

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI BIODIESEL DARI *MINYAK KEMIRI SUNAN* (*Reutealis trisperma Oil*) DENGAN KATALIS KOH (VARIASI KONSENTRASI KATALIS)

SD Anggraini<sup>1</sup>✉, TP Utami<sup>2</sup>, D Prasetyoko<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Kimia Material dan Energi, Jurusan Kimia, FMIPA,

Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya

<sup>2</sup>PT. Kemiri Sunan Drajad, Paciran, Lamongan, Jawa Timur

<sup>3</sup>Laboratorium Energi dan Rekayasa, LPPM, ITS

### Info Artikel

#### Sejarah Artikel:

Diterima Agustus 2013  
Disetujui September 2013  
Dipublikasikan Oktober 2013

#### Keywords:

*Reutealis Trisperma-Oil*;  
*biodiesel*; *KOH catalyst*;  
*yield*

### Abstrak

Pada penelitian ini *new feedstock* biodiesel diproduksi dari *crude* minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma-Oil*) (RETRO). RETRO adalah minyak tumbuhan yang melimpah di Indonesia dan belum tereksplorasi dikarenakan sifatnya yang beracun. RETRO disiapkan melalui reaksi esterifikasi dengan metanol menggunakan katalis asam sulfat untuk menurunkan nilai *Free Fatty Acid* (FFA) dan dilanjutkan reaksi transesterifikasi dengan metanol dan katalis basa. Reaksi transesterifikasi RETRO menggunakan katalis kalsium hidroksida (KOH) pada variasi 0,5-2,0 %wt minyak telah dilakukan pada suhu 65 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa *yield* biodiesel meningkat dengan meningkatnya konsentrasi katalis (pada 0,5-1,0 %wt) dan menurun dengan konsentrasi katalis (pada 1,5-2,0 %wt). Hasil *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) optimum sebesar 83,33% diperoleh dengan menggunakan katalis KOH dengan konsentrasi katalis 1 %wt minyak. Karakterisasi hasil biodiesel RETRO dilakukan dengan membandingkannya dengan ASTM D6751-02 diperoleh angka asam 0,55 mgKOH/g, densitas 0,90 g/cm<sup>3</sup>, viskositas 10,6 cSt pada suhu 40 °C, angka setana 54,7 serta residu karbon 0,24%.

### Abstract

*In this research new feedstock biodiesel was produced from Crude Reutealis Trisperma-Oil (RETRO). RETRO is vegetable oil that is overabundance in Indonesia it has not been explored because of its toxicity. RETRO was prepared through the reaction of esterification with methanol by using sulfuric acid catalyst to decrease Free Fatty Acid (FFA), and then transesterification reaction of refined RETRO was performed with methanol by using the alkaline catalyst. RETRO transesterification reaction using potassium hydroxide (KOH) as catalyst with variation of 0.5 - 2.0 wt% of oil has been done at 65 °C. The biodiesel yield increased with the catalyst concentration increasing of 0.5-1.0 wt% and decreased when the catalys concentration of 1.5-2.0 wt%. The optimum yield of fatty acid methyl ester (FAME) was 83.33 %, it was obtained with various KOH catalyst at the oil catalyst concentration of 1.0 wt% . The characterization of RETRO biodiesel was done by comparing it with ASTM D6751-02 method, and it got the acid number of 0.55 mgKOH/g, density of 0.90 g/cm<sup>3</sup>, viscosity of 10.63 cSt at 40 °C, cetane number of 54.7 and carbon residue of 0.24%.*

© 2013 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:

E-mail: [dhini\\_its@yahoo.com](mailto:dhini_its@yahoo.com)

## Pendahuluan

Dewasa ini krisis energi dunia semakin meningkat disebabkan karena semakin menipisnya cadangan bahan bakar fosil. Oleh karena itu kini dikembangkan biodiesel sebagai salah satu bahan bakar terbarukan. Biodiesel merupakan bahan bakar ramah lingkungan karena mampu mengurangi emisi karbon dioksida. Biodiesel adalah bahan bakar cair yang dapat dihasilkan dari minyak nabati dan lemak hewan (Helwani *et al.* 2009). *Feedstock* biodiesel dari tumbuhan (minyak nabati) yang telah banyak dilaporkan diantaranya berasal dari kacang kedelai, *rapeseed*, bunga matahari, palm, kacang tanah, *camelina*, *canola*, kapas, labu, *jatropha*, *tallow* dan *poultry* (Ong *et al.* 2011; Leung *et al.* 2010). Beberapa penelitian juga menunjukkan bahwa biodiesel banyak dihasilkan dari minyak goreng dan minyak *non edible* (Agarwal *et al.* 2012).

