



TESIS - TK 142541

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT  
MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN BERBASIS  
HYDROTALSIT DALAM REAKTOR *FIXED BED***

TANTRI KUSUMA WARDANI  
NRP. 2314 201 023

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  
2016



TESIS - TK 142541

**TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING  
HETEROGENEOUS CATALYST BASED ON  
HYDROTALCITE IN FIXED BED**

TANTRI KUSUMA WARDANI  
NRP. 2314 201 023

SUPERVISOR  
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

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

## LEMBAR PENGESAHAN

### TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN BERBASIS HYDROTALSIT DALAM REAKTOR FIX BED

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Teknik (M.T.)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :

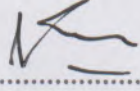
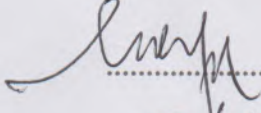
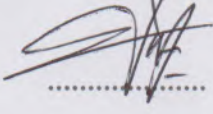
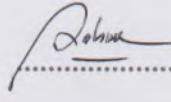
Tantri Kusuma Wardani

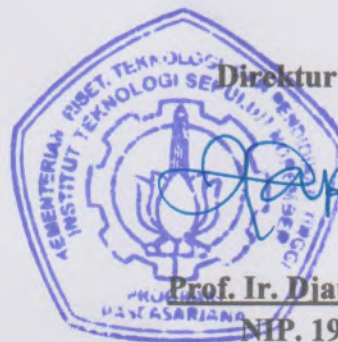
NRP. 2314 201 023

Tanggal Ujian : 14 Juli 2016

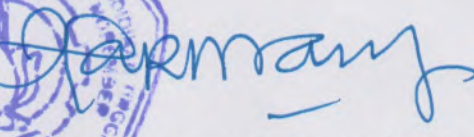
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh :

- |   |              |   |
|---|--------------|---|
| 1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA<br>NIP. 1950 04 28 1979 03 1002 | (Pembimbing) |   |
| 2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA<br>NIP. 1961 08 02 1986 01 1001          | (Penguji)    |  |
| 3. Dr. Ir. Susianto, DEA<br>NIP. 1962 08 20 1989 03 1004              | (Penguji)    |  |
| 4. Dr. Yeni Rahmawati, ST. MT<br>NIP. 1976 10 20 2005 01 2001         | (Penguji)    |  |



Direktur Program Pascasarjana,

  
Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D

NIP. 1960 12 02 1987 01 1001

# TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN BERBASIS HYDROTALSIT DALAM REAKTOR *FIXED BED*

Nama : Tantri Kusuma Wardani  
NRP : 2314201023  
Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

## ABSTRAK

Tujuan umum penelitian ini adalah mempelajari kerja katalis hasil rekayasa (Na-K/Mg-Al hydrotalsit) pada pembuatan biodiesel dengan proses transesterifikasi dalam reaktor *batch* dan kontinyu (*fixed bed*). Percobaan dilakukan dalam 3 tahap yaitu: sintesa katalis, seleksi katalis dalam reaktor *batch*, proses transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed* serta mencari model kinetika reaksi. Preparasi katalis dilakukan dengan metode kopresipitasi dan impregnasi kemudian diikuti kalsinasi pada temperatur 250, 350, 450, 550 dan 650 °C selama 6 jam. Katalis dikarakterisasi dengan metode *X-ray Diffraction (XRD)* dan *Brunauer Emmet Teller (BET)*.

Seleksi katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit dilakukan melalui transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch* pada suhu 65 °C selama 5 jam. Katalis yang terbaik akan digunakan untuk transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *fixed bed*. Transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed* dilakukan dengan ratio minyak/metanol (1:10, 1:12, 1:24), suhu operasi (150, 175, 200, 225, 250 °C) dan laju alir umpan (3, 6, 9, 12 ml/menit). Produk biodiesel yang terbentuk dianalisa dengan metode GC (*Gas Chromatography*).

Luas permukaan dari MgAl-Hydrotalsit tertinggi didapat saat dikalsinasi pada suhu 650 °C, yakni sebesar 156,252 m<sup>2</sup>/gr. Katalis yang dapat memberikan aktivitas katalitik terbaik pada reaksi transesterifikasi dalam reaktor *batch*, yakni katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dengan % loading Na-K sebesar 10%. Katalis tersebut dapat menghasilkan konversi reaksi sebesar 93,65%.

Katalis yang memberikan aktivitas katalitik terbaik, kemudian dipakai untuk proses transesterifikasi pada reaktor *fixed bed*. Perbandingan molar minyak-metanol, laju alir umpan ke dalam reaktor serta suhu operasi reaktor sangat berpengaruh terhadap konversi reaksi. Konversi reaksi terbaik diperoleh pada perbandingan molar minyak/metanol 1 : 24, laju alir umpan 3 ml/menit dan suhu reaksi 225°C, yakni sebesar 67,21 %.

Persamaan kinetika reaksi untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit pada reaktor *fixed bed* dapat dirumuskan sebagai  $-r_{TG} = 0,02926e^{-4496.21/8,314T} \cdot C_{TG}$

Kata kunci : Biodiesel, Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit, Reaktor *Fixed Bed*, Transesterifikasi

# TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL USING HETEROGENEOUS CATALYST BASED ON HYDROTALCITE IN FIXED BED REACTOR

Name : Tantri Kusuma Wardani  
NRP : 2314201023  
Supervisor : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

## ABSTRACT

The general objective of this research is studying the performance of the modified catalyst (using Na-K/MgAl-Hydrotalcite) in the production of biodiesel by transesterification process in batch and continuous reactors (fixed bed). Experiment is performed in three steps: synthesis of the catalyst, the catalyst selection in a batch reactor, the transesterification in a fixed bed reactor and calculate the reaction kinetics model. Catalyst preparation is carried out by co-precipitation and impregnation methods and then calcination at 250, 350, 450, 550, 650 °C for 6 hours. Catalyst is characterized by X-ray Diffraction and Brunauer Emmet Teller (BET) methods.

The selection of using Na-K/MgAl-Hydrotalcite is carried out by transesterification of palm oil in batch reactor at 65 °C over 5 hours. The best catalyst, will be used for transesterification of palm oil in fixed bed reactor. Transesterification in fixed bed reactor is carried out at several ratio mole oil/metanol (1:10, 1:12, 1:24), operating temperatures (150, 175, 200, 225, 250 °C) and feed flow rates (3, 6, 9, 12 ml/minute). Biodiesel product that formed will be analyzed using GC (*Gas Chromatography*) method.

The highest surface area of MgAl-Hydrotalcite that obtained is 156,252 m<sup>2</sup>/gr when it calcined at 650 °C. using Na-K/MgAl-Hydrotalcite catalyst that was prepared using 10% Na-K can give the best catalytic activity at transesterification in batch reactor. That catalyst can obtain conversion of reaction until 93,65%

Catalyst that can give the best catalytic activity, then used for transesterification process in fixed bed reactor. Rasio mole oil/metanol, feed flow rate into reactor and operation temperature of reactor are very influence towards conversion of reaction. The highest conversion of reaction is obtained with ratio mole oil/metanol 1 : 24, feed flow rate 3 ml/mins and reaction temperature 225°C, that is 67,21%.

Kinetics equation for transesterification of palm oil using Na-K/MgAl-Hydrotalcite as catalyst in fixed bed reactor is well-defined by  $-r_{TG} = 0,02926e^{-4496,21/8,314T} \cdot C_{TG}$

Key Word : Biodiesel, Fixed Bed Reactor, Na-K/Mg-Al Hydrotalcite Catalyst, Transesterification

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PENGESAHAN	
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT.....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	5
1.3 Batasan Masalah / ruang lingkup.....	5
1.4 Tujuan Penelitian.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	
2.1 Transesterifikasi.....	7
2.1.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi...	9
2.1.2 Reaktor Batch dan Reaktor Kontinyu pada Proses Transesterifikasi.....	10
2.2 Bahan Baku.....	14
2.2.1 Minyak Kelapa Sawit.....	14
2.2.1.1 Trigiliserida pada Minyak Kelapa Sawit .....	20
2.2.1.2 Asam Lemak Bebas .....	20
2.2.2 Metanol.....	21
2.3 Katalis.....	22
2.3.1 Hydrotalsit.....	25
2.4 Produk.....	29
2.4.1 <i>Fatty Acid Metil Ester</i> (Biodiesel).....	29
2.4.2 Gliserol.....	32

	2.5	Penelitian Terdahulu.....	33
BAB	3	METODOLOGI PENELITIAN	
	3.1	Bahan yang Digunakan.....	35
	3.2	Peralatan yang Digunakan.....	36
	3.3	Gambar Peralatan.....	36
	3.4	Variabel Penelitian.....	41
	3.4.1	Variabel Tetap.....	41
	3.4.2	Variabel Berubah.....	42
	3.5	Prosedur Penelitian.....	42
	3.5.1	Sintesa Katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit.....	42
	3.5.1.1	Preparasi katalis Mg-Al hydrotalsit.....	42
	3.5.1.2	Impregnasi Na dan K ke dalam Support Mg-Al Hydrotalsit Terkalsinasi.....	43
	3.5.2	Seleksi Katalis pada Reaktor <i>Batch</i> .....	44
	3.5.3	Transesterifikasi pada Reaktor <i>Fixed Bed Continue</i> .....	44
	3.6	Diagram Alir Percobaan.....	45
	3.7	Analisa Data.....	47
BAB	4	HASIL DAN PEMBAHASAN	
	4.1	MgAl-Hydrotalsit.....	49
	4.2	Na-K/MgAl-Hydrotalsit.....	53
	4.3	Karakteristik Bahan Baku Minyak Kelapa Sawit.....	56
	4.4	Seleksi Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Batch</i> ...	57
	4.5	Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Fixed Bed</i> dengan Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit.....	59
	4.6	Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	69
BAB	5	KESIMPULAN	
		DAFTAR PUSTAKA.....	x
		APPENDIKS	

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi Minyak Sawit.....	15
Tabel 2.2	Sifat Fisik Minyak Sawit.....	16
Tabel 2.3	Kadar Asam Lemak dalam Minyak Sawit.....	16
Tabel 2.4	Produktivitas Kelapa Sawit Indonesia.....	19
Tabel 2.5	Komposisi Trigliserida dalam Minyak Kelapa Sawit.....	20
Tabel 2.6	Kandungan Asam Lemak Bebas dari Berbagai Minyak Kelapa Sawit.....	21
Tabel 2.7	Sifat – sifat Fisik dan Kimia Metanol Murni.....	22
Tabel 2.8	Perbandingan Penggunaan Katalis Heterogen dan Homogen.	24
Tabel 2.9	Perbandingan Standar untuk Diesel dan Biodiesel berdasarkan ASTM.....	30
Tabel 2.10	Standar Biodiesel menurut SNI 04-7182-2006.....	31
Tabel 2.11	Beberapa Sumber Minyak Nabati sebagai Bahan Baku Biodiesel.....	32
Tabel 2.12	Penelitian Terdahulu.....	33
Tabel 4.1	Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Luas Permukaan MgAl- Hydrotalsit.....	52
Tabel 4.2	Pengaruh % Loading Na-K terhadap Luas Permukaan MgAl-Hydrotalsit.....	54
Tabel 4.3	Komposisi minyak kelapa sawit dari analisa GC/MS.....	57
Tabel 4.4	Persamaan Kinetika Reaksi Transesterifikasi untuk Berbagai Suhu Reaksi.....	72



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Proyeksi Konsumsi Solar/Diesel dan Biodiesel untuk Transportasi.....	3
Gambar 2.1	Reaksi Transesterifikasi.....	8
Gambar 2.2	Reaktor <i>Fluidized Bed</i> .....	12
Gambar 2.3	Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	12
Gambar 2.4	Elemen Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	13
Gambar 2.5	Penampang Buah Kelapa Sawit.....	15
Gambar 2.6	Tren Perubahan Luas Areal Kelapa Sawit Indonesia .....	17
Gambar 2.7	Total Produksi Kelapa Sawit Indonesia.....	18
Gambar 2.8	Reaksi Pembentukan Trigliserida.....	20
Gambar 2.9	Skema struktur <i>hydrotalcite</i> yang merupakan lembaran berlapis.....	26
Gambar 3.1	Peralatan Sintesa Mg-Al Hydrotalsit.....	37
Gambar 3.2	Peralatan Kalsinasi Katalis.....	38
Gambar 3.3	Rangkaian Reaktor <i>Batch</i> .....	39
Gambar 3.4	Rangkaian Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	41
Gambar 3.5	Diagram Alir Preparasi Katalis Mg-Al Hydrotalsit.....	45
Gambar 3.6	Diagram Alir Impregnasi Na dan K kedalam Support Mg-Al Hydrotalsit.....	46
Gambar 3.7	Diagram Alir Percobaan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Batch</i> .....	46
Gambar 3.8	Diagram Alir Percobaan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	47
Gambar 4.1	Difraktogram MgAl-Hydrotalsit yang telah disintesa.....	51
Gambar 4.2	Pola <i>X-ray Diffraction</i> untuk Hydrotalsit Terkalsinasi.....	55
Gambar 4.3	Pola <i>X-ray Diffraction</i> untuk Hydrotalsit Terkalsinasi dengan 10 % Loading Na-K.....	55
Gambar 4.4	Kromatogram minyak kelapa sawit .....	56

Gambar 4.5	Diagram Pengaruh % Loading Na-K terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit.....	59
Gambar 4.6	Pengaruh Laju Alir Umpan terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Suhu dan Rasio Mol Minyak Metanol (a), (b), (c).....	62
Gambar 4.7	Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Laju Alir dan Rasio Mol Minyak Metanol (a), (b), (c).....	65
Gambar 4.8	Gambar 4.8. Pengaruh Rasio Molar Minyak – Metanol terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Suhu dan Laju Alir (a), (b), (c), (d).....	68
Gambar 4.9	Hubungan antara $-\ln(1 - XTG)$ vs $\tau$ untuk Orde Reaksi Satu pada Reaktor <i>Fixed Bed</i> .....	71
Gambar 4.10	Plot $\ln k$ vs $1/T$ .....	73

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Indonesia merupakan salah satu negara dengan konsumsi energi yang tinggi, dimana pada periode 2000-2012 kebutuhan akan energi meningkat sebesar 2,9% per tahun. Jenis energi yang paling banyak digunakan adalah bahan bakar. Bahan bakar paling banyak digunakan pada sektor transportasi dan industri. (Permana dkk, 2013)

Pertumbuhan kebutuhan energi bahan bakar diperkirakan akan semakin meningkat seiring semakin meningkatnya populasi dan semakin berkembangnya teknologi. Sedangkan cadangan sumber daya minyak bumi yang berasal dari fosil semakin menipis karena sifatnya yang tidak dapat diperbaharui. Bahan bakar fosil merupakan sumber daya tak terbarukan karena proses pembentukannya memerlukan waktu jutaan tahun, sedangkan cadangan di alam habis jauh lebih cepat daripada proses pembentukannya.

Konsumsi BBM yang cukup tinggi ini menjadi masalah bagi Indonesia. Sebagai sumber energi tak terbarukan, cadangan BBM Indonesia sangat terbatas. Menurut data Kementerian ESDM 2009, Indonesia hanya memiliki cadangan minyak 3,7 miliar barel atau 0,3% dari cadangan minyak dunia. Cadangan minyak bumi di Indonesia diperkirakan berumur tidak lebih dari 25 tahun. Apabila hal ini tidak diatasi dengan pengadaan dan penemuan cadangan baru, maka cadangan minyak tersebut hanya akan memenuhi kebutuhan minyak bumi untuk 18 tahun mendatang. Artinya, Indonesia dapat diprediksi menjadi negara pengimpor energi yang cukup besar.

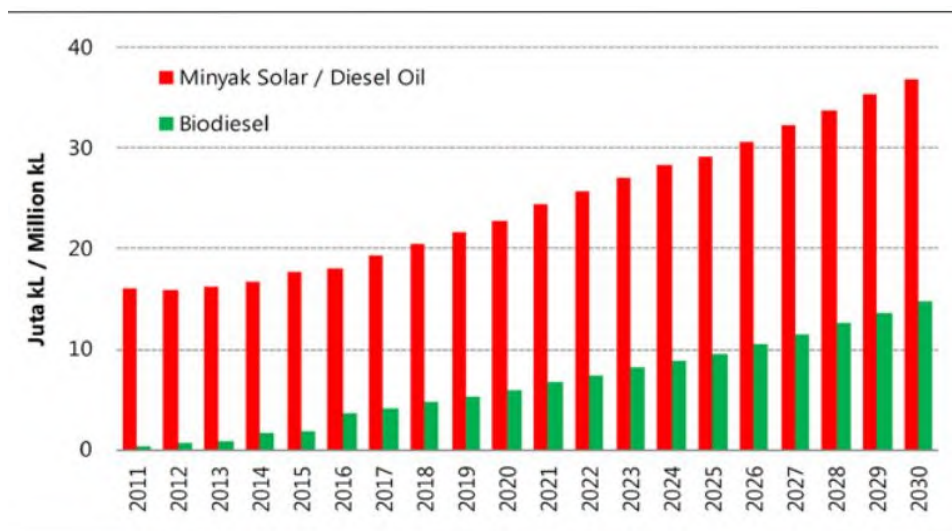
Selain kelangkaannya, menurut Jon Van Gerpen (2005), bahan bakar fosil juga memiliki permasalahan lain. Hasil pembakaran dari bahan bakar fosil cenderung tidak ramah lingkungan. Gas-gas hasil pembakaran bahan bakar fosil khususnya minyak bumi terdiri dari :

1. Karbon monoksida (CO) yang tidak berwarna, tidak berbau, tidak berasa, dan tidak merangsang. Gas CO berbahaya karena dengan hemoglobin dapat membentuk senyawa HbCO yang merupakan racun bagi darah.
2. Gas CO<sub>2</sub> yang merupakan hasil pembakaran sempurna bahan bakar minyak bumi maupun batu bara. Peningkatan kadar CO<sub>2</sub> di udara menyebabkan sinar inframerah dari matahari diserap oleh bumi dan benda-benda di sekitarnya. Kelebihan sinar inframerah ini tidak dapat kembali ke atmosfer karena terhalang oleh lapisan CO<sub>2</sub> yang ada di atmosfer. Hal ini menyebabkan suhu di bumi, baik siang maupun malam hari tidak menunjukkan perbedaan yang berarti atau bahkan dapat dikatakan sama atau dikenal sebagai efek rumah kaca atau *green house effect*.
3. Gas belerang dioksida (SO<sub>2</sub>) mempunyai sifat tidak berwarna, tetapi berbau sangat menyengat dan dapat menyesak napas meskipun dalam kadar rendah. Gas ini dihasilkan dari oksidasi atau pembakaran belerang yang terlarut dalam bahan bakar minyak bumi serta dari pembakaran belerang yang terkandung dalam bijih logam yang diproses pada industri pertambangan. Pengaruh kadar oksida belerang memang tidak secara langsung dirasakan oleh manusia, akan tetapi menyebabkan terjadinya hujan asam. Hujan yang banyak mengandung asam sulfat ini memiliki pH < 5, sehingga menyebabkan sangat korosif terhadap logam dan berbahaya bagi kesehatan. Oksida belerang baik SO<sub>2</sub> maupun SO<sub>3</sub> yang terserap ke dalam pernapasan dan masuk ke paru-paru juga akan membentuk asam sulfat dan asam sulfat yang sangat berbahaya bagi kesehatan pernapasan, khususnya paru-paru.
4. Gas nitrogen monoksida memiliki sifat tidak berwarna, yang pada konsentrasi tinggi juga dapat menimbulkan keracunan. Di samping itu, gas oksida nitrogen juga dapat menjadi penyebab hujan asam. Keberadaan gas nitrogen monoksida di udara disebabkan karena gas nitrogen ikut terbakar bersama dengan oksigen, yang terjadi pada suhu tinggi. Pada saat kontak dengan udara, maka gas NO akan membentuk gas NO<sub>2</sub>. Gas NO<sub>2</sub> merupakan gas beracun, berwarna merah cokelat, dan berbau seperti asam nitrat yang sangat menyengat dan merangsang. Keberadaan gas NO<sub>2</sub> lebih

dari 1 ppm dapat menyebabkan terbentuknya zat yang bersifat karsinogen atau penyebab terjadinya kanker. Jika menghirup gas NO<sub>2</sub> dalam kadar 20 ppm akan dapat menyebabkan kematian.

Karena berbagai kekurangan dari bahan bakar fosil tersebut, perlu adanya alternatif bahan bakar yang dapat diperbaharui (*renewable*), lebih ramah lingkungan dan dapat memberikan solusi terhadap meningkatnya kebutuhan akan sumber energi.

Diantara berbagai produk minyak bumi, bahan-bakar diesel termasuk yang paling banyak digunakan, sekitar 43,4% dari total pemakaian jenis BBM, dengan pemakaian yang cukup luas untuk berbagai peralatan pertanian, transportasi dan industri. Menurut Outlook Energi Indonesia 2013 yang diterbitkan *Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi* (BPPT), proyeksi konsumsi solar/diesel dan biodiesel untuk transportasi di Indonesia pada tahun 2011-2030 dapat dilihat pada gambar 1.1.



Gambar 1.1 Proyeksi Konsumsi Solar/Diesel dan Biodiesel untuk Transportasi (Permana dkk, 2013)

Salah satu alternatif sumber energi sebagai produk untuk menggantikan petroleum diesel dari sumber minyak nabati adalah *Fatty Acid Metil Ester* (biodiesel). Minyak nabati yang berpotensi sebagai bahan baku pembuatan

biodiesel di Indonesia adalah minyak kelapa sawit karena Indonesia merupakan penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia. Sekjen Asosiasi Petani Kelapa Sawit Indonesia (Apkasindo), Asmar Arsyad mengatakan bahwa total produksi CPO berjumlah 28 juta ton pada tahun 2012, dengan nilai ekspor 21,3 juta ton sedangkan kebutuhan domestik hanya 10 juta ton. Akibat tidak seimbangnya produksi minyak sawit terhadap keterbatasan pengolahan minyak sawit dalam negeri, membuat minyak sawit diekspor dalam kondisi mentah. Peluang pemanfaatan kelapa sawit sebagai bahan baku untuk pembuatan biodiesel di Indonesia tidak perlu dikhawatirkan akan terjadi persaingan dengan bahan pangan.

Biodiesel mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan minyak solar dari minyak bumi. Keunggulan utamanya adalah emisi pembakarannya yang ramah lingkungan karena mudah diserap kembali oleh tumbuhan dan tidak mengandung SOx. Biodiesel dapat dibuat baik secara *batch* ataupun kontinyu, melalui reaksi transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewani yang mengandung trigliserida yang kemudian direaksikan dengan alkohol. Apabila alkohol yang digunakan adalah metanol, maka reaksinya disebut juga metanolisis. Reaksi metanolisis adalah pengkonversian trigliserida yang terkandung dalam minyak menjadi Fatty Acid Methyl Ester (FAME) dan produk samping berupa gliserol.

Reaksi transesterifikasi berlangsung lambat sehingga diperlukan katalis untuk mempercepat reaksi. Katalis yang sering digunakan dalam produksi biodiesel adalah katalis homogen (KOH, NaOH). Namun, penggunaan katalis tersebut memiliki kelemahan, yaitu pemisahan katalis dari produknya cukup rumit. Sisa katalis homogen tersebut dapat mengganggu pengolahan lanjut biodiesel yang dihasilkan (Herman, 2006). Selain itu, katalis homogen tersebut dapat bereaksi dengan asam lemak bebas membentuk sabun sehingga akan mempersulit pemurnian, menurunkan yield biodiesel serta memperbanyak konsumsi katalis dalam reaksi metanolisis (Gozan dkk, 2007).

Untuk mengatasi kelemahan dari katalis homogen, mulai dikembangkan penggunaan katalis heterogen (padat), yaitu katalis yang berbeda fasa dengan reaktan dan produknya untuk memudahkan proses pemisahannya. Katalis heterogen yang pernah diteliti diantaranya ZnO, TiO<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>, dan lain sebagainya (Reddy dkk, 2004). Namun katalis heterogen yang telah disebutkan

tersebut merupakan katalis dengan harga cukup mahal sehingga penelitian ini mencoba mencari alternatif katalis lain yang berharga lebih murah namun dapat menghasilkan produk dengan yield tinggi. Beberapa studi menunjukkan bahwa katalis hydrotalsit terkalsinasi memiliki aktivitas moderat dalam reaksi transesterifikasi (Cantrell dkk, 2005; Xie dkk, 2006), dengan demikian dalam penelitian ini dicoba menggunakan katalis heterogen berbasis hydrotalsit dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.

## 1.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimana cara pembuatan katalis padat untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit?
2. Bagaimana cara mendapatkan luas permukaan Mg-Al Hydrotalsit yang terbesar yang akan digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit?
3. Bagaimana pengaruh % loading Na-K pada Mg-Al Hydrotalsit terhadap konversi yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit pada reaktor *batch*?
4. Bagaimana pengaruh mol ratio minyak : metanol, laju alir umpan dan suhu reaksi terhadap konversi yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit pada reaktor *fixed bed*?
5. Bagaimana model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit pada reaktor *fixed bed*?

## 1.3 Batasan Masalah / Ruang Lingkup

Pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit dalam reaktor *fixed bed* ini dilakukan dengan beberapa batasan :

1. Bahan baku pembuatan biodiesel yang digunakan adalah minyak kelapa sawit yang telah mengalami proses RDB (*Refined, Bleached, and Deodorized*).
2. Proses transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol menggunakan katalis padat Na-K/Mg-Al hydrotalsit.

3. Proses Transesterifikasi minyak kelapa sawit dilakukan dalam reaktor *fixed bed continue*.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan :

1. Memahami proses preparasi katalis padat Mg-Al Hydrotalsit untuk mendapatkan luas permukaan yang terbesar dan sesuai dengan standar hydrotalsit yang akan digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.
2. Mendapatkan % loading Na-K terbaik pada Mg-Al hydrotalsit dari variabel percobaan untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit RBD dengan metanol dalam reaktor *batch*.
3. Memahami pengaruh mol ratio minyak : metanol, laju alir umpan dan suhu reaksi terhadap konversi biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol dalam reaktor *fixed bed*.
4. Mencari model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel menggunakan katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit dalam reaktor *fixed bed*.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat Penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan bahan bakar terbarukan berupa biodiesel yang ramah lingkungan.
2. Memberikan nilai tambah dalam pemanfaatan minyak nabati, khususnya minyak kelapa sawit.
3. Mengetahui kondisi proses yang optimum (teknologi, bahan, katalis) pada pembuatan biodiesel dengan proses transesterifikasi minyak kelapa sawit.
4. Didapatkan model kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel dengan menggunakan katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit pada reaktor *fixed bed*.



## **BAB 2**

### **KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI**

Biodiesel adalah bahan bakar yang biasa digunakan sebagai alternatif pengganti minyak diesel dan diproduksi dari minyak nabati atau lemak hewan. Biodiesel memiliki persamaan sifat fisis dan sifat kimia dengan petroleum diesel (solar) sehingga biodiesel dapat juga dijadikan salah satu campuran solar yang digunakan untuk bahan bakar mesin-mesin diesel. Bahan baku pembuatan biodiesel dari minyak nabati telah banyak digunakan dan salah satunya adalah minyak kelapa sawit yang jumlahnya berlimpah di Indonesia.

