



## PENGARUH KONSENTRASI KOH DAN ZEOLIT TERHADAP METIL ESTER PRODUK MINYAK AMPAS KELAPA

**Hendry Oktaviyanto Budiman<sup>\*</sup>, Sudarmin dan Ersanghono Kusumo**

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima Pebruari 2015  
Disetujui Maret 2015  
Dipublikasikan Mei 2015

Kata kunci:  
esterifikasi  
transesterifikasi  
biodiesel  
zeolit  
KOH

### Abstrak

Biodiesel dari minyak ampas kelapa dapat diperoleh melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi menghasilkan biodiesel kotor yang mengandung metil ester, gliserol dan pengotor lain berupa sisa reaktan dan katalis yang akan mempengaruhi kualitas dari biodiesel sehingga harus dihilangkan dari produk. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memberikan hasil katalis yang terbaik pada produk biodiesel melalui reaksi transesterifikasi minyak ampas kelapa dengan metanol menggunakan variasi katalis KOH, ZA, ZA kering, Z-KOH, Z-KOH kering. Hasil perhitungan rendemen menunjukkan bahwa persentase rendemen tertinggi diperoleh pada penambahan ZA (59,17%), KOH (56,57%), ZA kering (58,88%), Z-KOH (59,06%), dan Z-KOH kering (57,27%). Berdasarkan data kromatogram GC, persentase produk metil ester yang terbentuk pada penambahan ZA diperoleh hasil yang paling tinggi (58,01%), KOH (36,46%), ZA kering (56,14%), Z-KOH (47,52%), dan Z-KOH kering (56,59%).

### Abstract

Biodiesel from oil palm pulp residues can be obtained through esterification and transesterification reactions. Transesterification reaction produces biodiesel methyl esters containing dirty, glycerol and other impurities such as residual reactants and catalysts that will affect the quality of biodiesel and should be removed from the product. The purpose of this study is to provide the best catalyst results in a product of biodiesel through transesterification of oil with methanol using coconut pulp variation of catalyst KOH, ZA, ZA dried, Z-KOH, Z-KOH dried. Yield calculation results show that the highest percentage of the yield obtained in the addition of ZA (59.17%), KOH (56.57%), ZA dried (58.88%), Z-KOH (59.06%), and Z-KOH dried (57.27%). Based on data from the GC chromatogram, the percentage of methyl ester product formed on the addition of ZA obtained the highest results (58.01%), KOH (36.46%), ZA dried (56.14%), Z-KOH (47.52 %), and Z-KOH dried (56.59%).

## Pendahuluan

Minyak solar merupakan salah satu fraksi minyak bumi yang banyak digunakan sebagai bahan bakar di industri maupun transportasi. Dewasa ini muncul berbagai usaha untuk mencari energi alternatif pengganti minyak solar. Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif yang cukup menjanjikan. Bahan bakunya yang berasal dari bahan terbarukan menjadikan ketersediaannya dapat dijamin. Biodiesel juga merupakan bahan bakar yang ramah lingkungan dan tidak mengandung belerang (Suwarso, *et al.*; 2008). Pembuatan biodiesel memerlukan alkohol untuk memecah rantai trigliserida yang terdapat dalam minyak nabati. Alkohol yang biasa digunakan adalah metanol dan etanol. Metanol merupakan jenis alkohol yang paling disukai karena lebih reaktif lagi pula untuk mendapatkan hasil biodiesel yang sama, penggunaan etanol 1,4 kali lebih banyak dibandingkan metanol (Aziz; 2007).

Pembuatan biodiesel selama ini lebih banyak menggunakan katalis homogen, seperti asam dan basa. Penggunaan katalis homogen ini menimbulkan permasalahan pada produk yang dihasilkan, misalnya masih mengandung katalis, yang harus dilakukan separasi lagi (Buchori dan Widayat; 2009). Selain itu penggunaan katalis basa juga dapat menimbulkan reaksi samping yaitu reaksi penyabunan sehingga mempengaruhi proses pembuatan biodiesel (Darnoko dan Cheriyan; 2000). Untuk itulah penelitian ini mencoba menggunakan katalis heterogen yaitu zeolit alam yang diaktivasi sehingga akan memudahkan separasi katalis dari produk. Seperti diketahui zeolit mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori yang tertentu. Oleh karena itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring, penukar ion, adsorben dan katalis (Susilawati; 2006). Sebelum digunakan sebagai katalis, zeolit alam terlebih dahulu diaktivasi.