Salah satu minyak nabati yang banyak terdapat di Indonesia dan bersifat *non edible* adalah minyak kemiri sunan. Daging biji kemiri sunan mengandung minyak mencapai 52% atau 40% dari biji/gelondongnya. Minyak ini berpotensi sebagai bahan biodiesel pengganti solar, dengan hasil samping yang cukup besar digunakan sebagai gliserol dan pupuk organik. Kemiri sunan termasuk salah satu tanaman yang bernilai ekonomi tinggi dan bersifat multiguna. Minyak kemiri sunan banyak digunakan sebagai bahan bakar nabati (BBN), bahan obat, cat, pernis, tinta, pewarna batik, minyak pelapis perahu, minyak lampu, pestisida nabati, pupuk organik, pelapis sepatu dan lain-lain. Salah satu keunggulan dari kemiri sunan merupakan bahan *non edible*, sehingga tidak menyebabkan kesenjangan dengan bahan makanan (Wardana 2009). Dalam rangka mendukung kebijakan energi nasional dan percepatan penyediaan dan pemanfaatan bahan bakar nabati, maka minyak kemiri sunan memiliki peluang yang sangat tinggi untuk dikembangkan sebagai biodiesel. Hal ini dikarenakan kemiri sunan memiliki beberapa keunggulan diantaranya kandungan minyaknya yang tinggi, karakteristik minyak yang khas sehingga dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan, pertumbuhannya relatif cepat, wilayah pengembangannya luas dari dataran

rendah hingga 1.000 m di atas permukaan laut, dan sangat cocok sebagai tanaman konservasi (Maman 2009). Minyak kemiri sunan belum banyak diperdagangkan sehingga kemiri sunan merupakan salah satu alternatif bahan dasar biodiesel yang perlu diteliti lebih lanjut.

Biodiesel dihasilkan dari minyak tumbuhan atau lemak hewan melalui reaksi esterifikasi dari asam lemak bebas dengan alkohol melalui katalis asam atau transesterifikasi dari trigliserida dengan alkohol melalui katalis basa (Mc Neff *et al.* 2008). Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi reaksi. Metode paling umum untuk menghasilkan biodiesel adalah melalui proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis homogen basa kuat seperti NaOH dan KOH. Katalis basa homogen yang umumnya digunakan untuk sintesis biodiesel menggunakan reaksi transesterifikasi yaitu logam alkali (Na dan K) hidroksida (Chitra *et al.* 2005). Penggunaan katalis basa homogen ini memiliki keuntungan yaitu reaksi pembentukan biodieselnnya cepat dan *yield* yang dihasilkan juga besar. Salah satunya parameter untuk mengoptimasi *yield* biodiesel adalah dengan studi variasi konsentrasi katalis. Agarwal *et al.* (2012) melakukan sintesis biodiesel dari limbah minyak goreng dengan variasi konsentrasi katalis KOH, pada konsentrasi tertentu diperoleh *yield* optimum dan semakin tinggi konsentrasi katalis terjadi penurunan jumlah *yield* karena terjadi reaksi penyabunan. Reaksi penyabunan ini terjadi pada saat reaksi pencucian (Agarwal *et al.* 2012). Adanya sabun ini sangat tidak menguntungkan untuk proses sintesis biodiesel, sehingga perlu dilakukan reaksi esterifikasi untuk mengurangi nilai angka asam dan variasi konsentrasi katalis untuk mencapai *yield* yang optimum.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis biodiesel dengan bahan dasar minyak kemiri sunan dengan menggunakan katalis basa homogen yaitu KOH dan dipelajari pengaruh konsentrasi katalis KOH tersebut terhadap *yield* biodieselnnya. Biodiesel hasil sintesis dari minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma*) akan diamati pula karakteristiknya dan dibandingkan dengan standar biodiesel ASTM D 6751-02.