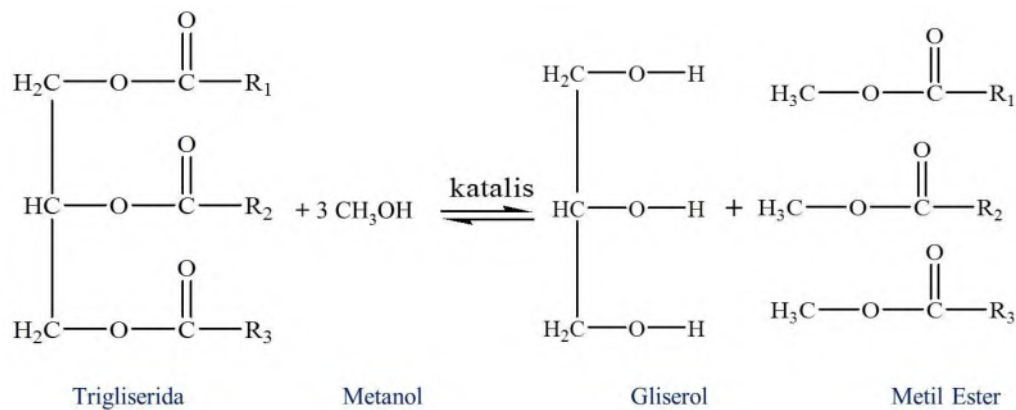
Proses produksi biodiesel dilakukan melalui suatu reaksi yang disebut reaksi esterifikasi asam lemak bebas dan atau reaksi transesterifikasi trigliserida dengan alkohol dengan bantuan katalis asam atau basa.

Dari beberapa metode pembuatan biodiesel dari minyak nabati, metode transesterifikasi adalah metode yang sering digunakan karena relatif sederhana tanpa membutuhkan peralatan yang rumit dan juga bahan – bahan yang diperlukan dapat diperoleh dengan mudah.

#### **2.1 Transesterifikasi**

Transesterifikasi (biasa disebut dengan alkoholisis) adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Diantara alkohol-alkohol monohidrik yang menjadi kandidat sumber atau pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling umum digunakan karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Reaksi transesterifikasi terjadi karena alkohol pada gliserida mengalami substitusi dengan alkohol monohidrit (metanol) sehingga terbentuk metil ester dan gliserol (Hasahatan dkk, 2012).

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida dengan metanol membentuk metil ester asam lemak (FAME) dan gliserol sebagai produk samping. Persamaan umum reaksi transesterifikasi ditunjukkan seperti gambar 2.1 :



Gambar 2.1 Reaksi Transesterifikasi (Rustamaji dkk, 2010)

Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah metil ester asam lemak. Terdapat beberapa cara agar kesetimbangan lebih kearah produk, salah satunya dengan menambahkan metanol berlebih ke dalam reaksi. Kadar alkohol dalam proses transesterifikasi juga penting untuk memutuskan gliserin dengan asam lemak.

Transesterifikasi juga menggunakan katalis dalam reaksinya. Tanpa adanya katalis, reaksi yang terjadi akan berjalan lambat. Katalis yang digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa. Reaksi transesterifikasi dengan katalis alkali (basa) lebih cepat dan lebih sering digunakan secara komersil dibandingkan dengan katalis asam. Katalis asam jarang digunakan karena membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama dan suhu tinggi. Umumnya, katalis basa yang biasa digunakan adalah NaOH dan KOH, dimana katalis ini memiliki fase yang sama dengan bahan baku dan produknya (katalis homogen). Akan tetapi, produksi biodiesel dengan menggunakan katalis homogen tidak kompetitif dengan petroleum diesel dikarenakan sulitnya proses

pemisahannya sehingga biayanya cukup mahal. Dengan demikian, dikembangkan katalis heterogen untuk mengatasi segala kekurangan dari katalis homogen tersebut.

Pada dasarnya, proses transesterifikasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan gliserin dalam minyak nabati karena jika dipanaskan, gliserin akan membentuk senyawa plastis yang agak padat dan proses ini bertujuan juga untuk menurunkan viskositas minyak nabati.

### **2.1.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi**

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

#### **a. Pengaruh air dan asam lemak bebas**

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Banyak peneliti yang menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 0.5% ( $<0.5\%$ ). Hal ini dikarenakan, asam lemak bebas dan katalis basa akan bereaksi membentuk sabun. Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang. Katalis harus terhindar dari kontak dengan udara agar tidak mengalami reaksi dengan uap air dan karbon dioksida.

#### **b. Pengaruh perbandingan molar minyak dan alkohol**

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

#### **c. Pengaruh jenis alkohol**

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

#### **d. Pengaruh jenis katalis**

Faktor yang paling berpengaruh terhadap reaksi transesterifikasi adalah tipe dari katalis. Alkali katalis (katalis basa) akan mempercepat reaksi transesterifikasi bila dibandingkan dengan katalis asam. Katalis basa yang paling banyak digunakan secara konvensional untuk reaksi transesterifikasi adalah natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), natrium metoksida (NaOCH<sub>3</sub>), dan kalium metoksida (KOCH<sub>3</sub>). Hal ini dikarenakan katalis tersebut lebih efisien dan tidak korosif jika dibandingkan dengan katalis asam.

e. Pengaruh temperature dan lama reaksi

Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada temperatur 30 - 65° C (titik didih metanol sekitar 65°C). Semakin tinggi temperatur, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat. Temperatur yang rendah akan menghasilkan konversi yang tinggi namun dengan waktu reaksi yang lebih lama.

### **2.1.2 Reaktor Batch dan Reaktor Kontinyu pada Proses Transesterifikasi**

Proses reaksi transesterifikasi minyak nabati menjadi FAME biasanya dilakukan secara *batch* dan kontinyu. Secara umum perbandingan antara proses transesterifikasi pada reaktor *batch* dan reaktor kontinyu akan dijelaskan sebagai berikut :

#### **2.1.2.1 Proses Transesterifikasi pada Reaktor Batch**

Didalam reaktor *batch*, reaktan dan katalis baik homogen maupun heterogen dimasukkan ke dalam sebuah tangki yang dilengkapi dengan pengaduk, dibiarkan dalam satu periode tertentu sehingga terjadi reaksi yang dikehendaki, kemudian hasil-hasil yang didapat dikeluarkan. Saat terjadinya reaksi, tidak ada reaktan yang masuk dan produk yang keluar. Setelah itu, produk dipisah dari produk samping dan dicuci. Reaktor batch biasanya digunakan untuk reaksi fase cair dengan kapasitas produksi yang kecil (Nima, 2014).

Keuntungan :

- Lebih murah dibanding reaktor alir
- Lebih mudah pengoperasiannya

- Lebih mudah dikontrol

Kerugian :

- Tidak begitu baik untuk reaksi fase gas (mudah terjadi kebocoran pada lubang pengaduk).
- Waktu yang dibutuhkan lama, tidak produktif (untuk pengisian, pemanasan zat pereaksi, pendinginan zat hasil, pembersihan reaktor, waktu reaksi).

### 2.1.2.2 Proses Transesterifikasi pada Reaktor Kontinyu

#### 1. Reaktor *Fluidized Bed*

*Fluidized Bed Reaktor* adalah jenis reaktor kimia yang dapat digunakan untuk mereaksikan bahan dalam berbagai fasa. Reaktor jenis ini menggunakan fluida (cairan atau gas) yang dialirkan melalui katalis padatan (biasanya berbentuk butiran-butiran kecil) dengan kecepatan yang cukup sehingga katalis akan melayang-layang sedemikian rupa dan akhirnya katalis tersebut dapat dianalogikan sebagai fluida juga. Proses ini, dinamakan fluidisasi. (Fitria dkk, 2014)

Reaktor *fluidized bed* mempunyai kemampuan dengan proses volume liquid yang lebih besar. Keseragaman partikel yang teraduk, gradient temperatur dan kemampuan untuk mengoperasikan reaktor secara kontinyu. *Fluidized bed* memiliki keuntungan untuk proses material dan digunakan dalam aplikasi industri yang penting. Reaktor *fluidized bed* mempunyai kemampuan dengan proses volume liquid yang lebih besar.

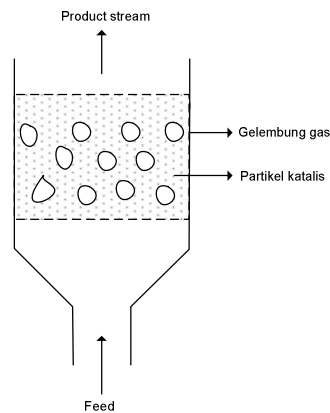
Kelebihan:

- reaktor mempunyai kemampuan untuk memproses fluida dalam jumlah yang besar
- pengendalian temperatur lebih baik
- pencampuran (mixing) yang bagus untuk katalis dan reaktan

Kelemahan:

- Rancang-Bangun kompleks sehingga biaya mahal
- Partikel yang bergerak mengalami keausan sehingga menyebabkan ukuran partikel semakin mengecil. (Goblin, 2013)

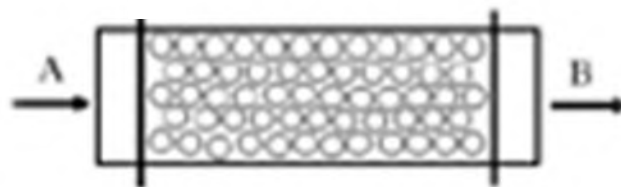
Perbedaan dengan *Fixed bed*, yaitu pada *Fluidized bed* jumlah katalis lebih sedikit dan katalis bergerak sesuai kecepatan aliran gas yang masuk serta memberikan luas permukaan yang lebih besar dari PBR (*Packed Bed Reactor*).



Gambar 2.2 Reaktor *Fluidized Bed*

## 2. Reaktor *Fixed Bed*

Pada proses ini katalis berbentuk granular yang diisikan kedalam kolom membentuk *fixed bed* dan reaktan dimasukkan kedalam reaktor secara kontinyu. Selama operasi, gas atau liquid atau keduanya akan melewati tube dan partikel-partikel katalis, sehingga akan terjadi reaksi. *Fixed bed reactor* adalah reaktor yang dalam prosesnya mempunyai prinsip kerja pengontakan langsung antara pereaktan dengan partikel-partikel katalis. Reaktor ini dikatakan ideal jika reaktan dan produk mengalir dengan kecepatan yang sama diseluruh penampang pipa.



Gambar 2.3 Reaktor *Fixed Bed* (Ford dkk, 2012)

Kelebihan:

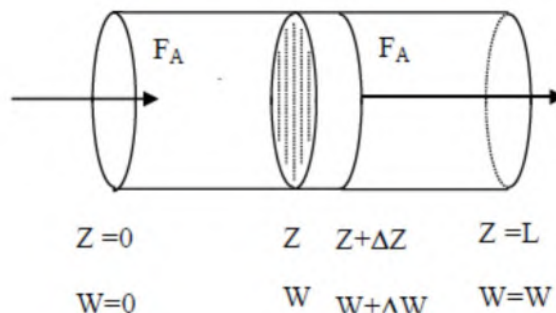
- Dapat digunakan untuk mereaksikan dua macam gas sekaligus
- Kapasitas produksi cukup tinggi
- Pemakaian tidak terbatas pada kondisi reaksi tertentu (eksoterm atau endoterm) sehingga pemakaian lebih fleksibel
- Aliran fluida mendekati plug flow, sehingga dapat diperoleh hasil konversi yang tinggi
- Pressure drop rendah
- Pemasokan katalis per unit volum reaktor besar
- Katalis benar-benar dibasahi
- Kontrol temperature lebih baik
- Keuntungan reaktor ini adalah memberikan volume yang lebih kecil daripada reaktor alir tangki berpengaduk, untuk konversi yang sama.

Kerugian:

- Harga alat dan biaya instalasi tinggi.
- Memerlukan waktu untuk mencapai kondisi steady state.
- Pemindahan katalis sangat sulit dan memerlukan *shut down* alat. (Goblin, 2013)

### Permodelan dalam Reaktor Fixed Bed yang Berisi Katalis

Dalam reaktor plug flow seperti fixed bed reaktor ini, komposisi fluida bervariasi dari titik ke titik sepanjang aliran.



Gambar 2.4 Elemen Reaktor *Fixed Bed* (Asri, 2013)

Persamaan neraca massa untuk untuk reaktan A dengan berat katalis  $\Delta W$  dalam keadaan steady state dapat dituliskan sebagai berikut :

$$input = output + akumulasi \quad (2.1)$$

kemudian dapat dijabarkan menjadi

$$F_{Ao} - F_{Ao}X_{A in} = F_{Ao} - F_{Ao}X_{A out} + (-r'_A)\Delta W \quad (2.2)$$

Dalam bentuk diferensial, persamaan (2.2) menjadi

$$F_{Ao}dX_A = (-r'_A)dW = (-r'''_A)dV_s \quad (2.3)$$

Integrasi persamaan (2.3) untuk keseluruhan volume reaktor, sehingga didapatkan

$$\frac{W}{F_{Ao}} = \int_0^{X_{A out}} \frac{dX_A}{-r'_A} \quad \text{atau} \quad \frac{V_s}{F_{Ao}} = \int_0^{X_{A out}} \frac{dX_A}{-r'''_A} \quad (2.4)$$

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

$$\frac{WC_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau' \quad \left[ \frac{kg.s}{m^3} \right] \quad (2.5)$$

$$\frac{V_s C_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau''' \quad \left[ \frac{m^3.s.s}{m^3} \right] \quad (2.6)$$

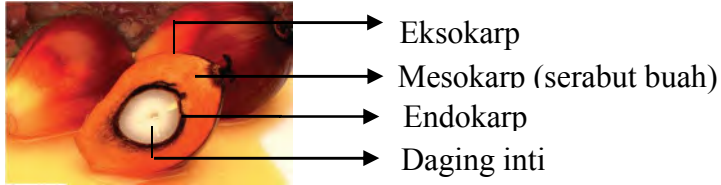
Dimana,  $F_{Ao}$  merupakan laju mole awal,  $C_{Ao}$  komposisi feed,  $W$  berat katalis.

## 2.2 Bahan Baku

### 2.2.1 Minyak Kelapa Sawit

Kelapa sawit adalah tumbuhan industri penting penghasil minyak masak, minyak industri, maupun bahan bakar (biodiesel). Buah sawit dilapisi jaringan kulit tipis dibagian terluar (eksokarp), serabut buah (mesokarp) yang mengandung minyak, cangkang keras (endokarp atau shell) dan kernel (inti sawit) yakni sumber minyak inti dan makanan ternak, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.





Gambar 2.5 Penampang Buah Kelapa Sawit (Zalukhu, 2013)

Mesokarp mengandung kadar minyak rata-rata sebanyak 56%, inti (kernel) mengandung minyak sebesar 44%, dan endokarp tidak mengandung minyak. Minyak kelapa sawit seperti umumnya minyak nabati lainnya adalah merupakan senyawa yang tidak larut dalam air, sedangkan komponen penyusunnya yang utama adalah trigliserida dan nontrigliserida. Dari Tabel 2.1 dapat dilihat komposisi minyak sawit dan Tabel 2.2. sifat fisik minyak sawit.

Tabel 2.1 Komposisi Minyak Sawit

Komposisi Fatty Acid	Komposisi (%)
<b>Jenuh</b>	
<i>Lauric</i>	-
<i>Myristic</i>	1,4
<i>Palmatic C16</i>	40,1
<i>Stearic C8</i>	5,5
<i>Aracidic</i>	-
Lainnya	-
<b>Tak Jenuh</b>	
<i>Palmitoleic</i>	-
<i>Oleic C18</i>	42,7
<i>Linoleic C18</i>	10,3
Linolenic	-

Sumber : Andry, 2008

Tabel 2.2 Sifat Fisik Minyak Sawit

<b>Parameter</b>	<b>Nilai</b>
<i>Melting point</i> , °C	35
Densitas	0,915
Nilai Iodin	54,2
Nilai Saponifikasi	199,1

Sumber : Andry, 2008

Minyak kelapa sawit tersusun dari *fatty acids, esterified*, serta *glycerol* yang masih banyak lemaknya. Minyak kelapa sawit tinggi serta penuh akan *fatty acids*, antara 50% hingga 80% dari masing-masingnya. Minyak kelapa sawit mempunyai 16 nama carbon yang penuh asam lemak *palmitic acid*. Ukuran dari asam lemak dalam minyak kelapa sawit sebagai berikut :

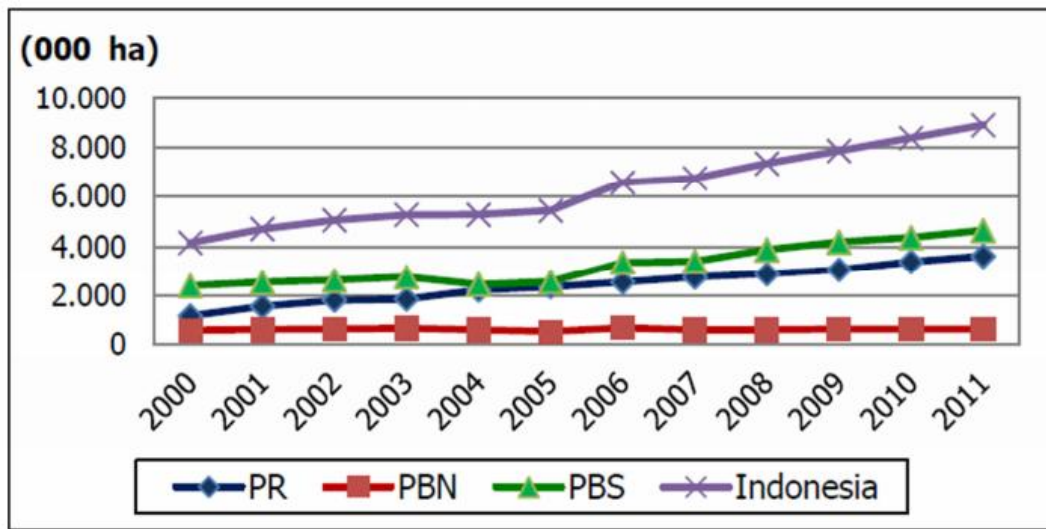
Tabel 2.3 Kadar Asam Lemak dalam Minyak Sawit

<b>Tipe Asam Lemak</b>	<b>Presentase</b>
Palmitic C <sub>16</sub>	44.3%
Stearic C <sub>18</sub>	4.6%
Myristic C <sub>14</sub>	1.0%
Oleic C <sub>18</sub>	38.7%
Linoleic C <sub>18</sub>	10.5%
Lainnya	0.9%

Sumber : Depperin, 2007

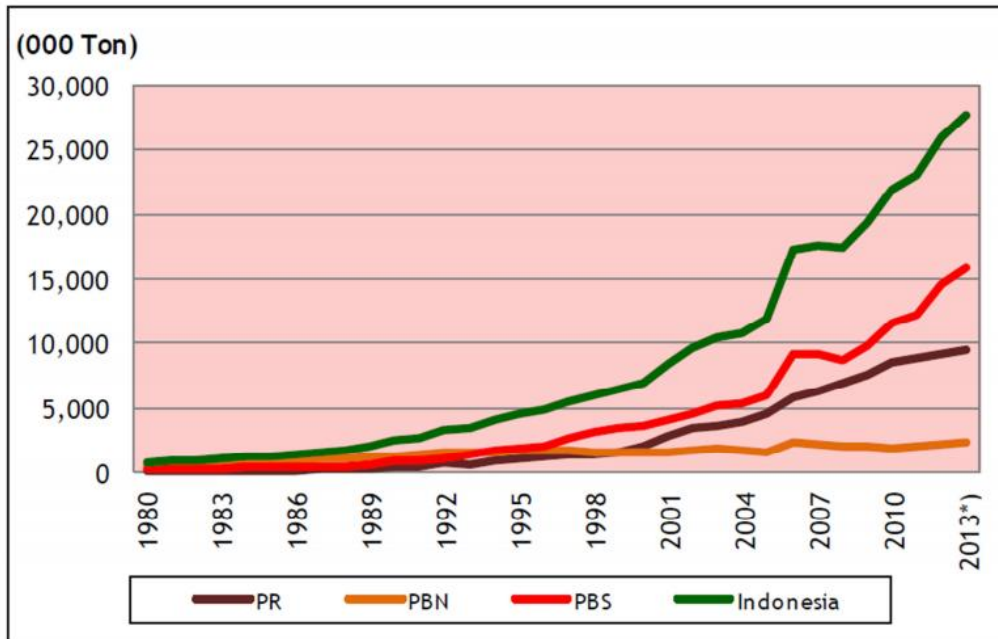
Sebagai negara yang tanahnya subur, Indonesia memiliki potensi yang sangat besar untuk berperan dalam industri kelapa sawit. Terlebih lagi pada 2007 Indonesia tercatat sebagai penghasil dan pengekspor minyak kelapa sawit terbesar di dunia. Keterbatasan pengolahan minyak sawit dalam negeri, membuat minyak sawit diekspor dalam kondisi mentah.

Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian pada tahun 2013 menunjukkan bahwa dalam 30 tahun terakhir sektor kelapa sawit Indonesia mengalami peningkatan yang cukup signifikan baik dalam tiga aspek yaitu luas total lahan yang digunakan, total produksi CPO (Crude Palm Oil), maupun tingkat produktivitas. Pertama, dalam rentang waktu tiga dekade tersebut, lonjakan peningkatan luas lahan kelapa sawit paling pesat baru terjadi sejak satu dekade terakhir, lebih dari dua kali lipat, dari sekitar 4 juta hektar pada tahun 2000 menjadi sekitar 9000 hektar pada tahun 2011 (Gambar 2.6).



Gambar 2.6. Tren Perubahan Luas Areal Kelapa Sawit Indonesia (Sumber : PUSDATIN 2013, hal. 1)

Kedua, selama tiga dekade terakhir tersebut pula, terjadi peningkatan signifikan produksi CPO Indonesia, yang terdiri dari produksi Perkebunan Besar Negara (PBN), Perkebunan Besar Swasta (PBS), dan Perkebunan Rakyat (PR), dari ratusan ribu ton pada tahun 80an hingga mencapai sekitar 28 juta ton pada tahun 2013 (Gambar 2.7).



Gambar 2.7 Total Produksi Kelapa Sawit Indonesia (Sumber : PUSDATIN 2014, hal. 12)

Ketiga, bersamaan dengan peningkatan luas total lahan yang digunakan dan total produksi CPO, produktivitas kelapa sawit Indonesia cenderung meningkat pula. Tabel 2.4 dibawah ini menunjukkan bahwa luas Tanaman Menghasilkan (TM) Indonesia saat ini adalah sekitar 70% dari total luas tanam yang telah ditunjukkan dalam Gambar 2.6.

Tabel 2.4 Produktivitas Kelapa Sawit Indonesia

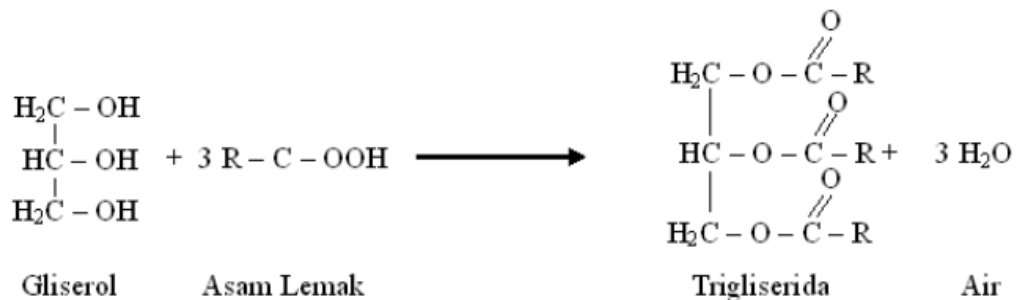
Tahun	Luas TM (Ha)	Produksi (Ton)	Produktivitas (Kg/Ha)	Pertumb. (%)
1995	1,238,699	4,479,670	3,616	
1996	1,428,350	4,898,658	3,430	-5.17
1997	1,575,123	5,448,508	3,459	0.86
1998	1,699,478	5,930,415	3,490	0.88
1999	2,005,415	6,455,590	3,219	-7.75
2000	2,451,065	7,000,508	2,856	-11.28
2001	2,956,114	8,396,472	2,840	-0.55
2002	3,307,419	9,622,345	2,909	2.43
2003	3,428,580	10,440,834	3,045	4.67
2004	3,823,324	10,830,389	2,833	-6.98
2005	4,054,683	11,861,615	2,925	3.27
2006	4,960,529	17,350,848	3,498	19.57
2007	4,881,335	17,664,725	3,619	3.46
2008	5,122,275	17,539,788	3,424	-5.38
2009	5,541,422	19,324,293	3,487	1.84
2010	6,108,275	21,958,120	3,595	3.08
2011	6,550,800	23,096,541	3,526	-1.92
2012	6,989,653	26,015,518	3,722	5.57
2013*)	7,197,432	27,746,125	3,855	3.57
Rata-rata Pertumbuhan (%/tahun)				0.57

Sumber : PUSDATIN, 2013

Selain itu, tabel di atas juga menunjukkan bahwa tingkat produktivitas kelapa sawit Indonesia terus meningkat dengan angka rata-rata saat ini sekitar 3,8 ton/ha. Oleh sebab itu, peluang pemanfaatan kelapa sawit sebagai bahan baku untuk pembuatan biodiesel tidak perlu dikhawatirkan akan terjadi persaingan dengan bahan pangan.

### 2.2.1.1 Triglicerida pada Minyak Kelapa Sawit

Seperti halnya lemak dan minyak lainnya, minyak kelapa sawit terdiri atas triglicerida yang merupakan ester dari gliserol dengan tiga molekul asam lemak menurut reaksi sebagai berikut :



Gambar 2.8. Reaksi Pembentukan Triglicerida (Ketaren, 1986)

Berikut ini adalah tabel dari komposisi triglicerida dari minyak kelapa sawit yang ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Komposisi Triglicerida dalam Minyak Kelapa Sawit

Triglicerida	Jumlah (%)
Tripalmitin	3 – 5
Dipalmito – Stearine	1 – 3
Oleo – Miristopalmitin	0 – 5
Oleo – Dipalmitin	21 – 43
Oleo- Palmitostearine	10 – 11
Palmito – Diolein	32 – 48
Stearo – Diolein	0 – 6
Linoleo – Diolein	3 – 12

Sumber : Ketaren , 1986

### 2.2.1.2. Asam Lemak Bebas

Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisahkan dari triglicerida, diglicerida, monoglicerida, dan gliserin bebas. Hal ini dapat disebabkan oleh

pemanasan dan terdapatnya air sehingga terjadi proses hidrolisis. Oksidasi juga dapat meningkatkan kadar asam lemak bebas dalam minyak nabati (Bangun, 2008).

Tingginya kandungan asam lemak bebas akan meningkatkan jumlah sabun yang terbentuk dan menurunkan *yield* ester. Selain itu, proses pemisahan sabun yang terbentuk juga relatif sulit dan mahal. Sedangkan keberadaan air, khususnya pada suhu tinggi akan memicu hidrolisa trigliserida menjadi digliserida dan asam lemak.

Dalam proses konversi trigliserida menjadi alkil esternya melalui reaksi transesterifikasi dengan katalis basa, asam lemak bebas harus dipisahkan atau dikonversi menjadi alkil ester terlebih dahulu karena asam lemak bebas akan mengkonsumsi katalis. Pemisahan atau konversi asam lemak bebas ini dinamakan tahap preesterifikasi. Komposisi asam lemak bebas dari berbagai minyak yang dapat dihasilkan dari kelapa sawit dapat dilihat pada Tabel 2.6.

