**ABSTRAK**

**Sintesis Biodiesel dari Minyak Sawit *Off Grade* dengan Katalis Heterogen dengan**

**Gelombang Ultrasonik**

**Aman Santoso1, Mahmudi, Sumari 1**

**1Jurusan Kimia Universitas Negeri Malang aman.santoso**[**.fmipa@um.ac.id**](mailto:fmipa@um.ac.id) **sumari.santoso**[**.fmipa@um.ac.id**](mailto:fmipa@um.ac.id)

Sintesis biodiesel umumnya dengan menggunakan katalis homogen seperti basa alkali, yang mempunyai kelamahan kurang ramah lingkungan.Katalis heterogen seperti CaO teraktifasi dapat digunakan sebagai katalis dalam sintesis biodiesel.Gelombang ultrasonic mempengaruhi laju reaksi kimia.Pemamfaatan gelombang ultrasonic dapat meningkatkan efisiensi sintesis biodiesel.Secara umum tujuan dalam penelitian ini adalah menentukan model sintesis biodiesel pada skala ganda yang efektif dan efisien dari *CPO* kualitas rendah menggunakan katalis heterogen dengan gelombang ultrasonik.

Tahapan penelitianeksperimental ini meliputi (1) Rafinasi *CPO of grade* dengan clay atau zeolit (2). Aktivasi CaO sebagai katalis super basa dengan calsinasi (3). Optimasi sintesis biodiesel

dari *CPO offgrade* dengan katalis heterogen menggunakan gelombang ultrasonic pada skala ganda

(4). Karakterisasi biodiesel yang dihasilkan yang meliputi analisis GC-MS, bilangan asam, indeks bias, berat jenis.

Hasil dari peneltian ini menunjukkan bahwa : (1) Hasil rafinasi skala ganda minyak sawit

kualitas dengan 3% clay hasilnya, sudah dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. (2). Sintesis metil ester pada skala ganda menggunakan gelombang ultrasonik kondisi optimum tercapai tidak berbeda jauh dengan skala laboratorium yakni pada suhu 65oC dan konsentrasi katalis CaO sebesar 8% berat, dengan rendemen sebesar 92%. (3). Metil ester hasil sintesis dari minyak sawit adalah metil miristat 6,37%, metil palmitoleat 4,34%, metil palmitat

24,62%, metil oleat 49,44%, metil stearat 10,72%, dan metil arakidat 4,51%. (4). Sifat fisik dan kimia metil ester hasil sintesis skala ganda adalah massa jenis (0,854 ± 0,000) g/mL, viskositas (5,501 ± 0,032) cSt, bilangan asam (0,550 ± 0,000) mg KOH/g, dan indeks bias 1,447 ± 0,0000845. Kadar air 0,01, angka setana 51,72 , titik kabut 18. Karakter tersebut telah memenuhi parameter SNI

04-7182-2006 sehingga metil ester tersebut berpotensi sebagai biodiesel. Kata kunci: biodiesel, minyak sawit, ultrasonik, heterogen, skala ganda

Pertumbuhan ekonomi suatu Negara salah satu indikasinya dapat dilihat dari kebutuhan energi.Indonesia sebagai Negara yang sedang tumbuh berkembang perekonomiannya kebutuhan energi juga terus naik. Dampak kebutuhan energi yang terus bertambah mengakibatkan eksplorasi sumber energi kita bertambah pesat, sehingga cadangan minyak bumi menipis dengan drastis. Biodiesel adalah alternatif untuk menggantikan solar yang dapat dibuat dari minyak tanaman atau lemak dengan reaksi transesterifikasi (Demirbas, 2007), dimana produksinya relatif sederhana sehingga memungkinkan dikembangkan oleh industri kecil menengah. Banyaknya pengolahan kelapa sawit menghasilkan banyak limbah sawit, atau minyak sawit kualitas rendah (CPO offgrade) yang tidak layak untuk bahan pangan, sehingga CPO offgrade sangat potensial untuk bahan baku biodiesel.

Pemanfaatan tehnologi gelombang ultrasonik dapat meningkatkan laju reaksi pembuatan biodiesel (Santoso, 2010). Reaksi organik dengan adanya gelombang ultrasonik pada temperatur reaksi yang sama berlangsung lebih cepat, serta proses reaksi berlangsung lebih homogen (Amore et.al, 2006). Penggunaan gelombang ultrasonik dalam transesterifikasi berlangsung lebih cepat (Bernad, et. al., 2007 dan Santoso 2010), dan hasil reaksi dapat terpisah dengan baik sehingga memudahkan pemisahan hasil (Widodo, dkk.,

2006). Penggunaan katalis homogen dalam pembuatan biodiesel terdapat kelamahan antara lain, menghasilkan limbah ion logam alkali yang dapat mencemari lingkungan. karena adanya reaksi saponifikasi, penggunaan katalis heterogen dapat mempermudah pemisahan hasil reaksi dan meningkatkan rendemen hasil ( Zhu, et.all., 2006) dan (Bounary, et.all.

2005). Penelitian terkait efisiensi proses dengan mengkaji juga aspek ekonomisnya dalam membuat biodiesel dari bahan baku CPO kualitas rendah atau limbah sawit belum banyak dilakukan, baik skala laboratorium maupun skala ganda. Penelitian ini bertujuan meningkatkan efisiensi sintesis biodiesel dengan menggunakan heterogen katalis dan gelombang ultrasonikpada skala ganda.