## Metode Penelitian

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma-Oil*) yang disuplay dari PT. Kemiri Sunan Drajad, kalium hidroksida, asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), metanol (*Merck*, 99%), N-heksan (*Merck*, 99%), etanol (*Merck*, 99%), phenolphtalein dan akuades.

### Reaksi esterifikasi dari minyak kemiri sunan

Minyak kemiri sunan dengan kandungan FFA 2,44% dapat diturunkan angka asamnya dengan reaksi esterifikasi. Reaksi esterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak dengan metanol dengan penambahan katalis asam sulfat.

Reaksi esterifikasi dilakukan menggunakan alat reflux yang terdiri dari labu alas bulat leher 3 dengan volume 250 mL yang dilengkapi dengan pengaduk, termometer dan kondensor untuk menghindari penguapan metanol. Termometer digunakan untuk mengatur suhu reaksi dan pengaduk magnetik digunakan untuk mengontrol laju gerakan campuran reaksi. Untuk mengeliminasi efek transfer massa eksternal, dilakukan pengadukan dengan kecepatan sebesar 1250 rpm. Reaktor leher tiga diletakkan di atas (di dalam) penangas minyak pada suhu konstan (dilengkapi dengan pengontrol suhu). Minyak kemiri dipanaskan sampai suhu 65 °C sedangkan di tempat yang lain metanol dengan asam sulfat dipanaskan dan diputar dengan stirer pada suhu yang hampir sama dengan suhu minyak kemiri. Campuran metanol dan asam sulfat dituang secara perlahan-lahan ke dalam labu yang berisi minyak dan dilakukan reaksi selama 2 jam. Minyak hasil esterifikasi (RETRO<sub>E</sub>) dipisahkan dengan corong pemisah untuk memisahkan metanol dengan minyak hasil esterifikasi.

### Reaksi transesterifikasi dari minyak kemiri sunan

Pada minyak hasil esterifikasi (RETRO<sub>E</sub>), dilakukan reaksi transesterifikasi dengan menggunakan metanol dan katalis basa Kalium Hidroksida (KOH). Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak dengan methanol dengan penambahan katalis KOH (1% wt

minyak). Reaksi dilakukan dengan kondisi suhu 65 °C selama 1 jam. Produk transesterifikasi kemudian dipisahkan, yakni antara metil ester dan metanol. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan variasi konsentrasi katalis (0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0% wt).

### Karakterisasi biodiesel

Biodiesel hasil sintesis dengan katalis KOH dianalisis dengan Gas Chromatography (GC) 7600 untuk mengetahui metil esternya. Jenis detektor yang digunakan adalah *Flame Ionization Detector* (FID), kolom kapiler yang berjenis nonpolar DB 5HT-(5% phenyl)-methyl polixinoxane dengan panjang kolom 15 m, diameter kolom (id) 320 µm dan film 0,10 µm. Kondisi operasi yang digunakan dengan suhu oven 100 °C (1min), *rate* 20 °C/menit) 380 °C (5menit), suhu inlet 300 °C, suhu detektor 350 °C, dan *running* selama 20 menit.

Hasil biodiesel dikarakterisasi angka asamnya atau *Free Fatty Acid* (FFA), densitas, viskositas, angka *cetane*, dan *carbon residu* (CCR). Analisis angka asam dilakukan dengan metode titrasi sesuai dengan ASTM D 664 yaitu minyak ditimbang 2 gram dan dilarutkan dalam 50 ml etanol netral dengan menggunakan indikator phenolphtalein kemudian dititrasi dengan larutan NaOH sampai terjadi perubahan dari jernih ke merah muda. Analisis densitas dilakukan dengan menggunakan alat piknometer dan diukur pada suhu 15 °C. Viskositas biodiesel diukur dengan alat *kinematic viscometer bath* yaitu dengan memipet 7 ml sampel dimasukkan pada alat *viscometer* dan diukur viskometernya pada suhu 40 °C sesuai dengan ASTM D-445. Analisis nilai angka *cetane* ditentukan dengan alat *octane meter*. Massa residu karbon (*carbon residu*) biodiesel dapat dianalisis dengan metode ASTM D-613 yaitu dengan menggunakan seperangkat alat CCR. Analisis dilakukan dengan menimbang 5 gram biodiesel dimasukkan dalam alat CCR dan dibakar selama 30 menit kemudian dihitung massa residu karbon dalam %wt/wt.

