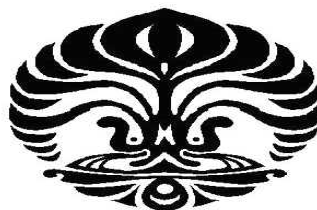


**REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA
DARI MINYAK JARAK
MENGUNAKAN KATALIS SUPERBASA $-Al_2O_3/K_2CO_3$**

FAKHRINA AULIYA

0606040305



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008**

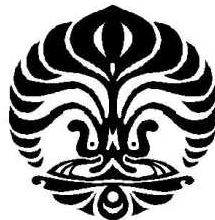
**REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA
DARI MINYAK JARAK
MENGUNAKAN KATALIS SUPERBASA $-Al_2O_3/K_2CO_3$**

**Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh:

FAKHRINA AULIYA

0606040305



DEPOK

2008

SKRIPSI : REAKSI TRANSESTERIFIKASI TRIGLISERIDA DARI
MINYAK JARAK MENGGUNAKAN KATALIS SUPERBASA
-Al₂O₃/K₂CO₃

NAMA : FAKHRINA AULIYA

NPM : 0606040305

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, DESEMBER 2008



Dr. WIDAJANTI WIBOWO
PEMBIMBING

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana: 22 DESEMBER 2008

Penguji I : Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc.

Penguji II : Dr. Ivandini Tribidasari A.

Penguji III : Dr. Yoki Yulizar

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillah, puji dan syukur Penulis panjatkan kehadirat ALLAH SWT, karena atas rahmat dan karunia-Nya Penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul *Reaksi Transesterifikasi Trigliserida dari Minyak Jarak Menggunakan Katalis Superbasa $-Al_2O_3/K_2CO_3$* .

Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat menyelesaikan pendidikan di program Ekstensi Kimia FMIPA Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa dengan bantuan banyak pihak skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Untuk itu Penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang setulus-tulusnya kepada :

1. Orang tua tercinta yang dengan ketulusan hatinya memberikan bekal baik moril maupun materil serta cinta kasihnya yang dalam selama ini, beserta adik-adik (Putri, Irham dan Sarah).
2. Ibu Dr. rer.nat. Widajanti Wibowo, selaku dosen pembimbing atas kesabarannya dalam membimbing dan mengarahkan Penulis hingga skripsi ini selesai.
3. Bapak Dr. Asep Saefumillah selaku koordinator penelitian dan pembimbing akademik Penulis selama di Ekstensi Kimia UI, Bapak Dr. Endang Saepuddin (Ketua jurusan Ekstensi Kimia UI) dan Bapak Dr. Ridla Bakri, ketua Departemen Kimia UI.

4. Bapak Ir.Hedi Surahman,M.Si, atas peminjaman alatnya.
5. Seluruh dosen Ekstensi Kimia FMIPA UI yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi Penulis.
6. Mas Hadi dan seluruh staf Tata Usaha serta Babe.
7. Semua keluarga di Jakarta dan Padang yang telah memberikan dorongan moril dan materil kepada Penulis untuk menjalani kuliah.
8. Teman-teman Ekstensi Kimia UI angkatan 2006 (Dila, Ari, Fevi, Bang Ramos dll), yang memberi warna dalam kehidupan Penulis, baik hitam maupun putih selama menjalani kuliah.
9. Riza, Imel, Lia, Ina ("TIM KIMIA FISIK") dan Marni (Perjuangan belum berakhir, tetap SEMANGAT). Semua teman-teman penelitian lantai 3 (Wulan, Puri, Cece, Visty, Alex, Andi, Redi) dan Hesti serta Ratich.
10. Dhani, Lia, Tri, Meity, Radju dan Yuli, untuk "warisan" buku, copyan dan soal-soal yang sangat berharga serta dukungannya.
11. Semua orang yang telah memberi semangat, dukungan dan perhatiannya kepada Penulis yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan.

Oleh karena itu, Penulis senantiasa mengharapkan koreksi, teguran dan kritik yang dapat membangun Penulis demi tercapainya kesempurnaan penulisan.

Depok, Desember 2008

ABSTRAK

Dampak dari krisis energi dengan semakin menipisnya persediaan bahan bakar minyak, merangsang masyarakat untuk mengeksplorasi sumber-sumber energi baru. Salah satu sumber energi alternatif tersebut adalah biodiesel yang berasal dari minyak nabati, lemak binatang atau minyak bekas melalui transesterifikasi dengan alkohol.

Biodiesel merupakan bahan bakar motor diesel yang berupa ester alkil/alkil asam-asam lemak (biasanya metil ester). Pada penelitian ini senyawa metil ester dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol menggunakan katalis padatan basa $\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang ditambah Poli Etilen Glikol 6000 kemudian ditingkatkan kebiasaannya dengan penambahan K_2CO_3 yang divariasikan sebesar 10%, 15% dan 20% berat -alumina . Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan variasi waktu 1 jam dan 2 jam, variasi suhu 70°C , 80°C dan 90°C sedangkan variasi untuk perbandingan mol minyak jarak dengan metanol adalah 1:4,5 dan 1:6.

Katalis hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Hasil konversi maksimum dengan bantuan katalis 10% $\text{K}_2\text{CO}_3/ \text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 57,67% pada 1 jam reaksi ditambah 1 jam reaksi, suhu reaksi 80°C dan perbandingan mol minyak dan metanol 1:4,5, dengan katalis 15% $\text{K}_2\text{CO}_3/ \text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 51,75% pada 2 jam reaksi ditambah 1 jam reaksi suhu reaksi 70°C dan perbandingan mol minyak dan metanol 1:4,5 sedangkan

dengan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ sebesar 57,76% pada 2 jam reaksi, suhu reaksi $70^\circ C$ dan perbandingan mol minyak dan metanol 1:6.

Kata kunci: Katalis heterogen, Alumina, $-Al_2O_3/K_2CO_3$, transesterifikasi, minyak jarak, biodiesel, poli etilen glikol.

x + 92 hlm.; gbr.; lamp.; tab.

Daftar pustaka: 25 (1982-2008)



DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Masalah Penelitian.....	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Manfaat Penelitian.....	5
1.5. Hipotesa.....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Senyawa Metil Ester.....	6
2.2. Minyak Jarak.....	7
2.3. Trigliserida.....	12
2.4. Katalis.....	13
2.5. Katalis Heterogen.....	16
2.6. Alumina.....	17
2.7. Gamma Alumina (γ -Al ₂ O ₃).....	19

2.8. Karakterisasi Katalis dengan XRD	21
BAB III. METODE PENELITIAN	24
3.1. Rancangan Penelitian	24
3.2. Metode Penelitian.....	24
3.3. Rancangan Percobaan.....	25
3.3.1. Alat dan Bahan.....	25
3.3.2. Prosedur Kerja	26
3.3.2.1. Preparasi Larutan Untuk Pembuatan $-Al_2O_3$	26
3.3.2.2. Pembuatan $-Al_2O_3$	26
3.3.2.3. Pencampuran $-Al_2O_3$ dan K_2CO_3	27
3.3.2.4. Karakterisasi Katalis dengan XRD.....	28
3.3.2.5. Karakterisasi Minyak Jarak.....	28
3.3.2.5.1. Penentuan Angka Asam.....	28
3.3.2.5.2. Penentuan Angka Penyabu nan.....	29
3.3.2.6. Uji Karakteristik Transesterifikasi	29
3.3.2.7. Uji Kuantitatif Hasil Reaksi Transesterifikasi.....	30
3.4. Penentuan Trigliserida.....	31

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1. Pembuatan Katalis Gamma Alumina.....	32
4.2. Pencampuran γ - Al_2O_3 dan K_2CO_3	39
4.3. Karakterisasi Katalis dengan XRD.....	43
4.3.1. Karakterisasi Katalis γ - Al_2O_3	44
4.3.2. Karakterisasi Katalis 20% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma$ - Al_2O_3	45
4.4. Uji Kuantitatif Minyak Jarak.....	48
4.4.1. Uji Angka Asam.....	48
4.4.2. Uji Angka Penyabunan.....	50
4.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi.....	52
4.5.1. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol.....	59
4.5.1.1. Menggunakan Katalis 10% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma$ - Al_2O_3	59
4.5.1.2. Menggunakan Katalis 15% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma$ - Al_2O_3	64
4.5.1.3. Menggunakan Katalis 20% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma$ - Al_2O_3	68
4.6. Penentuan Trigliserida	74
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	77
5.1. Kesimpulan.....	77
5.2. Saran	78
DAFTAR PUSTAKA.....	79
LAMPIRAN.....	82

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol.....	10
2.2. Perbedaan mono,di dan trigliserida.....	13
2.3. Hubungan katalis dengan energi aktivasi.....	14
2.4. Skema reaksi katalitik didalam rongga katalis.....	16
2.5. Keasaman dan kebasaan alumina.....	19
2.6. Skema produk-produk proses Bayer.....	20
2.7. Cara kerja difraksi sinar-X.....	21
2.8. Difraksi sinar-X pada suatu kristal.....	22
4.1. Larutan aluminium sulfat.....	32
4.2. Sol aluminium hidroksida.....	33
4.3. Reaksi pengikatan aluminium dengan PEG.....	35
4.4. Katalis $-Al_2O_3$	37
4.5. Urutan transformasi termal dari aluminium hidroksida.....	38
4.6. Penggambaran dua lapisan pertama srtuktur $-Al_2O_3$	39
4.7. Sisi asam dan sisi basa alumina.....	40
4.8. Spesi aktif katalis $-Al_2O_3/K_2CO_3$	41
4.9. Difraktogram XRD katalis $-Al_2O_3$ hasil sintesis.....	45
4.10. Difraktogram XRD katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ hasil sintesis.....	47
4.11. Sistem reaksi transesterifikasi.....	55

4.12. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa ...	55
4.13. Hasil reaksi transesterifikasi	58
4.14. Diagram persen konversi katalis 10% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5)	60
4.15. Diagram persen konversi katalis 10% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	61
4.16. Diagram persen konversi katalis 15% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5)	65
4.17. Diagram persen konversi katalis 15% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	67
4.18. Diagram persen konversi katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4.5)	69
4.19. Diagram persen konversi katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	70
4.20. Diagram persen konversi katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5) minyak jarak baru	73

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Sumber minyak untuk produksi metil ester	6
2.2. Komposisi asam lemak dalam minyak jarak	9
4.1. Data difraksi sinar-X katalis $-Al_2O_3$ hasil sintesis	44
4.2. Data difraksi sinar-X standar $-Al_2O_3$	44
4.3. Data difraksi sinar-X katalis $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ hasil sintesis.....	46
4.4. Data difraksi sinar-X standar K_2CO_3	46
4.5. Persen konversi dengan katalis 10% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5).....	59
4.6. Persen konversi dengan katalis 10% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	61
4.7. Persen konversi dengan katalis 15% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5).....	64
4.8. Persen konversi dengan katalis 15% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	66
4.9. Persen konversi dengan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4,5).....	68
4.10. Persen konversi dengan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:6).....	70
4.11. Persen konversi dengan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4.5) minyak jarak baru	73

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Bahan bakar minyak bumi merupakan sumber energi yang cukup penting bagi manusia. Bahan bakar minyak bumi ini, biasanya didapatkan dari fosil hewan atau tumbuhan yang tidak dapat diperbaharui.

Kebutuhan bahan bakar minyak bumi baik untuk kepentingan industri maupun individu didunia, khususnya di Indonesia mengalami peningkatan yang signifikan. Hal ini tidak sebanding dengan produksi energi yang lebih rendah dan harga BBM yang terus meningkat. Kondisi ini harus diakomodasi melalui penyediaan energi dalam jumlah yang mencukupi dan harga yang terjangkau.

Dampak dari krisis energi dengan semakin menipisnya persediaan bahan bakar minyak bumi, merangsang masyarakat untuk mengeksplorasi sumber-sumber energi baru dan energi terbarukan. Salah satu sumber energi alternatif tersebut adalah biodiesel yang berasal dari minyak nabati, lemak binatang atau minyak bekas melalui transesterifikasi dengan alkohol.

Biodiesel dapat dihasilkan dari berbagai jenis tanaman yang menghasilkan minyak nabati, salah satu tanaman yang dapat dimanfaatkan adalah tanaman jarak pagar atau jarak kosta (*Jatropha curcas L.*). Jarak pagar merupakan tanaman yang tidak asing bagi masyarakat Indonesia,

jarak tumbuh diberagam kondisi ekologi, dari dataran rendah sampai dataran tinggi, dari daerah yang basah sampai daerah yang kering. Pengembangan jarak bersifat melindungi tanah dengan penutup vegetasi hijau, mencegah erosi, membuka sentra-sentra agroindustri baru dan membuka lapangan kerja baru yang dapat mengurangi kemiskinan¹.

Beberapa tahun ini produksi biodiesel terus meningkat, karena biodiesel dapat mengurangi pencemaran lingkungan dibandingkan dengan bahan bakar solar, berasal dari bahan alam yang dapat diperbaharui serta mengurangi pemanasan global. Biodiesel merupakan asam lemak dari metil ester, dimana berasal dari transesterifikasi trigliserida dengan metanol¹.

Umumnya reaksi transesterifikasi trigliserida menggunakan katalis homogen (NaOH atau NaOCH_3) dan pada akhir reaksi, katalis ini dinetralisasi menggunakan asam asetat. Penggunaan katalis homogen dapat menghasilkan persen konversi trigliserida menjadi metil ester mendekati 100%, tetapi penggunaan katalis homogen pada pembuatan metil ester mempunyai kekurangan, yaitu terbentuknya sabun dari proses emulsi antara gliserol dan minyak, pemisahan alkil ester dan gliserol yang cukup sulit karena terdapatnya air dalam ester hasil produksi, gliserol yang dihasilkan tidak murni akibat kehadiran dari garam, sabun, monogliserida dan digliserida². Untuk mengatasi masalah tersebut, maka digunakanlah katalis padatan heterogen superbasa, dimana proses pemisahan produk dan katalis yang digunakan lebih mudah. Walaupun katalis heterogen superbasa tidak banyak dipelajari, namun kebutuhannya sangat meningkat pada industri

kimia. Pada penelitian ini katalis heterogen yang digunakan adalah $\text{-Al}_2\text{O}_3$, dimana aktivitasnya dinaikkan dengan menambahkan K_2CO_3 yang akan meningkatkan kebasaannya.

I.2. Masalah Penelitian

Masalah penelitian ini adalah didapatkan persen konversi trigliserida menjadi metil ester yang masih cukup rendah pada penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Raodatul Jannah (Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa $\text{K}_2\text{CO}_3/\text{-Al}_2\text{O}_3$), dimana persen konversi tertinggi 36,29%, yaitu pada katalis 15% $\text{K}_2\text{CO}_3/\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu reaksi selama 2 jam.

Katalis padatan $\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan K_2CO_3 juga digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol, dimana penelitian ini dilakukan oleh Calvin Hura (2007). Calvin Hura melakukan beberapa variasi antara lain persen impregnasi KOH pada $\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 4%, 7%, 10% dan impregnasi dengan K_2CO_3 yang dilakukan pada kondisi optimum KOH yaitu 7% dan 10%. Reaksi katalisis heterogen ini dilakukan secara *batch* pada temperatur 65°C dengan persen katalis terhadap minyak jarak sebesar 2%. Hasil konversi maksimum minyak jarak sebesar 46,51% dengan katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi 7% KOH dan sebesar 25,01% untuk katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang diimpregnasi dengan K_2CO_3 .

Yin Wang, Jian Hua Zhu dan Wen Yu Huang (2001) menggunakan katalis alumina yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 dan KHCO_3 dalam reaksi

isomerisasi cis-but-2-ena. Pada penelitian ini dilakukan variasi berat K_2CO_3 dan $KHCO_3$ yang ditambahkan. Hasil optimum yang didapatkan terjadi pada penambahan K_2CO_3 sebesar 20% dan $KHCO_3$ sebesar 26%.

Untuk itu dilakukan penelitian reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol menggunakan katalis γ -alumina yang dimodifikasi dengan penambahan K_2CO_3 dan Poli Etilen Glikol 6000, dimana metode pembuatannya adalah mencampurkan padatan γ -alumina dengan padatan K_2CO_3 sehingga diharapkan sisi aktif basa tidak larut dalam reaksi transesterifikasi dan dihasilkannya persen konversi yang bagus dengan waktu yang singkat.

I.3. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian adalah

1. Menghasilkan senyawa metil ester dari reaksi transesterifikasi trigliserida dari minyak jarak dengan metanol menggunakan katalis superbasa γ - Al_2O_3/K_2CO_3 .
2. Mensintesis dan mengkarakterisasi katalis γ -alumina dengan penambahan K_2CO_3 .
3. Menentukan kondisi optimum dan persen konversi reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol, untuk menghasilkan senyawa metil ester dengan persen konversi yang besar dan waktu yang singkat.

I.4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk menghasilkan senyawa metil ester dari trigliserida minyak nabati, untuk dirubah sebagai biodiesel, yaitu suatu alternatif bahan bakar pengganti bahan bakar minyak yang akhir-akhir ini harganya meningkat dan upaya untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi. Penggunaan katalis heterogen superbasa bermanfaat untuk menurunkan biaya pembuatan, karena tidak diperlukan proses pemisahan katalis, penetralan katalis basa dan pengeringan produk dari air. Biodiesel yang dihasilkan berguna untuk meningkatkan efisiensi fungsi mesin, emisinya bersih sehingga mengurangi polusi udara berupa CO₂, hidrokarbon dan racun-racun lainnya.

I.5. Hipotesa

1. Katalis γ -alumina yang dimodifikasi menggunakan K₂CO₃ dapat digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol.
2. Pembuatan katalis γ -alumina dengan penambahan Poli Etilen Glikol 6000 dapat meningkatkan aktivitas katalitik katalis, sehingga dapat mempercepat reaksi pembentukan metil ester dan menghasilkan persen konversi yang besar.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. Senyawa Metil Ester

Metil ester merupakan suatu senyawa yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol. Metil ester dapat digunakan sebagai biodiesel yaitu bahan bakar motor diesel yang berupa ester alkil/alkil asam-asam lemak. Senyawa metil ester dibuat dari minyak nabati melalui proses transesterifikasi. Ada 3 dasar pembuatan senyawa metil ester dari minyak dan lemak³, yaitu:

1. Reaksi transesterifikasi minyak dengan katalis basa
2. Reaksi transesterifikasi minyak dengan katalis asam
3. Konversi minyak menjadi lemak dan selanjutnya menjadi metil ester

Sumber minyak untuk produksi metil ester adalah sebagai berikut:

Tabel 2.1. Sumber minyak untuk produksi metil ester^{1,3}

Sumber minyak	Kandungan asam lemak terbesar
Minyak kelapa sawit	Asam palmitat
Minyak jambu mete	Asam oleat
Minyak biji kapas	Asam linoleat
Minyak biji jarak pagar	Asam oleat
Minyak wijen	Asam oleat

Senyawa metil ester yang dihasilkan oleh beberapa minyak nabati tersebut memiliki beberapa keuntungan^{4,5}, diantaranya:

1. Ketersediaan bahan bakunya dapat diperbaharui.
2. Cetane numbernya tinggi (bilangan yang menunjukkan baik tidaknya kualitas solar).
3. Viskositas tinggi sehingga mempunyai sifat pelumas yang baik.
4. Tidak mengandung sulfur.
5. Menurunkan emisi gas buang dan diproduksi secara lokal.

Secara umum langkah-langkah pembuatan senyawa metil ester menggunakan katalis homogen basa adalah sebagai berikut⁶ :

1. Proses pencampuran alkohol dengan katalis
2. Reaksi alkohol dengan katalis
3. Pemisahan produk, produk yang dihasilkan gliserol dan metil ester
4. Pemisahan alkohol
5. Netralisasi gliserol
6. Pencucian metil ester

II.2. Minyak Jarak

Minyak merupakan lipid yang pada suhu ruang berwujud cair, minyak tidak larut dalam air tetapi larut dalam semua cairan organik. Minyak dapat diperoleh dari hewan (minyak hewani) dan dari tumbuhan (minyak nabati). Minyak mengandung asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh⁷.

Asam lemak merupakan komponen unit pembangun hampir semua lipid dan merupakan asam organik berantai panjang yang mempunyai atom karbon dari 4 sampai 24. Asam lemak memiliki gugus karboksil tunggal dan ekor hidrokarbon nonpolar yang panjang, sehingga menyebabkan tidak larut dalam air dan tampak berminyak atau berlemak. Hampir semua asam lemak memiliki jumlah atom karbon yang genap, yang paling dominan adalah C₁₆ dan C₁₈ karbon. Asam lemak tidak jenuh memiliki ikatan ganda diantara karbon nomor 9 dan 10⁸.

Keberadaan ikatan ganda pada asam lemak tidak jenuh menjadikannya memiliki dua bentuk, yaitu cis dan trans. Semua asam lemak bentuk trans hanya dihasilkan oleh sisa metabolisme hewan. Bentuk cis banyak terdapat di alam, yang menghasilkan lekukan kaku pada rantai alifatik.

Minyak sebagai sumber trigliserida pada penelitian ini bersumber dari minyak jarak. Minyak jarak (*curcas oil*) diperoleh dari biji jarak melalui 2 cara, yaitu secara kimia dengan menggunakan pelarut dan secara fisika menggunakan alat pres/kempa. Biji jarak pagar mengandung kadar minyak yang besar, sehingga digunakan sebagai sumber bahan bakar alternatif.

