

Transesterifikasi Minyak Biji Kapok (*Ceiba Pentandra L*) dengan Katalis Heterogen CuO-ZnO berpenyangga γ -Al₂O₃

Kamelinda Asprila¹, Eko Cahyono², Nyoman Puspa Asri³

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas W.R Supratman

Jl. Arif Rahman Hakim No.14, Keputih, Kec. Sukolilo, Surabaya, Jawa Timur 60111

E-mail: kamel.aspril@gmail.com

Abstrak: Berkembangnya transportasi dan Industri di Indonesia menyebabkan konsumsi bahan bakar fosil (BBF) meningkat. Hal ini harus diantisipasi mengingat BBF merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbarui. Biodiesel bisa digunakan sebagai alternatif konsumsi BBF. Biodiesel didapatkan dari transesterifikasi minyak nabati, salah satu minyak nabati *non-edible* yang bisa digunakan adalah Minyak biji kapok (MBK) yang melimpah di Indonesia. Penggunaan katalis heterogen memiliki banyak kelebihan daripada katalis homogen. Katalis CuO-ZnO berpenyangga γ -Al₂O₃ merupakan salah satu katalis asam heterogen. Penelitian ini berfokus pada proses transesterifikasi MBK dengan bantuan katalis CuO-ZnO / γ -Al₂O₃. Variabel yang digunakan adalah persen jumlah katalis terhadap MBK dan molar ratio (MBK:Methanol). Proses pembuatan katalis menggunakan metode sol-gel. Uji karakteristik pada katalis dengan metode, XRD dan BET. Pre-treatment pada MBK dilakukan untuk mendapatkan hasil persen yield yang maksimal. Uji kualitas biodiesel ditandai dengan persen yield yang diukur menggunakan metode gas chromatography. Hasil efektif pada transesterifikasi MBK dilakukan pada suhu 65°C selama 4 jam dengan molar ratio 1:15 dan jumlah katalis adalah 10% dari MBK.

Kata kunci: biodiesel, katalis heterogen, minyak biji kapok, transesterifikasi, *yield*.

Abstract: The development of transportation and industry in Indonesia caused the increase of fossil fuels (BBF) consumption. This should be anticipated considering that BBF is a non-renewed natural resource. Biodiesel can be used as an alternative to BBF consumption. Biodiesel is obtained from transesterification of vegetable oils, one of the non-edible vegetable oil that can be used is cotton seed oil (MBK). The use of heterogeneous catalysts has many advantages over homogeneous catalysts. The CuO-ZnO/ γ -Al₂O₃ catalyst is a heterogeneous acid catalyst. This research focuses on transesterification of MBK with the help of CuO-ZnO / γ -Al₂O₃ catalyst. The variable used is percentage of the amount of catalyst and molar ratio (MBK: Methanol). To produce catalysts is using the sol-gel method. Characterization of catalyst by XRD and BET method. Pre-treatment of MBK supposed to get maximum yield percentage. The biodiesel quality test is characterized by yield percentage measured by gas chromatography method. Effective results on MBK transesterification were carried out at 65 ° C for 4 hours with a molar ratio 1:15 and the amount of catalyst was 10% of MBK.

Keywords: biodiesel, heterogeneous catalyst, cotton seed oil, transesterification, *yield*

PENDAHULUAN

Seiring dengan meningkatnya kebutuhan bahan bakar di Indonesia menyebabkan munculnya masalah kelangkaan bahan bakar, karena selama ini kebutuhannya sangat bergantung pada bahan bakar fosil yang merupakan bahan tidak terbarukan. Selain itu, bahan bakar fosil secara terus menerus akan meningkatkan emisi gas CO₂, yang mengakibatkan *issue global warming*. Timbulnya masalah tersebut menjadikan perusahaan transportasi berlomba-lomba untuk menurunkan tingkat konsumsi bahan bakar dengan terus mencari bahan bakar alternatif.