Tabel 2.6 Kandungan Asam Lemak Bebas dari Berbagai Minyak Kelapa Sawit

<b>Minyak</b>	<b>FFA</b>
<i>RBD Palm Oil</i>	< 0.1 %
<i>Crude Palm Oil</i>	1 – 10 %
<i>Palm Fatty Acid Distillate</i>	70 – 90 %
<i>Crude Palm Kernel Oil</i>	1 – 10 %
<i>Crude Palm Stearin</i>	1 – 10 %
<i>Palm Sludge Oil</i>	10 – 80 %

Sumber : Yuen May Choo, 1987

### 2.2.2 Metanol

Metanol juga dikenal sebagai metil alkohol, *wood alcohol* atau spiritus, adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CH<sub>3</sub>OH. Metanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer metanol berbentuk cairan yang ringan, mudah menguap, tidak berwarna, mudah terbakar, dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan dari pada etanol). Sifat – sifat fisik dan kimia metanol ditunjukkan pada Tabel 2.7 berikut.

Tabel 2.7 Sifat – sifat Fisik dan Kimia Metanol Murni

Sifat	Satuan	Nilai
Berat molekul	$\text{g mol}^{-1}$	32,04
Temperatur kritis	K	512,5
Tekanan kritis	Mpa	8,084
Densitas	$\text{g cm}^{-3}$	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)	$\text{kJ mol}^{-1}$	37,43
64,6 °C (148,3 °F)	$\text{kJ mol}^{-1}$	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 : Methanex Corporation, 2006

### 2.3 Katalis

Katalis pertama kali ditemukan oleh J.J. Berzelius pada tahun 1836 sebagai komponen yang dapat meningkatkan laju reaksi kimia. Katalis umumnya diartikan sebagai bahan yang dapat mempercepat proses reaksi kimia dan banyak digunakan dalam industri. Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu



tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis berfungsi menurunkan energi aktivasi sehingga reaksi berjalan lebih cepat. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan campuran reaksi untuk menghasilkan produk. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi (Tiawarman, 2013).

Katalis dapat dibedakan ke dalam dua golongan utama:

#### 1. Katalis Homogen

Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa sama dengan reaktan dan produknya. Umumnya bereaksi dengan satu atau lebih pereaksi untuk membentuk suatu perantara kimia yang selanjutnya bereaksi membentuk produk akhir reaksi. Katalis jenis ini umumnya hanya digunakan pada skala laboratorium atau jenis bahan kimia tertentu untuk skala industri. Operasi dengan katalis ini membutuhkan penanganan suhu dan tekanan tertentu, sehingga peralatan yang dibutuhkan lebih kompleks, juga dalam proses pemisahannya. Katalis homogen yang banyak digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa seperti kalium hidrosida (KOH) dan natrium hidrosida (NaOH) (Darnoko, D., 2000).

#### 2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang fasanya tidak sama dengan reaktan dan produknya. Katalis heterogen secara umum berbentuk padat dan banyak digunakan pada reaktan berwujud cair atau gas. Satu contoh sederhana untuk katalisis heterogen yaitu bahwa katalis menyediakan suatu permukaan di mana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi lemah sedemikian sehingga memadai terbentuknya produk baru. Ikatan antara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas. Keuntungan menggunakan katalis ini adalah : mempunyai aktivitas yang tinggi, kondisi reaksi yang ringan, masa hidup katalis yang panjang, biaya katalis yang rendah, tidak korosif, ramah lingkungan dan

menghasilkan sedikit masalah pembuangan karena katalis dapat dipisahkan dari larutan produk dan dapat digunakan kembali (Bangun, 2008)

Viswanathan (2005) dalam papernya berjudul *Selection Of Solid Heterogeneous Catalysts For Transesterification Reaction* menyebutkan beberapa perbandingan katalis homogen dan katalis heterogen dalam produksi biodiesel sebagai berikut:

Tabel 2.8 Perbandingan Penggunaan Katalis Heterogen dan Homogen

<b>Faktor</b>	<b>Katalis Homogen</b>	<b>Katalis Heterogen</b>
Laju reaksi	Cepat dengan konversi yang tinggi	Konversi moderat
<i>Treatment</i> setelah reaksi	Katalis tidak dapat di <i>recovery</i> , dan harus dinetralisasi sehingga menimbulkan limbah cair dalam jumlah besar	Dapat di- <i>recovery</i>
Metodologi proses	Terbatas untuk pengoperasian secara kontinyu	Dimungkinkan pengoperasian menggunakan proses kontinyu
Keberadaan air/Asam Lemak Bebas	Sensitif	Tidak sensitif
<i>Re-use</i> katalis	Tidak mungkin	Mungkin
Biaya	Bersaing	Potensial untuk menjadi lebih murah

Sumber : Viswanathan, 2005

Untuk mendapatkan suatu katalis yang baik maka harus diperhatikan beberapa faktor, diantaranya (Augustine and Tanielyan 1996) :

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengonversikan reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang berlangsung dengan demikian yang akan diperoleh adalah produk yang diinginkan dan produk samping yang dihasilkan dapat ditekan seminimal mungkin.

3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas pada keadaan seperti semula. Untuk memperoleh katalis yang memiliki kestabilan yang tinggi, diantaranya katalis harus bersifat tahan terhadap racun, perlakuan panas, dan erosi.
4. Kemudahan regenerasi, suatu katalis akan menurun baik aktivitas maupun selektivitasnya setelah digunakan pada beberapa reaksi. Hal tersebut dapat terjadi karena adanya racun katalis yang menutupi sebagian sisi aktif katalis, seperti misalnya dengan adanya kokas atau arang.

Tipe katalis terdiri dari katalis asam dan katalis basa. Dalam produksi biodiesel, katalis asam tidak sebegus katalis basa dalam hal kecepatan reaksinya. Selain itu, penggunaan asam kuat sebagai katalis akan menimbulkan resiko korosi pada sistem peralatan serta potensi kerusakan lingkungan.

### 2.3.1 Hydrotalsit

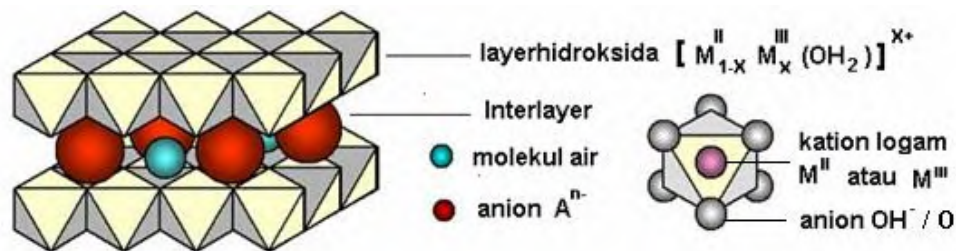
*Hydrotalcite* merupakan senyawa *layered double hydroxides* (LDHs) termasuk ke dalam keluarga lempung anionik. *Hydrotalcite* mempunyai ciri yang sama dengan lempung umumnya, bila basah akan mengembang dan liat, dan bila dipanaskan akan menjadi keras.

Struktur *hydrotalcite* merupakan lembaran dengan kation logam dikelilingi oleh enam hidroksida,  $M(OH)_6$ , secara oktahedral koplantar. Terbentuk lembaran karena adanya pembagian yang sama pada sisi-sisi dari  $M(OH)_6$ , sehingga struktur lembaran ini menyerupai struktur dari *brucite*,  $Mg(OH)_2$ . Lembaran ini tersusun berlapis dengan dipisahkan oleh anion dan molekul air.

Rumus umum *hydrotalcite* adalah  $[M_{1-x}^{II} M_x^{III} (OH)_2]^{x+} [A_{x/m}^{m-} \cdot nH_2O]^{x-}$ , di mana  $M^{II}$  adalah kation logam divalen seperti  $Mg^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ , dan lain-lain,  $M^{III}$  adalah kation logam trivalen seperti  $Al^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Mn^{3+}$ ,  $Co^{3+}$ ,  $La^{3+}$ , dan lain-lain.  $A^{m-}$  adalah anion baik anion anorganik maupun anion organik seperti  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $SO_4^{2-}$ , polioksometalat, silikat, dan lain-lain yang berada di dalam bidang antarlapis. Anion ini terletak di dalam ruang antara *interlayer* untuk menyeimbangkan

muatan positif sisa pada lapisan hidroksida. X adalah perbandingan  $M^{III}/(M^{II}+ M^{III})$  (Asis, A. 2012).

Skema struktur *hydrotalcite* seperti disajikan dalam gambar berikut :



Gambar 2.9. Skema struktur *hydrotalcite* yang merupakan lembaran berlapis (Asis, A. 2012)

Hydrotalsit 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 hydrotalsit yang asli saat terjadinya kontak dengan larutan yang mengandung berbagai macam anion (Cavani dkk, 1991).

## Sintesis

Sintesis *hydrotalcite* dapat dilakukan dengan tiga metode yaitu :

1. Presipitasi. Metode ini diawali dengan pengendapan langsung, dilakukan dengan mencampurkan larutan garam-garam dari logam-logam kation yang telah ditentukan kemudian diatur pH campuran tersebut pada nilai tertentu dengan larutan basa (biasanya NaOH atau amoniak dalam air) kemudian diaduk.

Endapan yang terbentuk dibiarkan dalam larutan dan dipanaskan pada suhu tertentu.

2. Metode hidrotermal. Dua kondisi hidrotermal yang biasa digunakan yaitu : (1) temperatur lebih tinggi dari 373 K, tekanan rendah, dan dilakukan dalam autoclave. (2) temperatur kurang dari 373 K, yang biasa disebut dengan perlakuan pemeraman, umumnya pada temperatur 120° C dalam waktu tertentu. Dengan metode hidrotermal akan diperoleh endapan yang optimal dan terjadi perubahan dari kristal *hydrotalcite* yang kecil menjadi lebih besar dan lebih baik dari endapan amorf menjadi endapan kristalin *hydrotalcite*.

Metode pengendapan langsung dapat dilakukan dengan menambahkan larutan basa pada campuran larutan garam-garam kation atau dengan menambahkan larutan garam kation divalen pada campuran larutan garam kation trivalen dan larutan basa. Dari kedua cara tersebut, penambahan larutan basa pada campuran larutan garam-garam kation menghasilkan endapan yang lebih banyak.

3. Pertukaran ion (*Ion Exchange*). Metode ini dilakukan dengan mempertukarkan anion yang terdapat dalam *hydrotalcite* yang telah disintesis dengan cara hydrothermal dengan anion lain yang telah ditentukan. *Hydrotalcite* dengan anion (a) dicampur dengan larutan yang mengandung anion (b) kemudian diaduk beberapa waktu pada temperatur kamar. Metode ini tergantung pada kemampuan anion yang dipertukarkan.
4. *Memory Effect*. Cara ini dilakukan dengan memanaskan *hydrotalcite* yang telah disintesis, pada suhu tinggi dalam waktu tertentu hingga menjadi amorf. Padatan amorf tersebut kemudian dilarutkan dalam larutan yang mengandung anion yang dikehendaki. Proses pelarutan kembali dilakukan pada suhu kamar, dan diaduk dalam waktu tertentu, sehingga diperoleh *hydrotalcite* dengan anion yang dikehendaki.

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 (Cavani dkk, 1991).

Mg-Al hydrotalsit telah banyak digunakan sebagai katalis heterogen dalam reaksi tranesterifikasi. Hydrotalsit digunakan karena material tersebut mampu memunculkan luas permukaan basa (*basic surface*) yang besar setelah kalsinasi. Ketika material tersebut diperlakukan secara termal, proses dekomposisinya terjadi secara bertahap : molekul air *interlamellar* hilang secara irreversibel 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 CO<sub>2</sub> secara berturut – turut, menghasilkan bentuk [Mg<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>O(OH)<sub>x</sub>]. Pemanasan lebih lanjut, dari 400 °C hingga 600 °C, menghasilkan dekomposisi ion – ion hidroksida yang tersisa dan juga membentuk oksida ganda [Mg<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>1+x/2</sub>]. Pada suhu lebih dari 900 °C, terjadi pembentukan dua fase ireversibel MgO dan MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, yang dapat diidentifikasi oleh *X-ray diffraction* (XRD) (Gomes dkk, 2011).

### **Kegunaan**

*Hydrotalcite* atau LDHs mempunyai beberapa kegunaan (Asis, A. 2012), yang meliputi :

- a. Sebagai katalis dan pengemban katalis
- b. Dalam fotokimia, khususnya dalam bidang lingkungan, reaksi fotokimia dari fotoaktif molekul.
- c. Dalam elektrokimia, digunakan sebagai elektroda termodifikasi

- d. Sebagai adsorben dari molekul anorganik maupun organik.
- e. Dalam bidang kesehatan, *hydrotalcite* digunakan sebagai antiasam, antiptotin, dan penstabil.

Kemampuan ini disebabkan *hydrotalcite* mempunyai struktur terdiri atas lembaran bermuatan positif, dengan anion di antara lembaran yang dapat dipertukarkan, sehingga menyerupai resin penukar ion. Juga sifat hidrofilik *hydrotalcite* karena permukaan lembaran *hydrotalcite* kaya dengan gugus hidroksida sehingga *hydrotalcite* dapat berinteraksi dengan senyawa lain.

Sifat-sifat *hydrotalcite* sangat ditentukan oleh kandungan kation dan anion penyusunnya, serta perbandingan antara  $M^{2+}$  dan  $M^{3+}$ . Beberapa sifat *hydrotalcite* sehingga potensial baik sebagai adsorben (Asis, A. 2012), antara lain :

- a. Luas permukaan yang besar (100-300 m<sup>2</sup>/g)
- b. Interdispersi yang homogen
- c. Efek-efek sinergis antar lapisan, memungkinkan meningkatnya efektivitas dan jumlah sisi pertukaran anion
- d. Dapat dilakukan regenerasi setelah dipakai untuk adsorpsi.
- e. Stabil pada temperatur dan tekanan tinggi
- f. *Hydrotalcite* mudah dimodifikasi.

Adsorpsi senyawa organik pada *hydrotalcite* disebabkan terjadinya interaksi baik interaksi fisika maupun kimia dari gugus-gugus aktif *hydrotalcite* dengan senyawa organik sebagai adsorbat. Adsorpsi dapat terjadi pada permukaan adsorben maupun pada bidang lembaran.

## **2.4 Produk**

### **2.4.1 Fatty Acid Metil Ester (Biodiesel)**

Biodiesel adalah bahan bakar yang berupa senyawa mono-alkil ester dari asam lemak rantai panjang yang berasal dari minyak nabati atau lemak hewan. Karena kandungan senyawanya ini, biodiesel sering disebut FAME (Fatty Acid Methyl Esther). Biodiesel memiliki propertis pembakaran yang menyerupai petroleum diesel,

namun bebas sulfur sehingga menghasilkan pembakaran yang lebih bersih. Selain itu, biodiesel memiliki *flash point* yang lebih tinggi, efisiensi pelumasan yang lebih baik serta bilangan setana yang lebih tinggi (Ridlo, 2010).

Biodiesel pertama kali di kenalkan di Afrika Selatan sebelum perang dunia ke II sebagai bahan bakar kendaraan berat. Bahan bakar nabati biodiesel merupakan kandidat kuat sebagai bahan alternatif pengganti bensin dan solar yang selama ini digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Perbandingan standar untuk diesel dan biodiesel berdasarkan ASTM ditampilkan dalam Tabel 2.9 berikut.

Tabel 2.9 Perbandingan Standar untuk Diesel dan Biodiesel berdasarkan ASTM

<b>Property</b>	<b>Diesel</b>	<b>Biodiesel</b>
Standard Number	ASTM D975-15b	ASTM D6751-15a
Composition	Hydrocarbon (C <sub>10</sub> -C <sub>21</sub> )	Fatty Acid Methyl Ester (C <sub>12</sub> -C <sub>22</sub> )
Specific Gravity	0.85	0.88
Flash Point (K)	333-353	373-443
Cloud Point (K)	258-278	270-285
Pour Point (K)	243-258	258-289
Water (vol%)	0.05	0.05
Carbon (wt%)	87	77
Hydrogen (wt%)	13	12
Oxygen (wt%)	0	11
Sulphur (wt%)	0.05	0.05
Cetane Number	40-55	48-60

Sumber : American Standard Testing and Material (ASTM)

Secara konsep, proses pembuatan biodiesel tidaklah rumit. Biodiesel dihasilkan melalui proses yang disebut reaksi esterifikasi asam lemak bebas dan atau reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol dengan bantuan katalis sehingga dapat menghasilkan metil ester / etil ester asam lemak dengan gliserol.





Reaksi transesterifikasi berlangsung lambat sehingga diperlukan katalis untuk mempercepat reaksi. Biodiesel memiliki beberapa kelebihan dibanding bahan bakar diesel petroleum. Kelebihan tersebut antara lain (Tuti dkk, 2011) :

1. Campuran dari 20 % biodiesel dengan 80 % petroleum diesel dapat digunakan pada mesin diesel tanpa modifikasi.
2. Industri biodiesel dapat menggunakan minyak nabati atau minyak daur ulang.
3. Biodiesel tidak beracun.
4. Biodiesel memiliki cetane number yang tinggi.
5. Penggunaan biodiesel dapat memperpanjang umur mesin diesel karena biodiesel lebih licin.
6. Biodiesel menggantikan bau petroleum dengan bau yang lebih enak.

Penetapan standard biodiesel antara satu negara dengan negara lainnya berbeda. Standar ini disesuaikan dengan iklim dan kondisi di masing-masing negara. Sedangkan standar mutu biodiesel Indonesia (SNI 04-7182-2006) dapat dilihat pada Tabel 2.10.

Tabel 2.10 Standar Biodiesel menurut SNI 04-7182-2006

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

15	Gliserol total	Maks 0,24	% massa
16	Kadar ester alkyl	Maks 96,5	% massa
17	Angka iodium	Maks 115	% massa (g-I <sub>2</sub> /100 g)
18	Uji Helpen	Negatif	

Sumber : Standar Nasional Indonesia, 2006

Biodiesel lebih ramah lingkungan karena *biodegradable* dan *non toxic*. Pembakaran biodiesel mampu mengurangi emisi sebesar 20%. Beberapa jenis tumbuhan yang dapat dijadikan sebagai sumber energi alternatif ditunjukkan pada Tabel 2.11.

Tabel. 2.11 Beberapa Sumber Minyak Nabati sebagai Bahan Baku Biodiesel

Nama Lokal	Nama Latin	Sumber Minyak	Isi (% Berat Kering)
Jarak Pagar	Jatropha Curcas	Inti biji	40-60
Jarak Kaliki	Ricinus Communis	Biji	45-50
Kacang Suuk	Arachis Hypogea	Biji	35-55
Kapok / Randu	Ceiba Pantandra	Biji	24-40
Karet	Hevea Brasiliensis	Biji	40-50
Kecipir	Psophocarpus Tetrag	Biji	15-20
Kelapa	Cocos Nucifera	Inti biji	60-70
Kelor	Moringa Oleifera	Biji	30-49
Kemiri	Aleurites Moluccana	Inti biji	57-69
Kusambi	Sleichera Trijuga	Sabut	55-70
Nimba	Azadiruchta Indica	Inti biji	40-50
Saga Utan	Adenantha Pavnina	Inti biji	14-28
Sawit	Elais Suincencis	Sabut dan biji	45-70 + 46-54
Nyamplung	Callophyllum Lanceatum	Inti biji	40-73
Randu Alas	Bombax Malabaricum	Biji	18-26
Sirsak	Annona Muricata	Inti biji	20-30
Srikaya	Annona Squosa	Biji	15-20

Sumber : Badan Kejuruan Mesin Persatuan Insinyur Indonesia, 2011

#### 2.4.2. 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.

## 2.5. Penelitian Terdahulu

Tabel 2.12 Penelitian Terdahulu

No	Peneliti	Jurnal	Hasil
1	Nyoman Puspa Asri, dkk (2010)	Transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis $\text{CaO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	Kondisi terbaik diperoleh pada temperatur transesterifikasi $75^\circ\text{C}$ , waktu reaksi 7 jam dan jumlah katalis 6% berat dengan yield sebesar 64,95%.
2	Santi Savitri, dkk (2013)	Transesterifikasi minyak sawit menggunakan katalis promotor ganda berbasis $\gamma$ -alumina dalam reaktor kontinyu	Kondisi terbaik diperoleh pada temperatur transesterifikasi $225^\circ\text{C}$ dan laju alir umpan 6 ml/menit dengan menggunakan massa katalis 16 gram dan rasio molar 1 : 36
3	Rahmad Yogaswara, dkk (2014)	Transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis Mg-Al Hydrotalcite dalam reaktor fixed bed	Kadar FAME serta konversi reaksi terbaik diperoleh pada laju alir umpan 3 ml/menit dan suhu reaksi $200^\circ\text{C}$ yakni berturut-turut $2,342941 \times 10^5$ mg/l dan 39,13 %.

4	David G. Cantrell, dkk (2005)	Structure Reactivity Correlations in Mg/Al hydrotalcite Catalyst for Biodiesel Synthesis	Dihasilkan katalis MgAl-Hydrotalcite yang efektif untuk transesterifikasi glyceryl tributyrate dengan konversi 74,8 %
5	Joao F. P. Gomes, dkk (2011)	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%
6	Petr Kutalek, dkk (2014)	Aspects of Mg-Al mixed oxide activity in transesterification of rapeseed oil in a fixed-bed reactor	Katalis Mg-Al hydrotalcite dengan perbandingan molar Mg/Al 3,6 menghasilkan yield sebesar 77 % pada reaktor <i>fixed bed</i>

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini termasuk jenis penelitian eksperimental, dimana peneliti akan melakukan percobaan di laboratorium dengan menggunakan minyak kelapa sawit sebagai bahan penelitian. Minyak kelapa sawit akan dikonversi menjadi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dengan beberapa macam perlakuan. Penelitian yang akan dilakukan meliputi 5 tahapan;

- Tahap Pertama** : Preparasi katalis padat Na-K/Mg-Al hydrotalsit
- Tahap Kedua** : Karakterisasi katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit terkalsinasi dengan BET dan XRD.
- Tahap ketiga** : Seleksi katalis dengan reaksi transesterifikasi minyak sawit pada reaktor *batch*
- Tahap keempat** : Produksi biodiesel dengan katalis padat di dalam reaktor *fixed bed continue*.
- Tahap kelima** : Permodelan kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit pada reaktor *fixed bed*

#### **3.1 Bahan yang Digunakan**

Bahan penelitian terdiri dari :

- |   |                             |
|---|-----------------------------|
| 1. Minyak kelapa sawit RBD ( <i>merk Bimoli</i> )       | 5. $\text{Na}_2\text{CO}_3$ |
| 2. Metanol  | 6. NaOH                     |
| 3. $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 7. KOH                      |
| 4. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ | 8. Aquadest                 |
|   | 9. <i>Silica gel blue</i>   |

### 3.2 Peralatan yang Digunakan

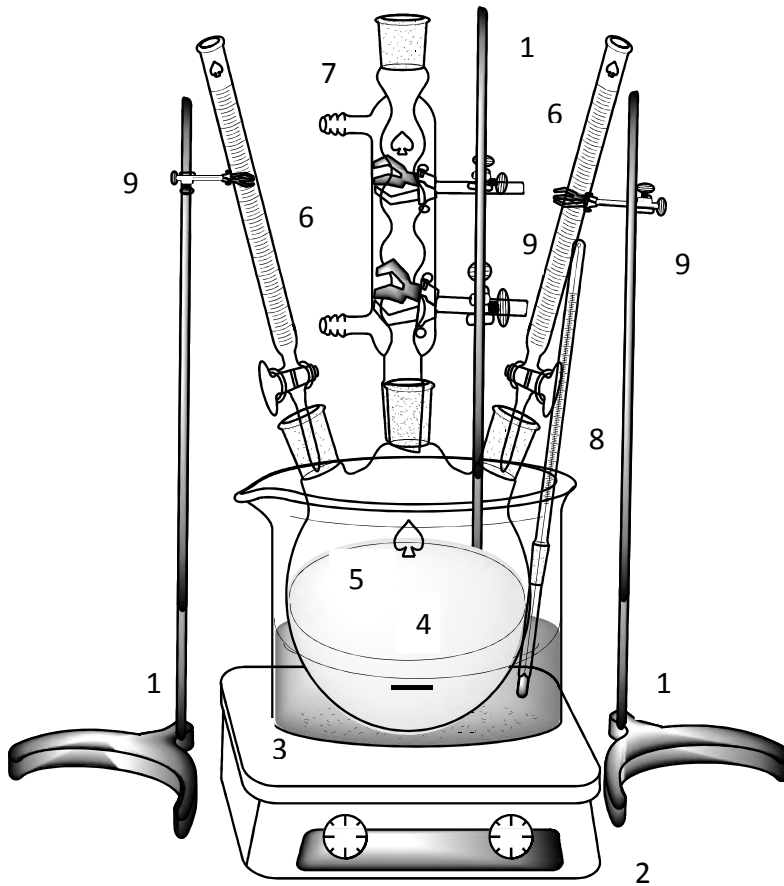
Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain :

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

### 3.3 Gambar Peralatan

#### 1. Peralatan Sintesa Na-K/Mg-Al Hydrotalsit

Peralatan sintesa Mg-Al hydrotalsit pada penelitian ini berupa labu leher tiga 1000 mL yang berisi larutan prekursor dan diletakkan dalam water bath di atas hot plate stirrer serta dilengkapi dengan magnetic stirrer. Untuk penambahan agen pengendap digunakan dua buah buret dengan ukuran 50 mL yang dirangkai di atas labu dengan menggunakan statif dan klem holder. Rangkaian alat yang digunakan untuk sintesa Mg-Al hydrotalsit dapat dilihat seperti Gambar 3.1 Sedangkan pada proses impregnasi, larutan NaOH dan KOH ditambahkan pada campuran Mg-Al hydrotalsit dan aquadest yang diletakkan dalam beaker glass 600 mL di atas hot plate stirrer.