Keuntungan penggunaan katalis zeolit alam pada pembuatan biodiesel adalah proses esterifikasi asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak ampas kelapa dapat dilakukan sekaligus dengan reaksi transesterifikasi trigliserida. Suirta (2009) dan Yuliani (2008) melakukan dua tahap reaksi untuk mendapatkan biodiesel dari minyak ampas kelapa. Tahap pertama dilakukan reaksi esterifikasi asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak ampas kelapa menggunakan katalis asam. Tahap kedua dilakukan reaksi transesterifikasi trigliserida

dengan katalis basa. Dengan menggunakan katalis zeolit kedua reaksi tersebut dapat dilakukan sekaligus karena zeolit dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi (Susanto, *et al.*; 2008).

Pada penelitian ini dipelajari beberapa kondisi optimal pembuatan biodiesel minyak ampas kelapa proses reaksi metanolisis dengan menggunakan katalis KOH dan zeolit. Metode analisis ini diharapkan dapat digunakan untuk analisis pembuatan biodiesel minyak ampas kelapa.

## Metode Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam berupa serbuk dari laboratorium Kimia Fisika, minyak ampas kelapa, metanol teknis, KOH, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, CH<sub>3</sub>COONa, CH<sub>3</sub>COOH anhidrat, NaOH buatan Merck dengan *grade pro analyst*, aquades, dan gas N<sub>2</sub>. Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat refluks, *furnance*, kromatografi gas (GC) *Hawlett Packard 5890 Series II*, *magnetic stirrer*, *oven*, alat kalsinasi, *FT-IR spectrophotometer 8201PC Shimadzu*.

Aktivasi zeolit alam dengan larutan HCl 6 M menjadi ZA dengan cara zeolit alam diaktivasi dalam reaktor dengan dialiri gas N<sub>2</sub> pada suhu 400°C selama 3 jam, sehingga disebut dengan zeolit aktif. Setelah zeolit aktif sebanyak 5 g direfluks dengan larutan HCl 6 M pada suhu 90°C selama 30 menit. Dilanjutkan dengan penyaringan, penetralan, dan pengeringan dalam *oven* pada suhu 130°C selama 3 jam, sehingga disebut dengan ZA. Aktivasi ZA dengan pemanasan pada suhu tinggi menjadi ZA kering yaitu dengan memanaskan ZA di dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 2 jam, menjadi ZA kering. Aktivasi zeolit alam dengan larutan KOH 3 M menjadi Z-KOH dengan cara zeolit alam direfluks dengan larutan KOH 3 M pada suhu 90°C selama 2 jam. Berikutnya adalah proses penyaringan, penetralan, dan pengeringan dalam *oven* pada suhu 130°C selama 1 jam, yang kemudian disebut Z-KOH. Aktivasi Z-KOH dengan pemanasan pada suhu tinggi menjadi Z-KOH kering yaitu dengan memanaskan Z-KOH di dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 2 jam, menjadi Z-KOH kering.

Reaksi esterifikasi dengan cara ditimbang 20 mL minyak ampas kelapa dipanaskan hingga suhu 60°C. Dalam tempat terpisah, dicampur 50 mL metanol dan 1% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari massa minyak, kemudian dipanaskan pada suhu yang sama. Setelah mencapai suhu yang sama

keduanya dicampur dalam labu leher tiga, kemudian direfluks dengan kecepatan pengadukan 500 rpm selama 2 jam untuk menghasilkan ester.

Reaksi transesterifikasi dengan cara ditimbang 20 mL ester dipanaskan pada suhu 60°C untuk menghilangkan metanol yang tersisa. Kemudian suhu dinaikkan menjadi 75°C. Dalam tempat terpisah dicampur 50 mL metanol dan 1% katalis dari massa minyak yang divariasi, kemudian dipanaskan pada suhu yang sama. Setelah mencapai suhu yang sama, keduanya dicampur dalam labu leher tiga, dan direfluks dengan kecepatan pengadukan 500 rpm selama 1 jam untuk menghasilkan metil ester dan gliserol.

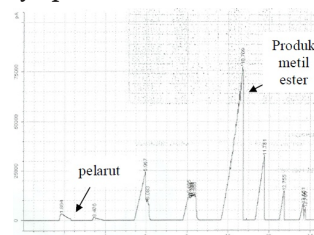
Metode analisis gliserol dengan cara produk direndam dengan cepat (campuran metil ester, gliserol, dan sisa metanol) dalam air es, untuk menghentikan reaksi transesterifikasi. Campuran di-sentrifuge untuk memisahkan biodiesel dengan gliserol dan metanol, sehingga didapat biodiesel di lapisan atas serta gliserol dan metanol di lapisan bawah. Gliserol dan metanol dipisahkan dengan cara pemanasan sampai suhu 68°C untuk menguapkan sisa metanol, sehingga didapat gliserol bebas metanol. Diambil 1,5 g gliserol, ditempatkan pada erlenmeyer. Ditambahkan ke dalamnya 3 g natrium asetat dan 7,5 mL asam asetat anhidrat. Campuran kemudian dididihkan selama 1 jam. Erlenmeyer dilengkapi dengan pendingin balik. Campuran didinginkan sampai suhu 80°C, lalu tambahkan dengan 50 mL aquades pada suhu yang sama. Campuran dinetralkan dengan basa NaOH 3 N dengan menggunakan 4 tetes indikator p.p. sampai terbentuk warna merah muda. Ditambahkan dengan 10 mL NaOH 1 N, untuk memperoleh NaOH berlebihan. Campuran kemudian dididihkan lagi selama 15 menit, setelah itu campuran dibiarkan. Setelah dingin, campuran dititrasi dengan HCl standar sampai warna merah muda hilang.

