



3100015062641

RTK

661.83

Yog

t-1

2015

Tesis - TK 142541

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN KATALIS MgAl-HYDROTALCITE
DALAM REAKTOR FIXED BED**

RACHMAD RAMADHAN YOGASWARA
2313 201 008

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	10-9-2015
Terima Dari	H
No Agenda Prp.	-

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Biodiesel secara kimiawi dapat didefinisikan sebagai bahan bakar yang tersusun dari mono-alkil ester pada asam lemak rantai panjang yang berasal dari sumber terbarukan, seperti minyak nabati dan lemak hewani (Math dkk, 2010). Beberapa macam sumber dari minyak nabati, seperti kelapa, kelapa sawit, jarak pagar, kapas telah diteliti sebagai bahan baku untuk memproduksi biodiesel.

Terdapat beberapa metode dalam pembuatan dan aplikasi penggunaan biodiesel, yakni penggunaan langsung minyak nabati, mikroemulsi, perengkahan termal (pirolisis), dan transesterifikasi (Helwani dkk, 2009). Penggunaan langsung minyak nabati tidak aplikatif untuk kebanyakan mesin diesel, karena minyak nabati memiliki viskositas yang tinggi sehingga dapat merusak mesin. Sedangkan, biodiesel yang didapat dari metode mikroemulsi dan perengkahan termal dapat mendorong ke arah pembakaran tak sempurna karena angka setana (*cetane number*) yang rendah. Transesterifikasi merupakan metode yang paling umum untuk pembuatan biodiesel karena prosesnya yang sederhana dan telah lama dipelajari serta secara industri telah digunakan untuk mengubah minyak nabati menjadi biodiesel (Borges dkk, 2012).

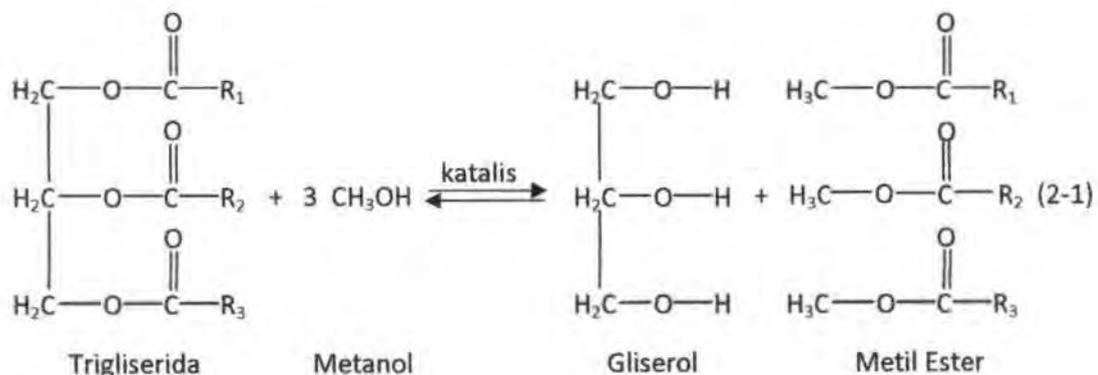
II.1 Transesterifikasi

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 2.1.



3100015062641

RTK
GG.83
Yog
t-1

2015

Tesis - TK 142541

TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENGUNAKAN KATALIS MgAl-HYDROTALCITE DALAM REAKTOR FIXED BED

RACHMAD RAMADHAN YOGASWARA
2313 201 008

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	10-9-2015
Terima Dari	H
No Agenda Prp.	-



Thesis - TK 142541

TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING MgAl-HYDROTALCITE CATALYST IN FIXED BED REACTOR

RACHMAD RAMADHAN YOGASWARA
2313 201 008

SUPERVISOR
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

MASTER PROGRAM
PROCESS TECHNOLOGY
CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

LEMBAR PENGESAHAN

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (MT)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :

Rachmad Ramadhan Yogaswara
NRP. 2313 201 008

Tanggal Ujian : 30 Juli 2015

Periode wisuda : September 2015

Disetujui Oleh :

1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA (Pembimbing)
NIP. 1950 04 28 1979 03 1002
2. Prof. Dr. Ir. M. Rachimoellah, Dipl. EST (Penguji)
NIP. 1949 11 17 1976 12 1001
3. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA (Penguji)
NIP. 1961 08 02 1986 01 1001
4. Siti Nurkhamidah, ST, MS, Ph.D (Penguji)
NIP. 1984 05 08 2009 12 2004



Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, M.T.
NIP. 1964 04 05 1990 02 1001

TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING MgAl-Hydrotalcite CATALYST IN FIXED BED REACTOR

Name : Rachmad Ramadhan Yogaswara
NRP : 2313201008
Supervisor : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

ABSTRACT

The general objective of this research is studying the performance of the modified catalyst (MgAl-Hydrotalcite) in the manufacturing of biodiesel by transesterification process in batch and continuous reactors (fixed bed). Experiment is performed in three steps: preparation of the catalyst, the catalyst selection in a batch reactor, the transesterification in a fixed bed reactor and calculate the reaction kinetics model. MgAl-Hydrotalcite synthesis was carried out with precipitation method under low supersaturation condition. MgAl-Hydrotalcite that was synthesized, then characterized by X-ray Diffraction (XRD) and Brunauer-Emmet-Teller (BET) analysis.

The highest surface area of MgAl-Hydrotalcite that obtained is 116,661 m²/gr when it calcined at 700 °C. MgAl-Hydrotalcite that was synthesized, then was selected using transesterification in batch reactor and the resulted products were analyzed by Gas Chromatography (GC). Catalyst that was prepared using Na₂CO₃ and NaOH as precipitating agent and Mg/Al mol ratio 3:1, can give the best catalytic activity at transesterification in batch reactor. That catalyst can obtain the product with Fatty Acid Methyl Ester (FAME) amounts up to 76,52 % and conversion of reaction until 82,86 %.

Catalyst that can give the best catalytic activity, then used for transesterification process in fixed bed reactor. Feed flow rate into reactor and operation temperature of reactor are very influence towards yield FAME and conversion of reaction. The highest of FAME content and also conversion of reaction is obtained with feed flow rate 3 ml/mins and reaction temperature 200°C, that is 2,342941 x 10⁵ mg/l and 39,13 % respectively. Kinetics equation for transesterification of palm oil using MgAl-Hydrotalcite as catalyst in fixed bed reactor is well-defined by $-r'_A = 0,09255e^{-9089,973/8,314T}.C_A$

Keywords : Biodiesel, Fixed Bed Reactor, MgAl-Hydrotalcite Catalyst, 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 MgAl-Hydrotalcite dalam Reaktor Fixed Bed”**.

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 nasional, yakni Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono XI, UPN Veteran Jawa Timur pada 4 Juni 2015. 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. M. Rachimoallah, Dipl. EST, Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA, Ibu Siti Nurkhamidah, ST, M.S., Ph.D selaku dosen penguji.
3. Prof. Ir. Renanto Handogo, M.S., Ph.D dan Bapak Prof. Dr. Ir. Gede Wibawa, M.Eng selaku Ketua dan Sekretaris Program Studi Pascasarjana Teknik Kimia – ITS.
4. Segenap dosen dan karyawan Jurusan Teknik Kimia serta Bapak Kari Utomo selaku laboran di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia.
5. Rekan – rekan pascasarjana angkatan 2013 dan 2014 serta rekan – rekan di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, Jurusan Teknik Kimia – ITS.

Pada kesempatan ini, disampaikan pula rasa haru dan terima kasih kepada kedua orang tua yang selalu membimbing, mendukung, dan mendoakan putra – putrinya.

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, Agustus 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Peumusan Masalah	6
I.3 Batasan Masalah	6
I.4 Tujuan Penelitian	7
I.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Transesterifikasi	9
II.1.1 Reaksi Transesterifikasi Dengan Katalis Homogen	13
II.1.2 Reaksi Transesterifikasi Dengan Katalis Heterogen	16
II.2 Hydrotalcite	20
II.2.1 Metode Preparasi Hydrotalcite	22
II.2.2 MgAl-Hydrotalcite	24
II.3 Bahan Baku	25
II.3.1 Minyak Kelapa Sawit	25

II.3.2	Metanol	26
II.4	Produk	28
II.4.1	Biodiesel	28
II.4.2	Gliserol	29
II.5	Peneliti Terdahulu	31
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN		
III.1	Bahan	34
III.2	Peralatan	34
III.3	Gambar Peralatan	35
III.4	Variabel Penelitian	39
III.5	Prosedur Percobaan	40
III.6	Diagram Alir Percobaan	42
III.7	Analisa Data	44
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
IV.1	Sintesa MgAl-Hydrotalcite	45
IV.2	Karakteristik MgAl-Hydrotalcite	49
IV.3	Seleksi Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Batch</i>	53
IV.4	Uji Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Fixed Bed</i>	59
IV.5	Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis MgAl-Hydrotalcite pada Reaktor <i>Fixed Bed</i>	64
 BAB V KESIMPULAN		

DAFTAR PUSTAKA viii

APPENDIKS

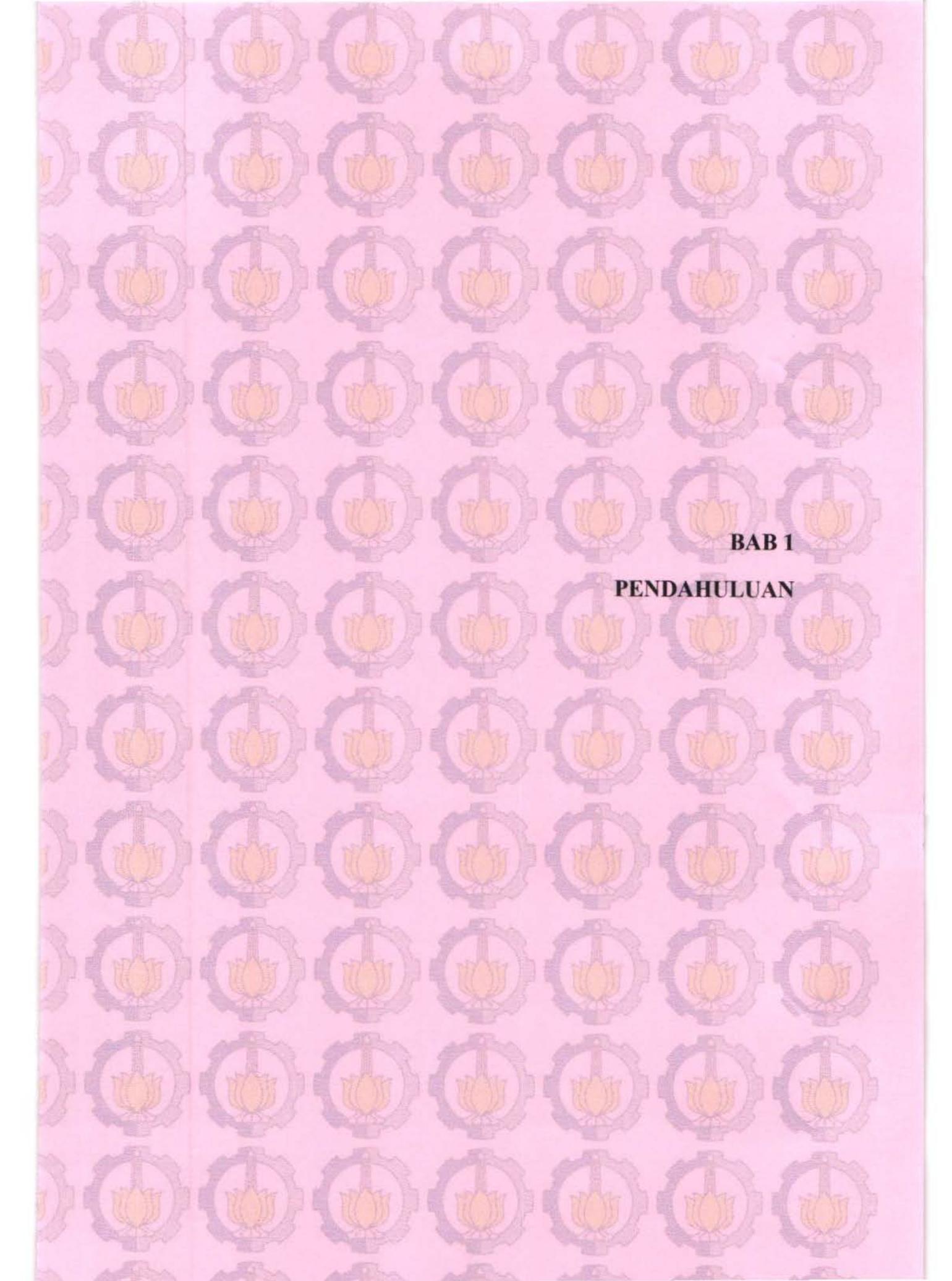
DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Perkembangan Cadangan dan Produksi Energi Fosil 2000-2008..	2
Tabel 2.1	Komposisi asam lemak dalam minyak kelapa sawit	25
Tabel 2.2	Sifat fisik dan kimia minyak kelapa sawit	26
Tabel 2.3	Sifat – sifat fisik dan kimia metanol murni	27
Tabel 2.4	Standar biodiesel menurut ASTM D6751	30
Tabel 2.5	Penelitian terdahulu	31
Tabel 4.1	Tahapan pembentukan partikel hydrotalcite	46
Tabel 4.2	Perbandingan mol Mg/Al dalam sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan penggunaan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen presipitasi	47
Tabel 4.3	Perbandingan mol Mg/Al dalam sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan penggunaan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi	48
Tabel 4.4	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap perubahan massa MgAl-Hydrotalcite	49
Tabel 4.5	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan MgAl-Hydrotalcite	52
Tabel 4.6	Komposisi minyak kelapa sawit merk Bimoli dari analisa GC/MS	54
Tabel 4.7	Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi untuk berbagai suhu reaksi	67
Tabel 4.8	Nilai konstanta kecepatan reaksi (k') transesterifikasi untuk berbagai variasi suhu reaksi	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Perkiraan pemakaian energi final per jenis energi	2
Gambar 1.2	Produksi dan konsumsi CPO untuk industri dan kebutuhan pangan di Indonesia	4
Gambar 2.1	Jenis – jenis trigliserida	11
Gambar 2.2	Mekanisme reaksi transesterifikasi dari trigliserida dengan menggunakan katalis basa homogen	15
Gambar 2.3	Mekanisme reaksi transesterifikasi dari trigliserida dengan menggunakan CaO sebagai katalis basa heterogen	18
Gambar 2.4	Skema yang menunjukkan struktur dari hydrotalcite	21
Gambar 2.5	Struktur dari hydrotalcite yang menunjukkan lapisan <i>brucite</i> dan anion pada <i>interlayer</i>	21
Gambar 2.6	Diagram skematik dari aplikasi penggunaan senyawa hydrotalcite	22
Gambar 3.1	Diagram blok tahapan penelitian	33
Gambar 3.2	Peralatan Sintesa Mg-Al Hydrotalcite	35
Gambar 3.3	Peralatan kalsinasi katalis	36
Gambar 3.4	Rangkaian reaktor <i>batch</i>	37
Gambar 3.5	Rangkaian reaktor <i>fixed bed</i>	39
Gambar 3.6	Diagram alir sintesa MgAl-hydrotalcite	42
Gambar 3.7	Diagram alir percobaan transesterifikasi minyak kelapa sawit pada reaktor <i>batch</i>	43
Gambar 3.8	Diagram alir percobaan transesterifikasi minyak kelapa sawit pada reaktor <i>fixed bed</i>	43
Gambar 4.1	Difraktogram MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa pada beberapa variasi perbandingan mol Mg/Al	50
Gambar 4.2	Reference pattern untuk Hydrotalcite (JCPDS 00-014-0191) ..	51
Gambar 4.3	Pola <i>x-ray diffraction</i> untuk MgAlCl Hydrotalcite (a) dan CuCoAl Hydrotalcite (b)	52

Gambar 4.4	Kromatogram minyak kelapa sawit merk Bimoli	54
Gambar 4.5	Diagram pengaruh perbandingan mol Mg/Al terhadap konversi reaksi dengan katalis MgAl-HT	56
Gambar 4.6	Diagram pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap konversi reaksi dengan katalis MgAl-HT	58
Gambar 4.7	Diagram pengaruh perbandingan mol Mg/Al terhadap konversi reaksi dengan katalis NaMgAl-HT	59
Gambar 4.8	Pengaruh laju alir umpan terhadap konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor <i>fixed bed</i>	62
Gambar 4.9	Pengaruh suhu operasi reaktor terhadap konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor <i>fixed bed</i>	63
Gambar 4.10	Plot $(1-X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n-1) \cdot C_{A0}^{n-1} \cdot \tau$	66
Gambar 4.11	Plot $\ln k$ vs $1/T$	68



BAB 1

PENDAHULUAN

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Energi merupakan kebutuhan mendasar bagi manusia, karena seluruh aspek kehidupan manusia membutuhkan energi. Di seluruh dunia, bahan bakar minyak merupakan sumber energi dengan konsumsi terbesar dibanding sumber energi lainnya. Saat ini kebutuhan akan bahan bakar minyak semakin meningkat seiring semakin meningkatnya populasi dan semakin berkembangnya teknologi, akan tetapi cadangan sumber daya minyak bumi yang berasal dari fosil semakin menipis karena sifatnya yang tidak dapat diperbaharui (*unrenewable resources*). Menurut data *Automotive Diesel Oil*, konsumsi bahan bakar Indonesia telah melebihi produksi sejak tahun 1995, dan diperkirakan cadangan minyak Indonesia akan habis dalam waktu 10-15 tahun mendatang (Hambali, 2006).

Saat ini, dunia mengalami krisis energi terutama yang berasal dari bahan bakar minyak. Kondisi ini semakin diperparah dengan harga minyak dunia yang terus mengalami peningkatan, dan saat ini berada pada kisaran US \$ 98,94/barrel (www.opec.org, 2014). Di Indonesia, cadangan minyak mentah yang berasal dari fosil terus menurun sedangkan konsumsinya terus meningkat setiap tahunnya. Cadangan terbukti minyak nasional hanya 3,7 miliar barel atau diperkirakan hanya sekitar 0,3 % cadangan minyak mentah dunia. Diperkirakan cadangan minyak mentah tersebut hanya dapat diproduksi selama 10 tahun (Dewan Energi Nasional, 2010).

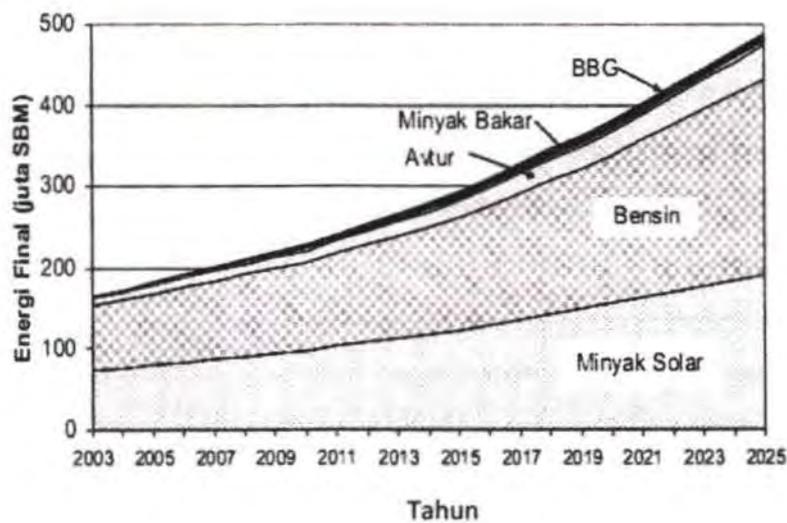
Jumlah cadangan minyak bumi terus mengalami penurunan dari 5,1 miliar barel pada tahun 2000 menjadi 3,7 miliar barel pada tahun 2008 sedangkan produksi minyak mentah juga mengalami penurunan dari 1,42 juta barel menjadi 0,98 juta barel per hari (Tabel 1.1). Pemakaian jenis energi minyak bumi terbesar kedua setelah bensin di Indonesia adalah solar, hampir mencapai 43,4% dari total pemakaian jenis BBM. Pemakaian solar/diesel sangat luas terutama untuk transportasi, industri dan pertanian (Gambar 1.1). Pemanfaatan Bahan Bakar

Minyak (BBM) pada sektor transportasi di Indonesia dari tahun 2003 sampai tahun 2025 diperkirakan meningkat rata – rata 6 % per tahun. Penggunaan energi pada sektor transportasi diperkirakan akan meningkat dari sekitar 165 juta satuan barel minyak (SBM) pada tahun 2003 menjadi sekitar 488 juta SBM pada tahun 2025 (Dewan Energi Nasional, 2010).

Tabel 1.1. Perkembangan Cadangan dan Produksi Energi Fosil 2000 - 2008

Tahun	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008
Cadangan									
terbukti minyak bumi (Miliar Barel)	5,1	5,1	4,7	4,8	4,3	4,2	4,4	4,4	3,7
Cadangan									
Potensial Minyak bumi (Miliar Barel)	4,5	4,7	5,0	4,4	4,3	4,4	4,6	4,0	4,5
Produksi Minyak Bumi (Juta Barel per hari)									
	1,42	1,34	1,25	1,14	1,10	1,05	0,98	0,97	0,98

Sumber: Dewan Energi Nasional, 2010



Gambar 1.1. Perkiraan pemakaian energi final per jenis energi (Dewan Energi Nasional, 2010)

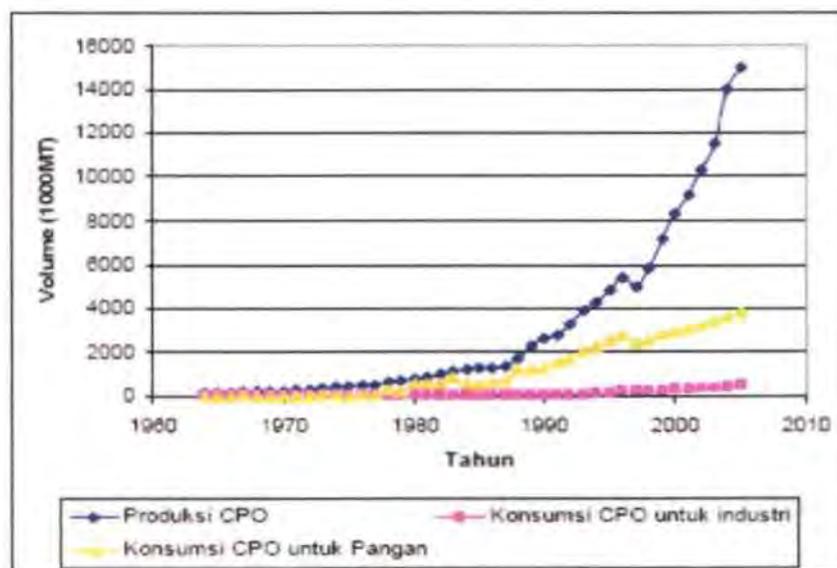
Untuk mengatasi kelangkaan energi ini, pemerintah gencar mencanangkan pengembangan energi alternatif yang dapat diperbaharui (*renewable resources*). Hal ini terlihat dengan dikeluarkannya Inpres No. 25 tahun 2006 tentang penyediaan dan pemanfaatan Bahan Bakar Nabati (BBN) sebagai bahan bakar lain. Selanjutnya, Peraturan Pemerintah No. 5 tahun 2006 tentang kebijakan energi nasional yang mempertegas arah pengembangan *biofuel*. Untuk menghindari terjadinya kelangkaan bahan bakar, berbagai upaya untuk mencari sumber energi alternatif yang dapat diperbaharui dan ramah lingkungan semakin digalakkan. Sedangkan dalam upaya mengatasi kelangkaan solar, pengembangan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif menjadi pilihan yang strategis. Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati, minyak hewani, atau minyak goreng bekas / daur ulang.

Bila dibandingkan dengan bahan bakar diesel / solar, biodiesel bersifat lebih ramah lingkungan, dapat diperbaharui (*renewable*), dapat terurai (*biodegradable*), memiliki sifat pelumasan terhadap mesin piston karena termasuk kelompok minyak yang tidak mengering (*non-drying oil*), mampu mengeliminasi efek rumah kaca, dan kontinuitas ketersediaan bahan baku terjamin. Biodiesel bersifat ramah lingkungan karena menghasilkan emisi gas buang yang jauh lebih baik dibandingkan diesel / solar, yaitu bebas sulfur, bilangan asap (*smoke number*) rendah, dan angka setana (*cetane number*) bekisar antara 57-62 sehingga efisiensi pembakaran lebih baik, terbakar sempurna (*clean burning*), dan tidak menghasilkan racun (*nontoxic*) (Hambali,2006).

Bahan baku pembuatan biodiesel yang potensial di Indonesia saat ini adalah minyak kelapa sawit, karena produksi kelapa sawit yang sangat tinggi. Kelapa sawit merupakan salah satu bahan terbarukan yang tersedia melimpah dan memungkinkan untuk dikembangkan. PT Perkebunan Nusantara VI melaporkan bahwa Indonesia merupakan penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia dengan total produksi 24 juta ton pada tahun 2012, jauh diatas Malaysia. Nilai ekspor kelapa sawit 18 juta ton sedangkan kebutuhan domestik hanya 6 juta ton. Peluang pemanfaatan kelapa sawit sebagai bahan baku untuk pembuatan biodiesel

tidak perlu dikhawatirkan akan terjadi persaingan dengan bahan pangan (www.bumn.go.id).

