



LAPORAN TESIS TK 142541

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN KATALIS K/Mg-Al Hidrotalsit
Terkalsinasi dan Na/Mg-Al Hidrotalsit
Terkalsinasi**

**NIAR KURNIA JULIANTI
NRP. 2314201021**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA**

**PROGRAM MAGISTER
TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA
2016**



THESIS TK 142541

**TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING
K/Calcined Mg-Al Hydrotalcite and Na/Calcined
Mg-Al Hydrotalcite as CATALYST**

**NIAR KURNIA JULIANTI
NRP. 2314201021**

**Supervisor
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA**

**MASTER PROGRAM
PROCESS TECHNOLOGY
CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA
2016**

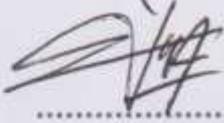
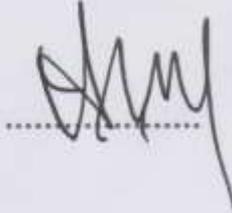
**TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN KATALIS K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi
dan Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi**

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :
Niar Kurnia Julianti
NRP. 2314 201 021

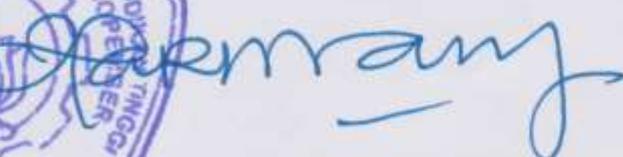
Tanggal Ujian : 14 Juli 2016
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh :

- | | | |
|---|--------------|---|
| 1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA NIP. 1950 04 28 1979 03 1002 | (Pembimbing) |  |
| 2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA NIP. 1961 08 02 1986 01 1001 | (Penguji) |  |
| 3. Dr. Ir. Susianto, DEA NIP. 1962 08 20 1989 03 1004 | (Penguji) |  |
| 4. Dr. Lailatul Qadariyah, ST. MT NIP. 1976 09 18 2003 12 2002 | (Penguji) |  |



Direktur Program Pascasarjana,


Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D
NIP. 1960 12 02 1987 01 1001

TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENGUNAKAN KATALIS K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dan Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi

Nama : Niar Kurnia Julianti
NRP : 2314201021
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

ABSTRAK

Tujuan umum penelitian ini adalah mempelajari proses preparasi katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Mempelajari pengaruh % loading katalis, rasio minyak dengan metanol, massa katalis, temperatur reaksi dan lama waktu reaksi terhadap konversi biodiesel yang dihasilkan pada *reaktor batch*. Percobaan dilakukan dalam 3 tahap yaitu: sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, sintesa katalis (K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi), kemudian proses transesterifikasi dalam reaktor *batch* serta mencari model kinetika reaksi. Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yang dihasilkan, dikarakterisasi dengan menggunakan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET).

Pada tahap sintesa Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi didapat luas permukaan yang terbesar yaitu 156,252 m²/g dengan kalsinasi 650°C. Hidrotalsit sintesis menunjukkan puncak identik dengan JCPDS menggunakan analisa XRD dan menunjukkan gugus fungsi ciri khas dari senyawa hidrotalsit dengan analisa FTIR. Hal ini menunjukkan bahwa sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit berhasil dilakukan. Kemudian penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi akan di impregnasi dengan logam K dan Na, kemudian akan terbentuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

Katalis yang terbentuk akan digunakan dalam uji katalitik yang terbaik dalam variasi % loading, ratio minyak metanol dan massa katalis. Kemudian biodiesel yang terbentuk akan dianalisa menggunakan *Gas Chromatography* (GC). Pada uji katalitik reaksi transesterifikasi didapatkan konversi yang terbaik pada 10% loading promotor, molar ratio minyak metanol 1:12, 5% berat katalis selama 5 jam dan suhu 65°C menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi sebesar 94,197% dan Na/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi sebesar 88,594%. Persamaan kinetika reaksi untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah $-r'_{TG} = 4,442 \times 10^5 e^{-39,957/8,314T} \cdot C_{TG}$ dan menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah $-r'_{TG} = 3,968 \times 10^5 e^{-40,418/8,314T} \cdot C_{TG}$.

Kata Kunci :K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, Biodiesel, Minyak kelapa sawit, Transesterifikasi

TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING K/Calcined Mg-Al Hydrotalcite and Na/Calcined Mg-Al Hydrotalcite as CATALYST

Name : Niar Kurnia Julianti
NRP : 2314201021
Supervisor : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

ABSTRACT

The general objective of this research is studying the performance of the heterogeneous catalyst (K/calcined Mg-Al hydrotalcite and Na/calcined Mg-Al hydrotalcite) in the manufacturing of biodiesel by transesterification process in batch. Experiment is performed in three steps: synthesize calcined Mg-Al hydrotalcite, synthesize catalyst (K/calcined Mg-Al hydrotalcite and Na/calcined Mg-Al hydrotalcite), the transesterification in a batch reactor and calculate the reaction kinetics model. Catalyst that was synthesized, then characterized by X-Ray Diffraction (XRD) and Brunauer-Emmet-Teller (BET) analysis.

The highest surface area of calcined Mg-Al hydrotalcite that obtained is 156,252 m²/gr when it calcined at 650 °C. In the synthesis of Mg-Al hydrotalcite shown identical peaks diffractogram to the JCPDS and characteristic functional groups hydrotalcite compound of FTIR analysis. This suggests that synthesis of calcined Mg-Al hydrotalcite was done successfully. The calcined Mg-Al hydrotalcite impregnated with K and Na then catalyst (K/calcined Mg-Al hydrotalcite and Na/calcined Mg-Al hydrotalcite) was formed.

The catalyst that was synthesized, then was selected using transesterification with variation % loading promotor, oil metanol ratio and amount catalyst in batch reactor. The resulted products were analyzed by Gas Chromatography (GC). Conversion of biodiesel using catalyst (K/calcined Mg-Al hydrotalcite and Na/calcined Mg-Al hydrotalcite) with at a molar ratio of 1:12, temperature of 65°C for 5 hours were 94,197% and 88,594 % respectively. Kinetics equation for transesterification of palm oil using K/calcined Mg-Al hydrotalcite and Na/calcined Mg-Al hydrotalcite as catalyst in batch reactor is well-defined by $-r'_{TG} = 4,442 \times 10^5 e^{-39,957/8,314T} \cdot C_{TG}$ and $-r'_{TG} = 3,968 \times 10^5 e^{-40,148/8,314T} \cdot C_{TG}$ respectively.

Kata Kunci : K/calcined Mg-Al hydrotalcite , Na/Mg-Al hydrotalcite, Biodiesel, Palm oil, Transesterification

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan petunjuk dan kekuatan sehingga kami dapat menyelesaikan laporan akhir tesis yang berjudul **“Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dan Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi”**.

Laporan ini merupakan tahap akhir penyusunan tesis yang merupakan persyaratan kelulusan Program Studi S-2 di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Tesis ini telah didiskusikan dan telah mendapat banyak masukan pada forum seminar akademik dihadapan tim penguji dalam seminar proposal, seminar kemajuan I dan II, serta sidang akhir. Hasil penelitian ini telah didiskusikan pada seminar interasional, yakni Seminar Internasional *The 6th Annual Basic Science International Conference*, Universitas Brawijaya pada 2-3 Maret 2016. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, Jurusan Teknik Kimia, ITS.

Kami menyampaikan banyak terima kasih dalam penyusunan laporan akhir tesis ini kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA selaku dosen pembimbing serta Kepala Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, Jurusan Teknik Kimia FTI – ITS.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA, Bapak Dr. Ir. Susianto, DEA, Ibu Dr. Lailatul Qadariyah ST, M.T., selaku dosen penguji.
3. Dr. Tantular, M.T, M.Eng. dan Ibu Dr. Widiyastuti S.T, M.T. selaku Ketua dan Sekretaris Program Studi Pascasarjana Teknik Kimia – ITS.
4. Tim Beasiswa *Fresh Graduate* DIKTI yang telah memberikan beasiswa berupa biaya SPP selama empat semester.
5. Tim Beasiswa LDPD KEMENKEU yang telah memberikan beasiswa tesis untuk menunjang biaya pelaksanaan penelitian.
6. Keluarga tercinta (Ibu, Bapak, Adik) serta sahabat-sahabat terkasih, terima kasih atas segala doa, dukungan dan semangat yang telah kalian berikan. Semua pencapaian ini saya persembahkan untuk kalian.

7. Segenap dosen dan karyawan Jurusan Teknik Kimia serta Bapak Kari Utomo selaku laboran di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia.
8. Rekan – rekan pascasarjana angkatan 2014 dan rekan – rekan di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, Jurusan Teknik Kimia – ITS.

Akhir kata, semoga laporan tesis ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi proses terutama dalam mendukung pengembangan bahan bakar nabati. Segala saran dan kritik akan sangat berguna dalam perbaikan tesis ini.

Surabaya, Juli 2016

Penyusun

DAFTAR ISI

| | |
|---|------|
| HALAMAN JUDUL | |
| ABSTRAK..... | i |
| ABSTRACT..... | ii |
| KATA PENGANTAR..... | iii |
| DAFTAR ISI..... | v |
| DAFTAR TABEL..... | viii |
| DAFTAR GAMBAR..... | ix |
| BAB 1 PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar belakang..... | 1 |
| 1.2 Perumusan Masalah..... | 3 |
| 1.3 Batasan Masalah / ruang lingkup..... | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.5 Manfaat Penelitian..... | 4 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Bahan Baku..... | 5 |
| 2.1.1 Minyak Sawit..... | 5 |
| 2.1.2 Metanol..... | 6 |
| 2.2 Katalis..... | 8 |
| 2.2.1 Katalis Homogen..... | 11 |
| 2.2.2 Katalis Heterogen..... | 13 |
| 2.2.3 Hidrotalsit..... | 16 |
| 2.2.3.1 Struktur Kimia Hidrotalsit..... | 17 |
| 2.2.4 Mg-Al Hidrotalsit..... | 19 |
| 2.2.5 Metode Preparasi Hidrotalsit..... | 21 |
| 2.3 Reaksi Transesterifikasi..... | 22 |
| 2.3.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi... | 25 |
| 2.4 Reaktor Batch..... | 26 |
| 2.5 Produk..... | 28 |
| 2.5.1 Biodiesel..... | 28 |

| | | |
|-----|---|----|
| | 2.5.2 Gliserol..... | 30 |
| | 2.6 Peneliti Terdahulu..... | 31 |
| BAB | 3 METODOLOGI PENELITIAN | |
| | 3.1 Jenis Penelitian..... | 33 |
| | 3.2 Tahapan Penelitian..... | 33 |
| | 3.3 Bahan penelitian dan Peralatan..... | 34 |
| | 3.3.1 Bahan..... | 34 |
| | 3.3.2 Peralatan..... | 34 |
| | 3.4 Gambar Peralatan..... | 35 |
| | 3.5 Variabel Penelitian..... | 37 |
| | 3.6 Prosedur Penelitian..... | 38 |
| | 3.6.1 Prosedur Sintesa katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 38 |
| | 3.6.2 Prosedur Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Batch</i> | 40 |
| | 3.7 Diagram Alir Percobaan..... | 41 |
| | 3.8 Analisa Data..... | 43 |
| BAB | 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | |
| | 4.1 Bahan Baku..... | 45 |
| | 4.2 Sintesa Penyangga Mg-Al Hidrotalsit..... | 48 |
| | 4.3 Preparasi Katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 50 |
| | 4.4 Karakteristik Katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 50 |
| | 4.4.1 Karakteristik Sintesa Penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 50 |
| | 4.4.2 Karakteristik Katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 55 |
| | 4.5 Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit..... | 59 |
| | 4.6 Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi pada trasesterifikasi minyak kelapa sawit..... | 71 |

| | |
|---------------------|-----|
| BAB 5 KESIMPULAN | 79 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | xii |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|---|----|
| Tabel 2.1 | Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Kelapa Sawit..... | 5 |
| Tabel 2.2 | Sifat Fisik dan Kimia Minyak Kelapa Sawit..... | 6 |
| Tabel 2.3 | Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Metanol Murni..... | 7 |
| Tabel 2.4 | Keuntungan dan Kerugian Katalis Homogen, Katalis Enzim dan Katalis Heterogen..... | 10 |
| Tabel 2.5 | Standar Biodiesel menurut ASTM D6751..... | 31 |
| Tabel 2.6 | Standar Biodiesel menurut SNI 04-7182-2006..... | 31 |
| Tabel 2.7 | Penelitian Terdahulu..... | 32 |
| Tabel 4.1 | Komposisi minyak kelapa sawit merk Bimoli..... | 48 |
| Tabel 4.2 | Tahapan Tahapan Pembentukan Partikel Hidrotalsit..... | 49 |
| Tabel 4.3 | Pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 51 |
| Tabel 4.4 | Pengaruh % Loading Promotor terhadap Luas Permukaan Spesifik Katalis..... | 55 |
| Tabel 4.5 | % Loading Promotor pada Penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 56 |
| Tabel 4.6 | Perbandingan jari jari atom dan berat molekul logam K dan Na..... | 56 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Representasi kerja katalis..... | 9 |
| Gambar 2.2 | Mekanisme reaksi transesterifikasi dari trigliserida dengan menggunakan katalis basa homogen..... | 13 |
| Gambar 2.3 | Struktur dari hidrotalsit..... | 18 |
| Gambar 2.4 | Struktur dari hidrotalsit yang menunjukkan lapisan <i>brucite</i> dan anion pada <i>interlayer</i> | 18 |
| Gambar 2.5 | Jenis – jenis trigliserida..... | 23 |
| Gambar 2.6 | Reaktor <i>batch</i> | 27 |
| Gambar 3.1 | Diagram blok tahapan penelitian..... | 33 |
| Gambar 3.2 | Peralatan sintesa Mg-Al hidrotalsit..... | 35 |
| Gambar 3.3 | Peralatan kalsinasi katalis..... | 36 |
| Gambar 3.4 | Rangkaian reaktor <i>batch</i> | 37 |
| Gambar 3.5 | Diagram alir sintesa Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 41 |
| Gambar 3.6 | Diagram alir sintesa katalis K/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 42 |
| Gambar 3.7 | Diagram alir percobaan transesterifikasi minyak kelapa sawit pada reaktor <i>batch</i> | 42 |
| Gambar 4.1 | Kromatogram minyak kelapa sawit merk Bimoli..... | 47 |
| Gambar 4.2 | Perbandingan difraktogram Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan JCPDS..... | 52 |
| Gambar 4.3 | Perbandingan difraktogram Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 53 |
| Gambar 4.4 | Spektra FTIR Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 54 |
| Gambar 4.5 | Difraktogram katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan 10 % loading K..... | 57 |
| Gambar 4.6 | Difraktogram Katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi % loading promotor..... | 58 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 4.7 | Difraktogram katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan 10 % loading Na..... | 58 |
| Gambar 4.8 | Difraktogram Katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi % loading promotor..... | 59 |
| Gambar 4.9 | Pengaruh % loading promotor terhadap konversi reaksi pada kondisi operasi (T=60°C, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)..... | 61 |
| Gambar 4.10 | Pengaruh % loading promotor terhadap yield pada kondisi operasi (T=60°C, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)..... | 62 |
| Gambar 4.11 | Pengaruh ratio minyak metanol terhadap konversi reaksi pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 63 |
| Gambar 4.12 | Pengaruh ratio minyak metanol terhadap yield pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 64 |
| Gambar 4.13 | Pengaruh berat katalis terhadap konversi reaksi pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 66 |
| Gambar 4.14 | Pengaruh berat katalis terhadap yield pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 67 |
| Gambar 4.15 | Pengaruh % loading promotor terhadap viskositas produk pada kondisi operasi (T=60°C, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)..... | 68 |
| Gambar 4.16 | Pengaruh ratio minyak metanol terhadap viskositas produk pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 69 |
| Gambar 4.17 | Pengaruh berat katalis terhadap viskositas produk minyak kelapa sawit pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)..... | 70 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 4.18 | Pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi terhadap konversi reaksi pada katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan kondisi operasi (loading promotor 10%, molar minyak metanol 1:12, berat katalis 5%)..... | 71 |
| Gambar 4.19 | Pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi pada katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan kondisi operasi (loading promotor 10%, molar minyak metanol 1:12, berat katalis 5%)..... | 72 |
| Gambar 4.20 | Plot $-\ln(1 - X_{TG})$ vs waktu reaksi untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 76 |
| Gambar 4.21 | Plot $-\ln(1 - X_{TG})$ vs waktu reaksi untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 76 |
| Gambar 4.22 | Plot $\ln k$ vs $1/T$ untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 77 |
| Gambar 4.23 | Plot $\ln k$ vs $1/T$ untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi..... | 78 |

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Konsumsi energi secara global yang paling besar adalah berasal dari sumber bahan bakar fosil yaitu sebesar 82,67 %, selain itu berasal dari minyak mentah sebesar 30,92%, batu bara sebesar 28,95% dan gas alam 22,81% (Wan Ghazali dkk, 2012). Sementara, di Indonesia cadangan minyak nasional 0,5 % dari cadangan minyak mentah dunia. Di lain sisi, laju konsumsi BBM sebagai produk hasil olahan terus mengalami peningkatan sedangkan laju produksi dalam 18 tahun terakhir terus mengalami penurunan (Dewan energi Nasional, 2014). Bahan bakar fosil memiliki peran vital bagi pertumbuhan industri, sektor pertanian, transportasi dan banyak kebutuhan dasar. Selain itu, penipisan cadangan minyak bumi juga menjadi alasan untuk permintaan pengganti alternatif sumber bahan bakar minyak bumi.

Energi alternatif misalnya biodiesel menjadi perhatian dunia karena ramah lingkungan, dan cocok untuk mesin diesel tanpa modifikasi mesin diesel yang kompleks. Biodiesel mempunyai kelebihan dengan bahan baku yang melimpah yang mendukung suplai bahan baku secara berkelanjutan (Thomas dan Laurie, 1993). Selain itu biodiesel mempunyai kadar oksigen yang tinggi dari pada bahan bakar minyak bumi dan penggunaannya pada mesin diesel menunjukkan pengurangan emisi partikulat, karbon monoksida, sulfur, polyaromatics, hidrokarbon, asap dan kebisingan (Balat dan Balat, 2009). Biodiesel juga bersifat ramah lingkungan karena bebas sulfur, bilangan asap (*smoke number*) rendah, dan angka setana bekisar antara 57-62 sehingga efisiensi pembakaran lebih baik, terbakar sempurna (*clean burning*), dan tidak menghasilkan racun (*nontoxic*) (Hambali, 2006).

Biodiesel diproduksi dari minyak nabati atau lemak hewani dan alkohol rantai pendek dengan proses transesterifikasi yang menghasilkan ester rantai panjang dan produk samping gliserol (Mekhilef dkk, 2010). Biodiesel sebagai energi alternatif diproduksi secara komersial dengan metanol menggunakan KOH atau NaOH sebagai katalis. Katalis homogen mempunyai aktivitas katalitik yang

tinggi, namun membutuhkan netralisasi dan jumlah air yang banyak untuk melarutkan katalis dan sisa metanol. Katalis homogen tidak mudah digunakan kembali karena harus dipisahkan terlebih dahulu. Maka, katalis heterogen lebih menarik karena pemisahan yang mudah dan penggunaan kembali yang mempunyai kelebihan dibandingkan dengan katalis homogen pada transesterifikasi (Helwani dkk, 2009).

Minyak sawit merupakan salah satu bahan baku alternatif yang sangat potensial untuk membuat pengganti bahan bakar minyak bumi, karena ketersediaan minyak sawit yang cukup banyak (Nurjannah dkk, 2010). Hal ini didukung oleh data perhitungan Gapki, realisasi produksi CPO Indonesia tahun 2010 lalu mencapai 21 juta ton. Selain itu, PT Perkebunan Nusantara VI melaporkan bahwa Indonesia merupakan penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia dengan total produksi 24 juta ton pada tahun 2012 yang jauh diatas Malaysia.

Katalis heterogen mempunyai kelebihan dibandingkan dengan katalis homogen yaitu pemisahan yang mudah dan dapat digunakan kembali. Katalis heterogen yaitu katalis yang berbeda fasa dengan reaktan dan produknya, yang pernah diteliti diantaranya ZnO, TiO₂/ZrO₂, Al₂O₃/ZrO₂, dan lain sebagainya. Namun, katalis heterogen tersebut merupakan katalis dengan harga cukup mahal maka penelitian ini mencoba mencari alternatif katalis lain yang lebih murah namun dapat menghasilkan produk dengan yield tinggi.

Hidrotalsit (HT) adalah mineral yang termasuk dalam tanah liat anionik (*anionic clay*), yang terdiri dari spesies anionik pada ruang *interlamellar* (Vaccari, 1998). HT telah lama digunakan sebagai katalis heterogen yang mempunyai luas permukaan yang besar setelah kalsinasi (Newman dan Jones, 1998). Beberapa studi menunjukkan bahwa katalis hidrotalsit terkalsinasi memiliki aktivitas yang baik dalam reaksi transesterifikasi (Cantrell dkk, 2005; Xie dan Li, 2006). Oksida ganda Mg-Al yang diperoleh dari dekomposisi *thermal* hidrotalsit mempunyai kelebihan antara lain struktur yang stabil pada tingkatan atomik bukan pada tingkatan molekul, memiliki kebasahan yang kuat pada permukaan katalis, stabil pada perlakuan panas, luas permukaan yang besar dan lebih banyak ion Al³⁺ yang bergabung pada kisi-kisi MgO. (Di Cosimo dkk, 1998). Cantrell, dkk (2005) menyebutkan bahwa Mg-Al hidrotalsit yang mempunyai rumus kimia $[Mg_{(1-x)}Al_x(OH)_2]^{x+}(CO_3)_{x/n}^{2-}$, sebagai

katalis padat basa untuk reaksi transesterifikasi. Georgogianni, dkk (2009) menggunakan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk transesterifikasi minyak biji kapuk, sedangkan Gomes, dkk (2011) menggunakan katalis tersebut untuk transesterifikasi minyak kedelai pada reaktor *batch* dan keduanya mampu menghasilkan yield hingga 97 %. Berdasarkan properti hidrotalsit, loading substansi aktif dapat meningkatkan aktivitas HT (Sun dkk, 2006).

Ilgen dan Alkin (2008) menyatakan bahwa *basicity* lebih penting dibandingkan dengan *surface area* di dalam mempengaruhi aktivitas katalis untuk reaksi transesterifikasi. Hidrotalsit bersifat amfoter yaitu dapat bersifat asam dan bersifat basa bergantung pada komposisi penyusunnya. Dalam penelitian ini Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi digunakan sebagai penyangga karena memiliki luas area spesifik yang besar, selain itu juga memiliki sifat basa. Namun sifat basa dari Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah sifat basa yang sedang (*medium*) sehingga diperlukan inti aktif lain untuk meningkatkan aktivitas dari hidrotalsit, yaitu dengan cara impregnasi dengan logam alkali. Logam alkali (K dan Na) dalam sistem periodik mempunyai kekuatan basa yang paling besar dari logam golongan lain. Dengan demikian dalam penelitian ini dicoba menggunakan katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*.

1.2 Perumusan Masalah

Dari latar belakang yang telah diuraikan sebelumnya maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana proses preparasi katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel ?
2. Bagaimana pengaruh % loading K dan Na terhadap Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada reaksi transesterifikasi ditinjau dari konversi reaksi ?
3. Bagaimana pengaruh rasio minyak dengan metanol, massa katalis, temperatur reaksi dan lama waktu reaksi terhadap konversi biodiesel yang dihasilkan pada reaktor *batch* ?

4. Bagaimana model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada reaktor *batch* ?

1.3 Batasan Masalah/ Ruang Lingkup

1. Bahan baku pembuatan biodiesel yang digunakan adalah minyak kelapa sawit RBD (*refined, bleached, and deodorized*) dengan menggunakan reaktor batch.
2. Proses transesterifikasi dengan metanol menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari proses preparasi katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel.
2. Mempelajari pengaruh % loading K dan Na terhadap Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada reaksi transesterifikasi ditinjau dari konversi reaksi.
3. Mempelajari pengaruh rasio minyak dengan metanol, massa katalis, temperatur reaksi dan lama waktu reaksi terhadap konversi biodiesel yang dihasilkan pada reaktor *batch*.
4. Mempelajari model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis heterogen K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada reaktor *batch*.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Menghasilkan biodiesel yang ramah lingkungan, karena bersifat *biodegradable*.
2. Memberikan nilai tambah dalam pemanfaatan minyak nabati, khususnya minyak kelapa sawit.
3. Biaya produksi menjadi lebih murah karena pemisahan katalis dengan produk biodiesel lebih mudah sehingga proses lebih sederhana.
4. Meningkatnya produksi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dalam reaktor *batch*.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Baku

2.1.1 Minyak Sawit

Minyak kelapa sawit memiliki rantai hidrokarbon panjang yang mirip dengan minyak bumi mentah. Hidrokarbon inilah yang memungkinkan untuk dimanfaatkan sebagai bahan bakar biodiesel. Minyak kelapa sawit mempunyai yield yang lebih besar dan faktor sepuluh kali lebih tinggi dibandingkan dengan minyak kedelai, minyak biji matahari, dan *rapeseeds*. Selain itu minyak kelapa sawit dalam pertumbuhannya membutuhkan penggunaan pupuk, air dan pestisida yang rendah (www.cogeneration.net, 2007; ICIS Chemical Business, 2009).

Seperti halnya lemak dan minyak lainnya, minyak kelapa sawit terdiri atas trigliserida yang merupakan ester dari gliserol dengan tiga molekul asam lemak. Makin jenuh molekul asam lemak dalam molekul trigliserida, maka semakin tinggi titik beku atau titik cair minyak tersebut, sehingga pada temperatur kamar biasanya berada pada fase padat. Sebaliknya semakin tidak jenuh asam lemak dalam molekul trigliserida, maka semakin rendah titik beku atau titik cair minyak tersebut sehingga pada temperatur kamar berada pada fase cair (Ketaren, 1986).

Indonesia memiliki potensi yang sangat besar dalam industri kelapa sawit. Pada 2007 Indonesia tercatat sebagai penghasil dan pengeksport minyak kelapa sawit terbesar di dunia. Pada tahun 2010 produksinya mencapai 19,8 juta ton (Departemen Agribisnis, 2013). Minyak kelapa sawit mengandung beberapa asam lemak yang komposisi dan sifatnya dapat dilihat pada Tabel 2.1. dan Tabel 2.2.

Tabel 2.1. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Kelapa Sawit

| Asam Lemak (> 1%) | Komposisi (%) |
|---|---------------|
| Asam Miristat C ₁₄ (jenuh) | 3 |
| Asam Palmitat C ₁₆ (jenuh) | 40 |
| Asam Oleat C ₁₈ (tidak jenuh) | 45 |
| Asam Linoleat C ₁₈ (tidak jenuh) | 8 |
| Asam Stearat C ₁₈ (jenuh) | 3 |

Sumber: Hui, 1996; Abebe, dkk 2011

Tabel 2.2 Sifat Fisik dan Kimia Minyak Kelapa Sawit

| Sifat | Satuan | Nilai |
|---------------------|--|-----------|
| Berat molekul | kg/kgmol | 873,17 |
| Densitas (25 °C) | g/cm ³ | 0,908 |
| Bilangan iod | gram iod yang diserap dalam 100 gram minyak | 48 – 56 |
| Bilangan penyabunan | mg KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram sampel | 196 – 205 |
| Melting point | °C | 35 |
| Nilai Iodine | | 54,2 |
| Nilai Saponifikasi | | 199,1 |

Sumber: Hawley dkk, 1981; Andry, 2008

Pada Tabel 2.1 dapat dilihat komposisi asam lemak dalam minyak sawit yang paling besar adalah asam oleat yaitu 45 %, kemudian asam palmitat yaitu sebesar 40 %. Pada Tabel 2.2 berisi tentang sifat fisik dan kimia minyak kelapa sawit. Berat molekul kelapa sawit adalah sebesar 873,17 kg/kgmol dan densitas minyak kelapa sawit adalah 0,908 g/cm³. Selain itu terdapat bilangan iod, bilangan penyabunan, *melting point*, nilai iodin dan nilai saponifikasi minyak kelapa sawit.

Minyak kelapa sawit yang digunakan sebagai bahan baku pada penelitian ini telah mengalami proses RBD (*Refined, Bleached and Deodorized*). Setelah penggilingan, produk kelapa sawit dibuat dengan proses pemurnian. Pertama adalah fraksinasi, dengan proses kristalisasi dan pemisahan untuk mendapatkan fase padat (stearin), dan fase cair (olein). Kemudian didegumming untuk menghilangkan kotoran. Setelah itu minyak disaring dan di-*bleaching*. Selanjutnya, penyulingan (*refining*) fisik untuk menghilangkan bau dan warna, untuk menghasilkan RBDPO (*Refined Bleached Deodorized Palm Oil*).

2.1.2 Metanol

Pemilihan jenis alkohol dalam proses transesterifikasi menentukan konversi minyak dan *yield* biodiesel yang terbentuk. Alkohol yang digunakan harus mampu melakukan proses alkoholisis ikatan ester antara asam lemak dan gliserol dari molekul trigliserida. Jenis alkohol yang biasanya digunakan untuk proses transesterifikasi adalah metanol atau etanol. Etanol dapat diproduksi dari sumber energi terbarukan yakni berasal dari agrikultural. Harga etanol lebih mahal

dibandingkan metanol oleh karena kelarutan dalam minyak lebih tinggi dan lebih tidak beracun dibandingkan metanol. Akan tetapi pada proses transesterifikasi metanol sering digunakan karena harganya lebih murah (Santana dkk, 2012). Sifat fisik dan kimia metanol murni seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3

Tabel 2.3. Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Metanol Murni

| Sifat | Satuan | Nilai |
|---|-----------------------------------|--------|
| Berat molekul | g mol^{-1} | 32,04 |
| Temperatur kritis | K | 512,5 |
| Tekanan kritis | Mpa | 8,084 |
| Densitas | g cm^{-3} | 0,2715 |
| Specific gravity | | 0,224 |
| Liquid | | |
| (14 °C/4 °C) | | 0,796 |
| (20 °C/4 °C) | | 0,7915 |
| (25 °C/4 °C) | | 0,7866 |
| Vapour | | 1,11 |
| Tekanan uap | | |
| 20 °C (68 °F) | kPa | 12,8 |
| 25 °C (77 °F) | kPa | 16,96 |
| Panas laten penguapan | | |
| 25 °C (77 °F) | kJ mol^{-1} | 37,43 |
| 64,6 °C (148,3 °F) | kJ mol^{-1} | 35,21 |
| Kapasitas panas pada tekanan konstan 25 °C; 101,3 kPa | | |
| Liquid | $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ | 81,08 |
| Vapour | $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ | 44,06 |
| Titik didih (101,3 kPa) | °C | 64,6 |
| Titik beku | °C | -97,6 |
| Flash point | | |
| Open vessel | °C | 12,2 |
| Closed vessel | °C | 15,6 |
| Viskositas | | |
| Liquid (25 °C) | mPa s | 0,544 |
| Vapour (25 °C) | $\mu\text{Pa s}$ | 9,68 |
| Konduktivitas thermal | | |
| Liquid (25 °C) | $\text{mWm}^{-1} \text{K}^{-1}$ | 200 |
| Vapour (100 °C) | $\text{mWm}^{-1} \text{K}^{-1}$ | 14,07 |

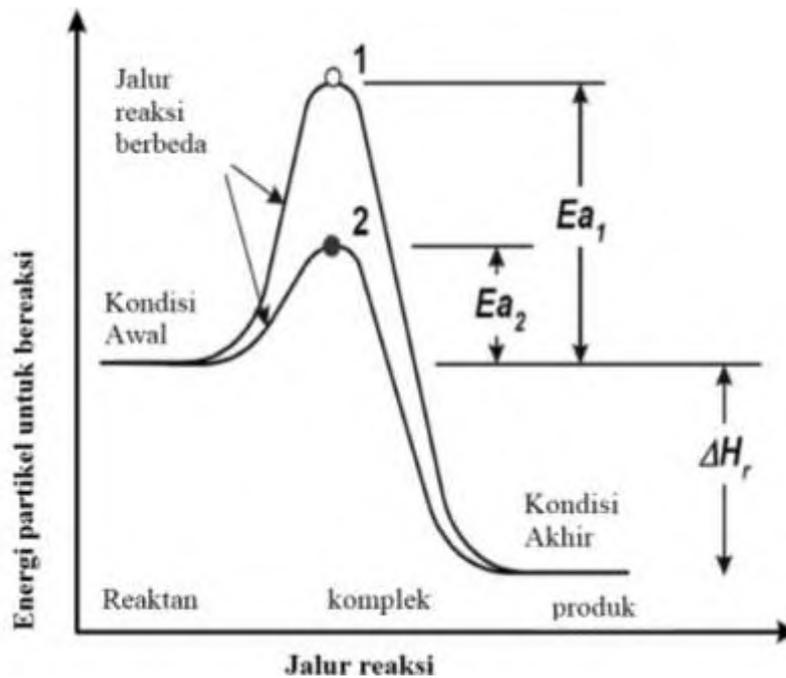
Sumber : Technical Information and Safe Handling Guide for Methanol, 2006

Metanol merupakan turunan dari gas alam yang terdiri dari unsur karbon hidrogen dan oksigen dengan rumus molekul CH_3OH . Metanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer metanol berbentuk cairan yang ringan, mudah menguap, tidak berwarna, polar, mudah terbakar, dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan daripada etanol). Metanol larut dalam air, golongan alkohol dan ester serta banyak pelarut organik lainnya namun, sulit larut dalam lemak dan minyak. metanol digunakan sebagai bahan pendingin anti beku, pelarut, bahan bakar dan sebagai bahan additif bagi industri etanol (www.wikipedia.com).

2.2 Katalis

Katalis umumnya diartikan sebagai bahan yang dapat mempercepat proses reaksi kimia dan banyak digunakan dalam industri. Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi.

Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi. Energi minimum yang dibutuhkan suatu reaksi dapat berlangsung adalah energi aktivasi. Semakin kecil energi aktivasi, semakin kecil pula energi minimum yang diperlukan suatu reaksi dapat berlangsung. Sebaliknya, semakin besar energi aktivasi, semakin besar pula energi minimum yang diperlukan suatu reaksi dapat berlangsung. Jadi semakin besar, energi aktivasi semakin sulit reaksi berlangsung. Hal ini dapat dilihat pada gambar 2.1 bahwa katalis menyediakan jalur pilihan sehingga energi aktivasi menjadi lebih minimum. Penurunan energi aktivasi reaksi disebabkan oleh terjadinya pembentukan alur atau mekanisme reaksi yang berbeda. Pada gambar 2.1 E_{a1} adalah energi aktivasi reaksi tanpa katalis, E_{a2} adalah energi aktivasi reaksi dengan katalis serta ΔH_r (panas reaksi) adalah H reaktan – H produk reaksi.