### Hasil dan Pembahasan

Zeolit alam teraktivasi HCl merupakan katalis asam yang sudah dicuci sehingga tidak mengandung ion Cl<sup>-</sup> terbukti tidak munculnya endapan putih sewaktu ditetesi dengan AgNO<sub>3</sub>. Pada dasarnya katalis ZAH merupakan zeolit alam yang diaktivasi dengan HCl 6 M telah mengalami dealuminasi sehingga rasio Si/Al dalam kristal zeolit meningkat diiringi pula dengan kenaikan keasamannya (Rebeiro, *et al.*; 1984) dengan demikian sifat katalis ZAH adalah asam. Dengan semakin besar jumlah konsen-

trasi katalis ZAH diharapkan akan meningkatkan laju reaksi pada pembuatan biodiesel. Kenaikan konsentrasi katalis tidak menyebabkan pergeseran kesetimbangan ke arah pembentukan metil ester, tetapi menyebabkan turunnya energi aktivasi. Dengan demikian akan meningkatkan kualitas tumbukan antar molekul reaktan yang mengakibatkan kecepatan reaksi esterifikasi menjadi naik maka konversi metil ester juga menjadi semakin tinggi. Proses ini juga bertujuan untuk merenggangkan ruang antar pori sehingga gas dapat menembus pori-pori yang kecil dan mendesak kotoran-kotoran tersebut untuk keluar dari pori. Pemakaian gas N<sub>2</sub> dimaksudkan untuk membawa kotoran yang ada pada permukaan zeolit dan kotoran-kotoran yang menyumbat pori zeolit menuju ke luar pori. Proses refluks dengan menggunakan larutan basa KOH 3 M akan menyebabkan menempelnya ion K<sup>+</sup> terhadap zeolit alam, yang kemudian digunakan untuk mengkatalisis reaksi transesterifikasi.

Perbandingan pemakaian katalis KOH dan zeolit alam memberikan hasil terbaik dengan pemakaian ZA sebagai katalis, dibandingkan dengan katalis KOH, ZA Kering, Z-KOH, Z-KOH Kering. Hal ini dapat dilihat secara fisik dengan terbentuknya gliserol pada akhir reaksi, yang kemudian dihitung konversinya. Hasil reaksi tersebut diujikan dengan menggunakan alat GC untuk mengetahui jumlah senyawa dan komposisinya yang terdapat pada hasil reaksi. Hasil analisis ditunjukkan oleh Gambar 1. dan analisisnya pada Tabel 1.



**Gambar 1.** Kromatogram metil ester minyak ampas kelapa dengan ZA

**Tabel 1.** Analisis GC metil ester dengan ZA

No.	Retensi waktu	Area (pA*s)	Area %
1	1.864	75677.29130	1.95663
2	3.476	13736.49225	0.35516
3	5.967	433685.21998	11.21292
4	6.083	62176.01135	1.60756
5	8.095	163867.65393	4.23679
6	8.189	39161.75600	1.01253
7	8.248	43594.32356	1.12713
8	8.355	141882.19776	3.66836
9	10.709	2243975.59972	58.01793
10	11.781	458130.58137	11.84495
11	12.755	116926.07415	3.02312
12	13.661	53320.87713	1.37861
13	13.765	21593.74259	0.55831

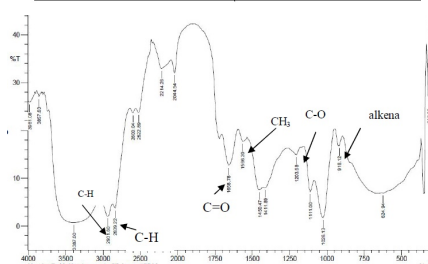
Kromatogram tersebut berisi 13 puncak, yang berarti di dalam hasil reaksi transesterifikasi minyak ampas kelapa dalam penelitian ini mengandung 13 buah senyawa. Berdasarkan hasil tersebut dapat diambil kesimpulan bahwa senyawa pada puncak ke sembilan pada waktu retensi 10,709 menit dan konsentrasinya sebesar 58,01793% adalah metil ester, yang merupakan hasil utama reaksi transesterifikasi. Kemudian puncak sepuluh dengan waktu retensi 11,781 menit dan konsentrasinya sebesar 11,84495% adalah gliserol yang merupakan produk samping reaksi transesterifikasi. Pada Gambar 2. dapat dijelaskan bahwa, pada persentase rendemen tertinggi diperoleh pada penambahan ZA (59,17%), KOH (56,57%), ZA kering (58,88%), Z-KOH (59,06%), dan Z-KOH kering (57,27%).