Pemakaian komoditi kelapa sawit di Indonesia masih terbatas untuk bahan pangan dan hanya sedikit sekali dimanfaatkan untuk industri, seperti ditunjukkan pada Gambar 1.2. Akibat tidak seimbangnya produksi minyak sawit terhadap keterbatasan pengolahan minyak sawit dalam negeri, membuat minyak sawit diekspor dalam kondisi mentah.



Gambar 1.2. Produksi dan konsumsi CPO untuk industri dan kebutuhan pangan di Indonesia (www.indexmundi.com, 2006)

Proses pembuatan biodiesel selama ini dilakukan melalui proses transesterifikasi minyak tumbuhan dengan alkohol, menggunakan katalis homogen asam / basa (H_2SO_4 atau HCl/ NaOH atau KOH) (Freedman, dkk., 1984; Canakci dan Gerpen, 1999). Namun proses pembuatan biodiesel secara konvensional ini memiliki beberapa kelemahan, diantaranya penggunaan energi yang cukup tinggi, terbentuknya produk samping berupa sabun (Zabeti, dkk., 2009), rumitnya pemisahan produk biodiesel yang dihasilkan dengan katalis yang digunakan (Freedman, dkk., 1984.; Canakci dan Gerpen, 1999), serta adanya limbah alkali dalam jumlah yang besar mengakibatkan ancaman terhadap lingkungan, sehingga memerlukan proses lanjutan yang cukup kompleks serta membutuhkan energi yang cukup tinggi dan pada akhirnya meningkatkan ongkos

produksi (Serio, dkk., 2008; Zabeti, dkk., 2009; Furuta, dkk., 2006). Salah satu solusinya adalah melakukan transesterifikasi dengan metanol super kritis tanpa katalis. Namun metode ini mempunyai kelemahan karena reaksinya membutuhkan temperatur yang sangat tinggi (350 – 400 °C) dan tekanan antara 100 - 250 bar sehingga ongkos produksi maupun biaya investasi menjadi sangat mahal (Serio, dkk., 2008).

Berdasarkan permasalahan tersebut pengembangan katalis heterogen/padat nampaknya merupakan solusi yang sangat tepat. Beberapa penelitian menunjukkan dengan menggunakan katalis padat menghasilkan *yield* produk lebih tinggi, kualitas produk biodiesel dan hasil samping gliserol lebih baik (Furuta, dkk., 2006), proses pemisahan katalis dengan hasil reaksi jauh lebih mudah (Serio, dkk., 2008), proses menjadi lebih ramah lingkungan, dan biaya produksi biodiesel menjadi lebih ekonomis (Serio, dkk., 2008; Zabeti, dkk., 2009). Banyak katalis heterogen baik asam maupun basa yang telah dikembangkan oleh beberapa peneliti untuk memproduksi biodiesel, antara lain: logam-logam hidroksida (Zabeti, dkk., 2009), logam-logam kompleks, logam-logam oksida seperti kalsium oksida, zirkonia oksida (Abreu, dkk., 2008), dan katalis yang disuport dengan alumina (Xie dkk, 2006). Penggunaan katalis asam membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama dan temperatur reaksi yang relatif lebih tinggi (Furuta, dkk., 2006).

Cantrell, dkk (2005) telah mengembangkan katalis MgAl-Hydrotalcite, yakni suatu mineral dengan rumus kimia $[Mg_{(1-x)}Al_x(OH)_2]^{x+}(CO_3)_{x/n}^{2-}$, sebagai katalis padat basa untuk reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodiesel. Kemudian, Georgogianni, dkk (2009) menggunakan MgAl-Hydrotalcite untuk transesterifikasi minyak biji kapuk, sedangkan Gomes, dkk (2011) menggunakan katalis tersebut untuk reaksi transesterifikasi minyak kedelai pada reaktor *batch* dan keduanya mampu menghasilkan *yield* hingga 97 %. Katalis MgAl-Hydrotalcite yang dihasilkan memiliki luas permukaan (*surface area*) yang kecil (82 m²/g) bila dibandingkan dengan katalis yang lain sehingga perlu dikembangkan katalis MgAl-Hydrotalcite dengan suhu kalsinasi yang lain sehingga memiliki *surface area* yang lebih besar serta perlu juga dikembangkan

penggunaannya pada reaktor kontinyu. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian-penelitian yang lebih intensif untuk mendapatkan katalis heterogen yang sesuai khususnya katalis basa untuk reaksi transesterifikasi pada reaktor kontinyu.

Dalam laporan kemajuan ini, kami ingin melaporkan hasil dari sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan methanol dalam reaktor *fixed bed*. Selain itu, dilaporkan pula hasil dari seleksi katalis MgAl-Hydrotalcite melalui reaksi transesterifikasi pada reaktor *batch*. Faktor-faktor yang dipelajari meliputi proses pembuatan katalis dengan kondisi kalsinasi katalis, karakterisasi katalis, serta reaksi transesterifikasi pada reaktor *batch*.

I.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimana cara pembuatan katalis MgAl-Hydrotalcite untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel?
2. Bagaimana pengaruh perbandingan mol Mg dan Al (Mg/Al ratio), suhu kalsinasi, dan agen pengendap saat preparasi katalis terhadap aktivitas katalis ditinjau dari konversi reaksi transesterifikasi yang dicapai melalui reaktor *batch*?
3. Bagaimana pengaruh perbandingan temperatur reaksi dan laju umpan terhadap konversi reaksi transesterifikasi yang dicapai pada reaktor *fixed bed*?
4. Bagaimana model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis MgAl-Hydrotalcite pada reaktor *fixed bed*?

I.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* dan *fixed bed*.
2. Proses Transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol menggunakan katalis padat MgAl-Hydrotalcite.

I.4 Tujuan Penelitian

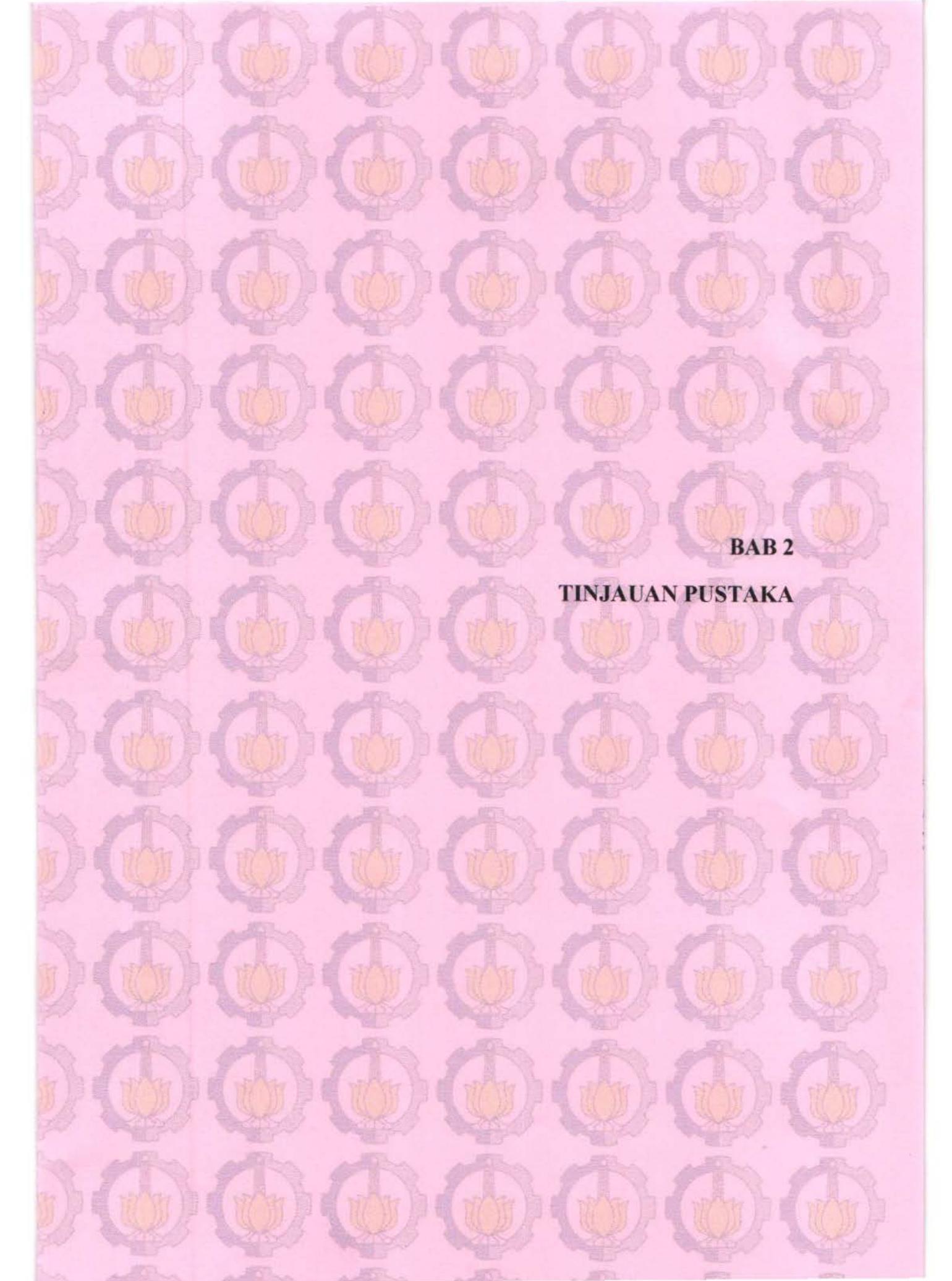
Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari proses preparasi katalis heterogen MgAl-Hydrotalcite untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel.
2. Mempelajari pengaruh perbandingan berat Mg dan Al (Mg/Al ratio), suhu kalsinasi, dan agen pengendap saat preparasi katalis MgAl-Hydrotalcite terhadap konversi reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit yang dicapai pada reaktor *batch*.
3. Mempelajari pengaruh perbandingan temperatur reaksi dan laju alir umpan terhadap konversi reaksi transesterifikasi yang dicapai pada reaktor *fixed bed*.
4. Mencari model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel menggunakan katalis MgAl-Hydrotalcite pada reaktor *fixed bed*.

I.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. Meningkatkan produksi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed*.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Biodiesel secara kimiawi dapat didefinisikan sebagai bahan bakar yang tersusun dari mono-alkil ester pada asam lemak rantai panjang yang berasal dari sumber terbarukan, seperti minyak nabati dan lemak hewani (Math dkk, 2010). Beberapa macam sumber dari minyak nabati, seperti kelapa, kelapa sawit, jarak pagar, kapas telah diteliti sebagai bahan baku untuk memproduksi biodiesel.

Terdapat beberapa metode dalam pembuatan dan aplikasi penggunaan biodiesel, yakni penggunaan langsung minyak nabati, mikroemulsi, perengkahan termal (pirolisis), dan transesterifikasi (Helwani dkk, 2009). Penggunaan langsung minyak nabati tidak aplikatif untuk kebanyakan mesin diesel, karena minyak nabati memiliki viskositas yang tinggi sehingga dapat merusak mesin. Sedangkan, biodiesel yang didapat dari metode mikroemulsi dan perengkahan termal dapat mendorong ke arah pembakaran tak sempurna karena angka setana (*cetane number*) yang rendah. Transesterifikasi merupakan metode yang paling umum untuk pembuatan biodiesel karena prosesnya yang sederhana dan telah lama dipelajari serta secara industri telah digunakan untuk mengubah minyak nabati menjadi biodiesel (Borges dkk, 2012).

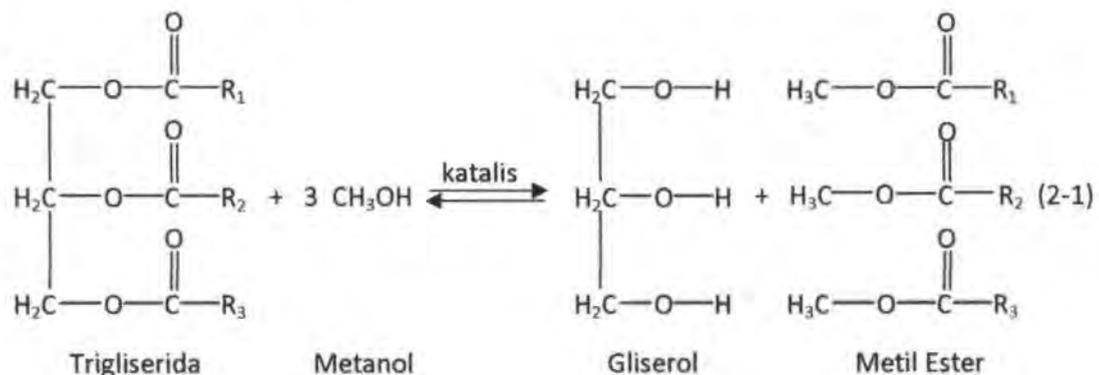
II.1 Transesterifikasi

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 2.1.

- a. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam. Proses ini menggunakan katalis asam-asam kuat seperti asam sulfonat dan asam sulfat. Katalis ini menghasilkan produk alkil ester yang tinggi, tetapi reaksinya lambat dan juga memerlukan temperatur operasi yang tinggi yaitu diatas 100°C dan dapat mencapai waktu operasi selama 3 jam.
- b. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa. Proses transesterifikasi ini berjalan lebih cepat bila dibandingkan dengan menggunakan katalis asam, dan juga tidak memerlukan temperatur operasi yang tinggi karena dapat dioperasikan pada temperatur kurang dari 100°C
- c. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis enzim. Proses transesterifikasi ini belum dikembangkan secara komersil, tetapi banyak dilakukan penelitian-penelitian dengan menggunakan katalis enzim. Aspek umum yang ditinjau dari reaksi ini adalah optimalisasi kondisi utamanya yaitu : pelarut, temperatur, pH, jenis mikroorganisme yang mampu menghasilkan enzim, dan lain sebagainya, yang bertujuan untuk menyusun karakteristik-karakteristik yang sesuai untuk diaplikasikan di bidang industri.

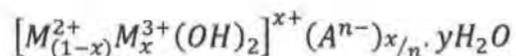
Katalis basa banyak digunakan pada proses pembuatan biodiesel secara komersial. Keuntungan proses transesterifikasi dengan katalis basa yakni prosesnya jauh lebih cepat (diperkirakan 4000 kali lebih cepat) dan korosivitasnya lebih rendah dibandingkan dengan katalis asam (Asri, 2013). Namun, untuk bahan 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).

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).

Sebagai tambahan, hidroksida berlapis ganda (*layered double hydroxide*) dengan formula umum



yang mana juga disebut sebagai hydrotalcite atau senyawa yang serupa dengan hydrotalcite (*hydrotalcite-like compound*) dapat menjadi katalis yang cocok untuk reaksi transesterifikasi. Struktur hydrotalcite berdasarkan pada hidroksida lapis ganda dengan lapisan hidroksida yang mirip dengan *brucite* (Mg(OH)₂) mengandung kation – kation M³⁺ dan M²⁺ yang terkoordinasi secara oktahedral. Hydrotalcite dipilih sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi karena kebasaaan di permukaannya yang kuat, serta luas permukaan dan volume pori yang tinggi (Chantrasa dkk, 2011).

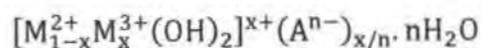
Navajas dkk (2010) meneliti rangkaian MgAl-hydrotalcite komersial sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi dimana dapat disimpulkan bahwa aktivitas katalitiknya lebih kecil dibandingkan dengan hydrotalcite yang disintesa dalam skala laboratorium dengan metode kopresipitasi. Dengan menggunakan Mg-Al hydrotalcite 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 hydrotalcite 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 hydrotalcite 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 hydrotalcite 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.

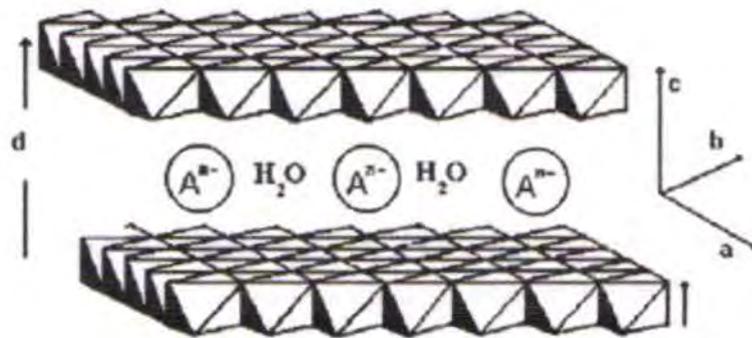
II.2 Hydrotalcite

Hydrotalcite (suatu mineral yang mudah dihancurkan menjadi bubuk putih menyerupai *talc*) pada awalnya adalah suatu paduan hydroxycarbonate dari magnesium dan aluminium yang terdapat di alam. Pada saat yang bersamaan dengan ditemukannya hydrotalcite, 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 hydrotalcite (Cavani dkk, 1991).

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

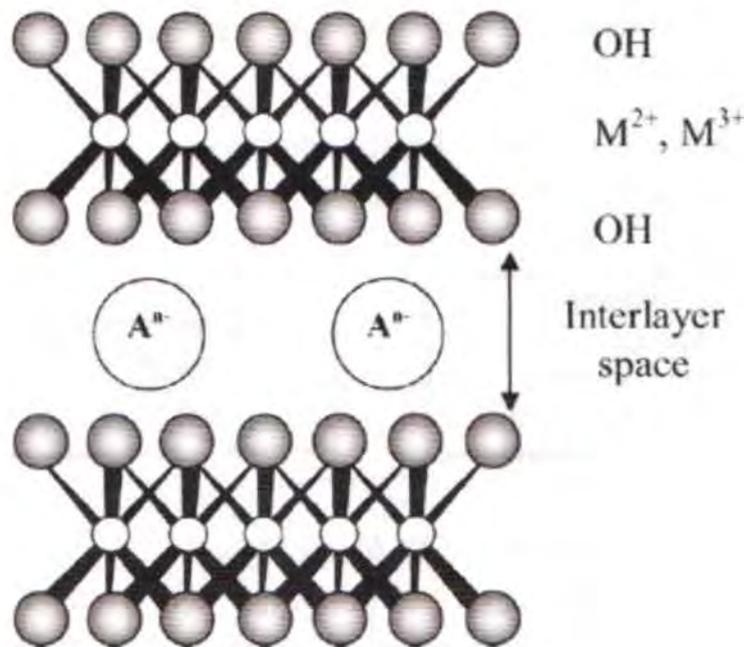


Dimana M^{2+} menunjukkan kation metalik bervalensi dua, seperti Mg, Fe, Co, atau Zn. Sedangkan, M^{3+} menunjukkan kation metalik bervalensi tiga seperti Al dan A^{n-} menunjukkan anion dengan n merupakan muatan negatifnya, misalnya CO_3^{2-} . Serta nilai $x = M^{3+} / (M^{2+} + M^{3+})$, sehingga nilai x berkisar antara 0,1 hingga 0,5. Diagram skematik yang menunjukkan struktur dari hydrotalcite ditunjukkan pada gambar 2.4 (Gomes, dkk, 2011)



Gambar 2.4. Skema yang menunjukkan struktur dari hydrotalcite

Struktur dari hydrotalcite berdasarkan pada lapisan hidroksida ganda dengan lapisan hidroksida *brucite* seperti (Mg(OH)₂) yang mengandung kation M²⁺ dan M³⁺ terkoordinasi secara oktahedral. Aⁿ⁻ adalah kontra anion yang mana terletak di dalam ruang antara *interlayer* untuk menyeimbangkan muatan positif sisa pada lapisan hidroksida yang dihasilkan dari substitusi isomorf (*isomorphous substitution*) M²⁺ oleh M³⁺ (Gambar 2.5).



Gambar 2.5. Struktur dari hydrotalcite yang menunjukkan lapisan *brucite* dan anion pada *interlayer*

Lempung (*clays*) anionik ini memiliki banyak sekali aplikasi praktis (Gambar 2.6). Hydrotalcite telah banyak digunakan terutama setelah melalui

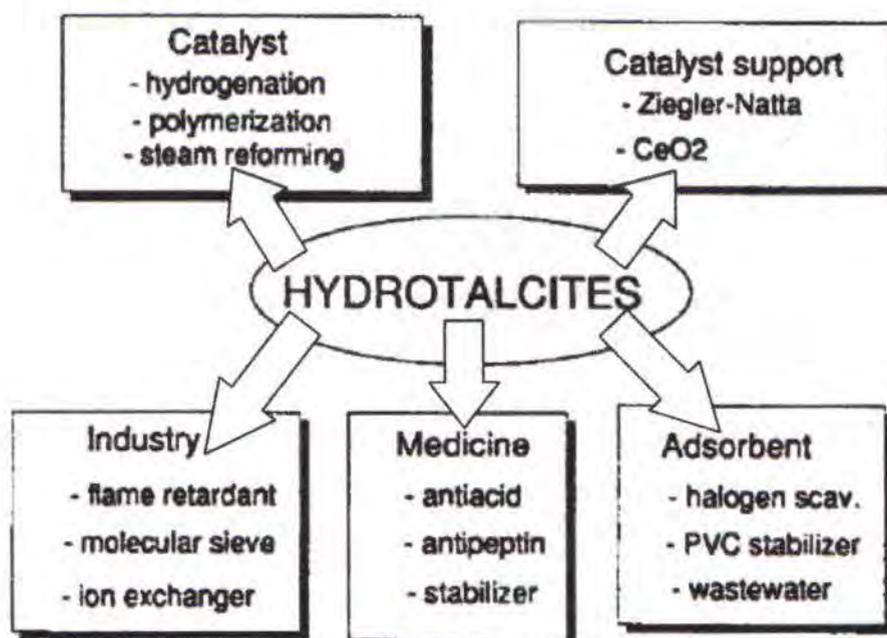
proses kalsinasi. Properties yang paling menarik dari oksida yang didapat dari kalsinasi adalah sebagai berikut :

- Luas permukaan yang besar
- Sifat basa
- Terbentuknya campuran oksida yang homogen dengan ukuran kristal sangat kecil dan stabil pada perlakuan panas
- “*Memory Effect*”, yang mana memungkinkan terjadinya rekonstruksi, dalam kondisi yang ringan, pada struktur hydrotalcite yang asli saat terjadinya kontak dengan larutan yang mengandung berbagai macam anion (Cavani dkk, 1991).

II.2.1 Metode Preparasi Hydrotalcite

Terdapat beberapa metode preparasi senyawa hydrotalcite 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*).



Gambar 2.6. Diagram skematik dari aplikasi penggunaan senyawa hydrotalcite

Syarat pertama untuk mendapatkan senyawa hydrotalcite yang murni adalah memilih rasio yang tepat antara kation dan anion, nilai rasio tersebut harus berkisar pada

$$0,2 \leq \frac{M(III)}{[M(II) + M(III)]} \leq 0,4$$
$$\frac{1}{n} \leq \frac{A^{n-}}{M(III)} \leq 1$$

Anion yang ditambahkan ke dalam hydrotalcite harus merupakan komponen yang memiliki konsentrasi lebih tinggi dalam larutan, dan dengan afinitas yang lebih tinggi pula dibandingkan hydrotalcite itu sendiri (Cavani dkk, 1991).

1. Metode kopresipitasi

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 hydrotalcite, 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 M(II) dan M(III), dan aliran kedua merupakan larutan basa (KOH, NaOH, NaHCO₃);
- pH konstan pada kondisi *high supersaturation*; larutan yang mengandung ion M(II) dan M(III) ditambahkan dengan sangat cepat ke dalam larutan yang mengandung NaHCO₃ atau NaOH (Cavani dkk, 1991).

2. Preparasi hydrotalcite yang di-*support* oleh material lain

Preparasi hydrotalcite dengan material *support* dilakukan bertujuan untuk meningkatkan *mechanical strength* dari katalis (katalis dalam bentuk pellet yang

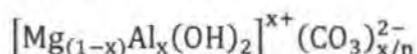
hanya mengandung hydrotalcite menunjukkan sifat mekanis yang lemah), dan untuk melarutkan sejumlah spesies aktif.

Tiga prosedur yang telah dilakukan, yakni :

- Presipitasi hydrotalcite ke dalam material *support*, yang mana material *support* itu berada dalam bentuk suspensi encer.
- Deposisi dan presipitasi (*deposition-precipitation*) pada pellet γ -Al₂O₃
- Pengendapan homogen (*homogeneous coprecipitation*) di dalam pori pellet α -Al₂O₃ (Cavani dkk, 1991).

II.2.2 MgAl-Hydrotalcite

Sedangkan MgAl-Hydrotalcite memiliki rumus umum sebagai berikut :



Variasi kandungan Al (x) diketahui untuk memodifikasi sifat kebasaaan (*basicity*) dari material tersebut, dengan struktur hydrotalcite murni yang stabil dilaporkan membentuk komposisi berkisar $0,25 < x < 0,44$. Di luar batasan tersebut, densitas yang tinggi dari Mg²⁺ atau Al³⁺ oktahedral akan menyebabkan pembentukan Mg(OH)₂ dan Al(OH)₃ secara berturut – turut (Cantrell, dkk, 2005).