Gambar 2.1 Representasi kerja katalis (Sumber : Levenspiel, 1999)

Dalam reaksi pembuatan biodiesel diperlukan adanya katalis karena reaksi cenderung berjalan lambat. Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dapat berupa katalis basa maupun katalis asam. Dengan menggunakan katalis basa reaksi dapat berlangsung pada suhu kamar sedangkan dengan menggunakan katalis asam reaksi baru dapat berjalan baik pada suhu sekitar 100°C . Bila tanpa penggunaan katalis, reaksi membutuhkan suhu minimal 250°C untuk dapat berlangsung (Kirk & Othmer, 1980). Tipe katalis yang digunakan dalam proses transesterifikasi bermacam macam seperti: katalis homogen, katalis heterogen dan katalis enzim. Keuntungan dan kekurangan dari katalis homogen, katalis heterogen dan asam terdapat dalam tabel 2.4

Tabel 2.4 Keuntungan dan Kerugian Katalis Homogen, Katalis Enzim dan Katalis Heterogen

| Tipe | Keuntungan | Kerugian |
|-------------------|---|--|
| Katalis Homogen | <ul style="list-style-type: none"> o Aktivitas tinggi dan menghasilkan yield yang tinggi dalam waktu yang singkat. o Katalis basa 4000 kali lebih cepat dibandingkan katalis asam pada transesterifikasi. o Metoksida lebih efektif dibandingkan hidroksida. o Katalis asam dapat digunakan untuk esterifikasi dan transesterifikasi secara simultan. o Katalis asam lebih disarankan untuk penggunaan grade minyak yang rendah karena kurang sensitif terhadap FFA dan air. | <ul style="list-style-type: none"> o Masalah pemisahan dan limbah yang dihasilkan setelah reaksi saponifikasi dan pembentukan emulsi. o Katalis basa sensitif terhadap FFA dan air. o Katalis asam bersifat korosif dan memberikan laju reaksi yang rendah. o Katalis asam membutuhkan rasio molar antara minyak dan metanol yang tinggi, suhu yang tinggi, konsentrasi asam yang tinggi dan menghasilkan limbah dari netralisasi. |
| Katalis Enzim | <ul style="list-style-type: none"> o Sangat selektif. o Membutuhkan suhu reaksi yang rendah, tidak sensitif terhadap air. o Mudah untuk memisahkan produk, ramah lingkungan. o Dapat menghasilkan yield yang tinggi dibandingkan dengan katalis basa. | <ul style="list-style-type: none"> o Biaya Mahal. o Metanol dapat menjadi penghambat dan dibutuhkan pelarut tambahan yang digunakan untuk media. |
| Katalis Heterogen | <ul style="list-style-type: none"> o Ramah lingkungan, tidak korosif. o Dapat digunakan kembali. o Mudah dipisahkan dengan produk. o Mempunyai selektivitas yang tinggi. o Katalis asam dapat digunakan untuk esterifikasi dan transesterifikasi secara simultan. o Mempunyai biaya yang murah. o Dapat digunakan pada reaktor kontinyu. | <ul style="list-style-type: none"> o Katalis basa : dibutuhkan pretreatment untuk bahan baku dengan FFA yang tinggi. o Katalis asam : Membutuhkan rasio alkohol dan minyak yang tinggi, suhu dan tekanan yang tinggi. o Secara umum katalis heterogen membutuhkan pencampuran yang baik. |

Sumber : Abebe dkk, 2011

Katalis mempunyai tiga fungsi katalitik yaitu :

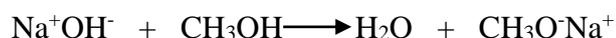
1. Aktivitas, yang berkaitan dengan kemampuan mempercepat reaksi.
2. Selektivitas, yang berkaitan dengan kemampuannya mengarahkan suatu reaksi.
3. Stabilitas, kemampuan katalis menahan hal-hal yang dapat mengarahkan terjadinya deaktivasi katalis.

2.2.1 Katalis Homogen

Katalis homogen terdiri dari katalis homogen asam dan katalis homogen basa. Katalis homogen asam yang digunakan dalam proses transesterifikasi adalah asam sulfat, asam phospat, dan asam hidroklorat. Beberapa keuntungan menggunakan katalis homogen asam adalah penggunaannya dapat dilakukan pada zat yang memiliki kandungan FFA tinggi. Namun reaksi transesterifikasi dengan katalis asam berjalan lebih lambat dari katalis basa (Umdu, 2008).

Katalis basa homogen yang sering digunakan untuk proses transesterifikasi adalah NaOH, KOH, ataupun Na₂CO₃. Keuntungan menggunakan katalis basa homogen adalah reaksi diperkirakan lebih cepat daripada katalis asam. Namun reaksi transesterifikasi tidak dapat dilakukan pada zat yang memiliki kandungan FFA yang tinggi dan dapat menyebabkan saponifikasi yang menyebabkan kesulitan dari pemisahan gliserol (Viswanathan dkk, 2005).

Ketika katalis basa homogen bercampur dengan alkohol, katalis yang sebenarnya akan terbentuk. Grup alkoksida ini :



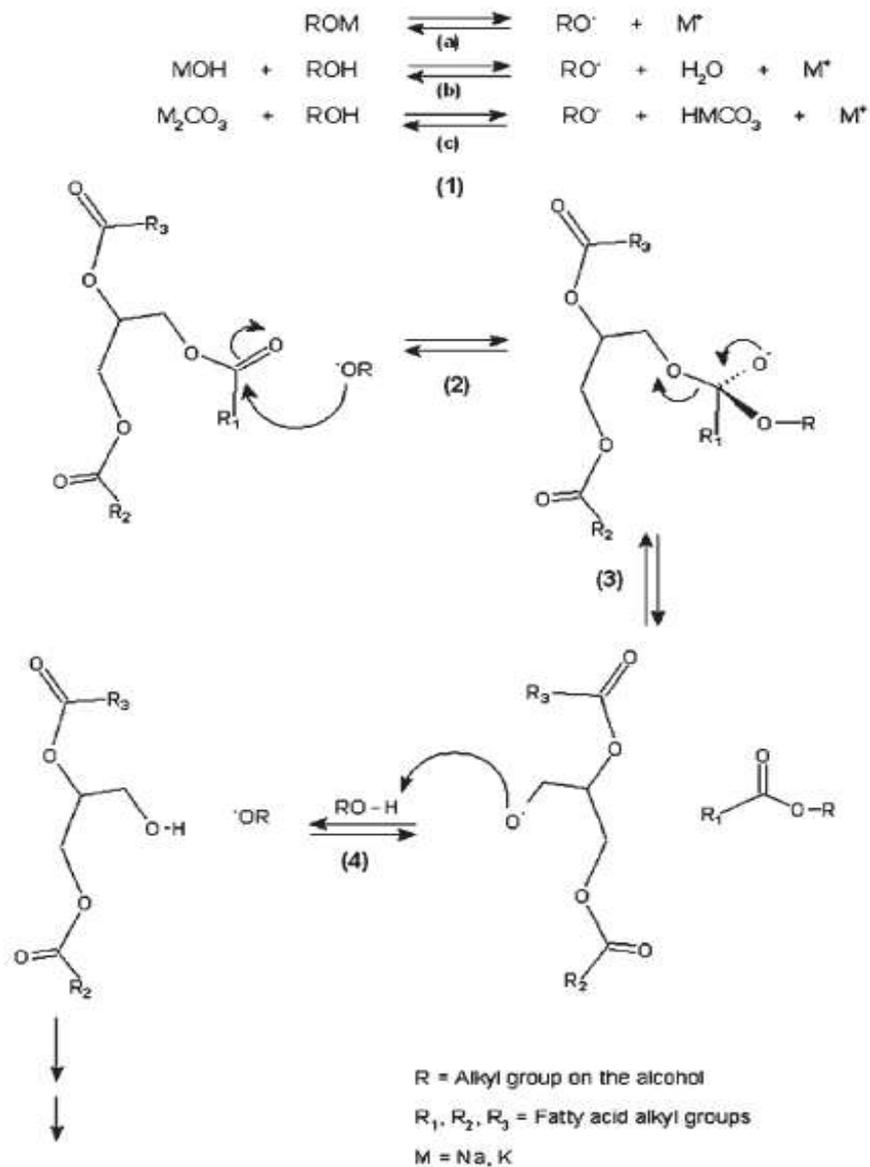
yang mana menyerang atom karbon pada gugus karbonil trigliserida (Serio dkk, 2008). Lotero dkk (2006) telah memaparkan rute mekanisme reaksi transesterifikasi di bawah kondisi alkali dan ditunjukkan pada gambar 2.2 yang mana tiap – tiap langkah mekanismenya dapat dirangkum sebagai berikut :

1. Katalis basa bereaksi dengan alkohol membentuk spesies yang aktif secara katalitik, RO⁻ (ketika basa merupakan alkoksida alkali, disosiasi yang sederhana memunculkan spesies aktif yakni RO⁻).
2. Sebuah intermediet tetrahedral terbentuk oleh serangan nukleofilik pada atom karbon yang terletak di gugus karbonil trigliserida.

3. Intermediet tetrahedral tersebut kemudian terurai menjadi *fatty acid ester* dan anion digliserida.
4. Transfer proton menuju ion digliserida meregenerasi spesies RO^- yang aktif secara katalitik.
5. Tahapan tersebut kemudian terulang dua kali hingga menghasilkan monogliserida terlebih dahulu, dan akhirnya membentuk gliserol dan biodiesel.

Leung dan Guo (2006) melaporkan penggunaan NaOH sebagai katalis basa homogen pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah (*waste cooking oil*). Dengan rasio molar metanol – minyak sebesar 7 : 1 dan berat katalis yang digunakan sebesar 1,1 % dari berat minyak serta suhu reaksi sebesar 60 °C selama 33 menit, telah menghasilkan yield FAME sebesar 88,8 %. Selain itu, Demirbas (2009) juga melaporkan penggunaan KOH sebagai katalis basa homogen. KOH dengan berat 6 % dari berat minyak digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak jelantah (*waste cooking oil*) dimana rasio molar metanol – minyak sebesar 9 : 1 dan suhu reaksi sebesar 87 °C selama 2 jam, menghasilkan yield FAME sebesar 87 %.

Namun demikian, produksi biodiesel dalam skala industri yang menggunakan reaksi transesterifikasi dengan katalis homogen menunjukkan kerugian yang cukup besar. Kerugian tersebut yakni biaya produksi yang tinggi sebagai akibat dari perlunya proses pencucian dan purifikasi dalam rangka memenuhi kualitas biodiesel yang telah ditentukan. Pencucian tersebut cukup sulit untuk menghilangkan sisa K atau Na yang tertinggal di dalam produk biodiesel serta proses pemisahan gliserol yang memerlukan perbaikan. Selain itu, air dalam jumlah banyak diperlukan dalam pencucian dan konsekuensinya, pengolahan limbah dari efluen menambah biaya proses keseluruhan (Semwal dkk, 2011).



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi transesterifikasi dari trigliserida dengan menggunakan katalis basa homogen (Sumber : Lotero dkk, 2006)

2.2.2 Katalis Heterogen

Kerugian yang muncul pada proses transesterifikasi dengan katalis homogen memotivasi adanya penelitian secara intensif mengenai metode transesterifikasi dengan menggunakan katalis heterogen. Secara umum, proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis heterogen memerlukan unit

operasi yang lebih sedikit, dengan pemurnian dan pemisahan produk yang sederhana serta tidak diperlukannya proses netralisasi.

Katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan fase pelarutnya. Katalis heterogen adalah termasuk proses yang bersih karena tidak meninggalkan limbah. Katalis heterogen dalam penggunaan pada transesterifikasi yaitu zeolit, hidrotalsit dan alkali tanah. Selain itu katalis heterogen mudah dipisahkan. Katalis basa heterogen lebih efektif daripada katalis asam dan enzim. Karakteristik katalis heterogen yang dibutuhkan adalah katalis yang mempunyai aktivitas yang tinggi, stabil, kuat, dan mempunyai luas permukaan yang besar (Umdu, 2008).

Tahapan reaksi katalis heterogen dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Difusi reaktan dari bulk fluida ke permukaan luar katalis padat
2. Difusi reaktan dari mulut pori melalui pori katalis ke sekitar permukaan dalam katalis
3. Absorpsi reaktan ke permukaan katalis
4. Reaksi pada permukaan katalis
5. Desorpsi produk dari permukaan
6. Difusi produk dari bagian dalam katalis ke mulut pori pada permukaan luar
7. Difusi produk dari bagian luar permukaan katalis padat ke bulk fluida (Fogler, 1999).

Dewasa ini, reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa merupakan proses yang paling luas digunakan untuk memproduksi biodiesel. Logam oksida adalah kelompok katalis basa heterogen yang paling banyak dipelajari. Terdapat beberapa logam oksida yang telah diteliti dan digunakan untuk reaksi transesterifikasi, diantaranya kalsium oksida (CaO), magnesium oksida (MgO), strontium oksida (SrO), oksida – oksida logam transisi (*transition metal oxides*), campuran oksida (*mixed oxides*), dan hidrotalsit.

Kalsium oksida (CaO) merupakan material yang paling digunakan secara luas sebagai katalis basa padat karena memiliki beberapa keuntungan seperti umur katalis yang lama, aktivitas yang tinggi, dan hanya memerlukan kondisi operasi (suhu dan tekanan) yang tidak tinggi. Selain keuntungan tersebut, CaO amat menarik perhatian oleh karena kekuatan basanya yang tinggi, kelarutan yang

rendah terhadap metanol, dan dapat disintesa dari sumber yang murah seperti kapur dan kalsium hidroksida (Zabeti dkk, 2009).

Magnesium oksida (MgO) juga menunjukkan aktivitas katalitik pada sintesa katalitik. Magnesium oksida, yang dibuat dari pemanasan langsung magnesium karbonat, $MgCO_3$, atau magnesium hidroksida, $Mg(OH)_2$, memiliki kekuatan basa dan kelarutan dalam metanol yang paling lemah diantara oksida – oksida logam grup II lainnya (Zabeti dkk, 2009). Untuk meningkatkan kebasaannya, MgO dimuat dengan metal aktif yang lain.

Wen dkk (2010) mempreparasi MgO yang di-*doping* dengan logam Li untuk sintesa biodiesel. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pembentukan situs basa (*basic sites*) yang kuat terutama sekali dipengaruhi oleh penambahan logam Li, sehingga menghasilkan peningkatan yield FAME. Katalis dengan rasio molar Li/Mg sebesar 0,08 yang dikalsinasi pada suhu 550 °C menunjukkan yield FAME tertinggi (93,9 %) pada suhu 60 °C dengan menggunakan rasio molar metanol/minyak 12 : 1 dan berat katalis sebesar 9 % berat minyak.

Selain itu, Mutreja dkk (2011) mempreparasi MgO yang di-impregnasi oleh potasium hidroksida (KOH) sebagai katalis heterogen untuk transesterifikasi lemak domba. Impregnasi dengan 20 % berat KOH meningkatkan kekuatan basa MgO. Transesterifikasi lemak domba dengan rasio molar metanol/lemak 22 : 1 pada suhu 65 °C menghasilkan konversi 98 % selama 20 menit.

Sistem logam oksida campuran (*mixed-metal oxide*) dapat memberikan *properties* yang menarik. Sebagai contoh, kombinasi dua oksida logam (alumina dan magnesia) membentuk *properties* asam basa yang baru. *Properties* asam basa pada alumina sangat bergantung oleh kondisi sintesa dan perlakuan setelah sintesa. Di sisi lain, magnesia menonjolkan karakteristik basa yang unik. Selain itu, penggunaan campuran logam oksida tersebut sebagai penyangga (*support*) juga dapat memberikan *properties* yang menarik untuk reaksi transesterifikasi (Tantirungrotechai dkk, 2010).

Tantirungrotechai dkk (2010) mensintesa rangkaian campuran logam oksida Mg-Al (Mg-Al *mixed-metal oxides*) dengan rasio Mg/Al dalam kisaran 0,125 – 8. Campuran oksida logam ini juga di-impregnasi dengan KI yang bertujuan untuk meningkatkan kekuatan basa dan aktivitasnya untuk reaksi transesterifikasi minyak

kedelai dengan metanol. KI yang di-impregnasi ke dalam campuran logam oksida Mg-Al (Mg-Al *mixed-metal oxides*) dengan rasio Mg/Al sebesar 4 : 1 merupakan katalis yang paling efisien untuk reaksi transesterifikasi pada suhu reaksi sebesar 70 °C (konversi 90 % setelah 8 jam reaksi).

Navajas dkk (2010) meneliti rangkaian MgAl-hidrotalsit komersial sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi dimana dapat disimpulkan bahwa aktivitas katalitiknya lebih kecil dibandingkan dengan hidrotalsit yang disintesa dalam skala laboratorium dengan metode kopresipitasi. Dengan menggunakan Mg-Al hidrotalsit komersial, Navajas dkk (2010) mendapatkan yield FAME sebesar 50 % pada transesterifikasi minyak bunga matahari dengan suhu reaksi sebesar 60 °C selama 24 jam. Lebih dari itu, Silva dkk (2010) menandai bahwa penelitian lebih lanjut mengenai optimasi kondisi eksperimen menggunakan katalis hidrotalsit masih diperlukan untuk memperbaiki proses pembuatan biodiesel oleh karena suhu operasi yang masih tinggi. Tetapi, Deng dkk (2011) mendapatkan yield FAME yang baik ketika partikel hidrotalsit digunakan sebagai katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi menggunakan reaktor ultrasonik. Deng dkk (2011) melakukan transesterifikasi minyak biji jarak pagar pada suhu reaksi 45 °C selama 1,5 jam dan menghasilkan yield FAME hingga 95,2 %. Selain itu, Gao dkk (2010) juga mendapatkan yield FAME yang tinggi ketika menggunakan KF/Mg-Ca hidrotalsit sebagai katalis basa padat pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. Yield yang dihasilkan hingga 97,98 % dengan suhu reaksi sebesar 65 °C selama 5 jam serta rasio molar metanol – minyak sebesar 12 : 1 dan katalis yang digunakan 5 % dari berat minyak yang digunakan.

2.2.3 Hidrotalsit

Layered Double Hydroxides (LDH) pertama kali ditemukan pada pertengahan abad ke-19. Material mineral pertama yang ditemukan yang mana mengandung lapisan hidroksida ganda atau LDH secara alami adalah hidrotalsit. Hidrotalsit ditemukan di Swedia pada tahun 1842 namun, rumus umumnya tidak dipublikasikan hingga 1915 oleh Manasse, profesor mineralogi dari Universitas Florence Italia. Rumus umum pertama hidrotalsit adalah $[Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O]$.

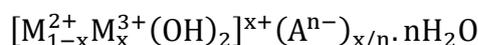
Ketertarikan penelitian dunia meningkat pada tahun 1942 yang diikuti publikasi oleh Feitknecht yang mengusung tema struktur ganda (Aamir, 2002; Cavani dk 1991).

Hidrotalsit pada awalnya adalah suatu paduan hydroxycarbonate dari magnesium dan aluminium yang terdapat di alam. Pada saat yang bersamaan dengan ditemukannya hidrotalsit, campuran hydroxycarbonate lain yang terdiri dari magnesium dan besi telah ditemukan, yang mana disebut pyroaurite (karena kesamaannya dengan emas saat material tersebut dipanaskan) dan kemudian dikenal memiliki struktur yang sama dengan hidrotalsit (Cavani dkk, 1991).

Hidrotalsit merupakan mineral yang menarik karena dapat disintesis dengan mudah serta menghasilkan material berguna dalam berbagai aplikasi. Kegunaan hidrotalsit dalam dunia industri selain sebagai katalis yaitu addives untuk polimer, *anion exchange*, antacids, purifikasi air, adsorbent, wastewater treatment. Dalam kegunaannya sebagai katalis dapat dibedakan menjadi dua, yaitu sebagai katalis dan sebagai penyangga. Sebagai katalis hidrotalsit dapat bersifat asam atau basa tergantung dari logam penyusunnya dan cara preparasi, maka dari itu salah satu sifat hidrotalsit adalah amfoter. Hidrotalsit dapat digunakan sebagai penyangga dengan logam transisi, logam alkali (Hanzel dan Heather, 2006).

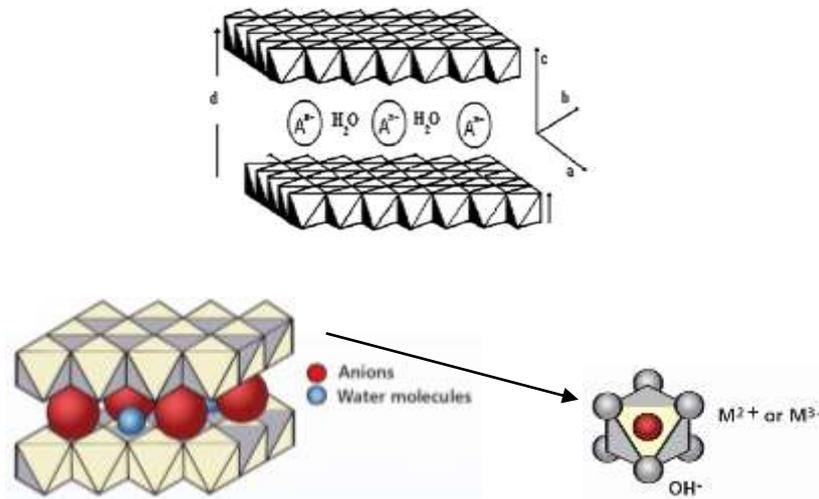
2.2.3.1 Struktur Kimia Hidrotalsit

Hidrotalsit termasuk mineral yang termasuk dalam golongan *anionic clays*, mengandung spesies anionik dalam ruang interlamelar (*the interlamellar space*). Senyawa ini memiliki rumus umum sebagai berikut :



Dimana M^{2+} menunjukkan kation logam bervalensi dua, seperti Mg, Fe, Co, Ni, Mn atau Zn. Sedangkan, M^{3+} menunjukkan kation logam bervalensi tiga seperti Al, Fe, Cr, Ca, Mn, Co, Ni dan La. A^{n-} menunjukkan anion dengan n merupakan muatan negatifnya, misalnya CO_3^{2-} . Berdasarkan urutan pemilihannya adalah sebagai berikut : $NO_3^- < Br^- < Cl^- < F^- < OH^- < SO_4^{2-} < CrO_4^{2-} < HSO_4^{2-} < HPO_4^{2-} < CO_3^{2-}$

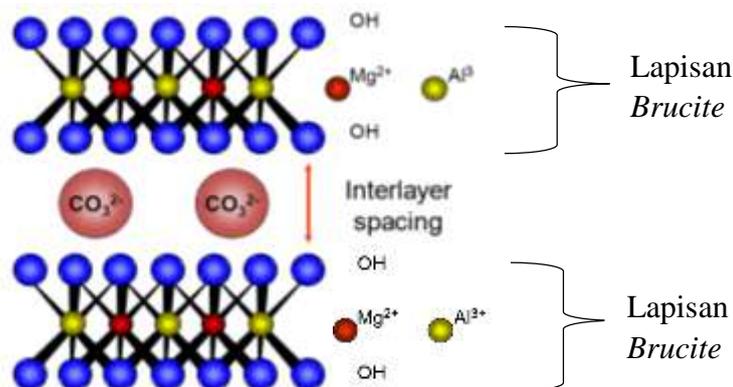
nilai $x = M^{3+} / (M^{2+} + M^{3+})$, sehingga nilai x berkisar antara 0,1 hingga 0,5. Diagram skematik yang menunjukkan struktur dari hidrotalsit ditunjukkan pada gambar 2.3 (Gomes dkk, 2011; Hanzel dan Heather, 2006).



Gambar 2.3. Struktur dari hidrotalsit

(Sumber : Gomes dkk, 2011; Hanzel dan Heather, 2006)

Struktur hidrotalsit terdiri dari lapisan mirip *Brucite* $[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(OH)_2]^{x+}$ yang mengandung kation M^{2+} dan M^{3+} yang terkoordinasi secara oktahedral. Muatan positif yang ada merupakan hasil pertukaran sebagian kation M^{2+} dengan kation M^{3+} dan diseimbangkan oleh anion penyeimbang pada *interlayer*. Anion terletak diantara lapisan (*interlayer space*) kation dengan hidroksida yang berbentuk oktahedral. Struktur hidrotalsit terlihat pada gambar 2.4



Gambar 2.4. Struktur dari hidrotalsit yang menunjukkan lapisan *brucite* dan anion pada *interlayer* (Sumber : Gomes dkk, 2011)

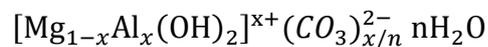
Lempung (*clays*) anionik ini memiliki banyak sekali aplikasi praktis hidrotalsit telah banyak digunakan terutama setelah melalui proses kalsinasi. Properties yang paling menarik dari oksida yang didapat dari kalsinasi adalah sebagai berikut (Cavani dkk, 1991):

- Memiliki luas permukaan yang besar setelah kalsinasi
- Sifat basa
- Terbentuknya *mixed oxide* yang homogen dan stabil pada perlakuan panas
- “*Memory Effect*”, yang mana memungkinkan terjadinya rekonstruksi, dalam kondisi yang ringan, pada struktur hidrotalsit yang asli saat terjadinya kontak dengan larutan yang mengandung berbagai macam anion.

2.2.4 Mg-Al hidrotalsit

Alasan yang potensial untuk aplikasi hidrotalsit adalah kemampuan untuk membuat *metallic oxide* pada tingkatan atomik bukan pada tingkatan molekul. Beberapa campuran oksida logam terbentuk dari hidrotalsit melalui dekomposisi suhu (Rey dkk, 1992; Valcheva dan Davidova, 1993).

Mg Al-Hidrotalsit memiliki rumus umum sebagai berikut :



Variasi kandungan Al (x) diketahui untuk memodifikasi sifat kebasahan (*basicity*) dari material tersebut, dengan struktur hidrotalsit murni yang stabil dilaporkan membentuk komposisi berkisar $0,25 < x < 0,44$. Di luar batasan tersebut, densitas yang tinggi dari Mg^{2+} atau Al^{3+} oktahedral akan menyebabkan pembentukan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ secara berturut – turut (Cantrell, dkk, 2005).

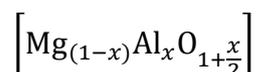
Kandungan Mg dan Al pada hidrotalsit berpengaruh pada densitas dan kekuatan sisi basanya. Pada MgO murni basa kuat terdiri dari anion O^{2-} . Hidrotalsit yang dikalsinasi akan kehilangan molekul air dan mengakibatkan terjadinya konstruksi ulang struktur hidrotalsit. Hal ini disebut “*Memory Effect*” dari hidrotalsit yang dikalsinasi. Material yang terkonstruksi ini mengandung ion OH^- pada lapisan dalamnya. Kekuatan basa dari hidrotalsit terkonstruksi yang mengandung ion OH^- , Lebih kuat dibandingkan dengan hidrotalsit sebelum

dikalsinasi yang masing masing mengandung ion CO_3^{2-} . sisi permukaan hidrotalsit yang telah dikalsinasi mengandung beberapa bagian, yaitu :

- a. sisi basa lemah (gugus OH^-)
- b. sisi kebasahan sedang (pasangan Mg-O)
- c. sisi kebasahan kuat (O^{2-})

Ketika material tersebut diperlakukan secara termal, proses dekomposisinya terjadi secara bertahap : molekul air interlamellar hilang secara ireversibel saat pemanasan hingga kira – kira $200\text{ }^\circ\text{C}$. Dari suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ hingga $400\text{ }^\circ\text{C}$, dekomposisi bagian dari ion – ion hidroksida dan karbonat diselingi dengan kehilangan air dan CO_2 secara berturut – turut, menghasilkan bentuk $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}(\text{OH})_x]$. Pemanasan lebih lanjut, dari $400\text{ }^\circ\text{C}$ hingga $600\text{ }^\circ\text{C}$, menghasilkan dekomposisi ion – ion hidroksida yang tersisa dan juga membentuk oksida ganda $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}_{1+x/2}]$. Pada suhu lebih dari $900\text{ }^\circ\text{C}$, terjadi pembentukan dua fase ireversibel MgO (*Periclase*) dan MgAl_2O_4 (*Spinel*), yang dapat diidentifikasi oleh *X-ray diffraction* (XRD) (Gomes dkk, 2011).

Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi akan terbentuk Mg-Al oksida ganda. Mg-Al oksida ganda (*mixed oxide*) diperoleh dari dekomposisi thermal Mg-Al hidrotalsit pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ hingga $600\text{ }^\circ\text{C}$. Mg-Al oksida ganda mempunyai rumus umum:



Material tersebut mampu memunculkan luas permukaan basa (basic surface) yang besar setelah kalsinasi. Kalsinasi secara umum dikarakterisasi oleh transisi endotermis yang bergantung pada beberapa faktor, seperti jumlah relatif dari kation, tipe anion, atmosfer saat kalsinasi, dan struktur yang diperoleh melalui sintesa material tersebut. Tipe kerapatan dan kekuatan sisi permukaan basa oksida dipengaruhi oleh komposisi penyusun Mg-Al. Struktur dan sifat permukaan katalis Mg-Al oksida ganda sangat bergantung pada komposisi kimia, prosedur pembuatannya dan suhu kalsinasi. Sifat basa dari Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah sifat basa yang sedang (medium) sehingga diperlukan inti aktif lain untuk meningkatkan aktivitas dari hidrotalsit, yaitu dengan cara impregnasi dengan logam alkali. Logam alkali (K dan Na) dalam sistem periodik mempunyai kekuatan basa yang paling besar dari logam golongan lain.

2.2.5 Metode Preparasi Hidrotalsit

Terdapat beberapa metode preparasi senyawa hidrotalsit yang mungkin dilakukan, yakni :

- Presipitasi (metode dengan menaikkan pH, atau kopresipitasi pada kondisi lewat jenuh rendah atau tinggi);
- Sintesa dan perlakuan dalam kondisi hidrotermal;
- Metode pertukaran (exchange method).

1. Metode kopresipitasi

Metode kopresipitasi adalah metode yang paling banyak digunakan. Untuk mengendapkan dua atau lebih kation, perlu dilakukan presipitasi dalam kondisi lewat jenuh. Biasanya kondisi lewat jenuh dicapai dengan penguapan (secara fisik) atau variasi pH (secara kimia). Dalam kasus pengendapan hidrotalsit, metode variasi pH merupakan metode yang paling sering digunakan. Secara khusus, perlu untuk mengendapkan pada pH yang lebih tinggi atau sama dengan komponen yang mana merupakan endapan hidroksida yang lebih larut. Terdapat tiga metode pengendapan yang telah digunakan, yakni :

- Titrasi dengan NaOH dan/atau NaHCO₃ (presipitasi sequential, atau metode peningkatan pH);
- pH konstan pada kondisi low supersaturation; pH dikontrol dengan penambahan secara perlahan dua aliran larutan dalam suatu wadah; aliran pertama mengandung ion – ion M²⁺ dan M³⁺, dan aliran kedua merupakan larutan basa (KOH, NaOH, NaHCO₃);
- pH konstan pada kondisi high supersaturation; larutan yang mengandung ion M²⁺ dan M³⁺ ditambahkan dengan sangat cepat ke dalam larutan yang mengandung NaHCO₃ atau NaOH (Cavani dkk, 1991).

2. Preparasi hidrotalsit yang di-support oleh material lain

Preparasi hidrotalsit dengan material support dilakukan bertujuan untuk meningkatkan *mechanical strength* dari katalis (katalis dalam bentuk pellet yang hanya mengandung hidrotalsit menunjukkan sifat mekanis yang lemah), dan untuk melarutkan sejumlah spesies aktif.

Tiga prosedur yang telah dilakukan, yakni :

- Presipitasi hidrotalsit ke dalam material support, yang mana material support itu berada dalam bentuk suspensi encer.
- Deposisi dan presipitasi (deposition-precipitation) pada pellet $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
- Pengendapan homogen (homogeneous coprecipitation) di dalam pori pellet $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Cavani dkk, 1991).

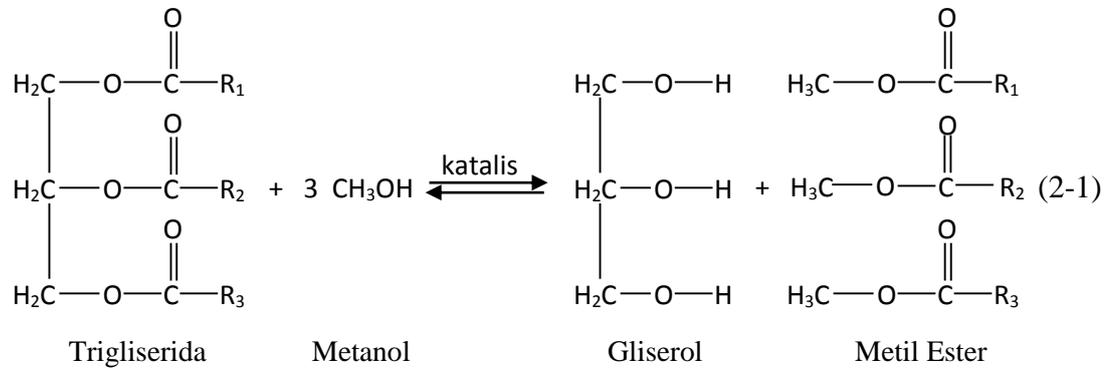
2.3 Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah penggantian gugus alkohol lain dalam suatu proses yang menyerupai hidrolisis. Namun berbeda dengan hidrolisis, pada proses transesterifikasi bahan yang digunakan bukan air melainkan alkohol dengan minyak untuk melepaskan tiga rantai ester dan gliserin dari tiap trigliserida. Campuran tersebut menghasilkan gliserin di lapisan bawah dan biodiesel di lapisan atas (Asri, 2013).

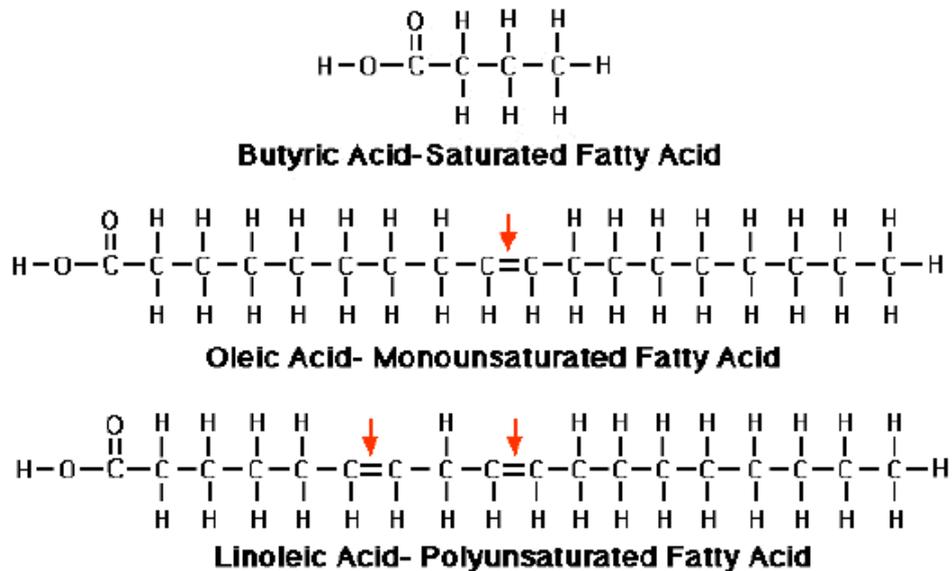
Sharma dan Singh (2009) mendefinisikan transesterifikasi yang merupakan reaksi trigliserida menjadi *Fatty Acid Metil Ester* (FAME) dengan alkohol yang memiliki berat molekul rendah seperti metanol dan etanol serta terjadi karena adanya katalis. Jenis – jenis alkohol yang berbeda seperti metanol, etanol, propanol, dan butanol dapat digunakan untuk memproduksi biodiesel. Tetapi, metanol dan etanol merupakan alkohol yang digunakan secara luas. Ketika metanol digunakan sebagai reaktan, produk hasil reaksi akan jadi campuran *fatty acid methyl ester* (FAME), sedangkan jika etanol yang digunakan sebagai reaktan, hasil reaksi yang didapat adalah *fatty acid ethyl ester* (FAEE). Namun demikian, metanol yang paling umum digunakan dalam pembuatan biodiesel oleh karena harganya yang murah dan ketersediaannya dalam skala industri (Lam dkk, 2010).

Transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan sehingga untuk mendorong reaksi agar bergerak ke arah produk metil ester dan gliserol maka perlu digunakan alkohol dalam jumlah berlebih atau salah satu produk yang dihasilkan harus dipisahkan. Selain itu beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah tipe minyak, tipe alkohol, dan jumlah katalis, serta rasio molar minyak – metanol, temperatur dan tekanan reaksi, waktu dan kecepatan pengadukan. Persamaan (2-1) menunjukkan reaksi transesterifikasi trigliserida

dengan metanol menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol (gliserin) sebagai hasil samping.

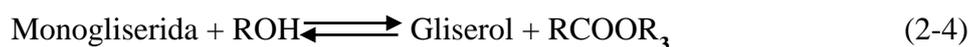


Trigliserida dalam minyak tumbuhan merupakan tiga asam lemak yang terikat pada gliserol. Tiga jenis asam lemak yang membentuk trigliserida adalah asam lemak jenuh (*saturated*), tak jenuh tunggal (*monounsaturated*) dan tak jenuh ganda (*polyunsaturated*). Perbedaan ketiga jenis trigliserida tersebut seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Jenis – jenis trigliserida

Dalam transesterifikasi trigliserida menjadi FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*), terjadi tiga tahap reaksi berturut-turut seperti ditunjukkan pada Persamaan (2-2) sampai dengan (2-4).

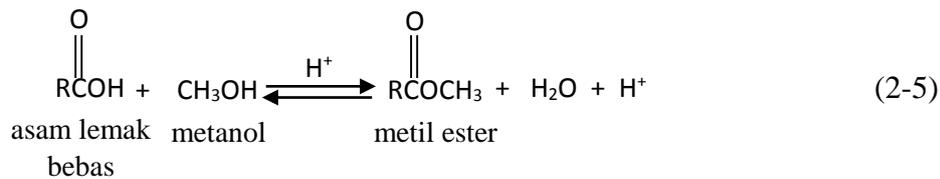


Trigliserida (TG) bereaksi dengan metanol membentuk digliserida (DG) yang selanjutnya bereaksi dengan metanol menjadi monogliserida (MG). Akhirnya monogliserida bereaksi dengan metanol menghasilkan gliserol dan metil ester. Digliserida dan monogliserida merupakan produk-produk antara (*intermediate product*).

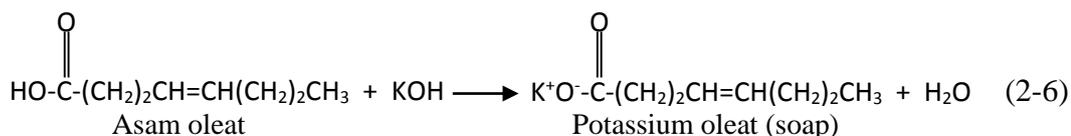
Penggunaan katalis amat diperlukan untuk meningkatkan laju reaksi transesterifikasi dan yield biodiesel yang didapat. Faktor yang paling penting untuk reaksi transesterifikasi adalah jenis / tipe katalis beserta konsentrasi katalisnya. Katalis yang digunakan, dapat merupakan katalis basa atau asam baik homogen maupun heterogen dan enzim.

Katalis basa banyak digunakan pada proses pembuatan biodiesel secara komersial. Keuntungan proses transesterifikasi dengan katalis basa yakni prosesnya jauh lebih cepat (diperkirakan 4000 kali lebih cepat) dan korosivitasnya lebih rendah dibandingkan dengan katalis asam. Namun, untuk bahan baku yang mempunyai kandungan asam lemak bebas (*free fatty acid*) dan kadar air yang tinggi, katalis basa tidak dapat digunakan karena akan menghasilkan sabun yang mengurangi jumlah produk ester (Viswanathan dkk, 2005).

FFA (*Free Fatty Acid*) sendiri terdiri dari rantai karbon yang tidak terikat pada ikatan gliserol atau sering disebut dengan asam karboksilat. Proses transesterifikasi dilakukan jika kadar FFA dalam bahan baku kurang atau antara 0,5% sampai dengan 2% dari berat minyak. Jika kadar FFA bahan baku lebih tinggi dari 2 % berat minyak, maka harus dilakukan reaksi esterifikasi, dengan proses reaksi seperti ditunjukkan Persamaan (2-5) (Lam dkk, 2010).



Reaksi transesterifikasi sangat sensitif terhadap adanya air dan FFA selama proses reaksi. Kondisi ini akan mendorong terjadinya reaksi penyabunan (saponifikasi), yang didefinisikan sebagai proses yang menghasilkan sabun biasanya karena reaksi lemak dan alkali, seperti sodium hidroksida atau NaOH, seperti ditunjukkan pada Persamaan (2-4) (Lam dkk, 2010). Reaksi saponifikasi bersifat endotermis menghasilkan sabun dan gliserin. Reaksi saponifikasi tidak hanya mengkonsumsi katalis alkali (basa) tetapi juga menyebabkan pembentukan emulsi yang menyebabkan sulitnya aliran recovery dan pemurnian biodiesel (Freedman dkk, 1984).



2.3.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi

Pada intinya, tahapan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel selalu menginginkan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi adalah sebagai berikut (Freedman dkk, 1984):

a. Pengaruh air dan asam lemak bebas

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Banyak peneliti yang menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 0,5% (<0,5%). Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang. Katalis harus terhindar dari kontak dengan udara agar tidak mengalami reaksi dengan uap air dan karbon dioksida.

b. Pengaruh perbandingan molar minyak dan alkohol

Secara stoikiometri, jumlah alkohol yang dibutuhkan untuk reaksi adalah 3 mol untuk setiap 1 mol trigliserida untuk memperoleh 3 mol alkil ester dan 1 mol gliserol. Secara umum ditunjukkan bahwa semakin banyak jumlah alkohol yang digunakan, maka konversi yang diperoleh juga akan semakin bertambah.

c. Pengaruh jenis alkohol

Metanol akan memberikan perolehan ester yang tertinggi dibandingkan dengan menggunakan etanol atau butanol.

d. Pengaruh jenis katalis

Alkali katalis (katalis basa) akan mempercepat reaksi transesterifikasi bila dibandingkan dengan katalis asam. Katalis basa yang paling populer untuk reaksi transesterifikasi adalah natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), natrium metoksida (NaOCH₃), dan kalium metoksida (KOCH₃).

e. Pengaruh temperatur

Semakin tinggi temperatur, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat. Temperatur yang rendah akan menghasilkan konversi yang lebih tinggi namun dengan waktu reaksi yang lebih lama.

2.4 Reaktor *Batch*

Proses reaksi transesterifikasi minyak nabati menjadi FAME biasanya dilakukan di dalam reaktor batch untuk skala laboratorium. Pemilihan reaktor dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu :

1. Fase zat pereaksi dan hasil reaksi
2. Tipe reaksi dan persamaan kecepatan reaksi, serta ada tidaknya reaksi samping
3. Kapasitas produksi
4. Harga alat (reaktor) dan biaya instalasinya
5. Kemampuan reaktor untuk menyediakan luas permukaan yang cukup untuk perpindahan panas

Didalam reaktor *batch*, reaktan dan katalis baik homogen maupun heterogen dimasukkan secara serentak kedalam reaktor, diaduk pada kondisi yang sudah ditentukan kemudian setelah waktu tertentu produk dikeluarkan dari reaktor,

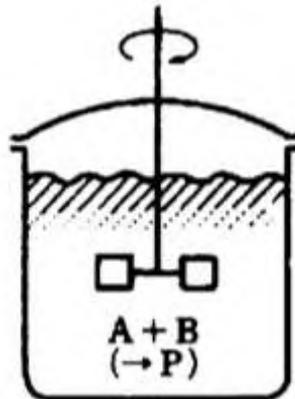
kemudian produk dipisah dari produk samping dan dicuci. Reaktor *batch* biasanya digunakan untuk kapasitas produksi yang kecil.

Keuntungan reaktor batch :

- Lebih murah dibanding reaktor alir
- Lebih mudah pengoperasian dan perawatannya
- Lebih mudah dikontrol
- cocok untuk skala laboratorium
- mobilitas tinggi

Kerugian reaktor batch :

- Tidak begitu baik untuk reaksi fase gas (mudah terjadi kebocoran pada lubang pengaduk)
- membutuhkan waktu untuk pengisian, pemanasan zat pereaksi, pendinginan zat hasil dan waktu reaksi



Gambar 2.6 Reaktor *batch* (Sumber : Wiley dan Maruzen, 1997)

Persamaan laju reaksi pada reaktor *batch* dengan katalis heterogen seperti dinyatakan pada Persamaan (2-7).

$$\frac{t}{C_{A0}} = \frac{V}{W_s} \int \frac{dX_A}{-r'_A} \text{ atau } \frac{t}{C_{A0}} = \frac{V}{V_s} \int \frac{dX_A}{-r'''_A} \quad (2-7)$$

Dimana t adalah waktu tinggal didalam reaktor batch; C_{A0} adalah konsentrasi awal reaktan; V adalah volume reaktor; W_s adalah berat katalis dan X_A konversi reaktan dan $-r'_A$ adalah laju reaksi berdasarkan berat katalis (Levenspiel, 1999).

Dalam menghitung laju reaksi diperlukan perhitungan Modulus Thiele untuk mengetahui regime yang mengontrol, Modulus Thiele (Levenspiel, 1999) :

$$M_T = L \sqrt{\frac{k}{D_e}} \quad (2-8)$$

L adalah panjang karakteristik. Katalis yang digunakan berbentuk powder yang mana memiliki dimensi sphere maka $L = R/3$, sehingga persamaan (2-9) menjadi

$$M_T = \frac{R}{3} \sqrt{\frac{k}{D_e}} \quad (2-9)$$

D_e yang merupakan koefisien difusivitas efektif dari trigliserida dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut (Seader and Henley, 2006) :

$$D_e = \frac{D \cdot \varepsilon_p K_r}{\tau_p} \quad (2-10)$$

dimana :

D = koefisien difusi molekul

ε_p = porositas partikel

K_r = faktor restriktif

τ_p = parameter *tortuosity*

jika nilai Modulus Thiele lebih kecil dari 0,4 maka tahanan difusi pori dapat diabaikan dan yang mengontrol adalah reaksi kimia.

2.5 Produk

2.5.1 Biodiesel

Biodiesel termasuk bahan bakar diesel yang terbakar dengan sempurna, dihasilkan dari beberapa minyak nabati sebagai pengganti minyak bumi. Biodiesel adalah metil ester yang diproduksi dari minyak tumbuhan atau hewan dan memenuhi kualitas untuk bahan bakar di dalam mesin diesel (Vicente dkk, 2006).

Biodiesel terdiri dari metil ester (RCOOCH_3) minyak nabati, di mana rantai hidrokarbon trigliserida dari minyak nabati mentah diubah secara kimia menjadi ester asam lemak melalui reaksi transesterifikasi. Transesterifikasi adalah penggantian gugus alkohol lain dalam suatu proses yang menyerupai hidrolisis. Namun berbeda dengan hidrolisis, pada proses transesterifikasi bahan yang digunakan bukan air melainkan alkohol. alkohol dengan minyak untuk melepaskan tiga rantai ester dan gliserin dari tiap trigliserida. Campuran tersebut menghasilkan

gliserin di lapisan bawah dan biodiesel di lapisan atas (Soerawidjaja dan Tatang, 2006).

Selain minyak nabati dapat juga digunakan lemak hewan, namun yang paling umum digunakan adalah minyak nabati. Minyak nabati memiliki beberapa keunggulan dibandingkan lemak hewan dalam pembuatan biodiesel. Perbedaan wujud molekuler ini memiliki beberapa konsekuensi penting dalam penilaian keduanya sebagai kandidat bahan bakar mesin diesel :

1. Minyak nabati (yaitu trigliserida) berberat molekul besar, jauh lebih besar dari biodiesel (yaitu ester metil). Akibatnya, trigliserida relatif mudah mengalami perengkahan (*cracking*) menjadi aneka molekul kecil, jika terpanaskan tanpa kontak dengan udara (oksigen).
2. Minyak nabati memiliki kekentalan (*viskositas*) yang jauh lebih besar dari minyak diesel/solar maupun biodiesel, sehingga pompa penginjeksi bahan bakar di dalam mesin diesel tak mampu menghasilkan pengkabutan (*atomization*) yang baik ketika minyak nabati disemprotkan ke dalam kamar pembakaran.
3. Biodiesel mempunyai sifat kimia dan fisika yang serupa dengan petroleum diesel (*solar*) sehingga dapat digunakan langsung untuk mesin diesel atau dicampur dengan petroleum diesel. Pencampuran 20 % biodiesel ke dalam petroleum diesel menghasilkan produk bahan bakar tanpa mengubah sifat fisik secara nyata. Produk ini di Amerika dikenal sebagai Diesel B-20 yang banyak digunakan untuk bahan bakar bus (<http://indofuel.com>).

Biodiesel memiliki beberapa kelebihan dibanding bahan bakar diesel petroleum.

Kelebihan tersebut antara lain (Bode, 2002; Gerpen, 2004; Tuti dkk, 2011) :

1. Termasuk bahan bakar yang dapat diperbaharui
2. Dapat langsung digunakan sendiri atau dicampur dengan petroleum diesel
3. Tidak memerlukan modifikasi mesin diesel.
4. Industri biodiesel dapat menggunakan minyak nabati atau minyak daur ulang.
5. Biodiesel memiliki *cetane number* yang tinggi.
6. Penggunaan biodiesel dapat memperpanjang umur mesin diesel karena biodiesel lebih licin.

7. Biodiesel menggantikan bau petroleum dengan bau yang lebih enak.
8. Tidak beracun, bebas dari logam berat, sulfur dan senyawa aromatic.
9. Mengurangi emisi karbon monoksida, hidrokarbon dan NOx.
10. Mempunyai nilai flash point (titik nyala) yang lebih tinggi dari petroleum diesel sehingga lebih aman jika disimpan dan digunakan.

Untuk menjamin kualitas biodiesel yang dihasilkan dari metil ester, pada tahun 2002 di Amerika Serikat dan di beberapa negara telah dikembangkan standar biodiesel ASTM D6751. Berikut adalah standar biodiesel menurut ASTM (Tabel 2.5) dan SNI (Tabel 2.6).

Gliserol diperoleh salah satunya sebagai produk samping dari reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodiesel. Kira – kira jumlah gliserol yang dihasilkan selama proses transesterifikasi sebanyak 10% (Zhou dkk, 2008). Kadar kemurnian gliserol pada kenyataannya hanya 40%. Hal ini disebabkan oleh kondisi kesetimbangan antara gliserol dengan metanol, air dan sabun.

2.5.2 Gliserol

Gliserol atau 1,2,3-propanetriol, adalah alkohol sederhana dengan pemanfaatn sebagai bahan kosmetik, cat, otomotif, makanan, tembakau, farmasi, pulp dan kertas, kulit dan industri tekstil atau sebagai bahan baku untuk produksi berbagai bahan kimia (Wang dkk, 2001).

Tabel 2.5. Standar Biodiesel menurut ASTM D6751

| No | Karakteristik | Batasan | Satuan |
|----|------------------|------------------|--------------------|
| 1 | Flash Point | 130 (minimum) | °C |
| 2 | Pour Point | 8 (maksimum) | °C |
| 3 | Kadar Air | 0,05 (maksimum) | % volum |
| 4 | Densitas | 0,815-0,75 | kg/l |
| 5 | Viskositas, 40°C | 1,9-5,0 | mm ² /s |
| 6 | Sulfated Ash | 0,02 (maksimum) | % berat |
| 7 | Sulfur | 0,05 (maksimum) | % berat |
| 8 | Bilangan Setana | 47 (maksimum) | - |
| 9 | Residu Karbon | 0,05 (maksimum) | % berat |
| 10 | Bilangan Asam | 0,80 (maksimum) | mg KOH |
| 11 | Gliserol Bebas | 0,02 | Berat |
| 12 | Kandungan Fosfor | 0,001 (maksimum) | % berat |
| 13 | Suhu Destilasi | 360 (maksimum) | °C |

Sumber : (Hambali, 2007)

Tabel 2.6. Standar Biodiesel menurut SNI 04-7182-2006

| No | Parameter | Nilai | Satuan |
|----|-------------------------------------|-----------|-----------------------------------|
| 1 | Massa jenis pada 40 °C | 850-890 | kg/m ³ |
| 2 | Viskositas kinematik pada 40 °C | 2,3-6 | mm ² /s(cst) |
| 3 | Angka setana | Min 51 | |
| 4 | Titik nyala (mangkuk tertutup) | Min 100 | °C |
| 5 | Titik kabut | Maks 18 | °C |
| 6 | Korosi lempeng tembaga (3 jam 50°C) | Maks no 3 | |
| | Residu karbon | | |
| 7 | - Dalam contoh asli | Maks 0.05 | |
| | - Dalam 10% ampas distilasi | Maks 0.30 | |
| 8 | Air dan sediment | Maks 0,5* | % vol |
| 9 | Temperatur destilasi 90% | Maks 360 | °C |
| 10 | Abu tersulfatkan | Maks 0,02 | % massa |
| 11 | Belerang | Maks 100 | ppm-m (mg/kg) |
| 12 | Fosfor | Maks 10 | ppm-m (mg/kg) |
| 13 | Angka asam | Maks 0,8 | mg-KOH/g |
| 14 | Gliserol bebas | Maks 0,02 | % massa |
| 15 | Gliserol total | Maks 0,24 | % massa |
| 16 | Kadar ester alkyl | Maks 96,5 | % massa |
| 17 | Angka iodium | Maks 115 | % massa (g-I ₂ /100 g) |
| 18 | Uji Helphen | Negatif | |

Sumber : SNI 04-7182-2006

2.6 Peneliti terdahulu

Tabel 2.7. Penelitian Terdahulu

| Peneliti | Penelitian | Hasil |
|-------------------------------------|---|--|
| Corma A., Iborra S., dkk (1997) | Transesterifikasi menggunakan katalis Mg Al HTC dengan metode kopresipitasi pada reaktor <i>batch</i> . Larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ditambahkan perlahan (rate :1 ml/min) ke dalam larutan Na_2CO_3 . Serta ditambahkan NaOH hingga pH 13. Dipanaskan dan diaduk selama 18 jam dengan suhu 200 °C. Suhu kalsinasi 450 °C dengan udara. | Luas permukaan katalis sebesar 262 m^2/g pada ratio molar Al/(Al+Mg) sebesar 0,3. Yield yang dihasilkan sebesar 84 %. |
| Climent. M.J, Corma A., dkk (2004) | Pembuatan Katalis Mg Al HTC, dengan metode kopresipitasi Larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ditambahkan perlahan (rate :1 ml/min) ke dalam larutan Na_2CO_3 . Serta ditambahkan NaOH hingga pH 12-13. Dipanaskan dan diaduk selama 18 jam pada 60 °C. Suhu kalsinasi 450 °C dengan gas nitrogen selama 6 jam. | Dihasilkan luas permukaan 245 m^2/g dan yield 95 % pada proses kondensasi knoevenagel antara benzaldehid dan malononitril. |
| Cantrell. D.G, Lisa J. G dkk (2005) | Transesterifikasi menggunakan katalis Mg Al HTC dengan metode kopresipitasi. Larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ diteteskan berisi $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan penambahan larutan ammonia dengan diaduk selama 3 jam. Dikalsinasi 3 jam dengan nitrogen. | Dihasilkan katalis Mg-Al Hidrotalsit yang efektif untuk transesterifikasi glyceryl tributyrat dengan konversi 74,8 %. |
| Tantirungrote chai dkk (2010) | Pembuatan campuran oksida Mg-Al dengan rasio Mg/Al dalam kisaran 0,125 – 8. KI di-impregnasi ke dalam campuran logam oksida Mg-Al dengan rasio Mg/Al sebesar 4 : 1 merupakan katalis yang paling efisien untuk reaksi transesterifikasi pada suhu reaksi sebesar 70 °C. | Dihasilkan KI/ campuran oksida Mg-Al yang efektif untuk transesterifikasi dengan konversi 90% setelah 8 jam reaksi. |
| Martin H., Petr Kutalek, dkk (2014) | Transesterifikasi menggunakan katalis campuran oksida Mg Al dengan metode kopresipitasi pada reaktor <i>fix bed</i> . Larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ditambahkan ke dalam larutan Na_2CO_3 serta NaOH dengan rate 7,5 ml/menit hingga pH 10. Suspensi di aduk pada suhu 75°C selama 1 jam kemudian dikalsinasi pada 450 °C selama 4 jam menggunakan udara. | Luas permukaan katalis sebesar 161-211 m^2/g dengan ratio pada Mg/Al 7,2. Yield yang dihasilkan sebesar 78 %. |

BAB 3

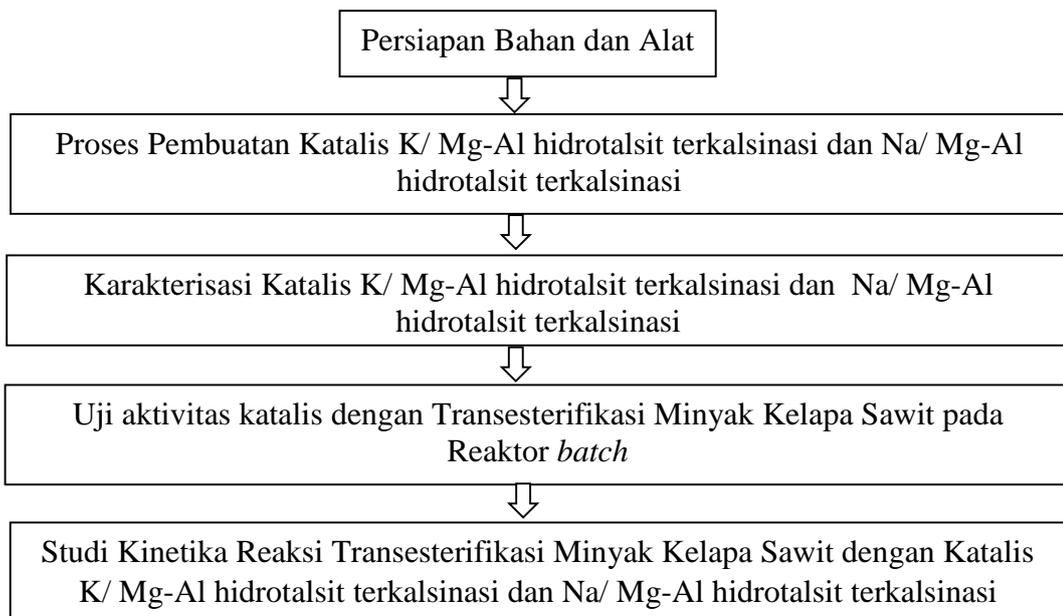
METODE PENELITIAN

3.1. Jenis Penelitian

Penelitian ini termasuk jenis penelitian eksperimental di laboratorium, menggunakan minyak sawit dan metanol sebagai bahan baku. Minyak sawit akan dikonversikan menjadi biodiesel menggunakan katalis dengan beberapa macam perlakuan. Proses pembuatan biodiesel dengan transesterifikasi dilakukan dalam reaktor *batch*.

3.2. Tahapan Penelitian

Tahapan awal dari penelitian ini adalah sintesa katalis dengan penyangga Mg-Al hidrotalsit menggunakan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen pengendap. Penyangga Mg-Al Hidrotalsit terkalsinasi kemudian diimpregnasi dengan KOH dan NaOH sehingga menghasilkan katalis (K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi). Tahapan selanjutnya ialah karakterisasi terhadap material katalis yang telah dihasilkan dan melakukan uji reaksi transesterifikasi melalui reaktor *batch*.



Gambar 3.1. Diagram blok tahapan penelitian

3.3 Bahan Penelitian dan Peralatan

3.3.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah :

1. Katalis

Bahan yang digunakan untuk membuat katalis adalah

- $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
- $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$
- Na_2CO_3
- NaOH dan KOH
- Aquadest

2. Minyak sawit

Minyak sawit yang digunakan sebagai bahan baku adalah minyak sawit yang telah mengalami proses RBD (Refined, Bleached dan Dedorized) dengan merek bimoli.

3. Metanol

Metanol yang digunakan sebagai reaktan untuk reaksi transesterifikasi adalah metanol teknis yang didapat dari supplier bahan kimia Brataco chem., dengan kadar 96%.

3.3.2 Peralatan

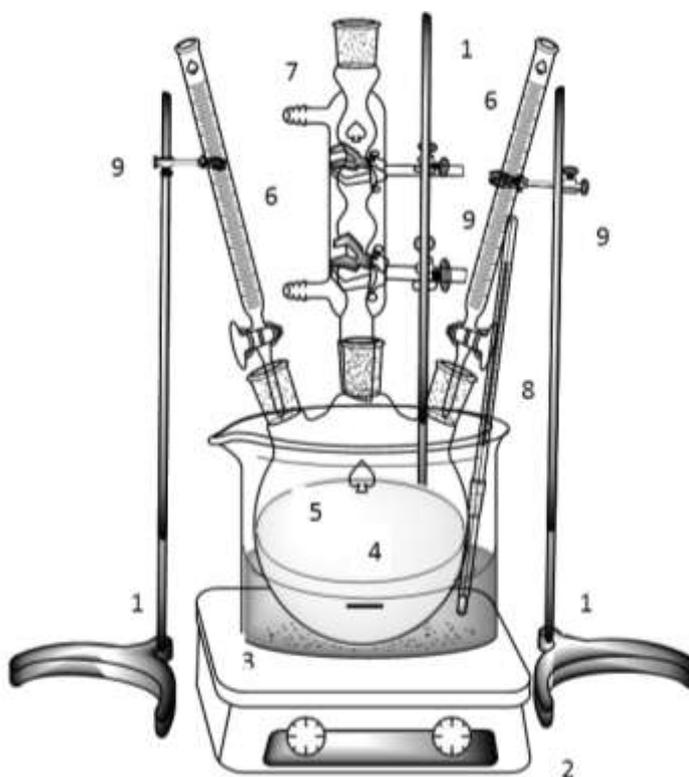
Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain :

- | | |
|---------------------|-------------------------|
| 1. Gelas ukur | 9. Neraca analitik |
| 2. Pipet ukur | 10. Kertas saring |
| 3. Corong glass | 11. Termometer |
| 4. Labu leher tiga | 12. Hot plate |
| 5. Kondensor reflux | 13. Magnetic stirrer |
| 6. Corong pemisah | 14. Buret |
| 7. Klem holder | 15. <i>Nuccele</i> |
| 8. Statis | 16. Peralatan kalsinasi |

3.4 Gambar Peralatan

1. Peralatan Sintesa Mg-Al hidrotalsit

Peralatan sintesa Mg-Al hidrotalsit pada penelitian ini berupa labu leher tiga 1000 ml berisi agen pengendap Na_2CO_3 yang diletakkan di atas hot plate stirrer serta dilengkapi dengan magnetic stirrer. Untuk penambahan larutan prekursor dan NaOH digunakan buret dengan ukuran 50 ml yang dirangkai di atas labu leher tiga dengan menggunakan statif dan klem holder. Rangkaian alat yang digunakan untuk sintesa Mg-Al hidrotalsit dapat dilihat seperti Gambar 3.2.



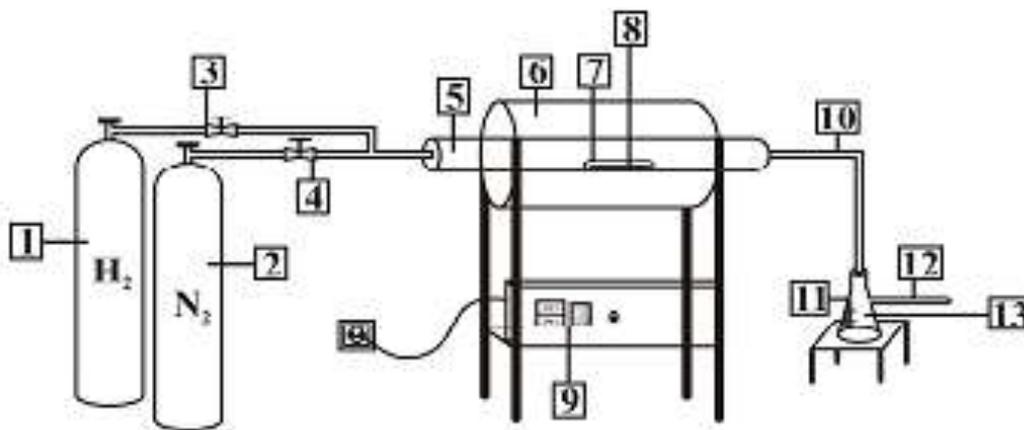
Gambar 3.2 Peralatan Sintesa Mg-Al Hidrotalsit

Keterangan Gambar :

- | | |
|---|---------------------|
| 1. Statif | 4. Magnetic Stirrer |
| 2. Hot plate stirrer dengan spesifikasi : | 5. Labu Leher Tiga |
| • Merk : Thermo Scientific | 6. Buret |
| • Daya : 1430 – 1560 VA | 7. Kondensor |
| • Hz : 50/60 | 8. Termometer |
| 3. <i>Waterbath</i> | 9. Klem Holder |

2. Peralatan Kalsinasi

Peralatan kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini berupa tubular *furnace* dengan merk Lim Elektro Therm Jerman. *Tubular furnace* ini memiliki panjang 80 cm dengan diameter 10 cm. *Tubular furnace* ini memerlukan daya sebesar 2900 watt serta dilengkapi dengan *temperature control* untuk mengendalikan suhu operasi reaktor kalsinasi. Untuk tempat penampung katalis di dalam *furnace* digunakan *nucelle* dari bahan *quartz*. *Nucelle* yang digunakan memiliki diameter ½ inci dengan panjang 10 cm. Peralatan kalsinasi ini dilengkapi dengan kompresor udara untuk menyuplai udara ke dalam reaktor kalsinasi. Rangkaian alat kalsinasi dapat dilihat seperti Gambar 3.3.



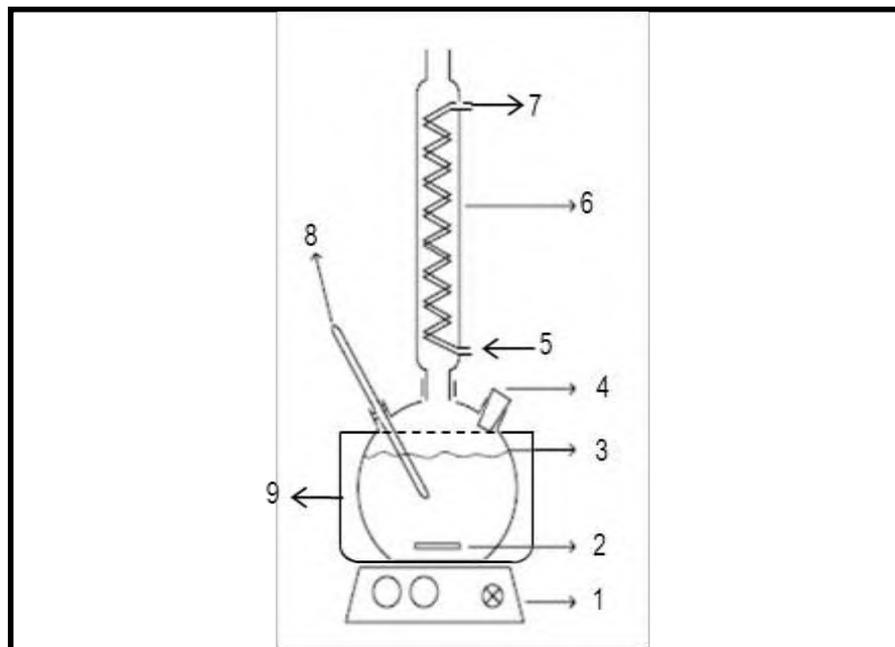
Gambar 3.3. Peralatan kalsinasi katalis

Keterangan Gambar :

- | | |
|---|---------------------------------|
| 1. Tabung gas H ₂ | 8. Katalis |
| 2. Tabung gas N ₂ | 9. Panel control <i>furnace</i> |
| 3. <i>Valve tube</i> gas H ₂ | 10. Tube gas outlet |
| 4. <i>Valve tube</i> gas N ₂ | 11. Vakuumfest |
| 5. Reaktor kalsinasi | 12. Gas keluar |
| 6. <i>Furnace</i> | 13. Air |
| 7. <i>Nucelle</i> | |

3. Reaktor *Batch*

Uji katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada penelitian ini dilakukan di dalam reaktor *batch*. Peralatan reaktor *batch* yang digunakan merupakan rangkaian yang terdiri dari labu leher tiga dan kondensor refluks. Labu leher tiga 1000 mL digunakan untuk mereaksikan minyak kelapa sawit dengan metanol. Labu leher tiga tersebut diletakkan di dalam *waterbath* dan dilengkapi dengan termometer untuk membaca suhu operasi. Rangkaian *waterbath* beserta labu leher tiga dan kondensor refluks tersebut diletakkan di atas *hot plate stirrer* dengan merk Thermo scientific dengan daya 1430 – 1560 VA. Rangkaian peralatan reaktor *batch* dapat dilihat pada Gambar 3.4



Gambar 3.4. Rangkaian reaktor *batch*

Keterangan :

- | | | | |
|----|--------------------------|----|----------------------|
| 1. | <i>Hot plate stirrer</i> | 6. | Kondensor refluks |
| 2. | <i>Magnetic stirrer</i> | 7. | Air pendingin keluar |
| 3. | Labu leher tiga | 8. | Termometer |
| 4. | Karet sumbat | 9. | <i>Waterbath</i> |
| 5. | Air pendingin masuk | | |

3.5 Variabel Penelitian

Variabel penelitian merupakan sesuatu yang dijadikan obyek penelitian dan pengamatan. Dalam penelitian ini, variabel yang akan digunakan yaitu :

1. Pada proses preparasi penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, akan digunakan variabel sebagai berikut :
 - suhu kalsinasi (°C) : 250, 350, 450, 550, 650
2. Pada proses preparasi katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi akan digunakan variabel sebagai berikut :
 - loading K terhadap Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (% berat) : 2,5, 5, 10
 - loading Na terhadap Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (% berat) : 2,5, 5, 10
3. Pada proses uji katalitik dengan menggunakan reaktor *batch*, akan digunakan variabel sebagai berikut :
 - rasio minyak dan metanol sebesar 1:9; 1:12; 1:15
 - massa katalis sebesar 4%, 5%, 6% berat
 - suhu reaksi sebesar 50, 55, 60, 65 °C
 - lama waktu reaksi sebesar 1, 2, 3, 4, 5, jam

Dalam penelitian ini, variabel tetap yang akan digunakan

1. Mg/Al *mole ratio* : 3:1
2. Waktu kalsinasi : 6 jam

3.6 Prosedur Penelitian

Penelitian ini meliputi preparasi K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, kemudian transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel menggunakan reaktor *batch*.