Biji jarak kering ini mengandung air (6.20%), protein (18%), lemak/minyak (38%), karbohidrat (17%), serat (15,50%) dan abu (5,30%). Minyak jarak mempunyai rasa asam dan dapat dibedakan dengan trigliserida lainnya karena berat jenisnya. Minyak jarak pada suhu kamar larut dalam etanol 95% dan pelarut organik yang polar, minyak jarak tidak larut dalam golongan hidrokarbon alifatis. Minyak jarak ini mempunyai sifat yang sangat

beracun disamping asam lemak esensialnya yang sangat rendah, sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak makan dan bahan pangan. Racun yang terdapat pada minyak jarak terdapat dalam bentuk⁷:

- ✚ Risin, merupakan protein bersifat racun
- ✚ Risinin, merupakan alkaloid yang bersifat racun

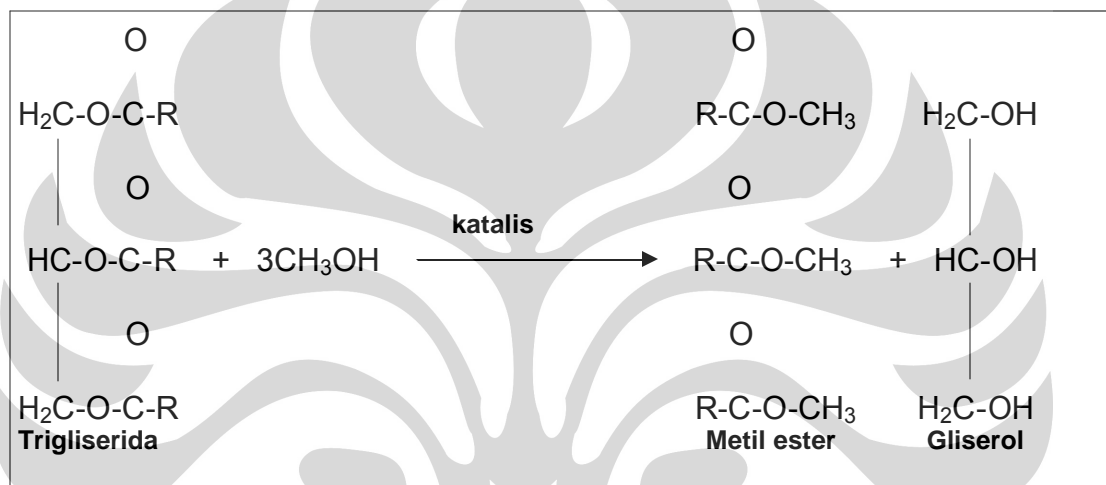
Tabel 2.2. Komposisi asam lemak dalam minyak jarak pagar¹

Asam lemak	Jumlah (%)
Asam oleat	35,0 – 64,0
Asam palmitat	9,7 – 21,8
Asam linoleat	18,0 – 45,0
Asam stearat	2,3 – 10,0
Asam miristat	1,68

Ada beberapa pertimbangan tanaman jarak digunakan sebagai biodiesel¹, diantaranya:

1. *Curcas biodiesel* merupakan sumber energi produk pertanian yang dapat diperbaharui.
2. *Curcas biodiesel* mudah terurai secara biologis, kadar sulfurnya rendah, volatilitas rendah dan kandungan oksigen yang tinggi sehingga menjamin proses pembakaran sempurna.
3. Emisi *curcas biodiesel* bersih sehingga mengurangi polusi.
4. Daya pelumas tinggi sehingga meningkatkan efisiensi fungsi mesin.
5. Mudah diterima pasar global karena ramah lingkungan.

Produksi senyawa metil ester dari tanaman jarak ataupun tumbuhan lainnya dilakukan melalui reaksi transesterifikasi, yaitu proses kimiawi yang mempertukarkan grup alkoksi pada senyawa ester dengan alkohol. Untuk mempercepat reaksi ini diperlukan bantuan katalis berupa katalis asam atau katalis basa. Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2.1. Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol

Tujuan dari reaksi transesterifikasi minyak dalam pembuatan senyawa metil ester adalah menghilangkan secara seutuhnya kandungan trigliserida, menurunkan titik didih, titik nyala, titik beku dan viskositas dari minyak yang direaksikan, sehingga dihasilkan metil ester yang tidak merusak mesin.

Hasil konversi minyak menjadi metil ester dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu durasi waktu, suhu reaksi, perbandingan mol minyak dengan metanol dan katalis yang digunakan. Penggunaan katalis homogen pada umumnya menghasilkan persen konversi yang lebih baik daripada katalis

heterogen, tetapi katalis homogen ini mempunyai kekurangan dimana sulitnya proses pemisahan antara produk dengan katalisnya. Sulitnya proses pemisahan ini karena katalis dan produk mempunyai fasa yang sama (fasa cair). Sedangkan pada katalis heterogen antara produk dan katalis mudah dipisahkan, karena mereka berbeda fasa, katalis heterogen berfasa padat dan produk berfasa cair⁹.

Minyak jarak dan turunannya digunakan untuk¹:

1. Tanaman obat

Mengobati penyakit kulit, luka, bengkak, sakit gigi dan reumatik.

2. Bahan pewarna

Terutama pada kulit batang menghasilkan warna biru dan akarnya menghasilkan warna kuning.

3. Bahan dalam pembuatan cat

4. Pakan ulat sutera

5. Bahan pestisida dan bahan industri

Minyak jarak dapat dikarakterisasi melalui perhitungan angka asam dan angka penyabunan⁷, yaitu:

1. **Angka Asam**

Merupakan jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram trigliserida.

Jika suatu sampel minyak ditambahkan KOH, maka KOH tersebut akan bereaksi dengan asam lemak bebas dalam minyak membentuk garam dari asam lemak bebasnya dan air. Angka asam dipergunakan

untuk mengukur jumlah asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak atau lemak.

2. Angka Penyabunan

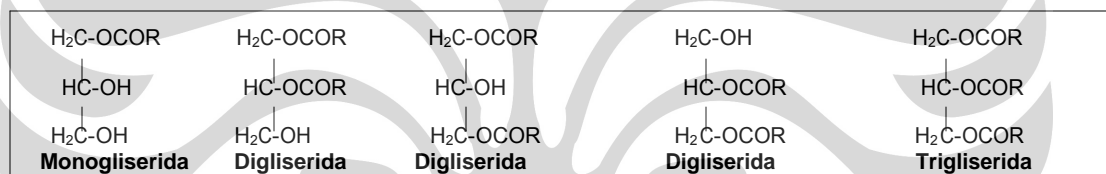
Merupakan jumlah mg KOH yang diperlukan untuk menyabunkan satu gram minyak atau lemak. Apabila sejumlah sampel minyak atau lemak disabunkan dengan KOH berlebih dalam alkohol, maka KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yang tiga molekul KOH akan bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak. KOH yang tersisa dititrasi menggunakan asam, sehingga KOH yang bereaksi dapat diketahui. Minyak yang mempunyai berat molekul kecil, maka mempunyai angka penyabunan yang rendah, begitu juga sebaliknya.

II.3. Trigliserida

Trigliserida merupakan ester asam lemak dari gliserol yang memiliki tiga molekul asam lemak. Trigliserida adalah komponen utama dari lemak penyimpanan pada sel tumbuhan dan hewan, serta merupakan molekul hidrofobik nonpolar. Trigliserida terdapat dalam berbagai jenis, tergantung pada identitas dan letak ketiga komponen asam lemaknya yang terikat dengan ikatan ester oleh gliserol, trigliserida dapat berwujud padat atau cair¹⁰.

Senyawa yang mengandung satu jenis asam lemak pada ketiga posisinya disebut trigliserida sederhana, contohnya tristearin, tripalmitin dan triolein. Trigliserida yang mengandung dua atau lebih asam lemak yang berbeda disebut trigliserida campuran.

Sesuai strukturnya, maka sifat fisik trigliserida ditentukan oleh panjang rantai hidrokarbon, derajat ketidakjenuhan, isomernya dan susunan asam lemak terhadap gugus hidroksi gliserolnya. Semakin panjang rantai hidrokarbon penyusunnya, maka titik lelehnya akan semakin tinggi, semakin banyak ikatan rangkapnya akan menyebabkan sifat melelehnya lebih rendah. Berikut ini gambar perbedaan monogliserida, digliserida dan trigliserida:



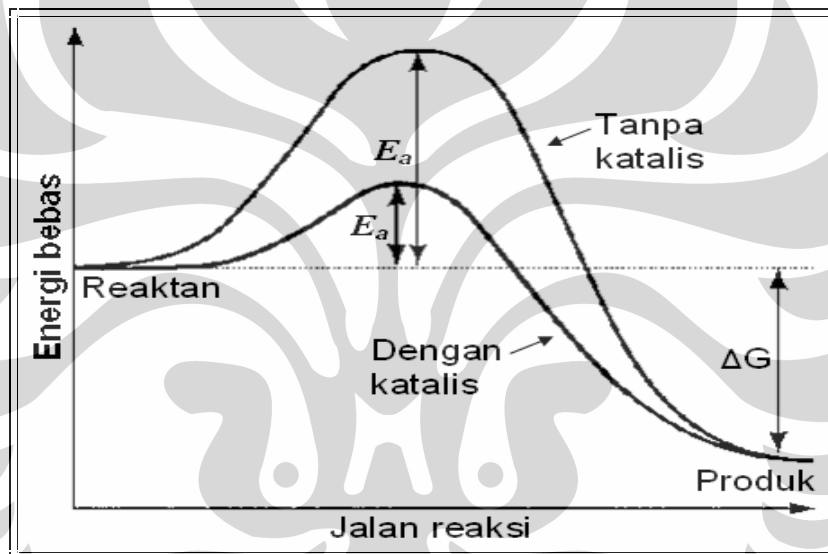
Gambar 2.2. Perbedaan mono, di dan trigliserida

II.4. Katalis

Dalam reaksi kimia, katalis merupakan perantara dalam reaksi kimia yang dapat membuat reaksi berlangsung lebih mudah. Katalis berpartisipasi dalam reaksi kimia untuk mencapai keadaan kesetimbangan kimia suatu sistem reaksi. Walaupun katalis mengalami perubahan selama reaksi tetapi pada akhirnya katalis akan berubah kebentuk asalnya pada akhir reaksi.

Katalis bekerja dengan meningkatkan kecepatan dan selektivitas dari reaksi dengan mengubah jalur reaksi tetapi tidak mengubah termodinamika dari reaksi¹¹.

Katalis dapat menurunkan energi aktivasi, yaitu energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk, meningkatkan laju reaksi dan berinteraksi dengan reaktan menghasilkan intermediet reaktif. Mekanisme kerja katalis digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.3. Hubungan katalis dengan energi aktivasi

Katalis dikelompokkan atas tiga jenis¹², yaitu:

1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama. Katalis homogen berfasa cair atau gas, begitu pula dengan reaktan juga berfasa cair atau gas.

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan. Katalis heterogen memiliki fasa padat sedangkan reaktan berfasa cair atau gas.

3. Katalis Enzim

Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid, dimana katalis ini memiliki fasa yang berada antara katalis homogen dan katalis heterogen.

Baik tidaknya suatu katalis ditentukan oleh¹³:

1. Aktivitas, yaitu kemampuan suatu katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
4. *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

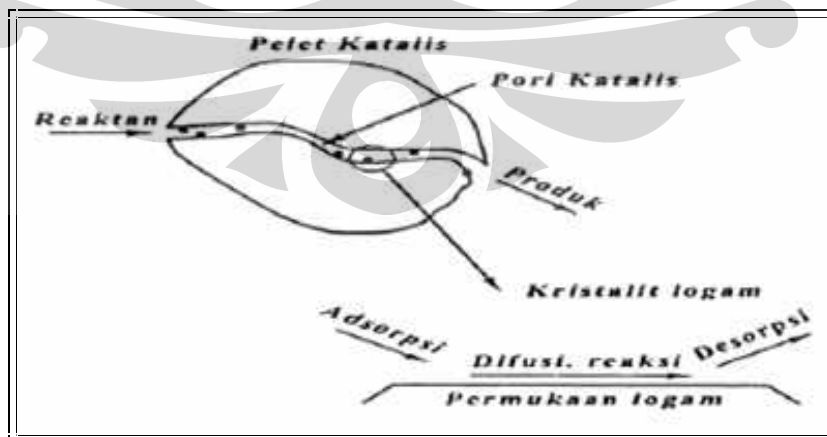
II.5. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan, dimana katalis berfasa padat sedangkan reaktan berfasa cair. Perbedaan fasa ini, menyebabkan antara katalis dan produk dapat dipisahkan dengan sempurna.

Proses reaksi katalisis katalis heterogen sangat kompleks, menyangkut tahap-tahap berikut ini¹⁴:

1. Transport molekul reaktan kekatalis.
2. Interaksi reaktan-reaktan dengan katalis (proses adsorpsi).
3. Reaksi dari spesies-spesies yang teradsorpsi menghasilkan produk reaksi.
4. Desorpsi produk katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

Berikut skema reaksi katalitik didalam rongga katalis yang berbentuk pelet:



Gambar 2.4. Skema reaksi katalitik didalam rongga katalis

Katalis heterogen dapat berupa logam, oksida logam dan zeolit, pada penelitian ini digunakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ digunakan sebagai katalis karena memiliki luas permukaan yang besar ($150\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$), volume pori yang besar ($0.51\text{ cm}^3/\text{g}$), diameter pori meso ($3\text{-}12\text{ nm}$) dan stabil pada suhu tinggi. Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ melalui pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ pada suhu $500\text{-}800^\circ\text{C}$. Katalis dimodifikasi dengan penambahan K_2CO_3 , yang bertujuan untuk meningkatkan kebasahan dari katalis, sehingga aktivitas katalis tersebut juga meningkat¹³.

Umumnya katalis heterogen tersusun atas beberapa komponen-komponen yang mendukung fungsi kerjanya yaitu pusat aktif yang merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat reaksi dan penyangga katalis, dimana merupakan tempat terdistribusinya sisi aktif, memiliki luas permukaan yang besar, memiliki kekuatan mekanik yang tinggi dan sebagai promotor untuk meningkatkan kinerja katalis, seperti aktivitas, stabilitas dan selektivitas katalis.

II.6. Alumina

Alumina adalah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 , merupakan oksida aluminium yang mempunyai sifat sebagai insulator panas dan insulator listrik yang baik, keras, struktur pori-pori yang besar serta tahan terhadap temperatur tinggi. Karena sifatnya ini alumina sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis.

Selain sebagai katalis alumina juga dipakai sebagai zat padat pendukung. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fasa aktif katalis. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis.

Berdasarkan strukturnya, alumina dikelompokkan atas dua jenis¹², yaitu:

1. Alumina stabil atau α - Al_2O_3 , dimana mempunyai struktur heksagonal.
2. Alumina transisi, disebut juga alumina aktif. Fasa alumina ini dapat diubah menjadi fasa α - Al_2O_3 dengan pemanasan lebih lanjut.

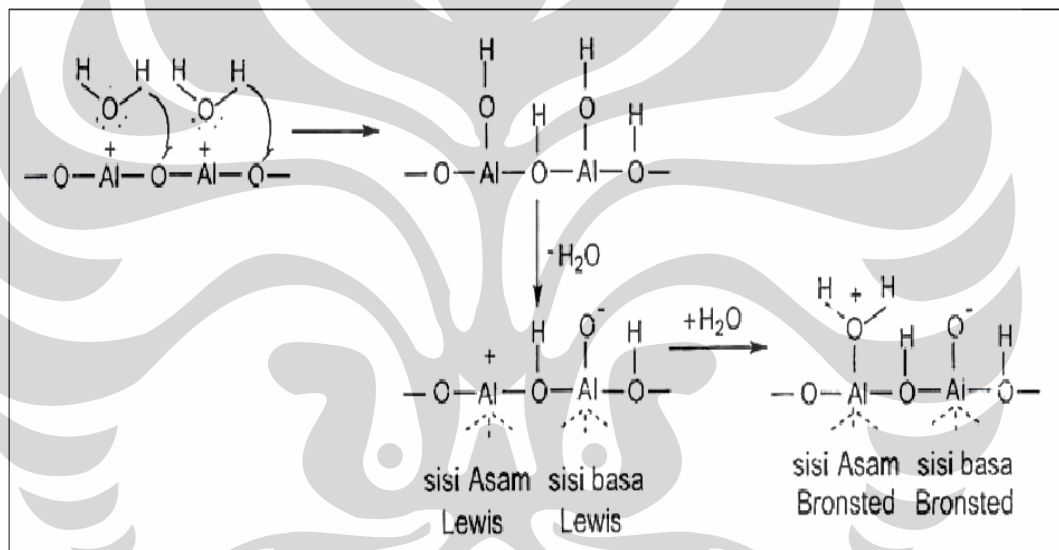
Berdasarkan kisaran suhu pemanasannya, alumina transisi dibedakan menjadi 2 kelompok yaitu:

1. Kelompok γ - Al_2O_3 (χ -, η - dan ζ - Al_2O_3).
2. Kelompok δ - Al_2O_3 (K-, θ - dan δ - Al_2O_3).

Alumina aktif disebut juga sebagai alumina transisi. Disebut sebagai alumina transisi karena dari berbagai fasa yang diidentifikasi dengan difraksi sinar-X berada pada tingkat transisi antara struktur aluminium hidroksida dengan α - Al_2O_3 stabil yang diproduksi melalui kalsinasi pada suhu tinggi, yaitu sekitar 900°C .

Pada dasarnya alumina bersifat amfoter, karena mengandung sisi asam dan sisi basa dengan kekuatan yang berbeda, tergantung pada cara pembuatannya. Sisi-sisi permukaan ini dihasilkan dari dehidrasi permukaan alumina pada suhu tinggi.

Sisi asam Lewis merupakan suatu koordinasi atom aluminium tidak lengkap yang terbentuk melalui dehidrasi, sehingga membentuk anion oksigen sebagai basa Lewisnya. Sedangkan sisi asam Bronstednya digambarkan pada atom aluminium yang mengadsorpsi H₂O. Keelektronegatifan sisi asam Lewis melemah dengan adanya adsorpsi air, karena sepasang elektron dari atom oksigen pada sisi basa Bronsted bertambah besar¹⁵.



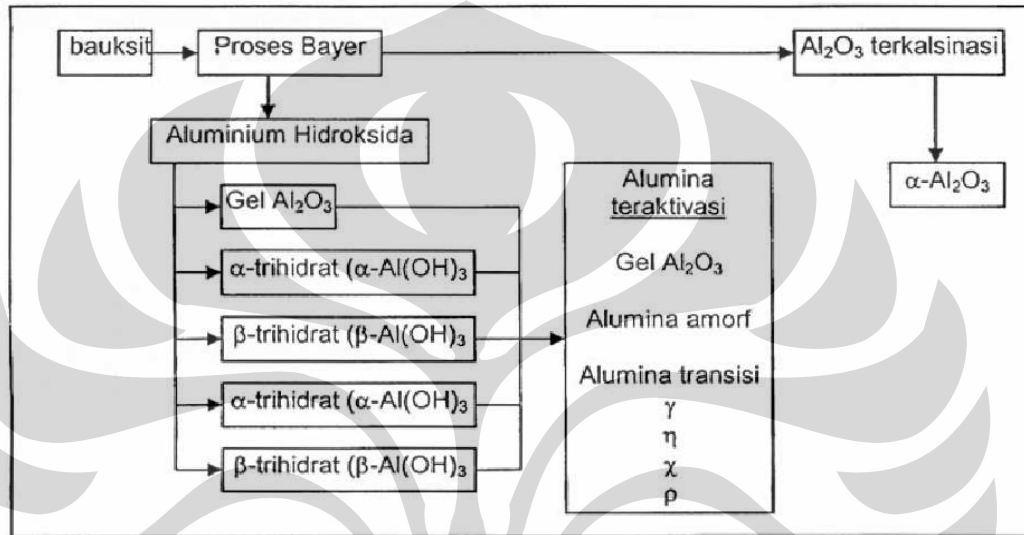
Gambar 2.5. Keasaman dan kebasaan alumina¹⁵

II.7. Gamma Alumina (γ -Al₂O₃)

γ -alumina merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Biasanya banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben karena mempunyai luas permukaan yang besar (150-300 m²/g), volume pori

yang besar ($0.51 \text{ cm}^3/\text{g}$) dan diameter pori meso (3-12 nm). -alumina juga digunakan dalam proses katalisis.

Pembuatan alumina biasanya melalui proses Bayer, prosesnya seperti berikut ini:



Gambar 2.6. Skema produk-produk proses Bayer

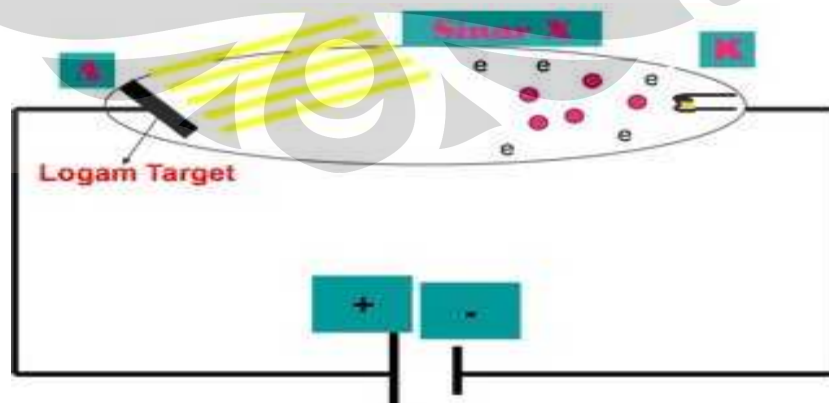
Pembuatan -alumina dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung Al^{3+} seperti aluminium sulfat. Penambahan basa akan meningkatkan pH larutan dan menyebabkan terbentuknya endapan $\text{Al}(\text{OH})_3$. Aluminium hidroksida yang terbentuk berbeda sesuai dengan rentang pH tertentu. Pada rentang pH antara 3-7, endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite (AlOOH) dan dengan pemanasan yang lebih lanjut akan membentuk $\text{-Al}_2\text{O}_3$ amorf. Jika endapan terbentuk pada pH 6-8, maka akan terbentuk endapan gel dari kristal boehmite, kemudian *diaging* pada temperatur 40°C akan berubah menjadi bayerit. Bayerit akan berubah menjadi $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$ setelah dilakukan kalsinasi. Saat dilakukan proses *aging*

pada temperatur 80°C maka akan menghasilkan boehmite yang lebih kristalin, selanjutnya apabila dicuci dan dikalsinasi akan menjadi $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ¹².