Hydrotalcite telah digunakan sebagai katalis heterogen karena 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. Ketika material tersebut diperlakukan secara termal, proses dekomposisinya terjadi secara bertahap : molekul air *interlamellar* hilang secara ireversibel saat pemanasan hingga kira – kira 200 °C. Dari suhu 200 °C hingga 400 °C, dekomposisi bagian dari ion – ion hidroksida dan karbonat diselingi dengan kehilangan air dan CO₂ secara berturut – turut, menghasilkan bentuk [Mg_{1-x}Al_xO(OH)_x]. Pemanasan lebih lanjut, dari 400 °C hingga 600 °C, menghasilkan dekomposisi ion – ion hidroksida yang tersisa dan juga membentuk oksida ganda [Mg_{1-x}Al_xO_{1+x/2}]. Pada suhu lebih dari 900 °C, terjadi pembentukan

dua fase ireversibel MgO dan MgAl₂O₄, yang dapat diidentifikasi oleh *X-ray diffraction* (XRD) (Gomes, dkk, 2011).

II.3 Bahan Baku

II.3.1 Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit memiliki rantai hidrokarbon panjang yang mirip dengan minyak bumi mentah. Hidrokarbon inilah yang memungkinkan untuk dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar biodiesel.

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, makin 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 makin rendah titik beku atau titik cair minyak tersebut sehingga pada temperatur kamar berada pada fase cair. Minyak kelapa sawit adalah lemak semi padat yang mempunyai komposisi yang tetap (Ketaren, 1986).

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	3
Asam Palmitat	40
Asam Stearat	3
Asam Oleat	45
Asam Linoleat	8

Sumber : Hui, 1996

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 menggunakan proses pemurnian. Pertama adalah fraksinasi, dengan proses kristalisasi dan pemisahan untuk mendapatkan padat (stearin), dan cair (olein) fraksi. Kemudian dicairkan

dan di-*degumming* untuk menghilangkan kotoran. Kemudian minyak disaring dan di-*bleaching*. Selanjutnya, penyulingan (*refining*) fisik untuk menghilangkan bau dan warna, untuk menghasilkan RBDPO (*Refined Bleached Deodorized Palm Oil*).

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, 1981; Andry, 2008

II.3.2 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.

Metanol merupakan turunan dari gas alam yang terdiri dari unsur karbon hidrogen dan oksigen dengan rumus molekul CH₃OH. Metanol termasuk golongan alkohol yang memiliki sifat tidak berwarna, netral, polar dan *liquid* yang mudah terbakar. Metanol larut dalam air, golongan alkohol dan ester serta banyak pelarut organik lainnya. Metanol sulit larut dalam lemak dan minyak. Sifat fisik dan kimia metanol murni seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3.

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, 2012).

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

II.4 Produk

II.4.1 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 digunakan sebagai bahan bakar di dalam mesin diesel (Vicente, 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, 2006).

Selain minyak nabati dapat juga digunakan lemak hewan, namun yang paling umum digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel 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) :

1. Termasuk bahan bakar yang dapat diperbaharui
2. Memiliki angka setana yang lebih tinggi dari minyak
3. Dapat langsung digunakan sendiri atau dicampur dengan petroleum diesel
4. Tidak memerlukan modifikasi mesin diesel.
5. Tidak beracun, bebas dari logam berat, sulfur dan senyawa aromatic.
6. Mengurangi emisi karbon monoksida, hidrokarbon dan NOx.
7. Mempunyai nilai flash point (titik nyala) yang lebih tinggi dari petroleum diesel sehingga lebih aman jika disimpan dan digunakan.(Gerpen dkk, 2004).

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.

II.4.2 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).

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.

Tabel 2.4. Standar Biodiesel menurut ASTM D6751

Karakteristik	Batasan	Satuan
Flash Point	130 (minimum)	°C
Pour Point	8 (maksimum)	°C
Kadar Air	0,05 (maksimum)	% volum
Densitas	0,815 - 0,875	kg/l
Viskositas, 40 oC	1,9 - 5,0	mm ³ /s
Sulfated Ash	0,02 (maksimum)	% berat
Sulfur	0,05 (maksimum)	% berat
Bilangan Setana	47 (maksimum)	-
Residu Karbon	0,05 (maksimum)	% berat
Bilangan Asam	0,80 (maksimum)	mg KOH
Gliserol Bebas	0,02	Berat
Kandungan Fosfor	0,001 (maksimum)	% berat
Suhu Destilasi	360 (maksimum)	°C

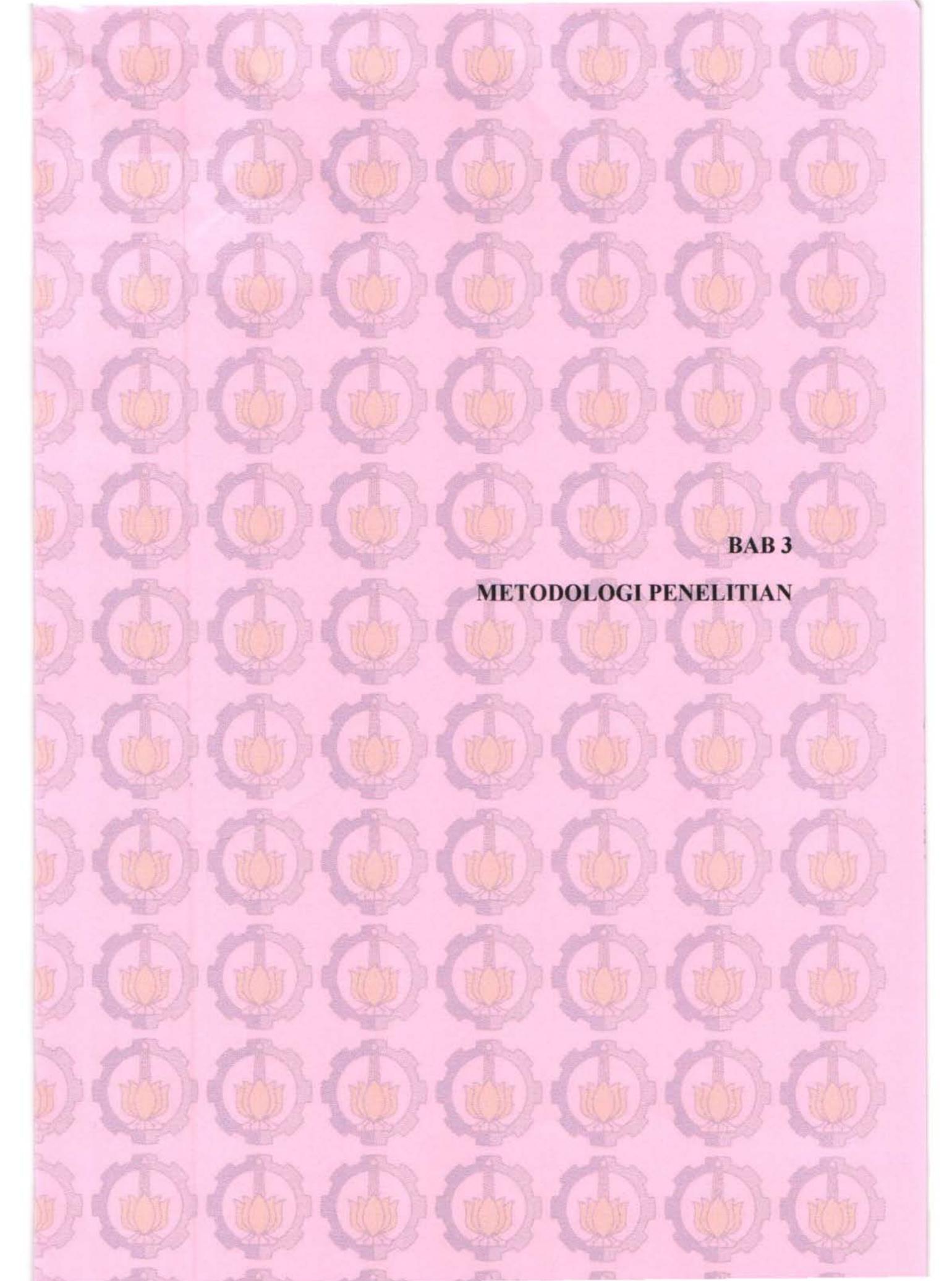
Sumber : (Hambali dkk, 2007)

II.5. Peneliti Terdahulu

Tabel 2.5. Penelitian terdahulu

JUDUL PENELITIAN	HASIL	PUSTAKA
Structure-reactivity correlations in MgAl-Hydrotalcite catalysts for biodiesel synthesis	Dihasilkan katalis MgAl-Hydrotalcite yang efektif untuk transesterifikasi glyceryl tributyrate dengan konversi 74,8 %	Applied Catalysis A : General 287 (2005) 183-190 David G. Cantrell, Lisa J. Gillie, Adam F. Lee, Karen Wilson
Transesterification of rapeseed oil for the production of biodiesel using homogeneous and heterogeneous catalysts	MgAl-Hydrotalcite yang digunakan untuk transesterifikasi menghasilkan konversi 96% dengan ultrasonikasi (tertinggi dibanding katalis yang lain)	Fuel Processing Technology 90 (2009) 1016-1022 K. G. Georgogianni, A. K. Katsoulidis, P. J. Pomonis, G. Manos, M. G. Kontominas
Study on the use of MgAl-Hydrotalcites as solid heterogenous catalysts for biodiesel production	Penggunaan MgAl-Hydrotalcite sebagai katalis pada transesterifikasi minyak kedelai menghasilkan konversi 92,9%	Energy 36 (2011) 6770 – 6778 Joao F. P. Gomes, Jaime F. B. Puna, Lissa M. Goncalves, Joao C. M. Bordado
Aspects of MgAl mixed oxide activity in transesterification of rapeseed oil in a fixed-bed reactor	Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan perbandingan molar Mg/Al 3,6 menghasilkan yield sebesar 77 % pada reaktor <i>fixed bed</i>	Fuel Processing Technology 122 (2014) 176 – 181 Petr Kutalek, Libor Capek, Lucie Smolakova, D. Kubicka

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB 3

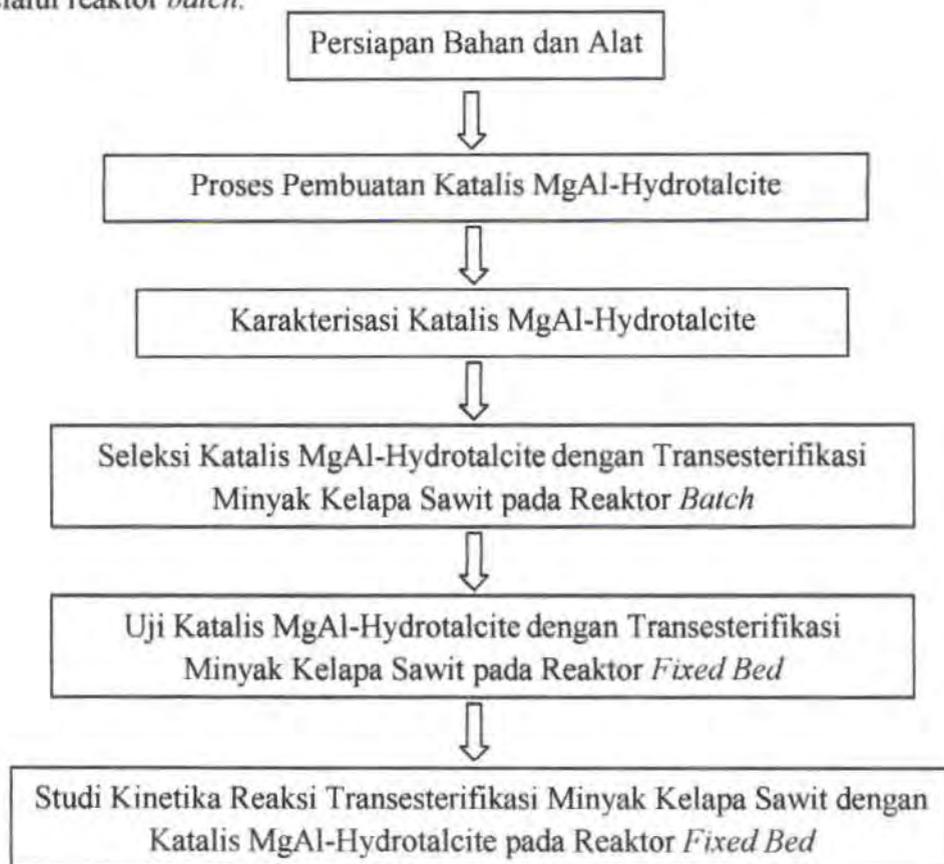
METODOLOGI PENELITIAN



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, Jurusan Teknik Kimia, FTI – ITS. Tahapan awal dari penelitian ini adalah sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite dimana terdapat 2 macam sintesa yang telah dilakukan, yakni menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen pengendap (*alkaline-free*) serta menggunakan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasinya. Tahapan selanjutnya ialah karakterisasi terhadap material MgAl-Hydrotalcite yang telah dihasilkan dan melakukan seleksi katalis dengan uji reaksi transesterifikasi melalui reaktor *batch*.



Gambar 3.1. Diagram Blok Tahapan Penelitian

Setelah itu, katalis yang telah diseleksi, digunakan dalam reaksi transesterifikasi di dalam reaktor *fixed bed*. Hasil dari reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed*, kemudian dicari model kinetika reaksi yang sesuai

dengan hasil reaksi tersebut. Penelitian ini termasuk jenis penelitian eksperimental di laboratorium, menggunakan minyak kelapa sawit dan metanol sebagai bahan baku. Minyak kelapa sawit akan dikonversikan menjadi biodiesel menggunakan katalis dengan beberapa macam perlakuan.

III.1 Bahan yang Digunakan

1. Minyak Kelapa Sawit RBD
2. Metanol
3. $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
4. $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$
5. $(NH_4)_2CO_3$
6. NH_4OH
7. NaOH
8. Na_2CO_3
9. Aquadest

III.2 Peralatan yang Digunakan

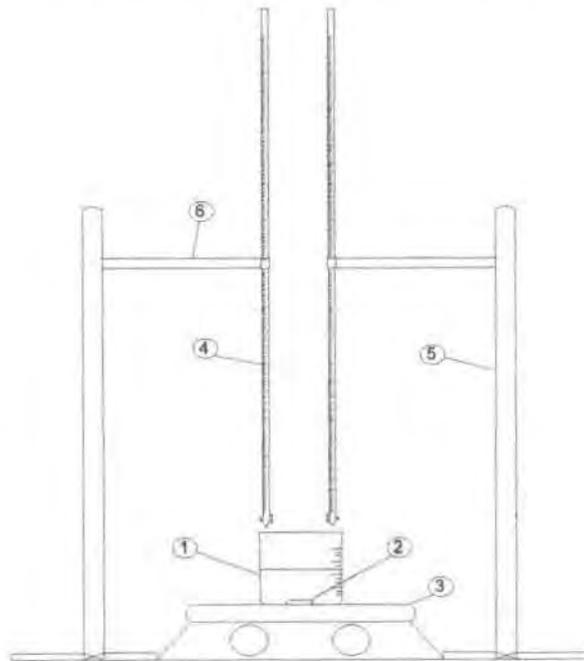
Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain :

- | | |
|---------------------|------------------------------|
| 1. Beaker glass | 10. Neraca analitik |
| 2. Gelas ukur | 11. Kertas saring |
| 3. Pipet ukur | 12. Termometer |
| 4. Corong glass | 13. Hot plate |
| 5. Labu leher tiga | 14. Magnetic stirrer |
| 6. Kondensor reflux | 15. Buret |
| 7. Corong pemisah | 16. Peralatan kalsinasi |
| 8. Klem holder | 17. Reaktor <i>fixed bed</i> |
| 9. Statis | |

III.3 Gambar Peralatan

1. Peralatan Sintesa MgAl-Hydrotalcite

Peralatan sintesa MgAl-Hydrotalcite pada penelitian ini berupa beaker glass 600 mL yang berisi aquades sebagai media presipitasi dan diletakkan di atas hot plate stirrer serta dilengkapi dengan magnetic stirrer. Untuk penambahan larutan prekursor dan agen pengendap digunakan dua buah buret dengan ukuran 50 mL yang dirangkai di atas beaker glass dengan menggunakan statif dan klem holder. Rangkaian alat yang digunakan untuk sintesa MgAl-Hydrotalcite dapat dilihat seperti Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Peralatan Sintesa MgAl-Hydrotalcite

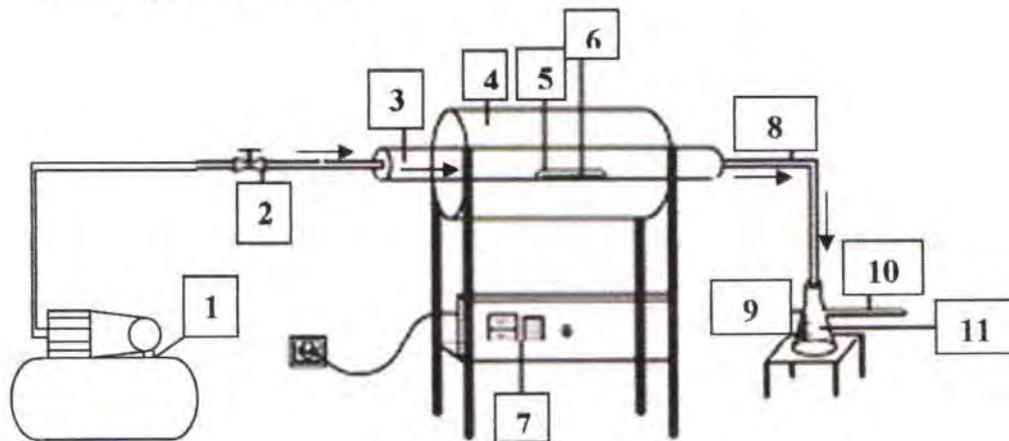
Keterangan Gambar :

1. Beaker glass 600 ml
2. Magnetic stirrer
3. Hot plate stirrer dengan spesifikasi :
 - Merk : Thermo Scientific
 - Daya : 1430 – 1560 VA
 - Hz : 50/60

4. Buret 50 ml
5. Statif
6. 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 $\frac{1}{2}$ 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

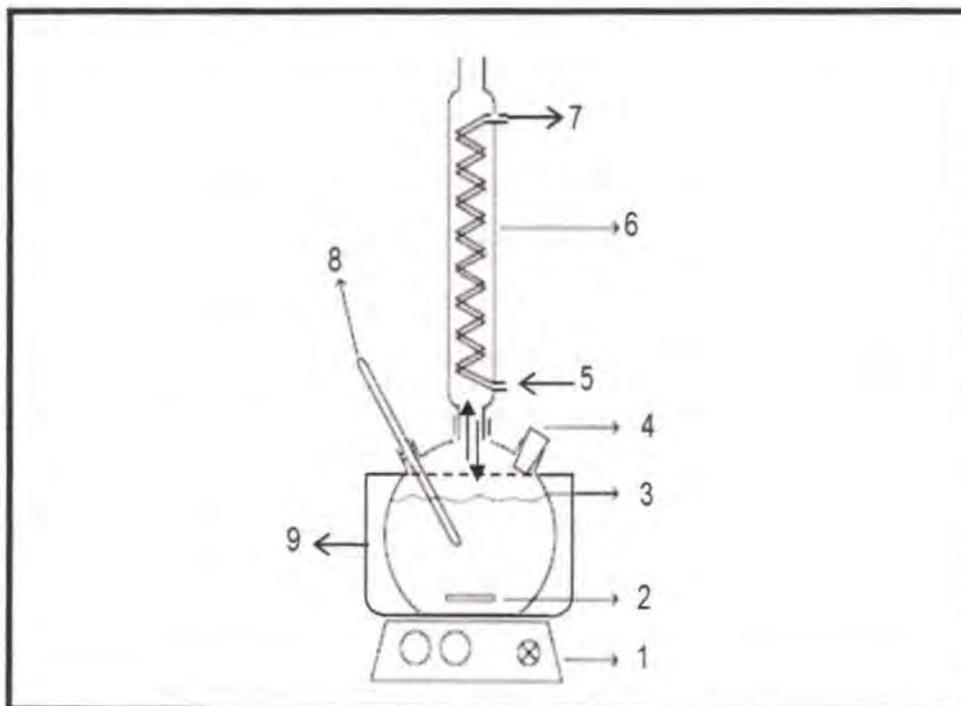
Keterangan Gambar :

1. Kompresor
2. *Valve tube* udara
3. Reaktor kalsinasi
4. *Furnace*
5. *Nucelle*

6. Katalis
7. Panel control *furnace*
8. *Tube gas outlet*
9. Vakuumbest
10. Gas keluar
11. Air

3. Reaktor *Batch*

Seleksi katalis MgAl-Hydrotalcite 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



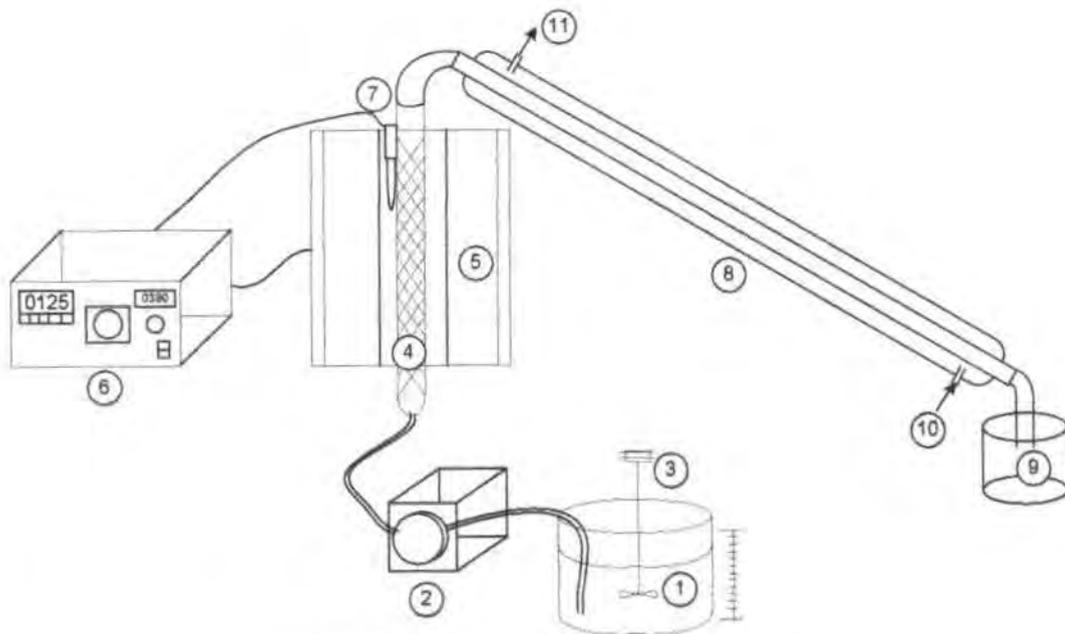
Gambar 3.4. Rangkaian Reaktor *Batch*

Keterangan :

1. Hot plate stirer
2. Magnetic stirer
3. Labu leher tiga
4. Karet sumbat
5. Air pendingin masuk
6. Kondensor reflux
7. Air pendingin keluar
8. Termometer
9. Waterbath

4. Reaktor *Fixed Bed*

Uji katalitik pada penelitian ini dilakukan pada reaktor *fixed bed* yang mana rangkaian peralatan reaktor *fixed bed* tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.5. Feed (campuran minyak kelapa sawit dan metanol) diisikan ke dalam sebuah tangki umpan berbahan plastik dengan diameter 20 cm serta memiliki volume 5 liter. Campuran minyak dan metanol tersebut diaduk dan dipompa dengan menggunakan pompa peristaltik dengan merk Edmund Bühler tipe D-7400 Tübingen ke dalam reaktor *fixed bed*. Reaktor katalitik yang dipakai berjenis *fixed bed reactor*, dengan katalis MgAl-Hydrotalcite sebanyak 10 gram berbentuk pellet. Reaktor ini terbuat dari bahan stainless steel dengan diameter 1 cm dan panjang 30 cm. Reaktor ini juga dilengkapi dengan jaket pemanas merk Thermolyne USA dengan daya sebesar 1300 watt serta *temperature controller* untuk mengendalikan suhu operasi reaktor. Produk yang dihasilkan, kemudian dilewatkan melalui sebuah *double pipe condensor* berbahan *glass* dengan media pendingin berupa air. Produk yang telah didinginkan, lalu ditampung dalam tangki produk berbahan plastik dan dilakukan analisa.