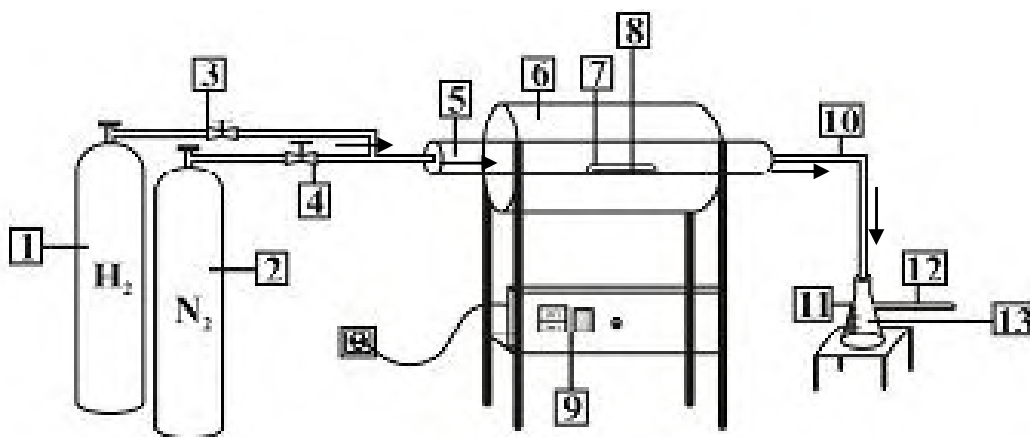
Gambar 3.1 Peralatan Sintesa Mg-Al Hydrotalcit

Keterangan Gambar :

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

## 2. Peralatan Kalsinasi

Peralatan kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini berupa *tubular furnace* dengan merk Lim Elektro Therm Jerman. *Tubular furnace* ini memiliki panjang 80 cm dengan diameter 10 cm. *Tubular furnace* ini memerlukan daya sebesar 2900 watt serta dilengkapi dengan *temperature control* untuk mengendalikan suhu operasi reaktor kalsinasi. Untuk tempat penampung katalis di dalam furnace digunakan *nucelle* dari bahan *quartz*. *Nucelle* yang digunakan memiliki diameter  $\frac{1}{2}$  inci dengan panjang 10 cm. Peralatan kalsinasi ini dilengkapi dengan tabung gas untuk menyuplai  $N_2$  dan  $H_2$  ke dalam reaktor kalsinasi. Rangkaian alat kalsinasi dapat dilihat seperti Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Peralatan Kalsinasi Katalis

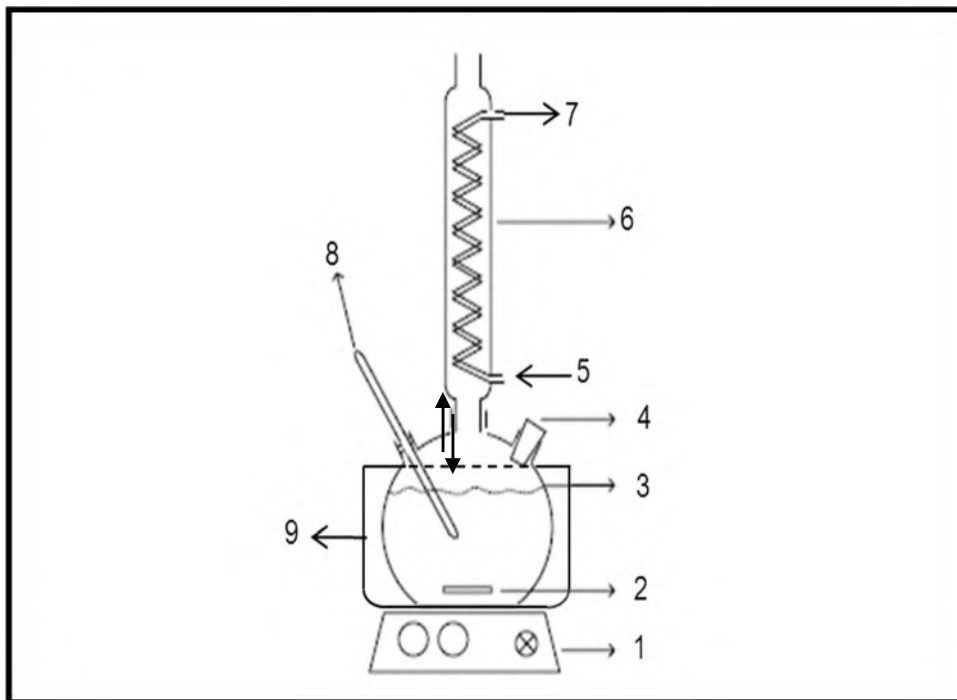
Keterangan Gambar :

- |                                |                                 |
|--------------------------------|---------------------------------|
| 1. Tabung gas $H_2$            | 8. Katalis dalam <i>nucelle</i> |
| 2. Tabung gas $N_2$            | 9. Panel control <i>furnace</i> |
| 3. <i>Valve tube</i> gas $H_2$ | 10. <i>Tube gas outlet</i>      |
| 4. <i>Valve tube</i> gas $N_2$ | 11. Vakuumfest                  |
| 5. Reaktor kalsinasi           | 12. Gas keluar                  |
| 6. <i>Furnace</i>              | 13. Air                         |
| 7. <i>Nucelle</i>              |                                 |



### 3. Reaktor *Batch*

Seleksi katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit 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 3.3



Gambar 3.3 Rangkaian Reaktor *Batch*

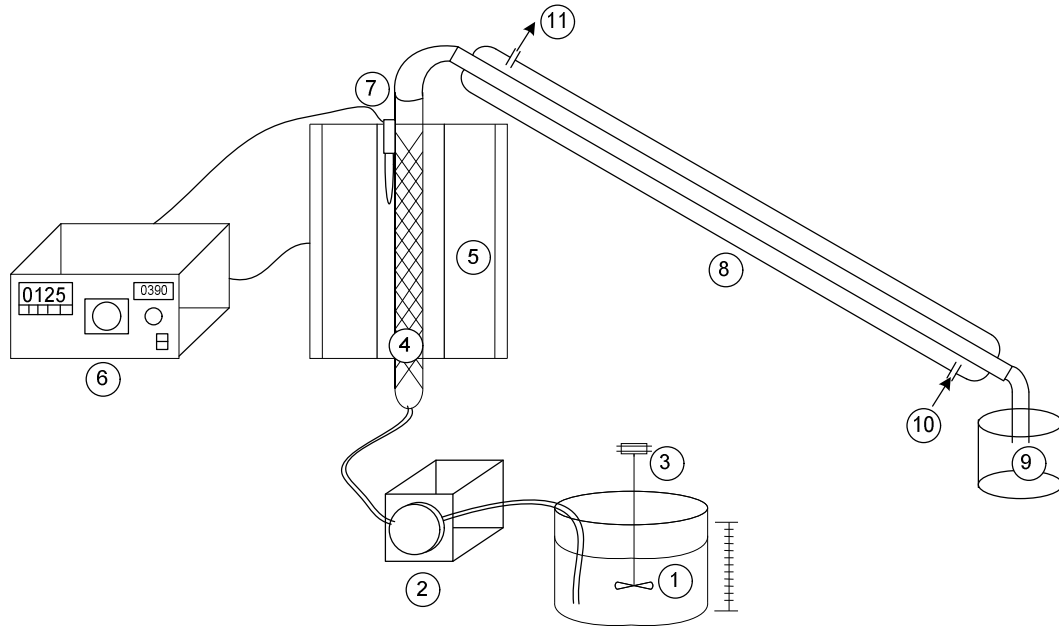
Keterangan :

1. Hot plate stirrer
2. Magnetic stirrer

3. Labu leher tiga
4. Karet sumbat (*proof*)
5. Air pendingin masuk
6. Kondensor refluks
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 3.4. 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 Na-K/Mg-Al hydrotalsit 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 kaca dan dilakukan analisa.



Gambar 3.4 Rangkaian Reaktor *Fixed Bed*

Keterangan :

- |                             |                          |
|-----------------------------|--------------------------|
| 1. Tangki umpan             | 7. Termokopel            |
| 2. Pompa peristaltik        | 8. Kondensor             |
| 3. Pengaduk                 | 9. Tangki produk         |
| 4. Reaktor <i>fixed bed</i> | 10. Air pendingin masuk  |
| 5. <i>Heating furnace</i>   | 11. Air pendingin keluar |
| 6. <i>Controller</i>        |                          |

### 3.4. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini , variabel yang digunakan meliputi variabel tetap dan berubah sebagai berikut :

#### 3.4.1. Variabel Tetap

- |                            |                          |
|----------------------------|--------------------------|
| 1. Jenis Katalis           | : Na-K/Mg-Al hydrotalsit |
| 2. Mg/Al <i>mole ratio</i> | : 3:1                    |

3. Berat Katalis : 10 gram

4. Waktu Kalsinasi : 6 jam

Pada reaktor *Batch*

a. Rasio minyak-metanol : 1:12

b. Suhu reaksi : 65 °C

c. Waktu Reaksi : 5 jam

### 3.4.2. Variabel Berubah

Variabel penelitian meliputi:

Untuk uji efektifitas katalis karena pengaruh kondisi kalsinasi katalis pada furnace meliputi:

- Suhu kalsinasi (°C) : 250, 350, 450, 550, 650

Untuk seleksi katalis pada reaktor *batch* meliputi:

- Loading Na-K terhadap Mg-Al Hydrotalsit (%) : 2, 5, 10

Untuk uji katalitik produksi biodiesel dalam reaktor *fixed bed continue* menggunakan variabel-variabel berikut:

- Ratio minyak/metanol : 1:10, 1:12, 1:24

- Laju alir (ml/jam) : 3, 6, 9, 12

- Suhu reaksi (°C) : 150, 175, 200, 225, 250

### 3.5. Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dibagi menjadi tiga tahap yaitu sintesa katalis, seleksi katalis pada reaktor batch dan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis terbaik pada reaktor *fixed bed continue* serta analisa produk.

#### 3.5.1. Sintesa Katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit

##### 3.5.1.1 Preparasi katalis Mg-Al hydrotalsit

*Support* katalis yang digunakan adalah Mg-Al hydrotalsit yang dibuat dengan metode ko-presipitasi di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITS, dengan prosedur sebagai berikut :

1. Sejumlah  $x$  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).
2. Sejumlah  $a$  mol NaOH dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan B).
3. Sejumlah  $b$  mol  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan C).
4. Larutan A dan larutan B secara perlahan – lahan ditambahkan ke dalam labu leher tiga yang berisi larutan C.
5. Campuran diaduk selama 5 jam pada suhu  $65^\circ\text{C}$  (338 K) dan pH campuran dijaga antara 9 – 11.
6. Selanjutnya endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan menggunakan aquadest hingga pH 7 (netral).
7. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan di dalam oven pada temperatur  $100\text{--}120^\circ\text{C}$  selama 18 jam.
8. Selanjutnya endapan tersebut dikalsinasi pada suhu 250, 350, 450, 550, dan  $650^\circ\text{C}$  selama 6 jam.
9. Melakukan analisa BET untuk mengetahui luas permukaan katalis.

#### **3.5.1.2 Impregnasi Na dan K ke dalam *Support* Mg-Al Hydrotalsit Terkalsinasi**

1. Melarutkan  $x$  gram NaOH dan  $y$  gram KOH sesuai % loading ke dalam 100 mL aquadest.
2. Mencampurkan  $x$  gram Mg-Al hydrotalsit terkalsinasi ke dalam 100 ml aquadest, kemudian menambahkan larutan NaOH dan KOH.
3. Memanaskan dan mengaduk campuran pada suhu  $80^\circ\text{C}$  hingga menjadi pasta.
4. Pasta yang dihasilkan kemudian dikeringkan di dalam oven pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 12 jam.
5. Padatan hasil impregnasi dikalsinasi pada suhu  $450^\circ\text{C}$  dengan mengalirkan gas  $\text{H}_2$  selama 3 jam untuk menghasilkan hydrotalsit terimpregnasi Na-K.

6. Melakukan analisa BET untuk mengetahui luas permukaan katalis serta XRD untuk mengetahui kristalinitas katalis.

### **3.5.2 Seleksi Katalis pada Reaktor *Batch***

Prosedur penelitian pada reaktor *batch* adalah sebagai berikut :

1. Menyusun peralatan seperti pada gambar 3.3
2. Minyak kelapa sawit (*refined palm oil*) dan metanol dengan ratio molar 1:12 serta katalis padat dimasukkan kedalam labu leher tiga yang berkapasitas 1000 ml.
3. Labu dipanaskan diatas penangas air (*waterbath*) sambil diaduk menggunakan *hotplate stirrer* sampai suhu 65° C.
4. Setelah reaksi berjalan 5 jam maka reaksi dihentikan, campuran dalam labu leher tiga didinginkan.
5. 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).
6. Melakukan analisa produk dengan metode GC (*Gas Chromatography*).
7. Langkah – langkah tersebut diulangi dengan variabel % loading katalis yang lain.

### **3.5.3. Transesterifikasi pada Reaktor *Fixed Bed Continue***

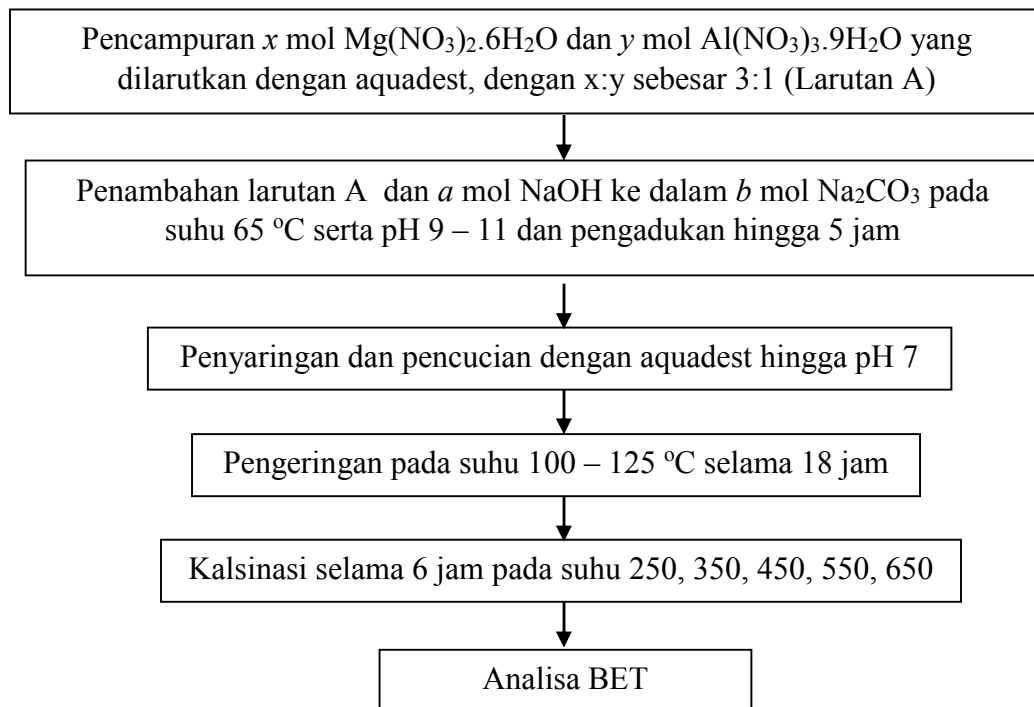
Prosedur transesterifikasi pada reaktor *fixed bed continue* adalah sebagai berikut :

1. Merangkai alat seperti pada gambar 3.4, dan melakukan kalibrasi peralatan
2. Memasukkan 10 gram katalis padat yang sudah dipelet ke dalam reaktor.
3. Memasukkan minyak dan metanol kedalam tangki umpan dengan variabel ratio minyak metanol yang telah ditetapkan.
4. Menyalakan furnace untuk memanasi reaktor sampai suhu yang dikehendaki konstan.

5. Minyak dan metanol dalam tangki umpan diaduk sampai homogen, kemudian dengan bantuan pompa umpan campuran dialirkan kedalam reaktor dengan kecepatan alir tertentu sesuai variabel yang diatur melalui rotameter.
6. Produk ditampung dalam *cooling zone*, kemudian dilakukan pengambilan sampel.
7. Produk dimasukkan dalam corong pemisah (*suction flash*) dan dikocok, didiamkan sampai terjadi dua lapisan. Lapisan atas adalah biodiesel dan lapisan bawah gliserol yang merupakan produk samping.
8. Produk biodiesel dianalisa dengan metode GC (*Gas Chromatography*).
9. Langkah – langkah tersebut diulangi dengan variabel penelitian yang berbeda.

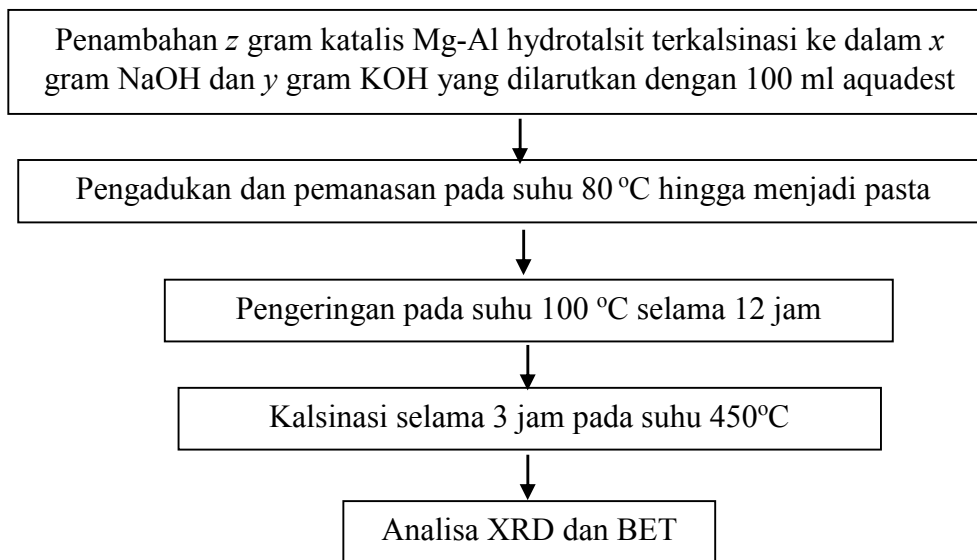
### 3.6. Diagram Alir Percobaan

1. Preparasi Katalis Mg-Al Hydrotalsit



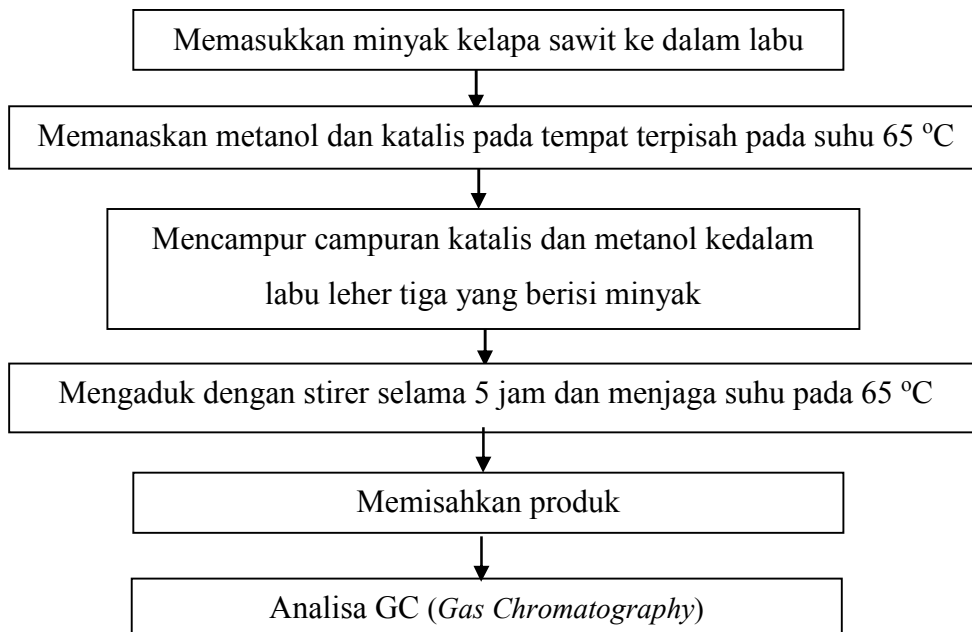
Gambar 3.5 Diagram Alir Preparasi Katalis Mg-Al Hydrotalsit

2. Impregnasi Na dan K kedalam Support Mg-Al Hydrotalsit



Gambar 3.6 Diagram Alir Impregnasi Na dan K kedalam Support Mg-Al Hydrotalsit

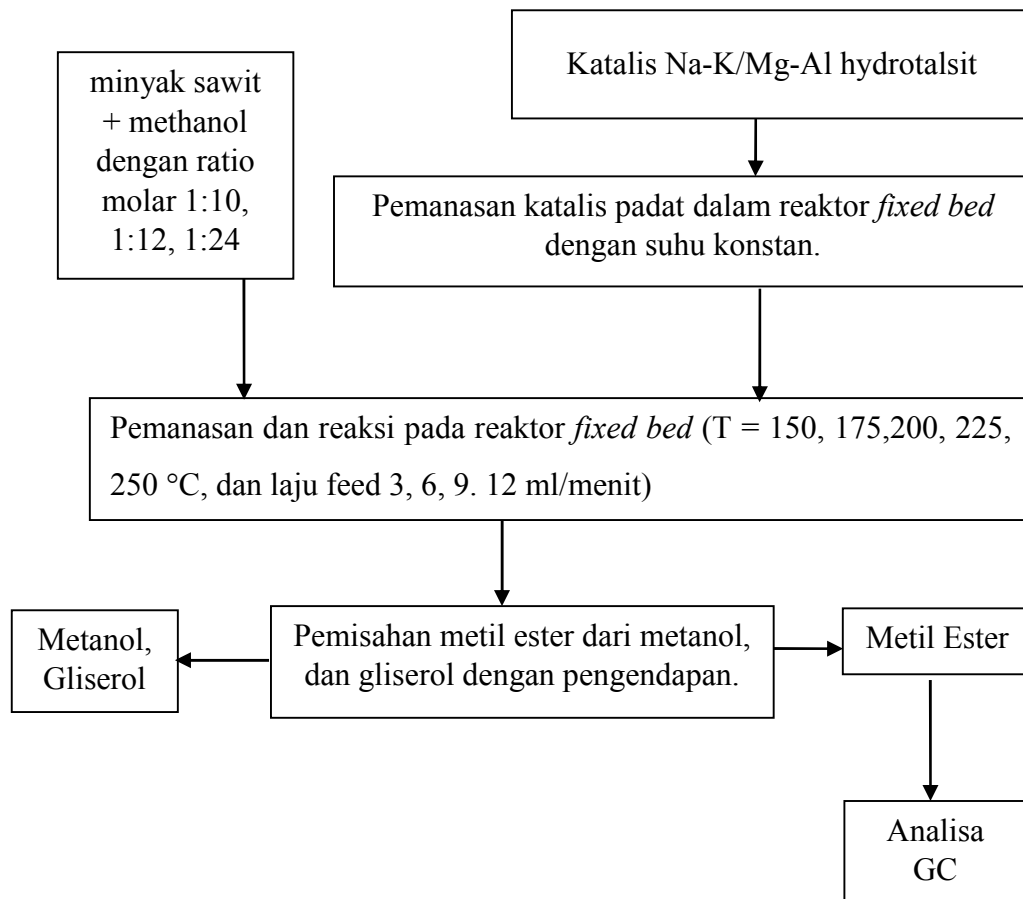
3. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*



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



#### 4. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*



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

### 3.7. Analisa Data

Katalis Na-K/Mg-Al hydrotalsit 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 FAME yang terkandung di dalam biodiesel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Kemudian, parameter yang diukur adalah konversi biodiesel yang dihasilkan dari 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**

Transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol telah banyak dilakukan pada penelitian terdahulu, dimana produk yang dihasilkan memiliki kadar biodiesel yang sangat kecil dan berjalan sangat lambat apabila dilakukan secara alami tanpa bantuan katalis. Penambahan katalis pada proses transesterifikasi diharapkan mampu mempercepat laju reaksi sehingga produk biodiesel yang dihasilkan akan semakin besar pula.

Pada penelitian ini, katalis yang digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit adalah Na-K/MgAl-Hydrotalsit. Hal pertama yang diteliti adalah pengaruh suhu kalsinasi terhadap luas permukaan dari MgAl-hydrotalsit sebagai penyangga. Selanjutnya, katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit yang dipreparasi dengan variasi loading sebesar 2%, 5% dan 10% dengan cara impregnasi, diteliti karakteristik dan aktivitasnya pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*. Katalis yang menghasilkan produk biodiesel terbaik pada reaktor *batch* akan dipelajari aktivitasnya pada reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed* serta mencari model kinetika reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed*.

Hasil sintesa katalis kemudian dianalisa dengan metode *Brunauer Emmett Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan spesifik katalis dan analisa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mempelajari kristalinitasnya. Produk *fatty acid methyl ester* (FAME) yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dianalisa dengan metode *Gas Chromatography* (GC).

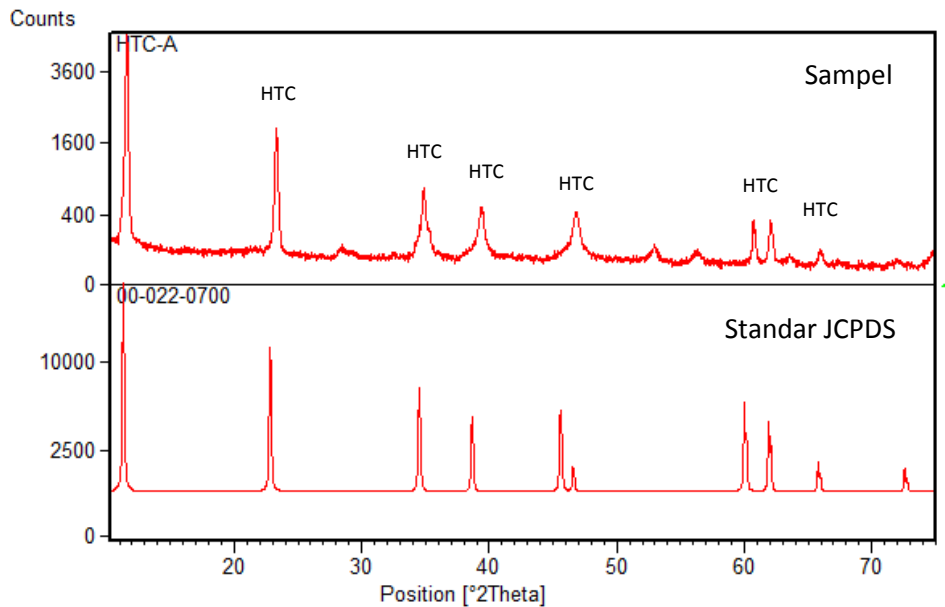
#### **4.1 MgAl-Hydrotalsit**

MgAl-Hydrotalsit pada penelitian ini disintesa dengan metode kopresipitasi menggunakan *precursor*  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Agen presipitat yang digunakan adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaOH}$ , sedangkan pelarutnya adalah aquadest.

Langkah awal dalam sintesa ini adalah dengan melarutkan kristal  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dengan rasio mol Mg/Al 3:1 ke dalam 100 ml aquadest (Larutan A). Kemudian, agen presipitat juga dilarutkan ke dalam 100 ml aquadest (Larutan B). Setelah itu, larutan A ditambahkan secara perlahan – lahan ke dalam larutan B dan diaduk pada suhu 65 °C serta pH campuran tersebut dijaga pada pH 9 – 11. Setelah penambahan tadi, campuran tersebut diaduk secara cepat pada suhu 65 °C selama 5 jam. Presipitat yang terbentuk, kemudian disaring, dicuci hingga pH mendekati 7, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 18 jam.

Metode kopresipitasi adalah teknik yang paling mudah diaplikasikan untuk preparasi katalis berbasis metal. Material dasar dari teknik ini meliputi prekursor-prekursor yang homogen, dimana dua atau lebih elemen ini dicampur bersama-sama. Preparasi katalis hydrotalsit yang paling sering digunakan adalah dengan cara mengontrol pH menjadi konstan. Kondisi yang paling umum dipakai adalah pH berkisar antara 7 - 10, temperatur 333 – 353 K, konsentrasi reagen yang rendah dan laju alir dari kedua aliran yang rendah pula. Pencucian dilakukan dengan air hangat, dan pertumbuhan partikel dalam kondisi presipitasi tersebut biasanya berhasil; temperatur pengeringan tidak melebihi 393 K (Cavani dkk, 1991).

Material MgAl-Hydrotalsit yang telah dihasilkan kemudian 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, dapat dilihat bahwa puncak-puncak difraksi yang muncul pada katalis yang telah disintesa, mengindikasikan terbentuknya senyawa hydrotalsit yang sangat mirip dengan *peak standard* material hydrotalsit berdasarkan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*) 00-022-0700.



Gambar 4.1 Difraktogram MgAl-Hydrotalsit yang telah disintesa

MgAl-Hydrotalsit dengan rasio mol Mg/Al sebesar 3:1, memperlihatkan rangkaian refleksi pada  $11.5557^\circ$ ;  $23.2824^\circ$ ;  $34.8514^\circ$ ;  $39.2814^\circ$ ;  $46.8309^\circ$ ;  $60.6667^\circ$ ;  $62.0202^\circ$ ;  $65.8586^\circ$ ;  $71.9565^\circ$ . Hal ini sangat mirip dengan standart JCPDS 00-022-0700, dimana material hydrotalsit menunjukkan rangkaian peak standard sudut  $2\theta$  pada  $11.277^\circ$ ;  $22.783^\circ$ ;  $34.467^\circ$ ;  $38.610^\circ$ ;  $45.547^\circ$ ;  $46.535^\circ$ ;  $59.983^\circ$ ;  $61.891^\circ$ ;  $65.755^\circ$ ;  $72.545^\circ$ .