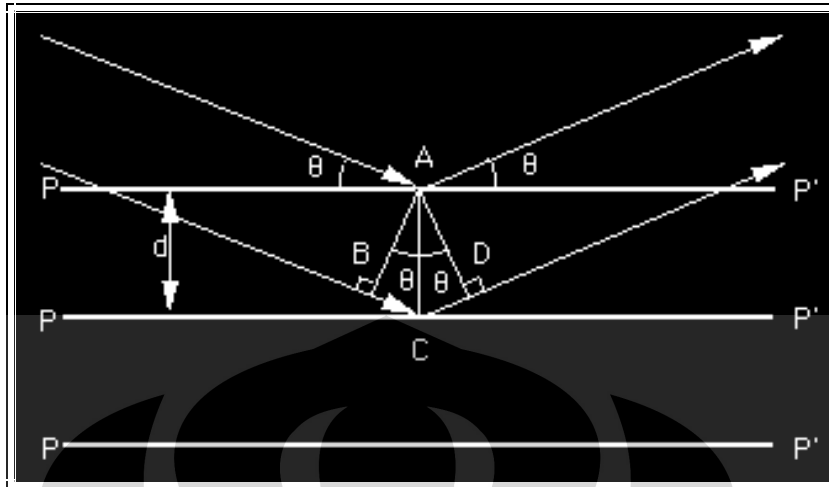
II.8. Karakterisasi Katalis dengan Difraksi Sinar-X

Karakterisasi katalis diperlukan untuk membandingkan struktur katalis yang dihasilkan melalui sintesis dengan struktur katalis standar, biasanya dilakukan dengan analisis difraksi sinar-X (XRD)¹⁶.

Difraksi sinar-X merupakan proses penghamburan sinar-X oleh kisi atom, yang bergantung kepada struktur kristal dan panjang gelombang. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik berenergi tinggi, dihasilkan akibat interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom dan panjang gelombangnya sekitar 100 pm. Prinsip difraksi sinar-X adalah sinar-X terpancar dari tabung sinar-X kemudian difraksi sinar-X yang konvergen diterima slit, setelah itu sinar-X diterima oleh detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang dihitung sebagai analisa pulsa tinggi. Interaksi sinar-X dengan material digambarkan sebagai berikut¹⁶:



Gambar 2.7. Cara kerja difraksi sinar-X



Gambar 2.8. Difraksi sinar-X pada suatu kristal

Bila seberkas sinar-X menumbuk permukaan bidang kristal Miller, maka sebagian sinar akan dihamburkan atau diteruskan kelapisan bidang atom atau molekul lainnya. Sinar-X yang dihamburkan bersifat koheren, dapat berinteraksi secara konstruktif atau destruktif. Interferensi konstruktif terjadi bila seberkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa. Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak $BC+CD$ sama dengan harga bilangan bulat (n) dari panjang gelombang radiasi, dapat dituliskan sebagai berikut:

$$BC+CD=n$$

Dimana n = orde reaksi

Oleh karena $BC+CD=2d\sin\theta$, maka interferensi konstruktif pada sudut θ :

$$n = 2d\sin\theta$$

(persamaan Bragg)

Keterangan: d = jarak antar kristal

θ = sudut difraksi

λ = panjang gelombang sinar-X

Sinar-X akan dipantulkan jika sudut pandang sinar-X sama dengan:

$$2 = n / 2d$$

Jika sudut (θ) sinar datang tidak memenuhi persamaan diatas maka akan mengalami interferensi destruktif. Dengan mengetahui data nilai d, sudut (2θ) dan intensitasnya, maka dapat diketahui senyawa serta struktur kristal dari sampel dengan membandingkan data tersebut dengan data standar¹⁷.



BAB III

METODE PENELITIAN

III.1. Rancangan Penelitian

Sampel berupa minyak yang dihasilkan oleh tanaman jarak pagar. Dimana minyak jarak ini direaksikan dengan alkohol (metanol) melalui reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ditambah Poli Etilen Glikol 6000 kemudian dicampurkan dengan K_2CO_3 untuk menaikkan sifat kebasaannya, sehingga dihasilkan senyawa metil ester dan katalis yang digunakan dapat dipisahkan dari produk yang terbentuk.

III.2. Metode Penelitian

Penelitian difokuskan pada penentuan kondisi optimum dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan metanol untuk menghasilkan persen konversi yang besar dalam waktu yang singkat. Karakterisasi katalis yang digunakan dilakukan dengan Difraksi Sinar-X, sedangkan penentuan persen konversi yang dihasilkan dihitung dari angka asam senyawa metil ester hasil reaksi transesterifikasi dibandingkan dengan angka asam minyak jarak murni.

III.3. Rancangan Percobaan

III.3.1. Alat dan Bahan

- Alat :**
- | | |
|--------------------------|------------------------|
| 1. Peralatan gelas | 9. pH meter |
| 2. Timbangan analitis | 10. Labu bulat |
| 3. Penyaring Buchner | 11. Tanur |
| 4. Kertas saring | 12. Buret |
| 5. Oven | 13. Kondensor |
| 6. Hot plate + stirer | 14. Botol polipropilen |
| 7. Pompa vakum | 15. Termometer |
| 8. Difraktometer sinar-X | |

- Bahan :**
- | | |
|-------------------------------|-----------------------------|
| 1. $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ | 7. K_2CO_3 |
| 2. Larutan NH_4OH | 8. HCl |
| 3. Larutan Etanol 96% | 9. Aquademin |
| 4. Minyak jarak | 10. H_2SO_4 |
| 5. Indikator penolftalein | 11. Poli Etilen Glikol 6000 |
| 6. KOH | 12. Metanol pa |

III.3.2. Prosedur Kerja

III.3.2.1. Preparasi Larutan Untuk Pembuatan $\text{-Al}_2\text{O}_3$

Larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ disiapkan dengan melarutkan padatan $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ dalam aquademin sampai larut sempurna untuk pembuatan katalis padatan Al_2O_3 . Selanjutnya menyiapkan larutan NH_4OH 6,4 M dengan cara mengencerkan 120 mL NH_4OH 25% dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

III.3.2.2. Pembuatan $\text{-Al}_2\text{O}_3$

Pembuatan $\text{-Al}_2\text{O}_3$ didahului dengan pembuatan boehmite dari aluminium hidroksida. Langkah awal yang dilakukan adalah melarutkan padatan $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ sampai larut sempurna. Selanjutnya larutan tersebut dititrasi dengan NH_4OH 6,4 M sambil dilakukan pengadukan dengan kecepatan konstan menggunakan magnetik stirer sampai pH campuran berkisar sekitar 8-9, kontrol pH dilakukan dengan pH meter.

Larutan yang terbentuk didiamkan semalam, lalu dicuci dengan aquademin dan dikeringkan. Endapan yang telah kering tersebut dilarutkan kembali dengan H_2SO_4 0,1 N sampai larut, kemudian larutan ditambahkan Poli Etilen Glikol (PEG) 6000 sebanyak 0,5-1,0% dari berat endapan yang dilarutkan. Campuran yang telah ditambah PEG ini distirer selama 3 hari. Setelah itu ditambahkan lagi NH_4OH sampai pH sekitar 8-9.

Selanjutnya campuran *diaging* secara *hidrotermal* menggunakan botol polipropilen dalam penangas air selama 24 jam pada suhu 40°C dan dilanjutkan lagi selama 96 jam pada suhu 80°C. Kemudian endapan yang terbentuk dicuci dan dinetralkan dengan aquademin, lalu endapan dibentuk pelet dan dikeringkan pada suhu 120°C. Pelet yang telah kering dikalsinasi pada suhu 550°C selama 24 jam dengan kenaikan suhu yang lambat.

Hasil kalsinasi merupakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, yang selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) atau difraktrometer sinar-X

III.3.2.3. Pencampuran $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan K_2CO_3

Pencampuran kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan kalium karbonat (K_2CO_3) dilakukan dengan berbagai macam variasi berat, yaitu pencampuran 10%, 15%, dan 20% dari berat kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Pencampuran dengan 10% berat $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan mengambil 10 gram $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah digerus halus dan dicampurkan dengan kalium karbonat yang telah digerus halus juga sebanyak 10% dari berat kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dicampurkan. Setelah itu campuran kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan K_2CO_3 dibuat pasta dengan menambahkan sedikit aquademin, lalu dibuat pelet dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam dalam kondisi vakum. Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk pencampuran K_2CO_3 sebanyak 15% dan 20%. Katalis yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD.

III.3.2.4. Karakterisasi Katalis dengan XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi katalis hasil sintesis pada penelitian dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) Philips PW 2213/20 dengan kisaran sudut difraksi (2θ) dari 5° sampai 80° , dimana karakterisasi katalis dilakukan pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan 20% Kalium karbonat (K_2CO_3).

III.3.2.5. Karakterisasi Minyak Jarak

III.3.2.5.1. Penentuan Angka Asam

Penentuan angka asam dilakukan dengan melarutkan 0,1 gram minyak jarak dengan 25 mL etanol 96% didalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan indikator penolftalein 1%, lalu menitrasi larutan tersebut dengan larutan KOH 0,1 N sampai warna merah muda tidak hilang dalam beberapa detik. Kemudian dihitung jumlah mg KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 gram minyak dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Angka Asam} = \frac{(A-B) \times N \times \text{BE KOH}}{m}$$

dengan : A = jumlah mL KOH yang dibutuhkan untuk menitrasi sampel

B = jumlah mL KOH yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko

N = normalitas KOH yang digunakan untuk menitrasi sampel

m = massa sampel

dalam penentuan angka asam ini dilakukan juga titrasi blanko.

III.3.2.5.2. Penentuan Angka Penyabunan

Penentuan angka penyabunan dilakukan dengan memasukkan sebanyak 0,1 gram minyak kedalam labu bulat, kemudian ditambahkan 12,5 mL KOH-alkoholis 0,5 N. Labu bulat dihubungkan dengan kondensor, kemudian dipanaskan dengan hati-hati sampai minyak tersabunkan dengan sempurna, yaitu jika butiran minyak tidak terlihat lagi selama 30 menit. Setelah larutan dingin, larutan ditambahkan indikator penolftalen (pp) 1%, lalu dititrasi dengan HCl 0,5 N sampai warna merah muda menghilang. Pada penentuan secara titrasi dilakukan juga titrasi blanko sebagai pembanding. Kemudian dihitung angka penyabunannya dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Angka Penyabunan} = \frac{(B-A) \times \text{BE KOH}}{m}$$

dengan : A = jumlah mL HCl untuk menitrasi sampel

B = jumlah mL HCl untuk menitrasi blanko

N = normalitas KOH untuk menyabunkan minyak

m = massa sampel

III.3.2.6. Uji Karakteristik Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan cara mencampurkan sebanyak 30 gram minyak jarak dan metanol yang ditempatkan kedalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi kondensor dan termometer dengan perbandingan mol minyak dan metanol sebesar 1:4,5. Pencampuran metanol awal adalah 80%, dimana campuran dipanaskan menggunakan *hotplate*

stirrer pada suhu 70°C dan distirer dengan kecepatan konstan. Setelah cukup larut, dimasukkan katalis sebesar 2% dari berat minyak. Reaksi dilangsungkan dengan variasi waktu 1 jam dan 2 jam, dengan suhu 80°C serta 90°C. Setelah reaksi berlangsung selama waktu yang telah ditentukan, metil ester yang dihasilkan dipisahkan dari gliserol. Setelah gliserol dipisahkan, diambil metil ester yang terbentuk sekitar ±3 mL untuk diuji angka asamnya.

Metil ester yang terbentuk ditambahkan 20% metanol sisa (dari perbandingan mol minyak: mol metanol (1:4,5). Kemudian direaksikan selama 1 jam, dan pada akhir reaksi diambil metil ester yang terbentuk sebanyak ± 3 mL. Metil ester yang dihasilkan dipisahkan kembali dari katalisnya, kemudian diuji angka asamnya. Langkah-langkah diatas dilakukan untuk perbandingan mol minyak jarak dengan mol metanol 1:6.

III.3.2.7. Uji Kuantitatif Hasil Reaksi Transesterifikasi

Penentuan Angka Asam

Uji kuantitatif hasil reaksi transesterifikasi dilakukan dengan cara penentuan angka asam metil ester yang terbentuk, dimana sebanyak 0,1 gram sampel dimasukkan kedalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 25 mL etanol 96%. Campuran larutan ditambahkan beberapa tetes indikator pp. Setelah itu dititrasi dengan KOH 0,1 N sampai warna merah muda tidak hilang dalam beberapa detik. Kemudian dihitung jumlah mg KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 gram sampel.

Persen konversi dihitung dari perbandingan angka asam sampel sebelum dan sesudah reaksi transesterifikasi

III.4. Penentuan Trigliserida

Minyak jarak yang sudah lama dan minyak jarak yang baru dimasukkan kedalam erlenmeyer kering dan tertutup sebanyak 64 gram, kemudian ditambahkan 27 mL metanol dan KOH 1,5% berat minyak. Campuran yang terbentuk distirer selama 30 menit. Setelah 30 menit metil ester dipisahkan dari gliserol menggunakan corong pisah, kemudian dicuci dengan air panas sampai air cucian netral. Metil ester hasil reaksi dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat lalu disaring, setelah itu metil ester yang telah kering dipanaskan hingga suhu 80°C dan dihitung berat metil ester yang terbentuk. Setelah didapatkan berat metil ester, ditentukan persen metil ester, dengan membandingkan berat metil ester yang terbentuk dengan berat minyak jarak yang direaksikan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pembuatan Katalis Gamma Alumina

Katalis gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dibuat dengan cara menggerus padatan alum sampai berbentuk bubuk halus yang berwarna putih. Alum merupakan senyawa aluminium potassium sulfat terhidrat dengan rumus umumnya $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Alum yang telah digerus halus tersebut dilarutkan dengan aquademin sampai larut sempurna, proses pelarutan secara sempurna dapat dilakukan dengan pemanasan larutan alum. Reaksi yang terjadi adalah:



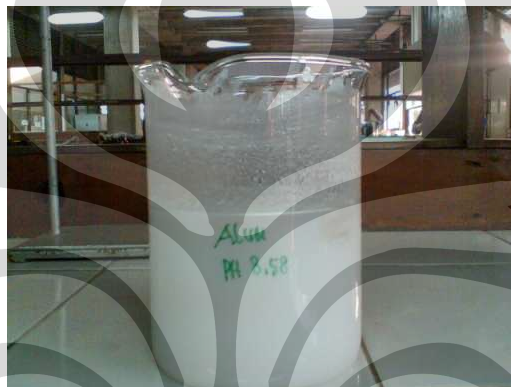
Larutan aluminium sulfat yang terbentuk berupa larutan agak keruh, dimana bentuknya adalah:



Gambar 4.1. Larutan aluminium sulfat

kemudian larutan aluminium sulfat ditambahkan dengan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) sampai pH larutan berada pada kisaran 8-9.

Penambahan ammonium hidroksida akan menghasilkan gel berwarna putih, gel ini merupakan sol aluminium hidroksida $[\text{Al}(\text{OH})_3]$. Sol ini didiamkan semalam agar terjadinya pengendapan sol dan pemudahan dalam penyaringan sol nantinya. Bentuk sol aluminium hidroksida $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ adalah:



Gambar 4.2. Sol aluminium hidroksida

Reaksi yang terjadi adalah:

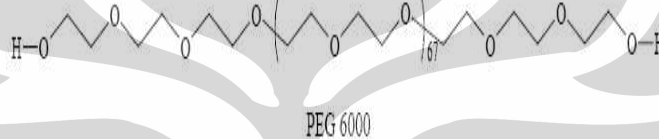


Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pHnya. Oleh karena gamma alumina dalam penelitian ini harus berasal dari boehmite, maka kontrol pH dilakukan pada kisaran 8-9, dimana pada kisaran ini terbentuk gel berwarna putih dan kristal boehmite.

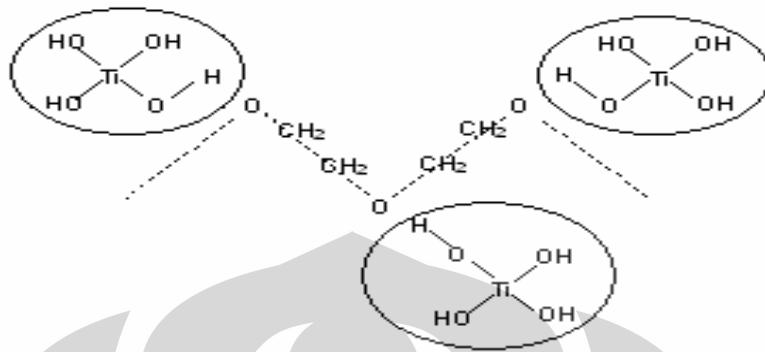
Sol aluminium hidroksida yang terbentuk dicuci dengan aquademin dan disaring sampai kering. Selanjutnya sol yang telah kering tersebut dilarutkan dengan larutan H_2SO_4 sampai larut sempurna. Proses pelarutan dengan asam sulfat dapat terjadi karena asam sulfat merupakan oksidator

kuat. Pemilihan asam sulfat sebagai pelarut sangat menguntungkan karena terdapat 2 ekivalen H^+ dalam setiap ekivalen asam sulfat, sehingga membutuhkan volume asam sulfat yang relatif lebih sedikit untuk melarutkan dibandingkan asam dengan 1 ekivalen H^+ .

Proses selanjutnya adalah penambahan Poli Etilen Glikol (PEG). Poli Etilen Glikol yang digunakan pada penelitian ini adalah PEG 6000, dimana struktur sebagai berikut:



PEG dimasukkan kedalam larutan (sol yang dilarutkan dengan H_2SO_4) lalu larutan distiter selama tiga hari. Penambahan Poli Etilen Glikol pada pembuatan katalis gamma alumina ini bertujuan untuk mencegah terjadi *cluster* aluminium yang merupakan sisi aktif pada katalis gamma alumina. Diharapkan dengan tidak terbentuknya *cluster* ini, atom Al tidak saling tumpuk, sehingga memudahkan ion K^+ dari penambahan K_2CO_3 nantinya terdistribusi merata untuk mengaktifkan sisi basa gamma alumina. berikut ini merupakan gambar pengikatan $Al(OH)_3$ pada PEG:



Gambar 4.3. Reaksi pengikatan Aluminium dengan PEG

Ikatan antara $\text{Al}(\text{OH})_3$ dengan PEG terjadi melalui ikatan hidrogen, dimana dengan adanya ikatan tersebut dapat mencegah terjadinya penggabungan atom-atom aluminium. Pada saat proses kalsinasi, Poli Etilen Glikol akan terdekomposisi menjadi gas, sehingga PEG akan terlepas dari struktur kristal. Pada gambar Ti diganti dengan Al yang mengikat 3 OH.

Jadi dengan adanya PEG, katalis tersebut terdapat rongga-rongga antara atom Al yang satu dengan atom Al yang lainnya, dengan adanya rongga ini diharapkan spesi aktif dari katalis $-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ yaitu gugus Al-O-K lebih banyak dan lebih mudah menyerang trigliserida sehingga langsung menghasilkan metil ester tanpa melalui tahap-tahap menjadi digliserida dan monogliserida. PEG juga berfungsi sebagai *template*, sehingga ukuran pori-pori menjadi besar, ukuran pori-pori yang besar menyebabkan trigliserida banyak masuk, pada akhirnya diharapkan persen konversi yang dihasilkan besar.

Setelah larutan tersebut distirer, ditambahkan lagi ammonium hidroksida sampai pH larutan berada pada kisaran 8-9 yaitu terbentuknya gel aluminium hidroksida. Gel aluminium hidroksida yang terbentuk dipanaskan secara hidrotermal (*diaging*) dalam botol polipropilen pada suhu 40°C selama 24 jam dan dilanjutkan lagi pada suhu 80°C selama 96 jam. Proses *aging* bertujuan untuk menghasilkan boehmite yang lebih kristalin. Proses *aging* pada suhu 40°C menghasilkan β -aluminium trihidroksida [β -Al(OH)₃] atau bayerit, sedangkan pada suhu 80°C bayerit akan berubah menjadi α -aluminium oksida hidroksida [α -AlO(OH)] atau boehmite. Boehmite merupakan alumina hidrat yang berbentuk amorf. Bentuk amorf ini dikarenakan boehmite masih mengandung hidrogen dalam jumlah relatif besar, biasanya dalam bentuk H₂O, hidroksida atau proton. Bentuk amorf ini kurang baik untuk menghasilkan γ -Al₂O₃.

Endapan boehmite yang didapatkan setelah proses *aging* masih mengandung sisa-sisa reagen yaitu berupa ion-ion kationik (seperti NH₄⁺) maupun ion-ion anionik (seperti SO₄²⁻, OH⁻), untuk menghilangkan sisa-sisa reagen tersebut perlu dilakukan pencucian dengan aquademin sampai pH larutan netral dan dikeringkan. Setelah pHnya netral endapan yang terbentuk dibuat pelet, tujuannya supaya pemisahan antara katalis dan reaktan lebih mudah dilakukan.