Gambar 3.5. Rangkaian Reaktor *Fixed Bed*

Keterangan :

1. Tangki umpan
2. Pompa peristaltik
3. Motor pengaduk
4. Reaktor *fixed bed*
5. *Heating furnace*
6. *Controller*
7. Termokopel
8. Kondensor
9. Tangki produk
10. Air pendingin masuk
11. Air pendingin keluar

III.4 Variabel Penelitian

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

1. Pada proses preparasi katalis MgAl-Hydrotalcite, akan digunakan variabel sebagai berikut :

- Perbandingan mol antara Mg dan Al (*Mg/Al mole ratio*) sebesar 1:1; 2:1; 3:1; 4:1
 - Suhu Kalsinasi sebesar 200 °C; 450 °C; 700 °C
 - Penggunaan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH (*alkaline free*) serta Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen pengendap
2. Pada proses uji katalitik dengan menggunakan reaktor *fixed bed*, akan digunakan variabel sebagai berikut :
- Laju umpan reaktan sebesar 3; 4; 5; 7; 8 ml/menit
 - Suhu reaksi sebesar 100, 125, 150, 175, 200 °C

Dalam penelitian ini, akan digunakan parameter – parameter atau variabel tetap sebagai berikut :

- Massa katalis sebesar 6% dari berat minyak kelapa sawit pada reaktor *batch* dan 10 gram pada reaktor *fixed bed*
- Ratio minyak : metanol sebesar 1 : 12
- Pada reaktor *batch*, suhu reaksi 65 °C selama 5 jam
- Kalsinasi katalis selama 5 jam

III.5 Prosedur Penelitian

Penelitian ini meliputi preparasi katalis MgAl-hydrotalcite, seleksi katalis melalui transesterifikasi minyak sawit pada reaktor *batch*, dan transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel secara kontinu dengan menggunakan reaktor *fixed bed*.

III.5.1 Prosedur Sintesa MgAl-Hydrotalcite

Sintesa MgAl-Hydrotalcite yang telah dilakukan berdasarkan metode kopresipitasi yang dikembangkan oleh Cantrell, dkk (2005). Pertama, x mol $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan y mol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan A). Terdapat empat variabel perbandingan mol $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan yakni, (x : y) 1:1; 2:1; 3:1; 4:1. Kemudian, sejumlah x mol $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan B).

Larutan A dan larutan B secara perlahan – lahan ditambahkan ke dalam 100 ml aquades yang telah dipanaskan hingga 65 °C (338 K) dan kemudian diaduk hingga satu jam. Selama penambahan dua larutan tersebut, pH campuran dijaga antara 8 - 10 dengan penambahan larutan ammonia 25% (NH₄OH 25 %). Campuran yang dihasilkan, diaduk secara cepat selama 3 jam pada suhu 65 °C (338 K). Lalu, endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan aquadest hingga memiliki pH mendekati 7. Endapan yang dihasilkan, dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C (373 K) selama 18 jam. Padatan yang terbentuk lalu dikalsinasi pada suhu 200 °C (473 K), 450 °C (723 K), dan 700 °C (973 K) dengan dialiri oleh udara selama 5 jam. Prosedur tersebut digunakan kembali dengan menggunakan Na₂CO₃ dan NaOH sebagai agen pengendap, menggantikan (NH₄)₂CO₃ dan NH₄OH.

III.5.2 Prosedur Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

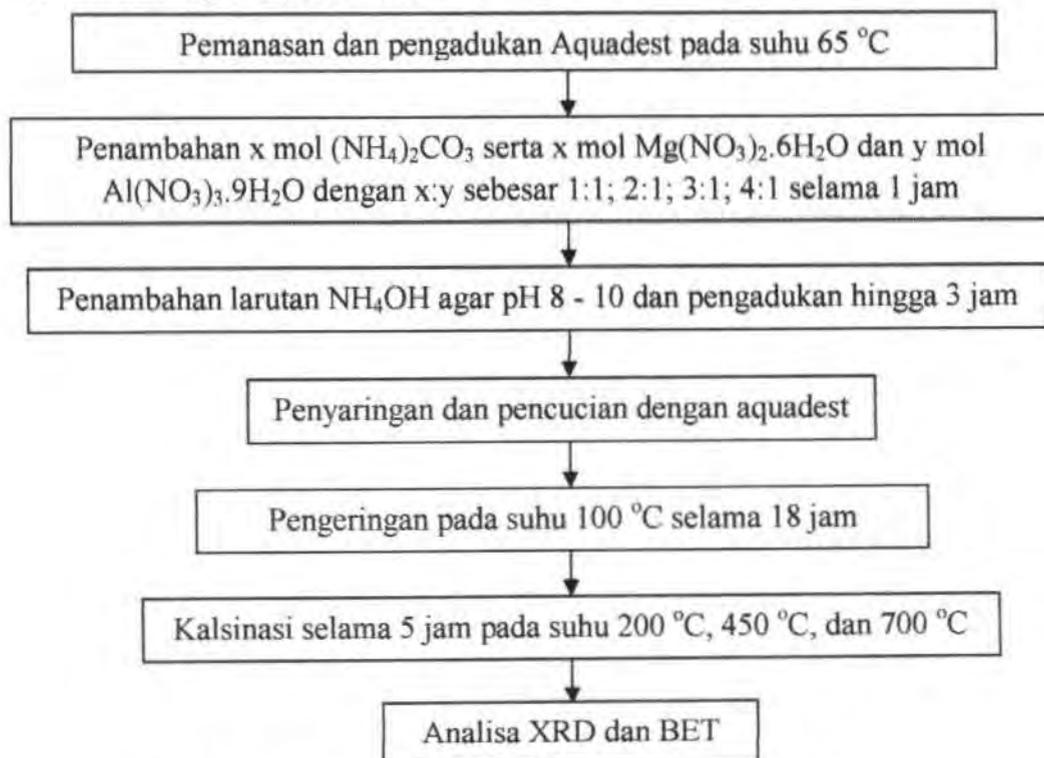
Proses transesterifikasi pada reaktor batch yang telah dilakukan, menggunakan rangkaian peralatan yang telah dijabarkan di atas. Pertama, peralatan reaktor batch dirangkai seperti pada gambar 3.4, kemudian minyak kelapa sawit dimasukkan ke dalam labu leher tiga, lalu air pendingin dialirkan kedalam kondensor reflux. Selanjutnya, pemanas dinyalakan dan suhu di dalam labu dijaga pada suhu 65 °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 5 jam dan suhu di dalam labu dijaga selalu tetap pada 65 °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 mol Mg/Al yang lain.

III.5.3 Prosedur Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*

Merangkai alat seperti pada gambar 3.5, dan melakukan kalibrasi peralatan. Memasukkan minyak dan metanol ke dalam tangki feed. Memasukkan katalis padat MgAl-Hydrotalcite yang sudah dalam bentuk *pellet* dengan massa katalis sesuai variabel yang dikehendaki. Nyalakan heater untuk memanasi reaktor sampai suhu konstan dengan variabel suhu yang dikehendaki. Minyak dan metanol dalam tangki feed diaduk sampai homogen, kemudian dengan bantuan pompa feed, campuran dialirkan ke dalam reaktor dengan kecepatan alir tertentu yang diatur melalui rotameter. Metanol dalam reaktor akan menguap kemudian kontak dengan katalis dan akhirnya bereaksi dengan minyak menghasilkan metil ester (biodiesel). Produk ditampung dalam *cooling zone* kemudian dilakukan analisa GC (*Gas Chromatography*).

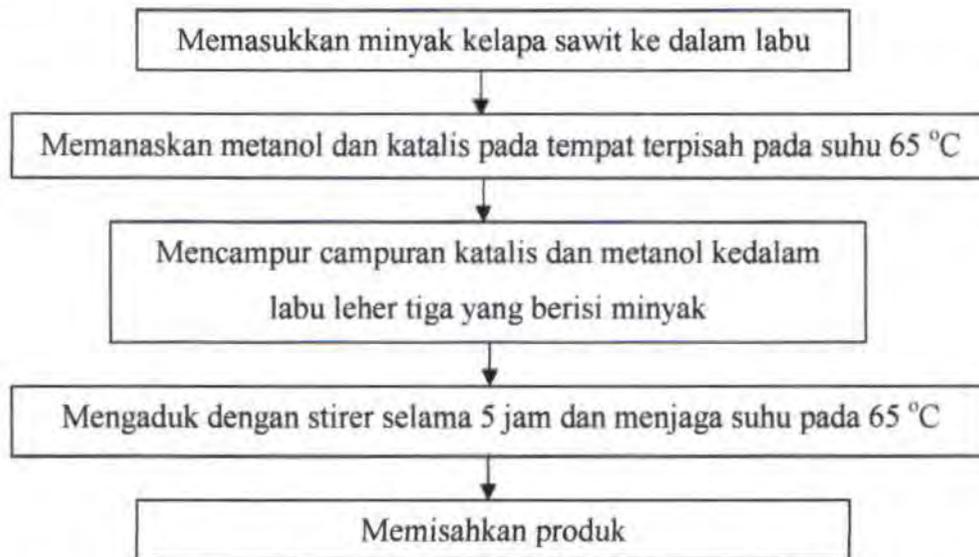
III.6 Diagram Alir Percobaan

1. Sintesa MgAl-Hydrotalcite



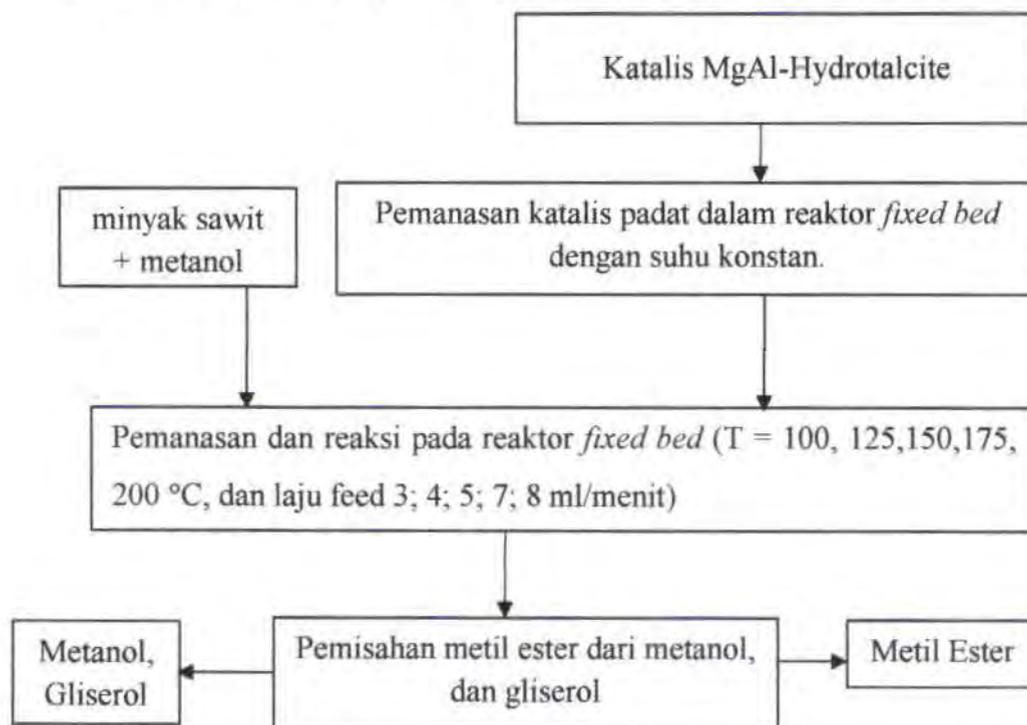
Gambar 3.6. Diagram Alir Sintesa MgAl-Hydrotalcite

2. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*



Gambar 3.7. Diagram Alir Percobaan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

3. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*



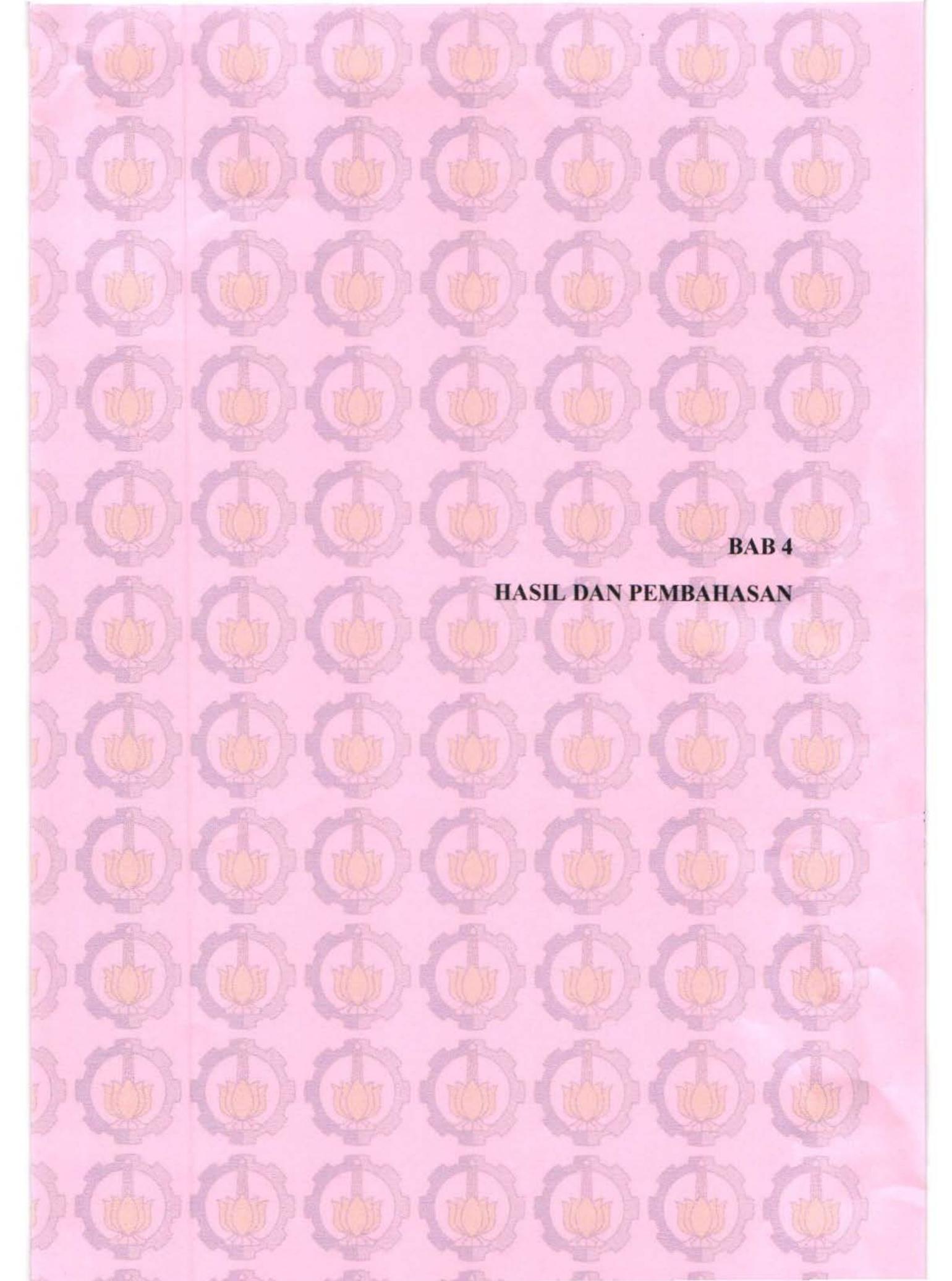
Gambar 3.8. Diagram Alir Percobaan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*

III.7 Analisa Data

Katalis MgAl-Hydrotalcite 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 kristalinitas katalis dan untuk mengetahui unsur – unsur yang terkandung di dalam katalis tersebut.

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 :

$$\text{Konversi Reaksi (\%)} = \frac{(\text{mol FAME terbentuk})}{3 \times (\text{mol minyak mula-mula})} \times 100 \% \quad (3.1)$$



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sintesa MgAl-Hydrotalcite, kemudian mempelajari pengaruh perbandingan mol Mg dan Al (Mg/Al ratio) dan suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalis tersebut pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*. Selain itu, penelitian ini juga mempelajari aktivitas katalis MgAl-Hydrotalcite pada reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed* serta mencari model kinetika reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed*.

Hasil yang didapat berdasarkan variabel yang telah ditentukan, kemudian dilakukan beberapa analisa, antara lain analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mempelajari kristalinitas dari MgAl-Hydrotalcite serta analisa luas permukaan spesifik dari hydrotalcite dengan metode *Brunauer Emmett Teller* (BET). Produk *fatty acid methyl ester* (FAME) yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi, dianalisa dengan metode *Gas Chromatography* (GC).

IV.1 Sintesa MgAl-Hydrotalcite

Pada penelitian ini, sintesa MgAl-Hydrotalcite dilakukan dengan metode kopresipitasi pada kondisi *low supersaturation*. Dimana dilakukan variasi perbandingan mol Mg dan Al (Mg/Al ratio) serta suhu kalsinasi sehingga diharapkan dapat dipelajari aktivitasnya terhadap reaksi transesterifikasi. *Precursor* yang digunakan adalah $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dengan dua macam agen presipitat yakni, $(NH_4)_2CO_3$ dan NH_4OH serta 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 dengan variabel rasio mol Mg/Al ke dalam 100 ml aquadest (Larutan A). Kemudian, agen presipitat juga dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan B). Setelah itu, kedua larutan tersebut (larutan A dan B) ditambahkan secara perlahan – lahan ke dalam 100 ml aquadest yang diaduk pada suhu 65 °C selama 1 jam serta pH campuran tersebut dijaga pada pH 8 – 10.

Setelah penambahan tadi, campuran tersebut diaduk secara cepat pada suhu 65 °C selama 3 jam. Presipitat yang terbentuk, kemudian disaring, dicuci hingga pH mendekati 7, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 18 jam.

Salomão dkk (2013) memaparkan tahapan pembentukan hydrotalcite melalui metode kopresipitasi dengan menggunakan MgCl₂ dan AlCl₃ sebagai *precursor* (Tabel 4.1).

Tabel 4.1 Tahapan pembentukan partikel hydrotalcite

Tahapan	Keterangan
a) Larutan asam (pH 4-6) dari kation bivalen (6MgCl ₂ → 6Mg ²⁺ + 12Cl ⁻) dan trivalen (2AlCl ₃ → 2Al ³⁺ + 6Cl ⁻) dengan rasio mol Mg : Al sebesar 3 : 1	Ion Mg ²⁺ atau Al ³⁺ berlebih; presipitasi hydrotalcite dan Mg(OH) ₂ atau Al(OH) ₃
b) 6Mg ²⁺ _(aq) + 2Al ³⁺ _(aq) + 18Cl ⁻ _(aq) + nH ₂ O	pH ≤ 7; larutan yang stabil
c) Peningkatan pH dengan penambahan larutan basa (NaHCO ₃ , NaOH, atau NH ₄ OH)	Ion (CO ₃) ²⁻ dapat juga ditambahkan dengan pelarutan gas CO ₂
d) 6Mg ²⁺ _(aq) + 2Al ³⁺ _(aq) + 18Cl ⁻ _(aq) + mNa ⁺ _(aq) + m(CO ₃) ²⁻ _(aq) + mOH ⁻	pH 10 – 12; larutan metastabil
e) Mg ₆ Al ₂ (OH) ₁₆ (CO ₃).4H ₂ O _(endapan) + 18NaCl _(terlarut)	pH 10 – 12; suspensi hydrotalcite
f) Pencucian	Peluruhan NaCl terlarut dari suspensi
g) Mg ₆ Al ₂ (OH) ₁₆ (CO ₃).4H ₂ O _(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) Mg ₆ Al ₂ (OH) ₁₆ (CO ₃).4H ₂ O _(kering)	Partikel hydrotalcite kering

Saat pH dinaikkan, ion – ion Mg^{2+} dan Al^{3+} bereaksi dengan OH^- dan $(CO_3)^{2-}$ membentuk hydrotalcite, yang mana memiliki kelarutan yang sangat rendah dan oleh karena itu terpresipitasi. 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 kondisi *low supersaturation*, pada pH konstan, adalah metode yang paling sering digunakan dalam preparasi hydrotalcite. 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).

Tabel 4.2 Perbandingan mol Mg/Al dalam sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan penggunaan $(NH_4)_2CO_3$ dan NH_4OH sebagai agen presipitasi

Katalis	Mg/Al Ratio	Larutan A				Larutan B		Berat Produk (gram)
		$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$		$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$		$(NH_4)_2CO_3$		
		mol	gram	mol	gram	mol	gram	
MgAl-HT 1	1:1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	1,92	2,8
MgAl-HT 2	2:1	0,04	10,24	0,02	7,5	0,04	3,84	4,4
MgAl-HT 3	3:1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	5,76	5,52
MgAl-HT 4	4:1	0,08	20,48	0,02	7,5	0,08	7,68	6,6

Dari tabel 4.2 terlihat bahwa penambahan mol $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (rasio mol antara Mg dan Al meningkat), serta penambahan mol agen presipitat (dalam hal ini $(NH_4)_2CO_3$) menghasilkan berat produk (MgAl-Hydrotalcite) yang semakin besar pula. Penambahan jumlah mol $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ tersebut menyebabkan bertambahnya mol produk walaupun jumlah mol *precursor* yang lain yakni, $(Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O)$ dibuat tetap. Penambahan mol $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ menyebabkan ion Mg^{2+} yang merupakan pembentuk hydrotalcite juga makin bertambah seperti yang ditunjukkan pada tabel 4.1 di atas.

Tabel 4.3 Perbandingan mol Mg/Al dalam sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan penggunaan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi

Katalis	Mg/Al Ratio	Larutan A				Larutan B		Berat Produk (gram)
		$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$		Na_2CO_3		
		mol	gram	mol	gram	mol	gram	
NaMgAl-HT 1	1:1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	2,12	3,03
NaMgAl-HT 2	2:1	0,04	10,24	0,02	7,5	0,04	4,24	4,19
NaMgAl-HT 3	3:1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	6,36	7,36
NaMgAl-HT 4	4:1	0,08	20,48	0,02	7,5	0,08	8,48	9,08

Sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan menggunakan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi juga menghasilkan kecenderungan yang sama. Dari tabel 4.3 terlihat juga bahwa dengan semakin banyak mol $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang ditambahkan (rasio mol antara Mg dan Al meningkat), serta penambahan mol agen presipitat (dalam hal ini Na_2CO_3) maka berat produk (MgAl-Hydrotalcite) yang dihasilkan juga semakin besar pula. Hal ini disebabkan karena semakin bertambahnya ion – ion pembentuk dari hydrotalcite itu sendiri yakni, ion Mg^{2+} , ion OH^- , serta anion (CO_3^{2-}) yang mengisi ruang *interlamelar* seperti yang telah dipaparkan pada tabel 4.1 di atas.

Setelah dikeringkan, padatan hydrotalcite kemudian dikalsinasi pada tiga variasi temperatur yakni, pada suhu 200 °C (473 K), 450 °C (723 K), dan 700 °C (973 K) dengan dialiri oleh udara selama 5 jam. Kalsinasi pada suhu 200 °C bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang berada dalam *interlamellar space* sehingga membentuk suatu *double lamellar hydroxides*. Sedangkan, kalsinasi pada suhu 450 °C dan 700 °C berturut – turut bertujuan untuk menghilangkan ion – ion hidroksida dan karbonat sehingga membentuk oksida ganda. Dari tabel 4.4 terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi yang digunakan, maka semakin besar pula jumlah massa hydrotalcite yang hilang. Pada suhu kalsinasi sebesar 200 °C, massa yang hilang tidak terlalu signifikan jika dibandingkan dengan saat suhu kalsinasi dinaikkan menjadi 450 °C dan 700 °C. Hal itu terjadi karena ketika material tersebut diperlakukan secara termal, proses

dekomposisinya terjadi secara bertahap yakni, molekul air *interlamellar* hilang secara ireversibel saat pemanasan hingga kira – kira 200 °C (Gomes, dkk, 2011).

Tabel 4.4 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap perubahan massa MgAl-Hydrotalcite

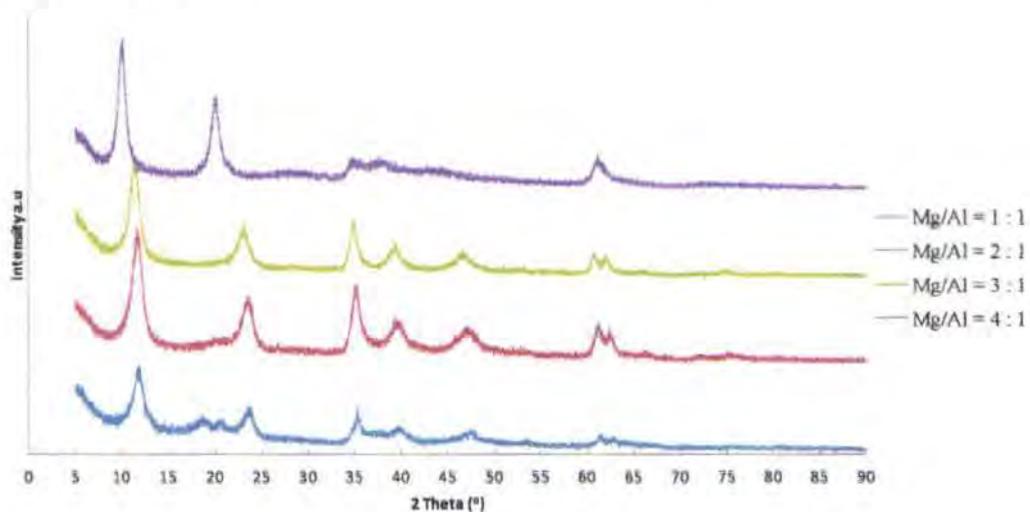
Katalis	Suhu Kalsinasi (°C)	Massa Sebelum Kalsinasi (gram)	Massa Setelah Kalsinasi (gram)	% Kehilangan Massa
MgAl-HT 3	200	4,8	4,72	1,7%
	450	5,52	4	27,5%
	700	3,4	2,09	38,5%
MgAl-HT 4	200	4,9	4,5	8,2%
	450	3,5	2,5	28,6%
	700	4,45	2,68	39,8%

Sedangkan, pada saat suhu kalsinasi dinaikkan berturut – turut menjadi 450 °C dan 700 °C, massa hydrotalcite yang hilang meningkat secara signifikan menjadi sekitar 27 – 28% dan 38 – 39%. Hal itu dapat terjadi, karena pemanasan dari suhu 200 °C hingga 400 °C, dekomposisi bagian dari ion – ion hidroksida dan karbonat diselingi dengan kehilangan air dan CO₂ secara berturut – turut, menghasilkan bentuk [Mg_{1-x}Al_xO(OH)_x]. Pemanasan lebih lanjut, dari 400 °C hingga 600 °C, menghasilkan dekomposisi ion – ion hidroksida yang tersisa dan juga membentuk oksida ganda [Mg_{1-x}Al_xO_{1+x/2}] (Gomes, dkk, 2011). Kalsinasi pada suhu hingga 700 °C diharapkan dapat mendekomposisi material hydrotalcite yang telah disintesa menjadi oksida ganda Mg dan Al [Mg_{1-x}Al_xO_{1+x/2}] yang mana disebut sebagai MgAl *mixed oxide*.