**Sintesis Biodiesel**

Reaksi transesterifikasi dari lemak/minyak dapat dilakukan untuk menurunkan

viskositas minyak nabati sehingga dihasilkan metil ester asam lemak. Dengan Transestrifikasi dapat menurunkan viskositas minyak nabati sampai 85% (Alamu, 2007), (Demirbas, 2007). Reaksi transesterifikasi minyak nabati dapat dilakukan dengan mereaksikan minyak yang merupakan trigliseride dengan alkohol (metanol/etanol) dengan katalis asam atau basa, dan dihasilkan alkil ester asam lemak dengan hasil samping gliserol.

Transformasi dari minyak/lemak menjadi gliserin dan ester dari asam lemak dengan

reaksi ;

CH2 - O - CO - R'

KOH

CH2OH

R' - COOCH3

CH - O - CO - R" + 3CH OH

3

CH2 - O - CO - R'"

CHOH

+

CH2OH

R" - COOCH3

R''- COOCH3

minyak /

suatu trigliserida

metanol gliserol campuran

metil ester asam lemak

Berdasarkan kajian mekanisme reaksi yang dilalui pada reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel melalui pembentukan zat antara *(intermediate)* mono dan digliserida sebagai zat antara, dengan bentuk molekul pada zat antara sebagai tetrahidral (bentuk tidak stabil untuk gugus karbonil), tahap selanjutnya pembentukan metil ester (Heyda, dkk., 2008). Ester asam lemak yang dihasilkan selanjutnya dapat digunakan sebagai bahan bakar pengganti solar dan sering disebut biodiesel. Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel yakni antara lain faktor perbandingan fraksi mol antara minyak dengan alkohol, katalis yang digunakan dimana dapat katalis asam atau basa, kualitas bahan baku yang digunakan, temperatur reaksi, dan kondisi berlansungnya reaksi.

Pembuatan biodiesel secara konvensional dengan pengadukan mekanis dilakukan dengan reaksi transesterifikasi dengan mereaksikan minyak nabati dengan metanol atau etanol dengan pengadukan mekanis, cara ini menghasilkan rendemen tidak terlalu tinggi dan memerlukan waktu relatif lama dan kendala lain umumnya kesulitan dalam memisahkan

produk. Sebagai contoh dilakukan Alamu 2007, reaksi transterifikasi dalam skala labobaratorium dengan etanol katalis KOH dalam waktu 90 menit dengan hasil 95,4%.

Transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol menjadi biodiesel skala industri pada umumnya dilakukan dengan sistem bath dengan pengadukan mekanis, dengan katalis basa pada perbandingan minyak-alkohol 1:6 waktu yang diperlukan 2 jam hasil yang dicapai 96%. Pengaruh pengunaan katalis sangat berpengaruh pada laju reaksi pembuatan bidiesel. Katalis basa atau asam dapat digunakan dalam reaksi trasesterifikasi, namun demikian katalis basa lebih cepat dan kurang korosif dibandingkan asam (Shweta Shah dkk 2004).

Teknologi pembuatan biodiesel dengan reaksi transesterifikasi terus berkembang, dari yang konvensional hanya dengan perlakuan pengadukan mekanis, dengan alkohol superkritis, dan telah berkembang reaksi transesterifikasi dapat dipercepat dengan adanya gelombang *ultra sonik*. Pembuatan biodiesel dari minyak sawit dengan ultrasonik dapat berlangsung lebih cepat dan mudah, dengan perbandingan minyak-metanol 1:7 (Santoso, 2010), serta dengan menggunakan ultrasonik reaksi dapat berakhir dalam beberapa menit (Susilo, 2010).

**Pengaruh Gelombang Ultrasonik dalam Reaksi Kimia**

Gelombang ultrasonik dapat mengemulsikan dua larutan atau lebih yang sulit

bercampur dengan baik. Adanya gelombang ultra sonik sangat mengintensifkan pendispersian antara fase terdispersi dan pendispersi. Cavitasi gelombang ultrasonik merambat keseluruh medium terdispersi dan menyebabkan partikel-partikel disekitarnya bergerak dengan kecepatan tinggi, bertumbukan dengan partikel lain sehingga dapat bercampur membentuk ukuran-ukuran partikel yang jauh lebih kecil, dengan ukuran sampai

1 micron atau membentuk microemulsi (Hans, Nguyen, Stavarance and Nishimura,2008; (Peng, Ying, Jose and Eric, 2007).

Campuran yang sulit bercampur karena adanya beberapa molekul dalam bentuk agregat dengan ukuran yang besar, namun dengan adanya pengaruh gelombang ultrasonik pendispersian molekul satu dengan yang lain, atau molekul yang sejenis menjadi lebih sempurna. Dengan semakin sempurnanya pencampuran antara dua reaktan dalam pembuatan biodiesel, menjadi microemulsi akan mendukung kemungkinan terjadinya tumbukan antar reaktan, dan meskipun energi ultrasonik relatif kecil namun juga berpengaruh dalam menaikkan energi masing-masing molekul yang terlibat reaksi. Terjadinya peluang tumbukan antar molekul yang semakin besar dan energi molekul yang meningkat maka berakibat kemungkinan terjadinya reaksi juga akan semakin besar, sehingga adanya gelombang ultrasonik meningkatkan laju reaksi (Raman, Abbas dan Joshi, 2006). Seperti telah dilakukan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dari minyak sawit secara konvensional umumnya berlangsung lebih dari 1 jam, namun dengan menggunakan gelombang ultrasonik reaksi dapat direduksi hanya dalam beberapa menit (Susilo, 2007).