3.6.1 Prosedur Sintesa katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

- Sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi diadopsi dan dimodifikasi dari Climent dkk (2004) dan Kutalek dkk (2014) yaitu sebagai berikut :
 1. Membuat larutan prekursor yaitu 0,06 mol $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan 0,02 mol $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest.

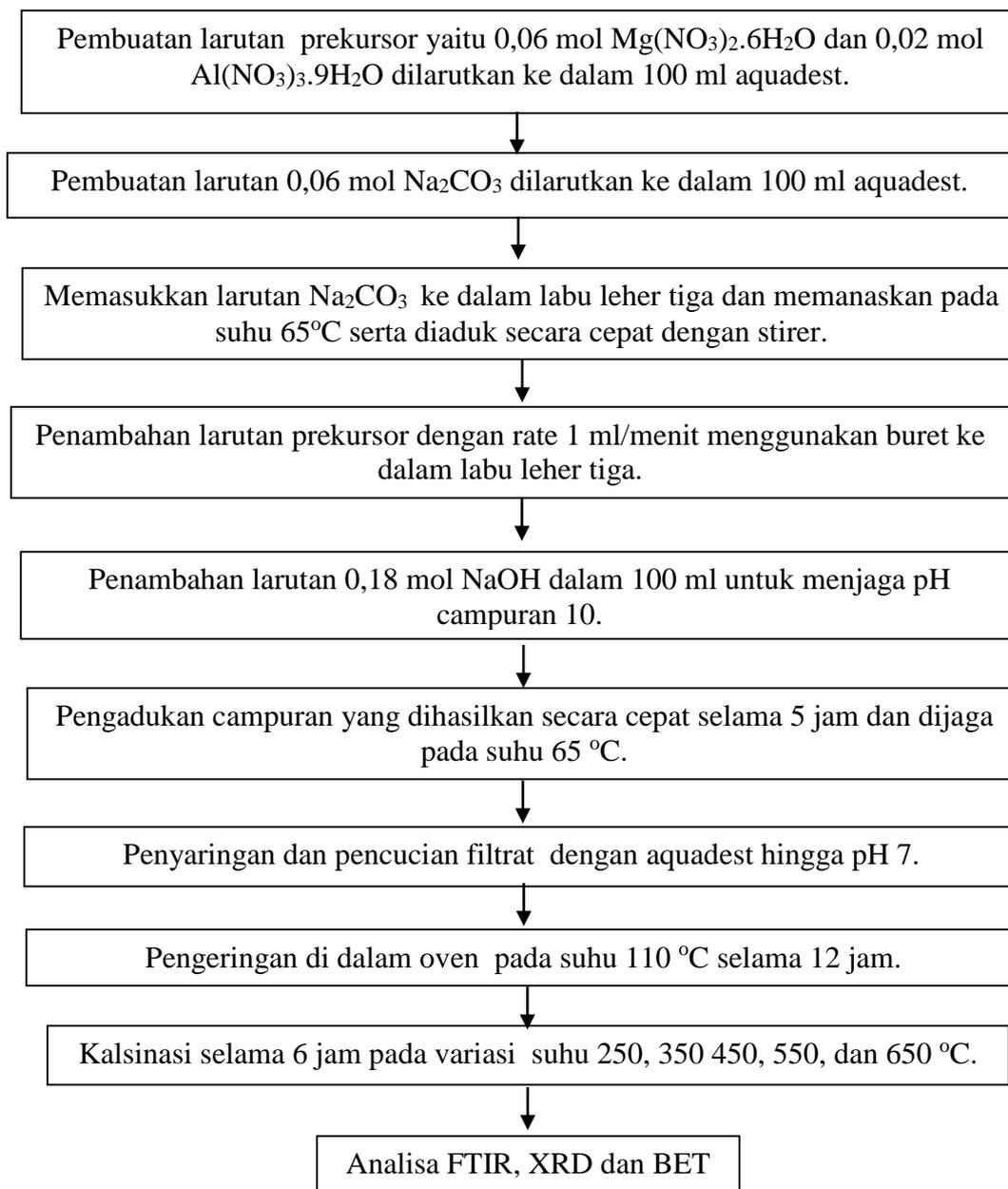
2. Membuat larutan 0,06 mol Na_2CO_3 dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest.
 3. Memasukkan larutan Na_2CO_3 ke dalam labu leher tiga dan memanaskan pada suhu 65°C serta diaduk secara cepat dengan stirer.
 4. Memasukkan larutan prekursor dengan rate 1 ml/menit menggunakan buret ke dalam larutan Na_2CO_3 di dalam labu leher tiga.
 5. Menambahkan larutan 0,18 mol NaOH dalam 100 ml menggunakan buret secara perlahan untuk menjaga pH campuran 10.
 6. Campuran yang dihasilkan, diaduk secara cepat selama 5 jam pada suhu 65°C .
 7. Selanjutnya endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan menggunakan aquadest hingga pH 7.
 8. Mengeringkan presipitat di dalam oven pada suhu 110°C hingga berat konstan.
 9. Melakukan kalsinasi pada variasi suhu (250, 350, 450, 550, 650°C) selama 6 jam menggunakan udara.
 10. Melakukan analisa FTIR, XRD dan BET untuk mengetahui karakter dari katalis yang telah dihasilkan.
- Sintesa katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi diadopsi dari Xie, dkk (2006)
 1. Menambahkan x gram KOH ke dalam beaker glass yang berisi 10 gram penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan penambahan 30 ml aquadest.
 2. Campuran diaduk pada suhu 80°C hingga menjadi pasta.
 3. Padatan yang dihasilkan kemudian disaring dan dimasukkan ke dalam oven pada temperatur 110°C selama 12 jam.
 4. Padatan hasil impregnasi dikalsinasi lebih lanjut pada suhu 450°C dengan mengalirkan gas H_2 selama 3 jam.
 5. Mengulangi sintesa untuk variasi % loading K dan Na.
 6. Melakukan analisa XRD dan BET.

3.6.2 Prosedur Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

Proses transesterifikasi pada reaktor *batch* yang telah dilakukan, menggunakan rangkaian peralatan yang telah dijabarkan di atas. Pertama, peralatan reaktor *batch* dirangkai seperti pada gambar 3.4, kemudian minyak kelapa sawit dimasukkan ke dalam labu leher tiga, lalu air dialirkan ke dalam kondensor reflux. Selanjutnya, pemanas dinyalakan dan suhu di dalam labu dijaga pada suhu 60°C. Lalu, metanol dipanaskan pada tempat terpisah dan dicampur dengan katalis (sesuai dengan variabel) yang akan digunakan. Kemudian, campuran katalis dan metanol dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak. Setelah itu, campuran tersebut diaduk dengan stirrer selama 1 jam dan suhu di dalam labu dijaga selalu tetap pada 60°C. Produk yang telah dihasilkan, dimasukkan ke dalam corong pemisah dan didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk 3 lapisan. (Lapisan atas metanol, lapisan tengah metil ester, lapisan bawahnya gliserol dan katalis). Lapisan tersebut dipisahkan dan dilakukan analisa produk dengan GC (*Gas Chromatography*). Langkah-langkah tersebut diulangi dengan variabel perbandingan % loading promotor, rasio minyak dengan metanol, massa katalis, suhu reaksi dan lama waktu reaksi.

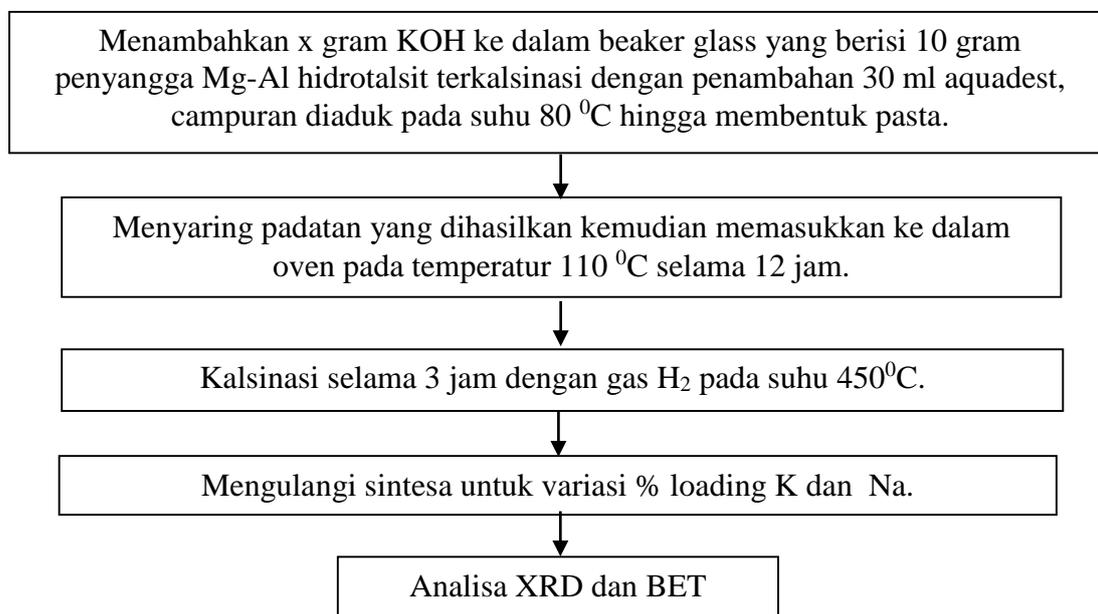
3.7 Diagram Alir Percobaan

1. Sintesa Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, diadopsi dan dimodifikasi dari prosedur Climent dkk (2004) dan Kutalek dkk (2014)



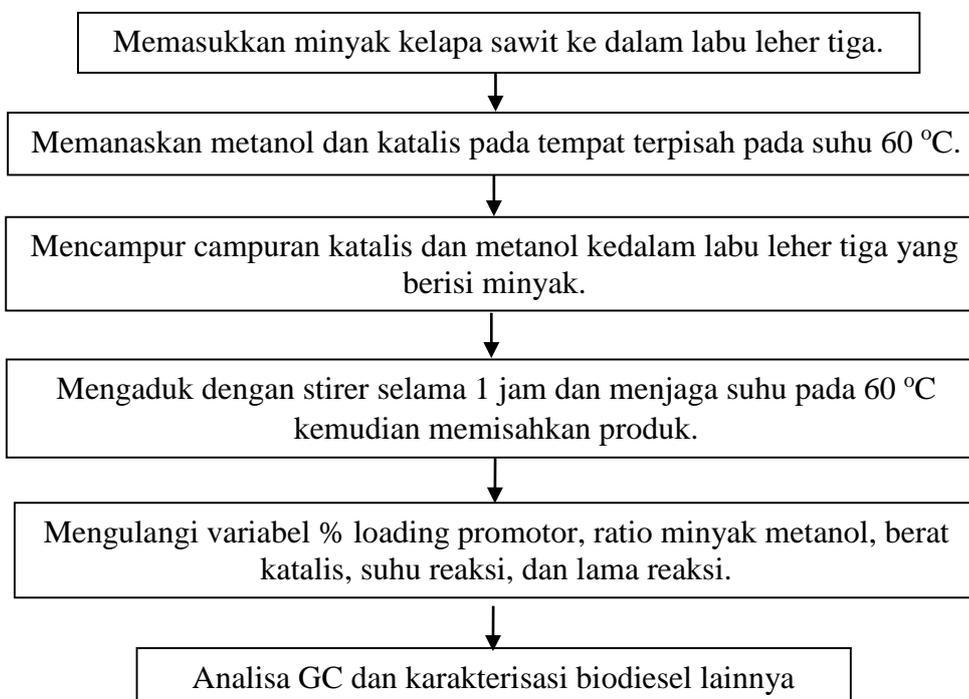
Gambar 3.5. Diagram alir sintesa Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

2. Sintesa katalis K/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi



Gambar 3.6. Diagram alir sintesa katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

3. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*



Gambar 3.7. Diagram alir percobaan transesterifikasi minyak kelapa sawit pada reaktor *batch*

3.8 Analisa Data

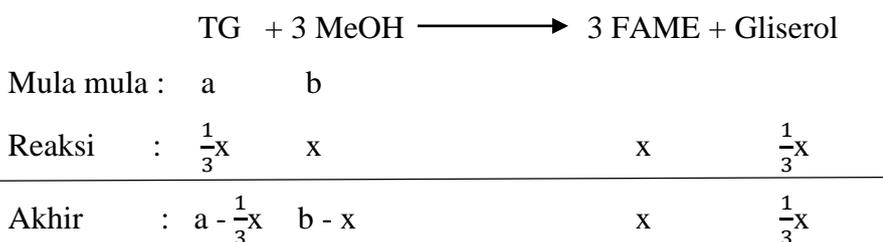
Katalis K/MgAl-Hidrotalsit terkalsinasi dan Na/MgAl-Hidrotalsit terkalsinasi yang telah dihasilkan, dianalisa dengan metode *Brunauer Emmett Teller (BET)* untuk mengetahui luas permukaan katalis. Selain itu, katalis dianalisa dengan metode *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui puncak-puncak senyawa yang muncul dalam katalis tersebut. Serta mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam katalis dengan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

Sedangkan, biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit akan dilakukan analisa *Gas Chromatography (GC)* untuk mengetahui komponen – komponen yang terkandung di dalam biodiesel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Kemudian, parameter – parameter yang diukur adalah kandungan fatty acid methyl ester (FAME) yang dihasilkan serta konversi reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit melalui persamaan berikut :

$$\text{Konversi Reaksi (\%)} = \frac{\text{mol trigliserida bereaksi}}{\text{mol trigliserida awal}} \times 100 \% \quad (3.1)$$

$$\text{Konversi Reaksi (\%)} = \frac{(\text{mol FAME terbentuk})}{3 \times (\text{mol trigliserida awal})} \times 100 \% \quad (3.2)$$

Mol minyak yang bereaksi didapat dengan cara massa produk dikali kadar FAME kemudian dibagi dengan BM produk. Karena akan terbentuk 3 mol FAME untuk setiap 1 mol trigliserida maka mol minyak yang bereaksi adalah 1/3 dari mol FAME yang terbentuk seperti pada penjelasan dibawah ini.



Didapatkan TG sebesar 98,22% pada hasil analisa minyak kelapa sawit. Karena TG adalah komponen utama dalam minyak kelapa sawit, maka dapat diasumsikan mol TG adalah mol minyak kelapa sawit. Selanjutnya mol minyak awal adalah massa minyak mula-mula dibagi dengan BM minyak. Maka konversi

dapat dihitung menggunakan persamaan (3.2). Selain konversi biodiesel, yield juga dihitung berdasarkan persamaan 3-3 di bawah ini

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{massa FAME yang terbentuk}}{\text{massa minyak awal}} \times 100 \% \quad (3.3)$$

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari proses preparasi katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*. Dalam sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi akan dipelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan penyangga tersebut. Penyangga yang memiliki luas permukaan yang terbesar akan digunakan untuk mempelajari pengaruh % loading promotor yaitu K dan Na. Katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi kemudian akan digunakan untuk mempelajari pengaruh ratio molar minyak dan metanol, massa katalis, suhu reaksi dan lama waktu reaksi dalam reaktor *batch*. Selain itu, penelitian ini juga mencari model kinetika reaksi transesterifikasi.

Hasil yang didapat berdasarkan variabel penelitian akan dilakukan beberapa analisa, antara lain analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Brunauer Emmet Teller* (BET). Serta mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam katalis dengan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Produk FAME yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi, dianalisa dengan metode *Gas Chromatography* (GC).

4.1 Bahan Baku

Produksi biodiesel yang berkualitas menggunakan minyak nabati membutuhkan bantuan proses kimia yang bergantung pada jenis bahan baku. Komposisi kimia dari bahan baku mempengaruhi parameter proses, tipe katalis yang digunakan, kemurnian produk akhir dan *yield*. Sebagian besar minyak nabati yang digunakan untuk produksi biodiesel mempunyai komposisi 90-98% trigliserida serta mengandung sedikit mono- dan digliserida (Zelwani, 2009). Berdasarkan analisa trigliserida pada minyak kelapa sawit didapatkan sebesar 98,22%, maka dapat diasumsikan mol trigliserida adalah mol minyak. Xiao, dkk (2010) menyatakan bahwa berat molekul rata-rata minyak sawit adalah 850,3149

g/gmol dengan menggunakan metode GC-MS. Perhitungan konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel didasarkan pada berat molekul hasil penelitian Xiao, dkk (2010).

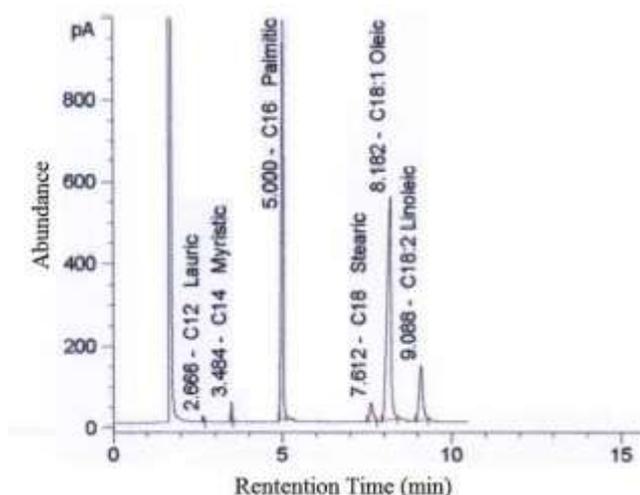
Minyak nabati mengandung asam lemak bebas (FFA), air dan pengotor yang mempengaruhi parameter kualitas biodiesel. Komposisi ini bergantung pada kondisi geografis, penyimpanan dan metode pengolahan. Zhang, dkk (2003) mengemukakan bahwa kadar FFA yang memungkinkan untuk dilakukan proses transesterifikasi adalah sebesar $< 0,5 \%$. Hal ini disebabkan kadar FFA sangat berpengaruh pada proses transesterifikasi. Kadar FFA yang tinggi mendorong terjadinya reaksi saponifikasi untuk penggunaan katalis basa. Reaksi saponifikasi dapat mengkonsumsi katalis alkali (basa) juga menyebabkan pembentukan emulsi yang menyebabkan sulitnya pemurnian biodiesel (Freedman, 1984). Reaksi ini akan menurunkan *yield* biodiesel karena bahan baku dan katalis terkonsumsi untuk proses saponifikasi (Yan dkk, 2009).

Maka dari itu diperlukan pengukuran FFA pada bahan baku. Minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kelapa sawit merk Bimoli yang telah mengalami proses RBD (*Refined, Bleached, deodorized*). Kadar FFA pada bahan baku dianalisa menggunakan metode SNI 2006 didapatkan sebesar 0,48 %. Hal ini sesuai dengan Ketaren (1986) yang menyebutkan kadar FFA dalam minyak kelapa sawit tidak lebih besar dari 1 %. Maka, dalam penelitian ini dapat langsung melakukan proses transesterifikasi tanpa perlu melakukan esterifikasi terlebih dahulu.

Selain FFA, kadar air dalam bahan baku juga perlu diperhatikan. Menurut Freedman (1984) kadar air maksimal adalah sebesar 0,3 %, karena kadar air yang lebih tinggi dari pada 0,3 % dapat menurunkan *yield* dengan mengkonsumsi katalis. Sementara itu menurut Lam, dkk (2010) menyatakan bahwa keberadaan air khususnya pada temperatur tinggi menyebabkan hidrolisis trigliserida menjadi digliserida dan FFA. Pada tahun 2013 Santi melakukan pengukuran kadar air pada minyak kelapa sawit dan mendapatkan kadar air sebesar 0,1 %.

Asri (2013) melakukan uji komposisi asam lemak pada minyak kelapa sawit merk Bimoli menggunakan metode *Gas Chromatography/Mass Spectrofotometry* (GC /MS). Komposisi dari minyak tersebut dapat diketahui melalui analisa Gas

Chromatography/Mass Spectrophotometry (GC/MS). Berdasarkan kromatogram minyak Bimoli dari hasil analisa GC/MS (Gambar 4.1), dapat diketahui komposisi dari minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini (tabel 4.1).



Gambar 4.1 Kromatogram minyak kelapa sawit merk Bimoli

(Sumber : Asri, 2013)

Menurut Asri, komposisi asam lemak minyak sawit merk Bimoli didominasi oleh asam palmitat (C_{16}) dan asam oleat ($C_{18:1}$) yaitu masing masing sebesar 38,201 % dan 45,962%. Hal ini sesuai dengan Pasaribu (2014) yang menyatakan bahwa asam lemak yang dominan adalah asam palmitat sebesar 38% - 46% dan asam oleat sebesar 30%. Pada tabel 4.1 disajikan komposisi minyak kelapa sawit, setelah asam palmitat dan asam oleat, komposisi lainnya adalah asam linoleat yaitu sebesar 10,926%. Asam stearat, asam miristat, dan asam laurat yakni masing masing sebesar 3,637 %, 1,012% dan 0,262%.

Tabel 4.1 Komposisi minyak kelapa sawit merk Bimoli dari analisa GC/MS

| | Asam Lemak | % Asam Lemak |
|-------------------|--------------------|--------------|
| C ₈ | Asam Caprilat | 0,000 |
| C ₁₀ | Asam <i>Capric</i> | 0,000 |
| C ₁₂ | Asam Laurat | 0,262 |
| C ₁₄ | Asam Miristat | 1,012 |
| C ₁₆ | Asam Palmitat | 38,201 |
| C ₁₈ | Asam Stearat | 3,637 |
| C _{18:1} | Asam Oleat | 45,962 |
| C _{18:2} | Asam Linoleat | 10,926 |

4.2 Sintesa Penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit diadopsi dan dimodifikasi dari Climent dkk (2004) dan Kutalek dkk (2014) yaitu menggunakan metode kopresipitasi. Precursor yang digunakan adalah $Mg(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dengan agen pengendap Na_2CO_3 dan $NaOH$, sedangkan pelarut yang digunakan adalah aquadest.

Sintesa dilakukan dengan melarutkan kristal $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sesuai variabel mol yaitu 3:1 ke dalam 100 ml aquadest (Larutan A). Kemudian agen presipitat yaitu $NaOH$ (larutan B) dan Na_2CO_3 (Larutan C) di larutkan pada masing masing 100 ml. Setelah itu, larutan C dimasukkan ke dalam labu leher tiga 1000 ml. Kemudian larutan A ditambahkan secara perlahan lahan dengan rate sebesar 1 ml/menit dan larutan B ditambahkan untuk menjaga pH campuran 10. Setelah penambahan tadi campuran diaduk cepat pada 65°C selama 5 jam. Presipitat yang terbentuk, kemudian disaring, dicuci hingga pH mendekati 7, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C hingga selama 12 jam. Setelah itu Mg-Al hidrotalsit dikalsinasi pada berbagai variasi suhu kalsinasi menggunakan udara selama 6 jam.

Salomão dkk (2013) memaparkan tahapan pembentukan hidrotalsit melalui metode kopresipitasi dengan menggunakan $MgCl_2$ dan $AlCl_3$ sebagai *precursor* (Tabel 4.2).

Tabel 4.2 Tahapan Pembentukan Partikel Hidrotalsit

| Tahapan | Keterangan |
|---|---|
| a) Larutan asam (pH 4-6) dari kation bivalen ($6\text{MgCl}_2 \rightarrow 6\text{Mg}^{2+} + 12\text{Cl}^-$) dan trivalen ($2\text{AlCl}_3 \rightarrow 2\text{Al}^{3+} + 6\text{Cl}^-$) dengan rasio mol Mg : Al sebesar 3 : 1 | Ion Mg^{2+} atau Al^{3+} berlebih; presipitasi hidrotalsit dan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ atau $\text{Al}(\text{OH})_3$ |
| b) $6\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 18\text{Cl}^-_{(\text{aq})} + n\text{H}_2\text{O}$ | $\text{pH} \leq 7$; larutan yang stabil |
| c) Peningkatan pH dengan penambahan larutan basa (NaHCO_3 , NaOH , atau NH_4OH) | Ion $(\text{CO}_3)^{2-}$ dapat juga ditambahkan dengan pelarutan gas CO_2 |
| d) $6\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})} + 18\text{Cl}^-_{(\text{aq})} + m\text{Na}^+_{(\text{aq})} + m(\text{CO}_3^{2-})_{(\text{aq})} + m\text{OH}^-$ | $\text{pH} 10 - 12$; larutan metastabil |
| e) $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{CO}_3) \cdot 4\text{H}_2\text{O}_{(\text{endapan})} + 18\text{NaCl}_{(\text{terlarut})}$ | $\text{pH} 10 - 12$; suspensi hidrotalsit |
| f) Pencucian | Peluruhan NaCl terlarut dari suspensi |
| g) $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{CO}_3) \cdot 4\text{H}_2\text{O}_{(\text{suspensi})}$ | Partikel; kecil dengan kristalinitas yang rendah |
| h) Perlakuan hidrotermal (autoclave) atau pengeringan | Peningkatan kristalinitas, distribusi ukuran partikel yang dekat, serta menghindari terbentuknya aglomerat |
| i) $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{CO}_3) \cdot 4\text{H}_2\text{O}_{(\text{kering})}$ | Partikel hidrotalsit kering |

Saat pH dinaikkan, ion – ion Mg^{2+} dan Al^{3+} bereaksi dengan OH^- dan $(\text{CO}_3)^{2-}$ membentuk hidrotalsit, yang mana memiliki kelarutan yang sangat rendah dan oleh karena itu terpresipitasi (Salomao, 2013). ion CO_3^{2-} berfungsi sebagai anion yang menyeimbangkan kation dalam struktur kimia hidrotalsit.

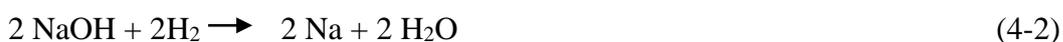
Reaksi tersebut dilakukan dengan pengadukan yang kuat dan memerlukan tahapan pencucian lebih lanjut untuk menghilangkan ion – ion yang tersisa. Sebagai tambahan, konsentrasi reaktan, kecepatan penambahan larutan *precursor*, pH

suspensi, kecepatan pengadukan dan suhu campuran harus dikendalikan dengan hati – hati.

Presipitasi pada pH konstan, adalah metode yang paling sering digunakan dalam preparasi hidrotalsit. Kondisi yang paling umum dipakai adalah pH berkisar antara 7 - 10, temperatur 333 – 353 K, konsentrasi reagen yang rendah dan laju alir *precursor* yang rendah. Pencucian dilakukan dengan air hangat, dan pertumbuhan partikel dalam kondisi presipitasi tersebut biasanya berhasil; temperatur pengeringan tidak melebihi 393 K (Cavani dkk, 1991).

4.3. Preparasi Katalis K/ Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Penelitian ini menggunakan katalis berpromotor K dan Na dengan penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Pembuatan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah dengan metode impregnasi, dimana promotor akan menempel pada bagian pori pori penyangga. Padatan yang terbentuk setelah impregnasi dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 12 jam. Padatan yang dikeringkan akan dikalsinasi reduksi menggunakan gas H₂. Gas H₂ yang menyebabkan logam alkali terdeposisi pada pori pori penyangga dan terjadi perurunan bilangan oksidasi, seperti ditunjukkan pada persamaan (4-1) dan (4-2).



Katalis setelah melewati proses kalsinasi reduksi akan terbentuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

4.4 Karakteristik katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

4.4.1 Karakteristik Sintesa Penyangga Mg-Al Hidrotalsit terkalsinasi

Material Mg-Al Hidrotalsit hasil dari sintesa yang telah dilakukan, dikarakterisasi dengan menggunakan metode BET. Karakterisasi BET menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas di permukaan zat padat). Kuantitas molekul gas yang teradsorpsi sangat bergantung

pada luas permukaan yang dimiliki zat padat tersebut. Dengan demikian, metode BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan yang dimiliki oleh suatu zat padat.

Pada penelitian ini, suhu kalsinasi berpengaruh pada luas permukaan dari Mg-Al Hidrotalsit yang dihasilkan. Pada tabel 4.3, ditunjukkan hasil dari analisa luas permukaan partikel, yang mana secara umum terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka luas permukaan dari hidrotalsit juga semakin besar. Namun, peningkatan dari luas permukaan tersebut sangat signifikan pada suhu kalsinasi 550 °C, bila dibandingkan dengan kalsinasi pada suhu 650 °C.

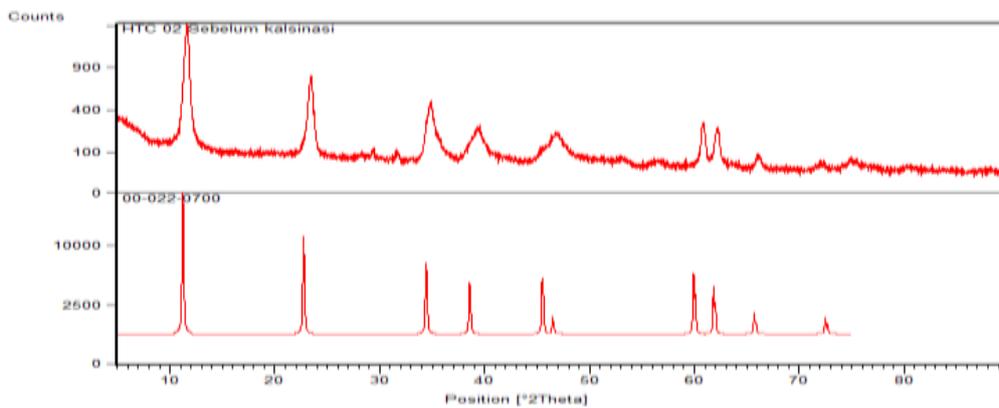
Tabel 4.3 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| Katalis | Suhu Kalsinasi (°C) | Luas Permukaan Spesifik (m ² /gram) |
|--------------------------------------|---------------------|--|
| Mg-Al Hidrotalsit terkalsinasi | 250 | 88,173 |
| | 350 | 93,476 |
| | 450 | 95,885 |
| | 550 | 98,894 |
| | 650 | 156,252 |

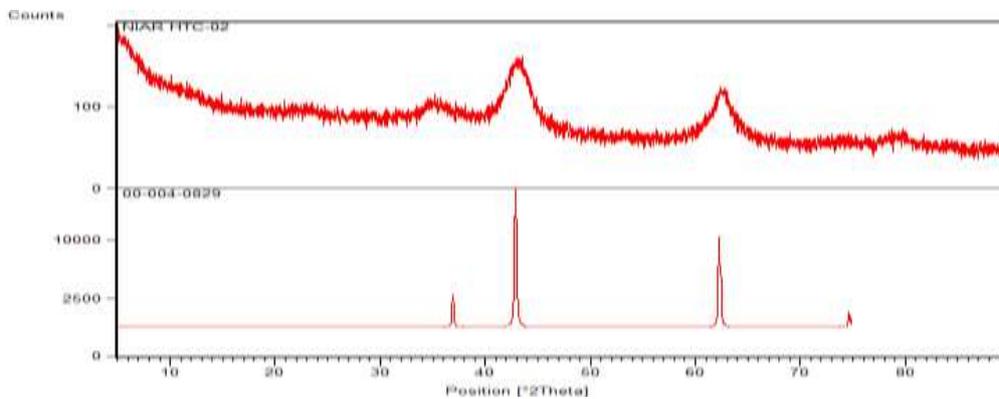
Hal tersebut terjadi karena saat material hidrotalsit dipanaskan (mengalami dekomposisi secara termal), maka molekul – molekul yang terdekomposisi akan lepas dan meninggalkan lubang – lubang pori (*craters*) sehingga meningkatkan luas permukaan dari partikel tersebut (Reichle dkk, 1985). Pada kalsinasi suhu mulai 200 °C, molekul air dalam *interlamellar space* lepas, sedangkan pada suhu 450 °C, sebagian molekul karbonat dan molekul hidroksida lepas. Kemudian, saat Mg-Al Hidrotalsit yang telah disintesa, dikalsinasi hingga suhu 650 °C, sisa molekul – molekul karbonat dan hidroksida lepas sehingga membentuk oksida ganda. Peningkatan luas permukaan yang cukup signifikan saat suhu kalsinasi 650 °C, disebabkan oleh terdekomposisinya seluruh ion – ion hidroksida yang tersisa sehingga menimbulkan lubang – lubang pori (*craters*) yang sangat signifikan bila dibandingkan dengan kedua suhu kalsinasi yang lebih rendah sebelumnya. Didapatkan luas permukaan yang tertinggi adalah 156,252 m²/gram pada kalsinasi

650 C, yang selanjutnya akan di karakterisasi dengan menggunakan analisa *X-Ray Diffraction*.

Analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur difraktogram dari material tersebut. Dari analisa kurva pengujian *X-Ray Diffraction* pada gambar 4.2 terlihat bahwa difraktogram Mg-Al hidrotalsit yang telah disintesa menunjukkan puncak – puncak yang konsisten dengan *peak standart* material hidrotalsit sintesis.



(a)

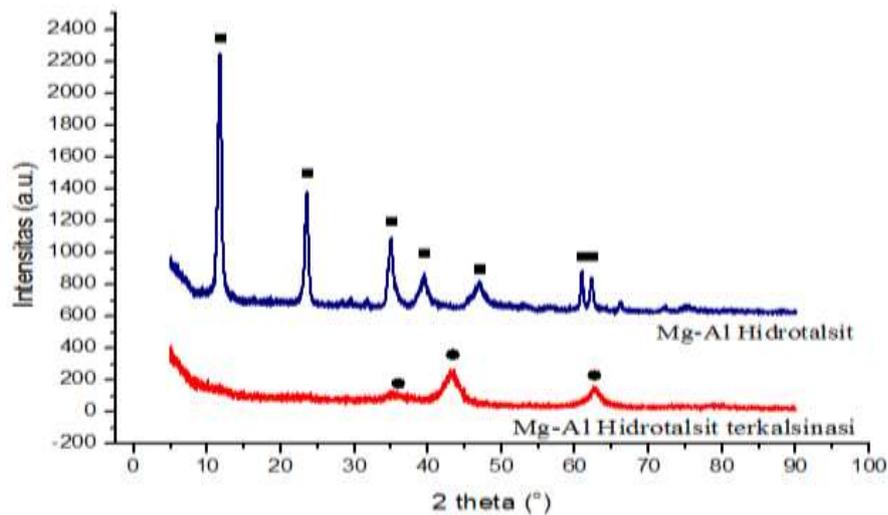


(b)

Gambar 4.2 Perbandingan difraktogram Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan JCPDS: (a) hidrotalsit sintesis (b) hidrotalsit terkalsinasi

Berdasarkan JCPDS (*Joint Committe of Powder Diffraction Standart*) 00-022-0700, material hidrotalsit sintesis menunjukkan rangkaian peak standar sudut 2 theta pada 11,277°; 22,783°; 34,467°; 38,610°; 46,284°; 59,983°; 61,891° (Gambar a). Untuk Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi berdasarkan JCPDS (*Joint Committe of*

Powder Diffraction Standard) 00-004-0829, memperlihatkan rangkaian refleksi pada dua theta 36,947°; 42,909°; 62,306° (Gambar b). Menggunakan *software* X'Pert HighScore Plus didapatkan kemiripan material Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan peak standar adalah masing masing sebesar 35% dan 42%. Sedangkan berdasarkan perhitungan kristalinitas didapatkan adalah sebesar 67,627% kristalinitas Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi terhadap Mg-Al hidrotalsit.