IV.2 Karakteristik MgAl-Hydrotalcite

Material MgAl-Hydrotalcite hasil dari sintesa yang telah dilakukan, dikarakterisasi dengan menggunakan analisa *X-Ray Diffraction*. Analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur difraktogram dan kristalinitas dari material tersebut. Dari analisa kurva pengujian *X-Ray Diffraction* pada gambar 4.1 terlihat bahwa difraktogram MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa menunjukkan puncak – puncak yang konsisten dengan *peak standard* material hydrotalcite. Berdasarkan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction*

Standard) 00-014-0191, material hydrotalcite menunjukkan rangkaian peak standard sudut 2θ pada $11,498^\circ$; $22,902^\circ$; $34,743^\circ$; $39,135^\circ$; $46,284^\circ$; $60,409^\circ$; $61,799^\circ$ (Gambar 4.2). Untuk MgAl-Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al sebesar 1:1, memperlihatkan rangkaian refleksi pada $11,6^\circ$; $23,7^\circ$; $35,2^\circ$; $39,9^\circ$; $47,4^\circ$; $61,3^\circ$; $62,8^\circ$. Sedangkan, difraktogram MgAl-Hydrotalcite untuk rasio mol Mg/Al sebesar 2:1, memperlihatkan rangkaian refleksi pada $11,7^\circ$; $23,5^\circ$; $35,1^\circ$; $39,4^\circ$; $47,1^\circ$; $61,2^\circ$; $62,3^\circ$.

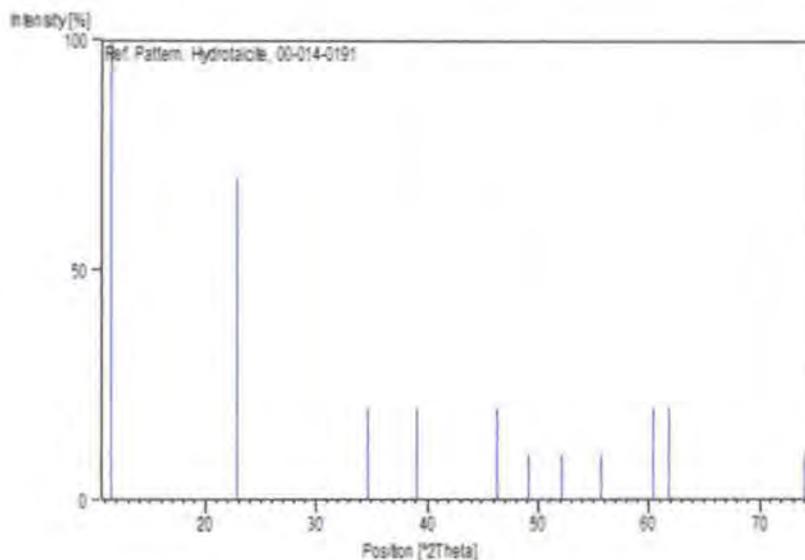


Gambar 4.1 Difraktogram MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa pada beberapa variasi perbandingan mol Mg/Al

Difraktogram MgAl-Hydrotalcite untuk rasio mol Mg/Al sebesar 3:1, memperlihatkan rangkaian refleksi pada $11,3^\circ$; $23,1^\circ$; $34,9^\circ$; $39,3^\circ$; $46,7^\circ$; $60,8^\circ$; 62° . Puncak – puncak difraktogram material hydrotalcite yang telah disintesa untuk rasio mol Mg/Al 1:1 hingga 3:1 memiliki refleksi puncak kristal yang identik dengan gambar 4.3 untuk senyawa MgAlCl Hydrotalcite dan CuCoAl Hydrotalcite. Dimana, sistem kristal yang terbentuk membentuk sistem rhombohedral dengan indeks h k l-nya 0 0 3 pada peak $11,498^\circ$ yang mana memiliki intensitas tertinggi. Pada difraktogram MgAl-Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al 1:1, puncak – puncak kristal yang muncul tidak terlalu tajam dibandingkan dengan difraktogram MgAl-Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al 2:1 dan 3:1. Hal ini menunjukkan bahwa MgAl-Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al 1:1 memiliki kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan MgAl-

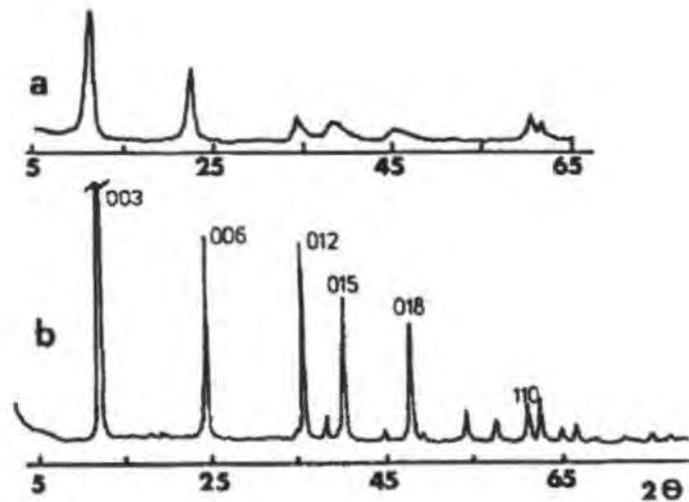
Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al 2:1 dan 3:1. Terlihat kristalinitas tertinggi ditunjukkan oleh difraktogram MgAl-Hydrotalcite dengan rasio mol Mg/Al 2:1 sehingga secara umum dengan turunnya kandungan Al (rasio mol Mg bertambah) maka kristalinitas dari material hydrotalcite juga semakin meningkat.

Sedangkan, dari kurva difraktogram MgAl-Hydrotalcite untuk Mg/Al ratio sebesar 4:1 memperlihatkan rangkaian refleksi pada $9,8^\circ$; $10,17^\circ$; $19,85^\circ$; $34,68^\circ$; $36,83^\circ$; $61,06^\circ$ dimana tidak sesuai dengan *peak – peak standard* material hydrotalcite berdasarkan JCPDS 00-014-0191 (Gambar 4.2). Hal ini menunjukkan bahwa dengan penambahan kandungan Mg hingga rasio Mg/Al sebesar 4 :1, sintesa MgAl-Hydrotalcite yang dilakukan tidak membentuk struktur *layered double hydroxide* (LDH) yang mana merupakan struktur dari senyawa hydrotalcite yang diinginkan.



Gambar 4.2 Reference pattern untuk Hydrotalcite (JCPDS 00-014-0191)

Berdasarkan kedua hasil tersebut, dapat dilihat bahwa prosedur presipitasi yang telah dilakukan menghasilkan senyawa MgAl-Hydrotalcite. Dari kedua hasil tersebut terlihat bahwa kedua pola difraktogram tersebut menunjukkan beberapa bentuk umum yang khas dari hydrotalcite, yakni munculnya refleksi garis – garis tajam dan intens pada nilai – nilai yang rendah dari sudut 2θ , serta garis – garis yang umumnya asimetris dengan intensitas yang rendah pada nilai sudut yang lebih tinggi (Cavani dkk, 1991).



Gambar 4.3 Pola *x-ray diffraction* untuk (a) MgAlCl Hydrotalcite dan (b) CuCoAl Hydrotalcite (Cavani dkk, 1991)

Selain dilakukan analisa karakteristik katalis dengan menggunakan analisa *X-Ray Diffraction*, MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa juga dilakukan pula karakterisasi fisik yang terkait dengan luas permukaan. Analisa luas permukaan partikel MgAl-Hydrotalcite dilakukan dengan menggunakan analisa *Brunauer-Emmett-Teller* (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.

Tabel 4.5 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan MgAl-Hydrotalcite

Katalis	Suhu Kalsinasi (°C)	Luas Permukaan (m ² /gram)
Mg-Al HT 3	200	66,635
	450	68,981
	700	116,661

Pada penelitian ini, suhu kalsinasi tidak hanya berpengaruh pada besarnya massa yang hilang akibat dekomposisi termal, tetapi juga mempengaruhi luas permukaan dari MgAl-Hydrotalcite yang dihasilkan. Pada tabel 4.5, ditunjukkan hasil dari analisa luas permukaan partikel dengan menggunakan metode BET, yang mana secara umum terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka luas

permukaan dari hydrotalcite juga semakin besar. Namun, peningkatan dari luas permukaan tersebut sangat signifikan pada suhu kalsinasi 700 °C, bila dibandingkan dengan kalsinasi pada suhu 450 °C.

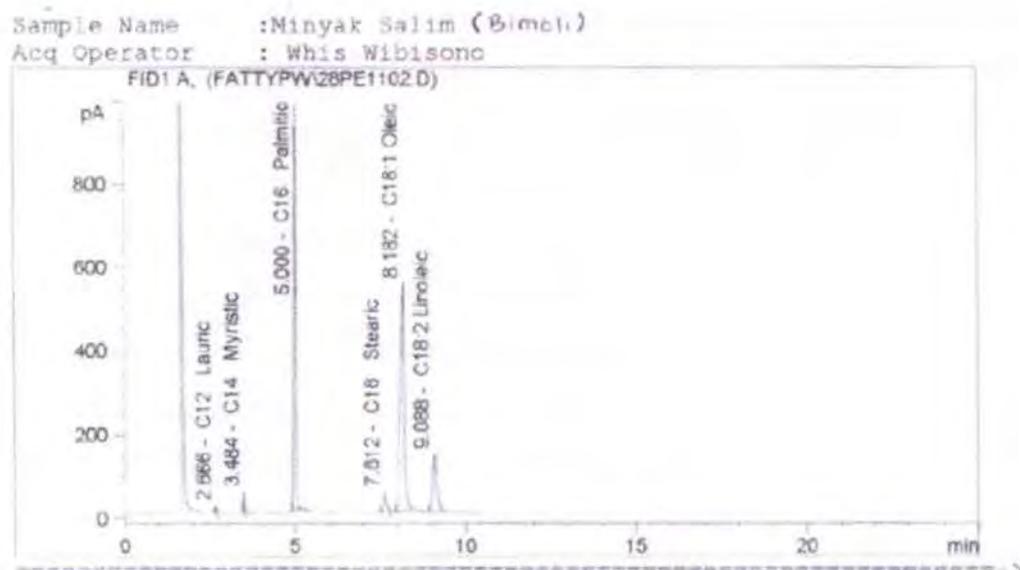
Hal tersebut terjadi karena saat material hydrotalcite dipanaskan (mengalami dekomposisi secara termal), maka molekul – molekul yang terdekomposisi akan lepas dan meninggalkan lubang – lubang pori (*craters*) sehingga meningkatkan luas permukaan dari partikel tersebut (Reichle dkk, 1985). Pada kalsinasi suhu 200 °C, molekul air dalam *interlamellar space* lepas, sedangkan pada suhu 450 °C, sebagian molekul karbonat dan molekul hidroksida lepas. Kemudian, saat MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa, dikalsinasi hingga suhu 700 °C, sisa molekul – molekul karbonat dan hidroksida lepas sehingga membentuk oksida ganda. Peningkatan luas permukaan yang cukup signifikan saat suhu kalsinasi 700 °C, disebabkan oleh terdekomposisinya seluruh ion – ion hidroksida yang tersisa dan membentuk $[Mg_{1-x}Al_xO_{1+x/2}]$ sehingga menimbulkan lubang – lubang pori (*craters*) yang sangat signifikan bila dibandingkan dengan kedua suhu kalsinasi yang lebih rendah sebelumnya.

IV.3 Seleksi Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

Katalis MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa dan dikarakterisasi kemudian diseleksi melalui reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*. Minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kelapa sawit merk Bimoli yang telah mengalami proses RBD (*refined, bleached, deodorized*). Komposisi dari minyak tersebut dapat diketahui melalui analisa *Gas Chromatography/Mass Spectrophotometry* (GC/MS). Berdasarkan kromatogram minyak Bimoli dari hasil analisa GC/MS (gambar 4.4), dapat diketahui komposisi dari minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini (tabel 4.6).

Berdasarkan hasil analisa GCMS di atas, diketahui bahwa komposisi asam lemak minyak kelapa sawit merk Bimoli didominasi oleh *palmitic acid* dan *oleic acid* yakni masing-masing sebesar 38,201% dan 45,962%. Hasil ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak

kelapa sawit adalah asam palmitat sebesar 38% - 46% dan asam oleat sebesar 30% - 45% (Pasaribu, 2004).



Gambar 4.4 Kromatogram minyak kelapa sawit merk Bimoli

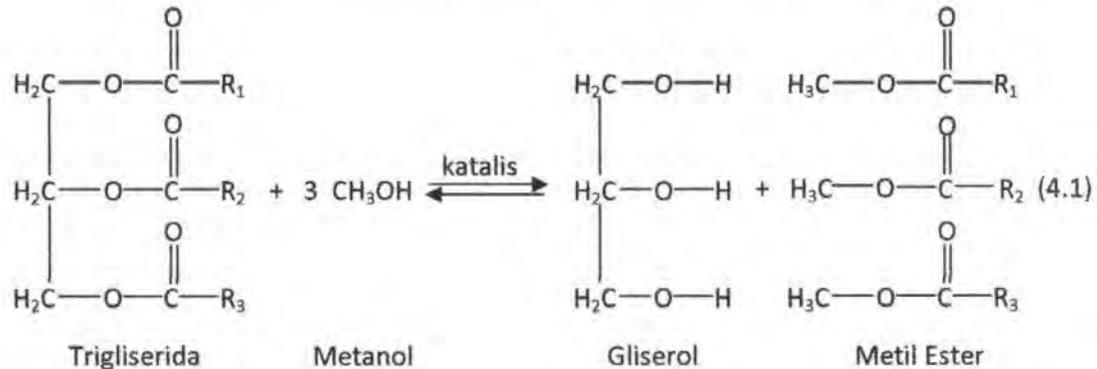
Dengan diketahuinya komponen asam lemak, maka berat molekul dari minyak kelapa sawit dapat dihitung. Dari hasil perhitungan didapatkan berat molekul minyak kelapa sawit sebesar 850,32 g/gmol. Berat molekul dari perhitungan ini telah mendekati berat molekul minyak kelapa sawit yang didapatkan dari literatur, yaitu 848,24 g/gmol (Serio, 2008) dan 849,5 g/gmol (Leevijit, 2004).

Tabel 4.6 Komposisi minyak kelapa sawit merk Bimoli dari analisa GC/MS

Fatty Acid Data Report					
RT	Type	Area	Fatty Acid	Name of Fatty Acid	
0.000		0.00000	0.000	C 8	Caprylic
0.000		0.00000	0.000	C10	Capric
2.666	BB	25.08736	0.262	C12	Lauric
3.484	BB	96.83257	1.012	C14	Myristic
5.000	BB	3655.41284	38.201	C16	Palmitic
7.612	PB	348.03732	3.637	C18	Stearic
8.182	BB	4398.03271	45.962	C18:1	Oleic
9.088	PB	1045.53381	10.926	C18:2	Linoleic
Totals:			100 %		

*** End of Report ***

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 eksces dengan perbandingan molar minyak sawit terhadap metanol sebesar 1 : 12 dan digunakan 6% berat katalis terhadap minyak sawit, serta temperatur reaksi 65 °C selama 5 jam. Reaktor *batch* yang digunakan dalam proses transesterifikasi ini yaitu berupa rangkaian peralatan yang terdiri dari labu leher tiga dan telah ditunjukkan pada gambar 3.4.

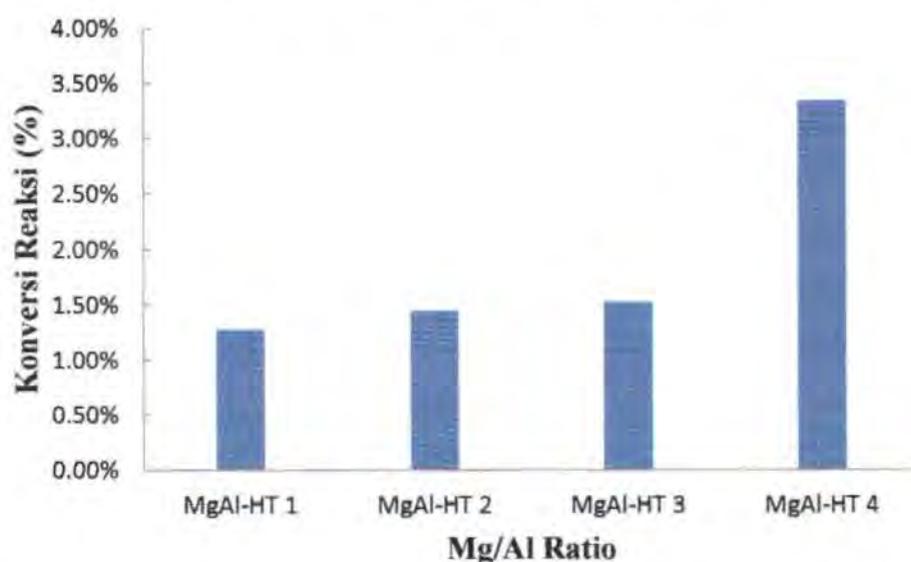
Sebelum dicampurkan ke dalam labu leher tiga, minyak serta metanol dan katalis, dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 65 °C pada tempat yang terpisah. Hal ini dilakukan untuk pengondisian awal, sehingga setelah minyak serta campuran metanol dan katalis dimasukkan ke dalam reaktor, maka pada saat itu, 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 bewarna bening.

Proses transesterifikasi yang dilakukan pada reaktor *batch* bertujuan untuk menyeleksi katalis MgAl-Hydrotalcite yang telah disintesa, baik dari perbandingan mol Mg/Al, suhu kalsinasi, serta penggunaan agen presipitasi yang berbeda. Parameter yang ditinjau dalam tahapan ini yaitu, yield FAME yang dihasilkan serta konversi reaksi transesterifikasi yang telah dicapai. Pada penelitian ini, digunakan dua macam agen presipitasi, yakni $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH (katalis yang dihasilkan disebut MgAl-HT) serta Na_2CO_3 dan NaOH (katalis yang dihasilkan disebut NaMgAl-HT).

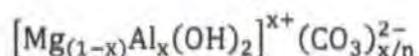
Pada gambar 4.5 menunjukkan hasil konversi reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis MgAl-HT dengan variasi perbandingan mol Mg/Al pada suhu kalsinasi sebesar $200\text{ }^\circ\text{C}$. Dari diagram tersebut, terlihat bahwa semakin besar mol magnesium yang diumpankan saat sintesa katalis, dapat menghasilkan konversi reaksi yang semakin besar.

Hal ini menunjukkan bahwa logam Mg 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 4.5 Diagram pengaruh perbandingan mol Mg/Al terhadap konversi reaksi dengan katalis MgAl-HT

Namun, konversi reaksi yang dihasilkan masih sangat kecil, yakni di bawah 4 %. Hal ini disebabkan oleh suhu kalsinasi yang rendah, yakni 200 °C. Dimana, pada suhu 200 °C, hydrotalcite hanya mengalami dekomposisi molekul – molekul air yang terkandung di dalam ruang *interlamellar*, sehingga MgAl-HT yang dihasilkan memiliki rumus umum sebagai berikut :

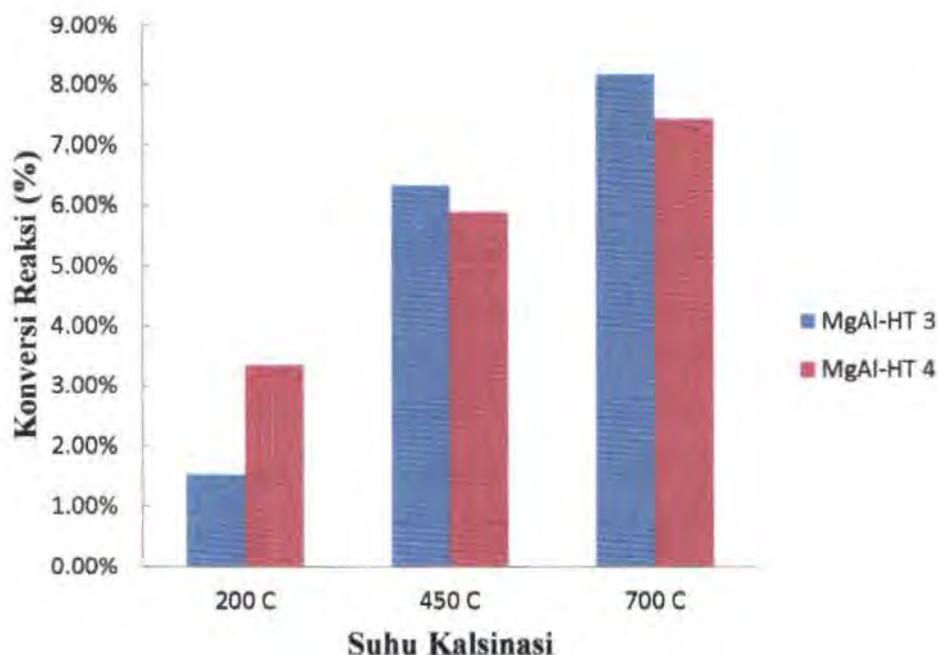


Dengan rumus umum seperti itu, MgAl-HT yang dihasilkan masih berupa garam sehingga belum aktif sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi.

Pada penelitian ini, juga digunakan variasi suhu kalsinasi, yakni pada suhu 200 °C, 450 °C, 700 °C. Dari gambar 4.6 konversi reaksi dengan berbagai variasi suhu kalsinasi, yang mana menggunakan katalis MgAl-HT dengan perbandingan mol Mg/Al sebesar 3:1 dan 4:1. Berdasarkan diagram tersebut, dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi, maka konversi reaksi yang telah dicapai semakin besar pula. Hal ini menunjukkan bahwa katalis MgAl-HT yang dikalsinasi pada suhu 450 °C mengalami dekomposisi ion – ion karbonat yang terkandung dalam ruang *interlamellar* dan katalis MgAl-HT yang dikalsinasi pada suhu 700 °C juga mengalami dekomposisi lanjutan, yakni dengan hilangnya ion – ion hidroksida, sehingga MgAl-HT yang dihasilkan secara berturut – turut memiliki rumus umum, $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}(\text{OH})_x]$ dan $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}_{1+x/2}]$. Dengan demikian, katalis MgAl-HT yang dihasilkan tidak lagi berupa garam, namun secara berturut – turut telah berubah menjadi logam hidroksida serta logam oksida. Hal itu menunjukkan, bahwa MgAl-HT yang dikalsinasi pada suhu tinggi tidak hanya menghasilkan material dengan *surface area* yang lebih besar melainkan juga memiliki *basicity* yang dibutuhkan untuk reaksi transesterifikasi.