### Hasil dan Pembahasan

Sintesis biodiesel dari minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma-Oil*) dilakukan dengan dua tahapan reaksi yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Minyak kemiri sunan memiliki

kandungan *Free Fatty Acid* (FFA) yang cukup tinggi yaitu 2,44 mgKOH/gram. Reaksi esterifikasi perlu dilakukan untuk menurunkan nilai angka asam dari minyak. Reaksi esterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak dengan metanol dengan penambahan katalis asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) pada kondisi reaksi suhu 65 °C dan waktu reaksi selama 2 jam. Reaksi esterifikasi tersebut berhasil menurunkan angka asam minyak kemiri sunan yakni menjadi 0,0815 mgKOH/gram.

Minyak hasil pemisahan reaksi esterifikasi dilanjutkan ke tahap selanjutnya yaitu reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa kalium hidroksida dan pelarut metanol selama 1 jam. Reaksi transesterifikasi dilakukan untuk mensintesis biodiesel, yakni trigliserida akan bereaksi dengan metanol membentuk metil ester dan gliserol.

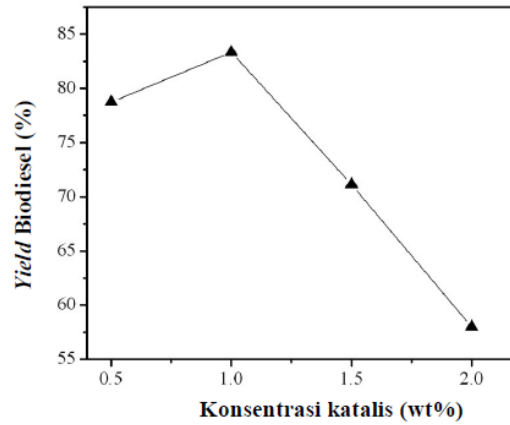
Pada reaksi transesterifikasi dilakukan variasi konsentrasi katalis yaitu 0,5, 1,0, 1,5 dan 2,0 %wt. Pengaruh variasi konsentrasi katalis pada *yield* biodiesel ditunjukkan pada Gambar 1. Pada Gambar 1 tampak bahwa *yield* pada variasi konsentrasi katalis 0,5-1 %wt meningkat dari 78,71 % menjadi 83,33 % dan menurun setelah konsentrasi sebesar 1,5-2 %wt. Pada konsentrasi 0,5% *yield* yang dihasilkan lebih kecil daripada konsentrasi 1,0%. Hal ini dikarenakan terjadi penyabunan pada saat pemisahan fasa metil ester yakni pada tahap pencucian. Penurunan *yield* ini disebabkan karena pemisahan yang sulit antara gliserol dengan metil ester dan hal ini meningkatkan emulsifikasi pada metil ester dan gliserol (Ikhwagwu *et al.* 2000). Hasil ini sesuai pula dengan hasil biodiesel dari minyak hasil

penggorengan menggunakan katalis basa homogen KOH. Biodiesel membentuk partikel sabun dan akan membentuk emulsi dengan sabun saat pencucian sehingga akan mengurangi nilai *yield* (Agarwal *et al.* 2012). Pada konsentrasi KOH 1,0% jumlah *yield* meningkat, yaitu diperoleh 83,33%. Hal ini sesuai dengan penelitian Agarwal *et al.* (2012) bahwa konsentrasi 1% merupakan nilai optimum pembentukan biodiesel. *Yield* metil ester meningkat sampai 98,7% seiring dengan meningkatnya konsentrasi katalis. Pada penelitian ini *yield* biodiesel mengalami penurunan pada konsentrasi katalis 1,5%-2,0% karena adanya formasi penyabunan (Agarwal *et al.* 2012). Hal ini sesuai dengan Ikhwagwu *et al.* (2000) yang menunjukkan bahwa seiring dengan meningkatnya katalis basa maka akan dihasilkan formasi sabun pada trigliserida. Meningkatkan hasil sabun pada metil ester dan gliserol menyebabkan pemisahan sulit dan mengurangi *yield* biodiesel (Xu & Hanna 2009).