**METODE PENELITIAN Rancangan Penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen di laboratorium dan analisa financial

efisiensi sistem produksibiodiesel dari minyak minyak sawit kualitas rendah.Hasil penelitian pada skala laboratorium pada umumnya kurang dapat diimplemenasikan pada skala industry karena memerlukan kondisi reaksi yang berbeda pada skala yang besar, oleh karena itu untuk mendekatkan kondisi reaksi dengan skala industry sangat diperlukan uji coba pada skala yang lebih besar dari skala laboratorium yakni pada skala ganda dengaan pembesaran sampai seratus kali dari skala laboratorium (untuk skala indutri rumah tangga) dan sekaligus dapat dilakukan perhitungan kelayakan usahanya.Eksperiman pada skala ganda ini secara lebih detail sebagai berikut:

Setting perangkat transesterifikasi menggunakan katalis heterogen dengan gelombang ultrasonik sistem *continue*dalam skala pilot plant.

**** Rafinasi CPO offgrade dengan clay teraktivasi menggunakan gelombang ultrasonik pada skala ganda.

**** Optimasi produksi biodiesel dari minyak sawit kualitas rendah (CPO offgrade) pada kondisi terpilih secara laboratorium dengan pengaduk mekanis pada skala pilot plan.

**** Optimasi produksi biodiesel dari minyak sawit offgrade dalam kondisi terpilih secara laboratorium dengan gelombang ultrasonik pada skala pilot plan.

**** Analisis kualitas hasil produksi biodiesel pada skala pilot plan

**** Analisis feasibilitas sistem produksi biodiesel pada skala pilot plan

**Prosedur Kerja**

**1. Penentuan Angka Asam Minyak sawit offgrade**

Penentuan angka asam minyak sawit pagar adalah dengan cara menimbang ± 1 gram

minyak dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambah 20 mL n-heksana dan 20 mL alkohol. Ditambahkan 3 tetes indikator pp lalu dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai warna larutan berubah menjadi warna merah muda.

**2. Esterifikasi**

Sebanyak 1000 g minyak dimasukkan ke dalam labu leher tiga, dipanaskan sampai pada suhu 700C, dengan hati-hati ditambahkan 60 g metanol dan 8 mL H2SO4 pekat, kemudian campuran direfluks selama 2 jam pada suhu (69-71)0C sambil dilakukan pengadukan. Ditambah lagi 30 g metanol dan 4 mL H2SO4 pekat, dilanjutkan refluks selama

1 jam pada suhu (69-71)0C disertai pengadukan, didinginkan kemudian dipisahkan. Lapisan

atas dicuci dengan sedikit air dan dipanaskan pada suhu (90-100)0C.

**3. Preparasi Katalis CaO**

Serbuk CaO dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 7000C dengan tujuan mengaktifkan sisi aktif katalis. Begitu juga dengan serbuk K2O yang dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 7000C dengan tujuan mengaktifkan sisi aktif katalis, kemudian disimpan dalam desikator ± 24 jam. Setelah diperoleh CaO dan K2O aktif, selanjutnya katalis CaO dan K2O dibuat dengan mencampur CaO dan K2O dengan perbandingan 1:1.

**4. Sintesis Biodiesel Melalui Transesterifikasi Menggunakan Gelombang Ultrasonik**

Sebanyak 1000 g minyak hasil esterifikasi dimasukkan ke dalam gelas kimia, selanjutnya dengan hati-hati ditambahkan katalis CaO dan K2O dengan konsentrasi sesuai variabel (5%, 7,5% ) dan perbandingan mol minyak: metanol 1:18 kemudian diaduk dengan *mechanical stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Campuran dimasukkan ke dalam sumber gelombang ultrasonik dengan variasi waktu ( 7,5 atau 10; ) menit, kemudian disentrifugasi selama 20 menit pada kecepatan 3000 rpm. Selanjutnya campuran dituang ke dalam corong pisah dan dibiarkan 1-2 jam.Ester yang berada pada lapisan atas dipisahkan dari gliserol pada lapisan bawah dengan membuka kran corong pisah. Selanjutnya lapisan atas dicuci untuk menghilangkan sisa katalis, air dan gliserol dengan air hangat sampai

pH netral dan dilakukan pemanasan pada suhu (90-100)0C untuk menghilangkan air sisa cucian.