Penggunaan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen presipitasi dalam sintesa katalis MgAl-HT menghasilkan aktivitas katalitik yang kurang baik, yakni dengan yield FAME dan konversi reaksi di bawah 10 %. Dengan demikian perlu dilakukan sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite dengan *precipitating agent* yang lain, yang mana memungkinkan untuk memperkuat *basicity* dari katalis yang dihasilkan. Maka dari itu, digunakan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai *precipitating*

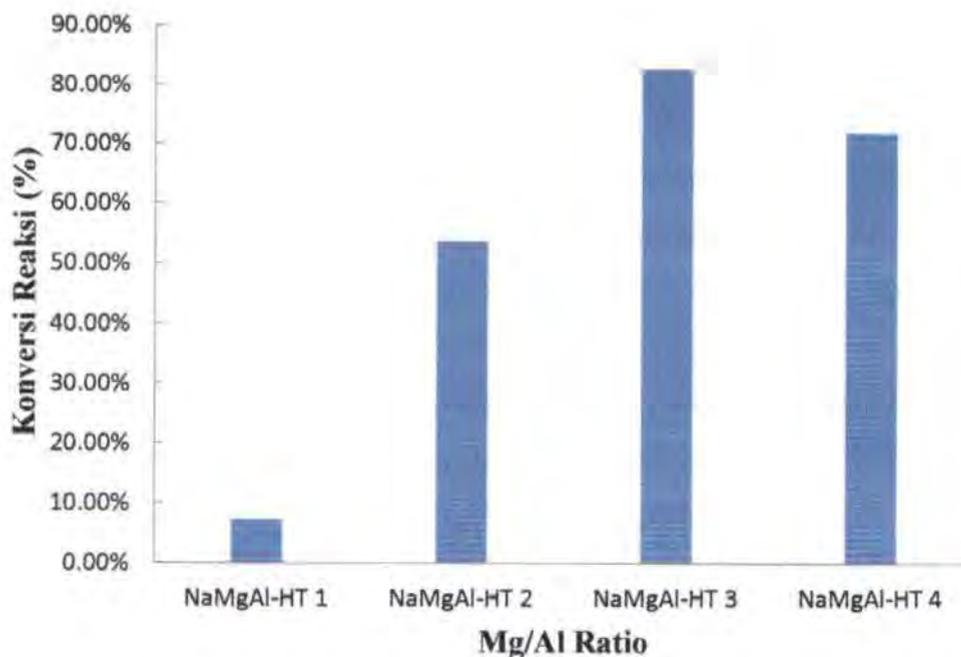
agent, dimana diharapkan logam sodium dapat meningkatkan *basicity* dari katalis yang dihasilkan.



Gambar 4.6 Diagram pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap konversi reaksi dengan katalis MgAl-HT

Dari gambar 4.7 terlihat kenaikan konversi reaksi yang sangat signifikan dibandingkan dengan saat penggunaan katalis MgAl-HT. Kenaikan konversi reaksi yang signifikan tersebut diakibatkan oleh penambahan logam sodium pada *site active* katalis sehingga *basicity* dari katalis naik secara signifikan. Logam sodium, yang merupakan logam golongan IA, merupakan logam yang memiliki tingkat kebasaaan (*basicity*) yang tinggi (semakin ke kiri golongan logam tersebut maka semakin basa logam itu).

Hasil konversi reaksi tertinggi diperoleh sebesar 82,86 % untuk katalis NaMgAl-HT dengan perbandingan mol Mg/Al sebesar 3:1 (NaMgAl-HT 3). Maka dari itu, katalis NaMgAl-HT 3 yang nantinya akan digunakan untuk uji aktivitas katalis melalui reaksi transesterifikasi minyak sawit dalam reaktor *fixed bed*.



Gambar 4.7 Diagram pengaruh perbandingan mol Mg/Al terhadap konversi reaksi dengan katalis NaMgAl-HT

IV.4 Uji Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*

Pada umumnya pembuatan biodiesel dilakukan melalui reaksi transesterifikasi secara *batch*, akan tetapi proses kontinyu memberikan biaya produksi yang lebih rendah dan kualitas produk lebih seragam dibandingkan dengan proses *batch* (Leevijit dkk, 2004). Ma, dkk (1998) memodifikasi transesterifikasi pada reaktor *batch* dengan reaktor kontinyu karena laju reaksinya lebih cepat. Pemakaian proses *batch* mengalami beberapa proses pengulangan seperti penambahan reaktan dan pemisahan gliserol dalam jangka waktu yang pendek (Ma dkk, 1998). Pada reaktor *fixed bed*, konversi reaksi dikendalikan oleh perbandingan molar minyak dan metanol, laju alir reaktan, temperatur reaksi, serta berat katalis (Feng dkk, 2011).

Reaksi transesterifikasi yang dilakukan dalam reaktor *fixed bed*, menggunakan katalis NaMgAl-HT 3, yang mana merupakan katalis yang terbaik. Katalis NaMgAl-HT 3 yang merupakan katalis MgAl-Hydrotalcite dengan

perbandingan mol Mg/Al sebesar 3 : 1, dapat memberikan konversi reaksi yang terbaik, yakni sebesar 82,86 %.

Katalis NaMgAl-HT 3 tersebut dibentuk menjadi butiran pelet dengan ukuran diameter dan tebal berturut – turut sebesar 7 mm dan 3 mm. Ukuran granula katalis untuk reaksi transesterifikasi pada reaktor *fixed bed*, seperti yang ditulis oleh Xiao, dkk (2010) memiliki diameter tidak lebih dari 0,18 cm dengan perbandingan 1/10 diameter reaktor dan 1/100 panjang reaktor. Sedangkan, Gates (1992) menyatakan bahwa ukuran partikel katalis pada reaktor *fixed bed* adalah 0,3 – 0,7 cm. Bentuk dan ukuran katalis pada reaktor *fixed bed* perlu dipertimbangkan oleh karena beberapa hal, yakni :

- a) Pressure drop
- b) Tinggi umpan katalis dibandingkan volume reaktor
- c) Laju perpindahan massa eksternal dari bulk fluida ke permukaan katalis serta laju perpindahan massa internal dari permukaan katalis ke bagian dalam katalis (Liu, 2007).

Reaktor *fixed bed* yang digunakan dalam proses transesterifikasi ini yaitu berupa rangkaian peralatan yang ditunjukkan pada gambar 3.5 dimana reaktor tersebut memiliki diameter sebesar 1 cm dan panjang reaktor sebesar 23 cm serta dilengkapi dengan pemanas yang memiliki daya sebesar 1300 watt. Variabel yang dipelajari adalah pengaruh laju alir umpan ke dalam reaktor *fixed bed* serta pengaruh suhu operasi reaktor terhadap yield FAME dan konversi reaksi.

Pada penelitian ini, digunakan variasi laju alir umpan ke dalam reaktor yakni mulai dari 3 ml/menit hingga 8 ml/menit, pada suhu operasi reaktor yang bervariasi (100 – 200 °C). Hal tersebut bertujuan untuk mempelajari pengaruh laju alir umpan ke dalam reaktor *fixed bed* terhadap *fatty acid methyl ester* (FAME) yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi serta konversi reaksi yang dicapai dengan menggunakan katalis tersebut. Sedangkan, rasio molar minyak dan metanol serta jumlah katalis di dalam reaktor dibuat tetap, yaitu secara berturut – turut sebesar 1 : 12 dan 10 gram katalis.

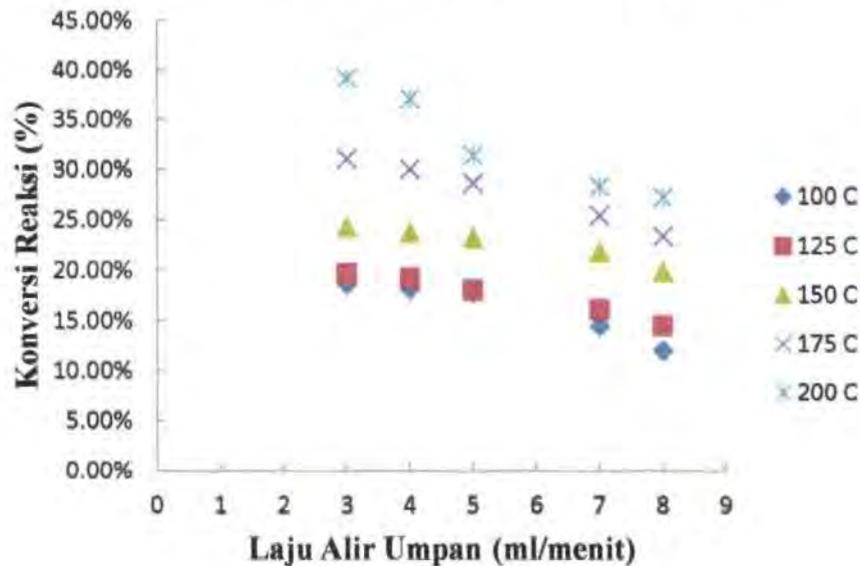
Katalis NaMgAl-HT 3 yang digunakan berbentuk pelet dimana satu pelet katalis memiliki berat 0,2 gram. Berat katalis total NaMgAl-HT 3 yang digunakan sebesar 10 gram dan disusun membentuk *fixed bed* di dalam reaktor. Reaktan

yang digunakan yakni, minyak kelapa sawit dan metanol, dicampur dan diaduk terlebih dahulu dengan kecepatan pengadukan sebesar 390 rpm di dalam tangki umpan. Campuran reaktan tersebut, kemudian dialirkan ke dalam reaktor *fixed bed* dengan menggunakan pompa. Untuk mendapatkan laju alir yang kecil, digunakan pompa peristaltik yang mana dapat mengalirkan campuran reaktan tersebut dengan laju alir terkecil sebesar 3 ml/menit. Produk yang dihasilkan, kemudian didinginkan oleh kondensor dan ditampung dalam tangki produk. Penggunaan kondensor sebagai media pendingin, selain untuk mendinginkan produk yang dihasilkan, juga bertujuan untuk kondensasi uap metanol yang terbentuk sebagai akibat dari suhu operasi reaktor yang di atas titik didih metanol (titik didih metanol sebesar 65 °C pada tekanan atmosferik).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa secara umum laju alir sangat berpengaruh terhadap konversi reaksi transesterifikasi yang dicapai (Gambar 4.8). Terlihat bahwa semakin besar laju alir umpan ke dalam reaktor, maka semakin kecil pula konversi reaksi yang dihasilkan. Kecuali pada suhu operasi reaktor 200 °C, pada laju alir 3 ml/menit hingga 5 ml/menit konversi reaksi mengalami penurunan secara perlahan. Namun, saat laju alir umpan lebih besar dari 5 ml/menit, turun secara tajam untuk suhu operasi 100 °C hingga 175 °C. Kecenderungan tersebut berkebalikan saat suhu operasi reaktor dinaikkan menjadi 200 °C, pada suhu operasi tersebut konversi reaksi turun secara tajam saat laju alir umpan 5 ml/menit, namun mengalami penurunan yang tidak signifikan pada laju alir 7 ml/menit dan 8 ml/menit.

Penurunan konversi reaksi tersebut disebabkan karena dengan meningkatnya laju alir umpan ke dalam reaktor, maka waktu tinggal reaktan akan semakin berkurang sehingga konversi reaksi yang dihasilkan pun menurun. Levenspiel (1999) memaparkan bahwa waktu tinggal reaksi (*residence time of reaction*) yang disebut τ merupakan volume reaktor efektif dibagi dengan laju alir volumetrik reaktan. Kumar dkk (2010) juga telah melakukan transesterifikasi minyak kelapa dengan menggunakan katalis homogen melalui proses kontinyu dimana laju alir umpan yang dipakai sebesar 70 – 180 ml/menit. Hasil yang didapat menunjukkan bahwa kenaikan laju alir dari 71 – 142 ml/menit tidak menyebabkan penurunan yang berarti terhadap yield FAME yang dihasilkan (dari

97 % menjadi 96,8 %). Namun pada laju alir 177,5 ml/menit, yield FAME yang dihasilkan menurun secara drastis menjadi 80 % (Kumar dkk, 2010).

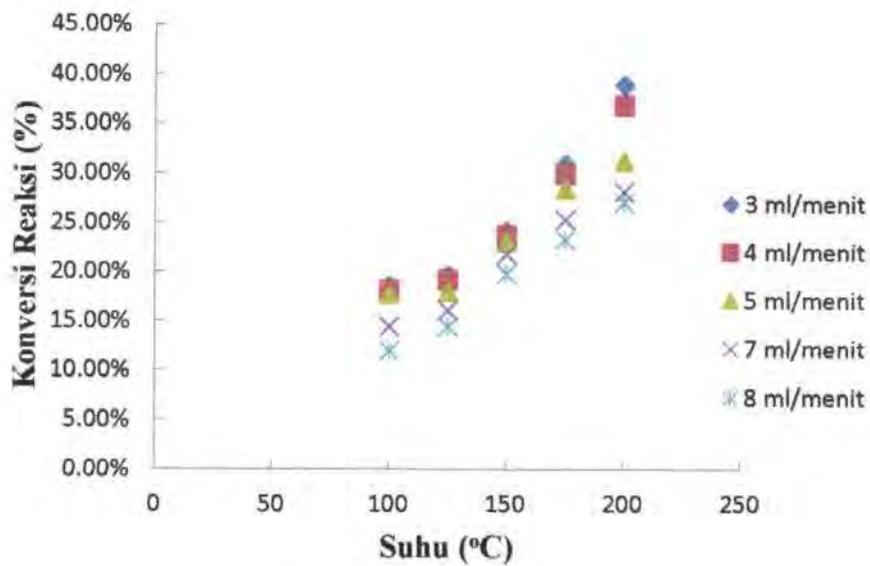


Gambar 4.8 Pengaruh laju alir umpan terhadap konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor *fixed bed*

Hasil yang didapat masih di bawah hasil yang diperoleh Kutálek dkk (2014), yang menggunakan katalis Mg-Al *mixed oxides* untuk transesterifikasi *rapeseed oil* pada reaktor *fixed bed*. Dimana, penggunaan katalis Mg-Al-Na (katalis Mg-Al *mixed oxides* yang dipresipitasi dengan agen pengendap NaOH) memberikan yield ester hingga 65 % dengan waktu tinggal reaktan dalam reaktor *fixed bed* sebesar 0,7 jam. Hasil yang didapat pada penelitian ini lebih kecil diakibatkan oleh waktu tinggal reaktan yang juga lebih kecil dibandingkan dengan penelitian Kutálek dkk (2014). Dengan volume reaktor sebesar 18,06 ml maka saat laju alir umpan sebesar 3 ml/menit didapat waktu tinggal (*residence time*) sebesar 6 menit, yang mana setara dengan 0,1 jam.

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). Namun, untuk proses kontinyu lebih disukai pada suhu yang relatif tinggi, karena dapat mereduksi waktu reaksi yang diperlukan (Furuta dkk, 2004). Oleh karena itu, untuk mengetahui pengaruh temperatur reaksi terhadap konversi reaksi

transesterifikasi, seperti yang telah diuraikan di atas, penelitian ini dilakukan pada berbagai temperatur yang bervariasi mulai dari 100 °C hingga 200 °C dengan interval 25 °C.



Gambar 4.9 Pengaruh suhu operasi reaktor terhadap konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor *fixed bed*

Pada gambar 4.9 terlihat bahwa seiring dengan peningkatan temperatur reaksi maka konversi reaksi yang dicapai juga semakin bertambah. Kenaikan konversi reaksi yang cukup signifikan terlihat pada suhu 125 °C hingga 175 °C dimana terjadi kenaikan konversi reaksi hingga satu setengah kali. Berdasarkan teori Arrhenius, hal ini disebabkan oleh konstanta kecepatan reaksi yang naik seiring dengan naiknya temperatur reaksi dan akhirnya berdampak pada meningkatnya kecepatan reaksi.

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

$$M_T = L \sqrt{\frac{k_f}{D_e}} \quad (4.2)$$

Karena katalis yang digunakan berbentuk pellet yang mana memiliki dimensi silinder maka $L = R/2$, sehingga persamaan (4.2) menjadi

$$M_T = \frac{R}{2} \sqrt{\frac{k_f}{D_e}} \quad (4.3)$$

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

$$D_e = \frac{D \cdot \epsilon_p K_r}{\tau_p} \quad (4.4)$$

dimana :

D = koefisien difusi molekul

ϵ_p = porositas partikel

K_r = faktor restriktif

τ_p = parameter *tortuosity*

Dari hasil perhitungan (Appendiks B.4.2), untuk harga k' sebesar 1,431/menit diperoleh harga M_T sebesar 279,534 yang mana lebih besar dari 4. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi reaktan turun dengan signifikan hingga nol saat berdifusi ke dalam pori – pori katalis, karena itu difusi sangat berpengaruh terhadap laju reaksi yang dihasilkan. Berdasarkan hal tersebut, maka regime yang mengontrol pada penelitian ini adalah *regime* difusi (Levenspiel, 1999).

IV.5 Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis MgAl-Hydrotalcite pada Reaktor *Fixed Bed*

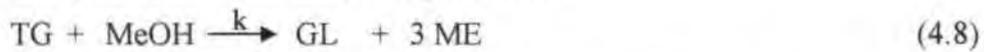
Transesterifikasi adalah reaksi trigliserida (TG) yang mana merupakan komponen utama minyak nabati dengan alkohol, umumnya metanol (MeOH), membentuk *fatty acid methyl ester* (FAME) atau yang lebih dikenal dengan biodiesel (Kusdiana dan Saka, 2001). Namun, karena reaksi transesterifikasi adalah reaksi yang dapat balik dan lambat, maka digunakan metanol yang sangat berlebih untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke kanan. Diasakaou, dkk (1999) telah mengusulkan mekanisme reaksi transesterifikasi yang terdiri dari tiga tahap reaksi yang searah, yakni :



TG bereaksi dengan metanol menghasilkan digliserida (DG) dan metil ester (ME), yang kemudian bereaksi lagi dengan metanol membentuk

monogliserida (MG) dan metil ester (ME). Pada akhirnya, MG bereaksi dengan metanol (MeOH) menghasilkan metil ester (ME) dan gliserol (GL). Dimana k_1 , k_2 , k_3 merupakan konstanta kecepatan reaksi untuk reaksi (4.5) hingga (4.7).

Namun, karena dalam kenyataannya produk akhir yang diinginkan adalah metil ester, maka Kusdiana dan Saka (2001) mengusulkan model matematika yang sederhana dengan mengabaikan produk – produk antara (*intermediate products*) yakni digliserida (DG) dan monogliserida (MG). Atas dasar itu, mekanisme reaksi di atas dapat disederhanakan menjadi satu tahap reaksi tidak dapat balik (*irreversible reaction*) sebagai berikut :



Untuk reaktor *plug flow*, Levenspiel (1999) memaparkan persamaan umum kinetika reaksi yang dapat diturunkan dari neraca massa pada kondisi *steady state* berikut ini :

$$\text{input} = \text{output} + \text{akumulasi} \quad (4.9)$$

kemudian dapat dijabarkan menjadi

$$F_{Ao} - F_{Ao}X_{A \text{ in}} = F_{Ao} - F_{Ao}X_{A \text{ out}} + (-r'_A)\Delta W \quad (4.10)$$

Dalam bentuk diferensial, persamaan (4.5) menjadi

$$F_{Ao}dX_A = (-r'_A)dW = (-r'''_A)dV_s \quad (4.11)$$

Integrasi persamaan (4.6) untuk keseluruhan volume reaktor, sehingga didapatkan

$$\frac{W}{F_{Ao}} = \int_0^{X_{A \text{ out}}} \frac{dX_A}{-r'_A} \quad \text{atau} \quad \frac{V_s}{F_{Ao}} = \int_0^{X_{A \text{ out}}} \frac{dX_A}{-r'''_A} \quad (4.12)$$

Dimana, waktu tinggal reaktan di dalam reaktor dapat dianalogikan sebagai berikut :

$$\frac{WC_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau' \quad \left[\frac{\text{kg.s}}{\text{m}^3} \right] \quad (4.13)$$

$$\frac{V_s C_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau''' \quad \left[\frac{\text{m}^3 \text{s.s}}{\text{m}^3} \right] \quad (4.14)$$

Reaktor yang digunakan dalam penelitian ini adalah termasuk jenis reaktor *plug flow* dimana reaktor tersebut merupakan model dari reaktor alir integral. Reaksi transesterifikasi yang dilakukan pada penelitian ini, secara teoritis,

mengikuti orde empat dengan persamaan laju reaksi sebagai berikut (Vujsvic dkk, 2010).

$$-r_{TG} = k[C_{TG}][C_{MeOH}]^3 \quad (4.15)$$

Namun, dalam penelitian ini, reaksi digunakan dalam kondisi metanol yang sangat berlebih (rasio mol minyak – metanol sebesar 1 : 12) sehingga konsentrasi metanol dianggap konstan.

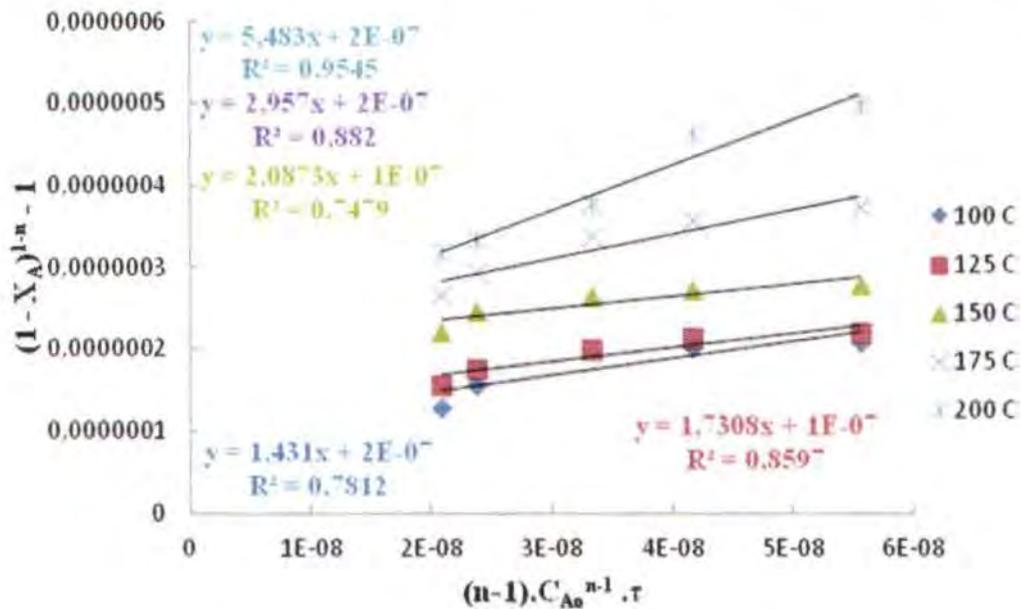
Dengan menggunakan metode integral, persamaan umum kinetika reaksi untuk orde ke-n adalah

$$(n - 1)C_{Ao}^{n-1}k'\tau = (1 - X_A)^{1-n} - 1 \quad (4.16)$$

dimana,

$$\tau = \frac{W.C_{Ao}}{F_{Ao}} \quad (4.17)$$

Kemudian, plot $(1 - X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n - 1)C_{Ao}^{n-1}\tau$ untuk mencari nilai k' yang merupakan slope dari garis lurus serta memprediksi n yang merupakan nilai dari orde reaksi. Dimana nilai n (orde reaksi) diprediksi sebesar $1,000001 \approx 1$



Gambar 4.10 Plot $(1 - X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n - 1)C_{Ao}^{n-1} \tau$

Dari gambar 4.10 terlihat bahwa regresi linier yang terbentuk mendekati garis lurus dengan nilai R^2 terkecil sebesar 0,7479 pada reaksi transesterifikasi dengan suhu operasi reaktor 150 °C dan nilai R^2 terbesar pada suhu reaksi 200 °C yakni sebesar 0,9545. Regresi linier di atas menunjukkan bahwa perkiraan awal

yang menganggap reaksi transesterifikasi yang terjadi adalah reaksi orde satu dapat digunakan. Selain itu, dari gambar 4.10 di atas dapat diperoleh juga konstanta kecepatan reaksi (k') yang merupakan nilai slope dari regresi linier yang terbentuk.

Nilai konstanta kecepatan reaksi (k') merupakan nilai k' bila *regime* yang mengontrol adalah *regime* reaksi. Berdasarkan modulus *Thiele* yang didapat, menunjukkan bahwa *regime* yang mengontrol adalah *regime* difusi sehingga perlu dihitung nilai dari *effectiveness factor*, ξ . Nilai *effectiveness factor* dapat dihitung dengan $\xi = 1/M_T$. Sehingga, persamaan kinetika reaksi menjadi

$$-r_A = k' C_A \xi \quad (4.18)$$

dimana $k = k' \xi$ (Levenspiel, 1999).

Tabel 4.7 menunjukkan persamaan kinetika reaksi yang didapatkan untuk berbagai variasi suhu reaksi. Dari tabel 4.8 terlihat bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka nilai dari konstanta kecepatan reaksi juga semakin bertambah.