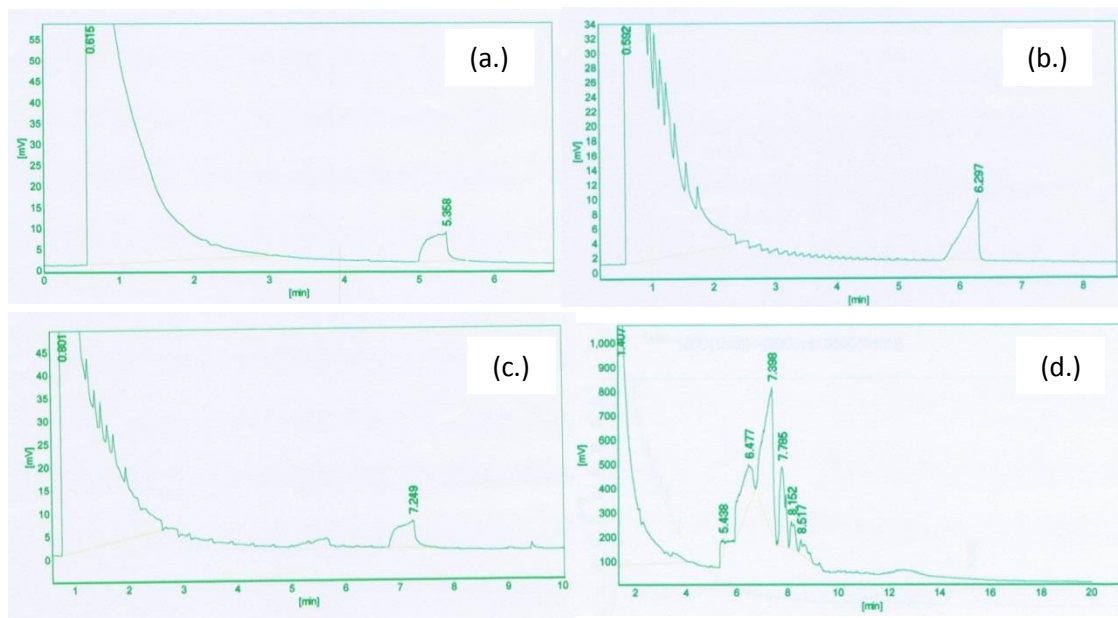
Biodiesel hasil sintesis dianalisis dengan menggunakan instrumen *Gas Chromatography*. Gambar 2 menunjukkan kromatogram pada perbandingan metil ester standar dengan biodiesel hasil sintesis menggunakan KOH 1%wt. Metil ester standart yang digunakan adalah metil palmitat, metil stearat, dan metil arachidat. Dari kromatogram tersebut, metil ester palmitat (a) muncul pada menit ke-5, sedangkan metil sterat (b) muncul pada menit ke-6 dan metil arachidat (c) muncul pada menit ke-7. Secara kualitatif dapat disimpulkan bahwa biodiesel yang disintesis dengan katalis KOH mengandung 3 jenis metil ester.

**Tabel 1.** Karakterisasi Biodiesel yang disintesis dengan menggunakan minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma oil*)

Karakteristik	Konsentrasi katalis (%wt )				ASTM D 6751-02
	0,5	1,0	1,5	2,0	
Angka Asam (mgKOH/gram)	1.11	0.55	0.41	0.41	< 0,80
Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	0.90	0.90	0.92	0.92	0,86-0,90
Viscositas (cSt)	8.9	10.6	12.6	10.5	1,9-6,0
Angka setane	50.2	54.7	52.4	51.6	>47,0
Residu karbon (CCR)(%wt/wt)	0.27	0.24	0.25	0.26	0,05



**Gambar 1.** Yield biodiesel dengan variasi konsentrasi katalis KOH dengan kondisi reaksi suhu 65°C waktu reaksi 1 jam.



**Gambar 2.** Kromatogram metil palmitat (a), stearat (b), arachidat(c) dan hasil biodiesel yang disintesis dengan menggunakan katalis KOH 1,0% wt(d).

Karakterisasi biodiesel pada variasi jumlah katalis yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 1. Dari tabel tersebut, angka asam biodiesel kemirisan menunjukkan nilai yang hampir sama dan sesuai dengan standart biodiesel ASTM D6751-02, akan tetapi untuk katalis 0,5% memiliki nilai yang berbeda, hal ini dimungkinkan karena reaksi dengan jumlah katalis yang kecil tersebut belum terjadi reaksi pembentukan biodiesel. Hasil dari karakterisasi densitas menunjukkan nilai yang hampir sama dan sesuai dengan ASTM standart. Nilai densitas ini perlu diketahui mengingat densitas sangat berpengaruh pada pemecahan

bahan bakar saat diinjeksikan pada mesin (Lee *et al.* 2002). Dengan meningkatnya densitas maka *inersia* pada *droplet* yang besar akan menjadi besar pula (Choi & Reitz 1999).