**5. Identifikasi Komponen Senyawa Biodiesel Hasil Transesterifikasi dengan GC-MS**

Identifikasi dengan GC-MS dilakukan untuk meyakinkan bahwa hasil sintesis yang diperoleh memang benar merupakan senyawa biodiesel (metil ester).Sampel yang dianalisis dalam ukuran sangat kecil. Hasil perekaman spektrometri massa adalah suatu spektrum massa yang dapat dinyatakan dengan grafik batang. Tiap puncak dalam molekul menyatakan suatu fragmen molekul.Fragmen-fragmen disusun sedemikian rupa sehingga puncak-puncak ditata menurut kenaikan *m/z*-nya dari kiri ke kanan pada grafik batang.Intensitas puncak sebanding dengan kelimpahan relatif fragmen-fragmen yang bergantung pada stabilitas relatifnya.

**6. Indeks Bias**

Penentuan indeks bias dilakukan dengan cara meneteskan minyak pada prisma

refraktometer. Pembacaan indeks bias dilakukan pada saat garis pisah terang gelap berada tepat pada posisi silang dari lensa pengamatan.

**7. Uji Massa Jenis**

Massa jenis ditentukan dengan menimbang berat piknometer kosong dengan neraca

analitik dan dicatat beratnya, kemudian ± 25 mL biodiesel dimasukkan dalam piknometer dan ditimbang, berat piknometer berisi biodiesel juga dicatat.

**8. Uji Viskositas**

Penentuan viskositas dilakukan dengan m em asuk kan aq uad es dal am t a bun g

viskosim et er *oswald* d an d i c atat w aktu yang diperlukan untuk mencapai tanda tera. Setelah itu sampel biodiesel juga dimasukkan dalam tabung viskosimeter *oswald,* lalu dicatat waktu ya n g di p e rluk an unt uk men c ap ai t and a t er a.

**9. Uji Angka Asam**

Sampel biodiesel ditimbang ± 2 g didalam Erlenmeyer 250 mL.Ditambahkan 10 mL

alkohol, kemudian dipanaskan dalam penangas air sampai mendidih. Larutan ini kemudian ditambah indikator pp dan dititrasi dengan KOH 0,1 N (yang sudah dibakukan dengan asam oksalat) sampai terbentuk warna merah muda.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**1. Rafinasi Minyak CPO**

Rafinasi minyak bertujuan menghilangkan pengotor dalam minyak misalnya logam, produk-produk oksidasi, dan pigmen warna, karena dalam minyak sawit (CPO) kualitas

rendah atau yang masih berasal dari pengolahan minyak sawit dan

belum dimurnikan

umumnya berwarna coklat kemerahan, dan mengandung gum akan menghalangi reaksi transesterifikasi sehingga harus dilakukan rafinasi. Rafinasi minyak sawit kasar dilakukan menggunakan *clay* yang diaktivasi,. Variasi berbagai konsentrasi *clay* dalam proses *bleaching* minyak sawit, hasil kenampakan fisiknya seperti terlihat pada Gambar 1

Gambar

1a *H*asil bleachin



g dengan clay 1 %

Gambar 1b. Hasil bleaching dengan clay 2 %



Gamb.1c

.Hasil bleaching

denganclay 5 %



Gamb. 1dHasil bleaching dengan clay 7 %

Seperti terlihat pada Gambar 1a-1d konsentrasi clay pada bleaching minyak sawit berpengaruh pada pemucatan warna CPO, hasil bleaching dengan clay konsentrasi 1 %

warnanya coklat, 2% warnanya coklat muda, 5% coklat muda lebih

terang, 7% coklat

muda. Hasil rafinasi minyak sawit warnanya dari coklat muda sampai tidak berwarna

tergantung pada konsentrasi

*clay* yang digunakan. Sifat-sifat fisik lain

dari minyak *CPO*

sebelum dan sesudah dipucatkan terlihat seperti pada Tabel 1

Tabel 1. Sifat fisik minyak sawit sebelum dan sesudah bleaching.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Sifat | Sebelum bleaching | Sesudah bleaching |
| Warna | Coklat kemerahan | Coklat muda - putih |
| Bau | Seperti caramel | Tidak berbau |
| ALB | 2 – 2,5 % | 1,75-2,0 % |
| Berat jenis (kg/l) | 0,91 | 0,90 |
| Viskositas (Brookfield) | 33-34 cps | 33-34 cps |

Karakter minyak sawit sebelum dan sesudah pemucatan seperti pada Tabel 4.1

menunjukkan viskositas,

ALB dan berat jenis tidak banyak mengalami perubahan.

Perubahan warna terjadi yang semula berwarna coklat kemerahan menjadi coklat muda bening, artinya dengan adsorbsi *clay* dari Malang yang telah diaktifasi telah mampu mengadsorbsi warna *CPO* dengan baik (Santoso6, 2010).

**Aktivasi Katalis CaO**

Aktivasi dilakukan merendam CaO dalam larutan jenuh KCl kemudian memanaskan CaO dalam furnace pada suhu 700oC selama 1,5 jam. Pemanasan ini bertujuan untuk mengurangi kadar air dan mengaktivasi situs aktif yang terdapat dalam katalis CaO. Selain itu, penggunaan katalis dalam bentuk serbuk bertujuan agar luas permukaannya besar yang dapat membantu mempercepat laju reaksi.Katalis CaO teraktivasi tertera pada Gambar 2.