Hasil penelitian menunjukkan minyak nabati memiliki potensi yang cukup besar sebagai bahan bakar alternatif mesin diesel (biodiesel), karena memiliki karakteristik yang serupa dengan bahan bakar mesin diesel yang berasal dari minyak bumi (petrodiesel). Minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel antara lain, *Palm Oil*, *Kesambi Oil*, minyak biji jarak, dan berbagai ragam minyak nabati lainnya.

Dalam proses penelitian dengan menggunakan minyak nabati yang dapat dikonsumsi, akan memberi dampak panjang pada masalah pangan, contohnya menggunakan *Refined Palm Oil*. Di Indonesia selain memiliki tanaman kelapa sawit yang melimpah juga memiliki Pohon Randu yang banyak dihasilkan di daerah Aceh, Jambi, Jawa Barat, Jawa Tengah, Jawa Timur dan Sumatera Utara. Melalui proses pengolahan secara kimia maupun fisik biji pohon randu (Biji Kapuk) dapat menghasilkan minyak biji kapuk (MBK) yang dapat digunakan sebagai bahan pembuatan energi alternatif Biodiesel.

Biodiesel adalah bahan bakar yang dapat diperbarui. Secara konvensional, biodiesel dapat di peroleh dari proses transesterifikasi minyak nabati dengan katalis larutan homogen asam / basa. Proses konvensional ini memang cepat dan efisien, namun banyak menghasilkan produk samping seperti sabun dan limbah basa dari proses pemisahan. Selain itu penggunaan katalis jenis ini juga memakan biaya yang cukup tinggi.

Dalam proses perkembangan penelitian tentang biodiesel didapatkan hasil bahwa menggunakan katalis heterogen padat, seperti CaO, MgO, CuO, ZnO, Alkali Alumina, dan zeolit lebih menguntungkan daripada menggunakan katalis homogen. Salah satu kelebihan adalah pada saat selesai transesterifikasi, katalis dan produk mudah dipisahkan dan katalis dapat digunakan kembali, hal ini bisa menghemat biaya dalam pembelian / pembuatan katalis.

Seperti pada penelitian yang dilakukan Asri, et al 2016 penggunaan katalis CaO dari limbah kulit telur, katalis heterogen padat ini sangat menjanjikan dalam penekanan biaya pembuatan biodiesel yang cukup tinggi jika dibandingkan dengan menggunakan katalis larutan homogen asam/basa.

Dalam penelitian ini, kami melakukan proses Transesterifikasi Minyak Biji Kapok (MBK) dengan Katalis Heterogen CuO-ZnO berpenyangga γ -Al₂O₃. Pada peneliti sebelumnya yang melakukan transesterifikasi minyak biji kapuk menggunakan katalisator NaOH, mendapatkan hasil rendemen biodiesel sebesar 82.66%. (Joko Susanto, et al., 2016)

Cu dan Zn merupakan logam oksida yang berasal dari kelompok logam transisi yang berhasil diterapkan sebagai katalis asam untuk sintesis biodiesel. Seperti pada penelitian yang

dilakukan oleh Asri et al, 2017 yang memproduksi Biodiesel dari minyak kesambi dengan menggunakan katalis padat ZnO berpenyangga Alumina.

Katalis heterogen asam ini tidak hanya bisa digunakan pada produksi biodiesel saja, namun bisa untuk proses *steam Reforming* Methanol menjadi Hidrogen sebagai bahan bakar Alternatif. (Husin H. et al., 2010)

Dalam transesterifikasi minyak biji kapok dengan katalis heterogen CuO-ZnO berpenyangga γ -Al₂O₃ terdapat banyak factor yang mempengaruhi %*yield* pada produk biodiesel. Pada penelitian ini, kami berfokus pada faktor jumlah katalis, dan rasio molar MBK dengan methanol.

