasilkan kemudian diukur densitas, viskositas kinematis, serta perolehan rendemennya.

Rancangan percobaan yang digunakan pada pembuatan biodiesel adalah rancangan percobaan 2^3 faktorial dengan replikasi pada titik tengah (*centre point*)

sebanyak 5 kali. Penggunaan *centre point* bertujuan untuk mendapatkan estimasi error percobaan serta melihat ada tidaknya *curvature* dalam respon sistem. Hasil pengukuran densitas, viskositas kinematis, dan jumlah perolehan rendemen biodiesel diberikan dalam Tabel 5.1

Tabel 5.1 Densitas, Viskositas Kinematis, dan Rendemen Biodiesel

Run	Rasio Molar	Jumlah Katalis (%-b minyak)	Waktu Reaksi (jam)	Densitas (gr/ml, 40°C)	Viskositas Kinematis (mm ² /s, 40°C)	Rendemen
1	6:1	1	2	-	-	9,623
2	12:1	1	2	0,8545	0,9453	31,233
3	6:1	5	2	0,8704	3,8429	95,809
4	12:1	5	2	0,8684	4,7824	89,200
5	6:1	1	4	-	-	6,258
6	12:1	1	4	0,8595	1,6088	27,845
7	6:1	5	4	0,8624	4,2413	83,525
8	12:1	5	4	0,8654	4,0565	97,470
9	9:1	3	3	0,8704	4,2599	93,951
10	9:1	3	3	0,8634	4,2001	96,326
11	9:1	3	3	0,8644	3,8938	100,637
12	9:1	3	3	0,8654	4,1642	86,890
13	9:1	3	3	0,8634	4,5471	91,740

Nilai densitas dan viskositas pada tabel diukur pada temperatur 40°C dan tekanan ruang. Dari tabel dapat dilihat untuk run 1 dan run 5, tidak diperoleh hasil pengukuran densitas dan viskositas kinematis. Hal ini dikarenakan biodiesel yang terbentuk jumlahnya sangat sedikit sehingga tidak memungkinkan untuk dilakukan pengukuran densitas dan viskositas kinematis. Dari hasil percobaan, dapat dilihat bahwa densitas dan viskositas kinematis biodiesel yang diperoleh berada pada rentang yang telah ditetapkan oleh SNI, yaitu 850 – 890 kg/m³ untuk densitas, dan 2,3 – 6,0 mm²/s untuk viskositas kinematis.

Untuk mempelajari variabel percobaan mana yang secara signifikan mempengaruhi perolehan rendemen biodiesel serta apakah di dalam rentang variabel

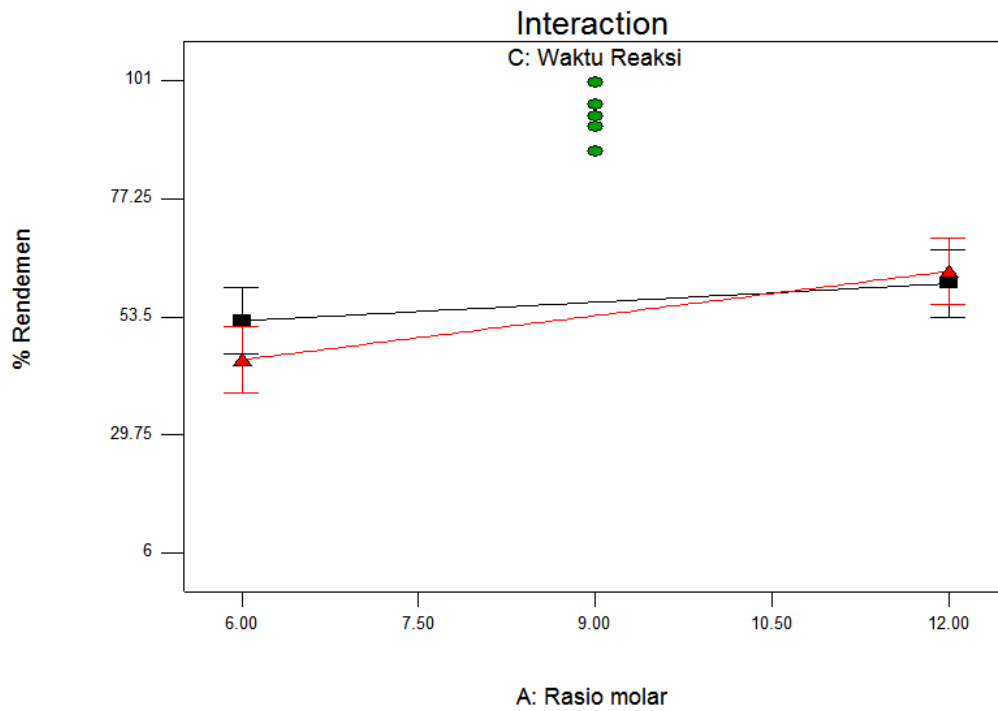
percobaan yang dilakukan terdapat titik optimum, dilakukan analysis of variance (ANOVA). Analysis of variance (ANOVA) dilakukan dengan menggunakan *software* Design Expert, dan hasilnya disajikan dalam Tabel 5.2.