Berdasarkan hasil tersebut, dapat dilihat bahwa prosedur presipitasi yang telah dilakukan menghasilkan senyawa MgAl-Hydrotalsit. Hal ini dibuktikan bahwa pola difraktogram tersebut menunjukkan beberapa bentuk umum yang khas dari hydrotalsit, yakni munculnya refleksi garis – garis tajam dan intens pada nilai – nilai yang rendah dari sudut  $2\theta$ , serta garis – garis yang umumnya asimetris dengan intensitas yang rendah pada nilai sudut yang lebih tinggi (Cavani dkk, 1991).

Sebelum digunakan sebagai katalis, hydrotalsit hasil sintesis perlu dipreparasi dan dioptimasi untuk mendapatkan kualifikasi katalis yang dibutuhkan. Setelah dikeringkan, padatan hydrotalsit kemudian dikalsinasi pada beberapa variasi temperatur yakni, pada suhu  $250^\circ\text{C}$  (523 K),  $350^\circ\text{C}$  (623 K),  $450^\circ\text{C}$  (723 K),  $550^\circ\text{C}$  (823 K) dan  $650^\circ\text{C}$  (923 K) dengan dialiri oleh udara

selama 6 jam. Hydrotalsit umumnya digunakan sebagai katalis setelah mengalami proses kalsinasi karena luas permukaannya yang besar. Ketika material hydrotalsit dikalsinasi, maka akan terjadi dekomposisi bagian-bagian hydrotalsit secara berturut-turut.

Kalsinasi pada suhu hingga 650°C diharapkan dapat mendekomposisi material hydrotalsit yang telah disintesa agar memiliki luas permukaan yang cukup besar. Analisa luas permukaan partikel MgAl-Hydrotalsit dilakukan dengan menggunakan metode 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. Hasil karakterisasi BET untuk MgAl-Hydrotalsit dapat terlihat pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Luas Permukaan MgAl-Hydrotalsit

Katalis	Suhu Kalsinasi (°C)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /gram)
MgAl-Hydrotalsit	250	88,173
	350	93,476
	450	95,885
	550	98,894
	650	156,252

Suhu kalsinasi dapat mempengaruhi luas permukaan dari MgAl-Hydrotalsit yang dihasilkan. Pada tabel 4.1, ditunjukkan hasil analisa luas permukaan dari partikel dengan menggunakan metode BET, yang mana secara umum terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka luas permukaan dari hydrotalsit juga semakin besar. Namun, peningkatan dari luas permukaan tersebut sangat signifikan pada suhu kalsinasi 650 °C.

Hal tersebut terjadi karena saat material hydrotalsit 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). Ketika material hydrotalsit dikalsinasi, proses dekomposisinya terjadi secara bertahap yakni, molekul air *interlamellar* hilang secara ireversibel saat pemanasan hingga kira – kira 200 °C, dan pemanasan dari suhu 200 °C hingga 400 °C akan terjadi dekomposisi bagian dari ion – ion hidroksida dan karbonat diselingi dengan kehilangan air dan CO<sub>2</sub> secara berturut – turut, menghasilkan bentuk [Mg<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>O(OH)<sub>x</sub>]. Pemanasan lebih lanjut, dari 400 °C hingga 600 °C, menghasilkan dekomposisi ion – ion hidroksida yang tersisa dan juga membentuk oksida ganda [Mg<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>1+x/2</sub>] (Gomes, dkk, 2011). Kemudian, saat MgAl-Hydrotalsit yang telah disintesa, dikalsinasi hingga suhu 650 °C, sisa molekul – molekul karbonat dan hidroksida akan lepas seluruhnya. Peningkatan luas permukaan yang cukup signifikan saat suhu kalsinasi 650 °C, disebabkan oleh terdekomposisinya seluruh ion – ion hidroksida yang tersisa sehingga menimbulkan lubang – lubang pori yang sangat signifikan bila dibandingkan dengan suhu kalsinasi yang lebih rendah sebelumnya.

#### **4.2 Na-K/MgAl-Hydrotalsit**

Katalis MgAl-Hydrotalsit terbaik dari hasil kalsinasi (memiliki luas permukaan sebesar 156,252 m<sup>2</sup>/gram) ditambahkan promotor Na-K dengan tujuan untuk menambahkan sisi aktif pada permukaan porinya. Penambahan Na-K tersebut dilakukan dengan proses impregnasi larutan NaOH dan KOH pada katalis MgAl-Hydrotalsit. Untuk mengetahui pengaruh interaksi antara Na-K dengan katalis MgAl-Hydrotalsit, maka dilakukan dengan memvariabelkan loading Na-K sebesar 2%, 5%, dan 10% terhadap MgAl-Hydrotalsit.

Berdasarkan analisa BET, katalis MgAl-Hydrotalsit setelah diimpregnasi dengan Na-K mengalami penurunan luas permukaan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pengaruh % Loading Na-K terhadap Luas Permukaan MgAl-Hydrotalsit

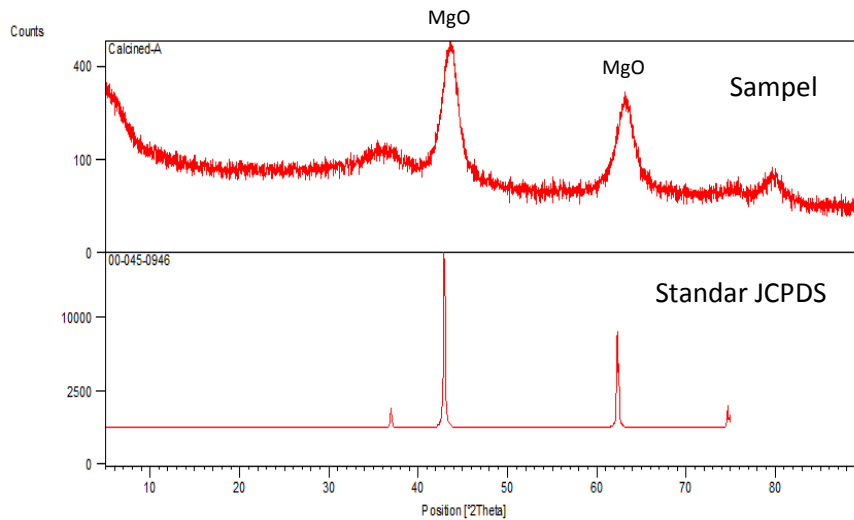
Katalis	Loading Na-K (%)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /gram)
Na-K/MgAl-Hydrotalsit	2	146.811
	5	111.800
	10	84.078

Penurunan luas permukaan ini disebabkan oleh sisi aktif logam (dalam hal ini Na dan K) menutupi sebagian luas permukaan MgAl-Hydrotalsit. Ketika MgAl-Hydrotalsit diumpankan dengan senyawa alkali, luas permukaan total semua katalis menurun karena senyawa alkali menutupi permukaan MgAl-Hydrotalsit yang berpori. Akan tetapi pada saat terjadi mekanisme reaksi, perbedaan luas permukaan ini tidak banyak mempengaruhi karena sebenarnya luas di dalam katalis kurang lebih sama.

Walaupun luas permukaan katalis hydrotalsit berkurang, namun *basic strength*-nya meningkat karena penambahan logam alkali tersebut. Aktivitas katalis tidak hanya dipengaruhi oleh luas permukaan katalis tetapi juga *basicity* memberikan pengaruh yang signifikan. Menurut Ilgen & Akin (2009), *basicity* lebih penting dibanding dengan *surface area* didalam mempengaruhi aktivitas katalis untuk reaksi Transesterifikasi. Sedangkan *surface area* dan *basicity* suatu katalis saling mempengaruhi. *Surface area* katalis yang diperoleh dari analisa BET menurun dengan meningkatnya *basicity* dari logam alkali sebagai promotor (Zabeti, dkk., 2009).

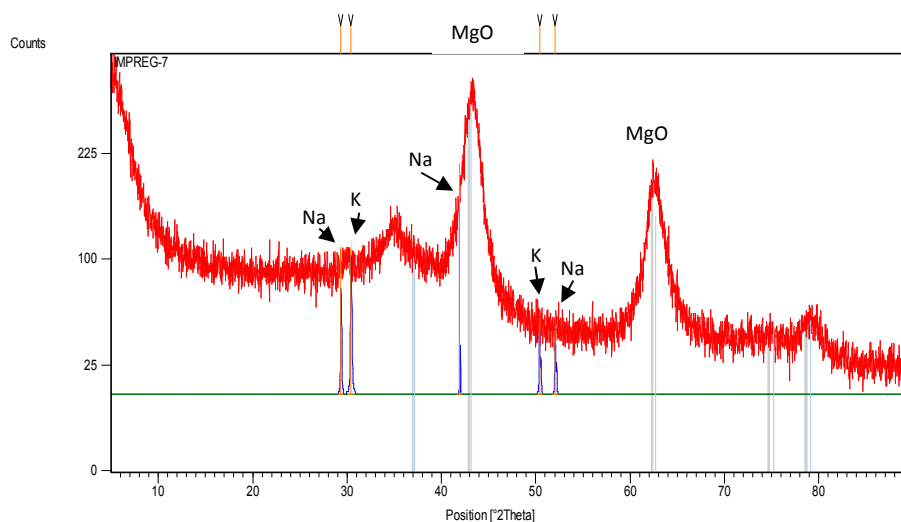
Gambar 4.2 dan gambar 4.3 secara berturut-turut merupakan hasil analisa XRD untuk pembentukan kristal dari katalis sebelum diumpankan dan setelah diumpankan dengan logam Na-K. Dari analisa XRD pada Gambar 4.2 terlihat puncak-puncak untuk hydrotalsit terkalsinasi yaitu  $2\theta = 6.2712; 43.9816$  dan  $63.6579^\circ$ . Hal ini memiliki kemiripan dengan standart JCPDS 00-045-0946 yang memiliki peak tertinggi pada  $2\theta = 36.937; 42.917; 62.304^\circ$ . Hasil yang serupa dilaporkan oleh beberapa peneliti terdahulu untuk katalis hydrotalsit terkalsinasi juga menunjukkan puncak yang mirip pada  $43,0^\circ$  dan  $62,0^\circ$  (Kutrowski dkk, 2005; Xie dkk, 2006 dan Kutalek dkk, 2014).





Gambar 4.2 Pola *X-ray Diffraction* untuk Hydrotalsit Terkalsinasi

Pola *x-ray diffraction* hydrotalsit terkalsinasi setelah diimpreg dengan 10% loading Na-K pada gambar 4.3, hasilnya tidak terjadi perubahan secara signifikan dibanding sebelumnya. Hal tersebut dapat disebabkan karena puncak Na-K yang terbentuk sangat kecil sehingga tidak terbaca oleh XRD. Namun demikian, puncak-puncak yang muncul pada katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit sedikit lebih banyak dibandingkan dengan katalis sebelum diumpan. Gambar tersebut menunjukkan adanya difraksi baru pada  $29.351^\circ$ ,  $30.376^\circ$ ,  $41.968^\circ$ ,  $50.398^\circ$ ,  $52.064^\circ$ , yang mengindikasikan adanya logam Na-K.

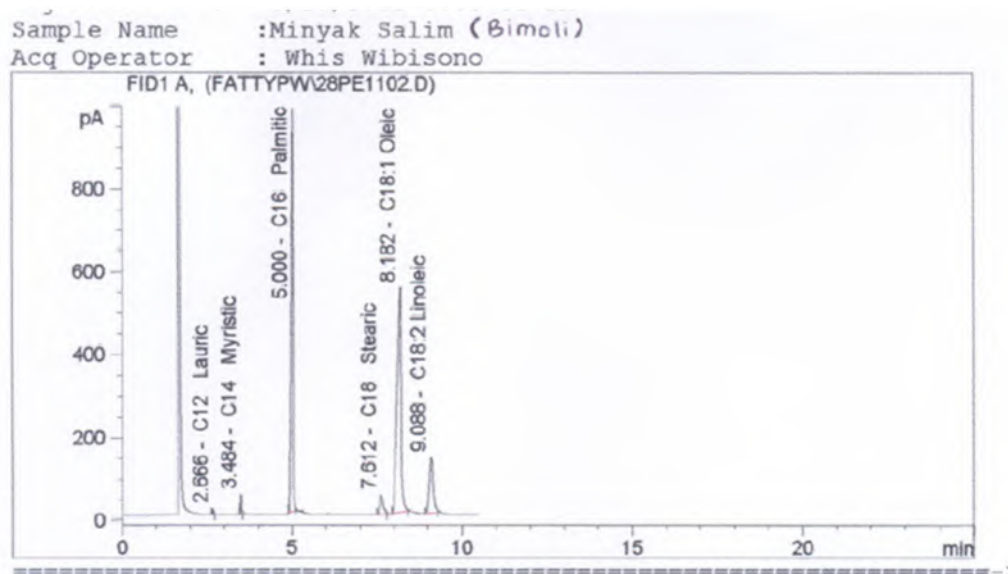


Gambar 4.3 Pola *X-ray Diffraction* untuk Hydrotalsit Terkalsinasi dengan 10 % Loading Na-K

Peak-peak yang muncul pada katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit menunjukkan bahwa katalis lebih aktif. Munculnya kristal Na-K tersebut menyebabkan *basic strength* (kekuatan basa) dan *basicity* (total basisitas dalam mmol/gram) meningkat. Hal ini memungkinkan reaktan bisa terabsorpsi pada bagian sisi aktif katalis dan produk mampu terdesorpsi keluar dari sisi aktif katalis dengan baik.

### 4.3 Karakteristik Bahan Baku Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kelapa sawit yang telah mengalami proses RBD (*refined, bleached, deodorized*). Komposisi dari minyak tersebut dapat diketahui melalui analisa *Gas Chromatography/Mass Spectrophotometry* (GC/MS). Dari hasil analisa kromatografi minyak dapat diketahui komposisi dari minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini (gambar 4.4).



Gambar 4.4 Kromatogram minyak kelapa sawit

Tabel 4.3 dibawah ini menunjukkan bahwa komposisi asam lemak minyak kelapa sawit didominasi oleh *oleic acid* yakni sebesar 45,962% dan diikuti oleh *palmitic acid* sebesar 38,201%. 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).

Tabel 4.3 Komposisi minyak kelapa sawit dari analisa GC/MS

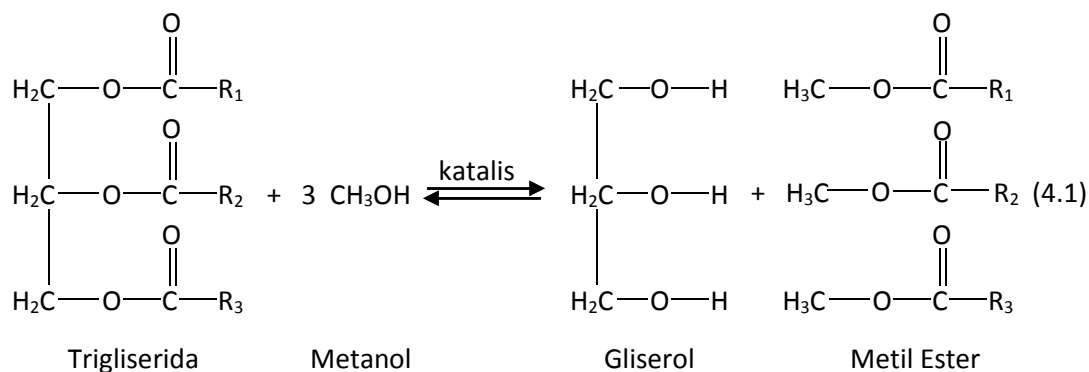
No.	Nama Asam Lemak	Kadar Asam Lemak (%)
1.	<i>Lauric (C12)</i>	0,262
2.	<i>Myristic (C14)</i>	1,012
3.	<i>Palmitic (C16)</i>	38,201
4.	<i>Stearic (C18)</i>	3,637
5.	<i>Oleic (C18)</i>	45,692
6.	<i>Linoleic (C18)</i>	10,926

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 dkk, 2008) dan 849,5 g/gmol (Leevijit dkk., 2004).

#### 4.4 Seleksi Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dengan Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Batch*

Katalis Na\_K/MgAl-Hydrotalsit yang telah disintesa dan dikarakterisasi kemudian diseleksi melalui reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dalam reaktor *batch*.

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

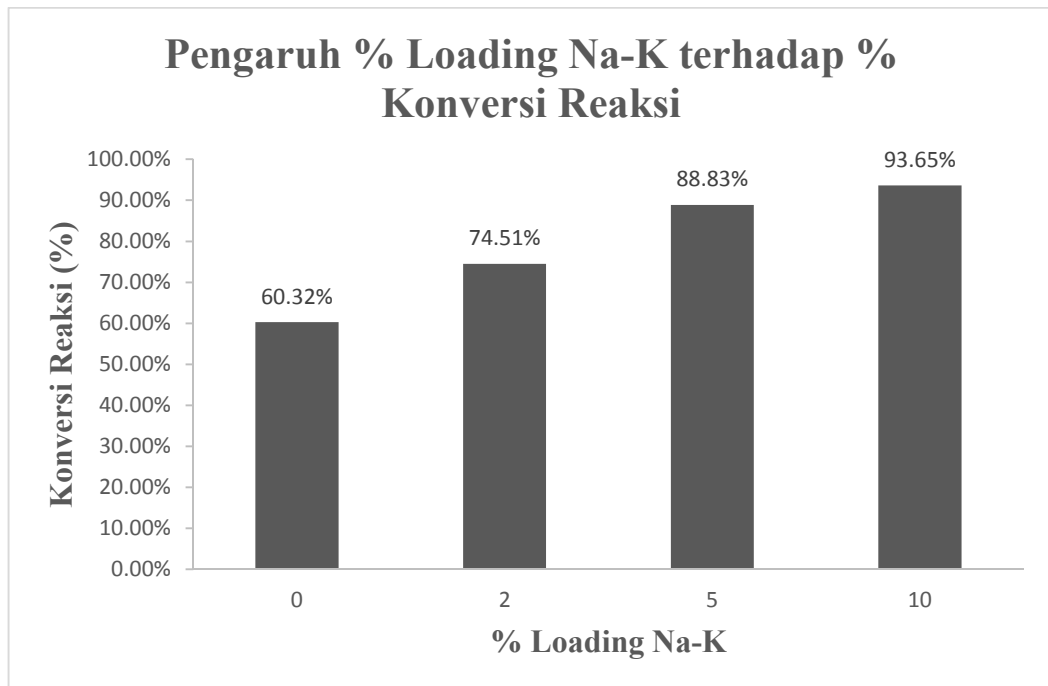


Pada penelitian ini, digunakan metanol eksek dengan perbandingan molar minyak sawit terhadap metanol sebesar 1 : 12 dan digunakan 6% berat katalis terhadap minyak, serta temperatur reaksi 65 °C selama 5 jam. Reaktor *batch* yang digunakan dalam proses transesterifikasi ini yaitu berupa rangkaian peralatan 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 Na-K/MgAl-Hydrotalsit yang telah disintesa. Parameter yang ditinjau dalam tahapan ini yaitu konversi reaksi transesterifikasi yang telah dicapai dari hasil analisa GC (*Gas Chromatography*).



Gambar 4.5 Diagram Pengaruh % Loading Na-K terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit

Dari gambar 4.5 terlihat bahwa terjadi kenaikan konversi reaksi seiring dengan meningkatnya % loading Na-K terhadap katalis MgAl-Hydrotalsit. Kenaikan konversi reaksi tersebut diakibatkan oleh penambahan logam sodium dan potasium pada *site active* katalis sehingga *basicity* dari katalis akan meningkat. Logam sodium dan potassium merupakan logam golongan IA yang memiliki tingkat kebasaaan (*basicity*) yang tinggi (semakin ke kiri golongan logam tersebut maka semakin basa logam itu).

#### 4.5 Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed* dengan Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit

Pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi yang dilakukan dengan 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. Menurut Feng, dkk (2011), konversi reaksi pada reaktor *fixed bed* dikendalikan oleh perbandingan molar minyak dan metanol, laju alir reaktan, temperatur reaksi, serta berat katalis.

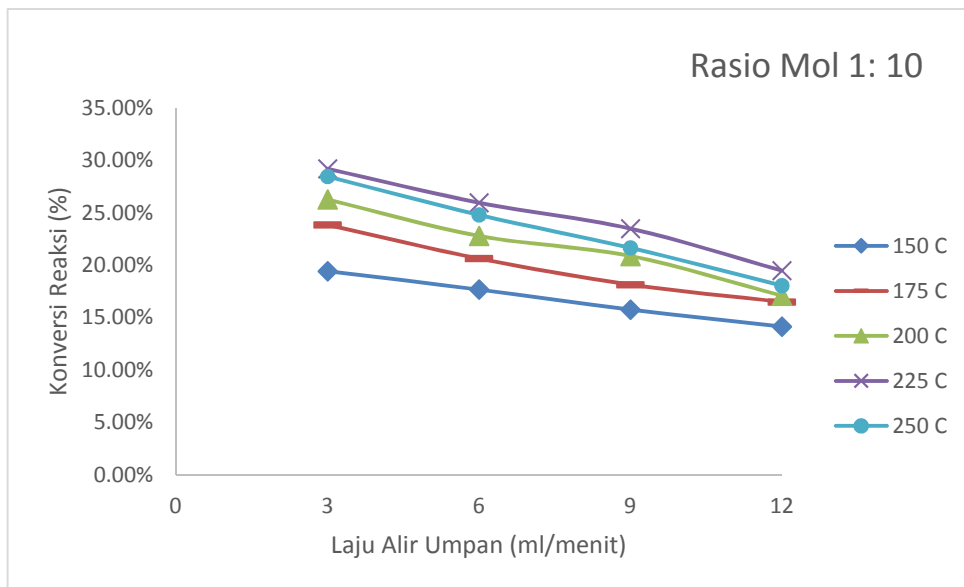
Variabel yang dipelajari pada penelitian ini, meliputi pengaruh perbandingan molar minyak-metanol, laju alir umpan ke dalam reaktor *fixed bed* serta pengaruh suhu operasi terhadap konversi reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel menggunakan katalis tersebut. Variasi perbandingan molar minyak-metanol yang digunakan yaitu, 1:10, 1:12 dan 1:24. Laju alir umpan ke dalam reaktor mulai dari 3, 6, 9 dan 12 ml/menit, dengan suhu operasi reaktor yang bervariasi yakni 150, 175, 200, 225 dan 250 °C. Sedangkan jumlah katalis di dalam reaktor dibuat tetap sebesar 10 gram.

Hasil uji katalitik yang telah dilakukan dalam reaktor *batch*, diperoleh konversi reaksi tertinggi sebesar 93,65% untuk katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dengan % loading Na-K sebesar 10%. Maka dari itu, katalis tersebut digunakan untuk uji lebih lanjut melalui reaksi transesterifikasi minyak sawit dalam reaktor *fixed bed*. Katalis tersebut kemudian dibentuk menjadi butiran pelet dengan ukuran diameter dan tebal berturut – turut sebesar 7 mm dan 3 mm, dimana satu pelet katalis memiliki berat  $\pm 0,2$  gram. Ukuran granul 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.

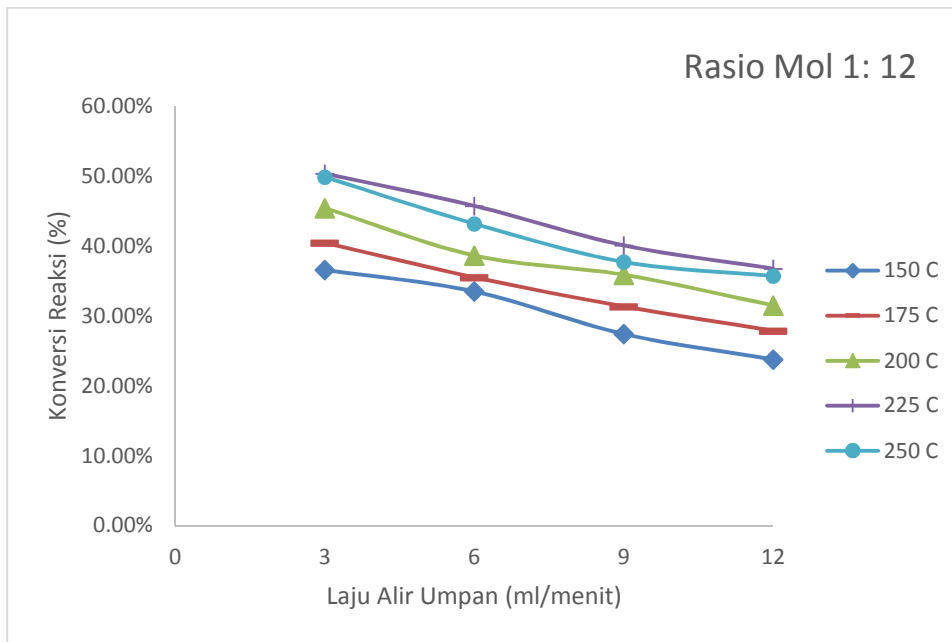
Reaktan yang digunakan yakni, minyak kelapa sawit dan metanol dicampur dan diaduk terlebih dahulu dengan kecepatan pengadukan sebesar 390 rpm di dalam tangki umpan. Campuran reaktan tersebut, kemudian dialirkan ke dalam reaktor *fixed bed* menggunakan pompa peristaltik yang dapat mengalirkan reaktan dengan laju alir terkecil sebesar 3 ml/menit. Produk yang dihasilkan, kemudian didinginkan melalui kondensor dan ditampung dalam tangki produk. Penggunaan kondensor sebagai media pendingin, selain untuk mendinginkan produk yang dihasilkan juga bertujuan untuk mengkondensasi 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).