METODE

Penelitian ini merupakan penelitian ekperimental skala laboratium dengan estimasi. Pelaksanaan penelitian meliputi preparasi katalis, perlakuan minyak biji kapuk, esterifikasi, dan proses transesterifikasi.

Pembuatan katalis CuO-ZnO disintesis dengan metode pengendapan, impregnasi, gel dimana sintesis katalis ini menggunakan bahan dasar CuSO₄, dan ZnCl₂ dan gamma alumina sebagai penyangga. Kedua bahan utama ini dilarutkan dalam metanol lalu dilakukan pengadukan selama satu jam agar homogen sedangkan alumina dilarutkan dengan aquadest. Ketiga bahan tersebut dicampur kemudian diaduk selama tiga jam dengan penambahan asam oksalat. Setelah tiga jam, katalis diuapkan dengan dimasukkan ke dalam oven selama 12 jam untuk menghilangkan sisa metanol. Kalsinasi katalis pada suhu 500°C selama 5 jam dilakukan di dalam *furnace*. Untuk selanjutnya katalis akan diuji BET, dan XRD.

Minyak biji kapuk *komersial grade* diperoleh dari pemasok lokal yang berada di Malang. MBK komersial grade tidak dapat langsung digunakan untuk proses transesterifikasi, namun harus melalui tahap pre-treatment. Pada tahap ini terdiri dari *degumming* proses dan esterifikasi proses.

Proses *degumming* adalah proses untuk menghilangkan getah yang terlarut dalam minyak biji kapuk. Proses ini dilakukan dengan memanaskan MBK sampai suhu 70°C kemudian ditambahkan asam phosphate (H₃PO₄) sebanyak 0.1% dari volume minyak, panaskan hingga 30 menit sambil diaduk. Kemudian tambahkan aquades sebanyak ½ volume MBK.

Setelah proses *degumming* dilanjutkan pada proses esterifikasi dengan menggunakan bantuan katalis *ion exchange resin amberlyst BD-20* untuk menurunkan kadar asam lemak bebas pada MBK. Proses ini dilakukan menggunakan metode batch reactor dengan merekasikan berat rasio 1:1 dari MBK dan methanol, dengan jumlah katalis 6% berat dari MBK. Reaksi ini dilakukan pada suhu 65°C selama 7 jam. Setelah melalui tahap *pre-treatment*, MBK siap untuk proses transesterifikasi. Kemudian, dilakukan uji karakteristik Pada MBK sebelum dan sesudah *pre-treatment* dengan analisa kadar asam lemak bebas, kadar air, bilangan iod, bilangan penyabunan, viskositas dan density.

Proses transesterifikasi MBK juga menggunakan metode *batch reactor* yang dilengkapi dengan tube reactor sebagai alat untuk mereaksikan katalis, methanol dan minyak biji kapuk. Dengan variable perbandingan *molar ratio* minyak biji kapuk dan methanol mulai

dari 1:10 sampai 1:30 dengan nilai interval 5. Dan penambahan katalis dengan variable % jumlah katalis dari berat minyak yang dimulai dari 2% hingga 10% dengan nilai interval 2. Proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 65°C selama 4 jam. Kemudian dilakukan proses pemisahan antara *aqueous phase* dengan *oil phase* menggunakan centrifuge. Untuk mengetahui kadar *fame* pada produk biodiesel di uji menggunakan metode *gas chromatography*.

HASIL

1. Hasil Analisa Minyak biji kapuk

Secara fisik minyak biji kapuk berbentuk cair dan berwarna kuning kecoklatan. Berdasarkan hasil analisa dengan *gas chromatography mass spectrometry* (GCMS) dapat diketahui bahwa komposisi asam lemak yang terdapat dalam MBK didominasi oleh *linoleic acid* sebesar 59.10%, *palmitic acid* sebesar 28.51% dan *stearic acid* 9.57%.