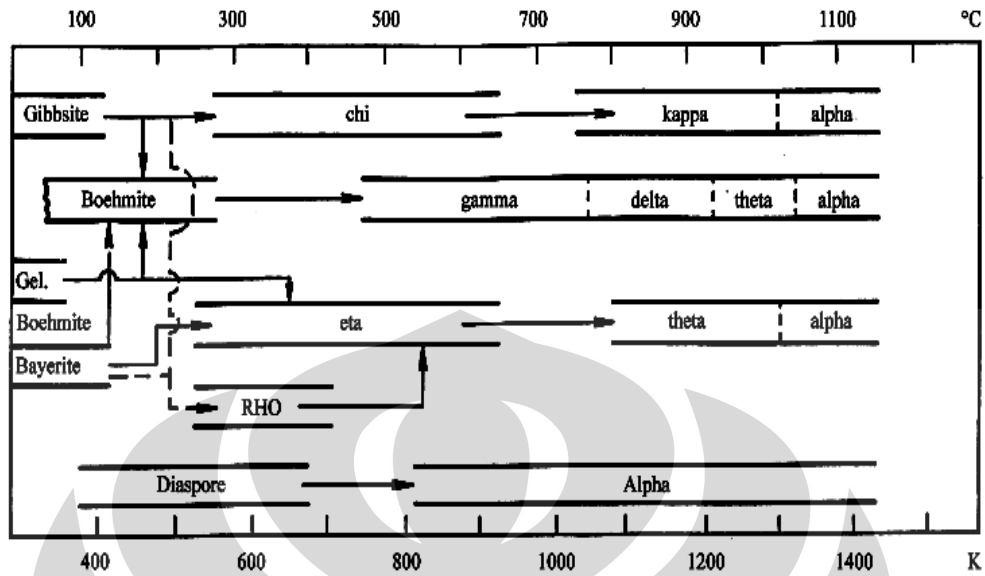
Untuk menguapkan air yang masih terdapat pada boehmite dilakukan pengeringan pelet di oven pada suhu 120°C selama 24 jam, selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu 550°C selama 24 jam. Suhu 550°C dipilih

berdasarkan pertimbangan bahwa alumina kelompok γ , yang sering digunakan sebagai katalis maupun pendukung katalis terbentuk pada suhu dibawah 600°C . Kalsinasi merupakan proses pemberian panas (*thermal treatment*) terhadap suatu material padatan untuk terjadinya dekomposisi termal, transisi fasa atau penghilangan fraksi-fraksi yang volatil. Kalsinasi biasanya dilakukan dibawah titik leleh produk yang diinginkan. Dalam penelitian ini, proses kalsinasi bertujuan untuk memperoleh oksida logam (γ - Al_2O_3) dengan cara menghilangkan molekul air yang terdapat pada struktur padatan dan untuk meningkatkan kekuatan pelet suatu katalis, sehingga lebih kristalin dan berwarna putih. Gambar katalis gamma alumina yang berbentuk pelet sebagai berikut:



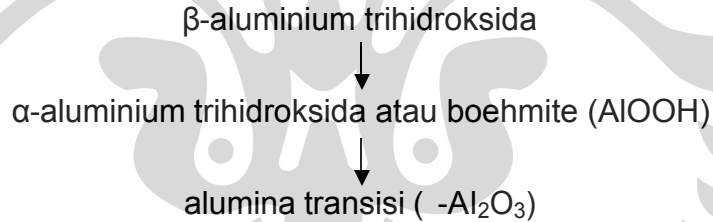
Gambar 4.4. Katalis γ - Al_2O_3

Suhu kalsinasi boehmite sangat mempengaruhi jenis produk alumina yang dihasilkan. Untuk γ - Al_2O_3 temperatur kalsinasinya sekitar 550°C , peningkatan suhu lebih lanjut akan menghasilkan delta alumina ($\pm 850^{\circ}\text{C}$), theta alumina ($\pm 1000^{\circ}\text{C}$) dan alpha alumina ($(\pm 1100^{\circ}\text{C})^{18}$, seperti terlihat pada gambar dibawah ini:

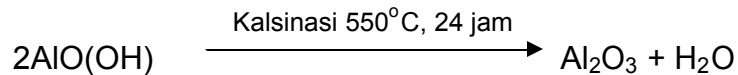
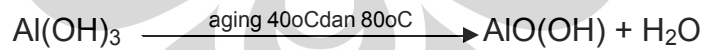


Gambar 4.5. Urutan transformasi termal dari aluminium hidroksida¹⁸

Fasa transisi yang terjadi pada gambar diatas adalah:

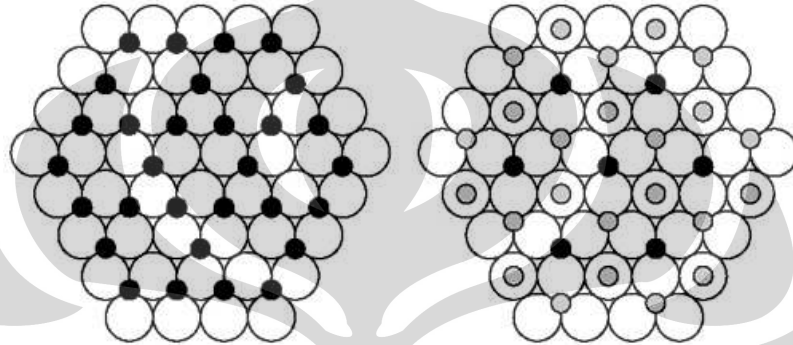


Proses pembuatan katalis $-\text{Al}_2\text{O}_3$ secara keseluruhan dapat dituliskan sebagai berikut:



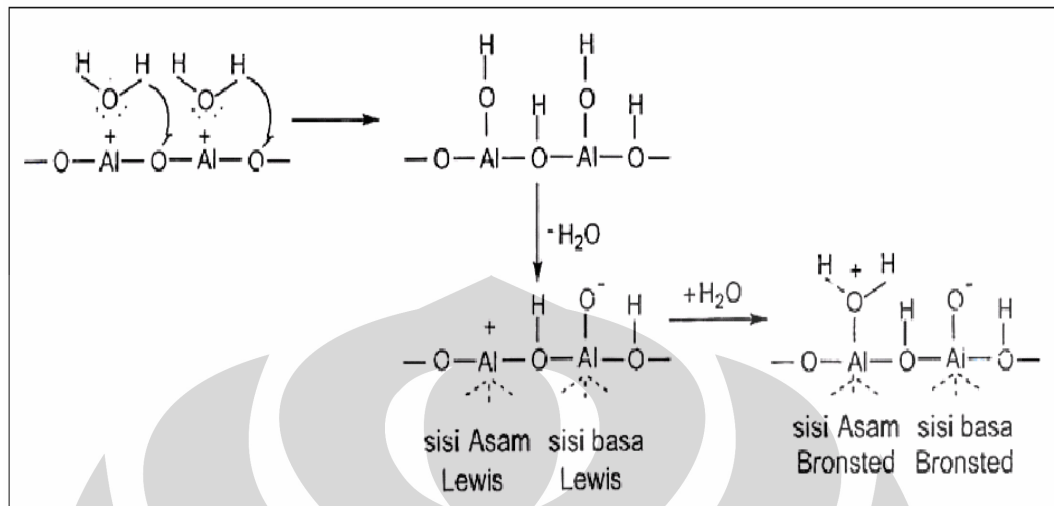
4.2. Pencampuran Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan K_2CO_3

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) yang terbentuk pada suhu kalsinasi 550°C dapat digunakan sebagai katalis, dimana struktur dua lapisan pertamanya adalah :



Gambar 4.6. Penggambaran dua lapisan pertama struktur $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

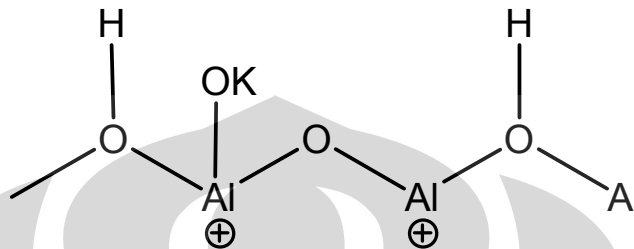
Pada struktur $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terdapat sisi asam dan sisi basa (amfoter). Sisi asam Lewis merupakan sisi yang dapat menerima elektron, sisi ini digambarkan sebagai koordinasi atom aluminium yang tidak lengkap dimana terbentuk akibat dehidrasi pada suhu tinggi sehingga mengakibatkan terbentuknya anion oksigen pada permukaan aluminium sebagai sisi basa Lewisnya. Sisi asam Bronsted merupakan sisi yang mendonorkan proton pada alumina, dimana digambarkan sebagai ion Al^{3+} yang dapat mengadsorpsi molekul H_2O sehingga keelektronegatifan sisi asam Lewis akan menurun karena pasangan elektron bebas oksigen dari molekul air akan disumbangkan ke sisi asam Lewisnya dan muatan negatif oksigen yang berada pada sisi basa menjadi lebih elektronegatif.



Gambar 4.7. Sisi basa dan sisi asam alumina

Permukaan alumina dipenuhi oleh gugus hidroksil, ion K^+ menggantikan proton pada gugus hidroksil membentuk gugus O-K. Kalium karbonat bereaksi kuat dengan gugus hidroksil permukaan dan membentuk Al-O-K pada alumina dengan cara menetralkan sisi asam alumina dan menggantikan gugus hidroksil. Gugus ini merupakan spesi sisi aktif pada katalis. Jadi dapat dikatakan bahwa kerapatan gugus hidroksil pada permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berbanding lurus dengan aktifitas yang maksimum, karena semakin banyaknya proton pada gugus hidroksil yang dapat digantikan oleh ion K^+ . Jadi ada dua kemungkinan sisi basa aktif yang terbentuk selama proses preparasi katalis, yaitu pembentukan oksida K_2O dan pembentukan ikatan Al-O-K pada permukaan katalis karena adanya interaksi antara garam dengan pendukung katalis (*salt-support interaction*)¹⁹.

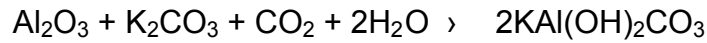
Berikut ini penggambaran sisi aktif katalis gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan penambahan kalium karbonat (K_2CO_3):



Gambar 4.8. Spesi aktif katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ini merupakan suatu katalis asam, untuk merubahnya menjadi katalis basa diperlukan pencampuran dengan K_2CO_3 , dimana terdapatnya sisi aktif basa pada permukaannya. Proses perubahan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari katalis asam menjadi basa ini terjadi karena sisi aluminium yang bersifat asam akan mengikat kalium dari K_2CO_3 sehingga sisi asam dari alumina akan berkurang.

Pada penelitian ini, kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang didapat digerus kembali sampai halus, setelah itu dicampur dengan kalium karbonat (K_2CO_3). Kalium karbonat ini berupa bubuk halus berwarna putih dan larut dalam air. Setelah keduanya bercampur, kristal tersebut kembali digerus sampai halus, agar proses pencampuran dapat terjadi secara homogen. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah dicampur dengan K_2CO_3 dibuat pasta dengan menambahkan sedikit aquademin, dimana pada pencampuran ini terjadi reaksi:



Gas CO_2 dalam reaksi diatas berasal dari udara, karena pada proses preparasi katalis tidak ada digunakan gas CO_2 secara khusus. $2\text{KAl}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ sebagai produk dari reaksi pencampuran Al_2O_3 dengan K_2CO_3 berfungsi sebagai *prekursor* sisi basa katalis, dimana terbentuk dari interaksi antara garam dengan pendukung katalis (*salt-support interaction*)¹⁹.

Pencampuran K_2CO_3 dengan Al_2O_3 dilakukan beberapa variasi, yaitu 10%, 15% dan 20% dari berat Al_2O_3 yang dicampurkan. Setelah terbentuknya pasta, campuran dibuat pelet agar nantinya mudah dipisahkan pada akhir proses reaksi transesterifikasi. Pelet yang terbentuk dikalsinasi ulang pada suhu 550°C , proses kalsinasinya dilakukan pada kondisi vakum, dimana bertujuan agar didapatkan kebasaaan katalis yang cukup baik dan molekul H_2O menguap. Pada kondisi vakum terjadi dekomposisi termal dari K_2CO_3 membentuk sisi basa yang aktif. Reaksi yang terjadi adalah:



Menurut Pinna (1998)²⁰ kalsinasi bertujuan untuk terjadinya dekomposisi *prekursor* logam dengan pembentukan oksida dan untuk menghilangkan produk-produk gas (CO_2 , H_2O) dan kation maupun anion yang ditambahkan sebelumnya. Pada proses kalsinasi terjadi pula proses *sintering prekursor* atau pembentukan oksida dan proses reaksi oksida dengan penyangga. Hubungannya dengan penambahan K_2CO_3 pada

γ - Al_2O_3 , dimana molekul K_2O berinteraksi dengan sisi asam pada γ - Al_2O_3 sehingga permukaan γ - Al_2O_3 relatif bersifat basa.

4.3. Karakterisasi Katalis dengan Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction)

Katalis γ - Al_2O_3 dan katalis γ - Al_2O_3 dengan penambahan K_2CO_3 yang telah dibuat pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X. Tujuan karakterisasi ini adalah untuk melihat tingkat keberhasilan dalam mensintesis katalis tersebut. Prinsip kerja dari alat XRD (X-Ray Diffraction) ini adalah seberkas sinar-X dilewatkan ke permukaan sampel yang terlebih dahulu dibuat dalam bentuk serbuk halus. Selanjutnya sinar-X ini sebagian dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan kelapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar-X yang berinterferensi konstruktif ini yang digunakan untuk analisis katalis.

Karakterisasi katalis ini menggunakan instrumen XRD Philips PW 2213/20 dengan kisaran sudut difraksi (2θ) dari 5° sampai 80° . Data yang diperoleh dari pengukuran menggunakan difraktogram sinar-X ini mencakup jarak bidang kristal (d), sudut difraksi (θ) dan intensitas, dimana sebagai sumbu X nya adalah sudut difraksi dan sebagai sumbu Y nya adalah intensitas. Data yang didapat merupakan data dari katalis yang disintesis, yang kemudian dibandingkan dengan standar dari literatur.

4.3.1. Karakterisasi Katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$

Hasil karakterisasi katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ tanpa adanya penambahan K_2CO_3 didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.1. Data difraksi sinar-X katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ hasil sintesis

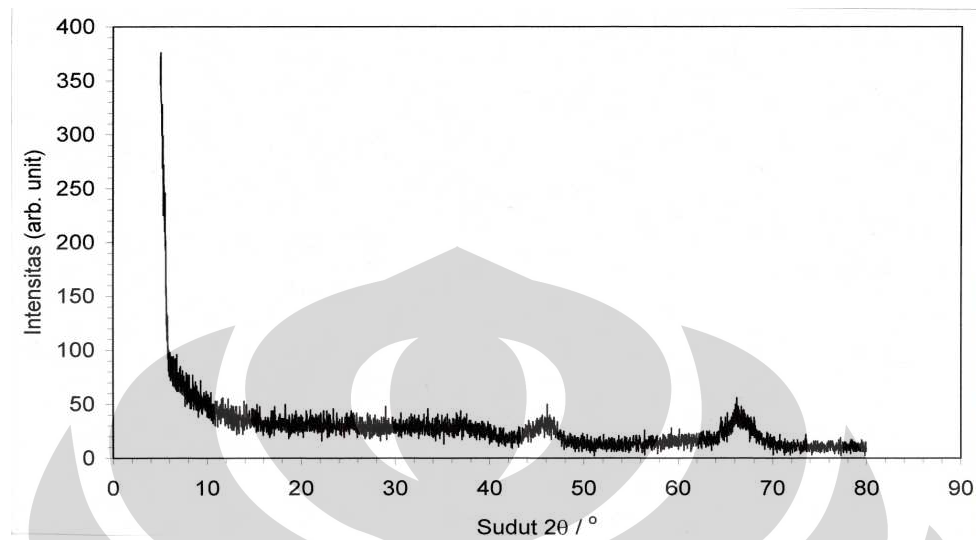
Puncak	$\text{-Al}_2\text{O}_3$	
	2θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	25,49148	33,63
2	45,8031	58,98
3	66,4465	100

Sedangkan data berdasarkan literatur untuk $\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah sebagai berikut:

Tabel 4.2. Data difraksi sinar-X standar $\text{-Al}_2\text{O}_3$

Puncak	2θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	37,440	62
2	46,197	78
3	67,312	100

Difraktogram XRD untuk katalis γ - Al_2O_3 hasil sintesis adalah:



Gambar 4.9. Difraktogram XRD katalis gamma alumina hasil sintesis

Dari hasil karakterisasi dengan XRD dapat diketahui bahwa katalis γ - Al_2O_3 yang disintesis sudah mendekati standar γ - Al_2O_3 . Hal ini dapat dilihat pada hasil difraktogramnya, dimana pada puncak 2 dan puncak 3 nilai 2θ nya sudah mendekati standar, bahkan pada puncak 3 intensitas relatifnya sudah 100%.

4.3.2. Karakterisasi Katalis 20% K_2CO_3 / γ - Al_2O_3

Karakterisasi katalis pada penelitian ini hanya dilakukan pada katalis γ - Al_2O_3 yang ditambahkan 20% K_2CO_3 , hal ini dikarenakan dari seluruh reaksi transesterifikasi yang dilakukan, persen konversi yang bagus terdapat pada reaksi dengan bantuan katalis ini. Hasil karakterisasi katalis γ - Al_2O_3 dengan penambahan 20% K_2CO_3 adalah sebagai berikut:

Tabel 4.3. Data difraksi sinar-X katalis $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ hasil sintesis

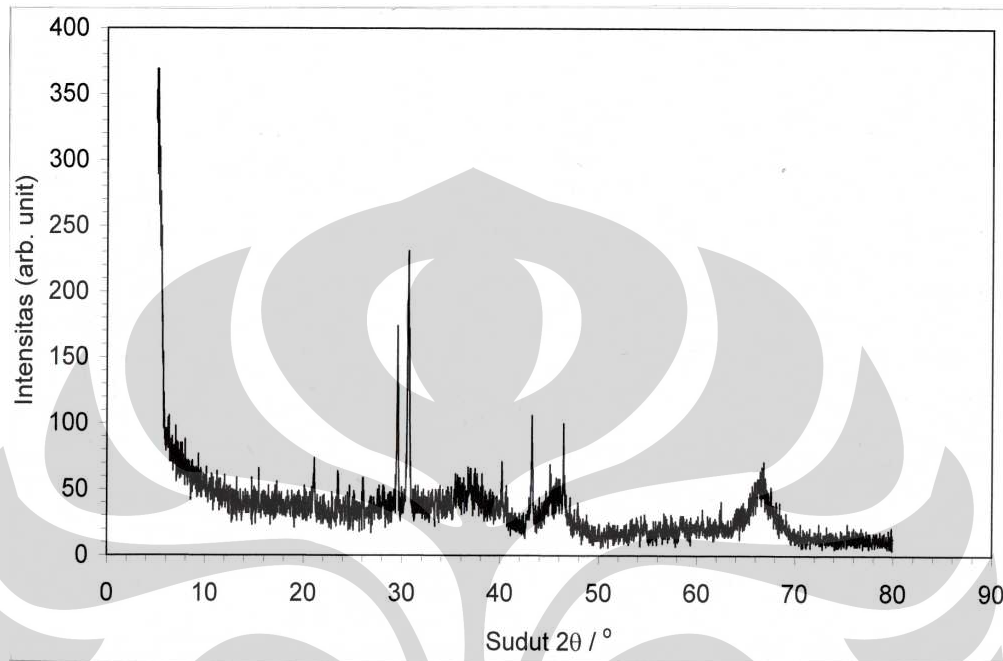
Puncak	2θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	20,9916	17,37
2	29,4781	49,7
3	30,5924	100
4	43,1444	27,58
5	46,3851	25,46
6	66,5067	24,47

Sedangkan data standar yang diperoleh dari literatur untuk K_2CO_3 adalah sebagai berikut:

Tabel 4.4. Data difraksi sinar-X standar K_2CO_3

Puncak	2θ (deg)	Intensitas relatif (%)
1	21,036	18
2	28,564	25
3	30,331	45

Difraktogram XRD untuk katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ hasil sintesis sebagai berikut:



Gambar 4.10. Difraktogram XRD katalis 20% $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ hasil sintesis

Dari data hasil karakterisasi katalis $\text{K}_2\text{CO}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah disintesis dapat diketahui bahwa dengan penambahan K_2CO_3 ditemukan puncak-puncak selain puncak alumina. Puncak pada $2\theta=29,4781$ menunjukkan adanya K_2CO_3 , untuk puncak $2\theta=30,5924$ diperkirakan adanya K_2O , sedangkan puncak alumina sendiri berada pada $2\theta=46,3851$ dan $2\theta=66,5067$. Adanya puncak-puncak selain alumina ini menandakan bahwa sisi aktif $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ telah terbentuk dengan penambahan K_2CO_3 .

4.4. Uji Kuantitatif Minyak Jarak

Minyak jarak pada penelitian ini berasal dari tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas L*), minyak jarak didapat dari proses ekstrak dari biji jarak, dimana dihasilkan minyak yang berwarna kuning. Minyak jarak ini dibeli di Balai Penelitian Teknologi dan Energi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong. Biji jarak memiliki kandungan minyak yang tinggi, oleh karena itu digunakan sebagai biodiesel. Uji kuantitatif minyak jarak dilakukan dengan dua cara yaitu menentukan angka asam dan angka penyabunan minyak.

4.4.1. Uji Angka Asam

Angka asam adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram lemak atau minyak. Angka asam menggambarkan banyaknya asam lemak bebas dalam sampel minyak jarak, dimana dengan adanya asam lemak bebas dan senyawa aldehid mengakibatkan minyak menjadi tengik, karena pemutusan ikatan rangkap melalui pembentukan peroksida oleh oksidasi udara atau hidrolisis mikroorganisme. Angka asam ini sangat berpengaruh terhadap kualitas minyak, semakin tinggi nilai angka asam suatu minyak, maka dapat dikatakan kualitas minyak tersebut semakin buruk, begitu juga sebaliknya semakin rendah nilai angka asam maka kualitas minyak semakin bagus.

Setelah minyak dilarutkan dengan etanol ditambahkan beberapa tetes indikator phenolftalen selanjutnya dititrasi menggunakan larutan KOH. Proses titrasi berakhir apabila warna larutan dari bening berubah menjadi merah muda yang merupakan titik akhir titrasinya. Reaksi yang terjadi selama titrasi sebagai berikut:



Pada reaksi diatas asam lemak bebas pada sampel akan bereaksi dengan KOH membentuk garamnya dan air.

Angka asam minyak jarak dihitung berdasarkan persamaan berikut :

$$\text{Angka Asam} = \frac{(A-B) \times N \times \text{BE KOH}}{\text{Gram sampel}}$$

Dimana :

A = volume KOH yang digunakan untuk menitrasi sampel sampai titik ekuivalen.

B = volume KOH yang digunakan untuk menitrasi blanko sampai titik ekuivalen.