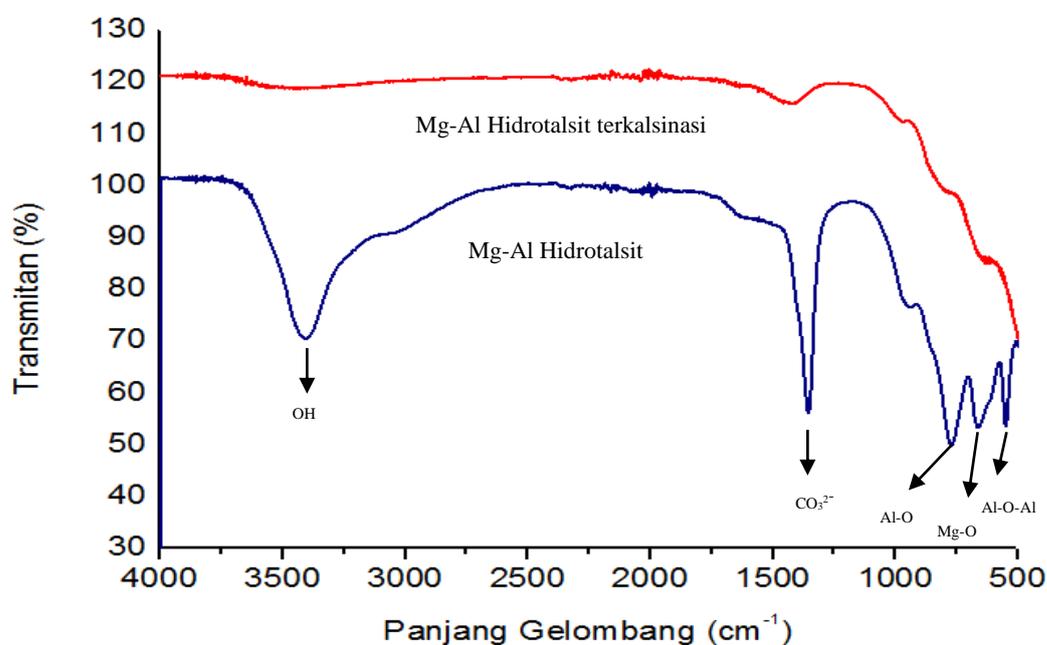
Gambar 4.3 Perbandingan difraktogram Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al Hidrotalsit terkalsinasi

Gambar 4.3 menunjukkan material hidrotalsit yang disintesa dengan rasio Mg/Al sebesar 3:1 memiliki puncak puncak pada sudut 2 theta 11,69°; 23,54°; 34,95 °; 39,4°; 47,0°; 60,83°; 62,83°. Puncak puncak pada material hidrotalsit hasil sintesa ini sesuai dengan JCPDS 00-022-0700 yaitu pada 2 theta 11,277°; 22,783°; 34,467°; 38,610°; 46,284°; 59,983°; 61,891°. Pada material hidrotalsit sintesa diperoleh nilai d sebesar 7,599 Å. Hasil ini sesuai dengan penelitian Kloprogge (2004) yang menunjukkan bahwa karakteristik hidrotalsit dengan anion antar lapis berupa CO_3^{2-} dicirikan pada harga d (*basal spacing*) sekitar 7,80 Å.

Material Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi akan membentuk campuran oksida Mg Al (Gambar 4.3), yang mana mempunyai karakteristik dua puncak yaitu pada sudut 2 theta 42,909° dan 62,306°. Difraktogram ini menunjukkan ciri khas untuk senyawa menyerupai MgO atau campuran padat menyerupai magnesia-alumina

yang terdapat dalam material campuran oksida Mg-Al (Kustrowski, 2004; Reichle, 1986). Setelah mengalami dekomposisi thermal ion aluminium (Al^{3+}) terdispersi pada kisi kisi MgO tanpa pembentukan fase yang terpisah (Constantino, 1995; Reichle, 1986).

Selain karakterisasi senyawa sintesa hidrotalsit menggunakan XRD, pada penelitian ini juga akan dilakukan analisis FTIR untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat di dalam material sintesa Mg-Al hidrotalsit. Hasil analisis FTIR pada senyawa Mg-Al hidrotalsit ini dilakukan pada panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} .



Gambar 4.4 Spektra FTIR Mg-Al hidrotalsit dan Mg-Al Hidrotalsit terkalsinasi

Pada gambar 4.4 terlihat bahwa seperti adanya gugus fungsi dari ion karbonat (CO_3^{2-}), dan puncak-puncak pada ikatan OH, Mg-O, Al-O, Al-O-Al. Berdasarkan spektra FTIR dapat dikatakan bahwa adanya vibrasi pada daerah 3407,62 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur OH dari gugus hidroksi di dalam lembaran-lembaran Mg-Al hidrotalsit. Panjang gelombang 1355 cm^{-1} menunjukkan adanya ion CO_3^{2-} . Pada panjang gelombang 772 cm^{-1} ; 666,98 cm^{-1} ; 550,36 cm^{-1} menunjukkan berturut-turut adanya gugus Al-O, Mg-O, Al-O-Al. Hal ini sesuai dengan Gomes (2011) dan Basahel, dkk (2014) bahwa gugus OH muncul

pada panjang gelombang 3200-3600 cm^{-1} , sementara gugus CO_3^{2-} muncul pada panjang gelombang 1270-1500 cm^{-1} . Gugus Al-O dan Al-O-Al muncul pada panjang gelombang sekitar 800, dan 560 cm^{-1} . Sedangkan gugus Mg-O muncul pada panjang gelombang 600-717 cm^{-1} (Basahel dkk, 2014; Gomes dkk, 2011; Kloprogge dkk, 2001). Pada spektra Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi gugus OH dan CO_3^{2-} hampir tidak ada setelah kalsinasi pada suhu 650°C, hal ini memperlihatkan bahwa dekomposisi thermal dari Mg-Al hidrotalsit akan melepaskan ion OH dan CO_3^{2-} (Gomes dkk, 2011; Kloprogge dkk, 2001).

4.4.2 Karakteristik katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Pada penelitian ini digunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi % loading promotor terhadap penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Katalis yang telah melalui proses preparasi katalis pada tahap sebelumnya akan dilakukan analisa BET untuk mengetahui luas permukaan katalis.

Tabel 4.4 Pengaruh % Loading Promotor terhadap Luas Permukaan Spesifik

| Katalis | | |
|-----------------------------------|---------|---|
| Katalis | Loading | Luas Permukaan Spesifik (m^2/g) |
| K/Mg Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % | 119,63 |
| | 5 % | 97,67 |
| | 10 % | 95,96 |
| Na/Mg Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % | 116,84 |
| | 5 % | 95,32 |
| | 10 % | 83,48 |

Pada penelitian ini, % loading promotor pada luas permukaan dari Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yang dihasilkan. Pada tabel 4.4, ditunjukkan hasil dari analisa luas permukaan partikel dengan menggunakan metode BET, yang mana terlihat bahwa semakin besar % *loading* promotor maka luas permukaan dari hidrotalsit akan menurun. Penurunan luas permukaan ini disebabkan oleh inti aktif

yang terdoposisi sehingga menutupi mulut pori atau saluran pori penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Katalis yang memberikan luas permukaan paling besar adalah 2,5 % K/Mg Al hidrotalsit dan yang memberikan luas permukaan spesifik paling kecil adalah 10% Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yaitu berturut turut 119,63 dan 83,48 m²/g.

Tabel 4.5 % Loading Promotor pada Penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| Katalis | Loading Promotor | Kandungan aktual logam (%) | |
|-----------------------------------|------------------|----------------------------|------|
| | | K | Na |
| K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 10% | 8,50 | - |
| Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 10% | - | 8,85 |

Analisis secara kuantitatif untuk mengetahui jumlah logam K dan Na yang dapat teremban dalam katalis dilakukan dengan menggunakan *Atomic Adsorption Spectroscopy* (AAS). Hasil analisis kuantitatif kandungan logam K dan Na dengan AAS disajikan pada Tabel 4.5.

Pada penelitian ini untuk 10% loading promotor didapat kandungan logam yang teremban pada penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah sebesar 8,50% untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan 8,85 % untuk katalis Na/Mg-Al terkalsinasi hidrotalsit. Hal ini disebabkan karena logam Na memiliki karakteristik yang berbeda dengan logam K yang dapat dilihat pada tabel 4.6.

Tabel 4.6 Perbandingan jari jari atom dan berat molekul logam K dan Na

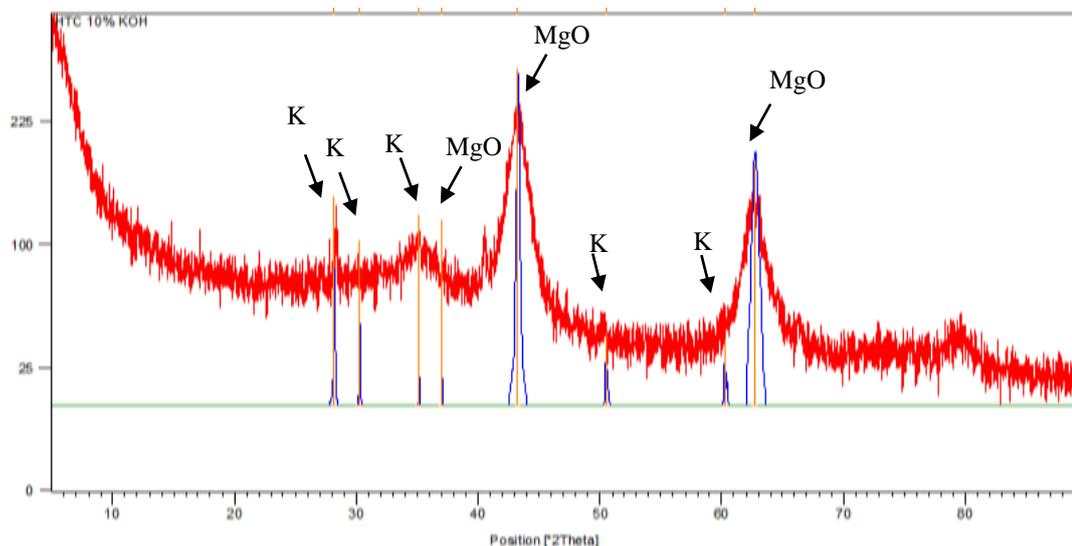
| Logam | Jari jari atom (pm) | Massa atom |
|-------|---------------------|------------|
| K | 227 | 39,0983 |
| Na | 186 | 22,9897 |

Sumber : Petrucci dkk, 2010

Pada tabel 4.6 terlihat bahwa logam K memiliki jari jari atom sebesar 227 pm dan massa atom 39,0983. Sedangkan logam Na memiliki jari jari sebesar 189 pm dan massa atom 22,9897. Logam K memiliki jari jari atom dan massa atom yang lebih besar dibandingkan dengan Na. Jari jari atom dan massa atom yang lebih

kecil akan lebih mudah untuk masuk ke dalam pori pori penyangga Mg-Al hidrotalsit yang mempunyai diameter pori rata rata sebesar 16,6227 nm (hasil analisa BET). Hal ini menyebabkan kandungan logam Na yang terdeposisi lebih banyak dibandingkan dengan deposisi logam K pada penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

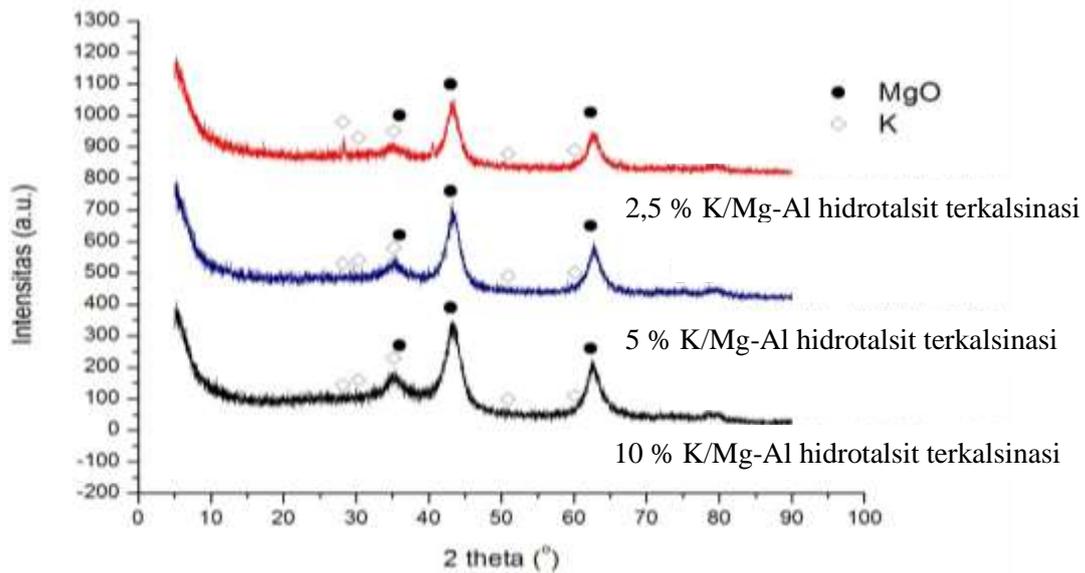
Analisa kualitatif logam yang terimpreg dapat diketahui dari pola difraksi *X-Ray Diffraction* (XRD) dari katalis dengan loading K dan Na dapat dilihat pada gambar dibawah ini. Dengan menggunakan software X'Pert Highscore plus dapat mengidentifikasi senyawa yang muncul pada katalis 10% loading K/Mg-Al hidrotalsit seperti terlihat pada gambar 4.5. Puncak K terlihat muncul pada 2 theta 28,15°, 30,29°, 35,16°, 50,9° dan 60,1°.



Gambar 4.5 Difraktogram katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan 10% loading K

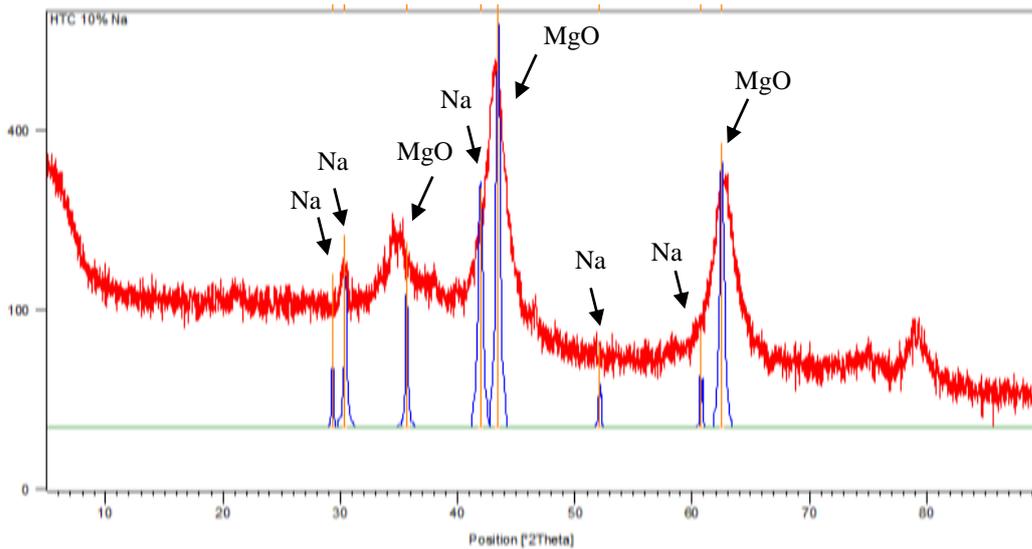
Selanjutnya, difraktogram katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi loading K yaitu 2,5 %; 5 % dan 10 % terlihat pada gambar 4.6. Dari hasil analisa yang telah dilakukan, pola XRD identik dengan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yaitu pada 2 theta = 36,947°; 42,909°; 62,306°. Sedangkan puncak K muncul pada 2 theta 28,15°, 30,29°, 35,16°, 50,9° dan 60,1° (JCPDS 00-0001-0496). Puncak K yang muncul memiliki intensitas yang rendah. Hal ini menunjukkan logam K terdispersi dengan baik pada penyangga membentuk *monolayer* (satu

lapisan), yang mana mengalami interaksi antara logam K dengan penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (Xie dan Li, 2006).



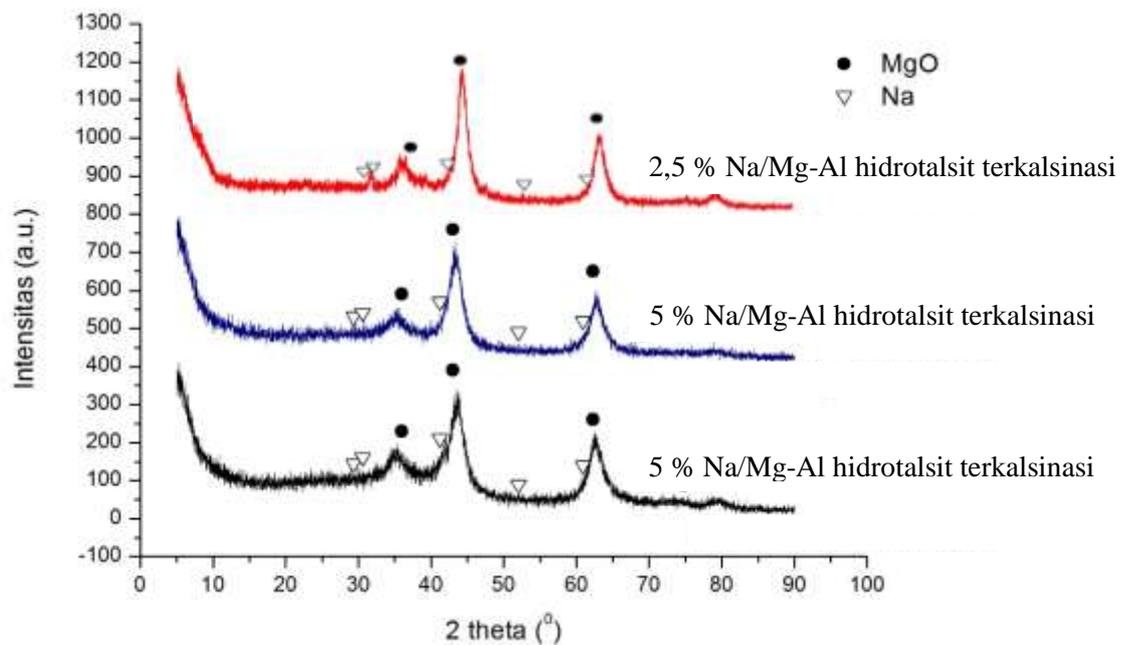
Gambar 4.6 Difraktogram katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi % loading promotor

Pada gambar 4.7 menunjukkan difraktogram katalis Na/Mg-Al hidrotalsit dengan variasi loading 10 %. Puncak Na terlihat muncul pada 2 theta 29,35°; 30,5°; 41,989°; 52,054 °; 60,885 ° (JCPDS 00-004-0829). Difraktogram juga menunjukkan puncak puncak untuk standar Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (2 theta = 36,947°; 42,909°; 62,306°).



Gambar 4.7 Difraktogram katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan 10% loading Na

Selanjutnya, difraktogram katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi loading Na yaitu 2,5 %; 5 % dan 10 % terlihat pada gambar 4.8. Dari hasil analisa yang telah dilakukan, pola XRD identik dengan Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yaitu pada 2 theta = 36,95°; 43°; 62,5°. Sedangkan puncak Na muncul pada 2 theta 29,35°; 30,5°; 41,989 °; 52,054 °; 60,885 ° (JCPDS 00-0004-0826). Puncak Na yang muncul memiliki intensitas yang rendah. Hal ini menunjukkan logam Na terdispersi dengan baik pada penyangga membentuk *monolayer* (satu lapisan), yang mana mengalami interaksi antara logam Na dengan penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (Xie dan Li, 2006).

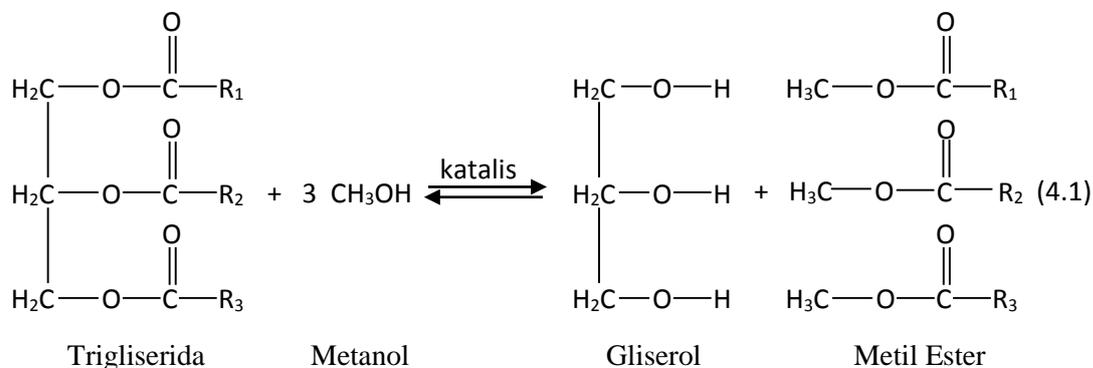


Gambar 4.8 Difraktogram katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan variasi % loading promotor

4.5 Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit

Reaksi transesterifikasi secara alami bersifat reversible (bolak – balik). Beberapa faktor yang mempengaruhi supaya reaksi bergeser ke kanan menuju pembentukan produk, antara lain temperatur reaksi, tekanan, serta reaktan eksces.

Berdasarkan stoikiometri reaksi transesterifikasi, satu mol trigliserida bereaksi dengan tiga mol metanol membentuk tiga mol metil ester dan satu mol gliserol.



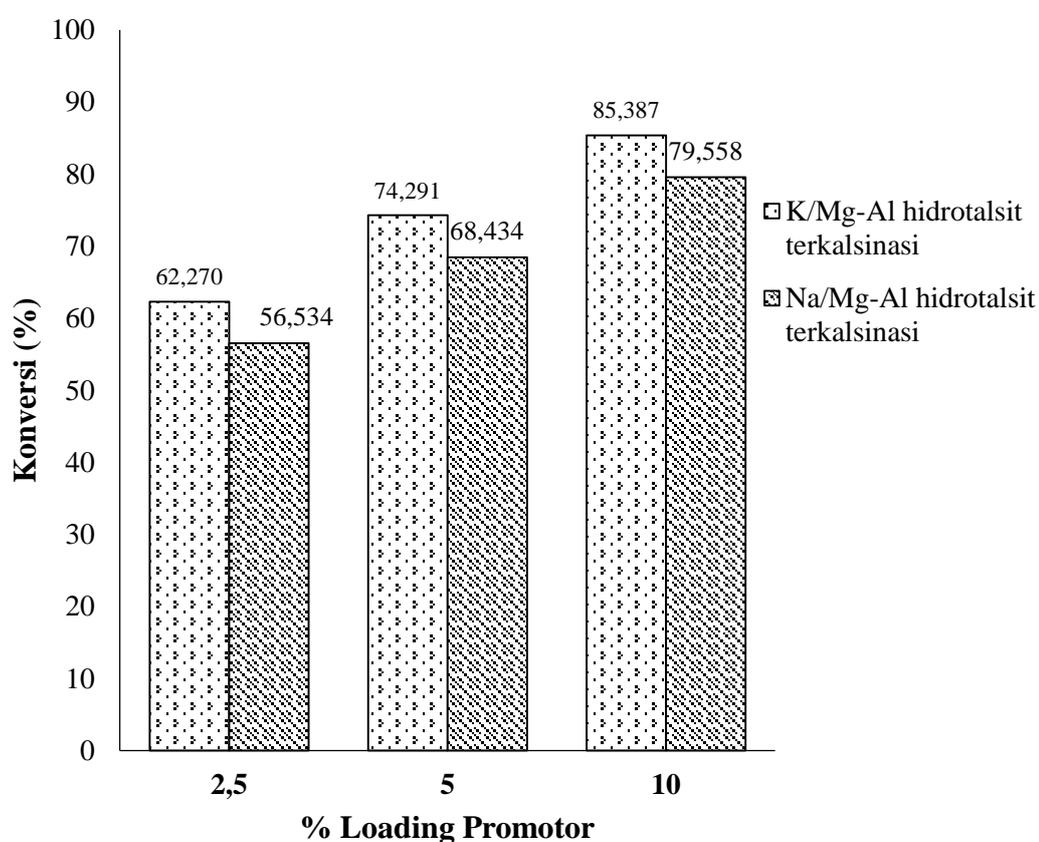
Pada penelitian ini, digunakan metanol eksese dengan perbandingan molar minyak sawit terhadap metanol sebesar 1:9; 1:12; 1:15 dan digunakan 5% berat katalis terhadap minyak sawit, serta temperatur reaksi 60 °C selama 5 jam. Reaktor *batch* yang digunakan dalam proses transesterifikasi ini yaitu berupa rangkaian peralatan yang terdiri dari labu leher tiga.

Sebelum dicampurkan ke dalam labu leher tiga, minyak serta metanol dan katalis, dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 60 °C pada tempat yang terpisah. Hal ini dilakukan untuk pengondisian awal, sehingga setelah minyak serta campuran metanol dan katalis dimasukkan ke dalam reaktor, maka pada saat itu, waktu reaksi adalah nol.

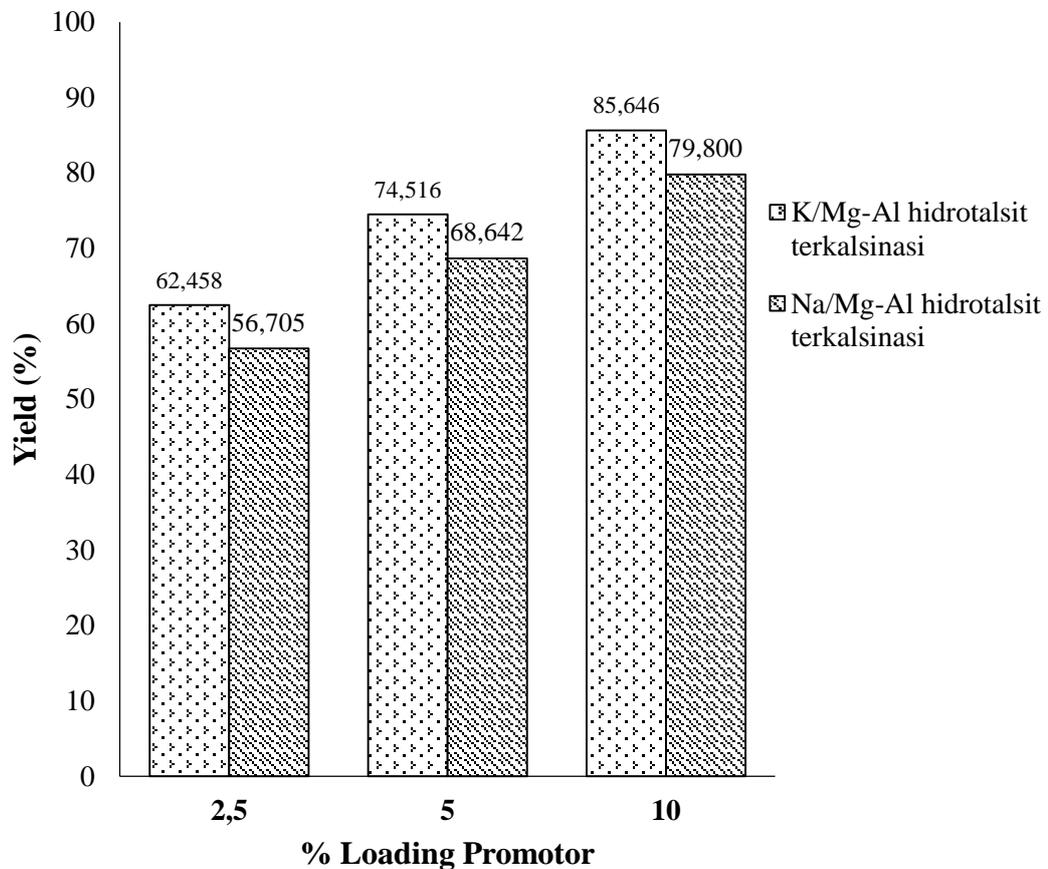
Minyak dan metanol merupakan dua senyawa yang *immiscible*, dan campuran dalam proses transesterifikasi tersebut terjadi dalam tiga fase yaitu minyak, metanol, dan katalis. Setelah mengalami proses transesterifikasi, produk dipisahkan pada corong pemisah. Setelah 24 jam, produk akan terbentuk 3 lapisan, dengan lapisan paling bawah merupakan gliserol bercampur dengan katalis, lapisan tengah yaitu *fatty acid methyl ester* (FAME) yang bercampur dengan minyak sisa reaksi, serta lapisan atas yang merupakan metanol. FAME yang dihasilkan berwarna kuning cerah, dan metanol berwarna bening.

Pada gambar 4.9 dan gambar 4.10 menunjukkan hasil konversi reaksi dan yield transesterifikasi dengan menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

Dari kedua diagram tersebut, terlihat bahwa semakin besar % loading promotor pada katalis dapat menghasilkan konversi reaksi dan yield yang semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa logam K dan Na berperan sebagai logam aktif dan memberikan sisi basa (*basic site*) pada permukaan katalis, yang mana katalis basa aktif terhadap reaksi transesterifikasi. Ilgen dan Alkin (2009) menyatakan bahwa *basicity* lebih penting dibandingkan dengan *surface area* di dalam mempengaruhi aktivitas katalis untuk reaksi transesterifikasi minyak canola.



Gambar 4.9 Pengaruh % loading promotor terhadap konversi reaksi pada kondisi operasi ($T=60^{\circ}\text{C}$, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)

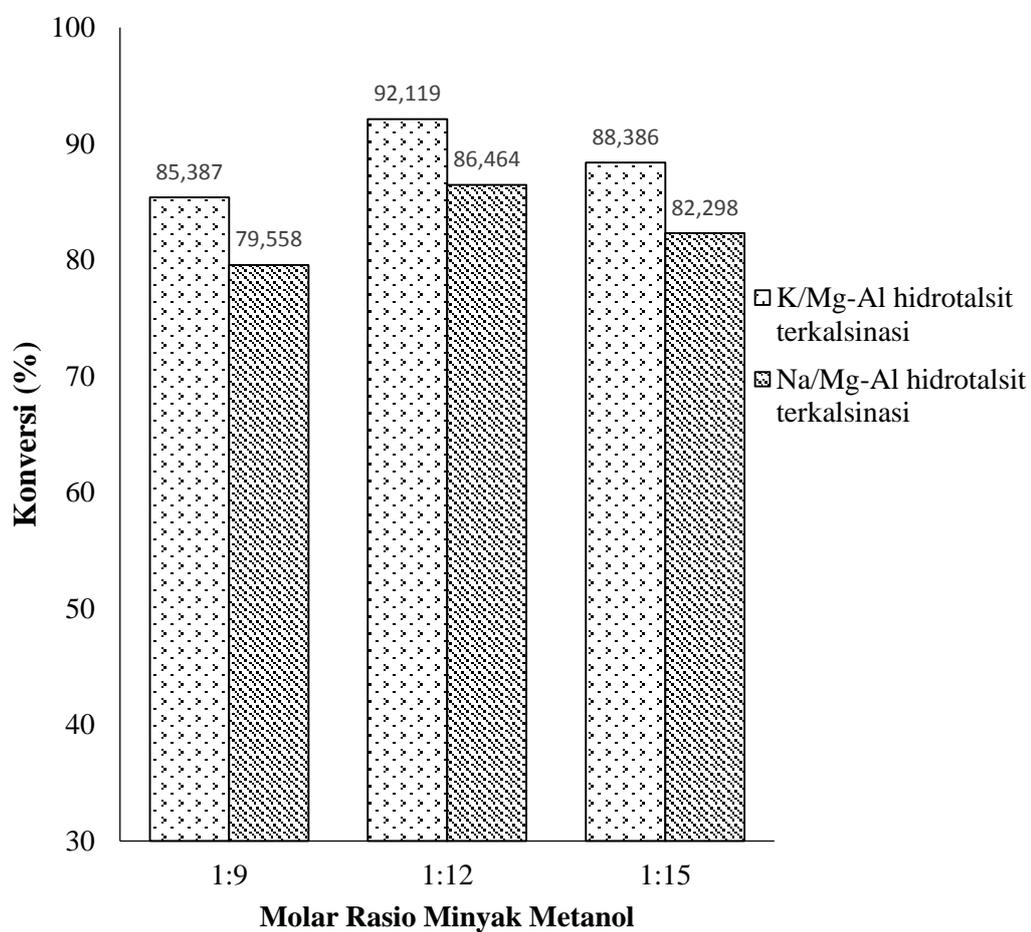


Gambar 4.10 Pengaruh % loading promotor terhadap yield pada kondisi operasi (T=60°C, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)

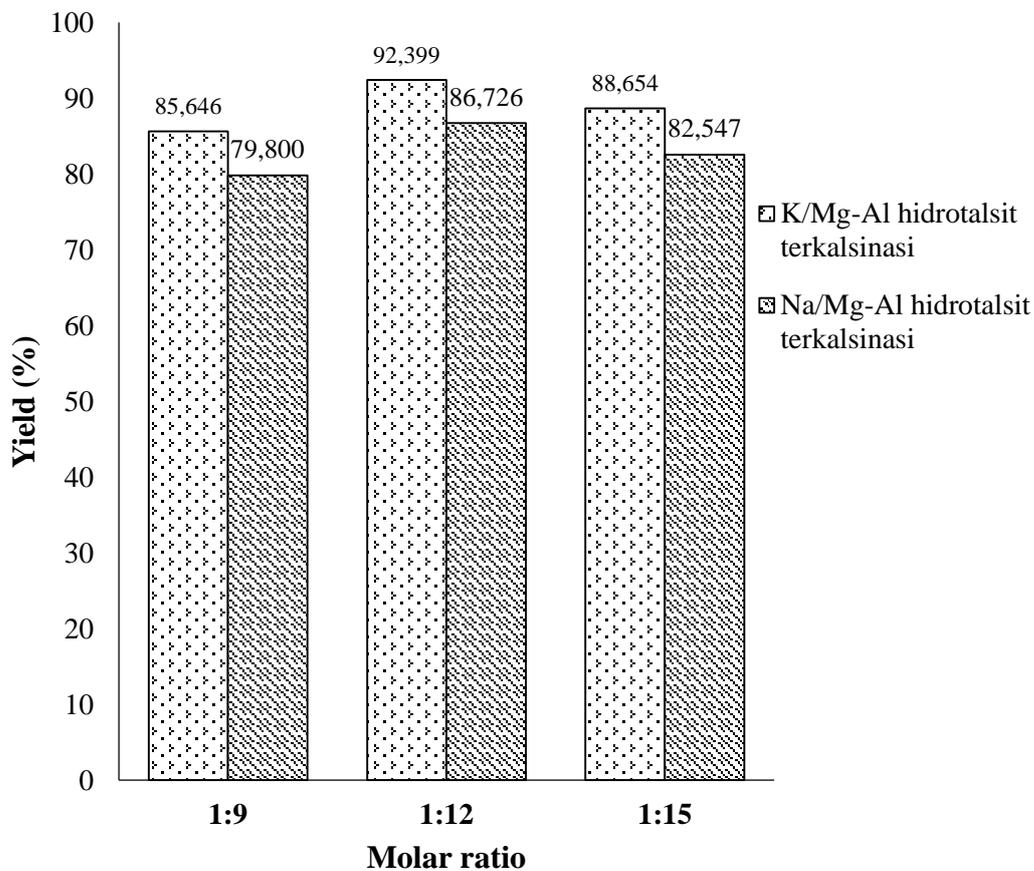
Pada penelitian ini menggunakan kondisi operasi pada suhu 60°C, massa katalis sebesar 5%, ratio minyak metanol sebesar 1:9 dan waktu reaksi 5 jam. Katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dengan 10% loading K menghasilkan konversi dan yield tertinggi berturut-turut adalah sebesar 85,387 % dan 85,646%. Katalis Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dengan 10% loading Na menghasilkan konversi dan yield tertinggi berturut-turut adalah sebesar 79,558 % dan 79,800%.