Tabel 1. Hasil Analisa GCMS Minyak Biji Kapuk

Fatty Acid	Value (%)
Caprylic Acid	0.10
Nonanoic Acid	0.08
Capric Acid	0.08
Lauric Acid	0.65
Myristic Acid	0.37
Oleic Acid	0.26
14-penadecenoic Acid	0.18
Palmitic Acid	28.51
Heptadecomic Acid	1.08
Linoleic Acid	59.10
Stearic Acid	9.57

1.1. Hasil Analisa Minyak biji kapuk Sebelum Proses *Pre-Treatment*

Hasil analisa minyak biji kapuk sebelum proses pretreatment ditunjukkan pada tabel 2 dibawah ini, dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa Asam lemak bebas pada minyak biji kapuk cukup tinggi sehingga dapat mengganggu reaksi transesterifikasi, perlu dilakukan proses esterifikasi untuk menurunkan kadar asam lemak bebas. Kadar asam lemak bebas yang tinggi juga akan menyebabkan reaksi penyabunan sehingga yield biodiesel yang dihasilkan rendah. Transesterifikasi minyak biji kapuk dapat dilakukan apabila kadar asam lemak <1%.

Tabel 2. Hasil Analisa Minyak Biji Kapuk sebelum Proses *Pre-Treatment*

Parameter	Hasil Analisa
FFA (mg KOH/gr Oil)	22.91
Iodine Value (gr I2/100gr)	76.02
Moisture Content (%w/w)	0.55
Saponification Value (mg/gr)	139.35
Viskositas (cSt)	1.7

1.2. Hasil Analisa Minyak biji kapuk Setelah Proses *Pre-Treatment*

Tahap pre-treatment terdiri dari *degumming* dan esterifikasi proses. Tahap pre-treatment terdiri dari *degumming* dan esterifikasi proses. Proses *degumming* adalah proses untuk menghilangkan getah yang terlarut dalam minyak biji kapuk. Pemilihan asam fosfat pada proses *degumming* agar terjadi proses koagulasi dan flokulasi sehingga partikel pengotor dapat mengendap karena adanya tumbukan antara flok yang terjadi dengan bantuan pengadukan.

Proses esterifikasi adalah proses untuk menurunkan kadar asam lemak bebas pada minyak biji kapuk. Penggunaan katalis ion exchange resin amberlyst BD-20 dikarekan katalis tersebut tidak terpengaruh oleh kadar air yang berada dalam minyak biji kapuk.

Hasil analisa minyak biji kapuk setelah tahap *degumming* ini ditunjukkan pada tabel 3. Pada tabel ini menunjukkan bahwa pada tahap pretreatment ini memberikan pengaruh pada perubahan kadar asam lemak bebas, iodine value dan kadar air.

Tabel 3. Hasil Analisa Minyak biji kapuk Setelah Proses *Pre-Treatment*

Parameter	Hasil Analisa	
	Degumming	Esterifikasi
FFA (mg KOH/gr Oil)	15.26	0.7
Iodine Value (gr I2/100gr)	84.09	83.66
Moisture Content (%w/w)	0.52	0.4
Saponification Value (mg/gr)	147.12	147.96
Densitas (gr/ml)	0.91	0.91
Viskositas (cSt)	2.1	2.1

2. Karakteristik Katalis CuO-ZnO/ γ -Al₂O₃

2.1. Metode BET (*Brunauer-Emmet-Teller*)

Katalis hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan metode BET Metode BET dilakukan untuk mengetahui *surface area*, volume pori dan radius pori. Pada tabel 4 menunjukkan hasil dari uji karakteristik dengan metode BET.