N = normalitas larutan KOH

BE KOH = berat ekuivalen KOH

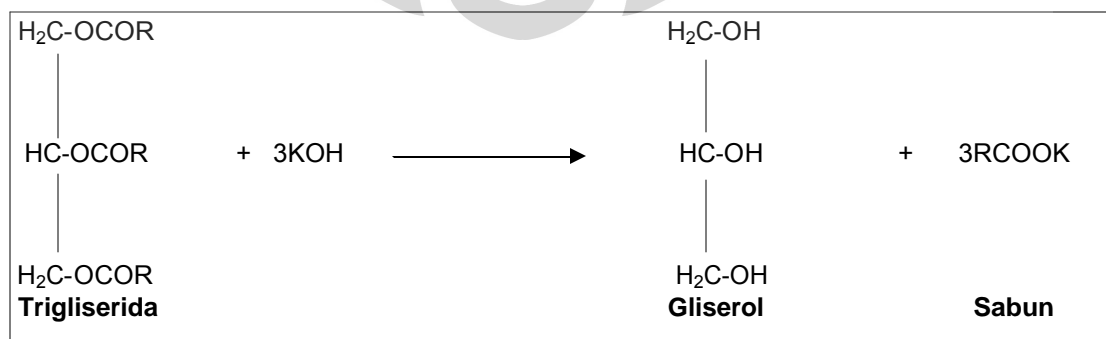
Dari hasil percobaan diperoleh nilai angka asam untuk minyak jarak yang digunakan sebesar 32,91 mg/g sampel, hal ini dapat dikatakan bahwa kualitas minyak jarak yang digunakan kurang bagus. Penentuan nilai blanko pada titrasi bertujuan untuk mengoreksi volume KOH yang digunakan untuk

menetralkan asam lemak bebas, blanko hanya berisi pelarut etanol saja. Dengan adanya perhitungan blanko, diharapkan volume KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas benar-benar berasal dari sampel yang diukur.

4.4.2. Uji Angka Penyabunan

Angka penyabunan adalah jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak dari hasil hidrolisis sempurna satu gram minyak atau lemak. Angka penyabunan dapat menggambarkan berat molekul suatu minyak atau lemak, semakin besar nilai angka penyabunan, maka semakin besar pula berat molekul minyak atau lemak tersebut, begitu juga sebaliknya.

Angka penyabunan ini diperoleh dari mereaksikan sampel minyak jarak dengan larutan KOH alkoholis. KOH alkoholis merupakan padatan KOH yang dilarutkan dengan larutan etanol 96%. Setelah keduanya bercampur dilakukan pemanasan menggunakan *heating mantel* sampai tidak ada lagi terlihat butiran minyak pada sampel (kira-kira 30 menit). Pemanasan dilakukan menggunakan refluks yang dilengkapi kondensor agar uap yang terbentuk tidak hilang. Reaksi yang terjadi adalah:



Reaksi diatas menggambarkan sejumlah sampel minyak (trigliserida) direaksikan dengan KOH alkoholis. Tiga mol KOH bereaksi dengan satu mol minyak menghasilkan gliserol dan garam dari asam lemaknya atau sabun. Total KOH yang dicampurkan sebagian digunakan untuk reaksi penyabunan dan sebagian lagi tersisa didalam larutan. Jumlah KOH yang tersisa ini (tidak bereaksi) ditentukan dengan titrasi menggunakan HCl dengan adanya indikator phenolftalen, dimana titik akhir titrasi ditandai dengan berubahnya warna larutan dari merah muda menjadi bening. Dengan titrasi ini jumlah KOH yang bereaksi dapat ditentukan. Angka penyabunan minyak jarak ditentukan dari persamaan berikut:

$$\text{Angka penyabunan} = \frac{(B-A) \times N \times \text{BE KOH}}{\text{Gram sampel}}$$

Dimana:

A = volume HCl yang digunakan untuk menitrasi sampel sampai titik ekuivalen.

B = volume HCl yang digunakan untuk menitrasi blanko sampai titik ekuivalen.

N = normalitas larutan KOH

BE KOH = berat ekuivalen KOH

Sama halnya dengan penentuan angka asam, pada penentuan penyabunan juga menggunakan blanko, dimana blanko pada angka penyabunan diasumsikan bahwa KOH tidak digunakan dalam reaksi penyabunan, sehingga untuk mengetahui KOH yang bersisa didapat dari

KOH yang tidak bereaksi dikurangi dengan KOH yang digunakan dalam reaksi penyabunan. Angka penyabunan dari minyak jarak yang digunakan adalah sebesar 161,934 mg KOH/gram minyak. Hal ini menandakan bahwa minyak jarak yang digunakan memiliki berat molekul yang besar.

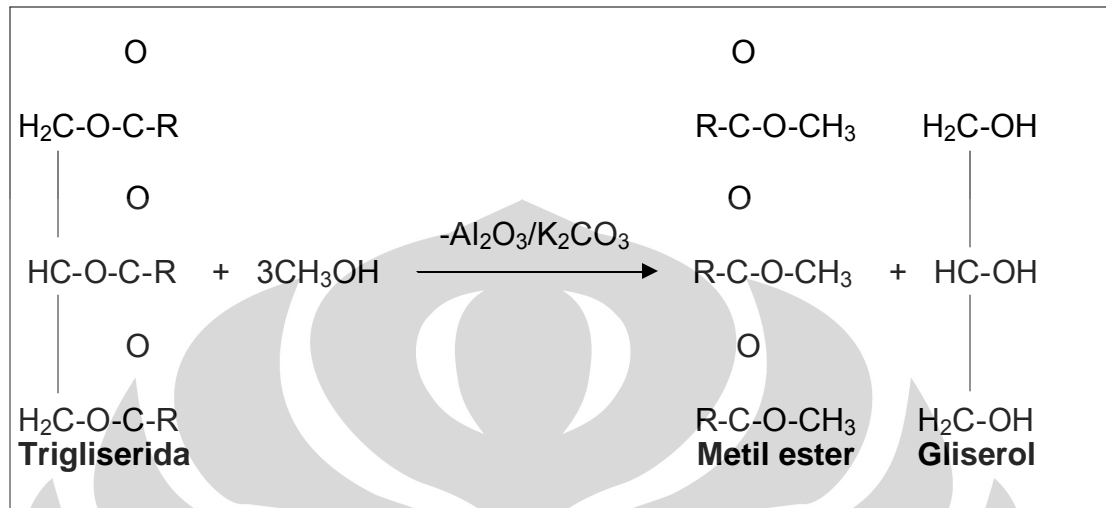
4.5. Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi

Biodiesel merupakan sumber energi alternatif pengganti solar yang diturunkan dari minyak tanaman. Salah satu tanaman yang dapat menghasilkan minyak dan dapat digunakan sebagai sumber bahan bakar alternatif pengganti solar adalah tanaman jarak. Proses utama pengolahan biodiesel dari minyak jarak adalah proses transesterifikasi.

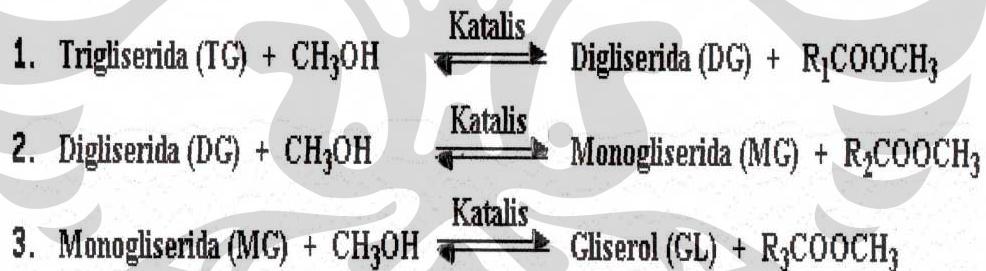
Reaksi transesterifikasi atau disebut juga alkoholisis merupakan suatu tahap konversi dari trigliserida menjadi alkil ester melalui reaksi dengan alkohol dimana menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Reaksi ini melibatkan katalis asam atau katalis basa. Katalis asam dapat mengkatalis reaksi dengan jalan mendonorkan elektron ke grup alkoksi, Sebaliknya katalis basa dapat berfungsi sebagai katalis dalam reaksi dengan cara menarik elektron dari alkohol.

Reaksi transesterifikasi pada penelitian ini digambarkan sebagai

berikut:

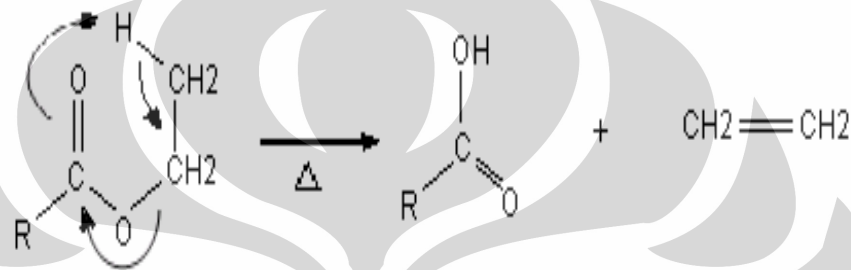


Reaksi transesterifikasi sebenarnya berlangsung dalam tiga tahapan yaitu sebagai berikut:

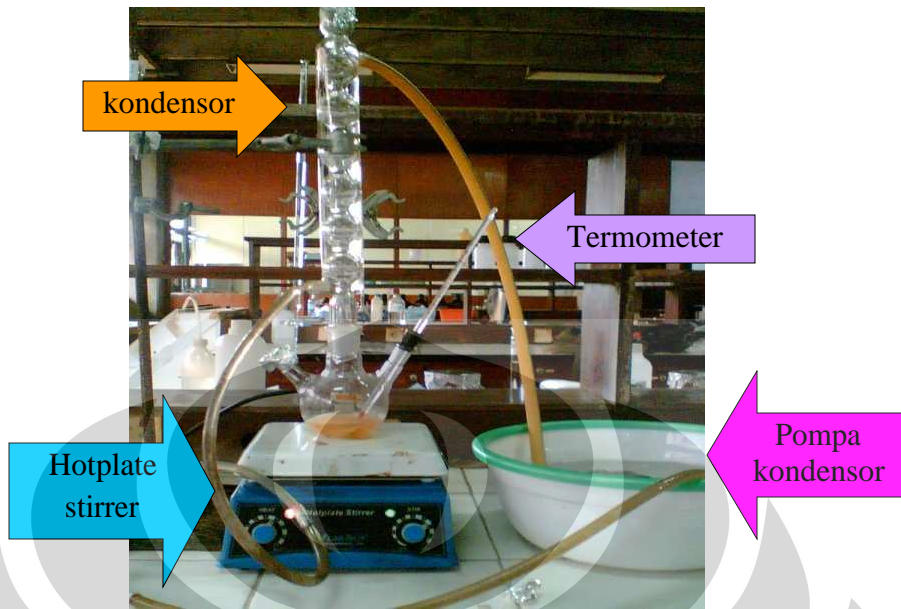


Alkohol yang digunakan pada reaksi transesterifikasi pada penelitian ini adalah metanol, sehingga disebut juga metanolisis. Penggunaan metanol didasarkan karena metanol sering digunakan pada proses transesterifikasi, harganya murah, reaktifitasnya paling tinggi, alkohol berantai paling pendek, bersifat polar. Selain itu penggunaan metanol dapat menghasilkan metil ester yang lebih stabil dan kurang dipengaruhi oleh kandungan air dalam minyak. Sedangkan etanol dipengaruhi oleh adanya air karena etanol dan air

merupakan larutan *azeotrop*. Penggunaan etanol sebagai alkohol dapat menghasilkan etil ester yang kurang stabil dan meninggalkan residu karbon yang lebih besar, selain itu etil ester yang terbentuk dapat mengalami peristiwa pirolisis ester pada suhu tinggi sehingga menghasilkan etena dan asam lemak kembali. Berikut ini merupakan reaksi pirolisis etil ester:

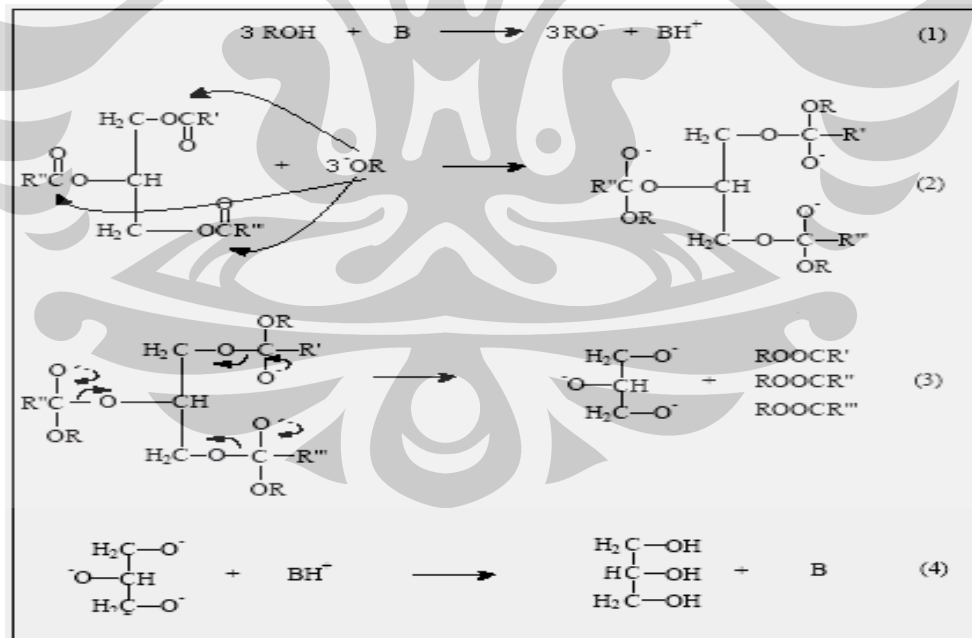


Reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain oleh rasio mol reaktan (minyak dan alkohol), temperatur reaksi, jenis alkohol dan jenis katalis yang digunakan. Alkali katalis (katalis basa) akan mempercepat reaksi transesterifikasi bila dibandingkan dengan katalis asam, dimana dapat mempercepat laju reaksi sampai 4000 kali. Perbedaan yang cukup signifikan dalam kecepatan reaksi katalis asam dan basa dikarenakan reaksi berlangsung satu arah (*irreversibel*), sehingga arah reaksi hanya kepada produk. Proses reaksi transesterifikasi dalam penelitian seperti pada gambar berikut ini:



Gambar 4.11. Sistem reaksi transesterifikasi

Mekanisme reaksi transesterifikasi yang terjadi dengan adanya katalis basa adalah sebagai berikut:



Gambar 4.12. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa²¹

Berdasarkan mekanisme reaksi diatas dapat diketahui bahwa 3 mol alkohol bereaksi dengan katalis basa (disimbolkan dengan B), katalis basa yang bereaksi adalah sisi aktif dari katalis yaitu Al-O-K menghasilkan 3 mol alkoksida (OR). Ketiga alkoksida ini menyerang trigliserida pada ketiga gugus karbonilnya, dan menyebabkan terbentuknya ketiga metil ester (monogliserida), tanpa melalui tahap intermediet dari trigliserida menjadi digliserida dan terakhir menjadi monogliserida. Disinilah peranan katalis basa yaitu mempercepat pembentukan intermediet sehingga pembentukan produk menjadi cepat²¹.

Pada penelitian ini digunakan katalis heterogen basa gamma alumina ($\text{-Al}_2\text{O}_3$) yang dimodifikasi permukaannya dengan penambahan K_2CO_3 untuk dapat mengkatalis reaksi transesterifikasi. Katalis ini divariasikan dalam hal banyaknya kalium karbonat yang ditambahkan pada alumina, yaitu sebesar 10%, 15% dan 20% dari berat alumina. Dalam hal ini diharapkan diperoleh jumlah maksimum K_2CO_3 untuk menutupi permukaan katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Reaksi transesterifikasi dilakukan didalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondenser dan termometer serta *hotplate stirrer*. Minyak jarak dicampur dengan metanol kemudian dipanaskan sambil distirer. Proses pengadukan ini dilakukan dengan kecepatan konstan. Proses pengadukan berpengaruh terhadap reaksi yang berlangsung, karena dengan pengadukan kontak antara reaktan (minyak dan metanol) dan antara reaktan dengan katalis dapat ditingkatkan, sehingga kecepatan reaksi pun bertambah.

Perbandingan pengaruh perbedaan kecepatan dalam pengadukan selama

reaksi transesterifikasi telah dilakukan oleh Wenlei Xie *et. Al²²*. dimana dengan kecepatan pengadukan 100 rpm hanya dihasilkan persen konversi sebesar 46,5%, sedangkan dengan kecepatan pengadukan sebesar 600 rpm dihasilkan persen konversi sebesar 87,4%.

Proses pencampuran minyak dengan metanol pada penelitian ini dilakukan dengan perbandingan mol minyak : mol metanol = 1:4,5 dan 1:6. Jumlah metanol dibuat berlebih untuk mendorong reaksi kearah pembentukan produk yaitu metil ester dan gliserol. Pada awal reaksi hanya dicampurkan 80% dari banyaknya metanol dari perbandingan tersebut. Tujuannya adalah untuk mengetahui seberapa besar metil ester yang terbentuk sesuai dengan perhitungan stoikiometri, dimana berdasarkan perhitungan stoikiometri untuk setiap satu mol trigliserida (minyak) diperlukan tiga mol metanol untuk menghasilkan metil ester. Proses penambahan katalis dilakukan setelah minyak cukup larut didalam metanol, massa katalis yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi ini sebesar 2% dari massa minyak jarak yang digunakan. Reaksi dilakukan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C, sedangkan reaksi dilakukan dalam rentang waktu 1 jam dan 2 jam.

Selama reaksi berlangsung, minyak larut dalam fasa metil ester dan metanol terdistribusi diantara fasa metil ester dan gliserol. Hal ini disebabkan karena metanol larut sempurna dalam metil ester dan gliserol tapi tidak larut dalam minyak. Kelarutan metil ester pada fasa gliserol sedikit lebih besar dibandingkan kelarutan gliserol pada fasa metil ester, sehingga pada akhir reaksi terbentuk fasa metil ester dan fasa gliserol.

Setelah reaksi berlangsung dalam waktu yang ditentukan (1 jam/2jam) dipisahkan antara metil ester dan gliserol, gliserolnya dibuang, sedangkan metil esternya direaksikan lagi dengan penambahan 20% metanol sisa. Setelah itu reaksi dilanjutkan lagi selama satu jam dengan mengambil lebih kurang 3 mL hasil reaksi. Setelah reaksi selesai dilakukan pengujian angka asam dan perhitungan persen konversinya. Hasil reaksi transesterifikasi yang didapat pada penelitian ini adalah sebagai berikut:



Gambar 4.13. Hasil reaksi transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dikatakan telah berlangsung jika ada pengurangan angka asam yang menandakan sebagian asam lemaknya telah terkonversi menjadi metil ester. $-Al_2O_3/K_2CO_3$ pada reaksi transesterifikasi ini berfungsi sebagai katalis yang menghidrolisis trigliserida untuk membebaskan asam lemaknya sehingga dapat bereaksi dengan metanol sehingga diperoleh senyawa esternya yaitu metil ester.

4.5.1. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol

4.5.1.1. Menggunakan Katalis 10% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$

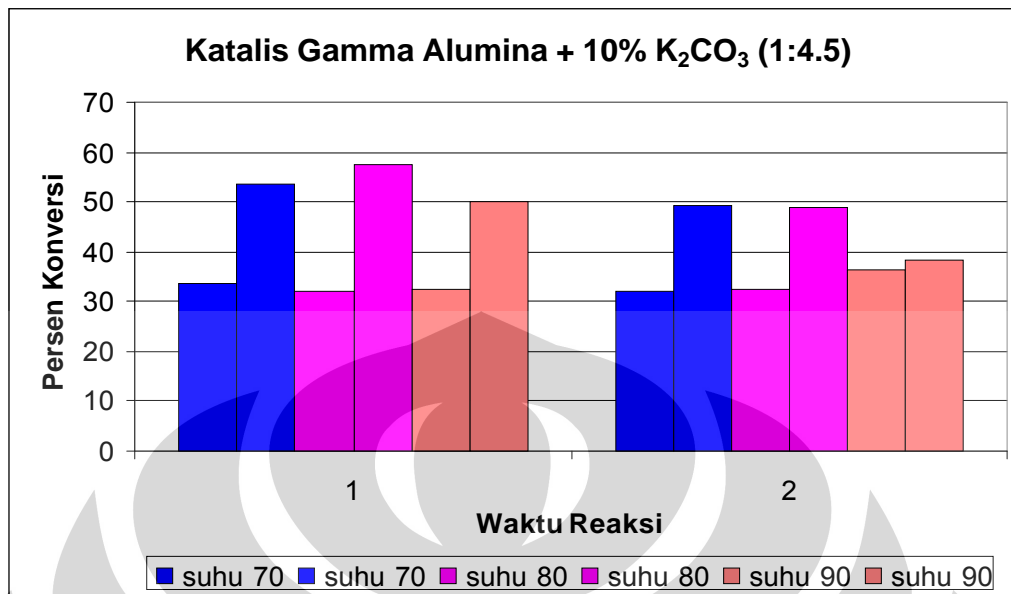
Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu $70^\circ C$, $80^\circ C$ dan $90^\circ C$ dengan waktu reaksi 1 jam dan 2 jam. Pada reaksi ini didapatkan nilai angka asam yang menurun dari nilai angka asam minyak jarak asli, yaitu dari 32,91 mg KOH/g minyak menjadi angka asam terendah sebesar 13,93 mg/g. Persen konversi minyak dapat dihitung dari penurunan angka asam minyak jarak yang direaksikan.

Dari hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis 10% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:4,5 didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.5. Persen konversi dengan katalis 10% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:4,5)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		$70^\circ C$	$80^\circ C$	$90^\circ C$
1 Jam	0	33,66	32,15	32,54
	60	53,47	57,67	50,14
2 Jam	0	31,99	32,27	36,20
	60	49,29	48,95	38,45

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu $70^\circ C$, $80^\circ C$ dan $90^\circ C$ adalah sebagai berikut:



Gambar 4.14. Diagram persen konversi katalis 10% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:4,5)

Dari data-data diatas dapat dilihat bahwa pada saat reaksi transesterifikasi dilakukan selama 1 jam pada suhu 70°C didapatkan persen konversi sebesar 33,66%. Dengan adanya penambahan metanol sebesar 20%, persen konversi naik menjadi 53,47%. Untuk reaksi yang dilakukan pada suhu 80°C, persen konversi selama 1 jam reaksi sebesar 32,15%, dengan penambahan 20% metanol naik menjadi 57,67%. Sedangkan pada suhu 90°C, persen konversi selama 1 jam reaksi naik sedikit dibandingkan reaksi pada suhu 80°C yaitu sebesar 32,54%, dengan penambahan 20% metanol persen konversinya menjadi 50,14%.