**Gambar 2**

**Katalis CaO Teraktivasi**

**1. Sintesis Metil Ester dariMinyak Sawit dengan Reaksi Transesterifikasi**

Sintesis metil ester dari minyak sawit hasil rafinasi dilakukan melalui reaksi transesterifikasi.Reaksi transesterifikasi adalah reaksi antara suatu ester (trigliserida) dengan alkohol menggunakan bantuan katalis yang menghasilkan ester baru (alkil ester) dan alkohol baru (gliserol). Alkohol yang digunakan dalam penelitian ini adalah metanol karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi dibanding alkohol lain. Katalis yang digunakan adalah katalis basa heterogen dalam wujud padat yaitu CaO dan K2O.

Data hasil sintesis

metil ester dengan perbandingan mol minyak sawit

hasilrafinasi:metanol (1:15), waktu reaksi 5 menit, pebandingan katalis CaO teraktifasi, suhu reaksi 65oC dengan variasi konsentrasi katalis dapat dilihat pada data rendemen metil ester hasil sintesis dengan variasi konsentrasi katalis yang tertera pada Tabel 2.

**Tabel 2 Data Rendemen Metil Ester Hasil Sintesis dengan Variasi Konsentrasi Katalis**

**Percobaan Variasi Konsentrasi**

**Massa hasil**

**Massa hasil**

**Rendemen**

**(% b/b)**

**penelitian (g) teori (g)**

**(%)**

1 6 872

1004 87

912 1004 90

**Rata-rata 89**

2 8 940

1004 94

912 1004 90

**Rata-rata 92**

3 10 796

1004 79

780 1004

**Rata-rata**

78

**78,5**

Seperti terlihat pada Tabel 2 menunjukkan bahwa konsentrasi katalis optimum sebesar 8%

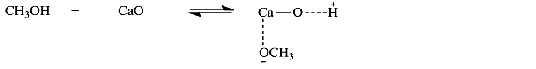
b/b dengan rendemen sekitar 92%

Reaksi transesterifikasi minyak dengan katalis CaO teraktifasi terjadi mekanisme reaksi sebagai berikut:

Reaksi antara metanol dan katalis CaO.

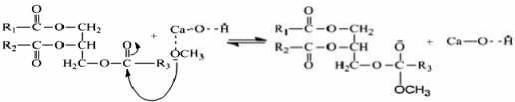
Tahap 1: Salah satu atom C k

arbonil pada molekul trigliserida diserang ole

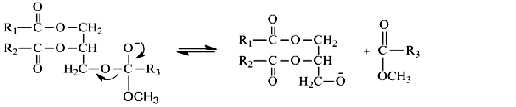


menghasilkan sebuah intermediet tetrahedral

h ion metoksi dan

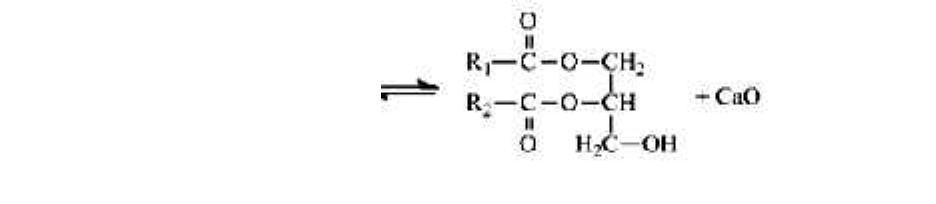
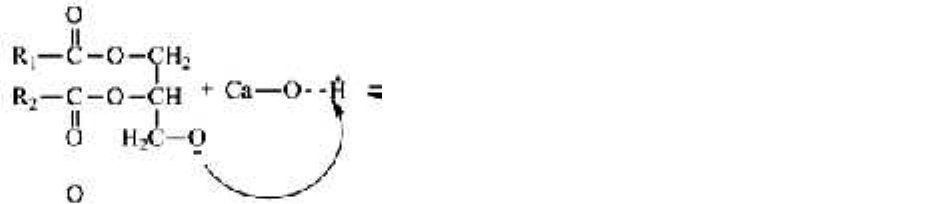


Tahap 2: Terbentuknya metil ester asam lemak

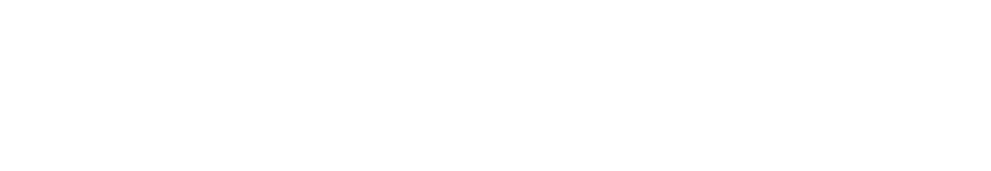
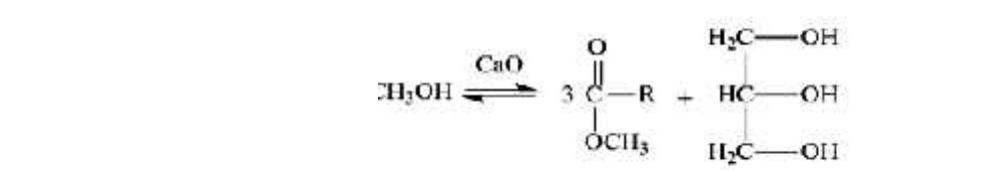
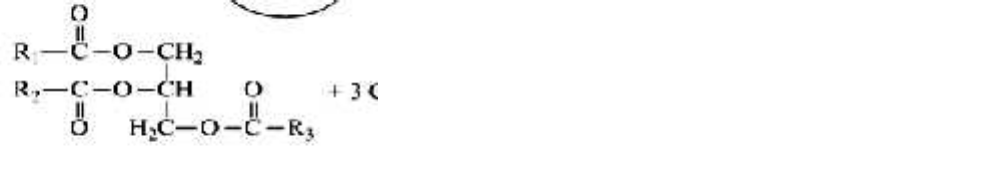