Tabel 4.7 Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi untuk berbagai suhu reaksi

Suhu Reaksi (°C)	Persamaan Kinetika Reaksi
100	$-r'_A = 0,00512.C_A$
125	$-r'_A = 0,00563.C_A$
150	$-r'_A = 0,00618.C_A$
175	$-r'_A = 0,00736.C_A$
200	$-r'_A = 0,01002.C_A$

Tabel 4.8 Nilai konstanta kecepatan reaksi (k') transesterifikasi untuk berbagai variasi suhu reaksi

Suhu (°C)	k'	M_T	ξ	k
100	1,431	279,534	0,00358	0,00512
125	1,7308	307,425	0,00325	0,00563
150	2,0873	337,604	0,00296	0,00618
175	2,957	401,829	0,00249	0,00736
200	5,483	547,173	0,00183	0,01002

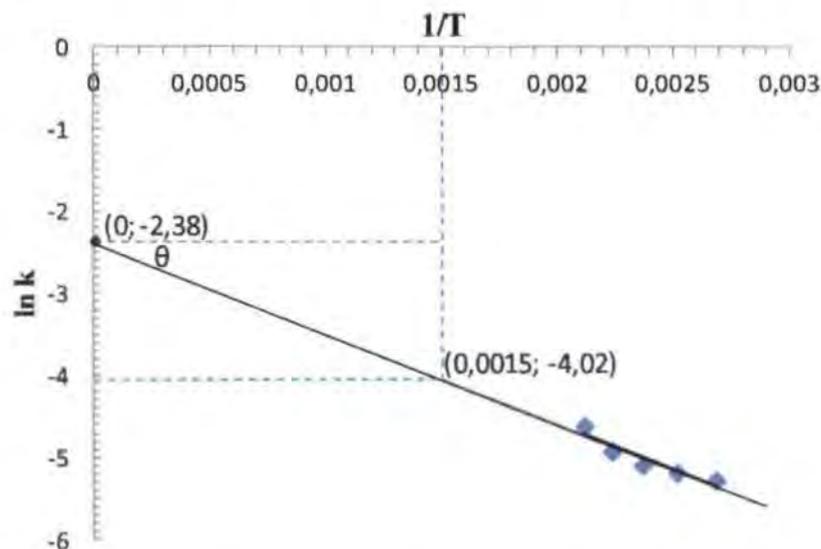
Menurut Arrhenius, konstanta kecepatan reaksi (k) dapat dibuat korelasi dengan suhu reaksi, yakni

$$k = k_0 e^{-E_A/RT} \quad (4.19)$$

jika diubah secara logaritmik, maka persamaan (4.19) dapat menjadi

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_A}{R} \left(\frac{1}{T} \right) \quad (4.20)$$

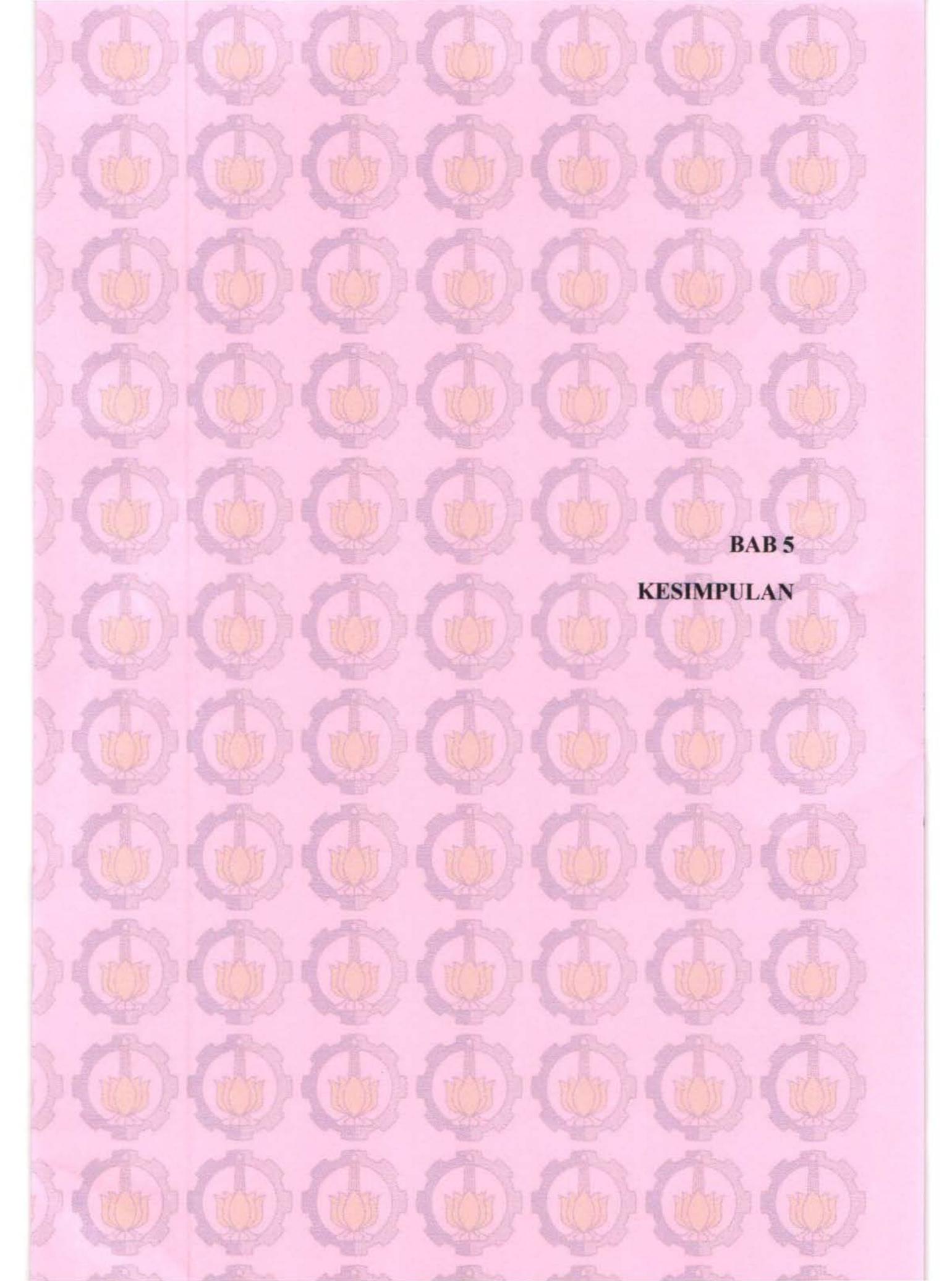
Data k yang telah diperoleh, kemudian dibuat plot $\ln k$ vs ($1/T$) sebagai berikut :



Gambar 4.11 Plot $\ln k$ vs $1/T$

Dari persamaan (4.20) 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 4.11 menunjukkan plot antara $\ln k$ vs $1/T$ dimana persamaan linier yang diperoleh adalah $y = -1093,33 x - 2,38$ 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 9089,973 Joule. Selain itu, dari intersep tersebut juga diperoleh nilai k_0 sebesar 0,09255/menit. Oleh karena itu, persamaan kinetika reaksi untuk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan menggunakan katalis NaMgAl-HT 3 secara umum dapat dijabarkan sebagai

$$-r'_A = 0,09255 e^{-9089,973/8,314T} \cdot C_A \quad (4.21)$$



BAB 5

KESIMPULAN

BAB V

KESIMPULAN

1. Semakin besar perbandingan mol Mg/Al (Mg/Al ratio) yang digunakan dalam sintesa maka menghasilkan padatan MgAl-Hydrotalcite yang semakin banyak pula.
2. Semakin tinggi suhu kalsinasi, maka jumlah massa hydrotalcite yang terdekomposisi juga semakin banyak serta semakin tinggi pula luas permukaan dari hydrotalcite yang dihasilkan.
3. Sintesa MgAl-Hydrotalcite dengan menggunakan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen pengendap memberikan aktivitas katalis yang lebih baik bila dibandingkan dengan penggunaan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen pengendap.
4. Kandungan *fatty acid methyl ester* (FAME) tertinggi dalam produk yang diperoleh melalui reaksi transesterifikasi pada reaktor *batch* sebesar 76,52 % dan konversi reaksi tertinggi yang telah dicapai sebesar 82,86 % dengan menggunakan katalis NaMgAl-HT 3.
5. Pada transesterifikasi melalui reaktor *fixed bed*, laju alir umpan dan suhu operasi reaktor berpengaruh terhadap yield *fatty acid methyl ester* (FAME) yang dihasilkan serta konversi reaksi transesterifikasi yang dicapai. Semakin besar laju alir umpan ke dalam reaktor, maka yield FAME serta konversi reaksi yang dihasilkan semakin kecil. Sementara itu, semakin tinggi suhu operasi reaktor yang digunakan, maka FAME serta konversi reaksi yang didapat juga semakin besar. Kandungan FAME tertinggi di dalam produk yang dihasilkan sebesar $2,342941 \times 10^5$ dan konversi reaksi tertinggi yang dicapai sebesar 39,13 % pada laju alir 3 ml/menit dan suhu operasi reaktor 200 °C.
6. Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis MgAl-Hydrotalcite pada reaktor *fixed bed* dapat dinyatakan sebagai

$$-r'_A = 0,09255e^{-9089,973/8,314T} \cdot C_A$$

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

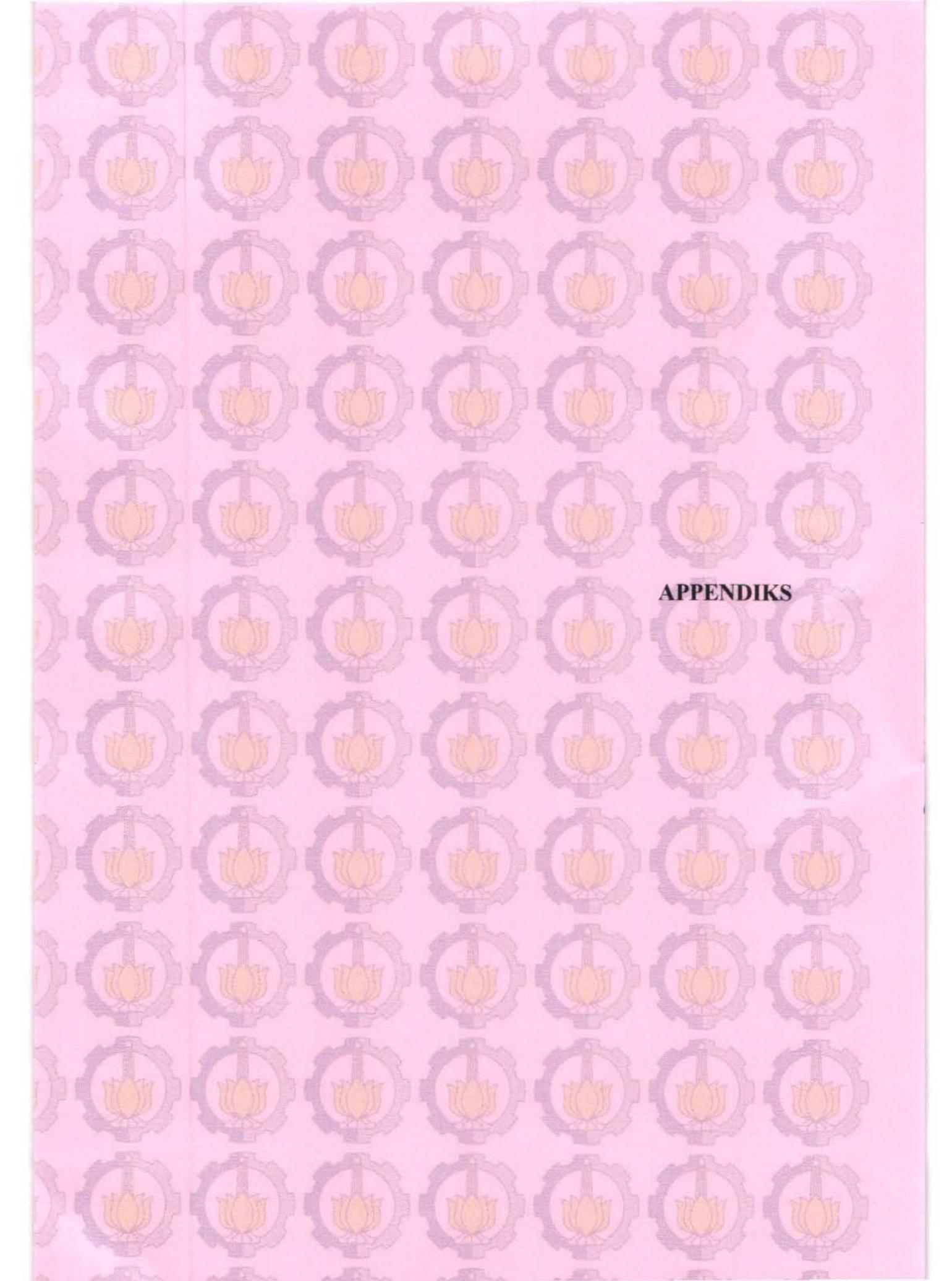
DAFTAR PUSTAKA

- Abreu F.R., Lima, D.G. , Hamu, E. H., Einloft, S., Rubim, J.C. and Suarez, P.A.Z. (2003). "New Metal Catalysts for Soybean Oil Transesterification". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 80, hal. 601-604
- Arita, S. (2009), "Perbandingan Proses Pembuatan Biodisel di Dalam Reaktot Batch dan Fixed Bed Dengan Katalis Padat Alumina Berbasis Logam", *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*, hal. 1-6
- Asri, N. P., Rizki, F., Anisa, A., Savitri, S.D., Roesyadi, A., Budikarjono, K., Suprpto, Gunardi, I. (2012), "Biodiesel Production from Palm Oil Using CaO / γ -Al₂O₃ as a Solid Base Catalyst, *Jurnal Industri*, terakreditasi (Accepted, Agustus 2012)
- Asri, N.P. (2013), *Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Nabati dengan Katalis Padat Berpenyangga γ -Alumina*, Disertasi Doktor, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Bode, H. 2002. "Bahan Bakar Alternatif Biodiesel (Bagian I.Pengenalan)". *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*
- Canaki M, Gerpen V. (1999), "Green Diesel Production Via Acid Catalyst", *Transaction of the American Society of Agricultural Engineers*, Vol. 42(5), hal. 1203-10
- Cantrell, David G., Gillie, Lissa J., Lee, Adam F., Wilson, K. (2005). "Structure-reactivity correlations in MgAl hydrotalcite catalysts for biodiesel synthesis". *Applied Catalysis A : General*, Vol. 287, hal. 183-190
- Dewan Energi Nasional (2010), *Naskah Kebijakan Energi Nasional*
- 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 Tranesterified Vegetable Oils", *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 61, 1638-1643

- Furuta, S., Hiromi, M., Kazushi, R. (2006), "Green Diesel Fuel Production with Solid Amorphous-Zirconia Catalyst in Fixed Bed Reactor", *J Biomass And Bioenergy*, Vol. 30, hal. 870-873
- 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
- Hambali, E., Erliza., 2006. "Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel", Edisi 1. Jakarta : Penebar Swadaya
- Hui, Y.H. (1996), " *Bailey's Industrial Oil and Fat Products : Industrial and Consumer Non edible products from Oils and Fats* ", 5, 5th ed , John Wiley & Sons , New York
- Ilgel, O. dan Akin, A.N. (2008). "Development of Alumina Supported alkaline Catalyst Used for Biodiesel Production". *Turk J. Chem*, Vol. 33, hal. 281-287
- Ketaren, S, (1986), *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, UI-Press, Jakarta
- 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", *J. Biotechnology Advances*, Vol. 28, hal. 500-518
- 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 Volume 19*, hal 41 - 80
- PT. Sopricorn Indonesia Consult, Inc

- 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 1/2013*, hal 187 – 191
- Santana, A., Macaira, J., Larrayoz, M.A. (2012), "Continuous Production of Biodiesel Using Supercritical fluids: A Comparative Study Between Methanol and Ethanol", *Fuel Processing Technology*, Vol. 102, hal. 110-115
- Serio, M.D., Tesser, M.R., Pengmei, L., Santacesaria, E. 2008. "Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production", *Energy and Fuel*, Vol. 22, hal. 207-217
- 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
- Vicente, G., Martinez, M., Aracil, J., "A comparative study of vegetable oils for biodiesel production in Spain", *Energy & Fuels*, Vol. 20, hal. 394-398
- 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
- www.opec.org. 2014. diakses tanggal 3 September 2014
- www.bumn.go.id. 2014. diakses tanggal 3 September 2014
- www.indexmundi.com. 2006. diakses tanggal 3 September 2014
- Xie, W., 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

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



APPENDIKS

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 *Fixed Bed*

Spesifikasi peralatan reaktor *fixed bed* pada Gambar 3.5 sebagai berikut :

Jenis reaktor	=	<i>fixed bed</i> kontinyu
Diameter reaktor	=	1 cm
Panjang reaktor	=	23 cm
Merk jaket pemanas	=	Thermolyne USA
Daya jaket pemanas	=	1300 watt
Diameter tangki umpan	=	20 cm
Volume tangki umpan	=	5 liter
Jenis pompa	=	pompa peristaltik
Merk pompa	=	Edmund Bühler
Tipe pompa	=	D-7400 Tübingen

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
Measurement Date / Time	11/26/2014 9:27:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	5.0084
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	89.9744
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]	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 [$^{\circ}C$]	-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
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction 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 °C
Initial time	: 2 menit
Rate	: 7,5 deg/menit
Final temperature	: 250 °C
Detektor	: FID

APPENDIKS B

HASIL PERHITUNGAN

B.1 Preparasi Katalis MgAl-Hydrotalcite

B.1.1 Sintesa Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen presipitasi.

Contoh sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite dengan perbandingan mol Mg/Al sebesar 1 : 1 ditampilkan sebagai berikut.

- $\text{mol Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,02 \text{ gmol}$
- $\text{BM Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 256 \text{ gram/gmol}$
- $\text{Berat Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{mol Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{BM Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 $= 0,02 \text{ gmol} \times 256 \text{ gram/gmol}$
 $= 5,12 \text{ gram}$

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

- $\text{mol } (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CO}_3 = 0,02 \text{ gmol}$
- $\text{BM } (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CO}_3 = 96 \text{ gram/gmol}$
- $\text{Berat } (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CO}_3 = \text{mol } (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CO}_3 \times \text{BM } (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CO}_3$
 $= 0,02 \text{ gmol} \times 96 \text{ gram/gmol}$
 $= 1,92 \text{ gram}$

- $\text{Volume NH}_4\text{OH (25\%)} = 20 \text{ ml}$

Tabel B.1. Rekapitulasi perhitungan sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite dengan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dan NH_4OH sebagai agen presipitasi.

No.	Mg/Al Ratio	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$		$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$		NH ₃ Solution 25% (ml)	Massa Sebelum Kalsinasi (gr)
		mol	massa (gr)	mol	massa (gr)	mol	massa (gr)		
1	1 : 1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	1,92	20	2,3
2	2 : 1	0,04	10,24	0,02	7,5	0,04	3,84	20	4,4
3	3 : 1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	5,76	20	4,8
4	4 : 1	0,08	20,48	0,02	7,5	0,08	7,68	20	6,6
5	1 : 1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	1,92	20	1,6
6	2 : 1	0,04	10,24	0,02	7,5	0,04	3,84	20	3,94
7	3 : 1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	5,76	20	4,8
8	4 : 1	0,08	20,48	0,02	7,5	0,08	7,68	20	4,9

B.1.2 Sintesa Katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi.

Contoh sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite 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

Tabel B.2. Rekapitulasi perhitungan sintesa katalis MgAl-Hydrotalcite dengan Na_2CO_3 dan NaOH sebagai agen presipitasi.

No.	Mg/Al Ratio	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$		Na_2CO_3		NaOH		Massa Sebelum Kalsinasi (gr)
		mol	massa (gr)	mol	massa (gr)	mol	massa (gr)	mol	massa (gr)	
1	3 : 1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	6,36	0,18	7,2	5,55
2	1 : 1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	2,12	0,06	2,4	3,03
3	4 : 1	0,08	20,48	0,02	7,5	0,08	8,48	0,24	9,6	4,5
										4,58
4	1 : 1	0,02	5,12	0,02	7,5	0,02	2,12	0,06	2,4	3
5	2 : 1	0,04	10,24	0,02	7,5	0,04	4,24	0,12	4,8	4,198
6	3 : 1	0,06	15,36	0,02	7,5	0,06	6,36	0,18	7,2	7,37

B.2 Perhitungan Konversi Reaksi Transesterifikasi pada Reaktor Batch

B.2.1 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 benzyl 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 benzyl alcohol sebagai pembanding (gram)
3. Dianalisis dengan GC
4. Dianalisis hasil GC untuk menentukan kadar (%) FAME

Tabel B.3. Rekapitulasi standarisasi FAME

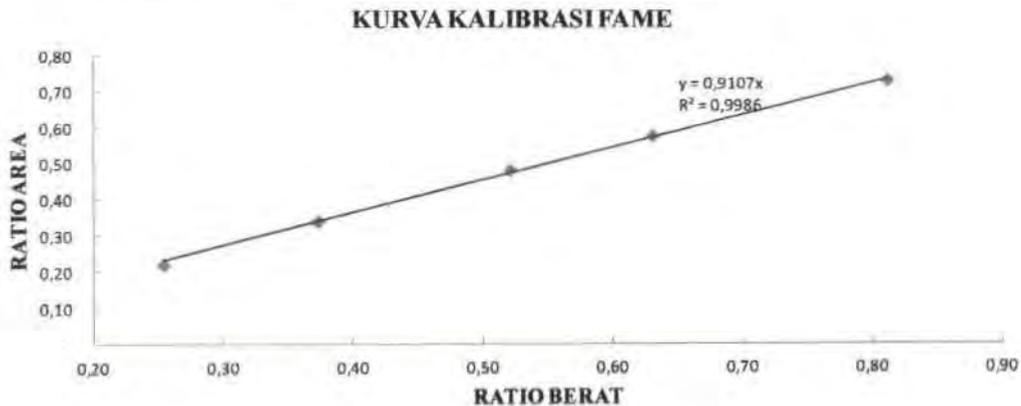
NO	BERAT (gr)		AREA				RATIO FAME	
	FAME	BZ ALKOHOL	BZ ALKOHOL	UNKNOWN I	TOTAL	FAME	BERAT	AREA
1	0,0791	0,3120	13.172.115,6700	1.327,48	16.085.519,26	2.912.076,11	0,25	0,22
2	0,1144	0,3071	11.748.267,2100	952,54	15.748.085,60	3.998.865,85	0,37	0,34
3	0,1592	0,3058	10.375.960,8300	1.286,80	15.385.993,30	5.008.745,67	0,52	0,48
4	0,1914	0,3035	10.453.560,3200	1.818,12	16.496.129,93	6.040.751,49	0,63	0,58
5	0,2486	0,3065	8.460.465,5500	3.028,51	14.664.025,38	6.200.531,32	0,81	0,73

Dimana,

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

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

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

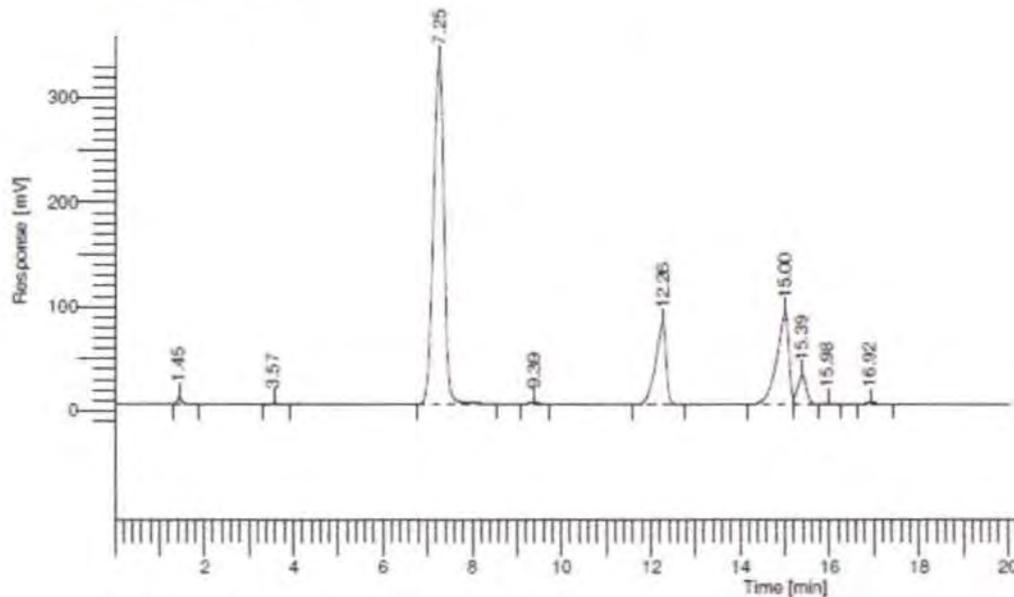


Gambar B.1. Kurva kalibrasi FAME

dimana, dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan korelasinya adalah $y = 0,9107 x$

Contoh perhitungan kadar (%) FAME hasil analisa GC pada sampel produk reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis NaMgAl-HT 3

Hasil Analisa GC



Peak #	Time [min]	Area [uV*sec]	Height [uV]	Area [%]
1	1.446	51957.79	6715.71	0.59
2	3.573	15022.87	1010.60	0.17
3	7.254	5457964.95	331701.57	61.57
4	9.385	25923.28	1724.71	0.29
5	12.261	1274913.33	78070.06	14.38
6	15.002	1644679.28	88064.12	18.55
7	15.389	372987.47	27584.81	4.21
8	15.977	6740.64	424.76	0.08
9	16.919	14018.48	617.81	0.16
		8864208.09	535914.14	100.00

Data yang diketahui :

- Berat benzyl alcohol : 0,5926 gram
- Berat FAME : 0,5226 gram

Data yang didapat :

- Area benzyl alcohol : 5457864,95
- Area FAME : 3354285,35

Dihitung :

$$\text{ratio area FAME} = \frac{3354285,95}{5457864,95}$$

$$\text{ratio area FAME} = 0,615$$

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

$$\text{ratio berat FAME} = \frac{0,615}{0,9107}$$

$$\text{ratio berat FAME} = 0,67$$

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

$$\text{berat FAME} = 0,67 \times 0,5926$$

$$\text{berat FAME} = 0,3999 \text{ gram}$$

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

$$\text{kadar (\%)FAME} = \frac{0,3999}{0,5226} = 76,52 \%$$

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

Tabel B.4. Rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC untuk katalis MgAl-HT pada berbagai variasi suhu kalsinasi