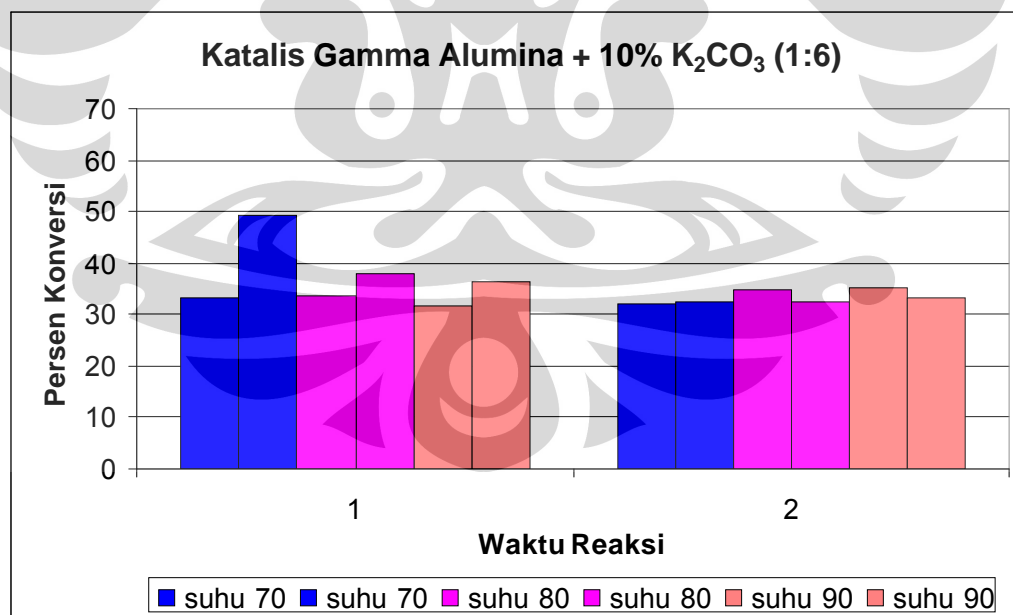
Dengan bertambahnya waktu reaksi transesterifikasi menjadi 2 jam, didapatkan persen konversi yang agak turun dari reaksi selama 1 jam, baik pada suhu 70°C, 80°C maupun 90°C.

Untuk perbandingan mol minyak jarak dan metanol sebesar 1:6, didapatkan persen konversi sebagai berikut:

Tabel 4.6. Persen konversi dengan katalis 10% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:6)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		70°C	80°C	90°C
1 Jam	0	33,27	33,78	31,64
	60	49,11	38,11	36,20
2 Jam	0	32,14	34,93	35,22
	60	32,41	32,54	33,27

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.15. Diagram persen konversi katalis 10% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:6)

Reaksi transesterifikasi dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol sebesar 1:6 selama satu jam reaksi didapatkan persen konversi sebesar 33,27% pada suhu 70°C, mengalami kenaikan persen konversi pada suhu 80°C sebesar 33,78%, tetapi persen konversinya menurun pada suhu 90°C yaitu sebesar 31,64%. Dengan adanya penambahan 20% metanol, persen konversi menjadi naik, dimana persen konversi tertinggi pada suhu 70°C sebesar 49,11%.

Untuk reaksi transesterifikasi yang dilakukan selama 2 jam, adanya peningkatan persen konversi dengan penambahan 20% metanol pada masing-masing suhu reaksi, tetapi dengan kenaikan suhu persen konversinya ada mengalami kenaikan maupun penurunan, walaupun naik dan turunnya persen konversi ini tidak terlalu signifikan.

Secara keseluruhan persen konversi metil ester mengalami peningkatan yang tidak terlalu signifikan. Peningkatan persen konversi dengan adanya penambahan metanol sisa sebesar 20% disebabkan karena semakin banyak metanol yang bereaksi dengan trigliserida akan menghasilkan metil ester yang banyak pula atau terjadi pergeseran reaksi kearah pembentukan produk.

Pada awal reaksi sebagian besar produk gliserol berada dalam fasa metanol dan produk metil ester berada dalam fasa minyak. Seiring dengan berjalan proses reaksi jumlah gliserol dan metil ester yang terbentuk meningkat. Peningkatan metil ester yang terbentuk menyebabkan semakin banyaknya metanol yang berada didalam fasa minyak+metil ester, hal ini

disebabkan karena metanol larut dalam metil ester dan banyaknya metanol yang berada didalam fasa gliserol menjadi berkurang. Pada akhir reaksi, sistem terbagi menjadi dua fasa yaitu fasa metil ester dan fasa gliserol.

Gliserol ini memiliki kelarutan yang lebih rendah dalam minyak dan metil ester, sehingga mudah untuk dipisahkan dari produk akhir metil ester.

Perbandingan mol minyak dan metanol yang semakin besar, sebenarnya memberikan hasil persen konversi yang besar pula, karena semakin banyaknya metanol yang bereaksi dengan trigliserida untuk menghasilkan metil ester. Tetapi pada penggunaan katalis 10% K_2CO_3/Al_2O_3 ini terdapat kenaikan dan penurunan persen konversi. Hal ini mungkin disebabkan karena terlarutnya sisi aktif basa dalam reaktan akibat lamanya waktu reaksi atau meningkatnya suhu, sehingga menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan. Dengan adanya reaksi penyabunan ini, maka diperlukan metanol berlebih untuk mendorong reaksi kearah produk atau pembentukan metil ester. Selain itu penambahan K_2CO_3 yang sedikit menyebabkan sisi aktif basa lebih sedikit didispersikan pada permukaan alumina dan adsorpsi kuat oleh reaktan mungkin terjadi pada sisi permukaan yang tidak reaktif, sehingga persen konversi tidak terlalu bagus.

4.5.1.2. Menggunakan Katalis 15% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$

Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C dengan waktu reaksi 1 jam dan 2 jam. Pada reaksi ini didapatkan nilai angka asam yang menurun dari nilai angka asam minyak jarak asli, yaitu dari 32,91 mg KOH/g minyak menjadi angka asam terendah sebesar 15,88 mg/g.

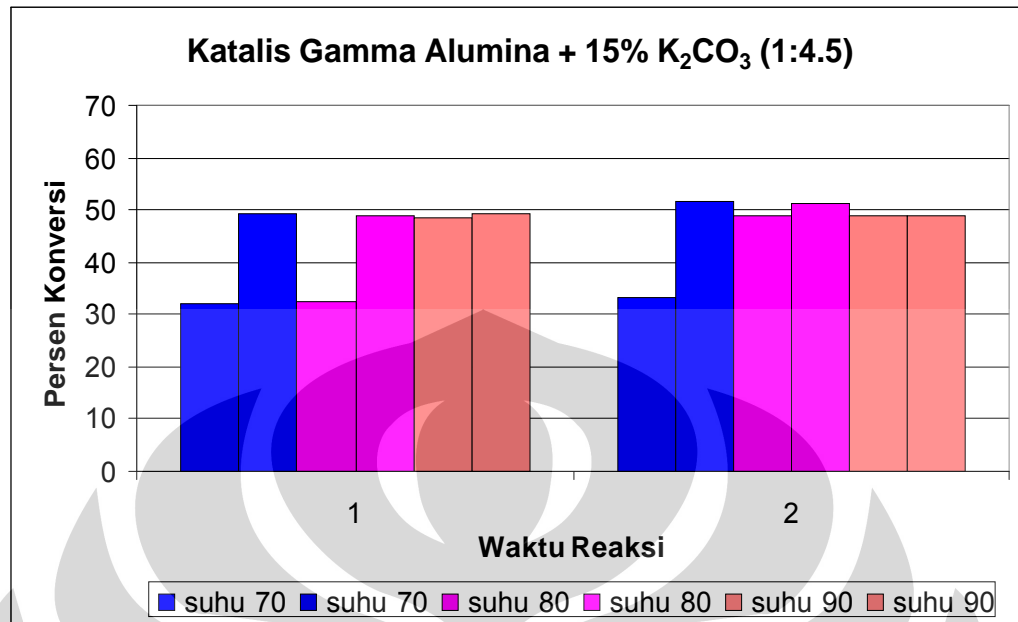
Persen konversi minyak dapat dihitung dari penurunan angka asam minyak jarak yang direaksikan.

Dari hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis 15% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:4,5 didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.7. Persen konversi dengan katalis 15% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:4.5)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		70°C	80°C	90°C
1 Jam	0	31,94	32,33	48,65
	60	49,13	48,74	49,13
2 Jam	0	33,06	49,01	48,85
	60	51,75	51,05	48,95

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.16. Diagram persen konversi katalis 15% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:4,5)

Reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol dengan bantuan katalis 15% K₂CO₃/ -Al₂O₃ dimana perbandingan mol minyak jarak dan metanolnya 1:4,5 menghasilkan persen konversi yang cukup baik dengan adanya variasi suhu (70°C, 80°C dan 90°C) dibandingkan dengan katalis 10% K₂CO₃/ -Al₂O₃. Dari diagram balok diatas terlihat bahwa semakin tingginya suhu reaksi transesterifikasi maka persen konversinya juga semakin meningkat, walaupun peningkatan persen konversi ini tidak terlalu signifikan, begitupun dengan penambahan waktu reaksi menjadi dua jam menghasilkan persen konversi yang meningkat pula. Peningkatan yang signifikan terjadi pada suhu reaksi 80°C, dimana pada saat direaksikan selama 1 jam, 80% metanol menghasilkan persen konversi sebesar 32,33%, setelah adanya penambahan 20% metanol sisa, persen konversi meningkat

menjadi 49,01%.. Hal ini menandakan bahwa semakin banyak metanol yang bereaksi dengan trigliserida menghasilkan metil ester yang banyak pula.

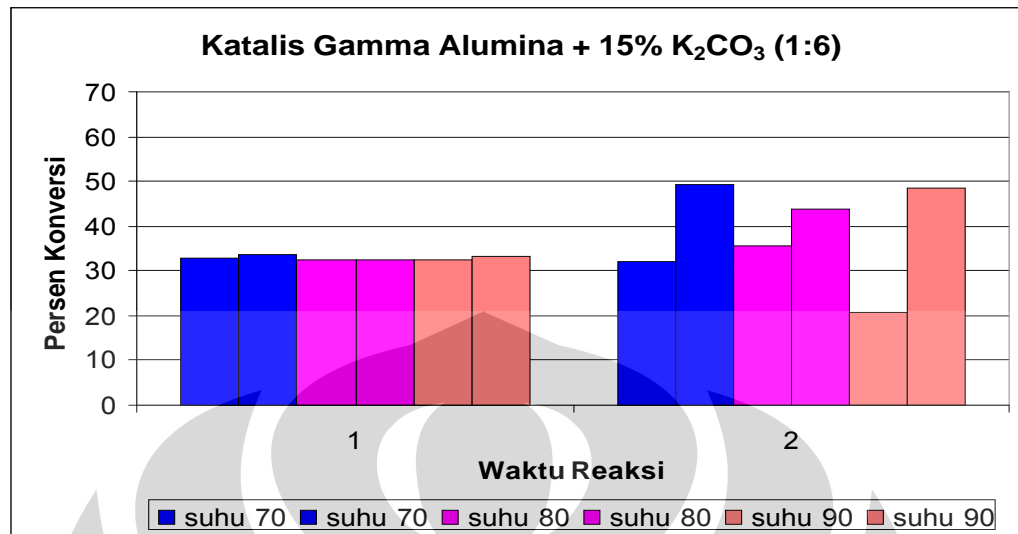
Pada saat sejumlah ion K^+ dimasukkan kedalam alumina dibawah batas jenuh pengambilan ion K^+ , maka akan terdispersi dengan baik, dimana dihasilkan banyaknya sisi basa pada permukaan $-Al_2O_3$. Banyaknya sisi basa pada katalis $-Al_2O_3$ akan menaikkan aktivitas katalitik dari katalis tersebut, sehingga dihasilkan metil ester yang banyak juga.

Untuk perbandingan mol minyak jarak dan metanol sebesar 1:6, didapatkan persen konversi sebagai berikut:

Tabel 4.8. Persen konversi dengan katalis 15% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:6)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		70°C	80°C	90°C
1 Jam	0	32,28	32,55	32,48
	60	33,59	32,41	33,27
2 Jam	0	32,21	35,78	20,76
	60	49,36	43,64	48,54

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.17. Diagram persen konversi katalis 15% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:6)

Persen konversi pada reaksi transesterifikasi dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:6 lebih kecil dibandingkan dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:4,5. Hal ini mungkin disebabkan karena terjadinya pemutusan interaksi antara ion K⁺ monolayer dengan padatan pendukung yang terdapat pada -Al₂O₃, akibat adanya pemutusan interaksi ini adalah berkurangnya sisi aktif basa pada katalis sehingga terjadinya reaksi penyabunan. Dengan adanya reaksi penyabunan, metil ester yang terbentuk sedikit. Pada katalis ion K⁺ akan masuk kepori-pori katalis, sehingga membentuk ikatan Al-O-K, ikatan ini akan mempercepat dispersi dan dekomposisi K₂CO₃ untuk membentuk sisi basa yang kuat pada proses aktivasi. Banyaknya K₂CO₃ yang ditambahkan belum sepenuhnya mencapai kapasitas dispersi spontan pada alumina, sehingga terjadi penurunan persen konversi metil ester yang terbentuk.

Untuk reaksi transesterifikasi pada perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:6, sudah menghasilkan persen konversi yang meningkat pada masing-masing suhu, walaupun peningkatan ini tidak signifikan. Hal ini menandakan penambahan metanol akan mendorong reaksi ke arah pembentukan produk.

4.5.1.3. Menggunakan Katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$

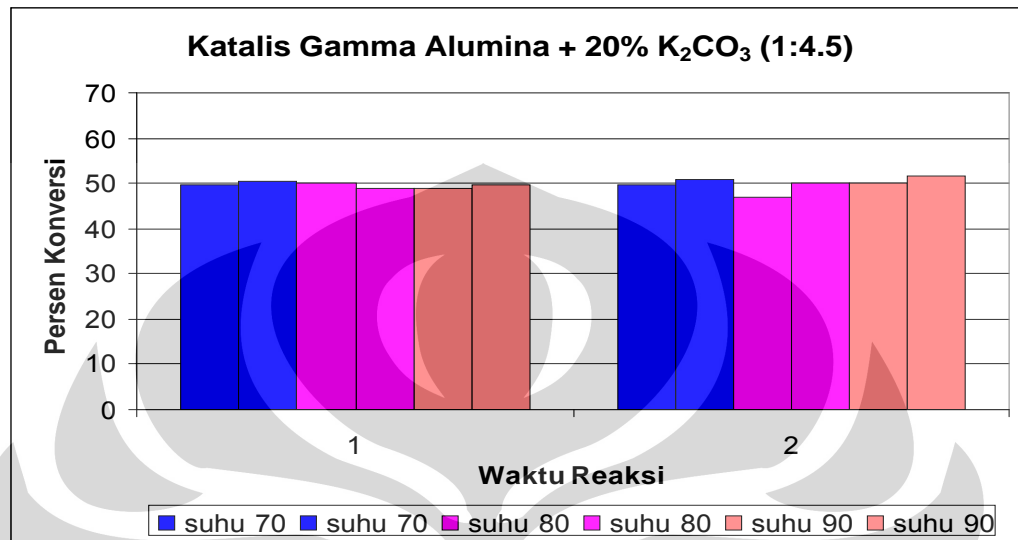
Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu $70^\circ C$, $80^\circ C$ dan $90^\circ C$ dengan waktu reaksi 1 jam dan 2 jam. Pada reaksi ini didapatkan nilai angka asam yang menurun dari nilai angka asam minyak jarak asli, yaitu dari 32,91 mg KOH/g minyak menjadi angka asam terendah sebesar 13,90 mg/g. Persen konversi minyak dapat dihitung dari penurunan angka asam minyak jarak yang direaksikan.

Dari hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:4,5 didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.9. Persen konversi dengan katalis 20% $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ (1:4.5)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		$70^\circ C$	$80^\circ C$	$90^\circ C$
1 Jam	0	49,56	49,95	48,95
	60	50,59	49	49,51
2 Jam	0	49,74	47	50,01
	60	50,81	50	51,52

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.18. Diagram persen konversi katalis 20% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:4,5)

Dari diagram diatas dapat dilihat adanya peningkatan persen konversi pada reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis $-Al_2O_3$ yang ditingkatkan kebiasaannya dengan penambahan 20% K_2CO_3 . Semakin banyak penambahan K_2CO_3 maka sisi asam pada $-Al_2O_3$ akan banyak berubah menjadi sisi aktif basa. Penambahan K_2CO_3 diperkirakan telah mencapai kapasitas dispersi spontan pada alumina, sehingga ikatan antara garam dengan padatan pendukung sudah bagus, dimana ion K^+ dari K_2CO_3 dapat memasuki pori-pori alumina, mempercepat dispersi dan dekomposisi K_2CO_3 sehingga membentuk sisi basa selama proses aktivasi.

Peningkatan persen konversi juga dipengaruhi oleh penambahan Poli Etilen Glikol (PEG), dimana PEG berfungsi sebagai *template*, sehingga ukuran pori-pori katalis menjadi besar, ukuran pori-pori katalis yang besar

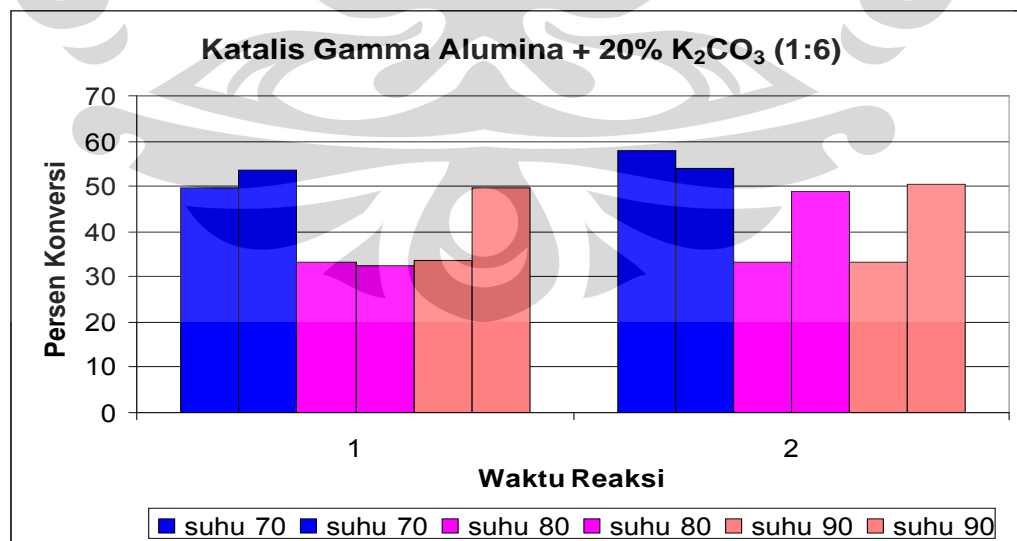
menyebabkan trigliserida banyak masuk, pada akhirnya diharapkan persen konversi yang dihasilkan besar.

Untuk perbandingan mol minyak jarak dan metanol sebesar 1:6, didapatkan persen konversi sebagai berikut:

Tabel 4.10. Persen konversi dengan katalis 20% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:6)

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		70°C	80°C	90°C
1 Jam	0	49,81	33,20	33,59
	60	53,54	32,41	49,76
2 Jam	0	57,76	33,07	33,14
	60	53,92	48,85	50,34

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.19. Diagram persen konversi katalis 20% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ (1:6)

Dari diagram diatas dapat diketahui bahwa untuk reaksi transesterifikasi dengan perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:6 terjadi kenaikan persen konversi pada saat reaksi dilakukan pada suhu 70°C, dimana persen konversinya mengalami kenaikan sampai 57,76%.

Penambahan 20% K_2CO_3 menyebabkan menurunnya pori-pori katalis yang kosong dan banyaknya spesi kalium pada permukaan pendukung sehingga terbentuk sisi basa pada katalis $-Al_2O_3$. Alumina ini mempunyai pori-pori yang dihasilkan dari dehidrasi gugus hidroksil permukaan.

Akan tetapi terjadi penurunan persen konversi pada saat reaksi dilakukan pada suhu 80°C dan 90°C, hal ini mungkin disebabkan metanol yang ditambahkan telah menguap dahulu sebelum reaksi berjalan dengan sempurna. Selain itu mungkin disebabkan K_2CO_3 yang ditambahkan ke alumina tidak dapat terdispersi semua, hanya sebagian dari kalium karbonat yang ditambahkan dapat terdekomposisi. Kalium karbonat yang berlebih ini menyebabkan terbentuknya aglomerasi dari bulk karbonat yang akan menutupi sisi basa pada permukaan katalis, sehingga akan menghalangi masuknya ion K^+ kedalam pori-pori alumina, tingkat dispersinya menjadi rendah dan akan menurunkan aktivitas katalitik dari katalis tersebut.

Secara keseluruhan persen konversi yang dihasilkan dengan penambahan 80% metanol dan pada saat penambahan 20% metanol sisa menjadi naik, baik reaksi dilakukan dengan variasi suhu, variasi waktu reaksi maupun variasi perbandingan mol.

Untuk perbandingan mol minyak jarak dan metanol 1:6 terdapat penurunan persen konversi dibandingkan dengan perbandingan mol 1:4,5, hal ini disebabkan karena minyak jarak yang digunakan ini kemungkinan telah terkontaminasi pada saat disimpan dan terdapatnya asam lemak bebas. Kandungan asam lemak bebas dalam minyak akan mempengaruhi jumlah produk metil ester yang dihasilkan, karena asam lemak bebas terlebih dahulu bereaksi dengan katalis dan membentuk sabun, sehingga jumlah katalis yang dikonsumsi pada reaksi transesterifikasi menjadi berkurang dan tidak semua minyak terkonversi menjadi metil ester²³.