Maka dari itu katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dan Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dengan % loading 10 yang nantinya akan digunakan untuk uji variasi molar minyak metanol 1:9 1:12 dan 1:15. Pengaruh ratio minyak metanol

terhadap konversi reaksi dan yield untuk katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dapat dilihat pada gambar dibawah (Gambar 4.11 dan Gambar 4.12).



Gambar 4.11 Pengaruh ratio minyak metanol terhadap konversi reaksi pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)

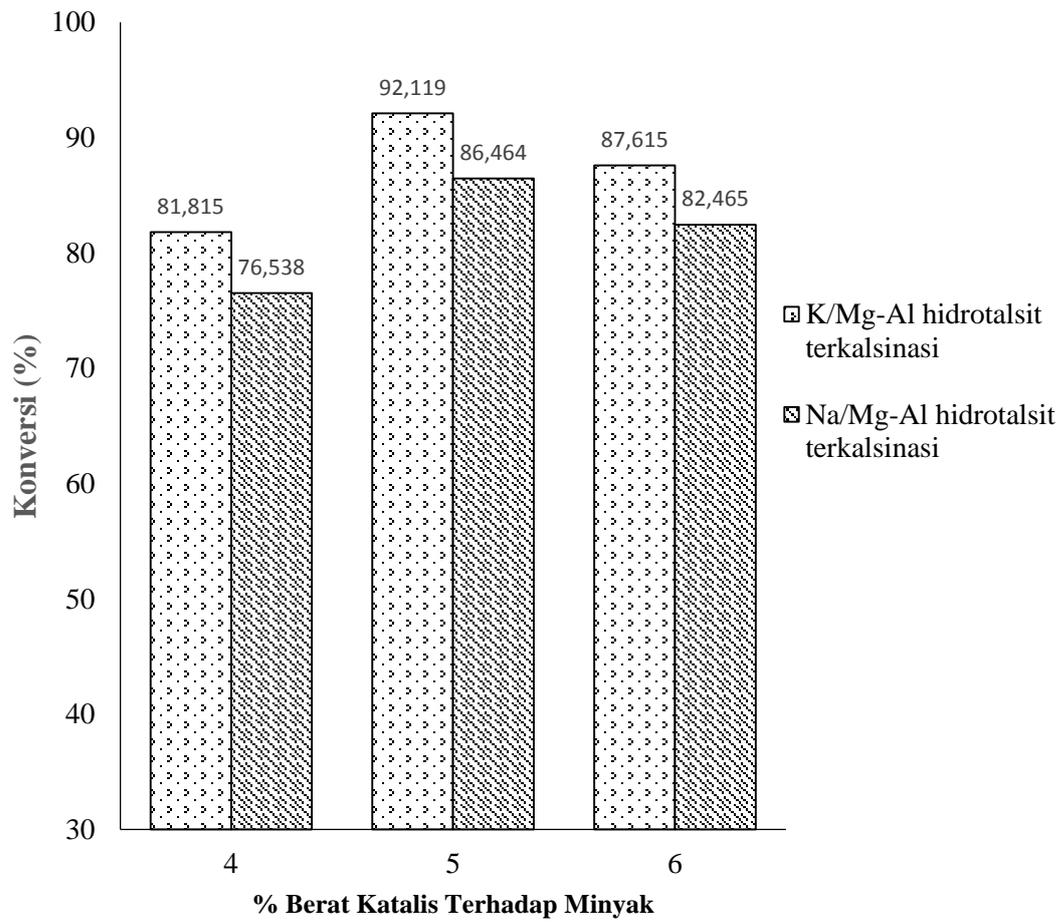


Gambar 4.12 Pengaruh ratio minyak metanol terhadap yield pada kondisi operasi (T=60°C, loading promotor 10%, berat katalis 5%)

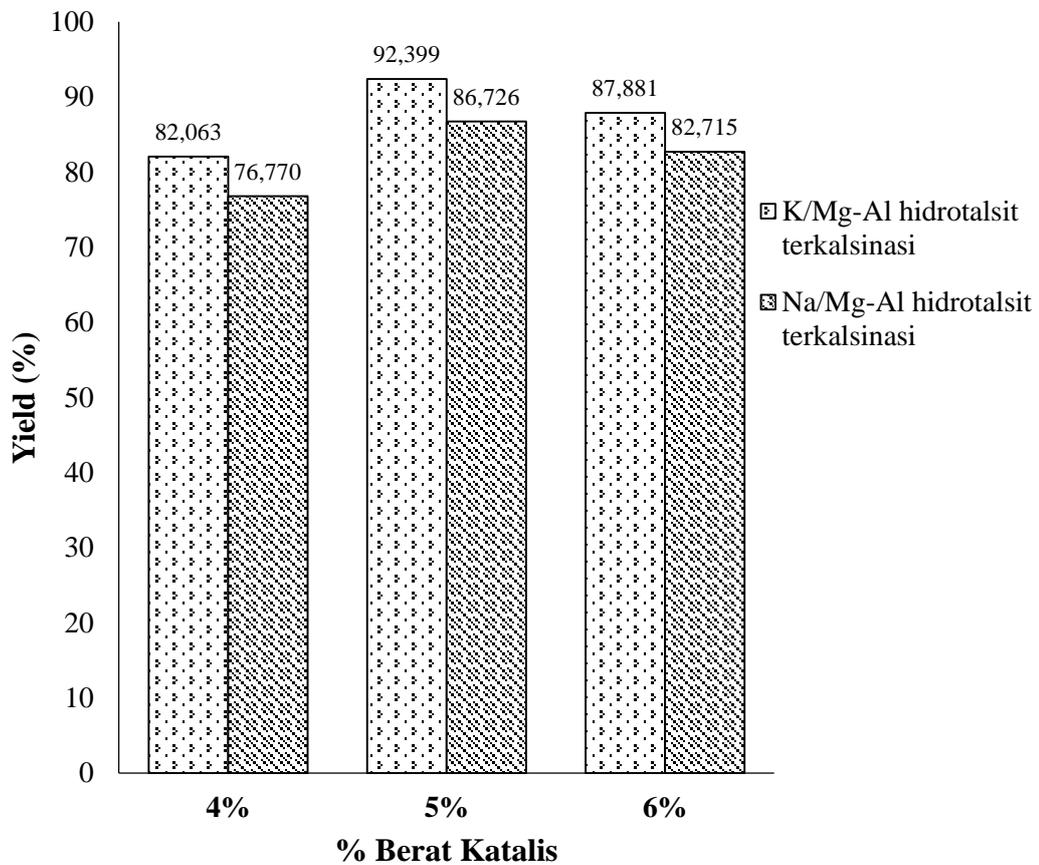
Penelitian ini untuk menentukan excess metanol yang terbaik dilakukan dengan memvariabelkan perbandingan molar minyak sawit terhadap metanol mulai 1:9 sampai dengan 1:15 dan menggunakan 5% berat katalis terhadap minyak sawit, temperatur reaksi 60°C selama 5 jam dan 10% loading promotor terhadap katalis. Gambar 4.11 dan Gambar 4.12 menunjukkan bahwa kenaikan perbandingan 1:9 hingga 1:12 menunjukkan kenaikan terhadap konversi reaksi dan yield. Akan tetapi ketika perbandingan molar diperbesar menjadi 1:15, konversi dan yield biodiesel mengalami penurunan.

Katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dengan molar ratio 1:12 menghasilkan konversi reaksi dan yield tertinggi yaitu sebesar 92,119% dan 92,399%. Sedangkan katalis Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dengan molar ratio 1:12 menghasilkan konversi reaksi dan yield tertinggi yaitu sebesar 86,464% dan 86,726%.

Pada kedua katalis yaitu K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi ratio minyak metanol 1:15 menghasilkan konversi dan yield yang lebih kecil dibandingkan pada ratio 1:12. Hal ini disebabkan ketika perbandingan molar terlalu kecil membuat reaksi transesterifikasi tidak optimum karena pengaruh excess metanol belum mampu mendorong reaksi kearah produk, sehingga konversi yang dihasilkan kecil. Demikian sebaliknya jika perbandingan molar terlalu besar, maka akan menimbulkan kendala untuk me-recycle metanol dan juga menurunkan kemurnian produk (biodiesel) karena metanol mampu melarutkan gliserol sehingga membuat gliserol menjadi satu fase dengan minyak yang tidak bereaksi dan biodiesel yang terbentuk, berakibat menurunkan kadar biodiesel di dalam produk. Huaping, dkk (2006) menyatakan bahwa berlebihan metanol dalam transesterifikasi *jatropha curcas oil* menyebabkan sulitnya pemurnian produk sintesis biodiesel. Kondisi ini membutuhkan energi yang besar untuk me-recovery metanol yang tidak bereaksi. Perbedaan perbandingan molar terbaik dipengaruhi oleh tipe katalis. Katalis basa membutuhkan metanol lebih sedikit untuk transesterifikasi trigliserida apabila dibandingkan dengan katalis asam. (Ma dan Hanna, 1999; Leung dkk, 2010).



Gambar 4.13 Pengaruh berat katalis terhadap terhadap konversi reaksi minyak kelapa sawit pada kondisi operasi ($T=60^{\circ}\text{C}$, loading promotor 10%, berat katalis 5%)



Gambar 4.14 Pengaruh berat katalis terhadap minyak kelapa sawit pada kondisi operasi ($T=60^{\circ}\text{C}$, loading promotor 10%, berat katalis 5%)

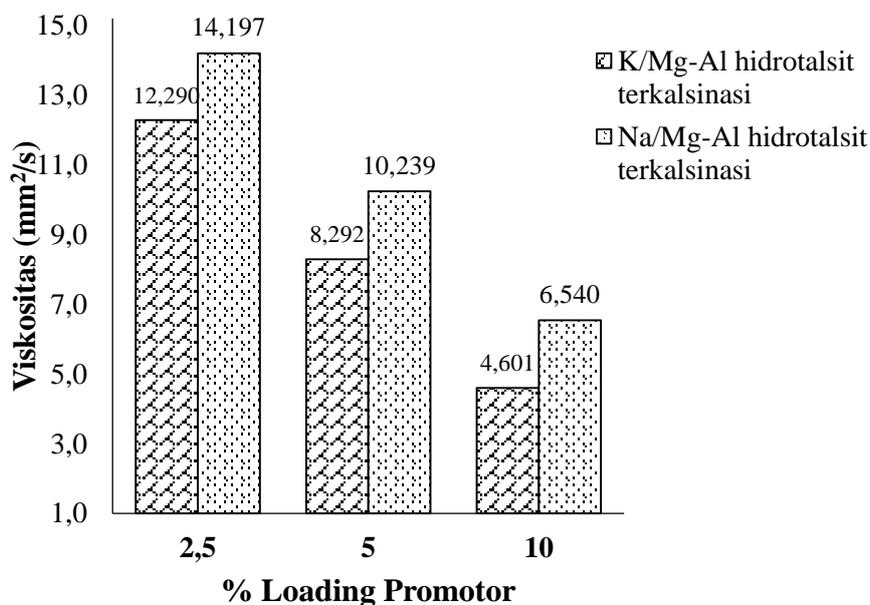
Penelitian ini untuk menentukan % berat katalis yang terbaik dilakukan dengan memvariabelkan perbandingan % berat katalis terhadap minyak kelapa sawit mulai 4% sampai dengan 6% dan menggunakan 10 % loading promotor dan rasio minyak metanol sebesar 1:12 pada temperatur reaksi 60°C selama 5 jam. Gambar 4.13 dan Gambar 4.14. menunjukkan bahwa kenaikan berat katalis 4% hingga 5% menunjukkan kenaikan terhadap konversi reaksi dan yield. Akan tetapi ketika berat katalis diperbesar menjadi 6%, konversi biodiesel mengalami penurunan.

Pada gambar 4.13 mengindikasikan bahwa reaksi transesterifikasi sangat bergantung pada penggunaan katalis. katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

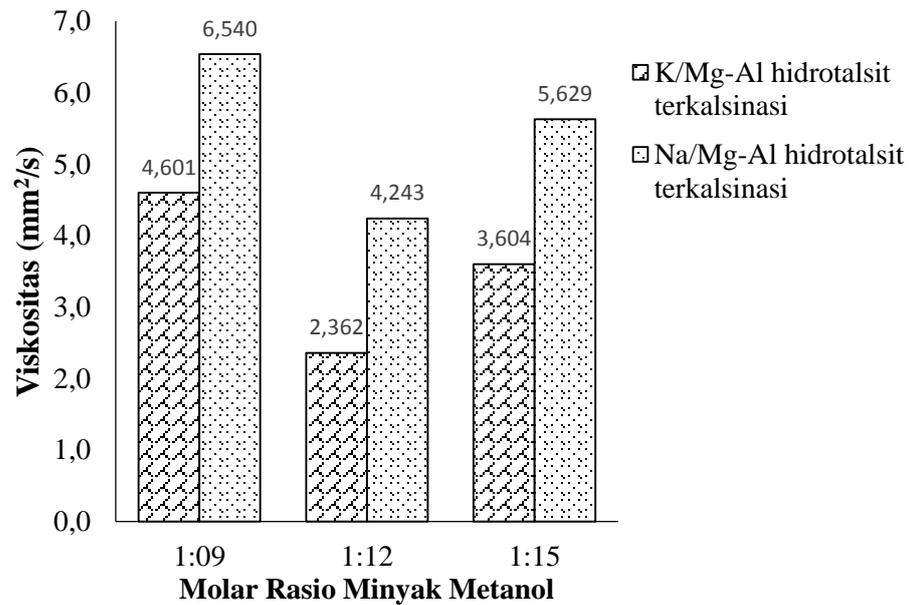
menghasilkan konversi terbesar adalah pada 5% berat katalis yaitu sebesar 92,119 %. Sedangkan pada katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi menghasilkan konversi terbesar juga pada 5 % berat katalis yaitu sebesar 86,464 %. Pada kedua katalis dengan 6 % berat katalis menghasilkan konversi yang lebih kecil dibandingkan 5 % berat katalis. Hal ini disebabkan karena campuran katalis dan reaktan menjadi sangat viskous. Ketika % berat katalis yang ditambahkan tidak mencukupi, maka konversi maksimum tidak bisa didapatkan. Maka dari itu diperlukan variasi % berat katalis (Ilgen dan Akin, 2008).

Pengaruh viskositas terhadap variabel % loading promotor, molar rasio minyak metanol dan berat katalis terhadap minyak

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa % loading promotor mempengaruhi viskositas produk. Semakin tinggi % loading promotor akan menambah sisi aktif sehingga meningkatkan kualitas produk biodiesel. Hal ini ditandai dengan menurunnya viskositas biodiesel seiring dengan bertambahnya % loading promotor.

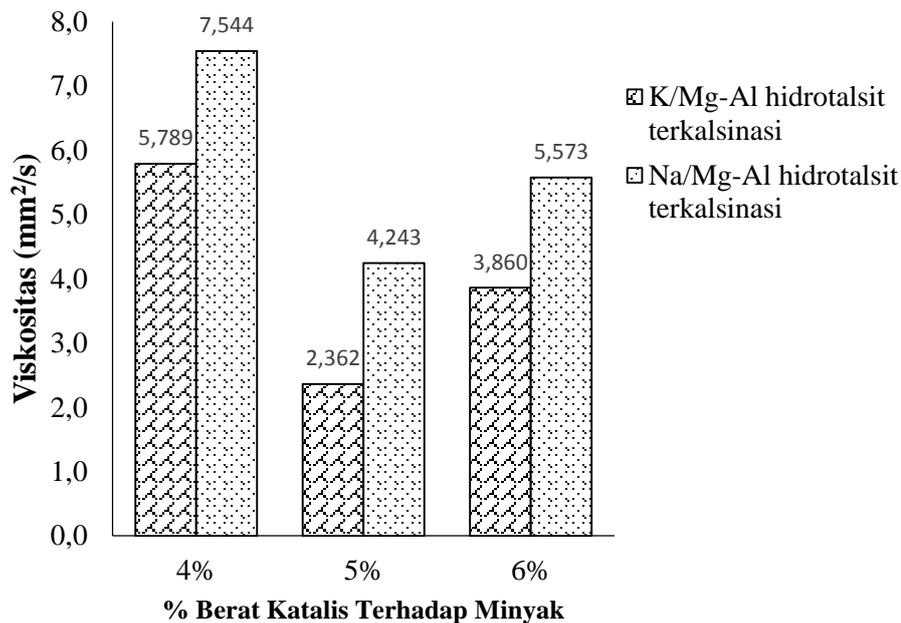


Gambar 4.15 Pengaruh % loading promotor terhadap viskositas produk pada kondisi operasi (T=60°C, molar rasio minyak metanol 1:9, berat katalis 5%)



Gambar 4.16 Pengaruh ratio minyak metanol terhadap viskositas produk pada kondisi operasi ($T=60^{\circ}\text{C}$, loading promotor 10%, berat katalis 5%)

Gambar 4.16 menunjukkan bahwa molar ratio minyak metanol mempengaruhi viskositas produk. Pada ratio molar 1:09 hingga 1:12 viskositas produk mengalami penurunan. Sedangkan pada ratio molar 1:12 hingga 1:15 mengalami kenaikan. Hal ini disebabkan metanol yang terlalu berlebih melarutkan gliserol dan akan menjadi satu fase dengan minyak yang tidak bereaksi dan biodiesel yang terbentuk sehingga menurunkan kualitas biodiesel. Hal ini ditandai dengan meningkatnya viskositas biodiesel.

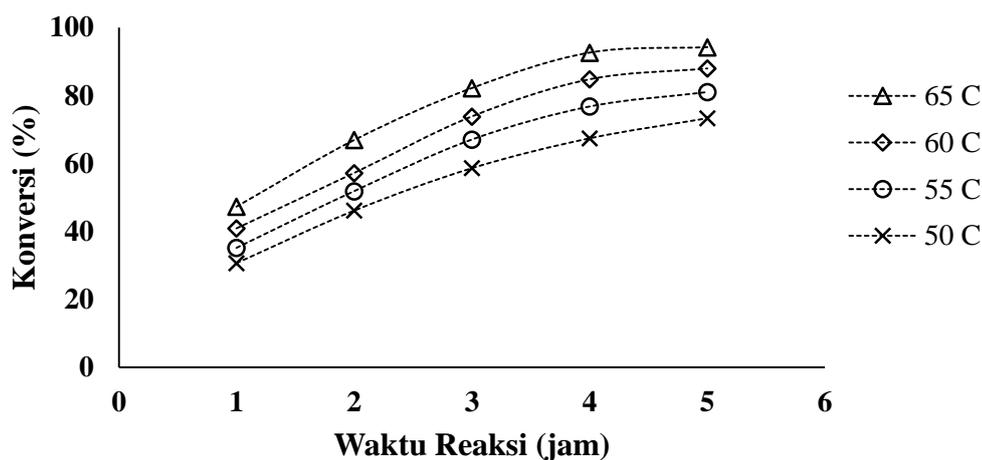


Gambar 4.17 Pengaruh berat katalis terhadap viskositas produk minyak kelapa sawit pada kondisi operasi ($T=60^{\circ}\text{C}$, loading promotor 10%, berat katalis 5%)

Gambar 4.17 menunjukkan bahwa berat katalis yang digunakan mempengaruhi viskositas produk. Pada berat katalis 4% hingga 5% menurunkan viskositas produk sedangkan pada berat katalis 5% hingga 6% menaikkan viskositas produk. Hal ini disebabkan karena pada berat katalis 4% hingga 5% semakin memperbanyak jumlah katalis sehingga meningkatkan jumlah tumbukan antar molekul sehingga menurunkan viskositas. sedangkan pada berat katalis 5% hingga 6% jumlah katalis yang ditambahkan terlalu banyak sehingga menyebabkan larutan terlalu viskous dan menurunkan kualitas biodiesel. Hal ini ditandai dengan meningkatkan viskositas.

4.6 Pengaruh waktu reaksi dan suhu reaksi terhadap konversi pada transesterifikasi minyak kelapa sawit

Transesterifikasi juga sangat dipengaruhi oleh suhu reaksi dan dapat dilakukan pada berbagai temperatur. Umumnya dalam proses *batch* dilakukan pada suhu yang mendekati titik didih alkohol (Zabeti dkk, 2010).



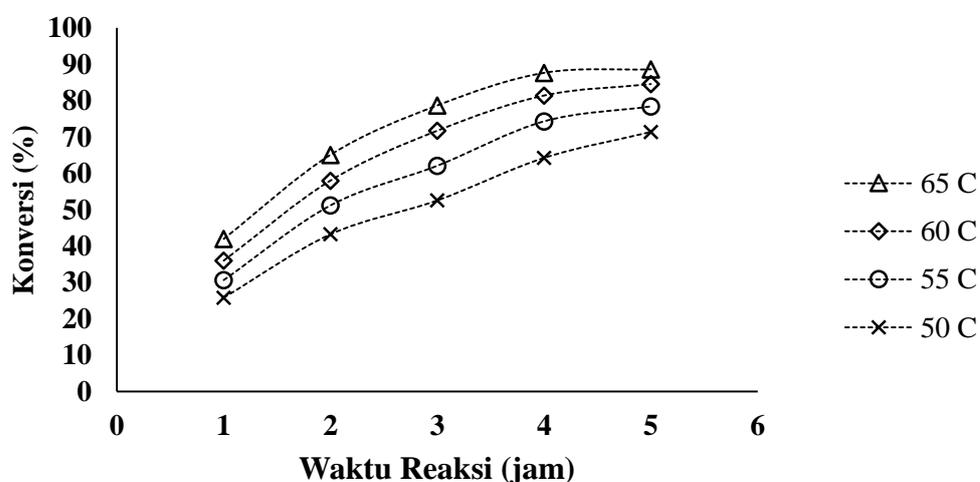
Gambar 4.18 Pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi terhadap konversi reaksi pada katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan kondisi operasi (loading promotor 10%, molar minyak metanol 1:12, berat katalis 5%)

Pada gambar 4.18 diatas menunjukkan pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi terhadap hasil konversi reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Pada penelitian ini menggunakan loading promotor 10%, molar rasio minyak metanol 1:12 dan berat katalis 5%.

Dari grafik tersebut, terlihat bahwa semakin lama waktu reaksi konversi yang dihasilkan juga bertambah. Hal ini disebabkan karena pada reaksi transesterifikasi penambahan waktu reaksi sangat menentukan besarnya konversi yang diperoleh. Semakin lama reaksi dijalankan, maka konversi yang dicapai semakin tinggi, karena kesempatan tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi makin besar (Sivakumar dkk, 2012). Dari grafik diatas konversi terbesar untuk

pembuatan FAME menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yaitu pada suhu 65⁰C dan waktu reaksi 5 jam dengan konversi sebesar 94,197%.

Pada gambar 4.19 menunjukkan pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi terhadap hasil konversi reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Pada penelitian ini menggunakan loading promotor 10%, molar rasio minyak metanol 1:12 dan berat katalis 5%.



Gambar 4.19 Pengaruh waktu reaksi untuk masing masing suhu operasi pada katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan kondisi operasi (loading promotor 10%, molar minyak metanol 1:12, berat katalis 5%)

Dari grafik tersebut, terlihat bahwa semakin lama waktu reaksi konversi yang dihasilkan juga bertambah. Hal ini disebabkan karena pada reaksi transesterifikasi penambahan waktu reaksi sangat menentukan besarnya konversi yang diperoleh. Semakin lama reaksi dijalankan, maka konversi yang dicapai semakin tinggi, karena kesempatan tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi makin besar (Sivakumar dkk, 2012). Dari grafik diatas konversi terbesar untuk pembuatan FAME menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yaitu pada suhu 65⁰C dan waktu reaksi 5 jam dengan konversi sebesar 88,594%.

Selain pengaruh waktu reaksi, gambar 4.18 dan gambar 4.19 juga memperlihatkan pengaruh suhu operasi terhadap konversi reaksi. Pada penelitian

ini digunakan suhu operasi mulai 50⁰C hingga 65⁰C. Terlihat bahwa suhu operasi mulai 50⁰C hingga 65⁰C mengalami kenaikan konversi. Hal ini terjadi karena pada suhu yang lebih tinggi maka laju reaksi akan semakin cepat. Pada suhu yang lebih tinggi, energi kinetik yang dimiliki oleh molekul pereaksi semakin besar dan menyebabkan peluang terjadinya reaksi semakin besar. Selain itu berdasarkan teori Arrhenius, hal ini menyebabkan konstanta kecepatan reaksi yang naik seiring dengan naiknya temperatur reaksi dan akhirnya berdampak pada meningkatnya kecepatan reaksi. Pada suhu 65⁰C dan waktu reaksi 5 jam didapatkan konversi yang terbesar. Pada suhu 65⁰C mencapai titik didih metanol yaitu 64,8⁰C sehingga memungkinkan sebagian metanol berdifusi ke dalam minyak dalam fase gas.

Untuk mengetahui regime yang mengontrol, maka dapat digunakan modulus *Thiele* (M_T) dengan persamaan sebagai berikut (Levenspiel, 1999) :

$$M_T = L \sqrt{\frac{k}{D_e}} \quad (4-3)$$

Karena katalis yang digunakan adalah powder maka $L = R/3$, sehingga persamaan (4-2) menjadi

$$M_T = \frac{R}{3} \sqrt{\frac{k}{D_e}} \quad (4-4)$$

D_e yang merupakan koefisien difusivitas efektif dari trigliserida dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut (Seader and Henley, 2006) :

$$D_e = \frac{D \cdot \epsilon_p K_r}{\tau_p} \quad (4-5)$$

dimana :

D = koefisien difusi molekul

ϵ_p = porositas partikel

K_r = faktor restriktif

τ_p = parameter *tortuosity*

Dari hasil perhitungan, untuk harga k sebesar 0,1387/menit diperoleh harga M_T sebesar 0,1378 untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Sedangkan harga k sebesar 0,1052/menit diperoleh harga M_T sebesar 0,1025 untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi. Harga M_T yang diperoleh lebih kecil dari 0,4. Berdasarkan hal tersebut, maka regime yang mengontrol pada penelitian ini adalah *regime* reaksi kimia (Levenspiel, 1999).

IV.5 Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

Proses transesterifikasi adalah reaksi Trigliserida (TG) dengan alkohol rantai pendek yang mana biasanya digunakan metanol (MeOH) untuk membentuk Fatty Acid Metil Ester atau yang lebih dikenal dengan biodiesel (Kusdiana dan Saka, 2001). Trigliserida adalah komponen utama pada minyak nabati (Pasaribu, 2004).

Reaksi transesterifikasi terjadi dalam tiga tahap, seperti diuraikan pada Persamaan (2-2) sampai dengan Persamaan (2-4). Pada persamaan tersebut terbentuk produk intermediet (antara) berupa DG (digliserida) dan MG (Monogliserida). satu mol metil ester dihasilkan dengan reaksi satu mol pada setiap tahapnya. Dan keenam konstanta laju reaksi dilaporkan dalam literatur dimana reaksi Trigliserida menjadi metil ester ditunjukkan dengan Persamaan (2-1). Maka dalam pemodelan kinetika diambil beberapa asumsi yaitu :

- Reaksi yang terjadi adalah reaksi satu arah, karena digunakan metanol yang berlebih (Disakov dkk, 1999).
- Mengabaikan produk produk intermediet antara digliserida dan monogliserida. Produk akhir yang diinginkan adalah FAME sehingga mekanisme dapat disederhanakan menjadi satu tahap reaksi tidak dapat balik (*irreversible reaction*) (Kusdiana dan Saka, 2001), sehingga persamaan menjadi berikut dan mengikuti kinetika orde empat.



$$-r_{TG} = \frac{-dC_{TG}}{dt} = k [C_{TG}] [C_{MeOH}]^3 \quad (4-7)$$

- Penelitian ini menggunakan perbandingan mol minyak dengan metanol adalah sebesar 1:12, sehingga metanol yang digunakan sangat berlebih maka konsentrasi metanol dianggap konstan. Reaksi diasumsikan mengikuti orde satu semu (Kusdiana dan Saka, 2001 dan Vujicic dkk, 2009). Sehingga persamaan menjadi

$$-r_{TG} = \frac{-dC_{TG}}{dt} = k [C_{TG}] \quad (4-8)$$

Katalis yang digunakan merupakan katalis heterogen, sehingga persamaan laju reaksi mempertimbangkan berat katalis dan volume reaktan. Persamaan laju reaksi yang digunakan merupakan hasil integrasi persamaan 4-9 sampai persamaan 4-12

$$\frac{t}{C_{TGO}} = \frac{V}{W} \int_0^{X_{TG}} \frac{dX_{TG}}{-r_A} \quad (4-9)$$

karena $-r_A$ adalah $k [C_{TG}]$ maka persamaan 4-8 dapat diubah menjadi

$$\frac{t}{C_{TGO}} = \frac{V}{W} \int_0^{X_{TG}} \frac{dX_{TG}}{k C_{TG}} \quad (4-10)$$

Karena $C_{TG} = C_{TGO}(1 - X_{TG})$ maka persamaan 4-8 menjadi

$$\frac{t}{C_{TGO}} = \frac{V}{W} \int_0^{X_{TG}} \frac{dX_{TG}}{k C_{TGO} (1 - X_{TG})} \quad (4-10)$$

Setelah diintegrasikan persamaan 4-10 menjadi persamaan 4-11

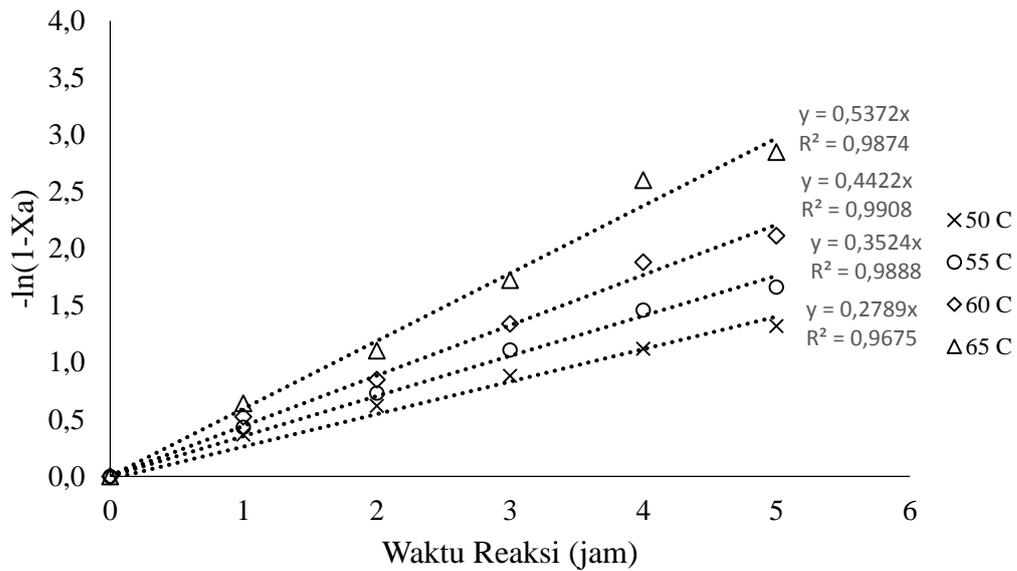
$$\frac{t}{C_{TGO}} = \frac{V}{W} \frac{1}{k C_{TGO}} [-\ln(1 - X_{TG})] \quad (4-11)$$

$$\frac{W k}{V} t = [-\ln(1 - X_{TG})] \quad (4-12)$$

(Levenspiel, 2009)

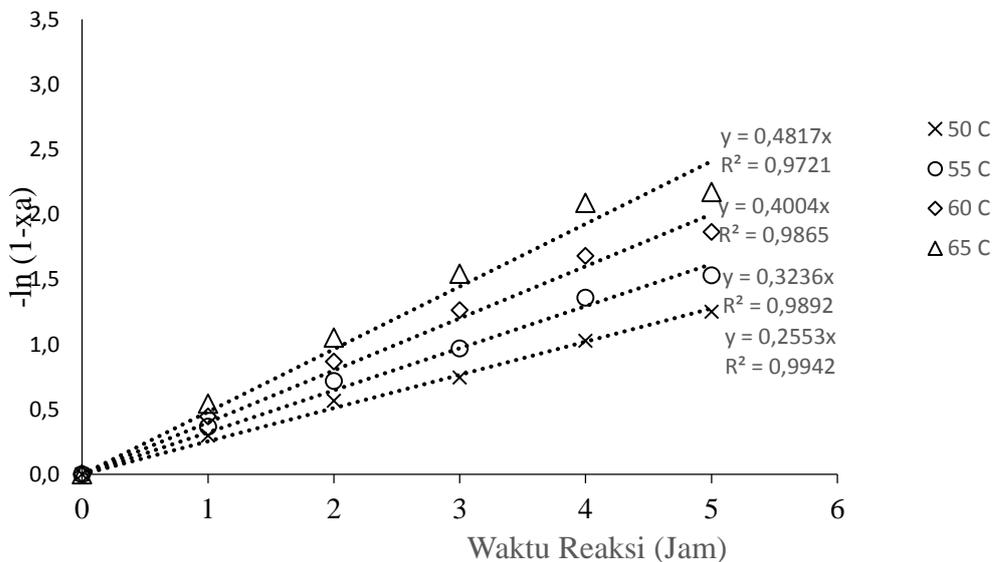
Dimana t menyatakan waktu reaksi didalam reaktor *batch*; V menyatakan volume total reaktan, W adalah berat katalis, C_{TGO} merupakan konsentrasi minyak mula-mula, X_{TG} adalah konversi trigliserida, C_{MeOH} yaitu konsentrasi metanol, k merupakan konstanta kecepatan reaksi orde satu semu.