#### 4.5.1. Pengaruh Laju Alir Umpan terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*

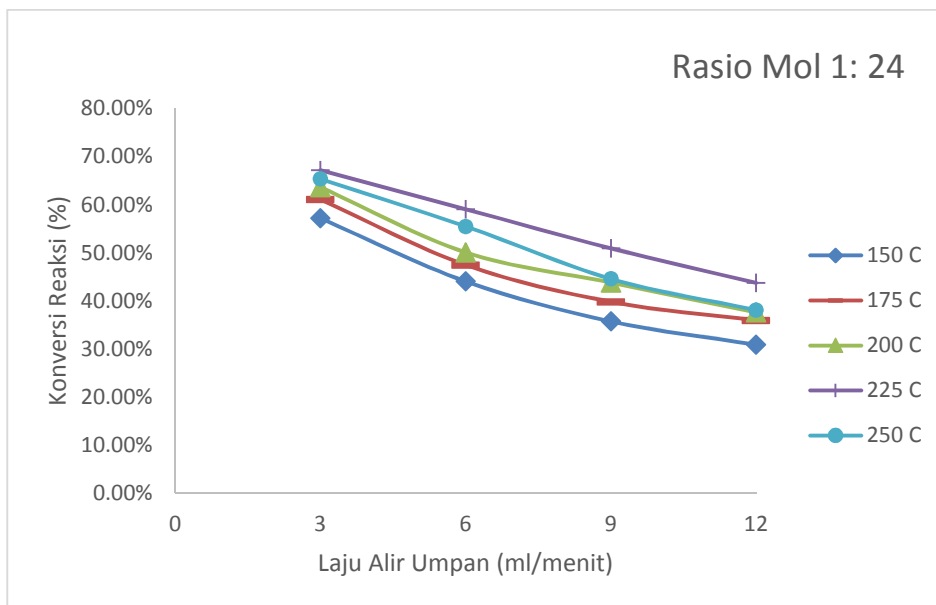
Laju alir reaktan merupakan salah satu variabel penting selama reaksi transesterifikasi dalam reaktor *fixed bed*. Laju alir reaktan ini memberikan pengaruh yang cukup besar terhadap waktu tinggal didalam reaktor kontinyu. Untuk mempelajari pengaruh laju alir umpan terhadap konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel, eksperimen dilakukan pada laju alir yang bervariasi yaitu 3, 6, 9 dan 12 ml/menit dimana rentang waktu pengambilan sampel ditetapkan sama.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.6. Pengaruh Laju Alir Umpan terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Suhu dan Rasio Mol Minyak Metanol (a), (b), (c)

Gambar 4.6 menunjukkan pengaruh laju alir umpan terhadap konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Terlihat bahwa semakin besar laju alir umpan yang dialirkan, maka semakin kecil konversi yang dihasilkan. Hal ini disebabkan dengan meningkatnya laju alir, maka waktu tinggal reaktan akan

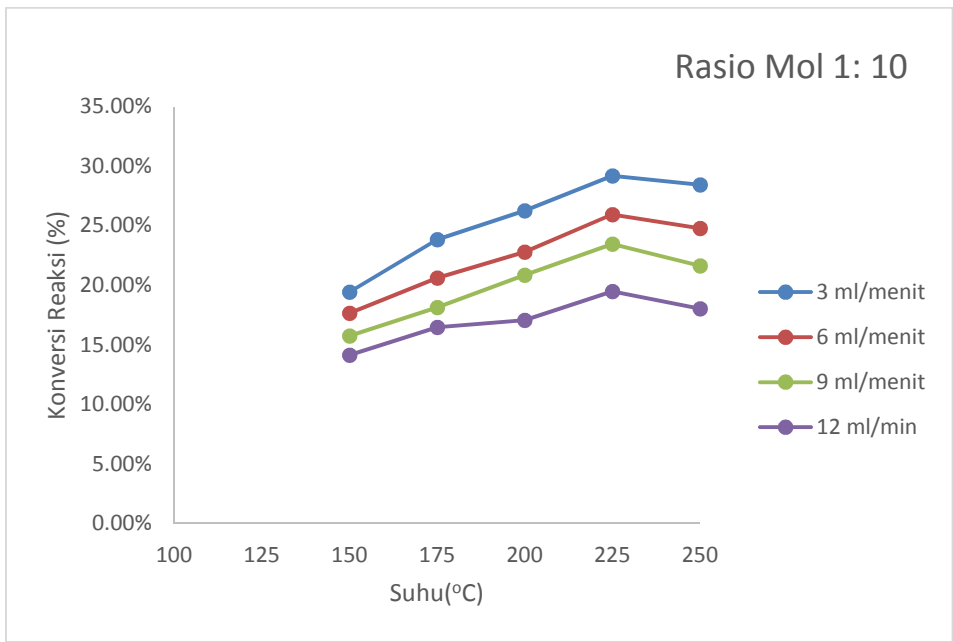


semakin berkurang sehingga lamanya kontak antar molekul akan semakin cepat dan mengakibatkan konversi reaksinya menurun. Sesuai dengan teori yang dikemukakan oleh Levenspiel (1999), bahwa waktu tinggal reaksi (*residence time of reaction* =  $\tau$ ) adalah volume reaktor efektif dibagi dengan laju volumetrik. *Residence time* pada transesterifikasi tergantung pada temperatur reaksi dimana dengan temperatur lebih tinggi membutuhkan *residence time* lebih pendek (Lin and Tan, 2013).

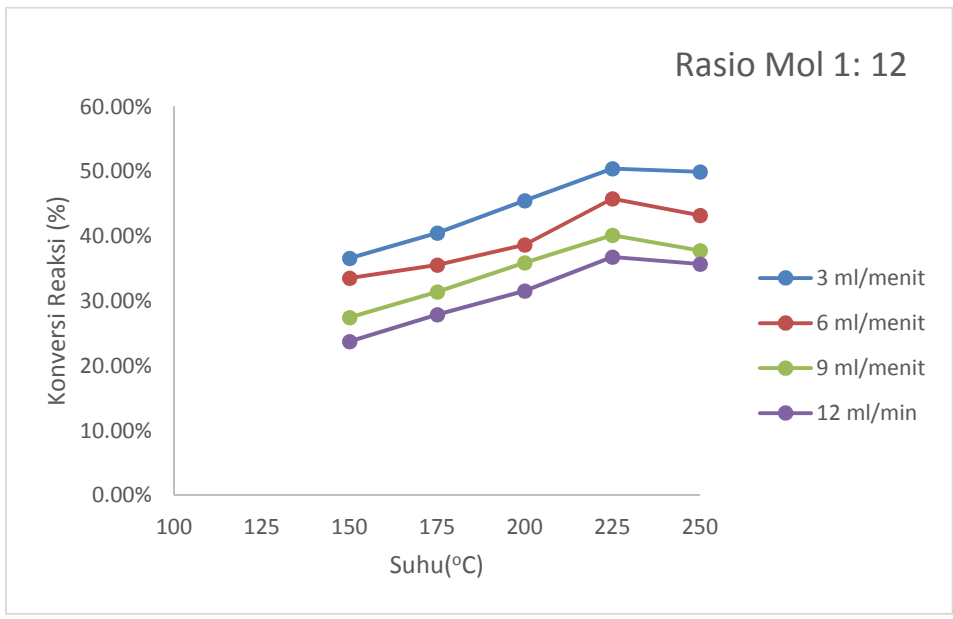
Laju alir umpan yang dialirkan juga dapat dipengaruhi oleh perpindahan massa ekstrapartikelnya (*film diffuse*). Apabila laju alir naik, maka kecepatan alirannya akan naik sehingga bilangan Renold ( $N_{Re}$ ) pun naik pula. Hal ini nantinya berdampak pada naiknya koefisien perpindahan massa yang ditandai dengan bilangan Sherwood ( $N_{Sh}$ ). Akan tetapi, pada kenyataannya konversi yang dihasilkan semakin turun, sehingga dapat disimpulkan bahwa *film diffuse* ini tidak mengontrol dan dapat diabaikan.

#### 4.5.2. Pengaruh Suhu Reaksi Transesterifikasi terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Reaktor *Fixed Bed*

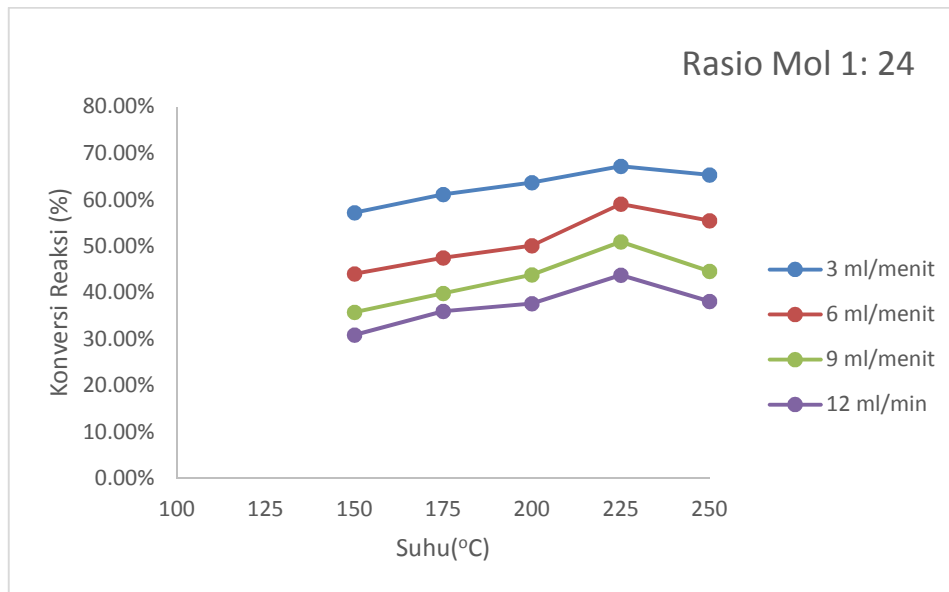
Suhu selama reaksi transesterifikasi juga merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi konversi reaksi transesterifikasi. Umumnya dalam proses *batch* dilakukan pada suhu yang mendekati titik didih alkohol yang digunakan (Zabeti dkk., 2010). Namun, untuk proses kontinyu lebih disukai suhu yang relatif lebih tinggi, karena dapat mereduksi waktu reaksi yang dibutuhkan (Furuta, dkk., 2004; Kumar, dkk., 2010). Oleh karena itu, untuk mengetahui pengaruh suhu reaksi terhadap konversi reaksi transesterifikasi, penelitian ini dilakukan pada berbagai suhu yang bervariasi mulai dari 150 °C hingga 250 °C dengan interval 25 °C.



(a)



(b)



(c)

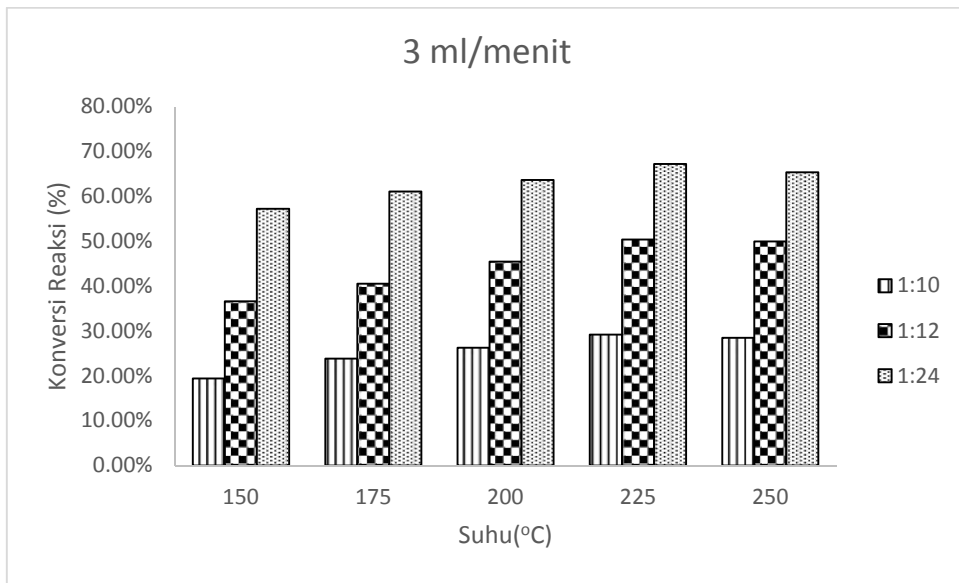
Gambar 4.7. Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Laju Alir dan Rasio Mol Minyak Metanol (a), (b), (c)

Dapat dilihat dari Gambar 4.7 diatas, kenaikan suhu mulai dari 150°C hingga 225°C cenderung mengakibatkan terjadinya kenaikan konversi reaksi pula, dimana kenaikan konversi cukup besar saat mencapai suhu 225°C. Hal ini terjadi karena dengan naiknya suhu, maka tumbukan antar partikel semakin besar, sehingga reaksi berjalan semakin cepat dan konstanta reaksi semakin besar. Berdasarkan teori Arrhenius, konstanta kecepatan reaksi yang naik akhirnya berdampak pada meningkatnya kecepatan reaksi. Sementara itu, pada suhu 250°C konversi reaksi dari minyak kelapa sawit menjadi biodiesel cenderung menurun. Hal ini disebabkan oleh temperatur reaksi tersebut melebihi *critical point* metanol yaitu 239,6°C. Jika metanol bekerja diatas temperature kritisnya maka tidak terbentuk fase liquid melainkan metanol secara keseluruhan berada dalam fase uap. Kondisi ini menyebabkan metanol dan minyak sulit bercampur secara homogen karena perbedaan fase diantara keduanya, sehingga kemungkinan kontak dalam fase liquid dan bereaksi cukup kecil. Dengan demikian, suhu operasi optimum pada penelitian ini adalah 225°C.

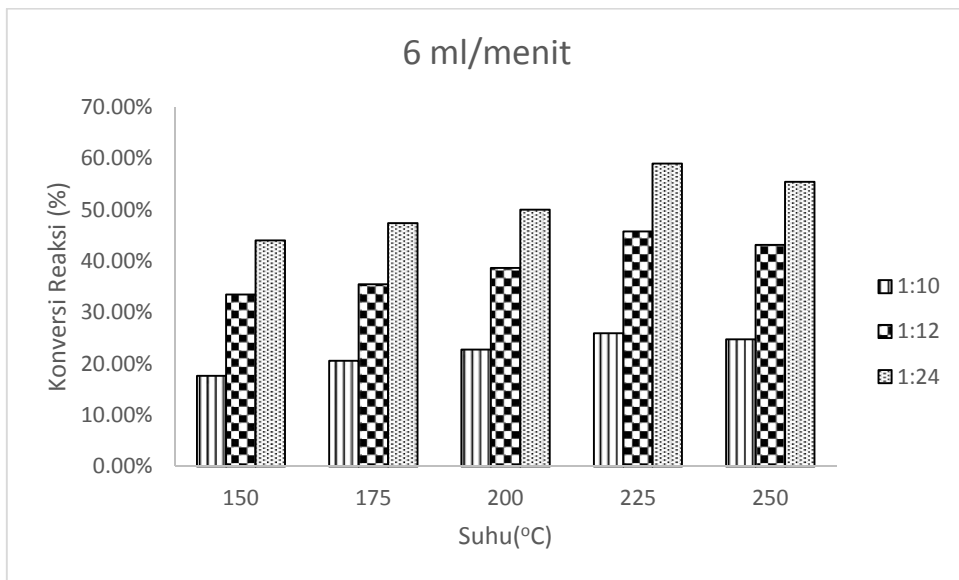
#### 4.5.3. Pengaruh Perbandingan Molar Minyak - Metanol terhadap Konversi Reaksi pada Reaktor *Fixed Bed*

Reaksi metanolisis merupakan reaksi reversible yang berjalan lambat sehingga kesetimbangan reaksi terjadi pada jangka waktu yang cukup lama. Tetapi hal itu bisa dihindari dengan memberikan metanol yang sangat berlebih dan agar kesetimbangan bergeser ke arah produk (Kirk Othmer). Untuk mengkaji pengaruh perbandingan molar minyak-metanol pada reaktor *fixed bed*, penelitian dilakukan dengan variasi rasio molar dari 1:10; 1:12 dan 1:24.

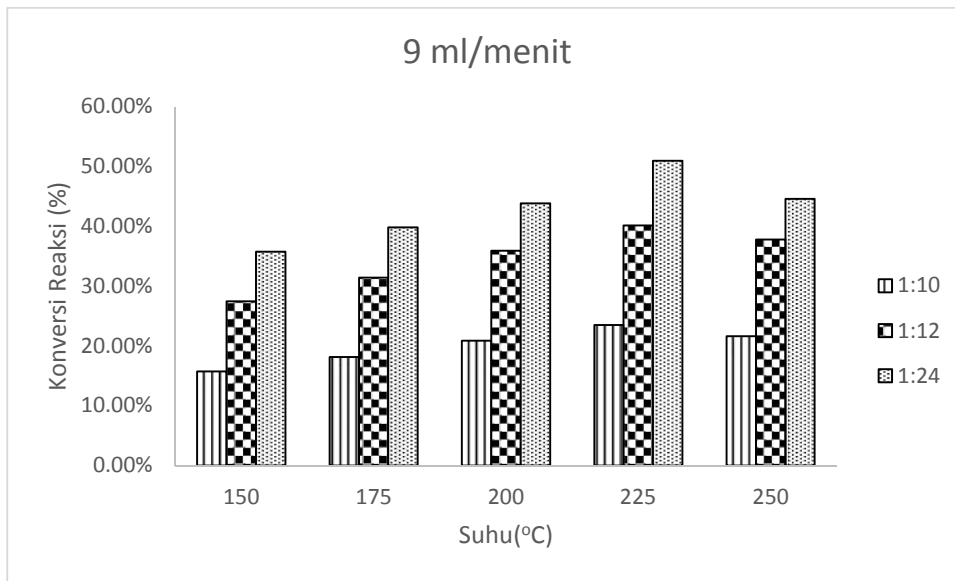
Gambar 4.8 menunjukkan pengaruh perbandingan molar minyak-metanol terhadap konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Berdasarkan Gambar 4.8 kenaikan perbandingan molar minyak-metanol diikuti dengan kenaikan konversi reaksi. Perbandingan molar 1:10 dan 1:12 masih memberikan pengaruh cukup besar terhadap kenaikan konversi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel. Namun, kelebihan jumlah metanol sampai dengan perbandingan molar 1:24 tidak memberikan kenaikan yang cukup signifikan dibanding dengan perbandingan molar 1:12, dimana jumlah molar dua kali lipat lebih besar. Kelebihan metanol sampai pada batas tertentu akan memberikan pengaruh untuk mendorong reaksi ke arah produk. Akan tetapi pada perbandingan molar tertentu kelebihan metanol justru menjadi kendala, antara lain menurunkan kadar biodiesel oleh karena metanol mampu melarutkan gliserol dalam campuran biodiesel dan minyak yang tidak bereaksi, sehingga sulit untuk dipisahkan dan membutuhkan biaya untuk proses pemisahan lebih lanjut (Leung and Guo, 2006).



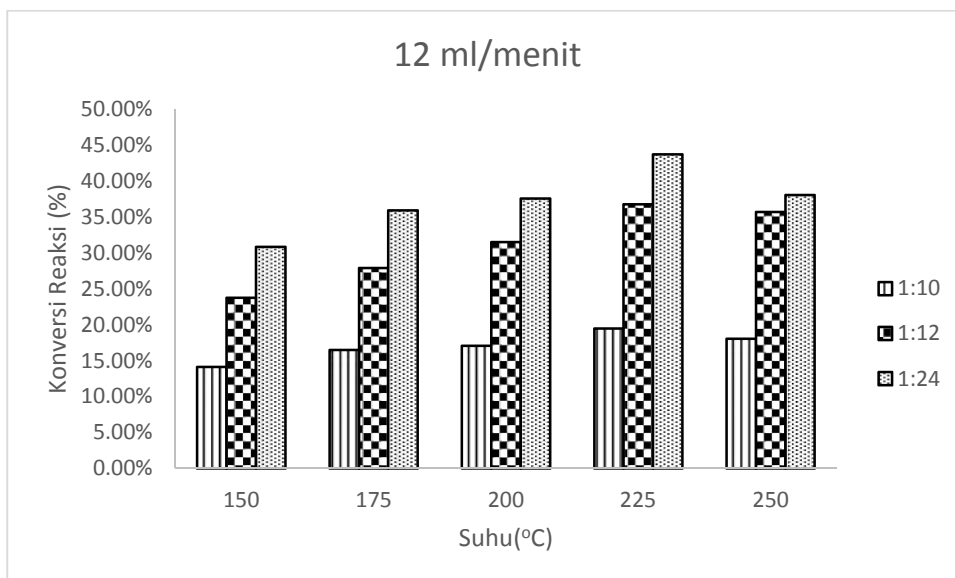
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 4.8. Pengaruh Rasio Molar Minyak – Metanol terhadap Konversi Minyak Kelapa Sawit pada Berbagai Suhu dan Laju Alir (a), (b), (c), (d)

Hasil tersebut menunjukkan pentingnya penggunaan metanol yang lebih besar dari kebutuhan stoikiometrinya untuk mencapai konversi metil ester maksimum. Hal ini membuktikan bahwa semakin besar perbandingan mol minyak-metanol, maka konversi reaksi yang dihasilkan juga semakin tinggi.

#### 4.6 Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit pada Reaktor *Fixed Bed*

Hal pertama yang perlu diketahui untuk menghitung kinetika reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit ini adalah dengan mengetahui pengaruh mass transfer-nya, yaitu regime yang mengontrol pada reaksi tersebut. Untuk mengetahui regime yang mengontrol, maka dapat digunakan modulus *Thiele* ( $M_T$ ) dengan persamaan sebagai berikut (Levenspiel, 1999) :

$$M_T = L \sqrt{\frac{k'}{D_e}} \quad (4.1)$$

Karena katalis yang digunakan berbentuk pellet yang mana memiliki dimensi silinder maka  $L = R/2$ , sehingga persamaan (4.1) menjadi

$$M_T = \frac{R}{2} \sqrt{\frac{k'}{D_e}} \quad (4.2)$$

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

$$D_e = \frac{D \cdot \epsilon_p K_r}{\tau_p} \quad (4.3)$$

dimana :

$D$  = koefisien difusi molekul

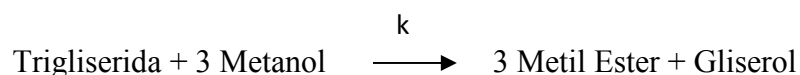
$\epsilon_p$  = porositas partikel

$K_r$  = faktor restriktif

$\tau_p$  = parameter *tortuosity*

Dari hasil perhitungan (Appendiks B.7.1), harga  $k'$  yang didapat sebesar 0,0092/menit diperoleh harga  $M_T$  sebesar 29,97 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).

Pada penelitian ini, biodiesel dihasilkan dari reaksi transesterifikasi antara trigliserida dengan metanol membentuk metil ester asam lemak (FAME) dan gliserol.



Reaksi transesterifikasi yang dilakukan pada penelitian ini, secara teoritis, mengikuti orde empat dengan persamaan laju reaksi sebagai berikut (Vujivic dkk, 2010).

$$-r_{TG} = k[C_{TG}][C_{MeOH}]^3$$

Akan tetapi, pada prakteknya metanol diberikan secara berlebih agar laju reaksi kearah produk lebih besar sehingga konversi reaktan menjadi produk biodiesel menjadi lebih besar pula. Levenspiel (1999) menyatakan bila salah satu reaktan ditambahkan berlebih, maka reaktan tersebut dapat diabaikan (konstan). Dengan demikian, laju reaksinya hanya tergantung pada reaktan dengan mol terkecil.

Liu, dkk. (2010) membentuk model liquid – liquid – solid dan model liquid – solid pada transesterifikasi minyak kedelai menjadi biodiesel dengan metanol menggunakan katalis padat basa dimana reaksi dianggap sebagai orde satu semu dengan metanol yang berlebih.

Berdasarkan asumsi Levenspiel (1999) dan Liu dkk (2010), secara sederhana persamaan laju reaksi transesterifikasi di atas dapat ditulis sebagai laju reaksi orde pertama sebagai berikut:

$$-r_{TG} = kC_{TG}$$

Reaktor yang digunakan dalam penelitian ini adalah termasuk jenis reaktor *plug flow* dimana reaktor tersebut merupakan model dari reaktor alir integral. Untuk reaktor *plug flow*, Levenspiel (1999) memaparkan persamaan umum kinetika reaksi yang dapat diturunkan dari neraca massa pada kondisi *steady state* berikut ini :

$$input = output + akumulasi \tag{4.4}$$

kemudian dapat dijabarkan menjadi

$$F_{A0} - F_{A0}X_{A in} = F_{A0} - F_{A0}X_{A out} + (-r'_A)\Delta W \tag{4.5}$$

Dalam bentuk diferensial, persamaan (4.5) menjadi

$$F_{A0}dX_A = (-r'_A)dW = (-r'''_A)dV_s \tag{4.6}$$

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

$$\frac{W}{F_{A0}} = \int_0^{X_{A out}} \frac{dX_A}{-r'_A} \text{ atau } \frac{V_s}{F_{A0}} = \int_0^{X_{A out}} \frac{dX_A}{-r'''_A} \tag{4.7}$$

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



$$\frac{WC_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau' \quad \left[ \frac{kg.s}{m^3} \right] \quad (4.8)$$

$$\frac{V_s C_{Ao}}{F_{Ao}} = \tau''' \quad \left[ \frac{m^3.s.s}{m^3} \right] \quad (4.9)$$

Sehingga untuk reaksi katalitik orde satu, persamaan (4.7) menjadi :

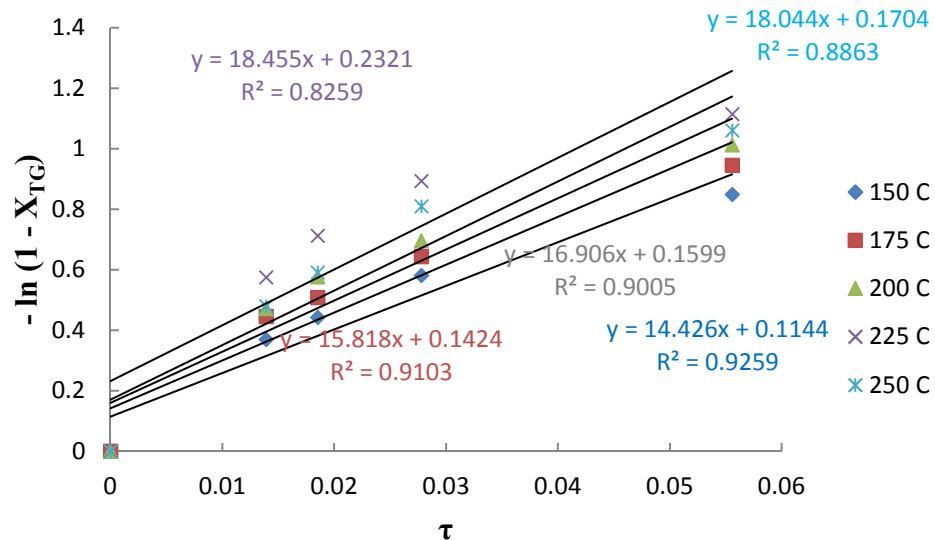
$$k'\tau' = k'''\tau''' = (1 + \epsilon_A) \ln \frac{1}{(1 - X_{A out})} - \epsilon_A X_{A out} \quad (4.10)$$

Dimana  $\epsilon_A$  dari reaksi transesterifikasi adalah 0, sehingga persamaannya menjadi :

$$k'\tau' = k'''\tau''' = \ln \frac{1}{(1 - X_{A out})} \quad (4.11)$$

Persamaan kinetika reaksi untuk reaktor *fixed bed* didasarkan pada data transesterifikasi dengan kondisi proses 10 g katalis, perbandingan molar 1:24, temperatur reaksi berturut – turut 150, 175, 200, 225, 250°C dan laju alir reaktan 3, 6, 9, 12 ml/menit.

Berdasarkan hasil penelitian, dibuat grafik hubungan  $\tau$  sebagai fungsi sumbu x dan  $-\ln(1 - X_{TG})$  sebagai fungsi sumbu y. Hasil plotting didapatkan konstanta kecepatan reaksi ( $k'$ ) yang merupakan nilai slope dari regresi linier yang terbentuk.



Gambar 4.9 Hubungan antara  $-\ln(1 - X_{TG})$  vs  $\tau$

Karena *regime* yang mengontrol adalah *regime* difusi, maka perlu dihitung nilai dari *effectiveness factor* ( $\xi$ ). Nilai *effectiveness factor* dapat dihitung dengan  $\xi = 1/M_T$ . Dengan demikian, persamaan kinetika reaksi menjadi

$$-r_{TG} = k' C_{TG} \xi \quad (4.12)$$

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

Tabel 4.4 menunjukkan persamaan kinetika reaksi yang didapatkan untuk berbagai variasi suhu reaksi.