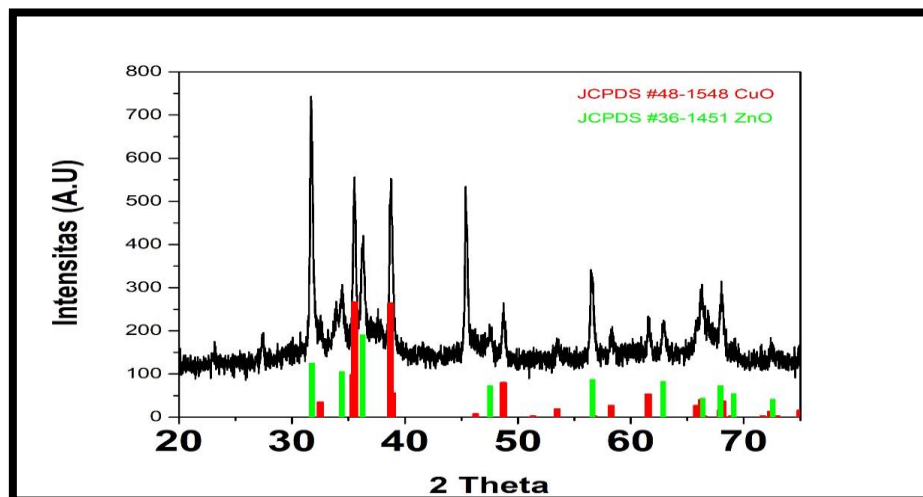
2.2. Metode XRD (*X-Ray diffraction*)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam katalis CuO-ZnO/ γ -Al₂O₃. Pola XRD pada sampel katalis disajikan pada gambar 7. Dari Pola XRD tersebut dapat dilihat bahwa katalis menampilkan puncak karakteristik CuO

yang dikonfirmasi dengan data standart JCPDS 48-1548 dan ZnO sesuai dengan data standart JCPDS 36-1451.

Tabel 4. Hasil Uji Karakteristik dengan Metode BET

Properti Katalis	Teknik Pengujian	Unit	Hasil Analisa
Spesifikasi Luas Permukaan	Multi Point BET Plot	m ² /g	3,958
	BJH Adsorption	m ² /g	34,472
	BJH Desorption	m ² /g	42,432
Volume Pori	BJH Adsorption	cc/g	0,054
	BJH Desorption	cc/g	0,063
Radius Pori Dv®	BJH Adsorption	Å	17,84
	BJH Desorption	Å	18,93



Gambar 1. Hasil Uji Karakteristik Katalis dengan Metode XRD

3. Karakteristik Biodiesel

Pembuatan biodiesel dengan proses transesterifikasi minyak biji kapuk menggunakan variable molar rasio minyak biji kapuk dengan methanol dan variable % jumlah katalis. Perbedaan ratio molar memberi pengaruh tidak signifikan terhadap yield biodiesel. Berdasarkan hasil analisa dengan metode *gas chromatography yield* biodiesel terbesar dihasilkan dari rasio molar minyak terhadap methanol 1:15 yaitu 6.19 %. Sedangkan pada rasio molar yang lain memiliki hasil *yield* yang stabil, yaitu 3.51% - 4.38%.