Tahap 3: Deprotonasi katalis basa dan menghasilkan digliserida

Reaksi berlangsung secara kontinyu hingga dihasilkan 3 mol metil ester dan 1 mol gliserol, dengan reaksi sebagai berikut:



Sumber: Liu, dkk., (2007:1317)



Mekanisme reaksi transesterifikasi diawali dengan reaksi antara katalis CaO dengan metanol. Reaksi antara katalis dan metanol tersebut meghasilkan suatu gugus metoksida dan protonasi katalis basa.Kemudian gugus metoksida yang terbentuk menyerang atom C

karbonil pada molekul trigliserida dan membentuk intermediet tetrahedaral yang sangat tidak stabil.Tahap selanjutnya menghasilkan metil ester dan gliserol.Secara stoikiometri 1 mol trigliserida memerlukan 3 mol metanol dan dihasilkan 3 mol metil ester asam lemak dan 1 mol gliserol.

Penggunaan gelombang ultrasonik bertujuan untuk mempercepat proses reaksi dalam pembentukan metil ester dari minyak sawit hasil rafinasi. Dimana, gelombang ultrasonik

yang digunakan memiliki frekuensi tinggi yaitu 40 kHz yang menyebabkan terbentuknya gelembung-gelembung kavitasi yang diduga dapat mempercepat pemutusan ikatan trigliserida sehingga gugus metoksi mudah bereaksi dengan gugus ester pada minyak dan reaksi berlangsung cepat.

Pemisahan hasil sintesis dapat dipercepat dengan mensentrifuge selama 20 menit agar katalis mudah dipisahkan. Hasil sentrifuge dimasukkan ke dalam corong pisah selama

15 menit.Pembentukan dua lapisan, lapisan atas (metil ester) dan lapisan bawah (gliserol). Kedua lapisan dipisahkan, lapisan atas dicuci dengan air hangat sambil diaduk hingga air cucian netral dan dipanaskan pada suhu (90-100)oC untuk menghilangkan air sisa cucian. Hasil sintesis metil ester melalui reaksi transesterifikasi dengan gelombang ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 3.

**(a)**

**(b)**



**(c)**

**Gambar 3 Hasil Sintesis Metil Ester Melalui Reaksi Transesterifikasi dengan Bantuan**

**Gelombang Ultrasonik a) Metil ester**

**b) Lapisan metil ester dan gliserol c) Gliserol**



Gambar 3 menunjukkan bahwa lapisan atas berwarna kuning (metil ester) dan lapisan

bawah berwarna coklat (gliserol). Metil ester yang telah dipisahkan dari gliserol dicuci dengan air hangat agar sisa katalis, gliserol dan sabun yang mungkin terbentuk larut bersama air yang ditambahkan. Pencucian dilakukan beberapa kali hingga air cucian netral dan diperoleh metil ester yang murni tanpa pengotor.

Hasil sintesis metil ester dengan variasi konsentrasi katalis CaO (6, 8, dan 10)% b/b dengan bantuan gelombang ultrasonik fraksi 1:15 tertera pada Gambar 4.

94

**Rendemen Metil Ester**

**(%)**

92

90

88

86

84

82

80

78

76

0 5 10 15

**% Konsentrasi Katalis (b/b)**

Suhu 65oC

**Suhu…**

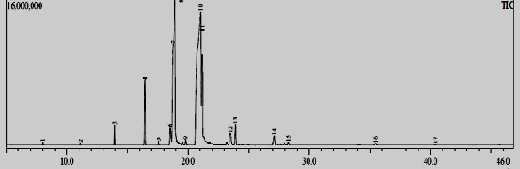
**Gambar 4Hasil Sintesis Metil Ester dengan Variasi Konsentrasi Katalis CaO dan K2O (6, 8, dan10 ) % b/b dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik Fraksi 1:15**

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa konsentrasi katalis CaO dan K2O yang digunakan untuk menghasilkan rendemen optimum adalah 8% b/b dengan rendemen yang dihasilkan sebesar 92,3% . Pada penggunaan konsentrasi katalis 6% b/b jumlah katalis yang digunakan masih kurang untuk menghasilkan rendemen yang optimum, sehingga rendemen yang dihasilkan lebih rendah. Sedangkan, pada penggunaan katalis dengan konsentrasi 10% b/b dapat mengurangi persen rendemen yang diperoleh karena jumlahnya cukup banyak katalis padat memiliki pori-pori yang akan mengadsorbsi produk hasil sintesis.