Tabel 4.4 Persamaan Kinetika Reaksi Transesterifikasi untuk Berbagai Suhu Reaksi

Suhu Operasi Reaktor (°C)	Persamaan Kinetika Reaksi
150	$-r_{TG} = 0,00802.C_{TG}$
175	$-r_{TG} = 0.00880.C_{TG}$
200	$-r_{TG} = 0,00940.C_{TG}$
225	$-r_{TG} = 0,01026.C_{TG}$
250	$-r_{TG} = 0,01003.C_{TG}$

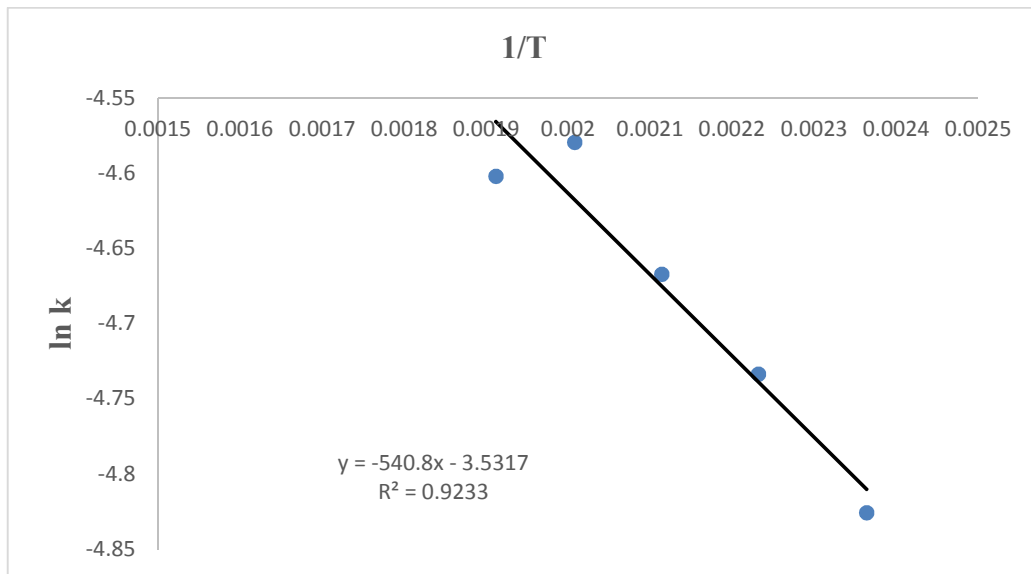
Kemudian berdasarkan hukum Arrhenius, konstanta kecepatan reaksi ( $k$ ) dapat dibuat korelasi dengan suhu reaksi, yakni

$$k = k_0 e^{-E_A/RT} \quad (4.13)$$

jika diubah secara logaritmik, maka persamaan (4.13) dapat menjadi :

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_A}{R} \left( \frac{1}{T} \right) \quad (4.14)$$

Dari persamaan (4.14) dan harga  $k$  yang telah diperoleh kemudian dibuat grafik hubungan  $\ln k$  vs  $(1/T)$  untuk mencari nilai energi aktivasi ( $E_A$ ) dari reaksi tersebut.



Gambar 4.10 Plot ln k vs 1/T

Gambar 4.10 menunjukkan plot antara ln k vs 1/T dimana persamaan linier yang diperoleh adalah  $y = -540,8 x - 3,5317$  dengan slope merupakan harga  $-E_A/R$  dan intersep adalah harga dari ln  $k_0$ . Sehingga, dengan harga  $R = 8,314$  Joule/mol.K maka harga energi aktivasi ( $E_A$ ) diperoleh sebesar 4496,21 J/mol. Selain itu, dari intersep tersebut juga diperoleh nilai  $k_0$  sebesar 0,02926/menit. Oleh karena itu, persamaan kinetika reaksi untuk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan menggunakan katalis Na-K/MgAl hydrotalsit secara umum dapat dijabarkan sebagai

$$-r_{TG} = 0,02926e^{-4496,21/8,314T} \cdot C_{TG} \quad (4.15)$$

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## 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 [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	5.0084
End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	89.9744
Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	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

B.1.1 Sintesa Katalis MgAl-Hydrotalsit dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaOH}$  sebagai agen presipitasi.

Sintesa katalis MgAl-Hydrotalsit 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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  = 0,06 gmol
- BM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  = 106 gram/gmol
- Berat  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  = mol  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  x BM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   
= 0,06 gmol x 106 gram/gmol  
= 6,36 gram

- mol  $\text{NaOH}$  = 0,18 gmol
- BM  $\text{NaOH}$  = 40 gram/gmol
- Berat  $\text{NaOH}$  = mol  $\text{NaOH}$  x BM  $\text{NaOH}$   
= 0,18 gmol x 40 gram/gmol  
= 7,2 gram



### B.1.2 Impregnasi Katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit dengan NaOH dan KOH

Loading Na-K terhadap Mg-Al/Hydrotalsit sebesar 2%, 5% dan 10 %

Basis 10 gram Mg-Al/Hydrotalsit

- 2% Loading Na-K

$$1\% \text{ Na} = 1\% \times 10 \text{ gram} = 0,1 \text{ gram Na}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= \frac{BM \text{ NaOH}}{BM \text{ Na}} \times \text{massa Na} = \frac{40 \text{ gram/gmol}}{23 \text{ gram/gmol}} \times 0,1 \text{ gram} \\ &= 0,17391 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$1\% \text{ K} = 1\% \times 10 \text{ gram} = 0,1 \text{ gram K}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \frac{BM \text{ KOH}}{BM \text{ K}} \times \text{massa K} = \frac{56 \text{ gram/gmol}}{39 \text{ gram/gmol}} \times 0,1 \text{ gram} \\ &= 0,14359 \text{ gram} \end{aligned}$$

- 5% Loading Na-K

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

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= \frac{BM \text{ NaOH}}{BM \text{ Na}} \times \text{massa Na} = \frac{40 \text{ gram/gmol}}{23 \text{ gram/gmol}} \times 0,25 \text{ gram} \\ &= 0,43478 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \frac{BM \text{ KOH}}{BM \text{ K}} \times \text{massa K} = \frac{56 \text{ gram/gmol}}{39 \text{ gram/gmol}} \times 0,25 \text{ gram} \\ &= 0,35897 \text{ gram} \end{aligned}$$

- 10% Loading Na-K

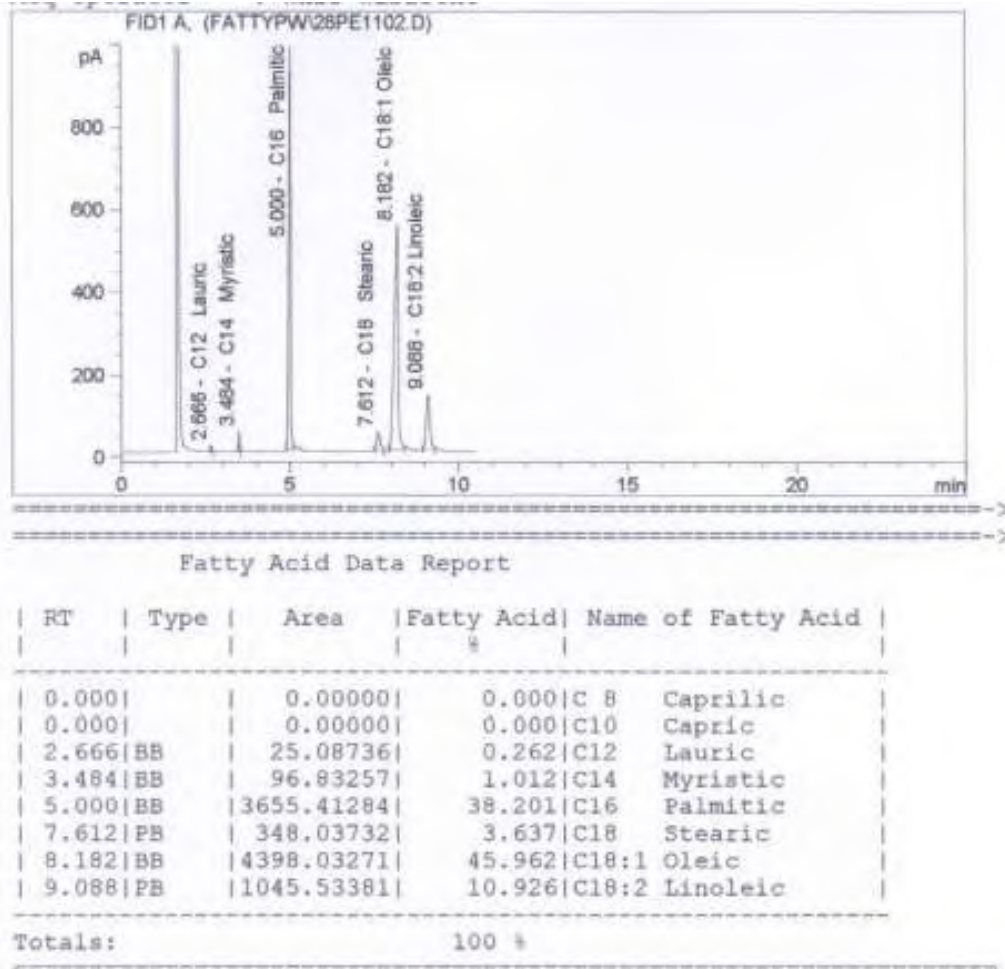
$$5\% \text{ Na} = 5\% \times 10 \text{ gram} = 0,5 \text{ gram Na}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= \frac{BM \text{ NaOH}}{BM \text{ Na}} \times \text{massa Na} = \frac{40 \text{ gram/gmol}}{23 \text{ gram/gmol}} \times 0,5 \text{ gram} \\ &= 0,86956 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \frac{BM \text{ KOH}}{BM \text{ K}} \times \text{massa K} = \frac{56 \text{ gram/gmol}}{39 \text{ gram/gmol}} \times 0,5 \text{ gram} \\ &= 0,71795 \text{ gram} \end{aligned}$$

## B2. Hasil Analisa GCMS Minyak Kelapa Sawit



### B.3 Perhitungan Densitas ( $\rho$ )

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

Persamaan yang digunakan adalah :

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

Keterangan :

$\rho$  = densitas, gr/ml

m = berat sampel, gram

v = volume sampel, ml

Diketahui :

Massa piknometer kosong = 14.6468 gram

Volume piknometer kosong = 5 ml

Densitas sampel biodiesel dapat ditabelkan sebagai berikut :

Tabel B.1 Hasil pengukuran densitas biodiesel menggunakan katalis Na-K/MgAl-HT untuk berbagai variasi % loading Na-K pada reaktor *batch*

% Loading	Massa piknometer isi – massa piknometer kosong (gram)	Densitas (gr/ml)
2	4,3451	0,8699
5	4,3148	0,8690
10	4,2860	0,8630

#### B.4 .Perhitungan Viskositas Kinematic

a. Mencari nilai k dari viscometer ostwold dengan menggunakan air

1. Data densitas dan viskositas air pada berbagai temperature seperti ditunjukkan pada Tabel B.2

Tabel B.2 Data Viskositas Dinamis dan Densitas Air pada Berbagai Temperatur

No	Temperature		Air	
	C°	K	Viskositas (cP)	Densitas (g/cm <sup>3</sup> )
1	30	303,15	0.8007	0.99568
2	40	313,15	0.656	0.99225
3	50	323,15	0.5494	0.98807
4	60	333,15	0.4688	0.98324

(Geankoplis, 1993)

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

$$v = k \times t$$

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

Keterangan :

$v$  = viskositas kinematic,  $\text{mm}^2/\text{s}$

$k$  = koefisien viscometer ostwold,  $\text{mm}^2/\text{s}^2$

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

$\mu$  = viskositas dinamis, cP

$\rho$  = densitas,  $\text{g}/\text{cm}^3$

Hasil perhitungan k viscometer ostwold seperti ditunjukkan pada Tabel B.3.

Tabel B.3. Hasil perhitungan nilai k pada viscometer ostwold

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

- b. Menghitung viskositas kinematic sampel

Menghitung viskositas kinematic sampel dari data waktu yang didapat dari viscometer ostwold dengan nilai  $k = 2,5$  menggunakan persamaan :

$$v = k \times t$$

Tabel B.4 Hasil perhitungan viskositas kinematic biodiesel menggunakan katalis

Na-K/MgAl-HT untuk berbagai variasi % loading Na-K pada reaktor *batch*

% Loading	Waktu (s)			Viskositas Kinematic (mm <sup>2</sup> /s)
	1	2	Rata-rata	
2	1.35	1.37	1.36	3.3999993
5	1.13	1.16	1.145	2.8624994
10	1.09	1.05	1.07	2.6749994

## B.5 Perhitungan Konversi Reaksi Transesterifikasi pada Reaktor Batch

B.5.1 Perhitungan kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) pada produk reaksi transesterifikasi dari analisa GC (*Gas Chromatography*)

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

a) Standar Validasi

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

b) Penentuan Sampel FAME

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

Tabel B.5. Rekapitulasi standarisasi FAME

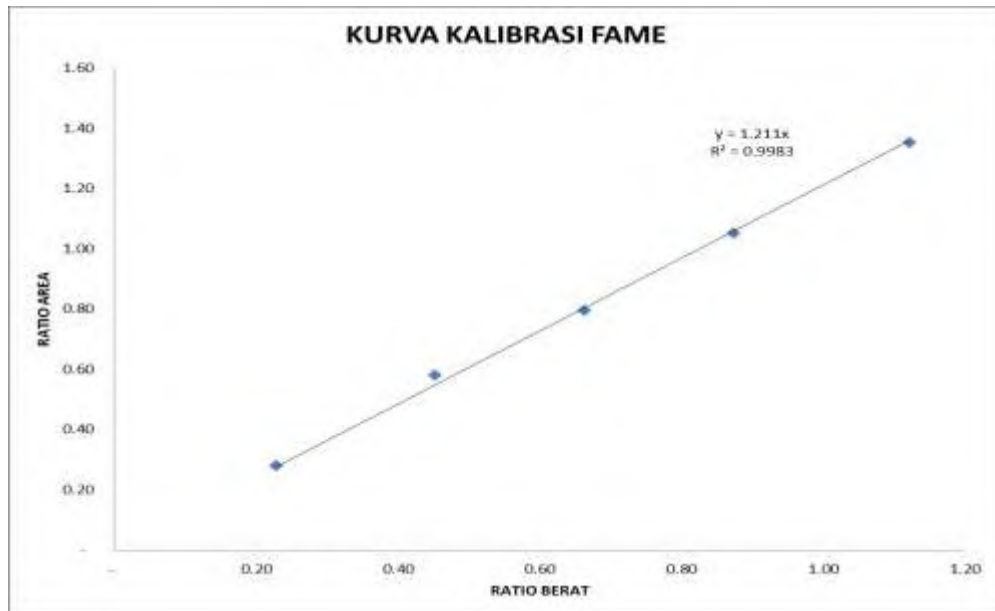
NO	BERAT (gr)		AREA				RATIO FAME	
	FAME	AM ALKOHOL	AM ALKOHOL	UNKNOWN 1	TOTAL	FAME	BERAT	AREA
1	0.0899	0.3945	10,425,856.8800		13,350,045.28	2,924,188.40	0.23	0.28
2	0.1774	0.3921	9,927,710.5900		15,688,439.05	5,760,728.46	0.45	0.58
3	0.2604	0.3932	10,133,199.9700		18,189,648.97	8,056,449.00	0.66	0.80
4	0.3592	0.4109	9,622,400.6200		19,757,901.53	10,135,500.91	0.87	1.05
5	0.4380	0.3905	10,418,363.4800		24,509,177.72	14,090,814.24	1.12	1.35

Dimana,

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

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

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

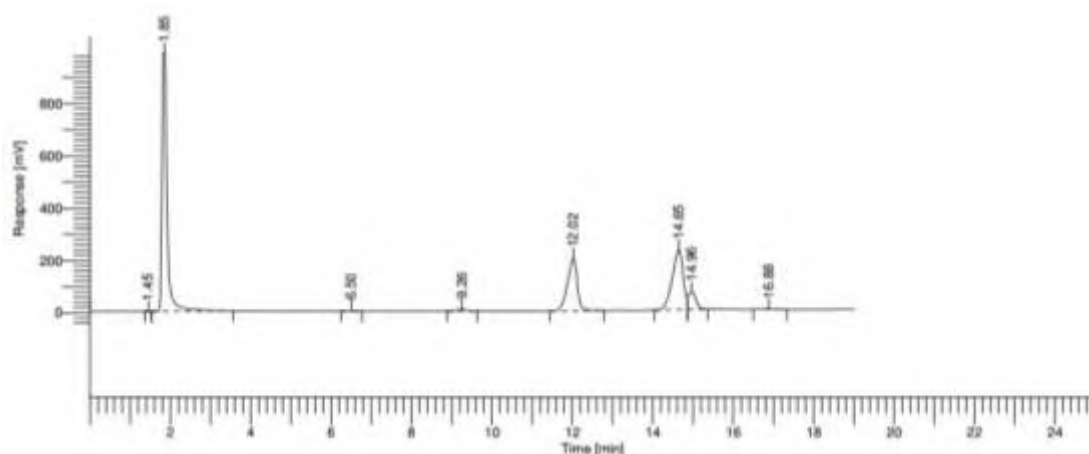


Gambar B.1. Kurva kalibrasi FAME

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

Contoh perhitungan kadar (%) FAME hasil analisa GC pada sampel produk reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis 5% Na-K terhadap MgAl-Hydrotalsit pada reaktor batch.

### Hasil Analisa GC



Peak #	komponen Name	Time [min]	Area [uV*sec]	Height [uV]	Area [%]
1		1.451	1337.50	298.54	0.01
2		1.851	8818771.26	1.02e+06	50.46
3		6.502	10630.55	727.31	0.06
4		9.256	89027.17	5601.43	0.51
5		12.022	3329476.73	198782.34	19.05
6		14.648	4314244.44	230599.33	24.69
7		14.964	871887.44	66992.99	4.99
8		16.883	41283.85	1827.14	0.24
			17476658.94	1.52e+06	100.00

Data yang diketahui :

- Berat amyl alcohol: 0,2909 gram
- Berat sampel : 0,2926 gram

Data yang didapat :

- Area amyl alcohol : 8818771,26
- Area FAME : 8656550,18

Dihitung :

$$\text{ratio area FAME} = \frac{8656550,18}{8818771,26}$$

$$\text{ratio area FAME} = 0,982$$

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

$$\text{ratio berat FAME} = \frac{0,982}{1,211}$$

$$\text{ratio berat FAME} = 0,88$$

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

$$\text{berat FAME} = 0,88 \times 0,2909$$

$$\text{berat FAME} = 0,2547 \text{ gram}$$

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

$$\text{kadar (\%) FAME} = \frac{0,2547}{0,2926} \times 100 \% = 87,05 \%$$

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

Tabel B.6. Rekapitulasi perhitungan kadar (%) FAME dari hasil analisa GC menggunakan katalis Na-K/MgAl-Hydrotalsit untuk berbagai variasi % loading Na-K pada reaktor *batch*

Kode	BERAT (gr)		AREA		RATIO AREA	BERAT		
	SAMPEL	AM ALCOHOL	AM ALCOHOL	FAME		TERUKUR	TERHITUNG (gr)	PERSEN
2% Na-K	0,2939	0,2925	9,922,249.76	8,152,604.20	0.822	0.73	0.2144	72.94
5% Na-K	0,2926	0,2909	8,818,771.26	8,656,550.18	0.982	0.88	0.2547	87.05
10% Na-K	0,3243	0,2951	10,059,492.89	11,452,982.69	1.139	1.02	0.2997	92.41

#### B.4.2 Perhitungan konversi reaksi transesterifikasi.

- Volume minyak sawit awal = 60 ml
- Densitas minyak sawit = 0,9056 gr/ml
- Massa minyak sawit awal = 54.336 gram
- BM minyak sawit = 850,32 gram/gmol
- Mol minyak sawit awal = 0.0639 gmol



Contoh perhitungan konversi reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis 5% Na-K terhadap MgAl-Hydrotalsit pada reaktor batch.

- Volume produk = 64 ml
- Densitas produk = 0,8690 gr/ml
- Massa produk = 55.6173 gram
- % FAME = 87,05 %
- Massa FAME = % FAME x massa produk  
= 87,05 % x 55.6173 gram  
= 48.4148 gram
- BM FAME = 284,3 gram/gmol
- Mol FAME = 0.1703 gmol
- Konversi reaksi =  $\left( \frac{\text{mol FAME yang terbentuk}}{3 \times \text{mol minyak mula-mula}} \right) \times 100 \%$   
=  $\left( \frac{0.1703}{3 \times 0,0639} \right) \times 100 \%$   
= 88,83 %

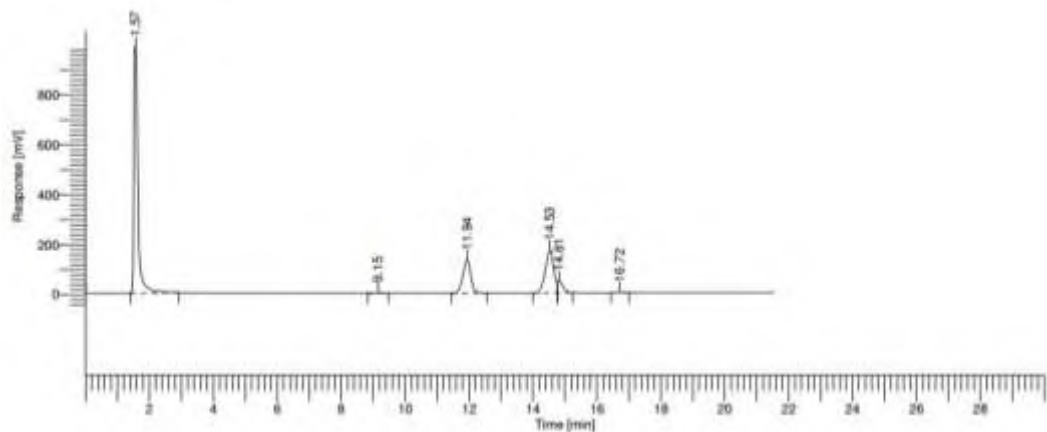
Tabel B.7. Rekapitulasi perhitungan konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor *batch*

No.	Katalis	Massa Produk (gram)	% FAME	Massa FAME (gram)	mol FAME	Konversi (%)
1	0% Na-K	55.0720	59.69%	32.8725	0.1156	60.32%
2	2% Na-K	55.6710	72.94%	40.6065	0.1428	74.51%
3	5% Na-K	55.6173	87.05%	48.4148	0.1703	88.83%
4	10% Na-K	55.2294	92.41%	51.0375	0.1795	93.65%

## B.6 Perhitungan Konversi Reaksi Transesterifikasi pada Reaktor *Fixed Bed*

B.6.1 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 perbandingan molaritas minyak-metanol 1:12, suhu operasi 225°C dan laju alir 3 ml/menit.



Peak #	Time [min]	Area [ $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ ]	Height [ $\mu\text{V}$ ]	Area [%]
1	1.570	9004610.24	1.02e+06	60.39
2	9.154	48608.96	2874.20	0.33
3	11.942	2218529.06	131695.44	14.88
4	14.534	3083598.20	171182.84	20.68
5	14.814	525813.79	45508.63	3.53
6	16.723	28677.88	1766.01	0.19
		14909838.13	1.38e+06	100.00

Berdasarkan analisa GC (*Gas Chromatography*) di atas, kadar FAME (*fatty acid methyl ester*) yang didapat sebesar 50,58%.

#### B.6.2 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 = 50,58%
- Mass rate FAME =  $Kadar\ FAME \times Mass\ rate\ minyak$   
 $= 50,58\% \times 1.7907 \frac{gr}{menit}$   
 $= 0.905743\ gram/menit$
- Mol rate minyak =  $\frac{mass\ rate\ minyak}{BM\ minyak}$   
 $= \frac{1.7907\ gram/menit}{850,32\ gram/gmol}$   
 $= 0.0021\ gmol/menit$
- Mol rate FAME =  $\frac{mass\ rate\ FAME}{BM\ FAME}$   
 $= \frac{0.905743\ gram/menit}{284,3\ gram/gmol}$   
 $= 0.003186\ gmol/menit$
- Konversi reaksi =  $\left( \frac{mol\ FAME\ yang\ terbentuk}{3 \times mol\ minyak\ mula-mula} \right) \times 100\ \%$   
 $= \left( \frac{0.003186}{3 \times 0,0021} \right) \times 100\ \%$   
 $= 50.43\ \%$

Tabel B.8. Rekapitulasi perhitungan konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor  
*fixed bed*

No.	Rasio Mol	Suhu (°C)	Flow Rate (ml/min)	% FAME	Massa Rate FAME (gram/menit)	Mol Rate FAME (gmol/menit)	Konversi (%)
1	1:10	150	3	19.49%	0.370003581	0.00130145	19.43%
2			6	17.72%	0.672891286	0.00236684	17.67%
3			9	15.81%	0.900722898	0.00316821	15.77%
4			12	14.18%	1.076585144	0.00378679	14.13%
5		175	3	23.93%	0.454424164	0.0015984	23.86%
6			6	20.69%	0.785730431	0.00276374	20.63%
7			9	18.20%	1.036584729	0.00364609	18.14%
8			12	16.54%	1.256051397	0.00441805	16.49%
9		200	3	26.34%	0.500172305	0.00175931	26.26%
10			6	22.86%	0.86822201	0.00305389	22.80%
11			9	20.94%	1.192461078	0.00419438	20.87%
12			12	17.13%	1.301291242	0.00457718	17.08%
13		225	3	29.29%	0.556044679	0.00195584	29.20%
14			6	26.04%	0.988637775	0.00347745	25.96%

15			9	23.56%	1.341780301	0.00471959	23.49%	
16			12	19.54%	1.484033265	0.00521996	19.48%	
17		250	3	28.54%	0.541883002	0.00190603	28.45%	
18			6	24.87%	0.94442106	0.00332192	24.80%	
19			9	21.71%	1.236564898	0.00434951	21.64%	
20			12	18.11%	1.375275589	0.00483741	18.05%	
21	1:12	150	3	36.74%	0.657827015	0.00231385	36.62%	
22			6	33.64%	1.20479181	0.00423775	33.54%	
23			9	27.53%	1.478949994	0.00520208	27.45%	
24			12	23.78%	1.708393926	0.00600912	23.78%	
25			175	3	40.64%	0.727745826	0.00255978	40.52%
26				6	35.67%	1.277494764	0.00449347	35.56%
27				9	31.50%	1.691959897	0.00595132	31.40%
28				12	28.00%	2.005764387	0.0070551	27.92%
29			200	3	45.62%	0.817010944	0.00287376	45.49%
30				6	38.82%	1.390309693	0.00489029	38.70%
31				9	36.04%	1.936119062	0.00681013	35.93%
32				12	31.65%	2.266764267	0.00797314	31.55%
33			225	3	50.58%	0.905742713	0.00318587	50.43%
34				6	45.95%	1.645706311	0.00578863	45.81%
35				9	40.27%	2.163463498	0.00760979	40.15%
36				12	36.94%	2.645701812	0.00930602	36.82%
37			250	3	50.09%	0.896947988	0.00315493	49.94%
38				6	43.38%	1.5534501	0.00546412	43.24%
39				9	37.89%	2.035235152	0.00715876	37.77%
40				12	35.85%	2.567718884	0.00903172	35.74%
41	1:24	150	3	49.39%	0.659619333	0.00232015	57.22%	
42			6	45.20%	1.207198977	0.00424622	44.07%	
43			9	37.85%	1.516548507	0.00533432	35.74%	
44			12	34.98%	1.868397062	0.00657192	30.89%	
45			175	3	56.31%	0.752051253	0.00264527	61.12%
46				6	50.63%	1.352402888	0.00475696	47.49%
47				9	43.95%	1.760737549	0.00619324	39.83%
48				12	40.07%	2.140478441	0.00752894	35.96%
49			200	3	61.86%	0.826199254	0.00290608	63.67%
50				6	53.25%	1.422286321	0.00500277	50.10%
51				9	47.96%	1.921539642	0.00675885	43.83%
52				12	41.74%	2.229712207	0.00784281	37.63%
53			225	3	67.41%	0.900267035	0.00316661	67.21%
54				6	60.27%	1.609706978	0.005662	59.09%
55				9	53.11%	2.127828218	0.00748445	50.96%
56				12	43.88%	2.343973238	0.00824472	43.75%

57			3	65.56%	0.875621678	0.00307992	65.37%
58		250	6	56.68%	1.513944238	0.00532516	55.51%
59			9	48.74%	1.952827163	0.0068689	44.60%
60			12	42.20%	2.254500985	0.00793001	38.08%

## B.7 Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Pada Reaktor *Fixed Bed*

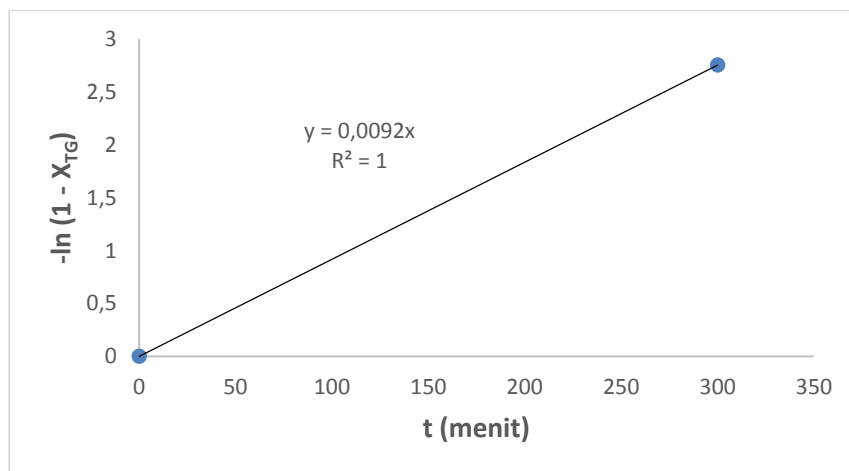
### B.7.1 Perhitungan Modulus *Thiele* untuk Mengetahui Regime yang Mengontrol

Modulus *thiele* dihitung berdasarkan persamaan berikut :

$$M_T = L \sqrt{\frac{k_r}{De}} \quad (1)$$

Untuk mencari nilai  $k'$  maka diplot grafik hubungan antara  $-\ln(1 - X_{TG})$  vs  $t$  dari reaktor batch, dimana nilai  $k'$  merupakan slope dari garis lurus.