Kemudian, plot $-\ln(1 - X_{TG})$ vs waktu reaksi untuk mencari nilai k yang merupakan slope dari garis lurus.



Gambar 4.20 Plot $-\ln(1 - X_{TG})$ vs waktu reaksi untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Dari gambar 4.20 terlihat bahwa regresi linier yang terbentuk mendekati garis lurus dengan nilai R^2 terkecil sebesar 0,9675 pada reaksi transesterifikasi dengan suhu operasi reaktor 50 °C dan nilai R^2 terbesar pada suhu reaksi 55 °C yakni sebesar 0,9888.



Gambar 4.21 Plot $-\ln(1 - X_{TG})$ vs waktu reaksi untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Dari gambar 4.21 terlihat bahwa regresi linier yang terbentuk mendekati garis lurus dengan nilai R^2 terkecil sebesar 0,9721 pada reaksi transesterifikasi dengan suhu operasi reaktor 65 °C dan nilai R^2 terbesar pada suhu reaksi 50 °C yakni sebesar 0,9942. Regresi linier di atas menunjukkan bahwa perkiraan awal yang menganggap reaksi transesterifikasi yang terjadi adalah reaksi orde satu dapat digunakan. Selain itu, dari gambar 4.20 dan 4.21 di atas dapat diperoleh juga konstanta kecepatan reaksi (k) yang merupakan nilai slope dari regresi linier yang terbentuk.

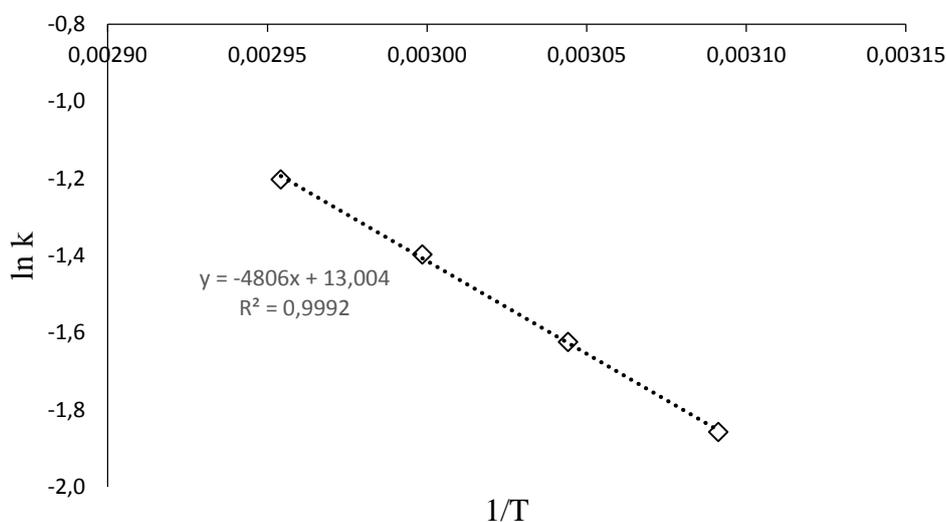
Menurut Arrhenius, konstanta kecepatan reaksi (k) dapat dibuat korelasi dengan suhu reaksi, yakni

$$k = k_0 e^{-E_A/RT} \quad (4-11)$$

jika diubah secara logaritmik, maka persamaan (4.11) dapat menjadi

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_A}{R} \left(\frac{1}{T} \right) \quad (4-12)$$

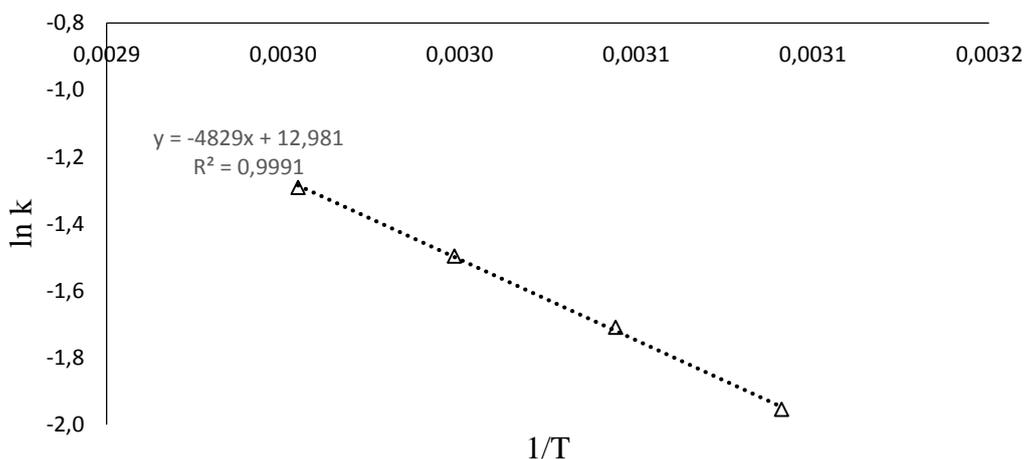
Data k yang telah diperoleh, kemudian dibuat plot $\ln k$ vs ($1/T$) sebagai berikut :



Gambar 4.22 Plot $\ln k$ vs $1/T$ untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

Dari persamaan 4-12 dan harga k yang telah diperoleh, dapat dibuat plot $\ln k$ vs $1/T$, untuk mencari nilai energi aktivasi (E_A) dari reaksi tersebut. Gambar 4.22 menunjukkan plot antara $\ln k$ vs $1/T$ dimana persamaan linier yang diperoleh adalah $y = -4806 x + 13,004$ dengan slope merupakan harga $-E_A/R$ dan intersep adalah harga $\ln k_0$. Sehingga, dengan harga $R = 8,314$ Joule/mol.K maka harga energi

aktivasi (E_A) diperoleh sebesar 39,957 kJ/mol. Selain itu, dari intersep tersebut juga diperoleh nilai k_0 sebesar $4,442 \times 10^5$. Maka persamaan kinetika dapat dijabarkan sebagai berikut $-r'_{TG} = 4,442 \times 10^5 e^{-39,957/8,314T} \cdot C_{TG}$



Gambar 4.23 Plot $\ln k$ vs $1/T$ untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi
Kemudian dari gambar 4.19 dan gambar 4.20 dicari slope dan intersep sehingga dibuat grafik dibawah ini.

Gambar 4.23 menunjukkan plot antara $\ln k$ vs $1/T$ dimana persamaan linier yang diperoleh adalah $y = -4829 x + 12,981$ dengan slope merupakan harga $-E_A/R$ dan intersep adalah harga $\ln k_0$. Sehingga, dengan harga $R = 8,314$ Joule/mol.K maka harga energi aktivasi (E_A) diperoleh sebesar 40,418 kJ/mol. Selain itu, dari intersep tersebut juga diperoleh nilai k_0 sebesar $3,9673 \times 10^5$. Maka persamaan kinetika dapat dijabarkan sebagai berikut $-r'_{TG} = 3,968 \times 10^5 e^{-40,418/8,314T} \cdot C_{TG}$

Hal ini terbukti bahwa penggunaan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi memberikan pengaruh signifikan terhadap energi aktivasi dan faktor frekuensi. Penggunaan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dibandingkan dengan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dapat menurunkan harga Energi aktivasi (E_a) yang berdampak pada peningkatan laju reaksi.

APPENDIKS A

SPESIFIKASI PERALATAN

A.1 Peralatan Penelitian

A.1.1 Peralatan Kalsinasi

Spesifikasi peralatan kalsinasi pada Gambar 3.3 sebagai berikut :

| | | |
|-----------------------------|---|--------------------------|
| Jenis reaktor | = | furnace tabung |
| Merk furnace | = | Lim Elektro Therm Jerman |
| Panjang furnace | = | 80 cm |
| Diameter furnace | = | 10 cm |
| Daya furnace | = | 2900 watt |
| Nucelle (penampung katalis) | = | bahan quartz |
| Diameter nucelle | = | ½ inci |
| Panjang nucelle | = | 10 cm |

A.1.2 Peralatan Reaktor *Batch*

Spesifikasi peralatan reaktor *fixed bed* pada Gambar 3.4 sebagai berikut :

| | | |
|-----------------------------------|---|--------------------|
| Volume reaktor batch (three neck) | = | 250 ml dan 1000 ml |
| Panjang Kondensor | = | 50 ml |

A.2 Peralatan Analisa

A.2.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Spesifikasi peralatan *X-Ray Diffraction* sebagai berikut :

| | |
|--|--|
| Comment | Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini |
| Raw Data Origin | PHILIPS-binary (scan) (.RD) |
| Scan Axis | Gonio |
| Start Position [$^{\circ}2\text{Th.}$] | 5.0084 |
| End Position [$^{\circ}2\text{Th.}$] | 89.9744 |
| Step Size [$^{\circ}2\text{Th.}$] | 0.0170 |
| Scan Step Time [s] | 10.1500 |

| | |
|--|--------------|
| Scan Type | Continuous |
| Offset [$^{\circ}2\theta$.] | 0.0000 |
| Divergence Slit Type | Fixed |
| Divergence Slit Size [$^{\circ}$] | 0.2500 |
| Specimen Length [mm] | 10.00 |
| Receiving Slit Size [mm] | 12.7500 |
| Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$] | -273.15 |
| Anode Material | Cu |
| K-Alpha1 [\AA] | 1.54060 |
| K-Alpha2 [\AA] | 1.54443 |
| K-Beta [\AA] | 1.39225 |
| K-A2 / K-A1 Ratio | 0.50000 |
| Generator Settings | 30 mA, 40 kV |
| Diffractometer Type | XPert MPD |
| Diffractometer Number | 1 |
| Goniometer Radius [mm] | 200.00 |
| Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] | 91.00 |
| Incident Beam Monochromator | No |
| Spinning | No |

A.2.2 GC (*Gas Chromatography*)

Spesifikasi peralatan *Gas Chromatography*, sebagai berikut :

| | |
|---------------------|--------------------------|
| Nama alat | : HP 5890 |
| Kolom | : Carbowax 20 M |
| Gas pembawa | : Nitrogen |
| Kecepatan | : 28 ml/menit |
| Initial temperature | : 149 $^{\circ}\text{C}$ |
| Initial time | : 2 menit |
| Rate | : 7,5 deg/menit |
| Final temperature | : 250 $^{\circ}\text{C}$ |
| Detektor | : FID |

APPENDIKS B

HASIL PERHITUNGAN

B.1 Preparasi Katalis Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

B.1.1 Sintesa Katalis Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi. Dengan perbandingan mol Mg/Al sebesar 3 : 1 ditampilkan sebagai berikut.

- mol $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 0,06 gmol
- BM $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 256 gram/gmol
- Berat $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = mol $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ x BM $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
= 0,06 gmol x 256 gram/gmol
= 15,36 gram

- mol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ = 0,02 gmol
- BM $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ = 375 gram/gmol
- Berat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ = mol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ x BM $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
= 0,02 gmol x 375 gram/gmol
= 7,5 gram

- mol Na_2CO_3 = 0,06 gmol
- BM Na_2CO_3 = 106 gram/gmol
- Berat Na_2CO_3 = mol Na_2CO_3 x BM Na_2CO_3
= 0,06 gmol x 106 gram/gmol
= 6,36 gram

- mol NaOH = 0,18 gmol
- BM NaOH = 40 gram/gmol
- Berat NaOH = mol NaOH x BM NaOH
= 0,18 gmol x 40 gram/gmol
= 7,2 gram

B.1.2 Impregnasi Katalis dengan KOH dan NaOH sebesar 2,5%, 5% dan 10 %

Basis 10 gram Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi.

Impregnasi Katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan KOH

- 2,5 % Loading K

$$2,5 \% K = 2,5 \% \times 10 \text{ gram} = 0,25 \text{ gram K}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \frac{1}{\text{kemurnian KOH}} \times \frac{BM \text{ KOH}}{BM \text{ K}} \times \text{massa K} \\ &= \frac{1}{0,85} \times \frac{56 \text{ g/gmol}}{39 \text{ g/gmol}} \times 0,25 = 0,422 \text{ gram} \end{aligned}$$

Impregnasi Katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dengan NaOH

- 2,5 % Loading Na

$$2,5 \% Na = 2,5 \% \times 10 \text{ gram} = 0,25 \text{ gram Na}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= \frac{1}{\text{kemurnian NaOH}} \times \frac{BM \text{ NaOH}}{BM \text{ Na}} \times \text{massa Na} \\ &= \frac{1}{0,99} \times \frac{40 \text{ g/gmol}}{23 \text{ g/gmol}} \times 0,25 = 0,439 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa promotor yang digunakan dalam impregnasi katalis dapat ditabelkan sebagai berikut :

Tabel B.1 Massa promotor dengan variasi loading promotor pada katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk berbagai variabel

| Katalis | Loading promotor (%) | Massa Promotor (gram) |
|-----------------------------------|----------------------|-----------------------|
| K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 | 0,422 |
| | 5 | 0,844 |
| | 10 | 1,689 |
| Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 | 0,439 |
| | 5 | 0,878 |
| | 10 | 1,756 |

B.2 Perhitungan Densitas

Alat yang digunakan untuk mengukur densitas biodiesel disini adalah piknometer, dimana massa biodiesel dihitung dengan cara mengurangi berat piknometer yang berisi sampel biodiesel dengan berat piknometer kosong dan dibagi dengan volume sampel biodiesel.

Persamaan yang digunakan adalah :

$$\rho = \frac{m}{v}$$

Keterangan :

ρ = densitas, gr/ml

m = berat sampel, gram

v = volume sampel, ml

Diketahui :

Volume piknometer kosong = 10,513 gram

Densitas sampel biodiesel dapat ditabelkan sebagai berikut :

Tabel B.2 Hasil pengukuran densitas biodiesel menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk berbagai variabel

| Katalis | variabel | Massa piknometer isi – massa piknometer kosong (gram) | Densitas (gr/ml) |
|-----------------------------------|------------------|---|------------------|
| K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % loading | 9,2552 | 0,8804 |
| | 5 % loading | 9,1826 | 0,8734 |
| | 10 % loading | 9,3145 | 0,8860 |
| | Molar ratio 1:9 | 9,3145 | 0,8860 |
| | Molar ratio 1:12 | 9,1358 | 0,8690 |
| | Molar ratio 1:15 | 9,0953 | 0,8651 |
| | 4% berat katalis | 9,1667 | 0,8719 |
| | 5% berat katalis | 9,1358 | 0,8690 |
| | 6% berat katalis | 9,1004 | 0,8656 |
| Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % loading | 9,1418 | 0,8696 |
| | 5 % loading | 9,0468 | 0,8605 |
| | 10 % loading | 9,1024 | 0,8658 |
| | Molar ratio 1:9 | 9,1024 | 0,8658 |
| | Molar ratio 1:12 | 9,1625 | 0,8715 |
| | Molar ratio 1:15 | 9,1472 | 0,8701 |
| | 4% berat katalis | 9,1184 | 0,8673 |

| | | | |
|--|------------------|--------|--------|
| | 5% berat katalis | 9,1625 | 0,8715 |
| | 6% berat katalis | 9,1100 | 0,8665 |

B.3 Perhitungan Viskositas Kinematic

a. Mencari nilai k dari viscometer ostwold dengan menggunakan air

1. Data densitas dan viskositas air pada berbagai temperature seperti ditunjukkan pada Tabel B.3

Tabel B.3 Data Viskositas Dinamis dan Densitas Air pada Berbagai Temperatur

| No | Temperature | | Air | |
|----|-------------|--------|-----------------|-------------------------------|
| | C° | K | Viskositas (cP) | Densitas (g/cm ³) |
| 1 | 30 | 303,15 | 0,8007 | 0,99568 |
| 2 | 40 | 313,15 | 0,656 | 0,99225 |
| 3 | 50 | 323,15 | 0,5494 | 0,98807 |
| 4 | 60 | 333,15 | 0,4688 | 0,98324 |

(Geankoplis, 1993)

2. Menghitung nilai k untuk viscometer ostwold dengan standar viskositas dinamis dan densitas air pada berbagai variasi temperatur dengan persamaan :

$$v = k x t$$

$$v = \frac{\mu}{\rho}$$

Keterangan :

v = viskositas kinematic, mm²/s

k = koefisien viscometer ostwold, mm²/s²

t = waktu penurunan fluida dari batas atas sampai batas bawah, s

μ = viskositas dinamis, cP

ρ = densitas, g/cm³

Hasil perhitungan k viscometer oswold seperti ditunjukkan pada Tabel B.4.

Tabel B.4. Hasil perhitungan nilai k pada viscometer oswold

| No | Temperatur | | Air | | | Viskometer Oswald | | | |
|----|------------|--------|-----------------|-------------------------------|----------------------|-------------------|-------|-----------|--------|
| | C° | K | Viskositas (cP) | Densitas (g/cm ³) | Viskositas Kinematic | Waktu (s) | | | k |
| | | | | | | 1 | 2 | rata-rata | |
| 1 | 30 | 303,15 | 0.8007 | 0.99568 | 0.8042 | 0.110 | 0.08 | 0.095 | 8.49 |
| 2 | 40 | 313,15 | 0.656 | 0.99225 | 0.6611 | 0.873 | 0.912 | 0.893 | 0.7406 |
| 3 | 50 | 323,15 | 0.5494 | 0.98807 | 0.5560 | 1.292 | 1.290 | 1.291 | 0.4306 |
| 4 | 60 | 333,15 | 0.4688 | 0.98324 | 0.4768 | 1.405 | 1.405 | 1.405 | 0.3393 |
| | Rata-rata | | | | | | | | 2.5 |

b. Menghitung viskositas kinematik sampel

Menghitung viskositas kinematik sampel dari data waktu yang didapat dari viscometer oswold dengan nilai k = 2,5 menggunakan persamaan :

$$v = k \times t$$

Tabel B.5 Hasil perhitungan viskositas kinematik biodiesel menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi untuk berbagai variabel

| Katalis | Variabel | Waktu (s) | | | Viskositas Kinematik (mm ² /s) |
|-----------------------------------|------------------|-----------|------|-----------|---|
| | | 1 | 2 | Rata-rata | |
| K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % loading | 4,91 | 4,93 | 4,92 | 12,29 |
| | 5 % loading | 3,31 | 3,33 | 3,32 | 8,29 |
| | 10 % loading | 1,74 | 1,94 | 1,84 | 4,60 |
| | Molar ratio 1:9 | 1,74 | 1,94 | 1,84 | 4,60 |
| | Molar ratio 1:12 | 0,92 | 0,96 | 0,94 | 2,36 |
| | Molar ratio 1:15 | 1,43 | 1,45 | 1,44 | 3,60 |
| | 4% berat katalis | 2,29 | 2,35 | 2,32 | 5,79 |
| | 5% berat katalis | 0,93 | 0,95 | 0,94 | 2,36 |
| | 6% berat katalis | 1,52 | 1,56 | 1,54 | 3,86 |
| Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 2,5 % loading | 5,67 | 5,69 | 5,68 | 14,20 |
| | 5 % loading | 4,09 | 4,11 | 4,10 | 10,24 |
| | 10 % loading | 2,60 | 2,64 | 2,62 | 6,54 |
| | Molar ratio 1:9 | 2,60 | 2,64 | 2,62 | 6,54 |
| | Molar ratio 1:12 | 1,68 | 1,71 | 1,70 | 4,24 |
| | Molar ratio 1:15 | 2,21 | 2,29 | 2,25 | 5,63 |
| | 4% berat katalis | 3,01 | 3,03 | 3,02 | 7,54 |
| | 5% berat katalis | 1,68 | 1,71 | 1,70 | 4,24 |
| | 6% berat katalis | 2,22 | 2,24 | 2,23 | 5,57 |

B.4 Perhitungan Konversi Reaksi Transesterifikasi pada Reaktor Batch

B.4.1 Perhitungan kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) pada produk reaksi transesterifikasi dari analisa GC (*Gas Chromatography*)

Prosedur analisa GC untuk sampel *Fatty Acid Metil Ester* (FAME)

a) Standar Validasi

1. Ditimbang standar FAME dengan berbagai konsentrasi
2. Ditimbang amyl alcohol sebagai pembanding
3. Dianalisis dengan GC
4. Dianalisis hasil GC untuk menentukan validasi FAME
5. Didapatkan persamaan dan koefisien korelasinya

b) Penentuan Sampel FAME

1. Ditimbang sampel FAME (gram)
2. Ditimbang amyl alcohol sebagai pembanding (gram)
3. Dianalisis dengan GC
4. Dianalisis hasil GC untuk menentukan kadar (%) FAME

Tabel B.6. Rekapitulasi standarisasi FAME

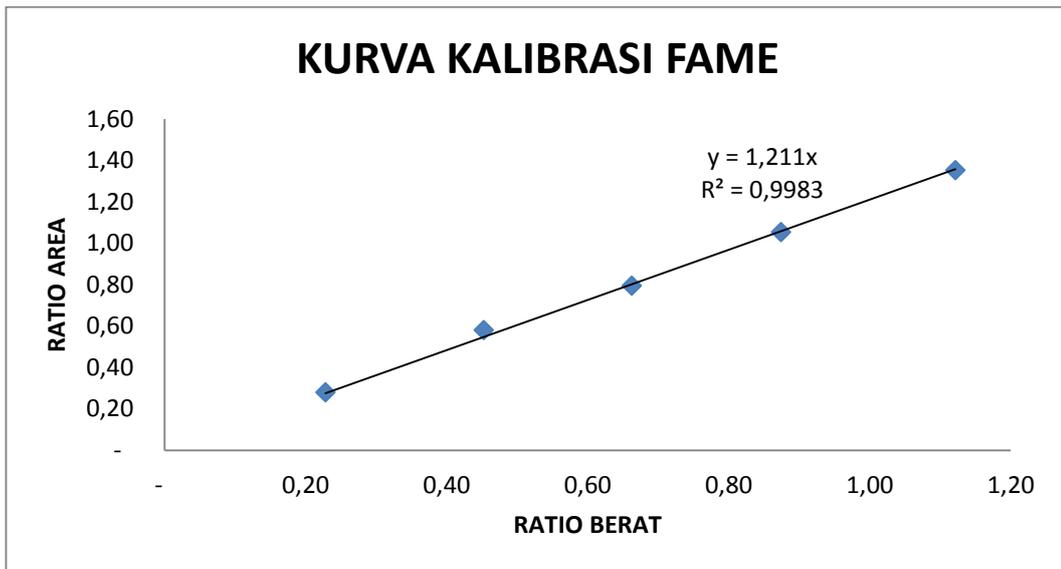
| NO | BERAT (gr) | | AREA | | | | RATIO FAME | |
|----|------------|------------|-----------------|-----------|---------------|---------------|------------|------|
| | FAME | AM ALKOHOL | AM ALKOHOL | UNIKUUM 1 | TOTAL | FAME | BERAT | AREA |
| 1 | 0.0899 | 0.3946 | 10 425.956.8800 | | 13.350 045,26 | 2 024 189,40 | 0,23 | 0,28 |
| 2 | 0.1774 | 0.3921 | 9 927 710.5800 | | 15 688 439,05 | 5 760 728,46 | 0,45 | 0,58 |
| 3 | 0.2604 | 0.3932 | 10 133 189.9700 | | 18 189 648,97 | 8 096 449,00 | 0,66 | 0,80 |
| 4 | 0.3582 | 0.4109 | 8 022 400.6200 | | 19 757 901,53 | 10 135 500,91 | 0,87 | 1,05 |
| 5 | 0.4380 | 0.3905 | 10 418 303.4800 | | 24 506 177,72 | 14 080 814,24 | 1,12 | 1,35 |

Dimana,

$$\text{ratio berat FAME} = \frac{\text{berat FAME}}{\text{berat amyl alcohol}}$$

$$\text{ratio area FAME} = \frac{\text{area FAME}}{\text{area amyl alcohol}}$$

Berdasarkan rekapitulasi standarisasi FAME, didapat kurva kalibrasi FAME sebagai berikut :

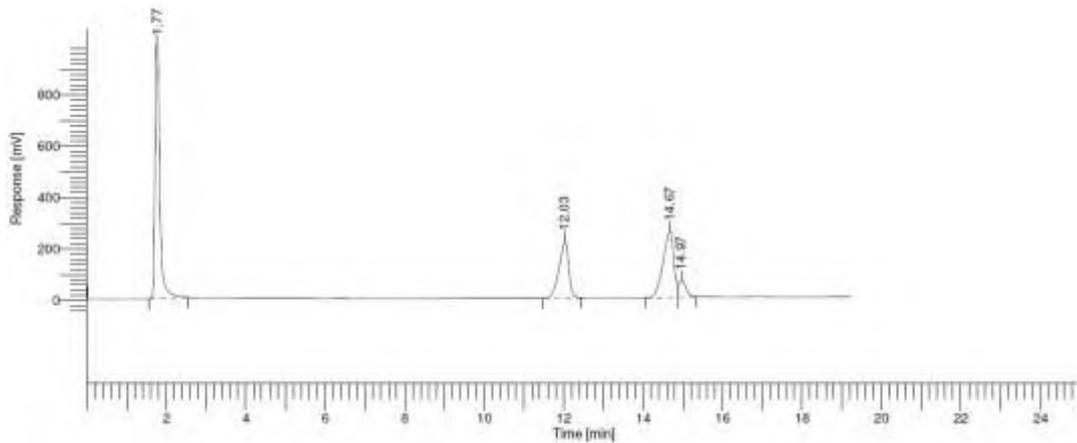


Gambar B.1. Kurva kalibrasi FAME

dimana, dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan korelasinya adalah $y = 1,211 x$

Contoh perhitungan kadar (%) FAME hasil analisa GC pada sampel produk reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis

Hasil Analisa GC



| Peak # | komponen Name | Time [min] | Area [uV*sec] | Height [uV] | Area [%] |
|--------|---------------|------------|---------------|-------------|----------|
| 1 | | 1.768 | 8661684.43 | 1.02e+06 | 48.13 |
| 2 | | 12.031 | 3704803.60 | 219773.01 | 20.59 |
| 3 | | 14.669 | 4850184.45 | 256248.10 | 26.95 |
| 4 | | 14.975 | 780873.35 | 62581.55 | 4.34 |
| | | | 17997545.84 | 1.56e+06 | 100.00 |

Data yang diketahui :

- Berat amyl alcohol : 0,3026 gram
- Berat Sampel : 0,3130 gram

Data yang didapat :

- Area amyl alcohol : 8.661.684,43
- Area FAME : 9.335.861,41

Dihitung :

$$\text{ratio area FAME} = \frac{8661684,43}{933561,41}$$

$$\text{ratio area FAME} = 1,0778$$

$$\text{ratio berat FAME} = \frac{\text{ratio area FAME}}{\text{slope kurva kalibrasi}}$$

$$\text{ratio berat FAME} = \frac{1,0778}{1,211}$$

$$\text{ratio berat FAME} = 0,89$$

$$\text{berat FAME} = \text{ratio berat FAME} \times \text{berat amyl alcohol}$$

$$\text{berat FAME} = 0,89 \times 0,3026$$

$$\text{berat FAME} = 0,26929 \text{ gram}$$

$$\text{kadar (\%)FAME} = \frac{\text{berat FAME}}{\text{berat sampel}}$$

$$\text{kadar (\%)FAME} = \frac{0,26929}{0,3130} = 86,035 \%$$

Berikut ini, ditampilkan rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC.

Tabel B.3. Rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC pada berbagai variasi % loading, ratio molar metanol dan % berat katalis menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO File (pdf) | Kode | BERAT (gr) | | AREA | | RATIO | BERAT | | |
|---------------|------------------|------------|------------|--------------|--------------|---------|---------|----------------|--------|
| | | Sampel | AM ALCOHOL | AM ALCOHOL | FAME | AREA | TERUKUR | TERHITUNG (gr) | PERSEN |
| 1 | 2.5 % loading | 0,4160 | 0,3388 | 6.794.050,34 | 6.978.722,18 | 1,02718 | 0,8482 | 0,2874 | 69,085 |
| 2 | 5 % loading | 0,3655 | 0,3379 | 7.110.160,38 | 7.324.040,46 | 1,03008 | 0,8506 | 0,2874 | 78,635 |
| 3 | 10 % loading | 0,3130 | 0,3026 | 8.661.684,43 | 9.335.861,41 | 1,07783 | 0,8900 | 0,2693 | 86,035 |
| 4 | Molar ratio 1:9 | 0,3605 | 0,3413 | 6.332.461,95 | 6.969.079,12 | 1,10053 | 0,9088 | 0,3102 | 86,035 |
| 5 | Molar ratio 1:12 | 0,2870 | 0,3319 | 9.178.198,62 | 8.710.327,55 | 0,94902 | 0,7837 | 0,2601 | 90,626 |
| 6 | Molar ratio 1:15 | 0,3469 | 0,3386 | 7.130.312,85 | 7.707.403,31 | 1,08093 | 0,8926 | 0,3022 | 87,136 |
| 7 | 4% berat katalis | 0,3461 | 0,3364 | 7.172.124,77 | 7.324.040,46 | 1,02118 | 0,8433 | 0,2837 | 81,953 |
| 8 | 5% berat katalis | 0,3497 | 0,3486 | 6.339.629,94 | 6.978.722,18 | 1,10081 | 0,9090 | 0,3169 | 90,626 |
| 9 | 6% berat katalis | 0,4794 | 0,3673 | 7.043.378,22 | 9.936.402,46 | 1,41074 | 1,1649 | 0,4279 | 89,261 |

Tabel B.4. Rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC pada berbagai variasi % loading, ratio molar metanol dan % berat katalis menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO File (pdf) | Kode | BERAT (gr) | | AREA | | RATIO | BERAT | | |
|---------------|------------------|------------|------------|--------------|--------------|---------|---------|----------------|--------|
| | | Sampel | AM ALCOHOL | AM ALCOHOL | FAME | AREA | TERUKUR | TERHITUNG (gr) | PERSEN |
| 1 | 2.5 % loading | 0,6630 | 0,3523 | 7.265.977,47 | 7.996.443,13 | 1,10053 | 0,9088 | 0,3877 | 58,470 |
| 2 | 5 % loading | 0,5949 | 0,3279 | 5.604.536,25 | 5.386.091,88 | 0,96102 | 0,7936 | 0,4132 | 69,459 |
| 3 | 10 % loading | 0,4337 | 0,3296 | 6.495.454,93 | 6.768.789,57 | 1,04208 | 0,8605 | 0,3830 | 88,324 |
| 4 | Molar ratio 1:9 | 0,4091 | 0,3016 | 7.020.144,13 | 7.095.567,46 | 1,01074 | 0,8346 | 0,3614 | 88,324 |
| 5 | Molar ratio 1:12 | 0,3572 | 0,3298 | 5.826.857,34 | 7.302.411,40 | 1,25323 | 1,0349 | 0,3187 | 89,224 |
| 6 | Molar ratio 1:15 | 0,4831 | 0,3219 | 9.579.838,64 | 9.312.369,55 | 0,97208 | 0,8027 | 0,4010 | 83,012 |
| 7 | 4% berat katalis | 0,5937 | 0,3768 | 7.262.523,63 | 7.172.468,34 | 0,98760 | 0,8155 | 0,4620 | 77,822 |
| 8 | 5% berat katalis | 0,4555 | 0,3589 | 5.900.054,49 | 6.309.518,27 | 1,06940 | 0,8831 | 0,4064 | 89,224 |
| 9 | 6% berat katalis | 0,6035 | 0,3976 | 8.681.286,59 | 8.332.559,31 | 0,95983 | 0,7926 | 0,5016 | 83,118 |

B.4.2 Perhitungan konversi reaksi transesterifikasi

- Volume minyak sawit awal = 40 ml
- Densitas minyak sawit = 0,9056 gr/ml
- Massa minyak sawit awal = 36,224 gram
- BM minyak sawit = 850,32 gram/gmol
- Mol minyak sawit awal = 0,0426 gmol

Contoh perhitungan konversi reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis 2,5 % K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

- Volume produk = 40,7 ml
- Densitas produk = 0,886 gr/ml
- Massa produk = 36,060 gram
- % FAME = 86,035 %
- Massa FAME = % FAME x massa produk
= 86,035 % x 36,035 gram
= 31,024 gram
- BM FAME = 284,3 gram/gmol
- Mol FAME = 0,109 gmol
- Konversi reaksi = $\left(\frac{\text{mol FAME yang terbentuk}}{3 \times \text{mol minyak mula-mula}} \right) \times 100 \%$
= $\left(\frac{0,109}{3 \times 0,0426} \right) \times 100 \%$
= 85,387 %

Tabel B.5 Rekapitulasi perhitungan konversi dan yield dari hasil analisa GC pada berbagai variasi % loading, ratio molar metanol dan % berat katalis menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO | Vartabel | Volume produk (gram) | Massa produk (gram) | % FAME | Massa FAME (gram) | mol FAME | konversi (%) | Yield (%) |
|----|------------------|----------------------|---------------------|--------|-------------------|----------|--------------|-----------|
| 1 | 2,5 % loading | 37,2 | 32,749 | 69,085 | 22,625 | 0,080 | 62,270 | 62,458 |
| 2 | 5 % loading | 39,3 | 34,327 | 78,635 | 26,993 | 0,095 | 74,291 | 74,516 |
| 3 | 10 % loading | 40,7 | 36,060 | 86,035 | 31,024 | 0,109 | 85,387 | 85,646 |
| 4 | Molar ratio 1:9 | 40,7 | 36,060 | 86,035 | 31,024 | 0,109 | 85,387 | 85,646 |
| 5 | Molar ratio 1:12 | 42,5 | 36,933 | 90,626 | 33,470 | 0,118 | 92,119 | 92,399 |
| 6 | Molar ratio 1:15 | 42,6 | 36,855 | 87,136 | 32,114 | 0,113 | 88,386 | 88,654 |
| 7 | 4% berat katalis | 41,6 | 36,273 | 81,953 | 29,726 | 0,105 | 81,815 | 82,063 |
| 8 | 5% berat katalis | 42,5 | 36,933 | 90,626 | 33,470 | 0,118 | 92,119 | 92,399 |
| 9 | 6% berat katalis | 41,2 | 35,664 | 89,261 | 31,834 | 0,112 | 87,615 | 87,881 |

Tabel B.6 Rekapitulasi perhitungan konversi dan yield dari hasil analisa GC pada berbagai variasi % loading, ratio molar metanol dan % berat katalis menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO | Variabel | Volume produk (gram) | Massa produk (gram) | % FAME | Massa FAME (gram) | mol FAME | konversi (%) | Yield (%) |
|----|------------------|----------------------|---------------------|--------|-------------------|----------|--------------|-----------|
| 1 | 2,5 % loading | 40,4 | 35,131 | 58,470 | 20,541 | 0,072 | 56,534 | 56,705 |
| 2 | 5 % loading | 41,6 | 35,798 | 69,459 | 24,865 | 0,087 | 68,434 | 68,642 |
| 3 | 10 % loading | 37,8 | 32,728 | 88,324 | 28,907 | 0,102 | 79,558 | 79,800 |
| 4 | Molar ratio 1:9 | 37,8 | 32,728 | 88,324 | 28,907 | 0,102 | 79,558 | 79,800 |
| 5 | Molar ratio 1:12 | 40,4 | 35,210 | 89,224 | 31,416 | 0,111 | 86,464 | 86,726 |
| 6 | Molar ratio 1:15 | 41,4 | 36,021 | 83,012 | 29,902 | 0,105 | 82,298 | 82,547 |
| 7 | 4% berat katalis | 41,2 | 35,735 | 77,822 | 27,809 | 0,098 | 76,538 | 76,770 |
| 8 | 5% berat katalis | 40,4 | 35,210 | 89,224 | 31,416 | 0,111 | 86,464 | 86,726 |
| 9 | 6% berat katalis | 41,6 | 36,048 | 83,118 | 29,963 | 0,105 | 82,465 | 82,715 |

B.4.3 Perhitungan konversi reaksi transesterifikasi pada berbagai waktu reaksi untuk masing masing suhu reaksi

Digunakan volume minyak 200 ml dan volume metanol 106,8 ml sesuai perbandingan molar minyak metanol ratio 1:12. Untuk setiap satu jam reaksi diambil sampling produk sebanyak 15 ml. Kemudian 15 ml sampel tersebut dicentrifuge untuk memisahkan gliserol dan sisa minyak. sampel produk yang sudah dipisahkan dengan gliserol akan dioven selama 12 jam pada suhu 110°C untuk menguapkan metanol. Kemudian produk akan dilakukan uji GC untuk mengetahui % FAME dan dilakukan pengukuran densitas untuk perhitungan konversi reaksi.