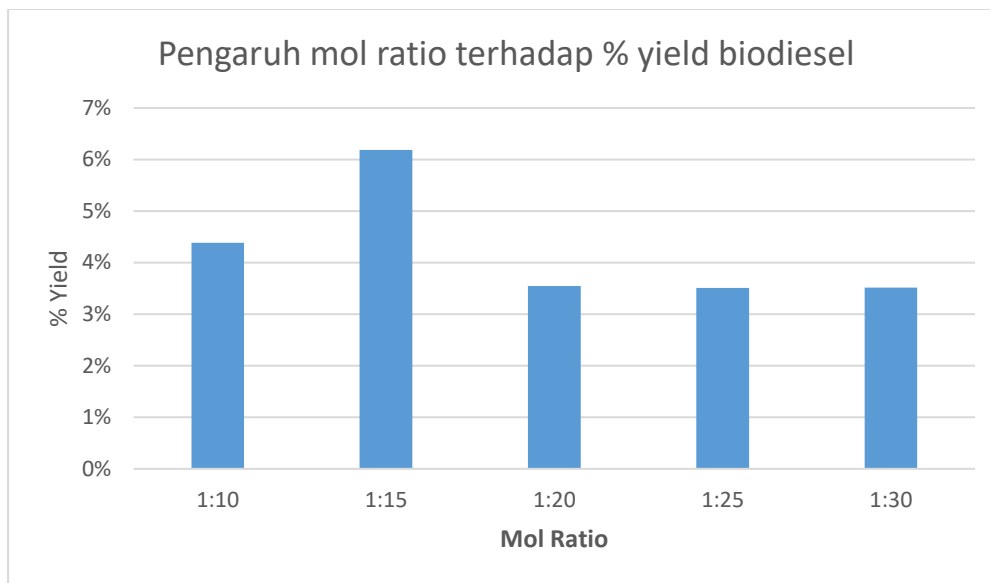


Diagram 1. Pengaruh Mol Ratio terhadap % Yield Biodiesel

Penambahan jumlah katalis memberi pengaruh yang signifikan terhadap yield biodiesel. Yield biodiesel terbesar dihasilkan dari transesterifikasi dengan penambahan katalis 10 % yaitu 10.57%. Penambahan jumlah katalis memberi pengaruh pada yield biodiesel, semakin besar jumlah katalis yang di gunakan maka hasil yang didapat juga semakin besar, hal ini dikarenakan semakin banyaknya ruang untuk mereaksikan minyak dengan methanol.

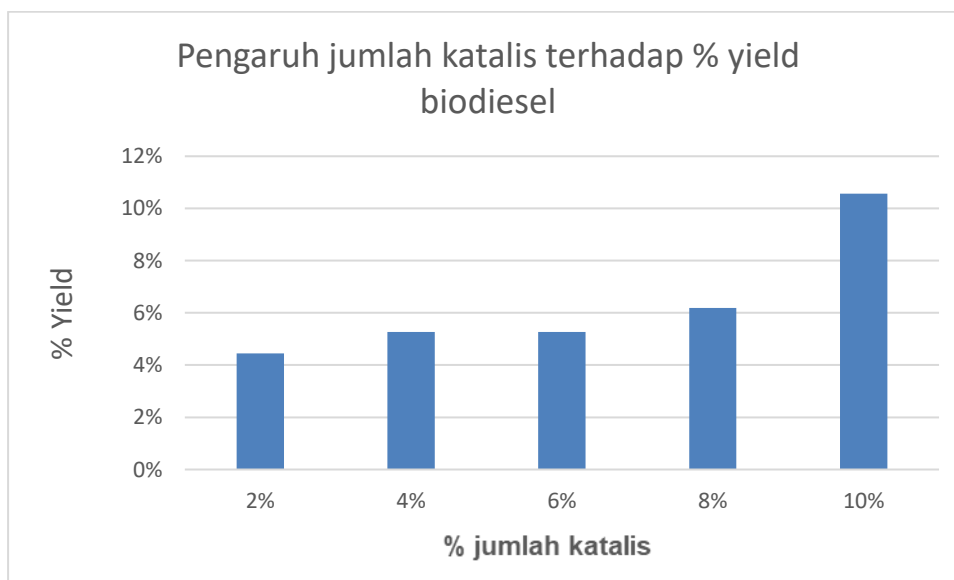


Diagram 2. Pengaruh Jumlah Katalis terhadap % Yield Biodiesel

Dari hasil uji karakteristik biodiesel bisa diketahui bahwa parameter densitas, asam lemak bebas, bilangan iodine, dan viskositas memenuhi SNI biodiesel. Sedangkan kadar air dan bilangan penyabunan masih diatas ambang batas SNI biodiesel karena MBK sebelum proses transesterifikasi masih tinggi kadar air dan bilangan penyabuannya.