Diperoleh gambar sebagai berikut :



Gambar B.2. Hubungan antara  $-\ln(1 - X_{TG})$  vs  $t$

Berdasarkan Gambar B.2. diatas, didapatkan nilai slope  $k'$  sebesar 0,0092/menit.

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) :

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

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  $\tau_p$  berkisar antara 1,4 sampai 10 atau 12 (Lukic dkk, 2009)

Karena partikel berbentuk pellet, maka harga  $\varepsilon_p = \varepsilon_m + \varepsilon_\mu$  dimana

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

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

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

Sehingga,  $\varepsilon_p = 0,5199 + 0,0728 = 0,5927$

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

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

$d_m = \text{diameter molekul trigliserida} = 2 \text{ nm} = 2 \times 10^{-9} \text{ m}$  (Lukic dkk, 2009)

$K_r = 0,4069$

$$D_e = \frac{7,8 \times 10^{-10} \times 0,5927 \times 0,4069}{6} = 3,136 \times 10^{-11}$$

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

$$M_T = L \sqrt{\frac{k'}{D_e}} = 1,75 \times 10^3 \sqrt{\frac{0,0092}{3,136 \times 10^{-11}}} = 29,97$$

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

$$\xi = \frac{1}{29,97} = 0,03336$$

### B.7.2 Menghitung Kinetika Reaksi

Persamaan kinetika reaksi untuk reaktor *fixed bed* didasarkan pada data transesterifikasi dengan kondisi proses 10 g katalis, perbandingan molar 1:24,

temperatur reaksi berturut – turut 150, 175, 200, 225, 250°C dan laju alir reaktan 3, 6, 9, 12 ml/menit.

Dengan menggunakan metode integral, persamaan umum kinetika reaksi untuk orde satu dan dua adalah

$$k'\tau = -\ln(1 - X_A) \quad (3)$$

$$k'\tau C_{A0} = \frac{X_A}{1-X_A} \quad (4)$$

dimana,

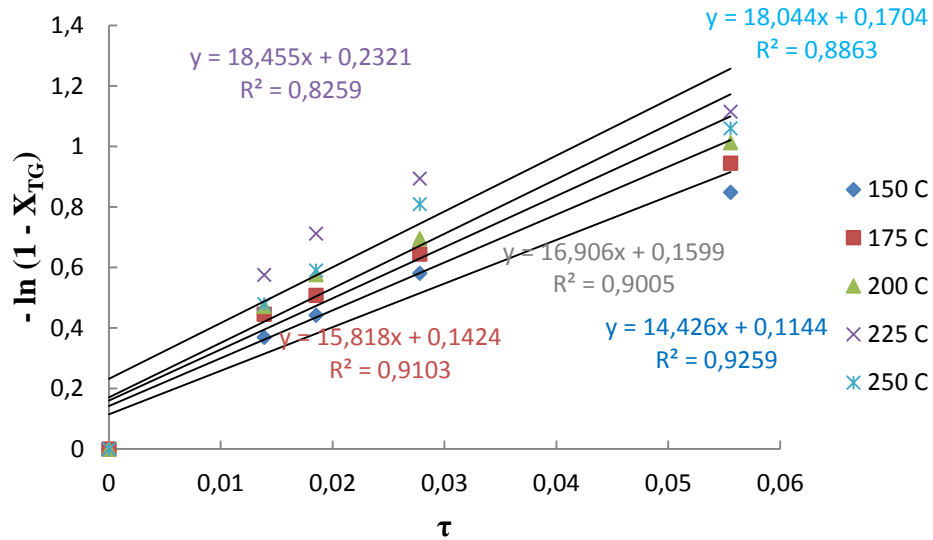
$$\tau = \frac{W.C_{A0}}{F_{A0}} \quad (5)$$

Tabel B.9. Rekapitulasi Perhitungan Kinetika Reaksi dengan Metode Integral

No	Suhu (°C)	Flow Rate (ml/jam)	Rate Minyak (mol/jam)	C <sub>A0</sub>	Konversi (X <sub>TG</sub> )	τ	-ln (1 - X <sub>TG</sub> )
1	150	0	0		0.00%	0	0
2		180	0.09424	0.52353	57.22%	0.05556	0.84902
3		360	0.18847	0.52353	44.07%	0.02778	0.581
4		540	0.28271	0.52353	35.74%	0.01852	0.44226
5		720	0.37694	0.52353	30.89%	0.01389	0.36942
6	175	0	0		0.00%	0	0
7		180	0.09424	0.52353	61.12%	0.05556	0.94481
8		360	0.18847	0.52353	47.49%	0.02778	0.64409
9		540	0.28271	0.52353	39.83%	0.01852	0.50798
10		720	0.37694	0.52353	35.96%	0.01389	0.44568
11	200	0	0		0.00%	0	0
12		180	0.09424	0.52353	63.67%	0.05556	1.01244
13		360	0.18847	0.52353	50.10%	0.02778	0.69511
14		540	0.28271	0.52353	43.83%	0.01852	0.57673
15		720	0.37694	0.52353	37.63%	0.01389	0.47202
16	225	0	0		0.00%	0	0
17		180	0.09424	0.52353	67.21%	0.05556	1.11493
18		360	0.18847	0.52353	59.09%	0.02778	0.89381
19		540	0.28271	0.52353	50.96%	0.01852	0.71244
20		720	0.37694	0.52353	43.75%	0.01389	0.57532
21	250	0	0		0.00%	0	0
22		180	0.09424	0.52353	65.37%	0.05556	1.06034

23	360	0.18847	0.52353	55.51%	0.02778	0.80994
24	540	0.28271	0.52353	44.60%	0.01852	0.59067
25	720	0.37694	0.52353	38.08%	0.01389	0.4794

Untuk mencari nilai  $k'$  maka diplot grafik hubungan antara  $-\ln(1 - X_{TG})$  vs  $\tau$  dimana nilai  $k'$  merupakan slope dari garis lurus.



Gambar B.3. Hubungan antara  $-\ln(1 - X_{TG})$  vs  $\tau$

Kemudian berdasarkan perhitungan Modulus Thiele dan orde reaksi yang diperoleh, maka persamaan kinetika reaksi transesterifikasi menjadi :

$$-r_A = k' C_{TG}^2 \xi \quad (6)$$

dimana  $k = k' \xi$

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

Suhu (°C)	Slope	$k'$ /menit	$M_T$	$\xi$	$k$
150	14.426	0.2404	29.975	0.03336	0.0080
175	15.818	0.2636	29.975	0.03336	0.0088
200	16.906	0.2818	29.975	0.03336	0.0094
225	18.455	0.3076	29.975	0.03336	0.0103
250	18.044	0.3007	29.975	0.03336	0.0100



Persamaan kinetika reaksi pada berbagai temperatur ditunjukkan seperti pada tabel B.10 dibawah ini.

Tabel B.11. Persamaan Kinetika Reaksi dalam *Regime* Difusi

Suhu Operasi Reaktor (°C)	Persamaan Kinetika Reaksi
150	$-r_{TG} = 0,00802.C_{TG}$
175	$-r_{TG} = 0.00880.C_{TG}$
200	$-r_{TG} = 0,00940.C_{TG}$
225	$-r_{TG} = 0,01026.C_{TG}$
250	$-r_{TG} = 0,01003.C_{TG}$

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

$$k = k_0 e^{-E_A/RT} \quad (7)$$

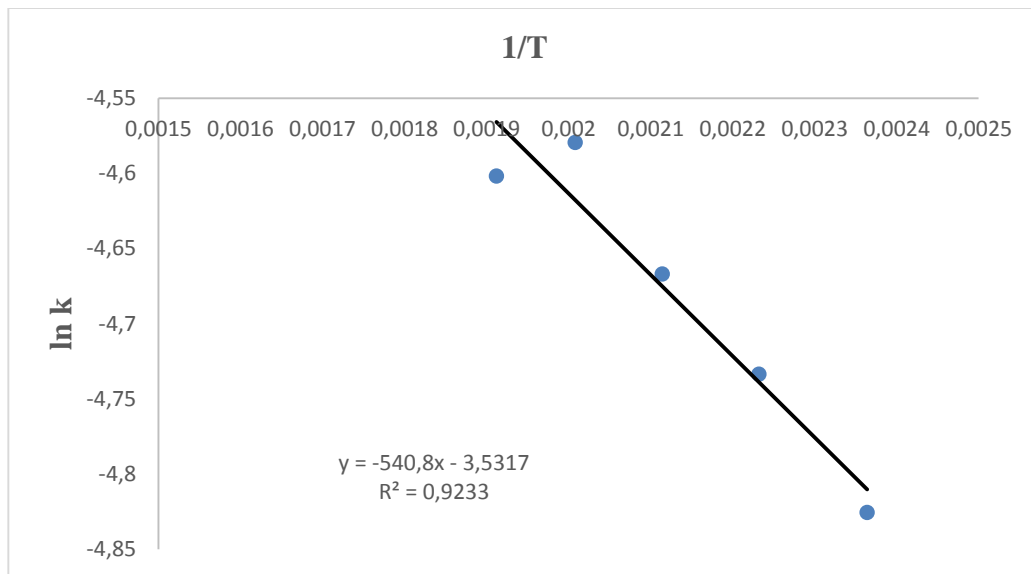
jika diubah secara logaritmik, maka persamaan (7) dapat menjadi

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_A}{R} \left( \frac{1}{T} \right) \quad (8)$$

Kemudian dibuat plot  $\ln k$  vs  $(1/T)$  dimana nilai  $k_0$  merupakan intercept dan  $-E_A/R$  merupakan slope dari garis lurus, sehingga harga  $k_0$  dan  $E_A$  dapat ditentukan.

Tabel B.12. Konstanta Laju Reaksi Transesterifikasi pada Berbagai Temperatur

Suhu (°C)	k	1/T	ln k
150	0.00802	0.00236	-4.8257
175	0.00880	0.00223	-4.7336
200	0.00940	0.00211	-4.667
225	0.01026	0.00201	-4.5794
250	0.01003	0.00191	-4.6019



Gambar B.6. Hubungan antara  $1/T$  dan  $\ln k$  untuk mencari harga  $k_0$  dan  $E_A$

Berdasarkan Gambar B.6, didapatkan slope  $-540,8$  dan intercept sebesar  $-3,5317$ . Sehingga dengan  $R$  sebesar  $8,314 \text{ J/mol.K}$  didapatkan nilai  $E_A$  sebesar  $4496,21 \text{ J/mol}$  dan nilai  $k_0$  adalah  $0,02926/\text{menit}$ .

## BAB 5

### KESIMPULAN

1. Semakin tinggi suhu kalsinasi, maka luas permukaan dari MgAl-Hydrotalsit yang dihasilkan semakin tinggi pula. Luas permukaan tertinggi sebesar 156,252 m<sup>2</sup>/gram didapatkan dengan suhu kalsinasi 650 °C.
2. Variabel % loading Na-K sebesar 10% terhadap MgAl-Hydrotalsit yang digunakan pada reaktor *batch* menghasilkan konversi reaksi tertinggi yakni mencapai 93,65%.
3. Pada transesterifikasi melalui reaktor *fixed bed*, ada 3 variabel yang dikaji yaitu perbandingan mol minyak-metanol, laju alir umpan dan suhu operasi dalam reaktor. Meningkatnya perbandingan molar minyak-metanol mengakibatkan konversi biodiesel yang meningkat pula. Pengaruh laju alir sangat signifikan terhadap konversi reaksi transesterifikasi pada reaktor *fixed bed*, dimana konversinya menurun seiring dengan meningkatnya laju alir. Sedangkan, semakin tinggi suhu operasi reaktor yang digunakan, maka FAME serta konversi reaksi yang didapat juga semakin besar. Akan tetapi, saat suhu operasi melebihi *critical point* dari metanol maka konversi menurun. Konversi reaksi tertinggi diperoleh pada perbandingan molar minyak-metanol 1:24 dengan laju alir 3 ml/menit dan suhu operasi 225 °C, yakni sebesar 67,21%.
4. Persamaan kinetika reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan katalis Na-K/MgAl Hydrotalsit pada reaktor *fixed bed* dapat dinyatakan sebagai
$$-r_{TG} = 0,02926e^{-4496,21/8,314T}.C_{TG}$$

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Andry, M. (2008), "Pembuatan Biodiesel dari Crude Palm Oil", dalam ams blogspot.com, diakses 10 Februari 2015
- Asis, A. (2012), "Hydrotalsit, Senyawa Humat dan Karbon Aktif", diunduh 20 Februari 2015, <<https://www.scribd.com/doc/117722378/Hydrotalsit>>.
- ASTM D6751-15a, *Standard Specification for Biodiesel Fuel Blend Stock (B100) for Middle Distillate Fuels*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, dalam [www.astm.org](http://www.astm.org), diakses 20 Februari 2015
- ASTM D975-15b, *Standard Specification for Diesel Fuel Oils*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, dalam [www.astm.org](http://www.astm.org), diakses 20 Februari 2015
- Asri, N.P. (2013), "Studi Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Nabati dengan Katalis Padat Berpenyangga  $\gamma$ -Alumina", *Disertasi Doktor*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Augustine, R. L. and Tanielyan, S. K. (1996). "Enantioselective heterogeneous catalysis. 2.1 Examination of the formation of the individual (R) and (S) lactates in the cinchonidine modified platinum hydrogenation of pyruvate", *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 112, No. 1. hal. 93-104.
- Badan Kejuruan Mesin Persatuan Insinyur Indonesia (2011), *Sumber Minyak Nabati sebagai Bahan Baku Biodiesel*, BKM-PII, Bandung.
- Bangun, N. (2008), "Dimetil Ester Rantai Cabang Sebagai Energi Biodiesel Hasil Turunan Asam Oleat Minyak Kelapa Sawit:", *Penelitian Teknik Kimia*, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Cantrell, David G., Gillie, Lissa J., Lee, Adam F., Wilson, K. (2005), "Structure Reactivity Correlations in Mg/Al hydrotalcite Catalyst for Biodiesel Synthesis", *Applied Catalysis A: General*, Vol. 287, hal. 183-190.
- Cavani, F., Trifiro, F, Vaccari, A. (1991), "Hydrotalcite-type Anlonlc Clays: Preparation, Properties and Applications", *Catalyst Today*, Vol 11, hal. 173-301.

- Course Description of Senior Laboratory in University of Massachusetts Amherst (2012), dalam <http://www.ecs.umass.edu/che/che401-2/>, diakses 12 Februari 2015
- Darnoko, D., Cheryan, M. (2000), “Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor”, *JAACS*, Vol. 77, No. 12 , hal.1263-1267.
- Feng, Y., Zhang, A., Li, J., He, B. (2011). “A Continous Process for Biodiesel Production in a Fixed Bed Reactor Packed with Cation – Exchange Resin as Heterogeneous Catalyst”, *Bioresource Technology*, Vol. 102, hal. 3607 – 3609.
- Fitria, E., Ernawati, Ruhandi, I., M, Nugraha Y., Ashar, S. (2014), “Fluidized Bed Reactor”, dalam <https://www.scribd.com/doc/218373341/Fluidized-Bed-Reactor>, diakses 12 Februari 2015
- 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, hal. 1638-1643.
- Furuta, S., Hiromi, M., Kazushi, A. (2004.b), “Green Diesel Fuel Production With Solid Superacid Catalysis in Fixed Bed Reactor Under Amospheric Pressure” , *Jounal of Catalysis Communication*, Vol. 5, hal. 721-723.
- Gates, B.C., (1992), *Catalytic Chemistry*, John Wiley & Sons, New York.
- Gerpen J.V. (2005), “Biodiesel Processing and production”, *J. Fuel Process Technolgy*, Vol. 86, No. 10, hal. 1097-1107.
- Goblin, Abd. (2013), “Perbedaan Fludized bed dan Fix bed” dalam <http://blackgoblin19.blogspot.co.id/2013/01/perbedaan-fludized-bed-dan-fix-bed.html>, diakses 12 Februari 2015
- 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.
- Gozan, M., Nasikin, M., Wijanarko, A., Hermansyah, H. (2007), “Bahan Bakar Hayati (Bioethanol dan Biodiesel)”, *Riset Kimia*, Universitas Indonesia, Depok.

- Hasahatan, D., Sunaryo, J., Komariah, L.N. (2012), “Pengaruh Ratio H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan Waktu Reaksi terhadap Kuantitas dan Kualitas Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar”, *Jurnal Teknik Kimia*, Vol. 18, No. 2, hal. 26-36.
- Herman, S. & Zahrina, I. (2006), “Kinetika Reaksi Metanolisis Minyak Sawit Menggunakan Katalis Heterogen”, *Jurnal Sains dan Teknologi*, Vol. 5, No. 2, hal. 1412-6257.
- Ilgem, O., Akin, A.N. (2009), “Development of Alumina Supported Alkaline Catalyst Used for Biodiesel Production”, *Turk J. Chem*, Vol, 33, hal. 281-287.
- Kementrian Energi dan Sumberdaya Mineral (2009), *Akselerasi Tatakelola Migas Nasional (1)*, KESDM, Jakarta.
- Ketaren, S. (1986), *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, UI-Press, Jakarta.
- Kumar, G., Kumar D., Singh, S., Kothari, S., Bhatt, S. Singh, C.P. (2010). “Continous Low Cost Transesterification Process for the Production of Coconut Biodiesel”, *Journal Energies*, Vol. 3, hal. 43-56.
- Kustrowski, P., Sulkwska, D., Chmielarz, L., Lasocha, A., Dudek, B., Dziembaj, R. (2005), “Influence of Thermal Treatment Conditions on the Activity of Hydrotalcite-derived Mg-Al Oxides in the Aldol Condensation of Acetones”, *Micro. Meso. Mat*, Vol 1, hal. 11-22.
- Kutalek, P., Capek, L., Smolakova, L., Kubicka, D. (2014), “Aspects of Mg–Al Mixed Oxide Activity in Transesterification of Rapeseed Oil in a Fixed-Bed Reactor”, *Fuel Processing Technology*, Vol. 122, hal. 176–181.
- Leevijit, T., Wisutmethangoon, W., Prateepchaikul, G., Tongurai, C., Allen, M. (2004). “Transesterification of Palm Oil in Series of Continous Stirred Tank Reactors”, *The Joint Internasional Conference on “Sustainable Energy and Environment (SEE)*.
- Leung, D.Y.C. dan Guo, Y. (2006). “Transesterification of neat and used frying oil: optimization for biodiesel production”, *Fuel Process Technol.*, Vol. 87, hal. 883–90.
- Levenspiel, O. (1999), *Chemical Reaction Engineering, 3<sup>rd</sup> edition*, Wiley International edition, John Wiley and Sons, Inc, Canada.

- Lin, H.C., Tan, C.S. (2013). "Continuous Transesterification of Coconut Oil with Pressurized Methanol in the Presence of a Heterogeneous Catalyst", *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*.
- Lukic, I., Krstic, J., Jovanovic, D., Skala, D. (2009) "Alumina silica supported K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> as a catalyst for biodiesel synthesis from sunflower oil", *Bioresource Technology*, Vol. 100, hal. 4690-4696.
- Ma, F., Clements, L.D., Hanna, M. (1998). "The Effect of Catalyst, Free Fatty Acids, and Water on Transesterification on Beef Tallow", *Industrial Agricultural Products Center Publications & Information*.
- Methanex Corporation (2006), *Technical Information and Safe Handling Guide for Methanol*, Methanex Corporation Vancouver, Canada
- Nima, Anggita. (2014), "Macam-Macam Reaktor", diunduh 20 Februari 2015, <<https://www.academia.edu/5479938/Reaktor>>.
- Pasaribu, Nurhida. 2004. *Minyak Buah Kelapa Sawit*. Medan, Indonesia.
- Permana, Adhi Dharma et. Al (2013), *Outlook Energi Indonesia 2013 : Pengembangan Energi dalam Mendukung Sektor Transportasi dan Industri Pengolahan Mineral*, Pusat Teknologi Pengembangan Sumberdaya Energi, BPPT, Jakarta.
- Pusat Data dan Informasi Depperin (2007), *Gambaran Sekilas Industri Minyak Kelapa Sawit*, Departemen Perindustrian, Jakarta.
- PUSDATIN (Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian) (2013), "Kelapa Sawit", *Informasi Ringkas Komoditas Perkebunan*, No. 01/01/I, diunduh 28 Februari 2015, <[http://pusdatin.setjen.pertanian.go.id/tinymcpuk/gambar/file/A1\\_Jan\\_Klp\\_Sawit.pdf](http://pusdatin.setjen.pertanian.go.id/tinymcpuk/gambar/file/A1_Jan_Klp_Sawit.pdf)>.
- Reichle, W. T., Kang, S.Y., Everhardt, D.S. (1985), "The Nature of the Thermal Decomposition of a Catalytically Active Anionic Clay Mineral", *Journal of Catalysis*, Vol. 101, hal. 352-359.
- Reddy, Benjaram M., Khan, Ataulah. (2004), "Recent Advances on TiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> Mixed Oxides as Catalysts and Catalyst Supports", *Catalysis Reviews: Science and Engineering*, Vol. 47, No. 2, hal. 257-296.



- Ridlo, Rohmadi (2010), "Optimasi Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dan Jarak Pagar dengan Menggunakan Katalis Heterogen Kalsium Oksida", Jakarta : BPPT
- Rustamaji, H., Sulisty, H., Budiman, H. (2010), "Pemodelan dan Simulasi Kinetika Reaksi Alkoholisis Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas*) dengan Katalisator Zirkonia Tersulfatasi", *Jurnal Rekayasa Proses*, Vol. 4, No.1.
- Standar Nasional Indonesia (2006), *Standart Nasional Biodiesel*, 04-7182, Badan Standardisasi Nasional, Jakarta.
- Serio, M.D., Tesser, M.R., Pengmei, L., Santacesaria, E. (2008), "Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production", *Energy and Fuel*, Vol. 22, hal. 207-217
- Tiawarman, Anggi Yudi (2013), "TRK Katalis", diunduh 18 Februari 2015, <<https://www.scribd.com/doc/149337900/TRK-Katalis>>.
- Tuti, Indah .S., M. Said, Adhitya Summa .W., Ani, .K. Sari. (2011), "Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit", *Prosiding Seminar Nasional AVoER ke-3*. Palembang, Indonesia. Oktober 26-27.
- Viswanathan, B., Ramaswary, A.V. (2005), "Selection of Solid Heterogenous Catalyst for Transesterification Reaction", *National Centre for catalyst Research Indian of Technology*, Vol. 600, No. 36.
- 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.
- Xiao, Y., Gao, L., Xiao, G., Lv, J. (2010), "Kinetics of the Transesterification reaction Catalyzed by Solid Base in a Fixed –Bed Reactor", *Energy Fuels*, Vol. 24, hal. 5829 – 5833.
- Xie, W., Lie, H. (2006), "Alumina-Supported Potasium Iodide as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production from Soybean Oil", *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 255, hal. 1-9.
- Yuen May Choo (1987), *Minyak Kelapa Sawit*, diunduh 17 Februari 2015, <<http://karanhtengahraharjo.blogspot.co.id/2011/10/minyak-kepala-sawit.html>>

- 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
- Zalukhu, Heriyanto (2013), "Perkebunan Kelapa Sawit", diunduh 15 Februari 2015, <<http://kelapasawitsmart.blogspot.co.id/>>.
- Zhou, H., Beltramini, J.N., Fan, Y.X., Lu, G.Q. (2008), “Chemoselective Catalytic Conversion of Glycerol as a Biorenewable Source to Valuable Commodity Chemicals”, *Chem. Soc Rev.*, Vol. 37, hal. 527–549.

## BIODATA PENULIS



Tantri Kusuma Wardani dilahirkan pada tanggal 14 Pebruari 1991, adalah anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal diantaranya TK Dharma Wanita Blitar, SDN Aengbajakenek II Sumenep, SMPN 1 Bluto, SMAN 1 Sumenep, D3 Teknik Kimia FTI – ITS, dan lulus dari S1 Teknik Kimia FTI – ITS pada tahun 2014. Selama kuliah penulis aktif mengikuti pelatihan-pelatihan yang diadakan di ITS serta aktif dalam berbagai organisasi mahasiswa (Ormawa) di ITS seperti Himpunan Mahasiswa D3 Teknik Kimia FTI-ITS (2010-2012). Penulis pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Petrokimia, Gresik, Jawa Timur pada tahun 2010 dan 2013. Pada akhir masa studi S1, penulis menyelesaikan skripsi dan berhasil menyelesaikan tugas Pra Desain Pabrik di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia Fakultas Teknologi Industri – Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis kemudian melanjutkan studi S2 di Program Studi Teknik Kimia FTI – ITS dengan NRP 2314 201 023. Penulis berhasil menyelesaikan studi program Magister Teknik Kimia selama 2 tahun dan lulus tahun 2016 setelah menyelesaikan tesis dengan tema energi alternatif dan rekayasa katalis berbahan dasar clay.

Email : [tantri.kusuma14@gmail.com](mailto:tantri.kusuma14@gmail.com)

Twitter/facebook : @tantri\_kusuma / tantri kusuma wardani

Telepon : 082337349695