Tabel 5.2 ANOVA Percobaan

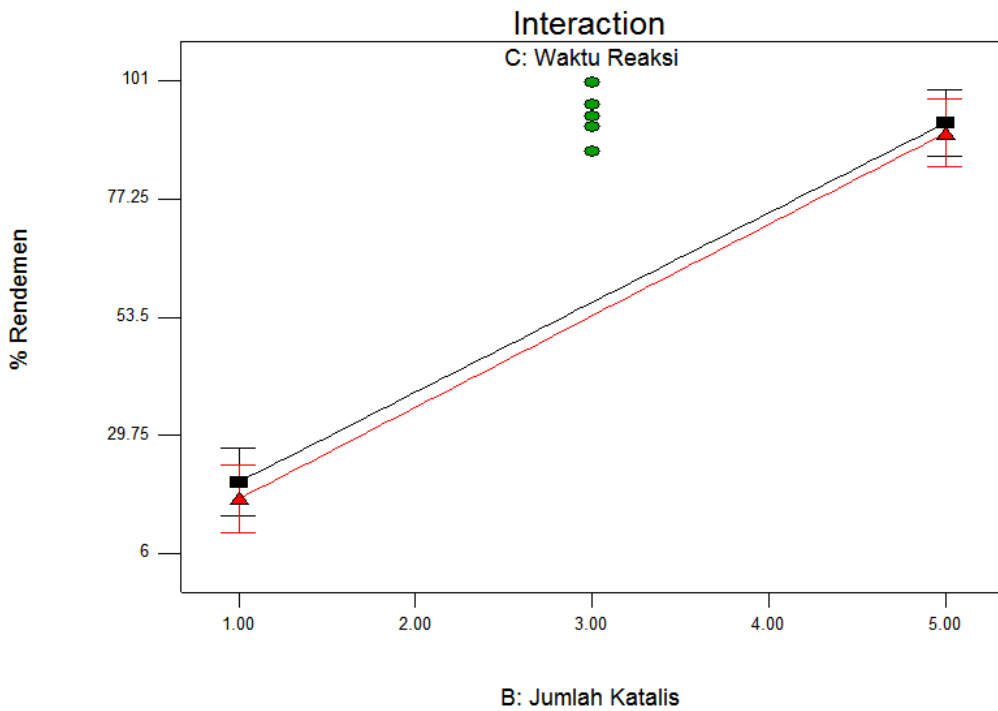
Source	Sum of Squares	DOF	Mean Square	F Value	P – Value	
Model	11189,45	3	1598,49	60,85	< 0,0001	significant
A- Rasio Molar	319,20	1	319,20	12,15	0,0116	significant
B-% katalis	10588,44	1	10588,44	403,08	< 0,0001	significant
C-Waktu reaksi	14,49	1	14,49	0,55	0,4461	
AB	160,76	1	160,76	6,12	0,0401	significant
AC	52,70	1	52,70	2,01	0,1757	
BC	0,94	1	0,94	0,04	0,8594	
ABC	52,92	1	52,92	2,01	0,1750	
<i>Curvature</i>	4629,40	1	4629,40	176,23	< 0,0001	significant
<i>Pure Error</i>	105,08	4	26,27			
<i>Cor Total</i>	15923,92	12				

Dari tabel di atas dapat dilihat nilai P-value untuk variabel rasio molar dan jumlah katalis lebih kecil dari 0,05 menandakan bahwa variabel rasio molar dan jumlah katalis berpengaruh terhadap perolehan rendemen biodiesel. Sementara variabel waktu reaksi tidak berpengaruh terhadap perolehan rendemen biodiesel karena nilai P-value lebih besar dari 0,05. Lebih lanjut, nilai P-value untuk *curvature* juga lebih kecil dari 0,05. Hal ini menandakan adanya *curvature* yang cukup signifikan pada rentang variasi percobaan yang dilakukan. Adanya *curvature* yang cukup signifikan mengindikasikan bahwa dalam rentang variasi percobaan yang dilakukan terdapat titik optimum.