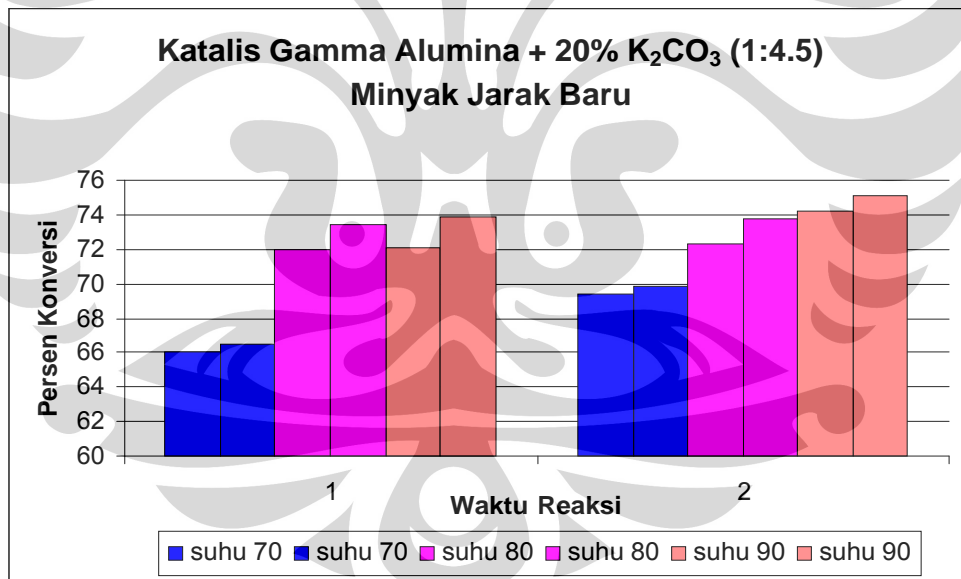
Sabun akan menghambat terjadinya reaksi transesterifikasi, kalau berlebih akan mengemulsikan minyak sehingga mengendap bersama gliserol. Akibat emulsi ini juga menyebabkan berkurangnya minyak yang terkonversi menjadi produk (metil ester)^{24,25}.

Untuk menguji masalah diatas, pada penelitian dicoba mereaksikan dengan minyak jarak baru. Pengujian dilakukan menggunakan katalis 20% K_2CO_3 / $-Al_2O_3$ dengan perbandingan mol minyak dan metanol 1:4.5. Dasar pemilihan katalis 20% ini adalah dari reaksi transesterifikasi yang telah dilakukan sebelumnya, penggunaan katalis ini menghasilkan persen konversi yang lumayan bagus. Data persen konversi yang didapatkan adalah:

Tabel 4.11. Persen konversi dengan katalis 20% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:4,5) minyak jarak baru

Waktu Reaksi	Menit Ke	Suhu		
		70°C	80°C	90°C
1 Jam	0	66	71,96	72,07
	60	66,44	73,44	73,89
2 Jam	0	69,45	72,28	74,19
	60	69,90	73,77	75,07

Diagram waktu reaksi terhadap persen konversi saat direaksikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C adalah sebagai berikut:



Gambar 4.20. Diagram persen konversi katalis 20% K₂CO₃/ -Al₂O₃ (1:4,5) minyak jarak baru

Diagram diatas menggambarkan kenaikan persen konversi pada tiap variasi suhu dan waktu reaksi. Persen konversi tertinggi didapatkan sebesar 75,07% yaitu pada saat reaksi dilakukan 2 jam+1jam dengan suhu reaksi 90°C. Penambahan metanol sisa sebesar 20% juga menghasilkan persen konversi yang besar. Sehingga dapat diketahui bahwa minyak jarak baru ini mempunyai kandungan asam lemak bebas yang relatif sedikit dibandingkan minyak jarak yang dipakai sebelumnya.

Angka asam sangat berpengaruh terhadap kualitas minyak, semakin tinggi nilai angka asam suatu minyak, maka dapat dikatakan kualitas minyak tersebut semakin buruk, sehingga pada saat dilakukan reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester yang sedikit.

4.6. Penentuan Trigliserida

Pembuatan metil ester dari minyak jarak yang lama dan yang baru dilakukan untuk membandingkan seberapa banyak metil ester yang terbentuk dari kedua minyak jarak tersebut. Hal ini dilakukan karena dari data penggunaan minyak jarak baru menghasilkan persen konversi metil ester yang cukup besar dibandingkan persen konversi yang dihasilkan dari reaksi dengan minyak jarak yang telah lama dibeli.

Sintesis metil ester dibuat dengan cara reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa yaitu KOH, dimana reaksi dilakukan pada suhu ruang selama 30 menit. Pemilihan KOH sebagai katalis pada pembuatan metil ester ini dikarenakan KOH adalah katalis yang paling efisien, dimana

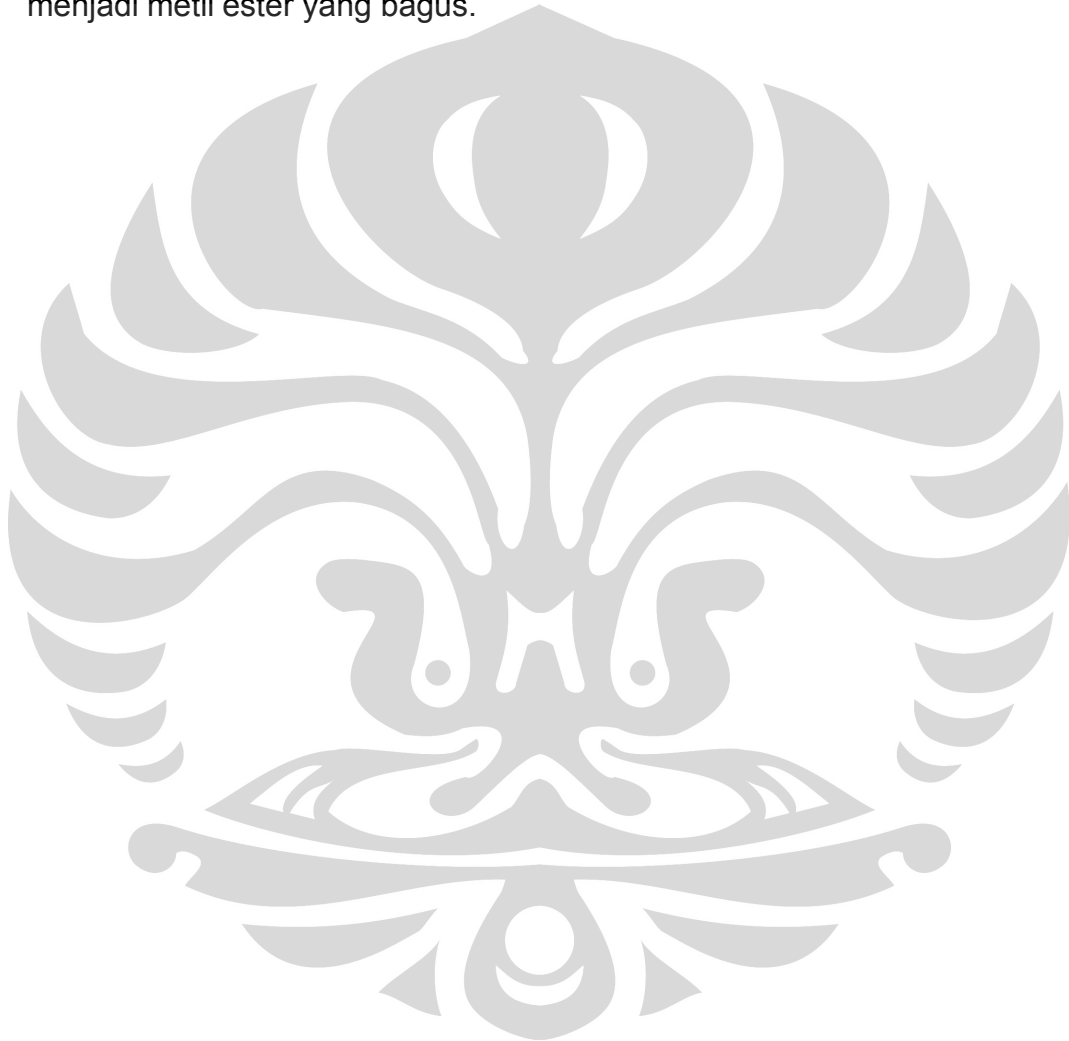
hanya memerlukan waktu 1 jam untuk merampungkan reaksi transesterifikasi. Sedangkan untuk katalis asam diperlukan waktu yang lama dan suhu yang tinggi (100°C).

Minyak jarak dan metanol direaksikan selama 1 jam dengan bantuan katalis KOH. Setelah 1 jam reaksi, campuran ini dipindahkan kedalam corong pisah dan didiamkan sesaat. Hasil reaksi ini akan menghasilkan metil ester dan gliserol dimana membentuk dua lapisan, yaitu lapisan bawah berupa gliserol dan lapisan atas adalah metil ester. Gliserol berada pada lapisan bawah karena mempunyai berat jenis yang lebih besar dari metil ester. Lapisan metil ester dan gliserol dipisahkan, kemudian metil ester yang terbentuk dicuci dengan air panas untuk menghilangkan sisa basa yang terdapat pada lapisan metil ester. Metil ester yang terbentuk masih mengandung air, untuk itu dikeringkan terlebih dahulu dengan Na_2SO_4 anhidrat agar metil esternya bebas air. Proses pemanasan pada suhu 80°C bertujuan untuk menghilangkan sisa metanol yang sekiranya masih tertinggal.

Dari hasil reaksi transesterifikasi kedua minyak jarak, didapatkan bahwa minyak jarak baru menghasilkan metil ester yang lebih banyak dibandingkan dari minyak jarak yang lama. Dimana persen metil ester yang terbentuk menggunakan minyak jarak baru adalah sebesar 54,06% sedangkan minyak jarak lama menghasilkan metil ester sebesar 36,05%. Kurang bagusnya persen konversi dari reaksi transesterifikasi yang dilakukan

menggunakan katalis $K_2CO_3/ -Al_2O_3$ dalam penelitian ini, disebabkan karena minyak jarak sebagai trigliseridanya kurang bagus.

Untuk itu diharapkan minyak jarak yang akan digunakan harus murni dan mengandung sedikit asam lemak bebas agar dihasilkan persen konversi menjadi metil ester yang bagus.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ dengan penambahan Poli Etilen Glikol (PEG) 6000 mampu menambah nilai persen konversi metil ester yang dihasilkan.
2. Katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ mampu mengkatalisis reaksi transesterifikasi minyak jarak dan metanol untuk menghasilkan metil ester, meskipun persen konversinya kurang bagus, tetapi waktu yang dibutuhkan relatif singkat.
3. Banyaknya K_2CO_3 yang ditambahkan pada katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ berpengaruh terhadap banyaknya sisi aktif basa yang terbentuk.
4. Metode pencampuran metanol 80% dari perbandingan mol pada awal reaksi dan 20% sisanya yang ditambahkan dapat mendorong reaksi kearah pembentukan produk yang lebih besar.
5. Semakin lamanya waktu reaksi dapat menghasilkan persen konversi yang besar.
6. Sisi aktif basa pada katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ berasal dari spesi K_2O yang terbentuk melalui dekomposisi termal K_2CO_3 yang dapat meningkatkan daya katalitik katalis.

7. Hasil persen konversi trigliserida menjadi metil ester pada katalis $-Al_2O_3$ dengan penambahan 10% K_2CO_3 adalah sebesar 57,67%, penambahan 15% K_2CO_3 sebesar 51,75% sedangkan dengan penambahan 20% K_2CO_3 adalah sebesar 57,76%.
8. Banyaknya asam lemak bebas pada trigliserida mempengaruhi jumlah metil ester yang terbentuk, dimana akan mengurangi persen konversi.

5.2. Saran

1. Perlu dilakukan pembuatan katalis $-Al_2O_3$ dengan memvariasikan penambahan Poli Etilen Glikol agar persen konversi lebih bagus.
2. Perlu dilakukan pembuatan katalis dengan penambahan K_2CO_3 yang lebih banyak, sehingga menghasilkan sisi aktif basa yang banyak pada katalis.
3. Perlu dilakukan pengukuran yang lebih spesifik untuk mengetahui banyaknya trigliserida yang terkonversi menjadi metil ester.
4. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui persen berat katalis yang optimum untuk reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis $-Al_2O_3/K_2CO_3$.
5. Sebaiknya sebelum memulai reaksi transesterifikasi, asam lemak bebas pada minyak dihilangkan terlebih dahulu.

DAFTAR PUSTAKA

1. Prana, Made Sri. 2006. *Budidaya Jarak (Jatropha Crucas L.), Sumber Biodiesel Menunjang Ketahanan Energi Nasional*. Jakarta: Pusat Penelitian Bioteknologi, LIPI.
2. Rahayu, Martini. *Teknologi Proses Produk Biodiesel*.
3. Anonim. 2006. *Biodiesel Berbahan Baku Minyak Kelapa Sawit*. Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Volume 28 No. 3.
4. Anonim. 2007. <http://energiterbarukan.net/>. 11 Juni 2008. Pukul 13.00 WIB.
5. Kiss, Anton A, dkk. 2007. *Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation Powered by Metal Oxides*. Belanda: University of Amsterdam.
6. Anonim. 2007. <http://www.biodiesel.org/>. 8 Juni 2008. Pukul 10.00 WIB.
7. Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI-Press.
8. Apriliani, Kurnia. 2007. *Pengaruh Perbandingan Mol Mg/Al dalam Katalis Mg-Al Hidrotalsit Terhadap Reaksi Heterogen Katalis Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
9. Andriyani. 2005. *Senyawa Heteropolyacid dan Garam-garamnya Sebagai Katalis Pada Sistem Heterogen Dalam Pelarut Organik*. Medan: USU.
10. Lehninger, Albert L. 1995. *Dasar-dasar Biokimia Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
11. Anonim. 2005. <http://www.wikipedia.org/>. 12 Juni 2008. Pukul 16.00 WIB.

12. Hura, Calvin. 2007. *Sintesis Biodiesel (Metilester) Melalui Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Menggunakan Katalis Heterogen Gamma Al_2O_3 dengan Impregnasi KOH dan K_2CO_3* . Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
13. Jannah, Raodatul. 2008. *Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa $K_2CO_3/ -Al_2O_3$* . Depok: Universitas Indonesia.
14. Wibowo, Widajanti. 2004. *Kapita Selekta Kimia Fisik III, Katalis Heterogen dan Reaksi Katalis*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
15. Huriah, Emal. 2007. *Reaksi Heterogen Katalisis Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak dengan Metanol*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
16. Anonim. 2008. <http://ladyo.wordpress.com/2008/04/07/difraksi-sinar-x/>. 19 juni 2008. Pukul 13.15 WIB.
17. Bonelle, C dan C.Mande. 1982. *Advances in X-Ray Spectroscopy*. USA: Pergamon-Press.
18. P.Souza, Santos; H.Souza, Santos; Toledo, S.P. 2000. *Standart Transition Aluminas, Electron Microscopy Studies*. Brazil: Universidade de São Paulo.
19. Wang, Ying dan Jian Hua Zhu, Wen Yu Huang. 2001. *Synthesis and Characterization of Potassium-Modified Alumina Superbases*. China: Departement of Chemistry, Nanjing University.

20. Ramli, Muliadi. 2002. *Preparasi Katalis Nikel/ -Al₂O₃ dan Uji Aktivitas Pada Reaksi Hidrogenasi Benzena*. Depok: Universitas Indonesia.
21. Schuchardt, Ulf; Ricardo Sercheli; Rogerio Matheus Vargas. 1997. *Transesterification of Vegetable Oils: a Review*. J. Braz. Chem. Soc., Vol. 9, No. 1, 199-210, 1998.
22. Xie, Wenlei; Hong Peng; Ligong Chen. 2005. *Transesterification of Soybean Oil Catalyzed by Potassium Loaded on Alumina as a Solid-Base Catalyst*. Applied Catalysis A: General 300 (2006) 67-64.
23. Yusuf, Rahman dan Tilani Hamid S. 2002. *Preparasi Karakteristik Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit*. Depok: Departemen Teknik Gas dan Petrokimia, FT UI. Jurnal Makara, Vol. 6 No. 2, Agustus 2002.
24. Mardiah, Agus Widodo, Efi Trisningwati dan Aries Purijatmiko. *Pengaruh Asam Lemak dan Konsentrasi Katalis Asam Terhadap Karakteristik dan Konversi Biodiesel pada Transesterifikasi Minyak Mentah Dedak Padi*. Surabaya: Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).
25. Di Serio, M dan Ledda M, Tesser R. *Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel by Using Heterogeneous Basic Catalysts*. In. Eng. Chem, 45, 3009-3014.