Kode	BERAT (gr)		AREA		RATIO	BERAT		
	SAMPEL	BZ ALCOHOL	BZ ALCOHOL	FAME	AREA	TERUKUR	ERHITUNG (gr)	PERSEN
4:1 Tkai 200	0,5337	0,4905	9.621.695,56	439.873,69	0,046	0,0619	0,0303	5,69
3:1 Tkai 450	0,4652	0,4820	9.903.140,47	522.760,34	0,053	0,0714	0,0344	7,40
4:1 Tkai 700	0,4625	0,4869	10.781.381,86	656.815,96	0,061	0,0824	0,0401	8,68
3:1 Tkai 200	0,5275	0,4668	7.163.117,94	136.746,85	0,019	0,0258	0,0121	2,29
4:1 Tkai 450	0,4735	0,4848	9.391.993,71	440.855,17	0,047	0,0635	0,0308	6,50
3:1 Tkai 700	0,4654	0,4879	9.820.231,34	625.720,60	0,064	0,0862	0,0421	9,04
1:1 Tkai 200	0,4642	0,4812	10.851.097,68	149.226,57	0,014	0,0186	0,0090	1,93
2:1 Tkai 200	0,4728	0,4853	9.934.083,23	146.950,45	0,015	0,0200	0,0097	2,05

Tabel B.5. Rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC untuk katalis NaMgAl-HT pada suhu kalsinasi 700 °C

Kode	BERAT (gr)		AREA		RATIO AREA	BERAT		
	SAMPEL	BZ ALCOHOL	BZ ALCOHOL	FAME		TERUKUR	ERHITUNG (g)	PERSEN
NaMgAl-H 1:1 700°C	0,5254	0,6007	5.891.410,20	321.483,98	0,055	0,06	0,0360	6,85
NaMgAl-H 4:1 700°C	0,5082	0,5633	5.532.494,70	2.811.579,08	0,508	0,58	0,3311	65,15
NaMgAl-H 3:1 700°C	0,5226	0,5026	5.457.964,95	3.354.285,35	0,615	0,67	0,3999	76,52
NaMgAl-H 2:1 700°C	0,5138	0,5863	5.374.488,47	2.216.634,02	0,412	0,45	0,2655	51,70

B.2.2 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 NaMgAl-HT 3

- Volume produk = 46 ml
- Densitas produk = 0,8553 gr/ml
- Massa produk = 39,3438 gram
- % FAME = 76,52 %
- Massa FAME = % FAME x massa produk
= 76,52 % x 39,3438 gram
= 30,106 gram
- BM FAME = 284,3 gram/gmol
- Mol FAME = 0,1058 gmol
- Konversi reaksi = $\left(\frac{\text{mol FAME yang terbentuk}}{3 \times \text{mol minyak mula-mula}} \right) \times 100 \%$
= $\left(\frac{0,1058}{3 \times 0,0426} \right) \times 100 \%$
= 82,86 %

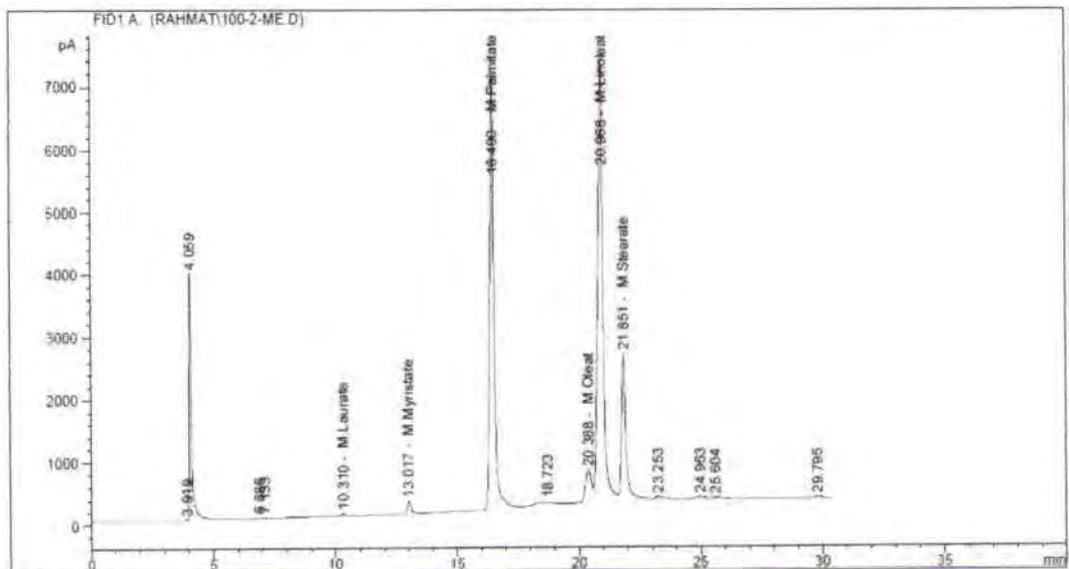
Tabel B.6. Rekapitulasi perhitungan konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor *batch*

No.	Katalis	Massa Produk (gram)	% FAME	Massa FAME (gram)	mol FAME	Konversi (%)
1	1 : 1 MgAl - HT (200°C)	24,0597	1,93%	0,4644	0,0016	1,28%
2	2 : 1 MgAl - HT (200°C)	25,6688	2,05%	0,5262	0,0019	1,45%
3	3 : 1 MgAl - HT (200°C)	24,2298	2,29%	0,5549	0,0020	1,53%
4	4 : 1 MgAl - HT (200°C)	21,3148	5,69%	1,2128	0,0043	3,34%
5	3 : 1 MgAl - HT (450°C)	31,0975	7,40%	2,3012	0,0081	6,33%
6	4 : 1 MgAl - HT (450°C)	32,9263	6,50%	2,1402	0,0075	5,89%
7	3 : 1 MgAl - HT (700°C)	32,8634	9,04%	2,9709	0,0104	8,18%
8	4 : 1 MgAl - HT (700°C)	31,1115	8,68%	2,7005	0,0095	7,43%
9	1 : 1 NaMgAl - HT (700°C)	38,4635	6,85%	2,6347	0,0093	7,25%
10	2 : 1 NaMgAl - HT (700°C)	37,7608	51,70%	19,5223	0,0687	53,73%
11	3 : 1 NaMgAl - HT (700°C)	39,3438	76,52%	30,1059	0,1059	82,86%
12	4 : 1 NaMgAl - HT (700°C)	40,2132	65,15%	26,1989	0,0922	72,11%

B.3 Perhitungan Konversi Reaksi Transesterifikasi pada Reaktor *Fixed Bed*

B.3.1 Perhitungan kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) pada produk reaksi transesterifikasi dari analisa GC (*Gas Chromatography*)

Berikut hasil analisa GC (*Gas Chromatography*) pada sampel produk reaksi transesterifikasi dengan variabel suhu operasi 100 °C dan laju alir 3 ml/menit.



Berdasarkan analisa GC (*Gas Chromatography*) di atas, dapat dihitung kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) sebagai berikut :

RetTime [min]	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [(mg/L)]	Grp	Name
5.091	-	-	-	-	-	M.Hexanoate
6.381	-	-	-	-	-	M.Octanoate
7.399	-	-	-	-	-	M.Nonanoate
10.310	PB +	259.61792	2.27557	590.77854	-	M.Laurate
13.017	PB +	1950.63194	1.44368	2816.08234	-	M.Myristate
16.490	PB +	3.736486e4	1.24741	4.66093e4	-	M.Palmitate
19.303	-	-	-	-	-	M.Heptadecanoate
20.388	VV +	8734.98242	3.15310e-1	2754.22796	-	M.Oleat
20.968	VV +	1.03189e5	4.83061e-1	4.98466e4	-	M.Linoleat
21.851	VB +	2.90452e4	3.18143e-1	9240.54157	-	M.Stearate
26.717	-	-	-	-	-	M.Arachidate
Totals :				1,118574e5		

Dari perhitungan di atas, kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) yang didapat sebesar $1,118574 \times 10^5$ mg/L

B.3.2 Perhitungan konversi reaksi transesterifikasi.

- Rasio mol minyak : metanol = 1 : 12
- BM minyak sawit = 850,32 gram/gmol
- Densitas minyak sawit = 0,9056 gram/ml
- BM metanol = 32,04 gram/gmol
- Densitas metanol = 0,7918 gram/ml
- Fraksi massa minyak : metanol = 0,68863 : 0,31138
- Densitas campuran = 0,8668 gram/ml

- Flow rate campuran minyak dan metanol = 3 ml/menit
- Mass rate minyak = fraksi minyak x (flowrate campuran x densitas campuran)

$$= 0,68863 \times 3 \frac{\text{ml}}{\text{menit}} \times 0,8668 \frac{\text{gram}}{\text{ml}}$$

$$= 1,7907 \text{ gram/menit}$$
- Kadar FAME = $1,118574 \times 10^5$ mg/L
- Mass rate FAME = *Kadar FAME x flow rate*

$$\begin{aligned}
&= \frac{1,118574 \times 10^5 \text{ mg}}{1000} \times 3 \frac{\text{ml}}{\text{menit}} \\
&= 0,335572 \text{ gram/menit} \\
\bullet \text{ Mol rate minyak} &= \frac{\text{mass rate minyak}}{\text{BM minyak}} \\
&= \frac{1,7907 \text{ gram/menit}}{850,32 \text{ gram/gmol}} \\
&= 0,0021059 \text{ gmol/menit} \\
\bullet \text{ Mol rate FAME} &= \frac{\text{mass rate FAME}}{\text{BM FAME}} \\
&= \frac{0,335572 \text{ gram/menit}}{284,3 \text{ gram/gmol}} \\
&= 0,00118035 \text{ gmol/menit} \\
\bullet \text{ Konversi reaksi} &= \left(\frac{\text{mol FAME yang terbentuk}}{3 \times \text{mol minyak mula-mula}} \right) \times 100 \% \\
&= \left(\frac{0,00118035}{3 \times 0,0021059} \right) \times 100 \% \\
&= 18,68 \%
\end{aligned}$$

Tabel B.7. Rekapitulasi perhitungan konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor
fixed bed

No	Suhu (°C)	Flow Rate (ml/menit)	FAME (mg/l)	FAME (mol/menit)	Konversi (%)
1	100	3	111857,4	0,00118035	18,68%
2		4	108944,8	0,00153282	18,20%
3		5	106754,2	0,00187749	17,83%
4		7	86703,16	0,00213479	14,48%
5		8	72039,07	0,00202713	12,03%
6	125	3	117958,9	0,00124473	19,70%
7		4	114920,1	0,00161688	19,19%
8		5	108120,5	0,00190152	18,06%
9		7	96538,87	0,00237697	16,12%
10		8	86703,16	0,00243977	14,48%
11	150	3	145602,5	0,00153643	24,32%
12		4	142641	0,00200691	23,82%
13		5	139241,2	0,00244884	23,26%
14		7	131220,2	0,00323089	21,92%
15		8	119115,2	0,00335182	19,90%
16	175	3	186125,5	0,00196404	31,09%
17		4	180112	0,00253411	30,08%
18		5	171421,7	0,0030148	28,63%
19		7	152304,3	0,00375002	25,44%
20		8	140045,4	0,00394078	23,39%
21	200	3	234294,1	0,00247233	39,13%
22		4	221714,6	0,00311945	37,03%
23		5	188171,5	0,00330938	31,43%
24		7	169354,4	0,00416982	28,29%
25		8	162871,6	0,00458309	27,20%

B.4 Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Pada Reaktor *Fixed Bed*

B.4.1 Penentuan Orde Reaksi

Dengan menggunakan metode integral, persamaan umum kinetika reaksi untuk orde ke-n adalah

$$(n - 1)C_{A0}^{n-1}k'\tau = (1 - X_A)^{1-n} - 1 \quad (1)$$

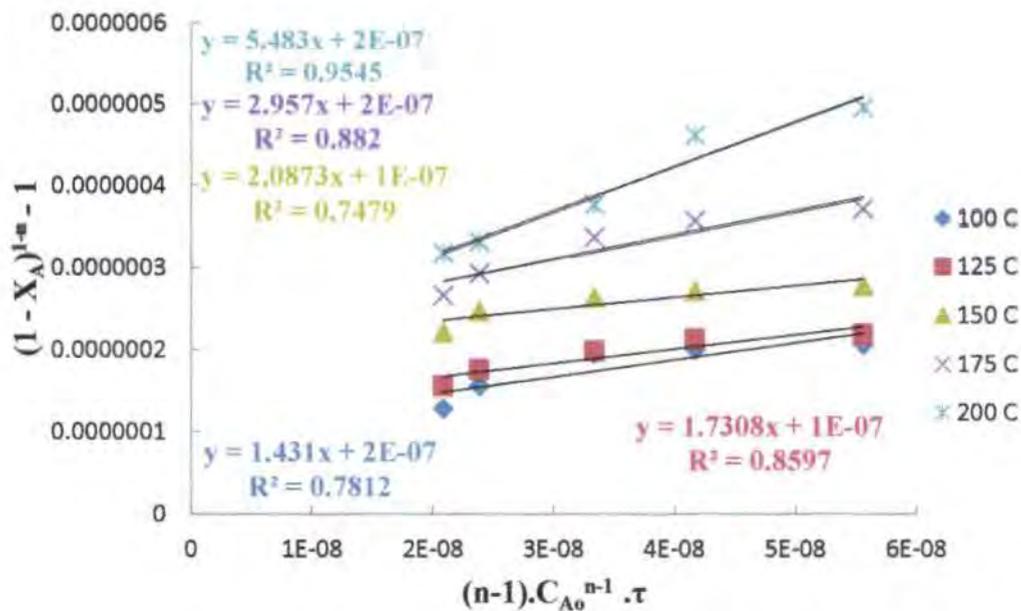
dimana,

$$\tau = \frac{W.C_{A0}}{F_{A0}} \quad (2)$$

Kemudian, plot $(1 - X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n - 1)C_{A0}^{n-1}\tau$ untuk mencari nilai k' yang merupakan slope dari garis lurus serta memprediksi n yang merupakan nilai dari orde reaksi. Dimana nilai n (orde reaksi) sebesar $1,000001 \approx 1$

Tabel B.8. Rekapitulasi perhitungan kinetika reaksi dengan metode integral

No	Suhu (°C)	Flow Rate (ml/jam)	Rate Minyak (mol/jam)	C_{A0}	Konversi (X_A)	$(n-1).C_{A0}^{n-1} \cdot \tau$	$(1-X_A)^{1-n}-1$
1	100	180	0,126356	0,701976	18,68%	5,55555E-08	2,068E-07
2		240	0,168474	0,701976	18,20%	4,16667E-08	2,008E-07
3		300	0,210593	0,701976	17,83%	3,33333E-08	1,964E-07
4		420	0,29483	0,701976	14,48%	2,38095E-08	1,564E-07
5		480	0,336949	0,701976	12,03%	2,08333E-08	1,282E-07
6	125	180	0,126356	0,701976	19,70%	5,55555E-08	2,194E-07
7		240	0,168474	0,701976	19,19%	4,16667E-08	2,131E-07
8		300	0,210593	0,701976	18,06%	3,33333E-08	1,992E-07
9		420	0,29483	0,701976	16,12%	2,38095E-08	1,758E-07
10		480	0,336949	0,701976	14,48%	2,08333E-08	1,564E-07
11	150	180	0,126356	0,701976	24,32%	5,55555E-08	2,786E-07
12		240	0,168474	0,701976	23,82%	4,16667E-08	2,721E-07
13		300	0,210593	0,701976	23,26%	3,33333E-08	2,647E-07
14		420	0,29483	0,701976	21,92%	2,38095E-08	2,474E-07
15		480	0,336949	0,701976	19,90%	2,08333E-08	2,218E-07
16	175	180	0,126356	0,701976	31,09%	5,55555E-08	3,723E-07
17		240	0,168474	0,701976	30,08%	4,16667E-08	3,579E-07
18		300	0,210593	0,701976	28,63%	3,33333E-08	3,373E-07
19		420	0,29483	0,701976	25,44%	2,38095E-08	2,935E-07
20		480	0,336949	0,701976	23,39%	2,08333E-08	2,665E-07
21	200	180	0,126356	0,701976	39,13%	5,55555E-08	4,965E-07
22		240	0,168474	0,701976	37,03%	4,16667E-08	4,625E-07
23		300	0,210593	0,701976	31,43%	3,33333E-08	3,773E-07
24		420	0,29483	0,701976	28,29%	2,38095E-08	3,325E-07
25		480	0,336949	0,701976	27,20%	2,08333E-08	3,175E-07



Gambar B.2. Plot $(1-X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n-1) \cdot C_{A0}^{n-1} \cdot \tau$

Dari grafik antara $(1-X_A)^{1-n} - 1$ vs $(n-1) \cdot C_{A0}^{n-1} \cdot \tau$ didapatkan nilai k' yang merupakan slope dari garis lurus pada berbagai suhu operasi.

Tabel B.9. Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi untuk tiap – tiap suhu operasi

Suhu Operasi Reaktor ($^{\circ}\text{C}$)	Persamaan Kinetika Reaksi
100	$-r'_A = 1,431 \cdot C_A$
125	$-r'_A = 1,7308 \cdot C_A$
150	$-r'_A = 2,0873 \cdot C_A$
175	$-r'_A = 2,957 \cdot C_A$
200	$-r'_A = 5,483 \cdot C_A$

B.4.2 Perhitungan Modulus Thiele

Modulus thiele dihitung berdasarkan persamaan berikut :

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

Pada reaktor fixed bed, katalis yang digunakan dalam bentuk pellet dengan dimensi silinder, diameter 7 mm dan tebal 3 mm. Untuk katalis berbentuk silinder, maka harga $L = R/2$.

$$R = \frac{\text{diameter pellet}}{2} = \frac{7 \text{ mm}}{2} = 3,5 \text{ mm}$$

$$R = 3,5 \times 10^3 \text{ m}$$

$$L = \frac{3,5 \times 10^3}{2} = 1,75 \times 10^3 \text{ m}$$

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

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

dimana,

$D = 7,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$, 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)

Karena partikel berbentuk pellet, maka harga $\epsilon_p = \epsilon_m + \epsilon_\mu$ dimana

$\epsilon_p = \text{void fraction of pellet}$

$\epsilon_m = \text{macropore void fraction} = \text{macropore volume} / \text{total volume}$

$$\epsilon_m = \frac{0,12}{0,92} = 0,1304$$

$\epsilon_\mu = \text{micropore void fraction} = \text{micropore volume} / \text{total volume}$

$$\epsilon_\mu = \frac{0,9}{2} = 0,45$$

Sehingga, $\epsilon_p = 0,1304 + 0,45 = 0,5804$

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

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

$d_m = \text{diameter molekul trigliserida} = 2 \text{ nm} = 2 \times 10^{-9} \text{ m}$ (Lukic, 2006)

$$K_r = 0,74327$$

$$D_e = \frac{7,8 \times 10^{-10} \times 0,5804 \times 0,74327}{6} = 5,6 \times 10^{-11}$$

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

Untuk $k' = 1,431/\text{menit}$

$$M_T = L \sqrt{\frac{k'}{D_e}} = 1,75 \times 10^3 \sqrt{\frac{1,431}{5,6 \times 10^{-11}}} = 279,534$$

Nilai modulus *thiele* > 4 , maka reaksi berada di *regime* difusi, sehingga nilai *effectiveness factor*, $\xi = 1/M_T$

$$\xi = \frac{1}{279,534} = 0,00358$$

Sehingga, persamaan kinetika reaksi menjadi

$$-r_A = k' C_A \xi \quad (5)$$

dimana $k = k' \xi$

Tabel B.10. Rekapitulasi perhitungan modulus *Thiele* dan *effectiveness factor*

Suhu (°C)	k'	M_T	ξ	k
100	1,431	279,534	0,00358	0,00512
125	1,7308	307,425	0,00325	0,00563
150	2,0873	337,604	0,00296	0,00618
175	2,957	401,829	0,00249	0,00736
200	5,483	547,173	0,00183	0,01002

Tabel B.11. Persamaan kinetika reaksi dalam *regime* difusi

Suhu Operasi Reaktor (°C)	Persamaan Kinetika Reaksi
100	$-r'_A = 0,00512.C_A$
125	$-r'_A = 0,00563.C_A$
150	$-r'_A = 0,00618.C_A$
175	$-r'_A = 0,00736.C_A$
200	$-r'_A = 0,01002.C_A$

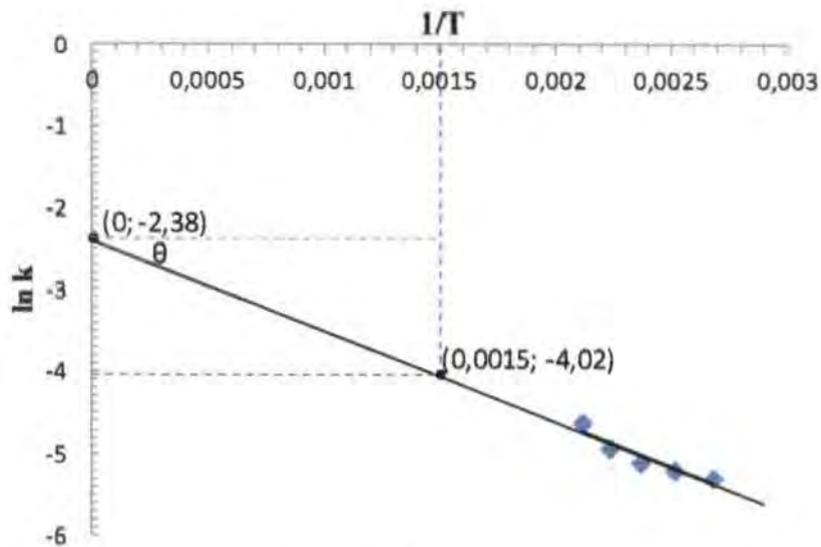
Menurut Arrhenius, konstanta kecepatan reaksi (k) dapat dibuat korelasi dengan suhu reaksi, yakni

$$k = k_0 e^{-E_A/RT} \quad (6)$$

jika diubah secara logaritmik, maka persamaan (6) dapat menjadi

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_A}{R} \left(\frac{1}{T} \right) \quad (7)$$

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



Gambar B.3. Plot $\ln k$ vs $1/T$

Dari grafik hubungan antara $\ln k$ dan $1/T$ di atas, maka didapatkan slope dan intersep dari regresi linier. Slope diperoleh melalui perhitungan berikut :

$$\text{slope} = \frac{(y_2 - y_1)}{(x_2 - x_1)}$$

$$\text{slope} = \frac{(-4,02 - (-2,38))}{(0,0015 - 0)}$$

$$\text{slope} = -1093,33$$

Berdasarkan persamaan (7), slope yang diperoleh merupakan nilai dari $-E_A/R$ dimana nilai R sebesar $8,314 \text{ J/mol.K}$. Dari data - data tersebut maka didapat nilai E_A yang mana merupakan energi aktivasi sebagai berikut :

$$\text{slope} = -\frac{E_A}{R}$$

$$-1093,33 = -\frac{E_A}{8,314}$$

$$E_A = (-1093,33) \times (-8,314)$$

$$E_A = 9089,973 \text{ Joule}$$

Selain itu dari grafik hubungan antara $\ln k$ dan $1/T$ di atas, juga didapatkan intersep sebesar $-2,38$. Berdasarkan persamaan (7), intersep yang diperoleh merupakan nilai dari $\ln k_0$ sehingga k_0 dapat dihitung sebagai berikut :

$$\text{intersep} = \ln k_0$$

$$-2,38 = \ln k_0$$

$$k_0 = e^{-2,38}$$

$$k_0 = 0,09255$$

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap RACHMAD RAMADHAN YOGASWARA, lahir pada 22 April 1989 di Surabaya. Penulis merupakan putra pertama dari dua bersaudara dari pasangan Agus Slamet dan Yuyun Kuswardani. Penulis mulai mendapatkan pendidikan formal di SDN Penjaringan Sari II Surabaya kemudian dilanjutkan di SMPN 12 Surabaya dan SMAN 16 Surabaya. Pada tahun 2007, penulis diterima melalui jalur SPMB di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya untuk menempuh pendidikan pada jenjang Strata 1.

Di kampus perjuangan ini, penulis aktif di berbagai organisasi diantaranya Lembaga Dakwah Jurusan Teknik Kimia, Kajian Islam Nurul Ilmi (KINI) serta Himpunan Mahasiswa Islam (HMI) Sepuluh Nopember. Penulis pernah melaksanakan kerja praktek di Pabrik Gula (PG) Candi Baru selama 2 bulan pada tahun 2010. Pada akhir masa studi S1, penulis menyelesaikan tugas akhirnya di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia di bawah bimbingan Bapak Prof. Achmad Roesyadi, DEA. Penulis berhasil menyelesaikan tugas Pra Desain Pabrik Pemurnian Garam serta penelitian dengan tema energi alternatif dan rekayasa katalis heterogen pada tahun 2011.

Setelah selama 2 tahun menjadi *process engineer* di PT. Adhi Karya (Persero), Tbk. dan menangani beberapa *project*, 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 2015 setelah menyelesaikan tesis 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 ramadhan.rachmad@yahoo.co.id atau melalui seluler di 085856147375.