Hubungan antara perubahan variasi rasio molar metanol dan minyak goreng dan perubahan variasi jumlah katalis terhadap perolehan rendemen biodiesel dapat dilihat pada Gambar 5.6 dan Gambar 5.7.



Gambar 5.6 Pengaruh variasi rasio molar molar metanol dan minyak goreng terhadap perolehan rendemen biodiesel



Gambar 5.7 Pengaruh variasi jumlah katalis terhadap perolehan rendemen biodiesel

Dari Gambar 5.6 terlihat bahwa rasio molar metanol terhadap minyak goreng optimum adalah 9:1. Rendemen biodiesel akan menurun saat rasio molar metanol terhadap minyak goreng lebih dari 9:1. Hal ini disebabkan karena metanol dapat bertindak sebagai emulsifier dalam campuran reaksi. Metanol yang terlalu berlebih akan menyebabkan gliserol terlarut dalam metanol dan menghambat reaksi transesterifikasi. Lebih lanjut, penggunaan metanol terlalu berlebih juga tidak ekonomi karena akan memerlukan biaya yang lebih tinggi untuk memisahkan metanol dari campuran reaksi untuk digunakan kembali.

Pada Gambar 5.7 dapat dilihat bahwa perolehan rendemen biodiesel praktis tidak berubah ketika jumlah katalis yang digunakan bertambah dari 3% menjadi 5%-b terhadap minyak goreng. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah katalis optimum untuk pembuatan biodiesel adalah 3%-b terhadap minyak goreng.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari percobaan adalah

1. Katalis CaO dapat dibuat dengan melakukan kalsinasi kulit telur pada temperatur 1000°C selama 2 jam.
2. Katalis CaO hasil kalsinasi kulit telur mempunyai bentuk yang tidak beraturan dan teragregasi.
3. Katalis CaO hasil kalsinasi kulit telur memiliki kandungan CaO sebesar 98,52%-b, luas permukaan katalis 62,04 m²/g, total volume pori 0,1596 cc/g, dan radius pori rata-rata 51,44 Å.
4. Nilai densitas dan viskositas kinematis biodiesel hasil percobaan telah berada pada rentang SNI, yaitu 850 – 890 kg/m³ untuk densitas, dan 2,3 – 6,0 mm²/s untuk viskositas kinematis.
5. Variabel yang berpengaruh terhadap perolehan rendemen biodiesel pada percobaan ini adalah rasio molar metanol terhadap minyak goreng dan jumlah katalis
6. Kondisi optimum pembuatan biodiesel terjadi pada rasio molar metanol terhadap minyak goreng 9:1, jumlah katalis 3%-b terhadap minyak goreng, dan waktu reaksi selama 2 jam.

6.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Katalis CaO hasil kalsinasi kulit telur sebaiknya disimpan dalam tempat yang kedap udara sehingga tidak membentuk Ca(OH)₂.
2. Sebaiknya dilakukan kalibrasi terlebih dahulu terhadap sensor temperatur pada *Furnace* yang akan digunakan untuk kalsinasi agar temperatur kalsinasi dapat ditentukan dengan akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Demirbas, A., 2009, Progress and Recent Trends in Biodiesel Fuels, *Energy Conversion and Management*, 50(1), 14-34.
- Kirk, R.E. and Othmer, D. F., 1980, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd ed., vol. 9, John Wiley and Sons, New York.
- Lam, M.K., Lee, K.T., and Mohamed, A.R., 2010, Homogeneous, Heterogeneous and Enzymatic Catalysis for Transesterification of High Free Fatty Acid Oil (Waste Cooking Oil) to Biodiesel: A review, *Biotechnology Advances*, 28(4), 500-518.
- Lee, D.W., Park, Y.M., and Lee, K.Y., 2009, Heterogeneous Base Catalysts for Transesterification in Biodiesel Synthesis, *Catalysis Surveys from Asia*, 13, 63-77.
- 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.
- Sharma, Y.C., Singh, B., and Korstad, J., 2010, Application of an Efficient Nonconventional Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Synthesis from *Pongamia pinnata* Oil, *Energy Fuels*, 24(5), 3223-3231.
- Stadelman, W.J., 2000, Eggs and egg products. In: Francis, F.J. (Ed.), *Encyclopedia of Food Science and Technology*, 2nd ed., John Wiley and Sons, New York, 593-599.
- Van Gerpen, J., 2005, Biodiesel Processing and Production, *Fuel Processing Technology*, 86(10), 1097-1107.
- Wei, Z., Xu, C., and Li, B., 2009. Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Catalyst for Biodiesel Production. *Bioresource Technology*, 100(11), 2883-2885.
- 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.