Tabel B.7 Rekapitulasi perhitungan konversi dari hasil analisa GC pada waktu reaksi untuk masing masing suhu reaksi menggunakan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO | T (°C) | Waktu (jam) | Volume minyak (ml) | Volume produk sampling (ml) | Densitas produk | Volume produk (ml) | Massa produk (gram) | % FAME | Massa FAME (gram) | mol FAME | Konversi (%) |
|----|--------|-------------|--------------------|-----------------------------|-----------------|--------------------|---------------------|--------|-------------------|----------|--------------|
| 1 | 50 | 1 | 200 | 12,8 | 0,8750 | 208,2 | 182,175 | 41,938 | 76,401 | 0,269 | 42,055 |
| | | 2 | 187,2 | 12,4 | 0,8624 | 195,4 | 168,505 | 52,743 | 88,875 | 0,313 | 52,266 |
| | | 3 | 174,8 | 12,4 | 0,8698 | 183 | 159,173 | 61,890 | 98,513 | 0,347 | 62,044 |
| | | 4 | 162,4 | 12,2 | 0,8668 | 170,6 | 147,87 | 67,240 | 99,427 | 0,350 | 67,401 |
| | | 5 | 150,2 | 0 | 0,8652 | 158,4 | 137,048 | 74,926 | 102,685 | 0,361 | 75,263 |
| 2 | 55 | 1 | 200 | 11,8 | 0,8724 | 211,8 | 184,774 | 48,837 | 90,238 | 0,317 | 49,671 |
| | | 2 | 188,2 | 12,2 | 0,8721 | 198,6 | 173,199 | 62,763 | 108,705 | 0,382 | 63,588 |
| | | 3 | 176 | 12,4 | 0,8670 | 186,4 | 161,609 | 71,917 | 116,224 | 0,409 | 72,700 |
| | | 4 | 163,6 | 13,4 | 0,8650 | 174 | 150,51 | 76,814 | 115,613 | 0,407 | 77,799 |
| | | 5 | 150,2 | 0 | 0,8620 | 160,6 | 138,437 | 81,953 | 113,453 | 0,399 | 83,156 |
| 3 | 60 | 1 | 200 | 11,9 | 0,8716 | 216,7 | 188,876 | 59,315 | 112,031 | 0,394 | 61,668 |
| | | 2 | 188,1 | 13,3 | 0,8647 | 204,8 | 177,091 | 71,917 | 127,358 | 0,448 | 74,540 |
| | | 3 | 174,8 | 13,4 | 0,8623 | 191,5 | 165,13 | 80,905 | 133,598 | 0,470 | 84,141 |
| | | 4 | 161,4 | 13,3 | 0,8621 | 178,1 | 153,54 | 83,012 | 127,456 | 0,448 | 86,937 |
| | | 5 | 148,1 | 0 | 0,8590 | 164,8 | 141,563 | 84,620 | 119,791 | 0,421 | 89,047 |
| 4 | 65 | 1 | 200 | 11,6 | 0,8695 | 223,8 | 194,595 | 69,085 | 134,437 | 0,473 | 74,001 |
| | | 2 | 188,4 | 12,7 | 0,8620 | 212,2 | 182,908 | 80,905 | 147,981 | 0,521 | 86,471 |
| | | 3 | 175,7 | 13,3 | 0,8591 | 199,5 | 171,386 | 85,925 | 147,264 | 0,518 | 92,273 |
| | | 4 | 162,4 | 13,6 | 0,8613 | 186,2 | 160,373 | 86,254 | 138,328 | 0,487 | 93,772 |
| | | 5 | 148,8 | 0 | 0,8551 | 172,6 | 147,59 | 86,265 | 127,319 | 0,448 | 94,197 |

Tabel B.8 Rekapitulasi perhitungan konversi dari hasil analisa GC pada waktu reaksi untuk masing masing suhu reaksi menggunakan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| NO | T (°C) | Waktu (jam) | Volume minyak (ml) | Volume produk sampling (ml) | Densitas produk | Volume produk (ml) | Massa produk (gram) | % FAME | Massa FAME (gram) | mol FAME | Konversi (%) |
|----|--------|-------------|--------------------|-----------------------------|-----------------|--------------------|---------------------|--------|-------------------|----------|--------------|
| 1 | 50 | 1 | 200 | 11,4 | 0,8790 | 190,6 | 181,12 | 89,224 | 31,416 | 0,111 | 38,214 |
| | | 2 | 188,6 | 11,9 | 0,8742 | 179,2 | 170,80 | 83,012 | 29,902 | 0,105 | 48,961 |
| | | 3 | 176,7 | 12,4 | 0,8750 | 167,3 | 160,02 | 77,822 | 27,809 | 0,098 | 55,657 |
| | | 4 | 164,3 | 12,6 | 0,8723 | 154,9 | 148,79 | 89,224 | 31,416 | 0,111 | 64,249 |
| | | 5 | 151,7 | 0 | 0,8654 | 142,3 | 137,38 | 83,118 | 29,963 | 0,105 | 70,458 |
| 2 | 55 | 1 | 200 | 11,8 | 0,8761 | 195,6 | 181,12 | 41,437 | 69,422 | 0,244 | 45,490 |
| | | 2 | 188,2 | 12,2 | 0,8764 | 183,8 | 170,43 | 53,542 | 83,878 | 0,295 | 58,314 |
| | | 3 | 176 | 13,2 | 0,8720 | 171,6 | 159,39 | 61,025 | 89,332 | 0,314 | 66,422 |
| | | 4 | 162,8 | 13,4 | 0,8683 | 158,4 | 147,43 | 70,965 | 95,887 | 0,337 | 74,282 |
| | | 5 | 149,4 | 0 | 0,8613 | 145 | 135,30 | 78,839 | 97,088 | 0,341 | 78,373 |
| 3 | 60 | 1 | 200 | 11,9 | 0,8752 | 200,6 | 181,12 | 48,225 | 82,641 | 0,291 | 53,306 |
| | | 2 | 188,1 | 12,6 | 0,8729 | 188,7 | 170,34 | 61,890 | 99,688 | 0,351 | 69,331 |
| | | 3 | 175,5 | 13,4 | 0,8674 | 176,1 | 158,93 | 70,965 | 106,188 | 0,374 | 77,522 |
| | | 4 | 162,1 | 13,3 | 0,8648 | 162,7 | 146,80 | 79,867 | 109,848 | 0,386 | 82,843 |
| | | 5 | 148,8 | 0 | 0,8643 | 149,4 | 134,75 | 85,162 | 106,358 | 0,374 | 84,522 |
| 4 | 65 | 1 | 200 | 11,9 | 0,8665 | 208,6 | 181,12 | 55,159 | 96,840 | 0,341 | 62,446 |
| | | 2 | 188,1 | 13,6 | 0,8641 | 196,7 | 170,34 | 71,917 | 118,459 | 0,417 | 77,416 |
| | | 3 | 174,5 | 13,5 | 0,8637 | 183,1 | 158,03 | 80,905 | 123,581 | 0,435 | 85,184 |
| | | 4 | 161 | 13,2 | 0,8583 | 169,6 | 145,80 | 86,694 | 121,981 | 0,429 | 87,619 |
| | | 5 | 147,8 | 0 | 0,8574 | 156,4 | 133,85 | 88,473 | 114,242 | 0,402 | 88,594 |

B.4.4 Perhitungan Kritalinitas

kristalinitas Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi berdasarkan Rayalu S.S., dkk, 2005.

| 2 theta | Intensitas Mg-Al hidrotalsit (%) | 2 theta | Intensitas Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi (%) |
|---------|----------------------------------|---------|---|
| 11,277 | 100 | 36,947 | 11,05 |
| 22,783 | 45,88 | 42,909 | 100 |
| 34,467 | 27,35 | 62,306 | 36,81 |
| 38,610 | 10,76 | | |
| 46,284 | 7,35 | | |
| 59,983 | 15,07 | | |
| 61,891 | 12,23 | | |
| total | 218,64 | total | 147,86 |

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{total intensitas Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi}}{\text{total intensitas Mg-Al hidrotalsit}} \times 100$$

$$\text{Kristalinitas} = \frac{147,86}{218,64} \times 100 = 67,627 \%$$

Maka kristalinitas Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah sebesar 67,627 %.

B.4.5 Perhitungan Modulus Thiele

Contoh perhitungan Modulus Thiele

Tabel B.10 Ukuran partikel dan diameter pori katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| Katalis | Ukuran Partikel (mm) | Diameter Pori (m) |
|-----------------------------------|----------------------|------------------------|
| K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 0,01215 | $1,266 \times 10^{-8}$ |
| Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi | 0,01312 | $7,70 \times 10^{-9}$ |

Modulus thiele dihitung berdasarkan persamaan berikut :

$$M_T = L \sqrt{\frac{k}{De}} \quad (3)$$

Karena katalis yang digunakan berukuran 0,01215 mm berbentuk powder. Untuk katalis berbentuk sphere, maka harga $L = R/3$.

$$R = \frac{\text{diameter}}{2} = \frac{0,01215 \text{ mm}}{2} = 0,0061 \text{ mm}$$

$$R = 6,3298 \times 10^{-6} \text{ m}$$

$$L = \frac{6,3298 \times 10^{-6}}{3} = 2,025 \times 10^{-6} \text{ m}$$

D_e yang merupakan koefisien difusivitas efektif dihitung menggunakan persamaan berikut (Seader and Henley, 2006) :

$$D_e = \frac{D\varepsilon_p K_r}{\tau_p} \quad (4)$$

K_r adalah faktor restriktif yang dihitung menggunakan rumus berikut (Seader and Henley, 2006) :

$$K_r = \left(1 - \frac{d_m}{d_p}\right)^4, \text{ untuk } d_m/d_p < 1$$

d_m = diameter molekul trigliserida = 2 nm = 2×10^{-9} m (Lukic, 2006)

d_p = diameter pori K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi = 12,6659 nm = $1,2659 \times 10^{-8}$ m (dari hasil analisa *BET*)

$$K_r = 0,5027$$

Maka,

$D = 7,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$, Lukic, dkk (2009) menyatakan bahwa harga koefisien difusi molekuler trigliserida dapat dihitung dari persamaan Wilke dan Chang.

$\tau_p = 6$, harga τ_p berkisar antara 1,4 sampai 10 atau 12 (Lukic, 2009)

$\varepsilon_p = 0,5$ (Lukic, dkk, 2009) bahwa harga ε_p berkisar antara 0,3 dan 0,8.

$$D_e = \frac{7,8 \times 10^{-10} \times 0,5 \times 0,5027}{6} = 3,26738 \times 10^{-11}$$

Sehingga, untuk nilai k yang telah didapatkan, modulus *thiele* dapat dihitung sebagai berikut :

Untuk $k = 0,1387$ /menit

$$M_T = L \sqrt{\frac{k}{D_e}} = 2,03 \times 10^{-6} \sqrt{\frac{0,1387}{5,7174 \times 10^{-11}}} = 0,1315$$

Dengan persamaan yang sama dihitung untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit didapatkan MT sebesar 0,1134

C. Perhitungan Kinetika

Perhitungan Kinetika reaksi didasarkan pada konversi minyak sawit. Oerde reaksi diasumsi satu. Berdasarkan penurunan rumus pada persamaan 4-11 dibuat grafik hubungan diantara waktu reaksi (t) dalam jam dan $-\ln(1-X_{tg})$ sebagai fungsi ordinat berdasarkan tabel C-1.

Tabel C-1 Hasil pehitungan $-\ln(1-X_{tg})$ untuk membuat grafik fungsi hubungan waktu dalam jam untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| Temperatur reaksi (°C) | Jam | Xtg | $-\ln(1-X_{tg})$ |
|------------------------|-----|--------|------------------|
| 50 | 1 | 0,3068 | 0,3664 |
| | 2 | 0,4614 | 0,6188 |
| | 3 | 0,5862 | 0,8823 |
| | 4 | 0,6740 | 1,1209 |
| | 5 | 0,7330 | 1,3206 |
| 55 | 1 | 0,3512 | 0,4326 |
| | 2 | 0,5184 | 0,7306 |
| | 3 | 0,6705 | 1,1102 |
| | 4 | 0,7679 | 1,4605 |
| | 5 | 0,8104 | 1,6628 |
| 60 | 1 | 0,4086 | 0,5252 |
| | 2 | 0,5717 | 0,8479 |
| | 3 | 0,7380 | 1,3395 |
| | 4 | 0,8473 | 1,8793 |
| | 5 | 0,8792 | 2,1132 |
| 65 | 1 | 0,4731 | 0,6408 |
| | 2 | 0,6689 | 1,1054 |
| | 3 | 0,8217 | 1,7241 |
| | 4 | 0,9258 | 2,6016 |
| | 5 | 0,9420 | 2,8468 |

Tabel C-2 Hasil perhitungan $\ln k$ dan $1/T$ untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| T (K) | slope | k /menit | 1/T | $\ln k$ |
|-------|--------|----------|--------|---------|
| 323,5 | 0,2789 | 0,1560 | 0,0031 | -1,8577 |
| 328,5 | 0,3524 | 0,1971 | 0,0030 | -1,6238 |
| 333,5 | 0,4422 | 0,2474 | 0,0030 | -1,3968 |
| 338,5 | 0,5372 | 0,3005 | 0,0030 | -1,2022 |

Tabel C-3 Hasil perhitungan $-\ln(1-X_{tg})$ untuk membuat grafik fungsi hubungan waktu dalam jam untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| Temperatur reaksi (°C) | Jam | X _{tg} | $-\ln(1-X_{tg})$ |
|------------------------|-----|-----------------|------------------|
| 50 | 1 | 0,2587 | 0,2993 |
| | 2 | 0,4327 | 0,5668 |
| | 3 | 0,5256 | 0,7458 |
| | 4 | 0,6425 | 1,0286 |
| | 5 | 0,7138 | 1,2509 |
| 55 | 1 | 0,3070 | 0,3667 |
| | 2 | 0,5121 | 0,7176 |
| | 3 | 0,6208 | 0,9698 |
| | 4 | 0,7428 | 1,3580 |
| | 5 | 0,7837 | 1,5312 |
| 60 | 1 | 0,3599 | 0,4461 |
| | 2 | 0,5800 | 0,8676 |
| | 3 | 0,7170 | 1,2623 |
| | 4 | 0,8138 | 1,6809 |
| | 5 | 0,8452 | 1,8658 |
| 65 | 1 | 0,4194 | 0,5437 |
| | 2 | 0,6508 | 1,0522 |
| | 3 | 0,7866 | 1,5445 |
| | 4 | 0,8762 | 2,0890 |
| | 5 | 0,8859 | 2,1711 |

Tabel C-4 Hasil perhitungan $\ln k$ dan $1/T$ untuk katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi

| T (K) | slope | k /menit | 1/T | $\ln k$ |
|-------|--------|----------|---------|---------|
| 323,5 | 0,2532 | 0,1417 | 0,00309 | -1,9544 |
| 328,5 | 0,3236 | 0,1810 | 0,00304 | -1,7091 |
| 333,5 | 0,4004 | 0,2240 | 0,00300 | -1,4961 |
| 338,5 | 0,4917 | 0,2751 | 0,00295 | -1,2907 |

BAB V

KESIMPULAN

1. Semakin tinggi suhu kalsinasi, semakin tinggi pula luas permukaan dari Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi yang dihasilkan. Luas permukaan yang terbesar didapat dari suhu kalsinasi 650°C yaitu sebesar 156,252 m²/g katalis.
2. Pada hasil sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit menunjukkan puncak-puncak yang identik dengan difraktogram standar JCPDS 00-022-0700 dari analisa XRD. Selain itu sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit menunjukkan gugus fungsi ciri khas senyawa hidrotalsit yaitu CO₃²⁻, OH, Mg-O, Al-O dan Al-O-Al dari analisa FTIR. Pada Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi juga menunjukkan puncak yang identik dengan difraktogram standar JCPDS 00-004-0829. Hal ini menunjukkan bahwa sintesa penyangga Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi berhasil dilakukan.
3. Pada variasi % loading promotor didapatkan konversi reaksi sebesar 85,387 % untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan 79,558 % untuk Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, pada kondisi operasi rasio molar minyak metanol 1:9, 5% berat katalis, suhu 60°C dan waktu reaksi 5 jam.
4. Pada variasi molar rasio minyak metanol dan % berat katalis didapatkan konversi yang terbesar yaitu 92,119 % untuk K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan 86,464% untuk Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, dengan ratio minyak metanol 1:12, 5% berat katalis, suhu 60°C dan waktu reaksi 5 jam.
5. Semakin lama waktu reaksi dan semakin tinggi suhu reaksi akan menghasilkan konversi yang semakin besar. konversi tertinggi dalam produk yang dihasilkan sebesar 95,197 % untuk katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi dan 88,594% untuk Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi, dengan ratio minyak metanol 1:12, 5% berat katalis, suhu 65°C dan waktu reaksi 5 jam.
6. Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis K/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah $-r'_{TG} = 4,442 \times 10^5 e^{-39,957/8,314T} \cdot C_{TG}$ dan dengan katalis Na/Mg-Al hidrotalsit terkalsinasi adalah $-r'_{TG} = 3,96773 \times 10^5 e^{-40,418/8,314T} \cdot C_{TG}$

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Aamir, I.K. dan Dermot, O'Hare. (2002), "Intercalation chemistry of layered double hydroxides: recent developments and applications", *Advance Article*, Web 3rd October.
- Abebe, K.E., Yohannes, K., Rolando, Z. (2011), "Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils", *Biomass and Bioenergy*, Vol. 35, hal. 3787-3809.
- Andry, M. (2008), "Pembuatan Biodiesel dari Crude Palm Oil".ams blogspot.com
- Asri, N.P. (2013), *Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Nabati dengan Katalis Padat Berpenyangga γ -Alumina*, Disertasi Doktor, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Balat, M. dan Balat, H. (2009), "Recent trends in global production and utilization of bioethanol", *Fuel Applied Energy*, Vol. 86, No.11, hal 2273-82.
- Basahel, N., Al-Thabaiti, S.A., Narasimharao, K., Ahmed, S.N., (2014) "Nanostructured Mg-Al Hydrotalcite as Catalyst for Fine Chemical Synthesis", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 14, hal. 1931-1946.
- Biofuel Industries (A Renewable Energy Technologies Company). Crude Palm Oil. Available from www.cogeneration.net.
- Bode (2002), Bahan bakar alternatif biodiesel, USU Digital Library, 1-13.
- Cantrell, D. G., Gillie, L. J., Lee, A. F., Wilson, K. (2005), "structure reactivity correlations in Mg/Al hydrotalcite catalyst for biodiesel synthesis ". *Applied Catalysis A : General*, Vol. 287, hal. 183-190.
- Cavani, F., Trifiro, F., Vaccari, A. (1991), "Hydrotalcite-type anlonlc clays: preparation, properties and applications", *Catalyst Today*, Vol 11, hal 173-301.
- Climent, M.J., Corma, A., Iborra, K., Epping, K., dan Velty. A. (2004) " Increasing the basicity and catalytic activity of hydrotalcite by different synthesis procedurs" , *Journal of catalysis*, Vol. 225, Hal. 316-326.

- Demirbas, A. (2005), "Biodiesel Production from Vegetable Oils via Catalytic and Non – Catalytic Supercritical Methanol Transesterification Methods", *Progress in Energy and Combustion Science*, Vol. 31, hal. 466-487
- Dewan Energi Nasional Republik Indonesia, (2014), Outlook Energi Indonesia 2014, <http://prokum.esdm.go.id>.
- Di Cosimo, J.I., Diez V.K., Xu, M., Iglesia, E., Apesteguia, C.R. (1998), "Structure and Surface and catalytic Properties of Mg-Al basic oxide", *Journal of Catalysis* Vol. 178, hal. 499-510.
- Disakou, M., Louloudi, A., & Papayannakos, N. (1998), "Kinetics of the non catalytic transesterification of soybean oil", *Fuel*, Vol. 77, hal. 1297-1302.
- Fogler, H dan Scott. (1999), *Elements of Chemical Reaction Engineering*, 3rd edition, Prentice Hall International Series in the Physical and Chemical Engineering Series, New Jersey.
- Freedman, B., Pryde, E.H., Mounts, T.L. (1984), "Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils", *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 61, hal. 1638-1643.
- Gerpen, J.V. (2005), "Biodiesel Processing and production", *Journal Fuel Process Technology*, Vol. 86, hal. 1097-1107.
- Gomes, J.F.P., Puna, Jaime F.B., Goncalves, Lissa, M. Bordado, Joao C.M. (2011), "Study on the use of MgAl hydrotalcites as solid heterogeneous catalysts for biodiesel production", *Energy*, Vol. 36, hal 6770-6778.
- Hambali, E. (2006). "*Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel*", Edisi 1. Jakarta : Penebar Swadaya.
- Hanzel, S. dan Heather, B. (2006), "Hydrotalcites", MEI Chemical, Manchester M27 8 LS, England.
- Hawley., Gessner, G. (1981), *The Condensed Chemical Dictionary*, 10th edition, Van Nostrand Reinhold Company, New Jersey.
- Helwani, Z., Othman M.R., Aziz, N., Fernando, W.J.N., Kim, J. (2009), "Technologies for production of biodiesel focusing on green catalytic techniques" *a review : Fuel Processing Technology*, Vol. 90, hal. 1502-1514.

- Henley, E.J., Seader, J.D. (1968). “*Equilibrium Stage Separation Operations in Chemical Engineering*”, 4th edition, John Wiley & Sons, New York.
- Hui, Y.H. (1996), *Bailey’s Industrial Oil and Fat Products : Industrial and Consumer Non edible products from Oils and Fats*, 5th edition , John Wiley & Sons , New York.
- ICIS Chemical Business, (2009), Focus on surfactants—hit by biodiesel, 45: 391. Available from www.icis.com.
- I. Noshadi, N.A.S. Amin, R.S. Parnas, (2012), “Contiuous production of biodiesel from waste cooking oil a reactive column catalyzed by solid heteropolyacid: optimation using response surface methodology (RSM)”, *Fuel*, Vol. 94, hal. 156-164.
- Ilgen, O. dan Akin, A.N. (2008). “Development of Alumina Supported alkaline Catalyst Used for Biodiesel Production”. *Turk J. Chem*, Vol. 33, hal. 281-287
- Georgogianni, K. G., Katsoulidis, A.K., Pomonis, P.J., Manos, G., Kontominas, M.G. (2009), “Transesterification of rapeseed oil for the production of biodiesel using homogeneous and heterogeneous catalysis”. *Fuel Processing Technology*, Vol. 90, hal 1016-1022.
- Gomes, Joao F.P., Puna, Jaime F.B., Goncalves, Lissa M., Bordado, Joao C.M. (2011), “Study on the use of MgAl hydrotalcites as solid heterogeneous catalysts for biodiesel production”, *Energy*, Vol. 36, hal. 6770-6778.
- Ketaren S., (1986), *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, UI-Press, Jakarta.
- Kloprogge, J. Theo, Hickey, Leisel., Frost, R.L., (2004), “FT-Raman and FT-IR Spectroscopic Study of Synthetic Mg/Zn/Al-Hydrotalcites”, *Journal of Raman Spectroscopy*, Vol. 35, hal. 967-974.
- Kirk, R.E. dan Othmer, D. F., (1980), *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd ed., vol. 9, John Wiley and Sons, New York.
- Knozinger, Helmut (2009), “Heterogeneous Catalysis and Solid Catalysts”, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Weinheim, Germany.

- Kusdiana, D., Saka, S. (2001), "Kinetics of Transesterification in Rapeseed Oil to Biodiesel Fuel as Treated in Supercritical Methanol", *Fuel*, Vol. 80, hal. 693-698.
- Lam, M.K., Lee, K.T., Mohamed, A.R. (2010), "Homogeneous, Heterogeneous and Enzymatic Catalysis for Transesterification of High Free Fatty Acid Oil (Waste Cooking Oil) to Biodiesel : A Review", *Journal Biotechnology Advances*, Vol. 28, hal. 500-518.
- Leung, D.Y.C. dan Guo, Y. (2006), "Transesterification of neat and used frying oil: optimization for biodiesel production", *Fuel Process Technol.*, Vol. 87, hal. 883-90.
- Levenspiel, O. (1999), *Chemical Reaction Engineering*, 3rd edition, Wiley International edition, John Wiley and Sons, Inc, Canada
- Lotero, E., Goodwin Jr, J.G., Bruce, D.A, (2006), "The Catalysis of Biodiesel Synthesis", *Catalysis*, Vol. 19, hal. 41 – 80.
- Lukic, I., Krstic, J., Jovanovic, D., Skala, D. (2009) "Alumina silica supported K_2CO_3 as a catalyst for biodiesel synthesis from sunflower oil, *Bioresource Technology*, 100, 4690-4696.
- Ma, F. dan Hanna, M.A. (1999). "Biodiesel production: a review", *Bioresource Technology*, Vol. 70, hal. 1, 1- 15.
- Martin Hajek, Kutalek, P., Smolakova, L., Troppova, I., Capek, L., Kubica, D., Kocik, J., Thanh, D.N. (2014), " Transesterifikasi of rapeseed oil by M-Al mixed oxide with various Mg/Al molar ratio", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 236, Hal. 160-167.
- Mekhilef, S., Siga, S. dan Saidur, R. (2010), "A review on palm oil biodiesel as a source of renewable fuel" hal. 1937-1949.
- Navajas, A., Campo, I., Arzamendi, G., Hernandez. W.Y, Bobadilla, L.F., Centeno, J.A, Odriozola, J.A., Gandia, L.M. (2010), "Synthesis of biodiesel from the methanolysis of sunflower oil using PURAL Mg-Al hydrotalcite as catalyst precursors", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol 100, hal. 299-309.

- Newman, S. dan Jones, W. (1998), “Characterization and Applications Of Layered Double Hydroxides Containing Organic Guest”, *New journal of Chemistry*, Vol. 22, hal. 105-15.
- Nurjannah, Roesyadi, A., Prajitno, D. H. (2010) “Konversi Katalitik Minyak Sawit untuk Menghasilkan Biofuel Menggunakan Silika Alumina dan HZSM-5 Sintesis”, *Reaktor*, Vol 13, hal 37-43.
- Petrucci, R.H., Herring, F.G., Madura, J.D., Bissonnette, C. (2010), *General Chemistry*, 10th edition, Pearson Canada, Toronto.
- Salomão, R., Dias, I.M.M., Cardoso, P.H.L., Arruda, C.C. (2013), “Hydrotalcite ($Mg_6Al_2(OH)_{16}(CO_3) \cdot 4H_2O$): A Potentially Useful Raw Material for Refractories”. *Interceram – Refractories Manual I/2013*, hal. 187 – 191.
- Santana, A., Macaira, J., Larrayoz, M.A. (2012), “Continuous Production of Biodiesel Using Supercriticalfluids: A Comparative Study Between Methanol and Ethanol”, *Fuel Processing Technology*, Vol. 102, hal. 110-115.
- Seader, J.D., Henley, E.J., (2006), second edition, *Separation process principles*, John Wiley & Sons, New York.
- Serio, M.D., Tesser, M.R., Pengmei, L., Santacesaria, E., (2008), “Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production”, *Energy and Fuel*, Vol. 22, hal. 207-217.
- Semwal S., Arora A.K., Badoni R.P., Tuli D.K. (2011), “Biodiesel production using heterogeneous catalysts”, *Bioresource Technology*, Vol.102, hal. 2151- 2161.
- Sharma, Y.C. dan Singh, B. (2009), “Development of Biodiesel: Current Scenario”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. 13, hal. 1646-1651.
- Soerawidjaja dan Tatang, H. (2006), “Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel”. Handout Seminar Nasional “Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan”. UGM, Yogyakarta.
- Sun, L., Wu, Z., Kou, J., Chun, Y., Wang, Y., Zhu, J. (2006) “Catalytic Performance of Supported KNO_3 Solid Bases for Methylation of Cyclopentadiene”, *Chinese Journal Catalyst*, Vol. 27, hal. 725-731.
- Technical Information and safe Handling Guide for Methanol, 2006.
- Tantirungrotechai, J., Chotmongkolsap, P., Pohmakotr, M. (2010), “Synthesis, characterization, and activity in transesterification of mesoporous Mg–Al

- mixed-metal oxides”, *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 128, hal. 41-47.
- Tuti, Indah S. M., Said Adhitya Summa, W. dan Ani, K. Sari (2011), “Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit”, Prosiding Seminar Nasional AVoER ke-3. Palembang, Indonesia, Oktober 26-27.
- Thomas, B. dan Laurie, B. (1993) *Renewable energy: Sources of Fuels and electricity*, Island Press, hal. 3–12.
- Umdu, E.S. (2008), *Methyl Ester Production From Vegetable Oils on Heterogeneous Basic Catalysts*, M.Sc. Thesis, Engineering and Sciences of İzmir Institute of Technology, Izmir Turkish.
- Vaccari, A. (1998), “Preparation and catalytic properties of cationic and anionic clays”, *Catalysis Today*, Vol. 41, hal. 53-71.
- Valcheva-Traykova, N. dan Davidova, A. Weiss. (1993), *Journal Material Science*, hal. 2157–2162.
- Vicente, G., Martinez, M., Aracil, J. (2006), “A comparative study of vegetable oils for biodiesel production in Spain”, *Energy & Fuels*, Vol. 20, hal. 394-398.
- Viswanathan, B dan Ramaswary, A.V. (2005), “Selection of Solid Heterogenous Catalyst for Transesterification Reaction”, National Centre for catalyst Research Indian of Technology, Madras, Chennai. 600 036.
- Vujicic, Dj., Comic, D., Zarubica, A., Micic, R., Boskovic, G. (2009), “Kinetics of biodiesel synthesis from sunflower oil over CaO heterogeneous catalyst”, *Fuel*, Vol. 89, hal. 2054-2061.
- Wan Ghazali, W. N. M., Mamat, R., Masjuki, H.H., Najafi, G. (2015), "Effects of biodiesel from different feedstocks on engine performance and emissions: A review." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. 51, Hal. 585-602.
- Wang, Z.X., Zhuge, J., Fang, H., Prior, B.A. (2001), “Glycerol Production by Microbial Fermentation:A review”, *Biotechnology Advances*, Vol. 19, hal. 201-223.
- Wiley, J. dan Maruzen (1997), *Chemical Reaction and Reactor Design*, 1st edition, John Wiley and Sons Ltd, New York.

- Xie, W. dan Li, H. (2006),” Alumina-Supported Potassium Iodide as a heterogeneous catalyst for Biodiesel Production from Soybean Oil”, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 255, Hal. 1-9.
- Zabeti, M., Daud, W.M.A.W., Aroua, M.K. (2009), “Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production: A review”, *Fuel Processing Technology*, Vol. 90, hal. 770-777.
- Zhou, H., Beltramini, J.N., Fan, Y.X., Lu, G.Q. (2008), “Chemoselective Catalytic Conversion of Glycerol as a Biorenewable Source to Valuable Commodity Chemicals”, *Chem. Soc Rev.*, Vol. 37, hal. 527–549.

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap NIAR KURNIA JULIANTI, lahir pada 19 Juli 1991 di Surabaya. Penulis merupakan putri pertama dari dua bersaudara dari pasangan Sukirman dan Marmi. Penulis mulai mendapatkan pendidikan formal di SD Hang Tuah 12 Surabaya kemudian dilanjutkan di SMPN 5 Surabaya dan SMAN 13 Surabaya. Pada tahun 2009, penulis diterima D-III Teknik Kimia di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya untuk menempuh pendidikan pada jenjang Diploma 3.

Di kampus perjuangan ini, penulis aktif di organisasi Himpunan DIII Teknik Kimia sebagai bendahara II pada tahun 2010 dan sebagai bendahara umum pada tahun 2012. Selain itu penulis aktif mengikuti Karya Ilmiah Mahasiswa. Penulis pernah melaksanakan kerja praktek di Petrokimia Gresik selama 2 bulan pada tahun 2011. Setelah itu Penulis melanjutkan jenjang S1 pada tahun 2012. Pada akhir masa studi S1, penulis menyelesaikan tugas akhirnya di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia. Penulis berhasil menyelesaikan tugas Pra Desain Pabrik Sirup Glukosa serta penelitian dengan tema energi alternatif dan rekayasa katalis heterogen pada tahun 2014.

Pada tahun 2014 penulis diterima untuk melanjutkan studi pascasarjana di Jurusan Teknik Kimia ITS. Penulis berhasil menyelesaikan studi program Magister Teknik Kimia selama 2 tahun dan lulus tahun 2016. Pada akhir masa studi S2, penulis menyelesaikan tesis di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia di bawah bimbingan Bapak Prof. Achmad Roesyadi, DEA. dengan tema energi alternatif dan rekayasa katalis berbahan dasar *clay*. Semoga buku tesis ini dapat bermanfaat bagi para pembaca. Jika ada saran dan kritik dapat dikirim melalui e-mail penulis di julianti.niar19@gmail.com atau melalui seluler di 089677826011.