Tabel 5. Hasil Uji Karakteristik Biodiesel

Parameter	Satuan	SNI 7182:2002	Hasil
Kadar Air	% massa	maks. 0.05	0,13
Densitas 40°C	gr/ml	0.850-0.890	0,8865
Asam Lemak Bebas	% Massa	maks. 0.60	0,24
Bilangan Penyabunan	mg KOH/gr	189-197	201.55
Bilangan Iodin	grI ₂ /100gr	maks. 115	62,03
Viskositas	cSt	2.4-6.0	2,5

PEMBAHASAN

Ditinjau dari hasil karakteristik biodiesel dengan yang dibandingkan dengan standart nasional Indonesia (SNI) No. 7182:2002 dapat ditemukan penyebab hasil yield biodiesel menjadi rendah. Masih tingginya kadar air, bilangan penyabunan dan kadar asam lemak bebas yang tidak sesuai standart bahan bakar diesel sesuai dengan SNI. Faktor eksternal juga dapat mempengaruhi hasil yield biodiesel salah satunya adalah waktu dan kecepatan pengadukan pada proses transesterifikasi maupun pada tahapan proses yang lain.

SIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan data penelitian yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa perbandingan molar ratio antara minyak dan methanol dan jumlah katalis dapat mempengaruhi hasil produk biodiesel. Hasil efektif pada transesterifikasi minyak biji kapuk dilakukan pada suhu 65°C selama 4 jam dengan molar ratio 1:15 dan jumlah katalis adalah 10%. Katalis CuO /ZnO dengan penyangga gamma alumina berpotensi untuk digunakan pada proses transesterifikasi minyak biji kapuk.

DAFTAR RUJUKAN

- Levenspiel, O. 1999. Chemical Engineering Third Edition. John Wiley & Sons, Inc.
- Asri, N. P., Noorhajati, H., Herman, Prasetyo, W. D., Chafidu, A., Suprpto. 2018. *Synthesis and characterization of alumina-supported bimetallic oxide CuO-ZnO catalyst for transesterification of kapok seed oil (Ceiba pentandra)*. Sydney : International Conference on Latest Trends in Engineering Technology, Material Engineering and Applications.
- Asri, N. P., Podjojono, B., Fujiani, R, Nuraini, N. 2017. *Utilization of eggshell waste as low-cost solidbase catalyst for biodiesel production from used cooking oil*. IOP Conf.

Series: Earth and Environmental Science 67 (2017) 012021 doi :10.1088/1755-1315/67/1/012021.

- Asri, N. P., Soe'eib, S., Podjojono, B., Suprpto. 2017. *Alumina supported zinc oxide catalyst for production of biodiesel from kesambi oil and optimization to achieve highest yields of biodiesel*. Euro-Mediterr J Environ Integr (2018) 3:3 DOI 10.1007/s41207-017-0043-8. Springer International Publishing AG.
- Handoyo, Anggraini, A. A., Anwar, S. 2007. Biodiesel dari Minyak Biji Kapok. Yogyakarta : FTP UGM.
- Husin, H., Syamsuddin, Y. 2010. Pembuatan Katalis Cu/ZnO/Al₂O₃ untuk Proses SteamReforming Metanol menjadi Hidrogen sebagai Bahan Bakar Alternatif. Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan Vol. 7, No. 3, hal. 98-104, 2010ISSN 1412-5064.
- Melwita, E., Fatmawati, Oktaviani, S. 2014. Ekstraksi Minyak Biji Kapuk dengan Metode Ekstraksi Soxhlet. Ogan ilir : FT Universitas Sriwijaya.
- Freedman, B., Butterfield, R. O., & Pryde, E., H. (1986). *Transesterification Kinetics of Soybean oil*, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 63(10): 1375-1380
- Susanto, Joko., Shobirin, Muhammad., Arniat, Widiana. 2016. Sistesis biodiesel dari minyak biji kapuk randu dengan variasi suhu pada reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalisator NaOH dan rasio minyak/methanol 15/1.