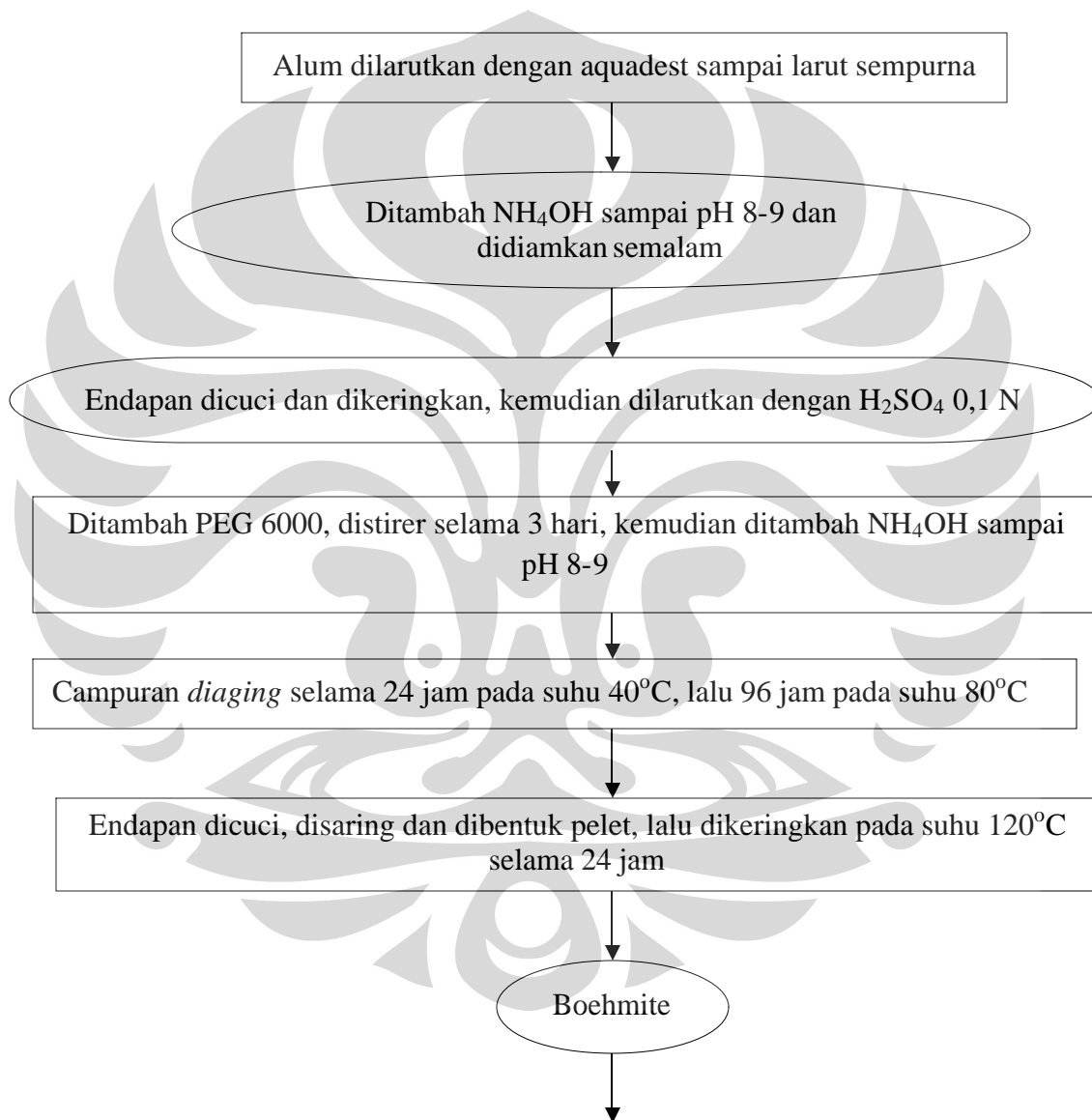


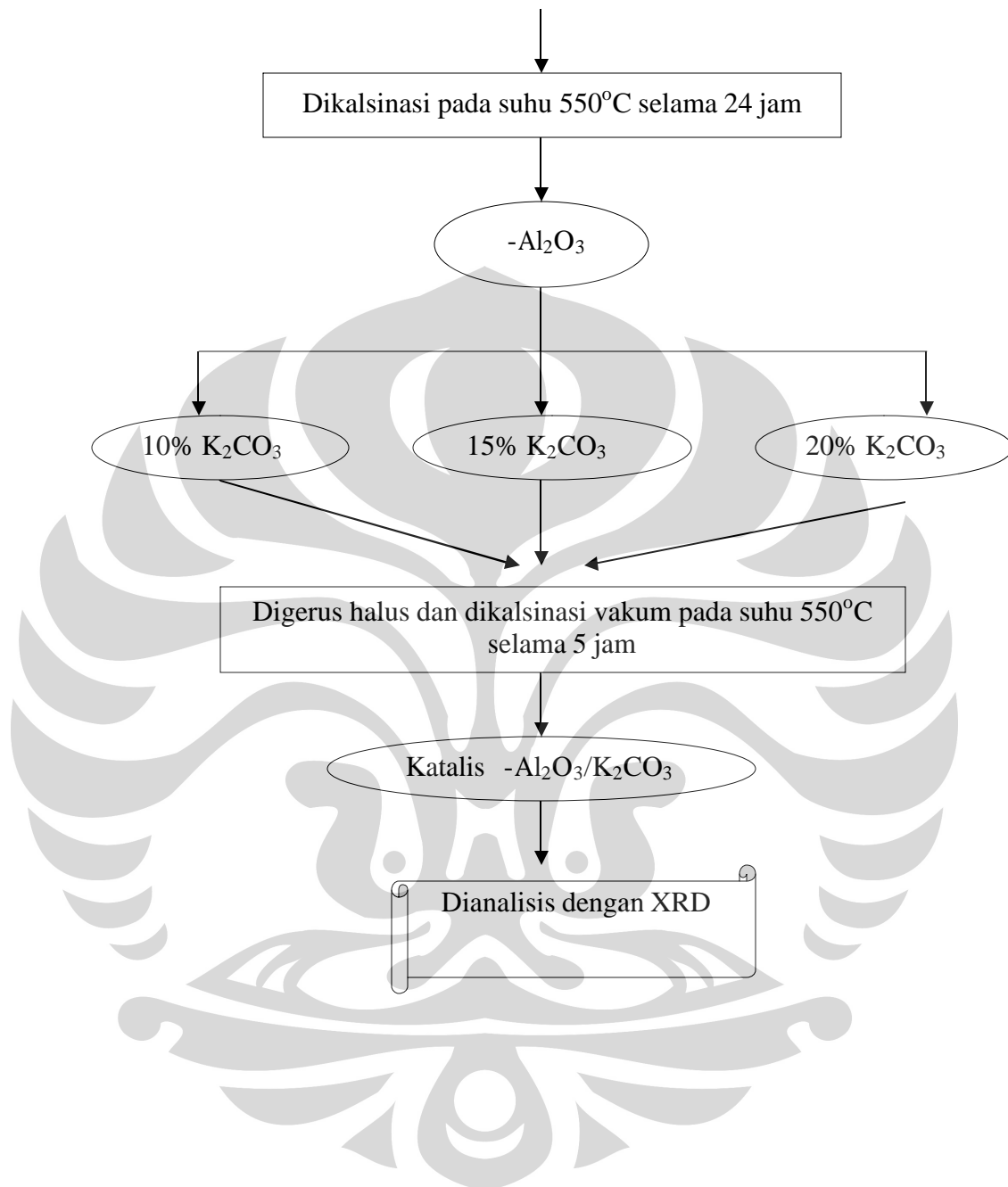
LAMPIRAN

Lampiran 1

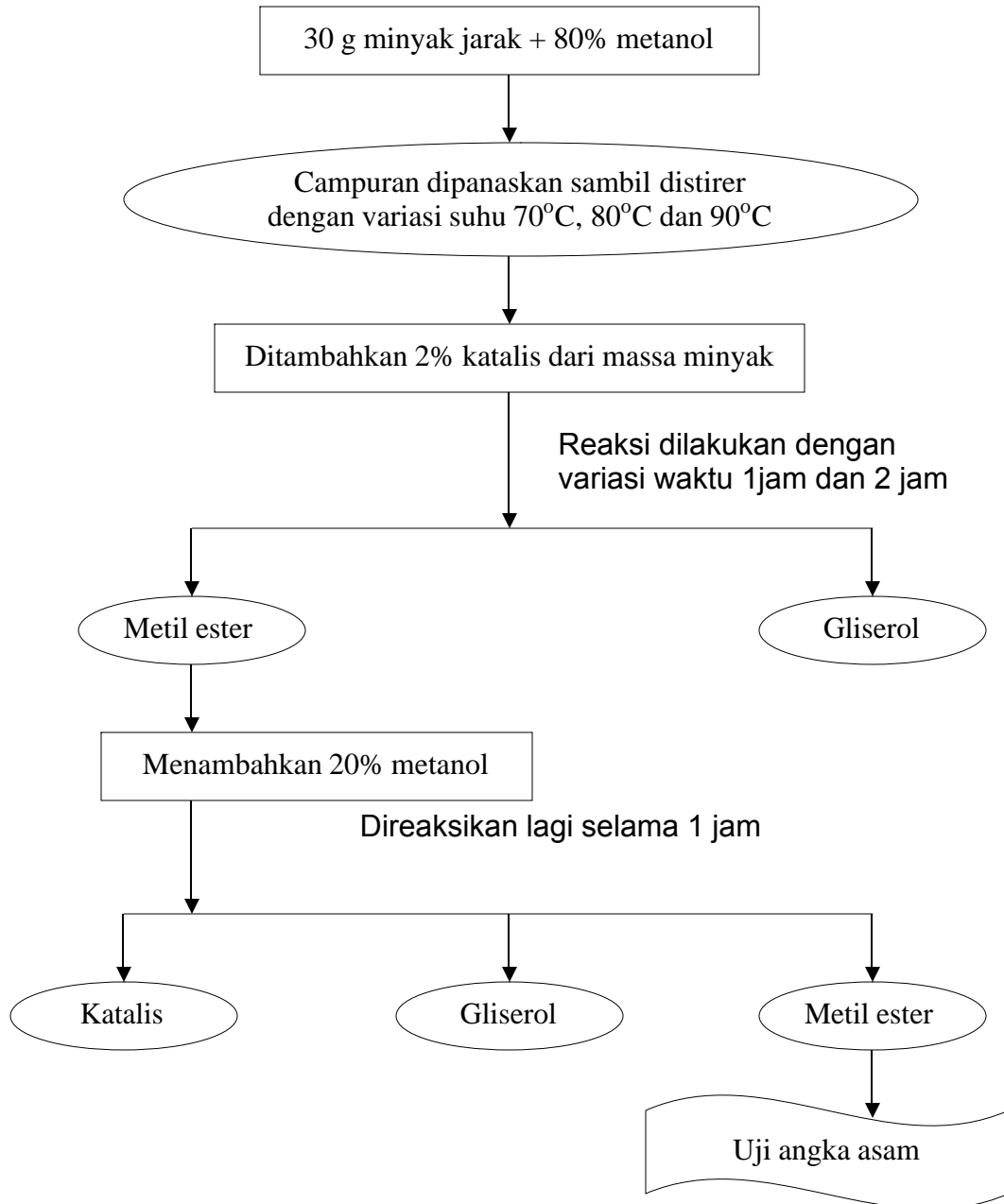
Bagan Kerja

Pembuatan Katalis $\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$





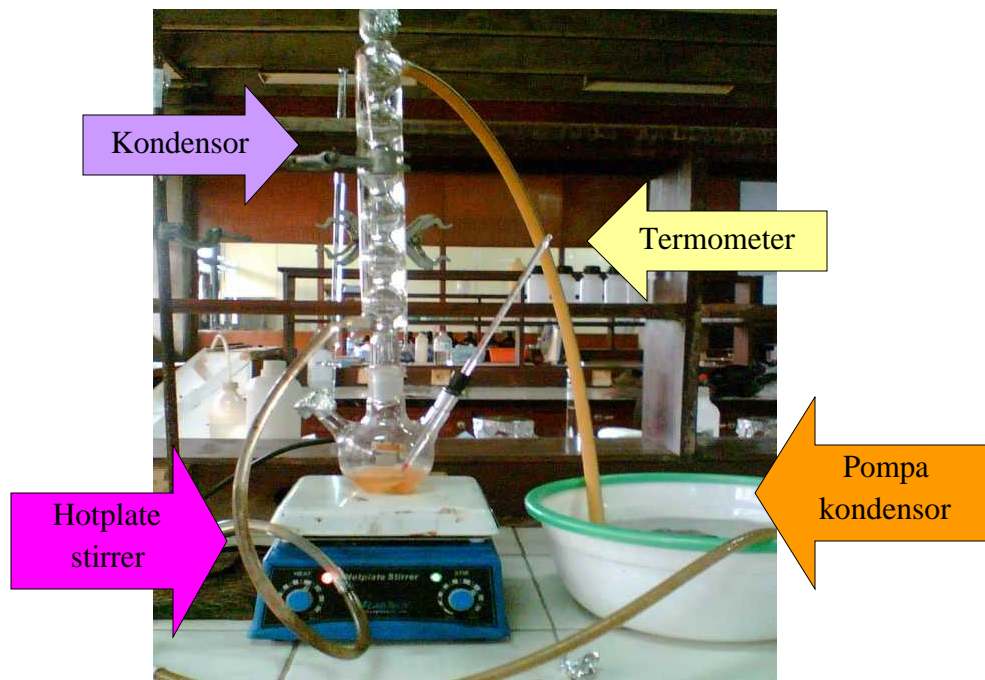
Uji Katalitik Reaksi Transesterifikasi



Lampiran 2

Peralatan Reaksi

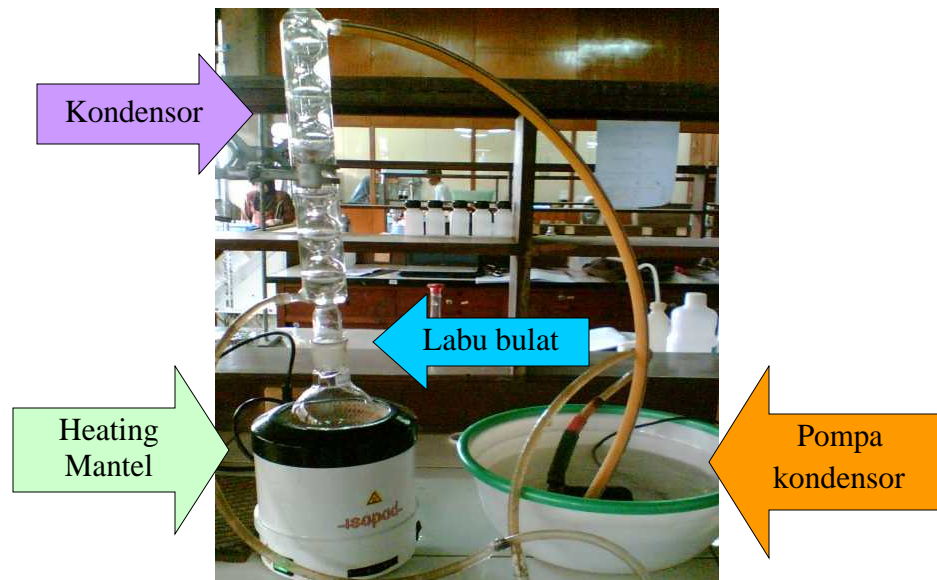
Reaktor yang digunakan untuk reaksi transesterifikasi



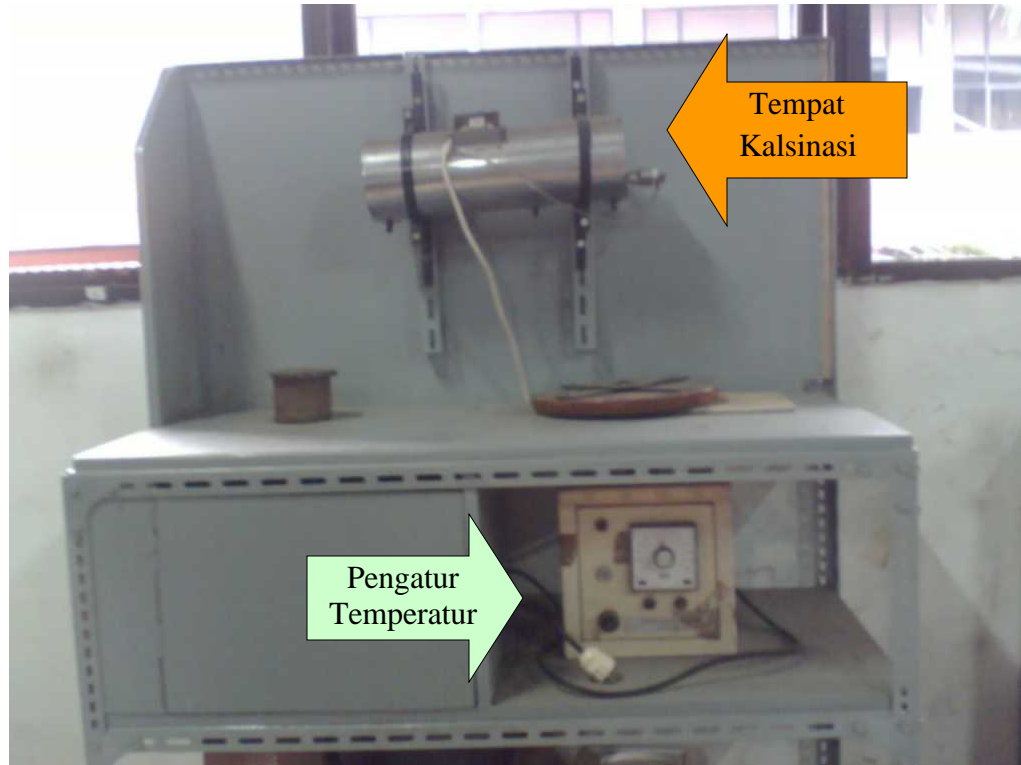
Peralatan aging



Alat angka penyabunan



Alat Kalsinasi Vakum



Lampiran 3

Gambar Difraktometer Sinar-X



Lampiran 4

Alat Mesin Press Minyak Jarak



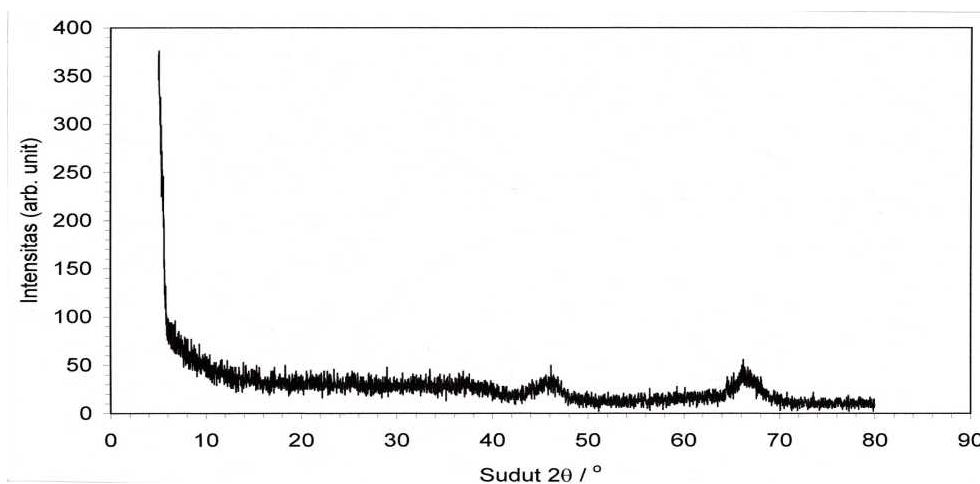
Lampiran 5

Data Difraksi Sinar-X Katalis -Al₂O₃

```

*SampleId      ent,gamma alumina
*Title1,B      ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/
*Title2,-      -----,/
*DiffrTyp      e,PW1710,/
*DiffrNum      ber,1,/
*Anode,Cu      ,/
*LabdaAlp      ha1, 1.54060,/
*LabdaAlp      ha2, 1.54439,/
*RatioAlp      ha21, 0.50000,/
*Divergen      ceSlit,Automatic, 12,/
*Receivin      gSlit,0.2,/
*Monochro      matorUsed,YES,/
*Generato      rVoltage, 40,/
*TubeCurr      ent, 20,/
*FileDate      Time,19-Jul-2007 17:13,/
*DataAngl      eRange, 10.0100, 79.9900,/
*ScanStep      Size, 0.020,/
*ScanType      ,CONTINUOUS,/
*ScanStep      Time, 1.00,/
                10.01000022888184      1.99999995296516E-
* 3500         002
    
```

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	25,4912	3,49148	33,63
2	45,8031	1,97945	58,98
3	66,4465	1,40591	100

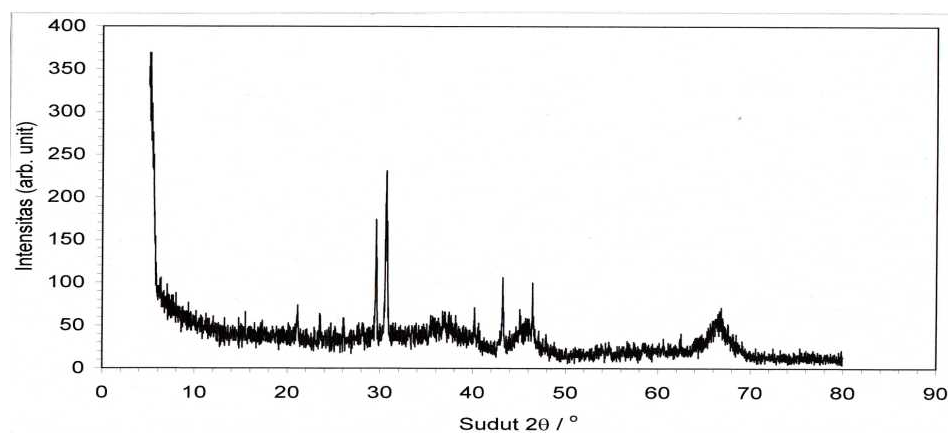


Lampiran 6

Data Difraksi Sinar-X Katalis $K_2CO_3/ -Al_2O_3$

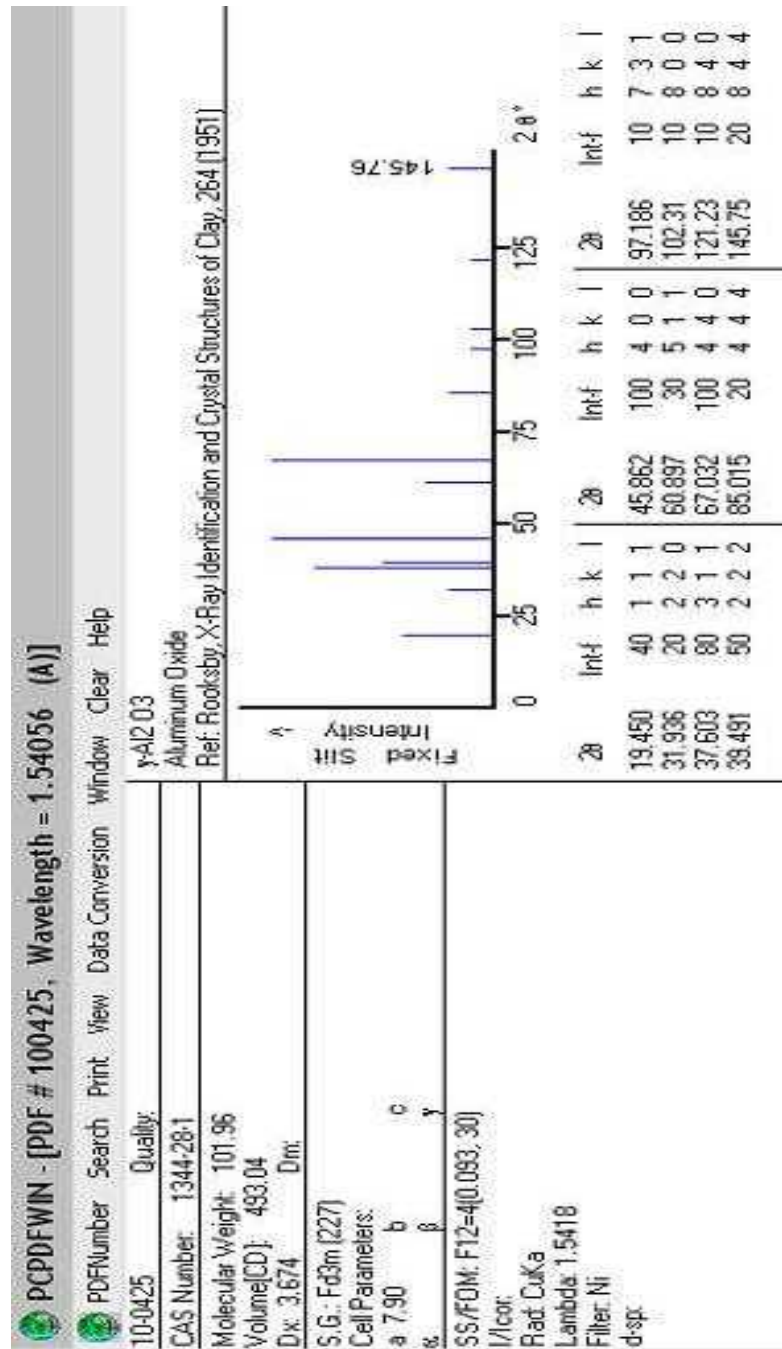
*SampleId ent,Sampel 4 /
*Title1,B ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/
*Title2,- -----,/
*DiffrTyp e,PW1710,/
*DiffrNum ber,1,/
*Anode,Cu ,/
*LabdaAlp ha1, 1.54060,/
*LabdaAlp ha2, 1.54439,/
*RatioAlp ha21, 0.50000,/
*Divergen ceSlit,Automatic, 12,/
*Receivin gSlit,0.2,/
*Monochro matorUsed,YES,/
*Generato rVoltage, 40,/
*TubeCurr ent, 20,/
*FileDate Time,19-Jul-2007 17:13,/
*DataAngl eRange, 10.0100, 79.9900,/
*ScanStep Size, 0.020,/
*ScanType ,CONTINUOUS,/
*ScanStep Time, 1.00,/

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	20,9916	4,22861	17,37
2	29,4781	3,0277	49,7
3	30,5924	2,91991	100
4	43,1444	2,09506	27,58
5	46,3851	1,95595	25,46
6	66,5967	1,4031	24,47



Lampiran 7

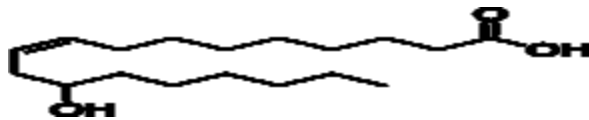
Data Difraksi Standar Gamma Alumina



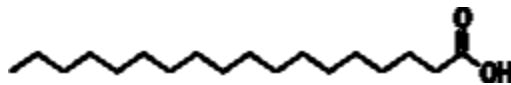
Lampiran 8

Struktur Beberapa Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak

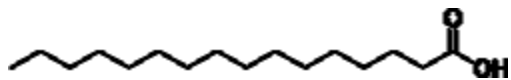
1. Asam risinoleat



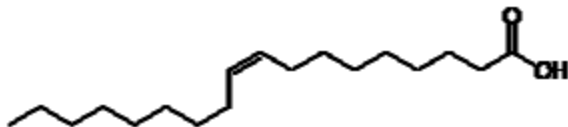
2. Asam Stearat



3. Asam Palmitat



4. Asam Oleat



5. Asam Linoleat