**1. Identifikasi Komponen Metil Ester dengan Analisis GC-MS**

Hasil analisis sampel dengan GC-MS dapat dilihat pada kromatogram metil

ester dari minyak sawit yang tertera pada Gambar. 5



**Gambar 5 Kromatogram Metil Ester dari Minyak sawit**

Metil ester hasil sintesis diidentifikasi menggunakan GC-MS. Identifikasi ini

bertujuan untuk mengetahui komposisi senyawa yang diduga sebagai metil ester hasil sintesis.Puncak-puncak dengan kadar yang besar memiliki waktu retensi (tr) yaitu (16,459;

18,512; 18,930; 21,028; 21.157; dan 23,887) menit. Dari hasil analisis pola fragmentasi GC-

MS dan di cocokkan dengan library yang ada maka dapat dinyatakan bahwa hasil sintesis adalah senyawa metil ester, dengan simpulan metil ester hasil seperti tertera pada Tabel 4

**Tabel 4 Data Komponen Metil Ester Hasil Analisis GC-MS**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| No. Puncak | Waktu Retensi, tR (menit) | Luas Area (%) | Senyawa |
| 3 | 16,459 | 6,37 | Metil miristat |
| 6 | 18,512 | 4,34 | Metil palmitoleat |
| 8 | 18,930 | 24,62 | Metil palmitat |
| 10 | 21,028 | 49,44 | Metil oleat |
| 11 | 21,157 | 10,72 | Metil stearat |
| 13 | 23,887 | 4,51 | Metil arakidat |

Tabel 5.1 menunjukkan bahwa metil ester hasil sintesis terdiri dari senyawa metil miristat, metil palmitoleat, metil palmitat, metil oleat, metil stearat, dan metil arakidat.Komponen metil ester penyusun minyak sawit yang terbesar adalah metil oleat.

**4. Karakterisasi metil ester**

Karakterisasi hasil sintesis biodiesel dari minyak sawit dengan heterogen katalis pada

skala ganda meliputi sifat massa jenis, viskositas, angka setana, titik kabut, indeks bias, dan angka asam. Secara keseluruhan data karakteristik metil ester dari minyak sawit hasil rafinasi dibandingkan dengan SNI Biodiesel disajikan pada Tabel 5.

**Tabel 5. Karakter Metil Ester Hasil Sintesis Dibandingkan dengan SNI**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **No.** | **Parameter** | **Metil Ester Hasil Sintesis** | **SNI** |
| 1. | Massa jenis | 854 | 850 – 890 |
| 2. | Viskositas | 5,5 | 2,3 – 6,0 |
| 3. | Angka setana | 51,72 | min. 51 |
| 4. | Titik kabut | 18 | maks. 18 |
| 5. | Air dan sedimen | 0,01 | maks. 0,05 |
| 6. | Indeks bias | 1,447 | 1,45 |
| 7. | Angka asam | 0,55 | maks. 0,8 |

Dari Tabel 5 dapat diambil kesimpulan bahwa hampir semua karakter metil ester hasil *trans*-esterifikasi minyak sawit hasil rafinasi hasil rafinasi masuk rentang SNI yang disyaratkan sehingga metil ester hasil sintesis berpotensi sebagai biodiesel.

**KESIMPULAN DAN SARAN Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diuraikan dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Hasil rafinasi skala ganda minyak sawit kualitasdengan 3% clay hasilnya, sudah dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

2. Sintesis metil ester pada skala ganda menggunakan gelombang ultrasonik kondisi optimum tercapai tidak berbeda jauh dengan skala laboratorium yakni pada suhu 65oC dan konsentrasi katalis CaO sebesar 8% berat, dengan rendemen sebesar 92%.

3. Metil ester hasil sintesis dari minyak sawit adalah metil miristat 6,37%, metil palmitoleat

4,34%, metil palmitat 24,62%, metil oleat 49,44%, metil stearat 10,72%, dan metil arakidat 4,51%.

4. Sifat fisik dan kimia metil ester hasil sintesis skala ganda adalah massa jenis (0,854 ±

0,000) g/mL, viskositas (5,501 ± 0,032) cSt, bilangan asam (0,550 ± 0,000) mg KOH/g, dan indeks bias 1,447 ± 0,0000845. Kadar air 0,01, angka setana 51,72 , titik kabut 18. Karakter tersebut telah memenuhi parameter SNI 04-7182-2006 sehingga metil ester tersebut berpotensi sebagai biodiesel.

**Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat dikemukakan saran sebagai

berikut:

1. Perlu dilakukan uji efisiensi dalam pemisahan anatara sisa katalis dengan produk yang dihasilkan, karena menggunakan sentrifuge kurang efisien.

2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang implementasi kelebihan dan kelemahan biodesel hasil sintesis pada mesin diesel.

DAFTAR PUSTAKA

*Alamu, O.J., Akintola, T.A., Enwerenmadu, C.C. and Andeleke, A.E. 2008.*

*Characterization of Palmkernel Oil Biodiesel Produced Through NaOH- Catalysed Transesterification Process,* ***Scientific and Research Academic Journal,***Vol. 3 *(7), pp. 308-311*

*Alamu, O.J., Waheed, M.A. and Jekayinfa, S.O. 2007. A*lkali-Catalysed Production and Testing of Biodiesel from Nigerian Palm Kernel Oil, Agricultural Enginering International,***The CIGR Ejournal,(Vol.IX)*** *No. EE*

*07 009:357-340*

*Alamu,O.J. 2007. Development and Evaluation of Palm Kernel Oil Biodiesel Fuel,*

***The Pacific of Science and Technology,* Vol. 8** *Number 2 November*

*2007. pp. 212-220*

Amore, A., Bashiardese, G., Bazureau, J.P. and Bonson, T., Edited by Loupy, A.