Viskositas pada mesin bahan bakar adalah salah satu parameter yang sangat penting pada proses pencampuran, pengaliran, dan pembakarannya. Viskositas yang tinggi akan mengganggu proses injeksi dan menjadikan atomisasi yang tidak cukup baik pada bahan bakar. Berdasarkan Tabel 1, angka setane tertinggi yaitu 54,7 dan semua sesuai dengan ASTM D 6751-02. Analisis lain juga perlu dilakukan untuk

mengetahui jumlah karbon yang ada dalam biodiesel. Residu karbon merupakan analisis untuk mengetahui sisa karbon yang ada pada pembakaran biodiesel. Nilai residu karbon yang dihasilkan pada semua variasi (Tabel 1) telah sesuai dengan standart ASTM.

## Penutup

Sintesis biodiesel dari minyak kemiri sunan (*Reutealis Trisperma-Oil*) telah berhasil dilakukan dengan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa KOH pada variasi konsentrasi katalis 0,5–2,0 %wt dengan kondisi reaksi pada suhu 65 °C selama 1 jam. *Yield* optimum diperoleh dari pada konsentrasi katalis KOH 1 %wt yaitu sebesar 83,33%. Hasil karakterisasi biodiesel diperoleh angka asam 0,55 mgKOH/gram, densitas 0,90 gram/cm<sup>3</sup>, viskositas 10,63 cSt pada 40 °C, angka *cetane* 54,7 serta *carbon residu* sebesar 0,24 %.

## Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada JICA (*Japan International Cooperation Agency*) yang telah memberikan dana penelitian untuk riset ini serta kepada PT. Kemiri Sunan Drajat atas kerjasama yang telah dilakukan.

## Daftar Pustaka

Agarwal M, Chauhan G, Chaurasia SP & Singh K. 2012. Study of catalytic behavior of KOH as homogeneous and heterogeneous catalyst for

- biodiesel production. *J Taiwan Inst Chem E* 43: 89–94
- Chitra P, Venkatachalam P & Sampathrajam A. 2005. Optimisation of experimental conditions for biodiesel production from alkali catalyzed transesterification of *Jatropha curcas* oil. *Energ Sust Dev* 9: 13-8
- Choi CY & Reitz RD. 1999. A numerical analysis of the emmissions characteristics of biodiesel blended fuels. *J Eng Gas Turbine Power* 121: 31-37
- Helwani Z, Othman MR, Aziz N., Kim J & Fernando WJN. 2009. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review. *Appl Catal - A Gen* 363: 1–10
- Ikwuagwu OE, Ononogbu IC & Njoku OU. 2000. Production of biodiesel using rubber [*Hevea brasiliensis* (Kunth. Muell. )] seed oil. *Ind Crops Prod* 12: 57-62
- Lee S, Tanaka J & Daisho Y. 2002. Effect of diesel fuel characteristic on the spray and combustion in a diesel engine. *JSAE Rev* 23: 407-414
- Leung DYC, Wu X, Leung MKH. 2010. A Review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Appl Energy* 87: 1083-1095
- Maman. 2009. *Pola Penanaman Kemiri Sunan*. Balai Penelitian Tanaman Pangan dan Industri
- Mc Neff CV & Mc Neff L. 2008. A continuous system for biodiesel production. *Appl Catal - A Gen* 343: 39–48
- Ong HC, Mahlia TMI, Masjuki HH, Norhasyima RS. 2011. Comparison of palm oil, *Jatropha curcas* and *Calophyllum inophyllum* for biodiesel: A review. *Renew and Sust Energy Rev* 15: 3501-3515
- Xu Y & Hanna M. 2009. Synthesis and characterization of hazelnut oil-based biodiesel. *Acs Sym Ser: Papers and Publications*. Paper 114
- Wardana E. 2009. *Kemiri Sunan*. Balai Penelitian Tanaman Pangan dan Industri. Sukabumi