**Gambar 2.** Perbandingan konversi dari semua katalis

**Tabel 2.** Pengaruh jenis katalis

Jenis Katalis	Rendemen %
A (KOH)	56,58
B (ZA kering)	58,88
C (ZA)	59,17
D (Z-KOH)	59,06
E (Z-KOH kering)	57,27



**Gambar 3.** Spektrum FT-IR metil ester

Pada Gambar 3. terlihat bahwa pada spektrum dari minyak ampas kelapa muncul pita tajam pada bilangan gelombang 2931,80  $\text{cm}^{-1}$  dan 2839,22  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan C-H alkana. Pita 1658,78  $\text{cm}^{-1}$  muncul pada spektrum yang mengindikasikan adanya gugus C=O. Selanjutnya, adanya gugus metil ( $-\text{CH}_3$ ) ditunjukkan pada bilangan gelombang 1566,20  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus C-O ditunjukkan pada bilangan gelombang 1203,58  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas tajam. Adanya senyawa alkena juga muncul pada bilangan gelombang 918,12  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas tajam. Munculnya pita-pita penting diatas semakin mempertegas adanya

senyawa ester trigliserida dari asam lemak jenuh maupun asam lemak tak jenuh.

**Tabel 3.** Komposisi gugus-gugus pembentuk metil ester

Tipe getaran	Posisi Serapan ( $\text{v.cm}^{-1}$ )	Serapan Metil Ester ( $\text{v.cm}^{-1}$ )
Uluran C=O	1750-1650	1658,78
Uluran C-H ( $\text{sp}^3$ )	3000-2800	2931,80; 2839,22
Uluran $\text{CH}_3$	1600-1450	1566,20; 1450,47
Uluran C-O	1300-1110	1203,58; 1111,00
Uluran Alkena	900-965	918,12

### Simpulan

Katalis ZA memberikan hasil terbaik sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak ampas kelapa menjadi metil ester. Hasil konversi metil ester dari hasil reaksi transesterifikasi sebesar 40,8% dan 32,1%. Uji jumlah senyawa dan komponennya yang terdapat dalam produk memberikan hasil berupa tiga belas buah puncak dengan puncak tertinggi muncul pada waktu retensi 10,709 menit dan komposisinya sebesar 58,02%, sebagai metil ester yang merupakan produk utama dari reaksi transesterifikasi.

### Daftar Pustaka

- Aziz, I. 2007. Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas. *Valensi*. Vol.1 (1)
- Buchori, L. dan Widayat. 2009. *Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Proses Catalytic Cracking*. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia 2009. Jurusan Teknik Kimia. FT. UNDIP. Semarang
- Darnoko, D. dan Cheryan, M. 2000. Continous Production of Palm Methyl Ester. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 77: 1269-1272.
- Suirta, I.W. 2009. Preparasi Biodiesel dari Minyak Jelantah Kelapa Sawit. *Jurnal Kimia*. Vol. 3. No.1: 1-6
- Susanto, BH., Nasikin, M. dan Sukirno. 2008. *Sintesis Pelumas Dasar Bio melalui Esterifikasi Asam Oleat menggunakan Katalis Asam Heteropoli/Zeolit*. Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses. Semarang
- Susilowati, 2006, "Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Katalis Zeolit", *Jurnal Teknik Kimia*, Vol.1, No.1, hal 10-14.
- Suwarso, WP., Gani, I.Y. dan Kusyanto. 2008. Sintesis Biodiesel dari Minyak Biji Ketapang yang Berasal dari Pohon Ketapang yang Tumbuh di Kampus UI Depok. *Valensi*. Vol.1. (2): 44-52
- Rebeiro, F.R., Rodrigues, A.E., Rollman, L.D. & Naccache, C. 1984. *Zeolite Science and Technology*. Den Haag: Martinus Nijhoff Publisher
- Yuliani. 2008. Pengaruh Katalis Asam Sulfat dan Suhu Reaksi pada Esterifikasi Minyak Biji Karet (*Hevea brasiliensi*) menjadi Biodiesel. *Chemical Enggineering Journal*. Vol. 3. No. 1