2006. Microwave in Organic Chemistry Second Editiion, Wiley VCN Verly

GmbH. ISBN: 3-3527-4520

Grepen. J. Van, B. Shanks, and R. Prushko, Biodiesel Production Technology, National Renewable Energi Laboratory (NREL), Colorado, 2004

Hans, M.J., Mcaloon, A.J., Yee, W.C., Foglia, T.A. 2008, A process model

estimate biodiesel production cost. Bioresource Technology, 97:671-678

Heyda, C., Om Tapanes,. A., Donato. Ananda, G., Mesquita, J.W., 2008.

Transesterifikasi of jatropha curcas oil gliceride, 12alternative and

12alternative12 studies of biodiesel reaction fuel and energi, Abstracts. January 14, 2008.

Hielscher, 2006, Transterifikasi dengan ultrasonic, Ultrasound Technology

Jatropha Handbook. Fact Foundation.

Knothe and Stanley. 2005. dalam Alamu (2007) Development and evaluation of palm oil biodisel fuel, ***The pacific Journal of Science and Technology* Vol. 8** Number 2: p. 199-205

Margaroni, 1998, Knothe and astanley, 2005 dalam O.J. Alamu, Development and evaluation of palm oil biodiesel fuel, The pacific Journal of science and technology, Volume 8 Number 2. November 2007)

*Mursanti. 2007. Proses produksi dan substitusi biodiesel dalam mensubtitusi solar untuk mengurangi ketrgantungan tehadap solar, Pararel session International Seminar: Natural Resource & Enviroment 13 December 2007. Wisma Makara Universitas Indonesia*

Noureddini, Hossein, Harky, D., Medikonduru, V. 1998, A Continuous process for conversion of 12lternati oil into methyl esters of fatty oil acids, JAOCS vol

75 no 12

Peng , Y.B., Maniam, G.P., and Hamid, S.A. 2009. Biodiesel from adsorbed waste oil on spent bleaching clay using CaO as heterogen catalyst, ***Europan Jpournal of Science Research, ISSN 1450-216X Vol 33*** No.2: pp.347-

357

Raman, V., Abbas, A., Joshi, S.C. 2006. Mapping local cavitation event in highh intensity ultrasound field, ***Proceding the Combol Conference Bangalor, March 2006***, Indiana

Santoso, A. dan Subandi. 2009. Penentuan Fraksi Optimum KOH Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak Sawit *(Crude Palm Oil)* Dengan Gelombang Ultrasonik Laporan DIPA UM tahun 2009. tidak dipublikasikan

Santoso1, A. 2009. Kajian produk agroindustri yang potensial dan feasibel

untuk dikembangkan sebagai bahan baku biodiesel di indonesia ,

***Proceding Seminar Nasional Basic Science MIPA UB***. Malang. n.p.

Santoso2, A. 2009. Pemanfaatan teknologi gelombang ultrasonik untuk meningkatkan efisiensi sintesis biodiesel sebagai energi terbarukan , ***Proced. Seminar Nasional Basic Science MIPA UB***. Malang. n.p.

Susilo, B. 2008. Kajian kinetik pembuatan biodiesel dari minyak sawit dengan gelombang ultrasonik, Disertasi PPS UB 2008. tidak dipublikasikan,

Yang, Z. T., Wang, L.Y. and Yang, J. 2007. Transesterification of Jatropha curcas oil catalyzed by micro NaOH, **Europan Journal of Lipids Science and Technology, Vol. 109** (6): p. 585-590

Santoso6, A. 2010. Rafinasi minyak sawit (*CPO)* dengan clay teraktivasi sebagai alternatif bahan baku biodiesel, ***Proc. Seminar Nasional Basic Science MIPA*UB*,*** Malang. n.p.

Sharma, Y.C. and Sing, B. 2008, Development of biodiesel from Karanja atree found in rural India, Fuel , Issue 8-9. July 2008. P. 1740-17842

Sweta, S,, Sharma, S,, and Gupta, N,N, 2004, Biodiesel preparation by catalyzed transestrification of jatropha curcas oil, Energi Fuel,American Chemical Society 18 (1) June 2004, p 154-159

Zhu, H., Wu, Z.B., Chen, Yuan X., and Mau, Zyong ziang, 2006, Preparation of biodiesel catalysed by solid super based of calcium oxide and its refining process, Research paper Material science and Chmical engineering China University, Wuhan, Available 29 June 2006

Wu Peng, P., Yang, Y., Colusi, J. and Grulke, E. 2007. Effect ultrasonofication on droplet size in biodiesel mixture, ***Journal Of America Oil Chemist Society,*Vol. 84** (9): p. 877-884

Wu, Peng; Yang, Y., Colucci, J., Grulke, E.. 2007. Effect of Ultrasonikation on Droplet Size in Biodiesel Mixtures, ***Journal of the American Oil Chemists’ Society,*Vol. 84***, Number 9: pp., 877-884(8)*